บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์ และเครื่องมือ

1. Atomic Absorption Spectroscopy [Perkin Elemer, model: AA analyst 100]
2. X-Ray Fluorescence [Philips, model: Magi X'PROD]
3. X-Ray Diffraction [Bruker, model: D8 Advance]
4. Simultaneous Thermal Analysis [NET25CH, model: STA409EP]
5. Particle Size Analyzer [Malvern, model: Masterizer S]
6. Surface Area and Pore Size Analyzers [Quantachrome, model: Autosorb 1 MP]
7. Scanning Electron Microscope [Jeol, model: JSM-5410LV]
8. ตะแกรงร่อน ขนาด 200 เมช [W.S. Tyler, USA.]
9. บีกเกอร์ ขนาด 25 50 และ 400 mL [ISOLAB, Germany]
10. กระบอกตวง ขนาด 10, 50 และ 100 mL [ISOLAB, Germany]
12. เครื่องชั่งน้ำหนัก ความละเอียด 2 ตำแหน่ง [A&D, model: 1101340 MFD]
13. หม้อบด (Pot mill) ขนาด 2 kg

3.2 วัสดุและสารเคมี

1. เปลือกหอยแครง
2. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, H_2O_2) 50% v/v, AR grade ผลิตโดยบริษัท Thai peroxide ประเทศไทย
3. แอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Ammonium dihydrogenphosphate, $NH_4H_2PO_4$) 99.0%, AR grade ผลิตโดยบริษัท Rankem ประเทศอินเดีย
4. น้ำกลั่น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยได้ทำการเตรียมแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูงจากเปลือกหอยแครงเพื่อการผลิตผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ขั้นตอนหลัก คือ การเตรียมวัตถุดิบตั้งต้น การเตรียมผงแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูง และการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี

3.3.1 การเตรียมเปลือกหอยแครง

1) รวบรวมเปลือกหอยแครงในเขตพื้นที่จังหวัดเชียงใหม่

2) นำไปล้างน้ำสะอาดเพื่อกำจัดเนื้อเยื่อ โคลน และสิ่งปลอมปนอื่นๆ ที่ติดมากับเปลือกหอยแครง

3) สุ่มตัวอย่างเปลือกหอยแครงปริมาณ 500 g

4) ทำการบดด้วยโกร่งบดสาร แล้วนำไปผ่านตะแกรงร่อน 200 เมช

5) นำผงตัวอย่างทำการวิเคราะห์ตรวจสอบสมบัติเบื้องต้น ดังนี้

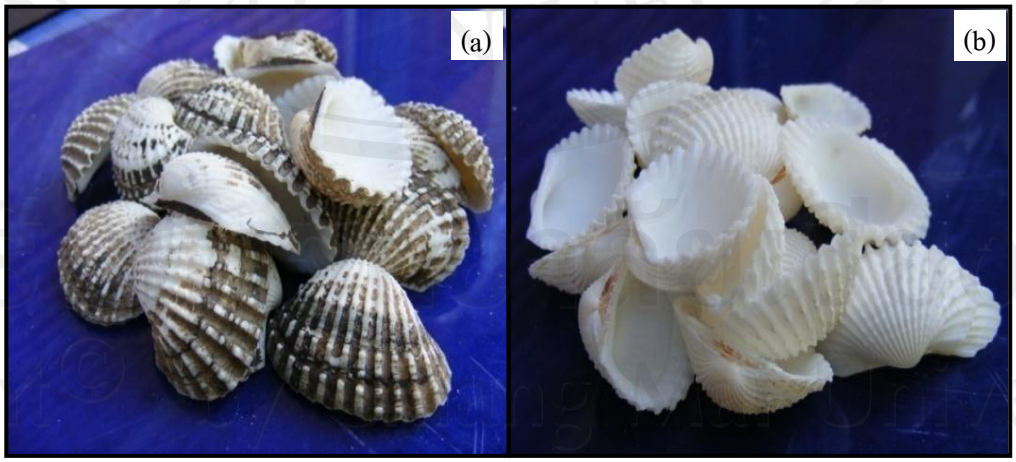
(1) วิเคราะห์ปริมาณโลหะหนัก และสารพิษ

(2) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

6) นำเปลือกหอยแครงที่ได้จากข้อ 2) แช่สารละลาย H_2O_2 ความเข้มข้น 50% เจือจางในน้ำ อัตราส่วน 1:2 เป็นเวลา 3 วัน แล้วทำการอบให้แห้ง จากนั้นบรรจุ และเก็บไว้เพื่อนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

7) ทำการสุ่มตัวอย่างเปลือกหอยแครงในข้อ 6) ปริมาณ 500 g

8) ทำการบดด้วยโกร่งบดสาร แล้วผ่านตะแกรงร่อน 200 เมช



รูป 3.1(a), **3.1**(b) ลักษณะเปลือกหอยแครงก่อน และหลังแช่ด้วยสารละลาย H_2O_2

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.1 การเตรียมเปลือกหอยแครง (ต่อ)

9) นำผงตัวอย่างทำการวิเคราะห์ตรวจสอบสมบัติเบื้องต้น ดังนี้

(1) วิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่

(2) วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค

(3) วิเคราะห์เชิงความร้อน

3.3.2 การเตรียมผงแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูงจากเปลือกหอยแครง

1) นำเปลือกหอยแครงที่ได้จากการเตรียมวัตถุดิบตั้งต้นในขั้นตอน 3.3.1 ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°C 900°C และ 950°C ภายใต้การสันดาปสมบูรณ์

2) บดเปลือกหอยแครงที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่างๆ ด้วยหม้อบดความเร็วสูงเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (หลีกเลี่ยงการสัมผัสกับอากาศชื้นภายนอก)

3) ทำการบรรจุ และเก็บไว้ภายใต้สภาวะสุญญากาศ เพื่อนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

4) สุ่มตัวอย่างผงเปลือกหอยแครงหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในปริมาณ 200 g แล้วนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่

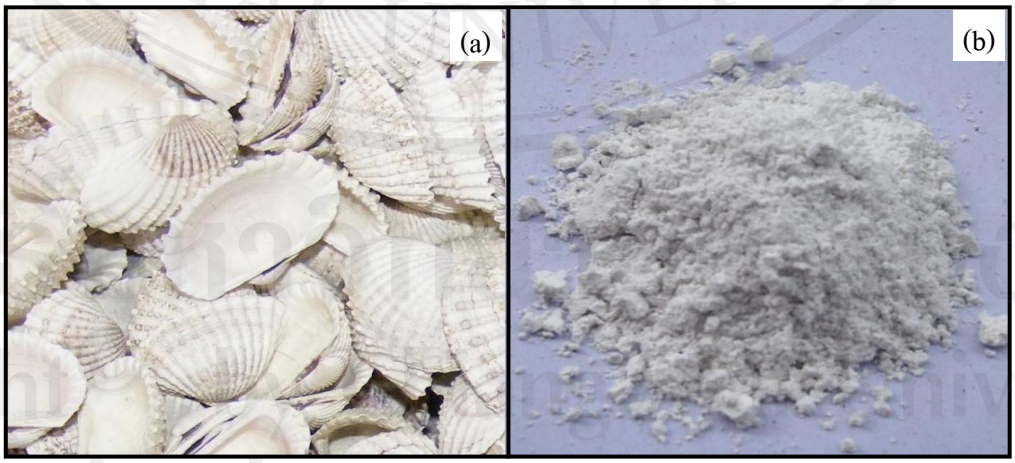
5) เลือกสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูง

6) สุ่มตัวอย่างจากผงแคลเซียมออกไซด์บริสุทธิ์สูงในข้อ 5) ปริมาณ 500 g นำไปทำการตรวจสอบลักษณะ และสมบัติต่างๆ ของเปลือกหอยแครง ดังนี้

(1) วิเคราะห์ขนาดอนุภาค

(2) วิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุน

(3) วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค

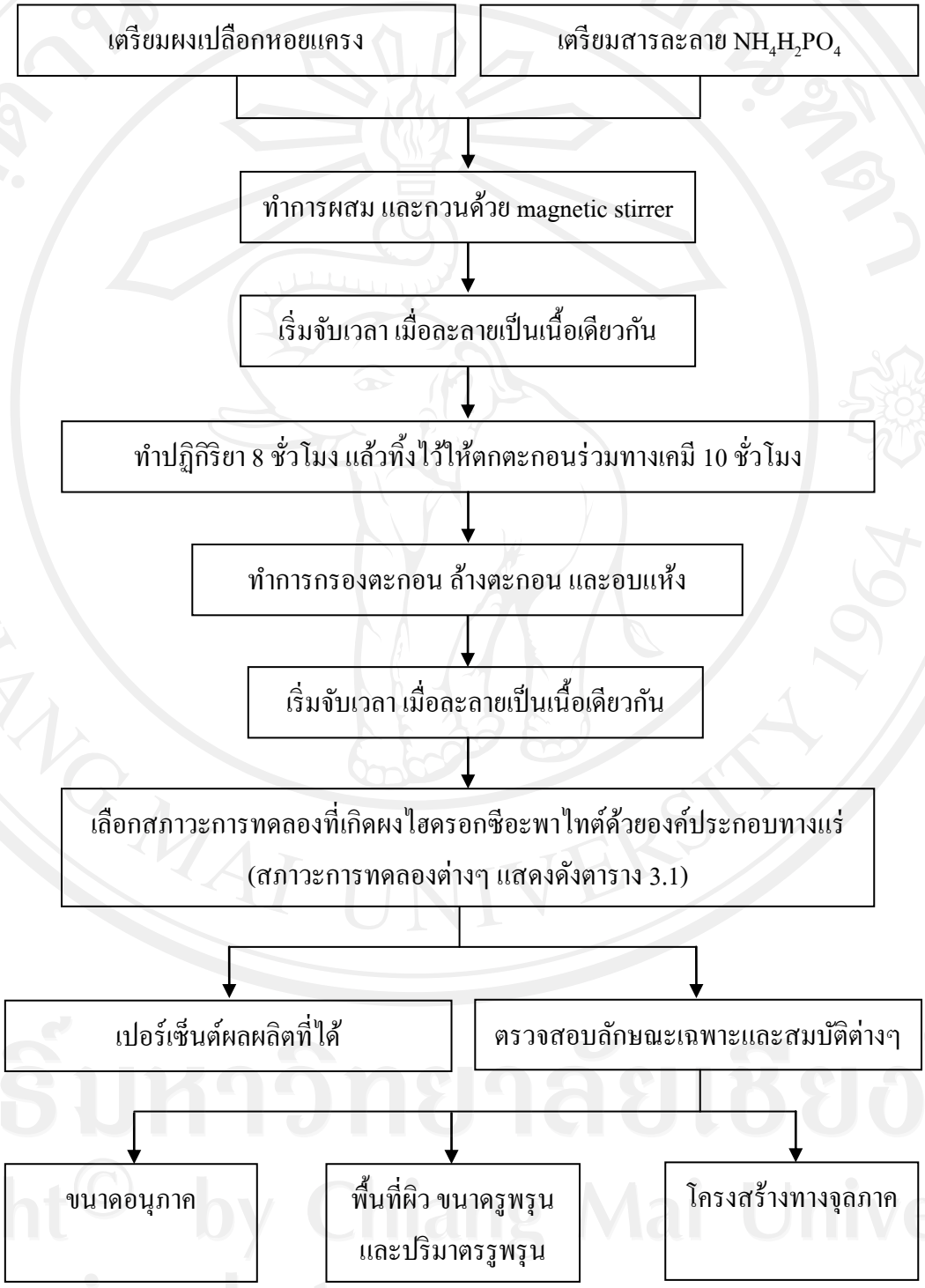


รูป 3.2(a), **3.2**(b) ลักษณะเปลือกหอยแครงก่อน และหลังการแคลไซน์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.3 วิธีการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

ทำการสังเคราะห์เปลือกหอยแครงหลังการแคลไซน์ ตามแผนการทดลองดัง รูป 3.3



รูป 3.3 การสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตาราง 3.1 สภาวะการทดลองที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

รหัสตัวอย่าง	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ทำปฏิกิริยา (g)		อุณหภูมิแคลไซน์ผงที่สังเคราะห์ได้
	ผงแคลเซียมออกไซด์	สารประกอบ $NH_4H_2PO_4$	
A28T70	30	28.76	700
A23T70	30	23.01	
A17T70	30	17.25	
A28T80	30	28.76	800
A23T80	30	23.01	
A17T80	30	17.25	
A28T90	30	28.76	900
A23T90	30	23.01	
A17T90	30	17.25	

รูป 3.4 ลักษณะผงสังเคราะห์ที่ได้ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved