

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในการวิจัยนี้ต้องเตรียมสารตัวอย่าง เพื่อให้ความร้อนจนกระทั่งหลอมเหลว แล้วลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็วเพื่อให้แข็งตัวกลายเป็นกลาส ซึ่งต้องใช้วัสดุอุปกรณ์ดังนี้

3.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2)
2. เลดออกไซด์ (PbO)
3. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3)

3.1.2 อุปกรณ์ในการทดลอง

1. ช้อนตักสาร
2. ครกบดสาร
3. ถ้วยเซรามิกส์สำหรับหลอมสาร (crucible)
4. ตะแกรงร่อนสาร
5. ลวดแคนทอล (Kanthal) เส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร ยาว 36 เซนติเมตร สำหรับทำขั้วไฟฟ้า
6. เครื่องชั่งสารอย่างละเอียด
7. อุปกรณ์ชุดควบคุมอุณหภูมิซึ่งประกอบด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิ เทอร์โมคัพ เปิลชนิดแพลททินัม - แพลททินัม 13% โรเดียม (R-type) หลอดไฟแสดงการทำงานของเตา และชุดแสดงอุณหภูมิ
8. ดิจิตอล มัลติมิเตอร์
9. เตาเผาสาร ซึ่งประกอบจากอิฐทนไฟ ขดลวดแคนทอล และเซรามิกส์ไฟเบอร์
10. ไซลิด สเตท อิเล็กโทรมิเตอร์ รุ่น 610C ของบริษัท Keithley

3.2 วิธีเตรียมเตาเผาและการจัดอุปกรณ์ชุดการทดลอง

3.2.1 วิธีเตรียมเตาเผา

1. กำหนดพื้นที่และความสูงภายในเตา โดยให้ภายในเตามีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยม มีพื้นที่เตา 4" x 4" และมีความสูง 6.5" จากนั้นจึงคำนวณหาค่าพลังงาน (power) ที่ต้องการ โดยการเทียบจากตาราง 3.1 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของปริมาตรภายในเตากับกำลังงานที่ต้องใช้⁽⁶⁾

ตารางที่ 3.1 แสดงความสัมพันธ์ของปริมาตรภายในเตากับกำลังงานที่ต้องใช้

Volume in Firing Chamber	kW Required	kW Increase per Cubic Foot
1 cubic foot	3.75	
2 cubic feet	6.50	2.75
3 cubic feet	9.00	2.50
4 cubic feet	11.00	2.00
5 cubic feet	13.00	2.00
6 cubic feet	14.50	1.50
8 cubic feet	17.50	1.50
10 cubic feet	20.50	1.50
15 cubic feet	27.00	1.30
30 cubic feet	40.00	0.90
40 cubic feet	48.00	0.80

โดยปริมาตรภายในของเตาเป็น $4" \times 4" \times 6.5" = 104$ ลูกบาศก์นิ้วหรือเท่ากับ 0.06 ลูกบาศก์ฟุต ต้องใช้กำลังงาน ประมาณ 1442 วัตต์

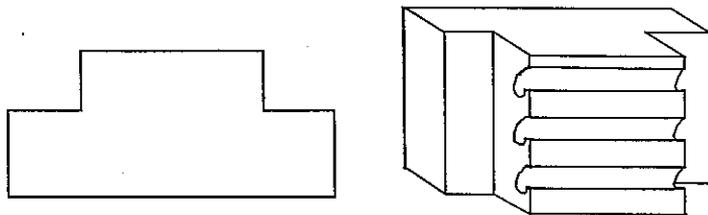
จากความสัมพันธ์

$$P = I^2 R$$

เมื่อกำหนดความต้านทาน (R) เป็น 20 Ω ดังนั้น $I = 8.5$ แอมแปร์

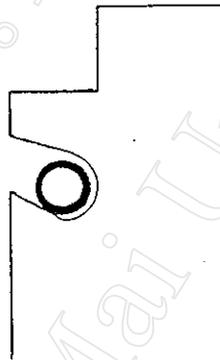
ดังนั้นเตาจะใช้กระแส 8.5 แอมแปร์ และโดยใช้ขดลวดที่มีความต้านทานเป็น 20 Ω

2. นำอิฐทนไฟจำนวน 8 ก้อนซึ่งมีขนาด 7" x 4.5" x 3" มาติดตั้งให้มีลักษณะดังภาพ

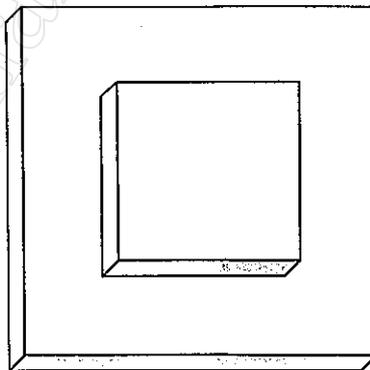


รูปที่ 3.1 แสดงภาพอิฐทนไฟที่ติดตั้งแล้ว

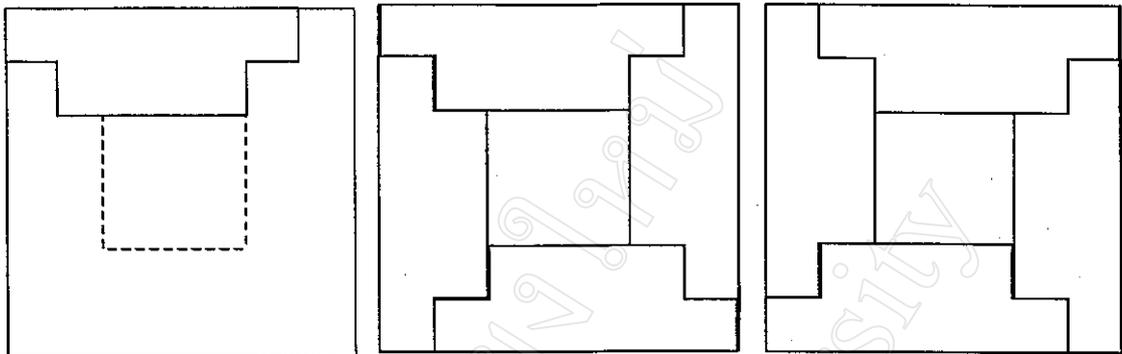
เซาะร่องอิฐทนไฟให้มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตรโดยแต่ละร่องห่างกัน 1 เซนติเมตร สำหรับผนังเตาด้านข้างชั้นล่าง ใช้อิฐทนไฟจำนวน 4 ก้อน โดยแต่ละก้อนเซาะร่องเพื่อรองรับขดลวดทั้งหมด 3 ร่อง และผนังเตาด้านข้างชั้นบน ใช้อิฐทนไฟจำนวน 4 ก้อนโดยแต่ละก้อนเซาะร่องทั้งหมด 2 ร่อง โดยลักษณะการเซาะร่องเป็นดังรูป 3.2⁽⁶⁾ และตัดอิฐทนไฟเพื่อทำผนังเตาด้านล่างดังรูป 3.3 จากนั้นนำอิฐทนไฟที่ตัดและเซาะร่องเรียบร้อยแล้วมาประกอบกัน โดยให้มีการจัดเรียงของอิฐทนไฟผนังเตาด้านข้างชั้นล่างและชั้นบนดังรูป 3.4



รูปที่ 3.2 แสดงภาพลักษณะการเซาะร่องอิฐทนไฟ⁽⁶⁾

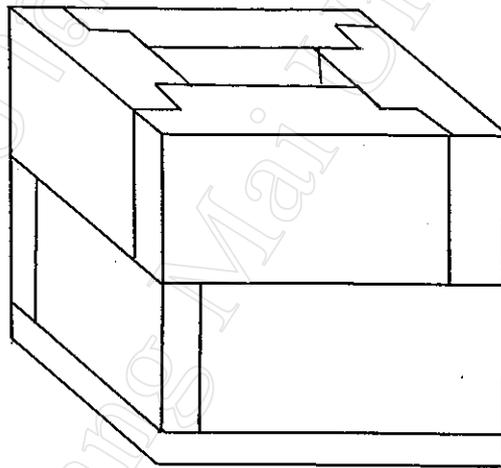


รูปที่ 3.3 แสดงภาพผนังเตาด้านล่างที่ตัดแต่งแล้ว



ผนังเตาด้านข้างชั้นล่าง

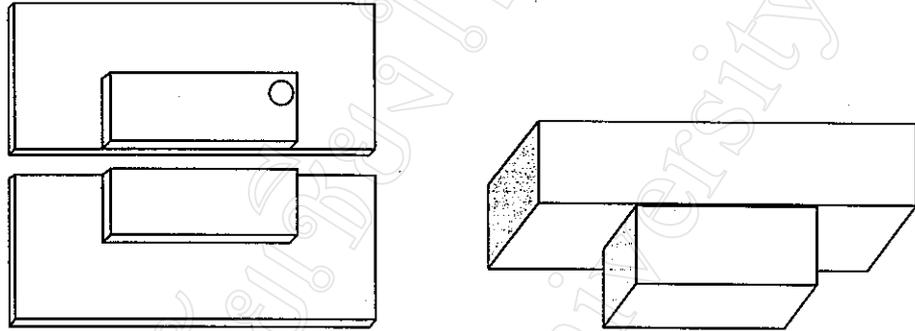
ผนังเตาด้านข้างชั้นบน



รูปที่ 3.4 แสดงลักษณะการเรียงอิฐทนไฟที่ตัดแต่งแล้วเพื่อประกอบเป็นผนังเตา

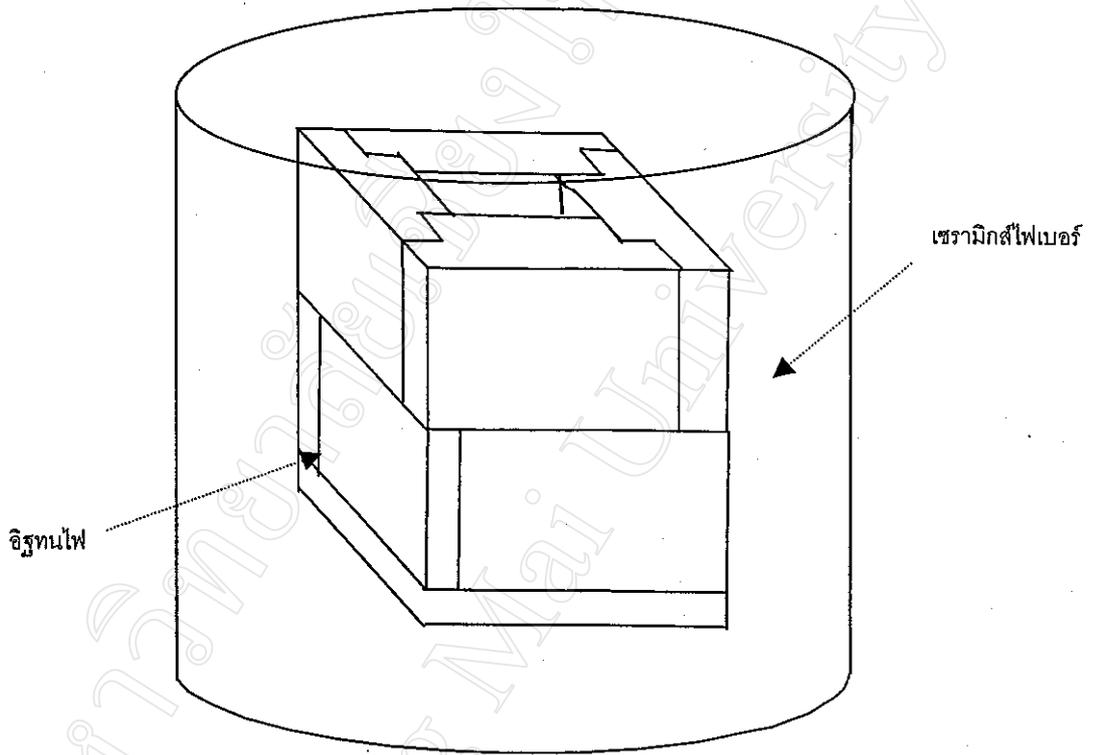
3. นำลวดแคนทอลที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 มิลลิเมตรยาว 20 เมตร ซึ่งมีความต้านทาน 20 Ω มาพันเกลียว โดยควรมีเส้นผ่าศูนย์กลางของเกลียวขดลวด 6-8 เท่าของเส้นผ่าศูนย์กลางลวด และมีระยะห่างแต่ละเกลียวเป็น 2.25 เท่าของเส้นผ่าศูนย์กลางลวด ดังรูป 3.5⁽⁶⁾ และจัดเรียงเกลียวขดลวดในร่องอิฐทนไฟ โดยมีลักษณะดังรูป 3.6

4. นำอิฐทนไฟ 2 ก้อนมาตัดแต่งเพื่อทำเป็นฝาเตาโดยมีลักษณะดังนี้



รูปที่ 3.7 แสดงลักษณะของฝาเตา โดยเจาะรูที่ด้านบนของฝาเตาเพื่อบรรจุเทอร์โมคัพเปิด

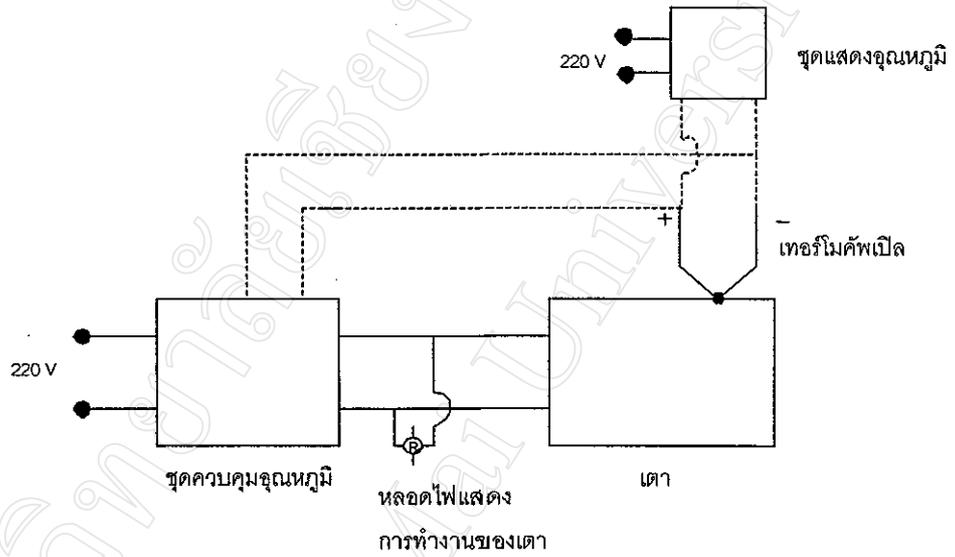
5. นำส่วนต่างๆมาประกอบภายในเตา ซึ่งเตามีลักษณะเป็นทรงกระบอก โดยมีผนังเตาด้านนอกเป็นเหล็ก เส้นผ่าศูนย์กลาง 40 เซนติเมตร สูง 50 เซนติเมตร โดยปูชั้นล่างและผนังเตาด้านนอกด้วยเซรามิกส์ไฟเบอร์ และใช้อิฐทนไฟวางทับชั้นล่างอีกครั้ง เพื่อเป็นฐานสำหรับวางอิฐทนไฟที่ตัดแต่งเป็นผนังเตาด้านใน จากนั้นจึงนำเกลียวขดลวดใส่ในแต่ละร่องของอิฐทนไฟสำหรับช่องว่างระหว่าง ผนังเตาด้านนอกกับอิฐทนไฟ จะใส่เซรามิกส์ไฟเบอร์จนเต็ม ดังรูป 3.8 เมื่อจัดเรียงส่วนประกอบต่างๆของเตาแล้ว จึงนำฝาเตามาประกอบเข้ากับเตา สำหรับฝาเตาจะถูกเจาะร่องเล็กๆ 2 ร่องโดยมีระยะห่าง 1 เซนติเมตร เพื่อบรรจุขั้วไฟฟ้าจากสารตัวอย่างและใส่เทอร์โมคัพเปิดด้านบนของฝาเตา เพื่อวัดอุณหภูมิ



รูปที่ 3.8 แสดงลักษณะการจัดเรียงส่วนประกอบของเตา

3.2.2 วิธีจัดอุปกรณ์ชุดการทดลอง

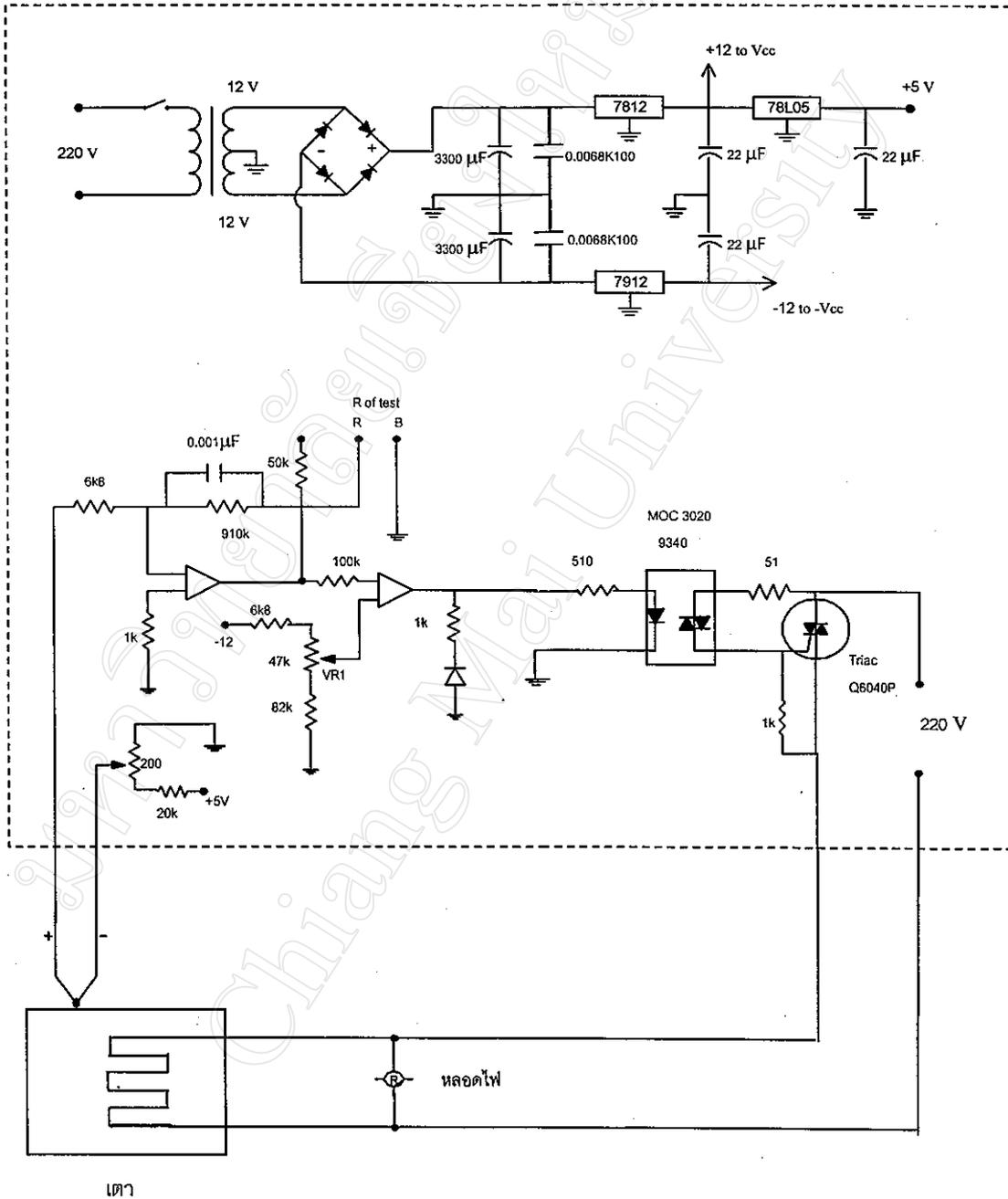
จัดอุปกรณ์ชุดการทดลองดังรูป 3.9 สำหรับชุดควบคุมอุณหภูมิมีวงจรการทำงานดังรูป 3.11



รูปที่ 3.9 แสดงแผนภาพการจัดอุปกรณ์ชุดการทดลอง



รูปที่ 3.10 แสดงชุดอุปกรณ์การทดลอง



รูปที่ 3.11 แสดงแผนภาพวงจรชุดควบคุมอุณหภูมิ

การทำงานของชุดควบคุมอุณหภูมิ

การทำงานของชุดควบคุมอุณหภูมิเป็นลักษณะวงจรเปรียบเทียบ โดยเมื่อหมุนุ่มปรับอุณหภูมิ ซึ่งเป็นตัวต้านทานที่ปรับค่าได้ ไปยังตำแหน่งที่ต้องการ วงจรควบคุมอุณหภูมิซึ่งมีไฟเลี้ยงจากวงจรเรียงกระแส (รูปที่ 3.11) จะทำหน้าที่ควบคุมการจ่ายไฟให้กับเตา จนกระทั่งเทอร์โมคัพเปิดซึ่งอยู่ในเตา มีความต่างศักย์ เท่ากับความต่างศักย์ที่ตั้งไว้ วงจรควบคุมอุณหภูมิจึงหยุดจ่ายไฟ ทำให้เตามีอุณหภูมิตามต้องการ และเมื่ออุณหภูมิกายในเตาลดลง วงจรควบคุมอุณหภูมิก็จะจ่ายไฟให้กับเตาอีกครั้ง จนกระทั่งเตามีอุณหภูมิเท่าเดิม

เมื่อต้องการอุณหภูมิสูงขึ้น ต้องหมุนุ่มปรับอุณหภูมิเพิ่ม ทำให้มีความต่างศักย์ในวงจรเปรียบเทียบสูงขึ้น ดังนั้นวงจรควบคุมอุณหภูมิจึงควบคุมไทรสเตอร์เพื่อจ่ายไฟให้เตา จนกระทั่งเทอร์โมคัพเปิดภายในเตา มีความต่างศักย์เท่ากับที่ตั้งไว้ วงจรควบคุมอุณหภูมิจึงสั่งให้ไทรสเตอร์หยุดจ่ายไฟ ทำให้ได้อุณหภูมิตามที่ต้องการ

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 วิธีเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นกลาส

1. นำซิลิกอนไดออกไซด์ เลดออกไซด์ และโปตัสเซียมคาร์บอเนต มาชั่งเพื่อเตรียมสารตัวอย่าง 40 กรัม ตามอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในตาราง 3.2 แล้วจึงนำสารต่างๆมาผสมกันบดให้ละเอียด โดยใช้ครกบดสารและใช้ตะแกรงร่อนสารช่วย เพื่อให้สารมีขนาดเท่าๆกันและผสมเป็นเนื้อเดียว

ตารางที่ 3.2 แสดงอัตราส่วนการผสมสาร % โดยน้ำหนักของชุดสารตัวอย่าง

ชุดที่	ชุดสารตัวอย่าง	SiO ₂ % โดยน้ำหนัก	PbO % โดยน้ำหนัก	K ₂ CO ₃ % โดยน้ำหนัก
1	A	45.5	38.5	16
	B	45.5	38.5	16
2	C	45.5	28.5	16
	D	45.5	8.5	16
	E	45.5	0	16
	F	45.5	38.5	6
	G	45.5	38.5	2
	H	45.5	38.5	0

2. นำแต่ละชุดสารตัวอย่างที่ผสมกันแล้ว ใส่ในถ้วยเซรามิกส์สำหรับหลอมสาร จากนั้น จึง ทำขั้วไฟฟ้าโดยใช้ลวดแคนทอล ยาว 36 เซนติเมตร ความต้านทาน 1 Ω จุ่มลงในสารตัวอย่าง โดยให้ขั้วไฟฟ้าแต่ละขั้วอยู่ห่างกันประมาณ 1.3 ± 0.2 เซนติเมตร

3. นำเข้าเตาเผาสาร โดยให้ความร้อนอย่างต่อเนื่องจนอุณหภูมิถึง 1100 องศาเซลเซียส และให้ความร้อนกับชุดสารตัวอย่างที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารประกอบหลอมเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งขณะที่ให้ความร้อนนี้จะทำการวัดความต้านทานของชุดสารตัวอย่าง และสังเกตถึงการเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างไปพร้อมกันด้วย

4. กำหนดการลดอุณหภูมิของชุดสารตัวอย่าง เพื่อให้แข็งตัวกลายเป็นกลาส โดยแต่ละชุดสารตัวอย่างมีอัตราการลดอุณหภูมิดังตาราง 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงการกำหนดอัตราการลดอุณหภูมิของแต่ละชุดสารตัวอย่าง

ชุดที่	ชุดสารตัวอย่าง	อัตราการลดอุณหภูมิ(°C / นาที)
1	A	15
	B	0.8
2	C	15
	D	15
	E	15
	F	15
	G	15
	H	15

5. นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเขียนกราฟระหว่างความต้านทาน (R) กับ อุณหภูมิ (T) โดยให้ความต้านทานเป็นแกนตั้ง และอุณหภูมิเป็นแกนนอน เปรียบเทียบกันระหว่างชุดสารตัวอย่างทั้ง 8 ชุด ที่ทำการทดลอง

6. สำหรับการทดลองชุดที่ 1(ชุดสารตัวอย่าง A และ B) จะนำชุดสารตัวอย่างนี้ไปทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีวิเคราะห์ทางความร้อน (differential thermal analysis / thermo gravimetry : DTA/TG) โดยใช้ เทอร์มอล อนาไลเซอร์ (Thermal analyzer) ซึ่งจะวิเคราะห์การดูด/คายความร้อนและน้ำหนักที่หายไปของสารตัวอย่าง โดยวิเคราะห์จากความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิของชุดสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงที่เวลาหรืออุณหภูมิต่างๆ ซึ่งทั้งชุดสารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะอยู่ในระบบเดียวกัน โดยใช้ผงสารตัวอย่างประมาณ 50 – 200 มิลลิกรัม และ ใช้ผงอลูมินาที่แคลไซน์แล้วเป็นสารอ้างอิง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้กับระบบด้วยอัตราคงที่คือ 10 องศาเซลเซียส/นาที ในช่วงอุณหภูมิ 20 –1250 องศาเซลเซียส อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหรือลดลงของสารตัวอย่างเทียบกับสารอ้างอิง ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่าง จะแสดงออกมาในรูปการคายความร้อนหรือดูดความร้อนตามลำดับ

3.3.2 วิธีการหาค่าพลังงานกระตุ้นในกlasses

1. นำกlassesที่ได้ ในแต่ละชุดการทดลอง มาให้ความร้อนจนอุณหภูมิสูงสุดประมาณ 800 องศาเซลเซียส (ขึ้นกับกlassesแต่ละชุด) โดยทำการวัดความต้านทานของกlassesไปพร้อมกันด้วย
2. นำข้อมูลที่ได้อามาเขียนกราฟระหว่าง $\ln R$ กับส่วนกลับของอุณหภูมิ ($1/T$) แล้วหาความชันของกราฟเพื่อหาค่าพลังงานกระตุ้น (E)

จากสมการ (13)

$$\rho = A \exp(E / kT)$$

$$\ln \rho = \ln A + \frac{E}{kT}$$

ดังนั้นเมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\ln \rho$ กับ $1/T$ จะได้กราฟเส้นตรงที่มีค่าความชันเท่ากับ E/k

ในทำนองเดียวกัน ถ้าเขียนกราฟระหว่าง $\ln R$ กับ $1/T$ ก็จะได้กราฟเส้นตรงที่มีค่าความชันเท่ากับ E/k และสามารถหาค่าพลังงานกระตุ้น (E) ของกlassesได้จาก

$$E = k \times \text{ความชัน}$$

เมื่อ k คือ Boltzmann constant มีค่าเท่ากับ $1.3806 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$ หรือ $8.6287 \times 10^{-5} \text{ eV}$