

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี ส่วนประกอบทางแร่ของ SiO_2 Silica HP และกากดิน รวมทั้งผลการหาความหนาแน่น ครรชนีหักเห การเปลี่ยนแปลงของแก้วเมื่อได้รับความร้อน และค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์ มีดังต่อไปนี้

4.1 ผลการทดลอง

4.1.1 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี

การศึกษาในขั้นตอนนี้เป็นการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของสารตั้งต้นที่ทำหน้าที่เป็น Network former เพื่อทราบปริมาณ SiO_2 และสิ่งเจือปนอื่น ๆ ที่มีอยู่ในส่วนประกอบของสารตั้งต้นเหล่านั้น ในการวิเคราะห์จะตรวจสอบเฉพาะสารประกอบออกไซด์หลัก ๆ คือ SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , MnO_2 , CaO , MgO , K_2O และ Na_2O ผลจากการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.1 สำหรับในส่วนของกากดินได้ทำการสุ่มเก็บตัวอย่างเพื่อนำมาวิเคราะห์จำนวน 3 ครั้ง

ตารางที่ 4.1 แสดงผลวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ของสารตั้งต้น 3 ประเภท คือ SiO₂, Silica HP และกากดิน

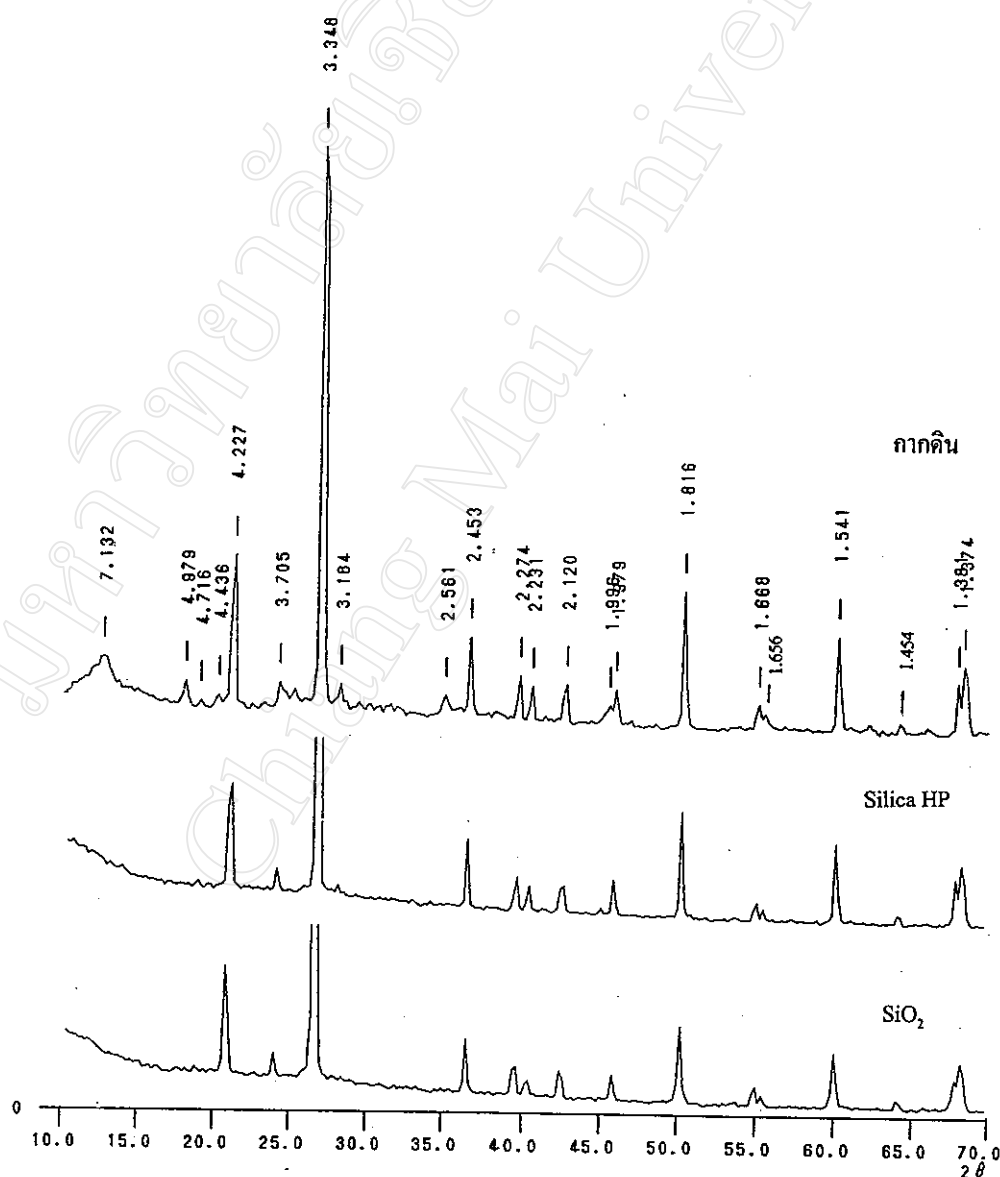
ส่วนประกอบทางเคมี	SiO ₂	Silica HP*	กากดิน		
			ตัวอย่าง 1	ตัวอย่าง 2	ตัวอย่าง 3
SiO	99	98.3	81.48	80.72	81.13
Al ₂ O ₃	-	0.71	13.93	13.48	12.61
Fe ₂ O ₃	-	0.08	0.71	0.70	0.76
TiO ₂	-	0.01	0.04	0.04	0.03
MnO ₂	-	nd	0.14	0.18	0.15
CaO	-	0.06	0.06	0.09	0.05
MgO	-	0.02	0.15	0.19	0.00
K ₂ O	-	0.21	1.68	2.00	2.12
Na ₂ O	-	0.04	0.06	0.04	0.61
LOI	-	0.13	2.42	2.56	2.56

* ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีจากบริษัทเคลย์แอนด์มินเนอรัลส์(ประเทศไทย)จำกัด

nd หมายถึง Not determination

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางแร่

การศึกษาในขั้นตอนนี้ เป็นการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางแร่ของสารตั้งต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งส่วนประกอบทางแร่ของกากดิน การวิเคราะห์ส่วนประกอบทางแร่ควบคู่กับการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี จะทำให้สามารถคำนวณปริมาณ Free quartz ที่ประกอบอยู่ในกากดินได้ Diffraction pattern ของ SiO_2 Silica HP และกากดินในเชิงเปรียบเทียบ แสดงในรูปที่ 4.1 และ ตารางที่ 4.2 แสดงการเปรียบเทียบค่า d-spacing ของ SiO_2 Silica HP กากดิน และ JCPDS File NO. 5-0490⁽²⁵⁾



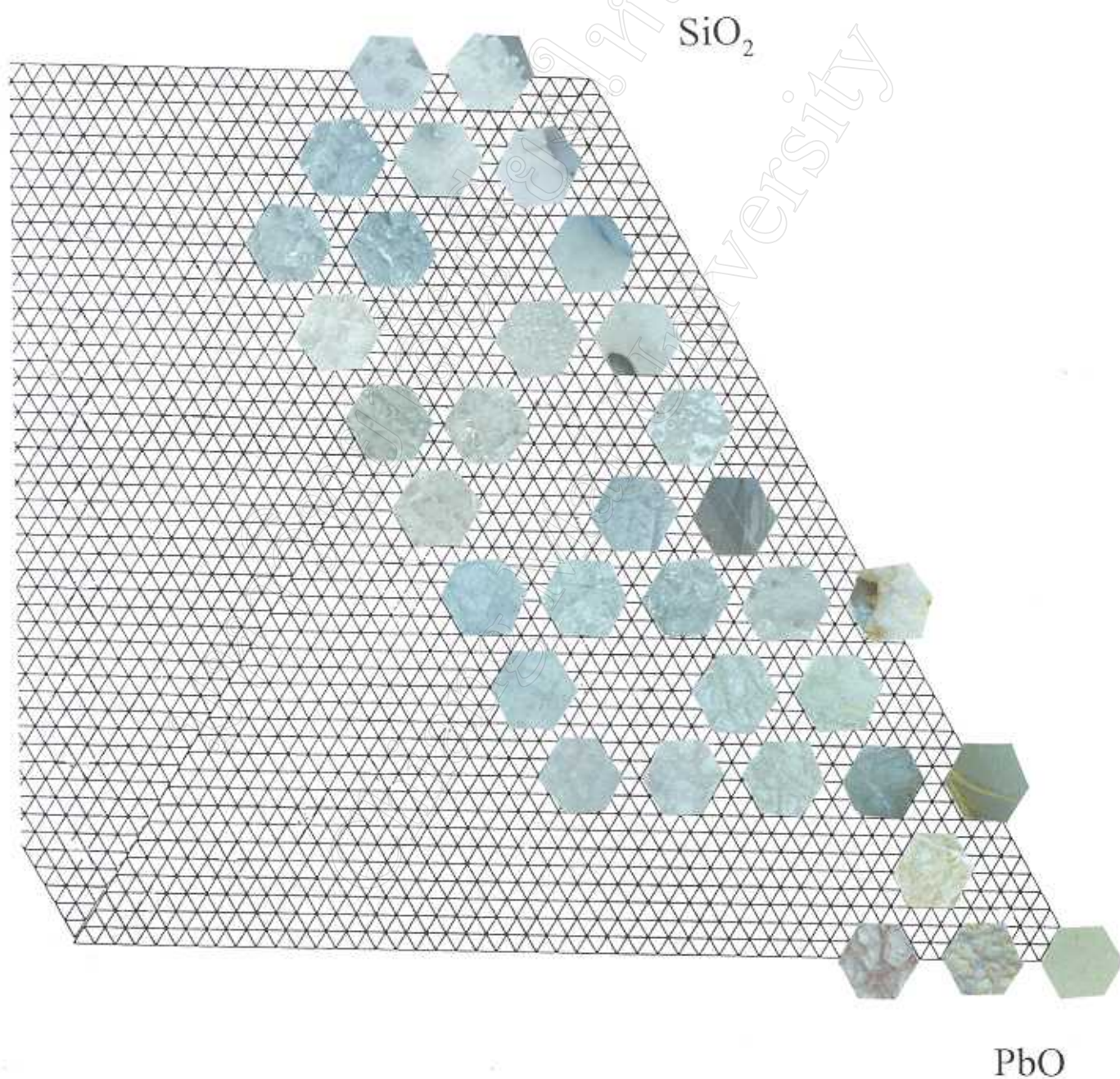
รูปที่ 4.1 แสดงการเปรียบเทียบ X – ray diffraction pattern ของ SiO_2 , Silica HP และกากดิน

ตารางที่ 4.2 การเปรียบเทียบค่า d – spacing ของ SiO₂ Silica HP กากดิน และ JCPDS File NO. 5-0490 (α - quartz)

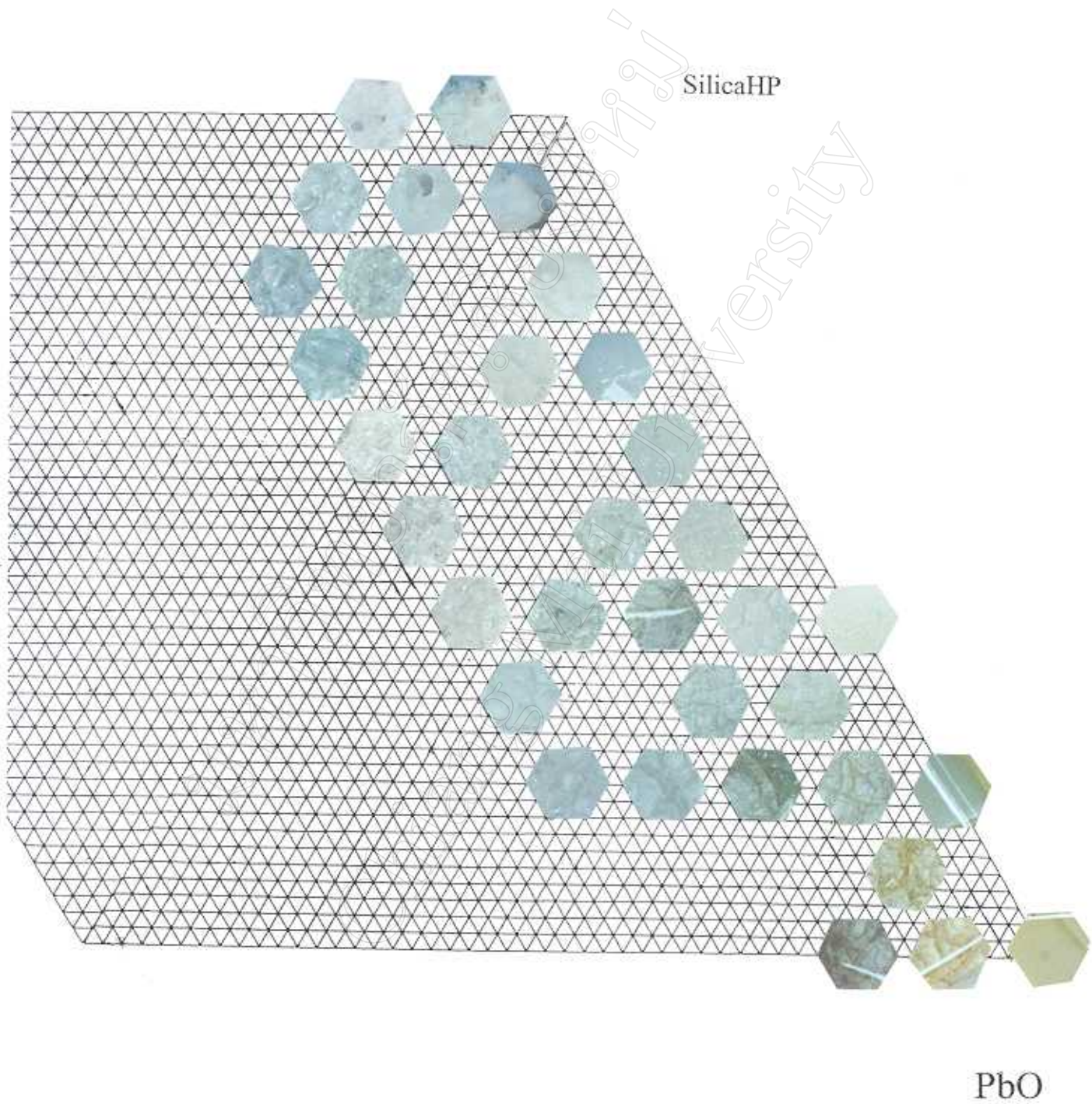
2 θ	SiO ₂		Silica HP		กากดิน		JCPDS File NO.5-0490	
	d (Å)	I/I ₀	d (Å)	I/I ₀	d (Å)	I/I ₀	d (Å)	I/I ₀
12.400					7.132	14		
17.800					4.979	10		
18.800					4.716	6		
20.000					4.436	8		
20.800	4.267	25					4.26	35
21.000			4.227	31	4.227	31		
24.000	3.705	10	3.705	12	3.705	10		
26.600	3.348	100	3.348	100	3.348	100	3.343	100
28.000			3.184	3	3.184	9		
35.000					2.561	8		
36.600	2.453	13	2.453	19	2.453	18	2.458	12
39.600	2.274	8	2.274	11	2.274	11	2.282	12
40.400	2.231	6	2.231	9	2.231	9	2.237	6
42.400	2.130	7						
42.600			2.120	9	2.120	10	2.128	9
45.400			1.996	3	1.996	6		
45.800	1.979	7	1.979	11	1.979	9	1.980	6
50.200	1.816	16	1.816	26	1.816	26	1.817	17
55.000	1.668	5	1.668	6	1.668	7	1.672	7
55.400	1.656	3	1.656	3	1.656	3	1.659	3
60.000	1.541	11	1.541	19	1.541	18	1.541	15
64.000	1.454	3	1.454	3	1.454	4	1.453	3
67.800	1.381	8	1.381	11	1.381	11	1.382	7
68.200	1.374	10	1.374	15	1.374	14	1.375	11

4.1.3 ผลการทดลองแสดงลักษณะการหลอมของส่วนผสม

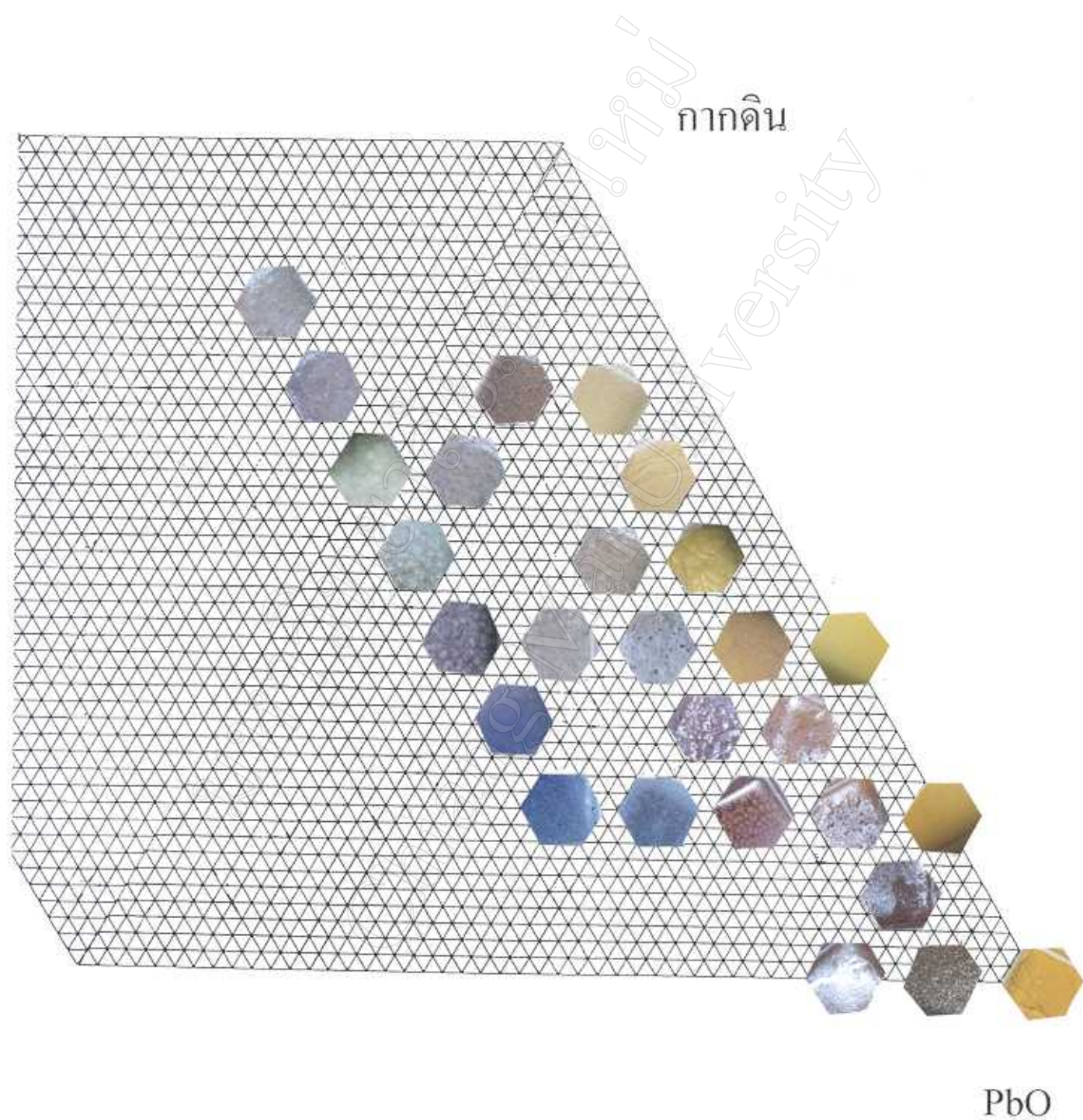
ภาพแสดงลักษณะปรากฏของการหลอมตัวของส่วนผสมสูตรต่าง ๆ ในแต่ละชุดการทดลองคือ PKS PKHP และ PKWS เมื่อเผาส่วนผสมที่อุณหภูมิ 1100°C และรักษาอุณหภูมิไว้ที่ 1100°C นาน 2 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.2 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ



รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมในชุดการทดลอง PKS หลังจากทำการเผาที่ 1100°C และรักษาอุณหภูมิไว้ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมในชุดการทดลอง PKHP หลังจากทำการเผาที่ 1100 °ซ และรักษาอุณหภูมิไว้ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมในชุดการทดลอง PKWS หลังจากทำการเผาที่ 1100°C และรักษาอุณหภูมิไว้ 2 ชั่วโมง

4.1.4 ผลการหาความหนาแน่น

ผลการหาความหนาแน่นของตัวอย่างแก้วที่เตรียมขึ้นทั้ง 3 ชุดการทดลอง PKS, PKHP, และ PKWS ด้วยเงื่อนไขการเผาที่ 1100 °ซ และรักษาอุณหภูมินาน 2 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วโดยการทำเทลงน้ำ (Water quench) แสดงในรูปตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ความหนาแน่นของตัวอย่างแก้ว สัญลักษณ์ UN หมายถึง Unstable glass ⁽²⁶⁾
สัญลักษณ์ NM หมายถึง ส่วนผสมไม่หลอมที่อุณหภูมิ 1100 °ซ

สูตร	PKS ρ (g/cm ³)	PKHP ρ (g/cm ³)	PKWS ρ (g/cm ³)
1	4.760	5.251	-
2	5.466	5.168	-
3	6.555	5.914	6.511
4	5.207	5.283	-
5	UN	UN	-
6	4.213	3.848	-
7	5.218	4.786	4.358
8	5.393	5.057	-
9	5.691	4.297	4.999
10	UN	UN	-
11	4.564	3.535	-
12	4.538	4.917	-
13	UN	UN	3.477
14	3.788	3.836	3.847
15	3.986	4.038	-
16	NM	4.407	4.215
17	NM	NM	4.596
18	UN	UN	3.425
19	3.621	3.927	-
20	3.733	3.801	3.902
21	3.151	3.092	3.390
>21	ไม่สามารถเตรียมด้วยการเทลงน้ำได้ ด้วยเงื่อนไขดังที่กำหนด เนื่องจากมีความหนืดสูงและ/หรือ ส่วนผสมไม่หลอม สูตรที่ 4.2 4.3 และ 4.4 ประกอบ		

4.1.5 ผลการหาครรชนีหักเห

ผลการหาครรชนีหักเหของตัวอย่างแก้วที่เตรียมด้วยเงื่อนไขการเผาที่ 1100°C รักษาอุณหภูมิ 2 ชั่วโมงแล้วทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วโดยการเทลงบนเบ้าโลหะ (Air quench) แสดงสรุปในตารางที่ 4.4 4.5 และ 4.6 สำหรับชุดการทดลอง PKS PKHP และ PKWS ตามลำดับ ครรชนีหักเหที่แสดงในตารางเป็นผลการวัดจากตัวอย่างแก้วชิ้นเดียวกัน ณ ตำแหน่งต่าง ๆ ครรชนีหักเหที่ไม่คงที่นี้เป็นผลจากความไม่สม่ำเสมอของเนื้อแก้วที่เตรียม

ตารางที่ 4.4 ครรชนีหักเหของตัวอย่างแก้วชุดการทดลอง PKS

PKS	ครรชนีหักเห (n_D)						
1	1.775	1.778	1.780				
2	1.780	1.786					
3	1.786						
4	1.785						
6	1.69	1.694					
7	1.708	1.710	1.714	1.718	1.720		
8	1.750	1.751	1.752				
9	1.782	1.783	1.785	1.786			
11	1.656	1.662	1.671	1.672	1.675	1.680	1.684 1.686
12	1.702	1.705	1.706	1.709	1.709		
14	1.629	1.63					
19	1.596	1.599	1.610				
20	1.572	1.580	1.583				

ตารางที่ 4.5 ครรชนีหักเหของตัวอย่างแก้วชุดการทดลอง PKHP

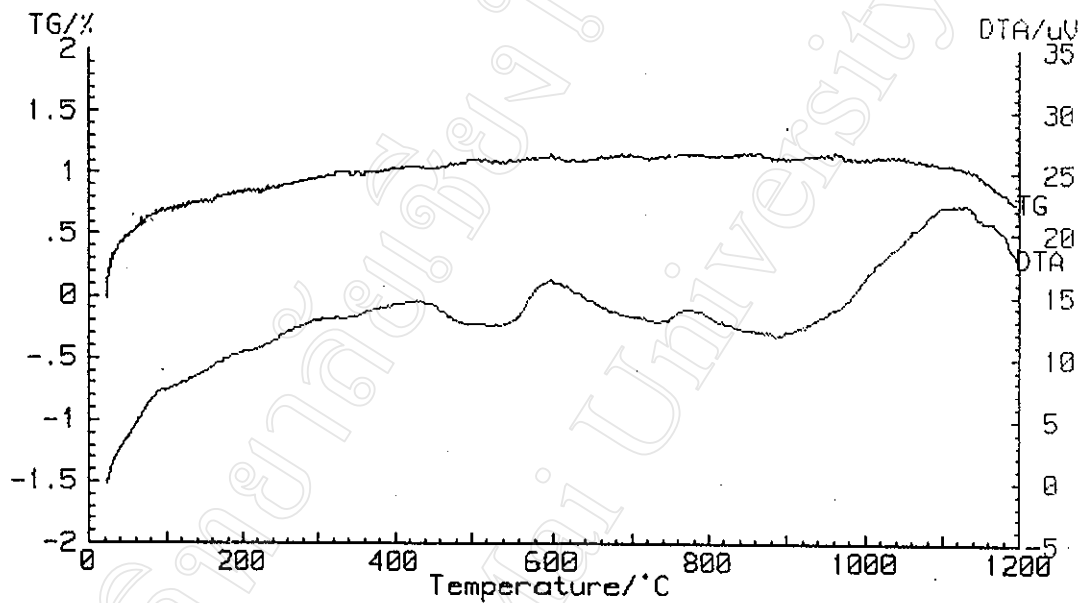
PKS	ครรชนีหักเห (n_p)				
1	1.786	1.788			
2	1.786	1.789	1.79		
3	1.785	1.788			
4	1.760	1.761	1.766		
6	1.690				
7	1.685	1.686	1.695	1.702	
8	1.721	1.723	1.726		
9	1.772	1.773	1.775	1.778	1.780
11	1.659	1.660	1.662		
12	1.640	1.642	1.670	1.700	
13	1.585	1.602			
14	1.654				
15	1.615				

ตารางที่ 4.6 ครรชนีหักเหของตัวอย่างแก้วชุดการทดลอง PKWS

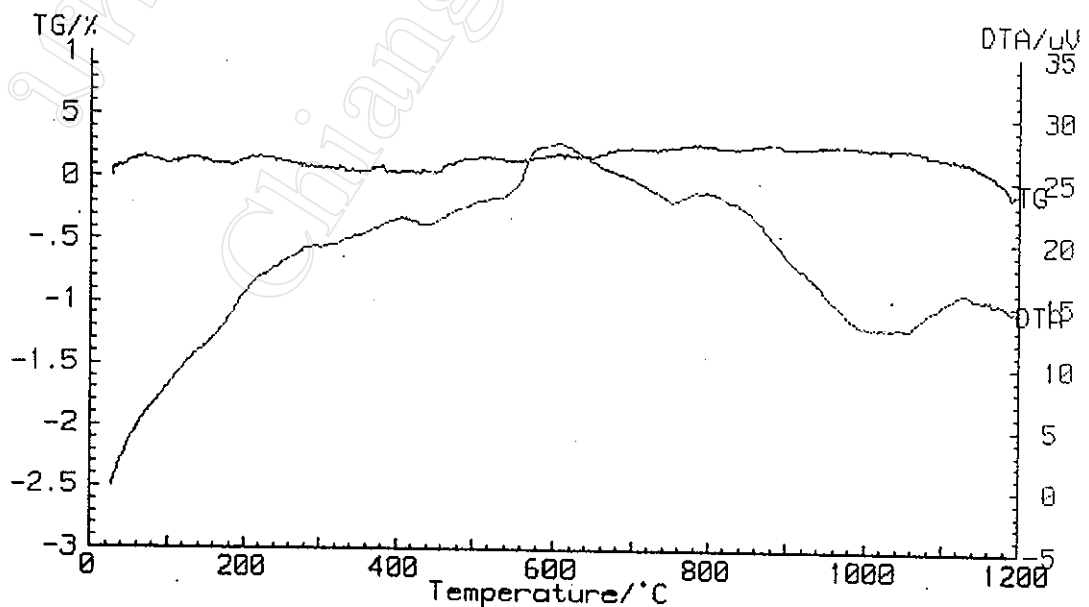
PKS	ครรชนีหักเห (n_p)				
3	1.786				
7	1.725	1.730	1.740		
9	1.752	1.755	1.760	1.764	1.766
13	1.628	1.630			
17	1.700	1.710	1.720		
18	1.600	1.610	1.620		
21	1.580	1.585	1.590		

4.1.6 ผลการวิเคราะห์ด้วย DTA

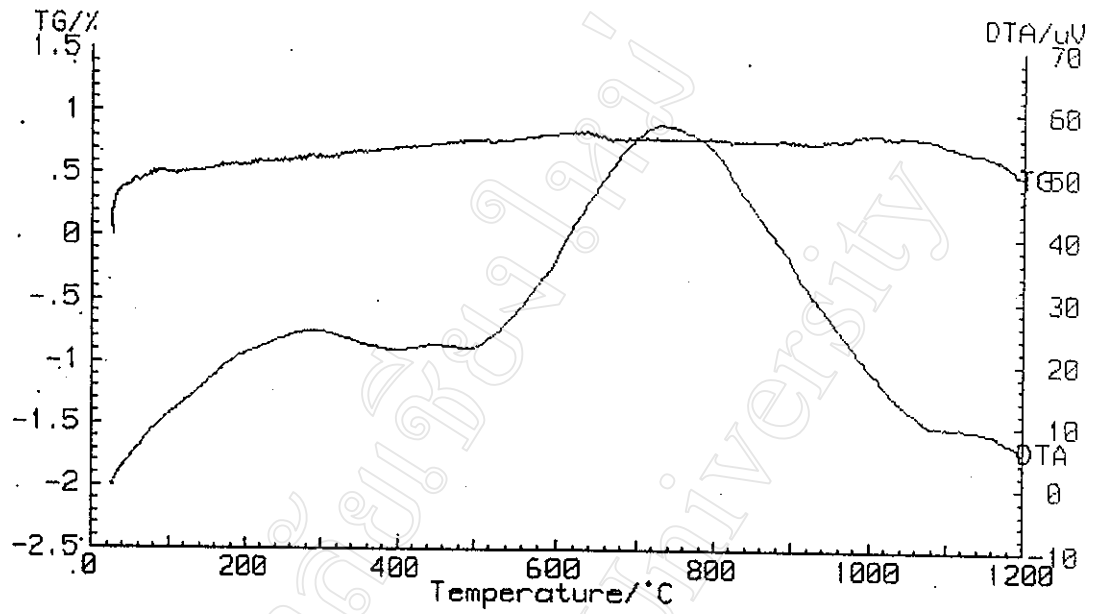
ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางอุณหภูมิของผงแก้วบางตัวอย่าง เมื่อได้รับความร้อน โดยเทคนิค DTA แสดงดังรูปที่ 4.5 ถึง 4.13 การคายความร้อน (Exothermic) อยู่ในแนว +y axis และการดูดความร้อน (Endothermic) เป็นไปตามแนว -y axis



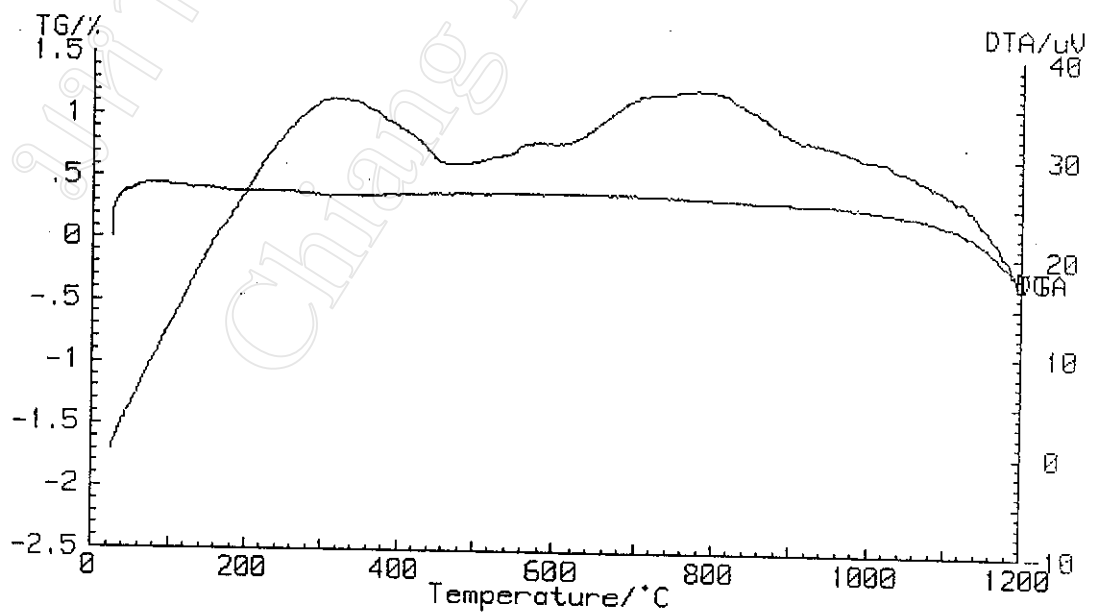
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKS 3 ด้วย DTA



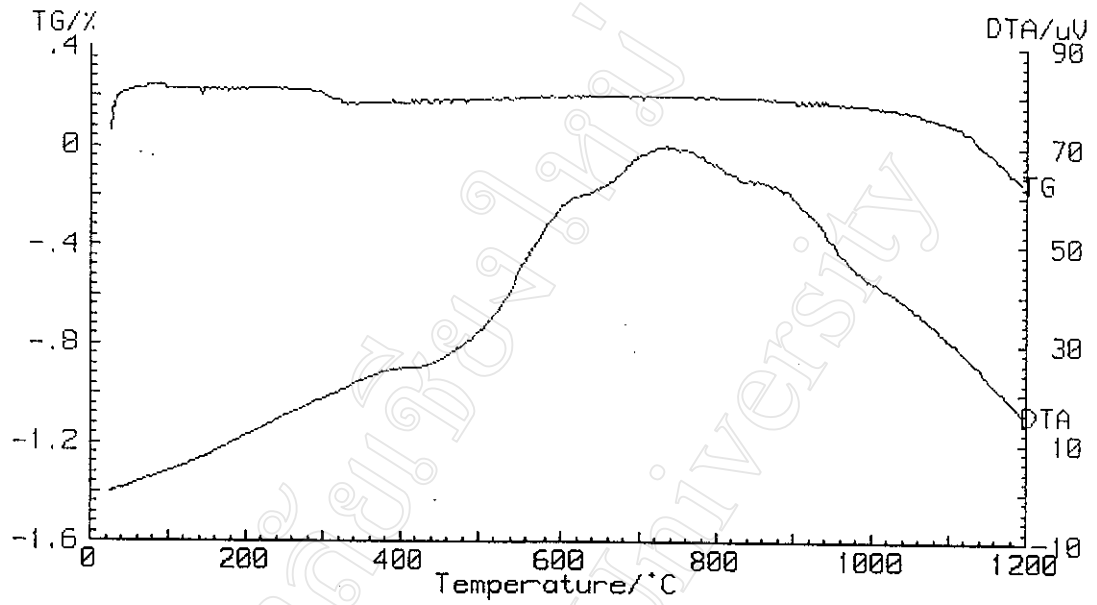
รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKS 7 ด้วย DTA



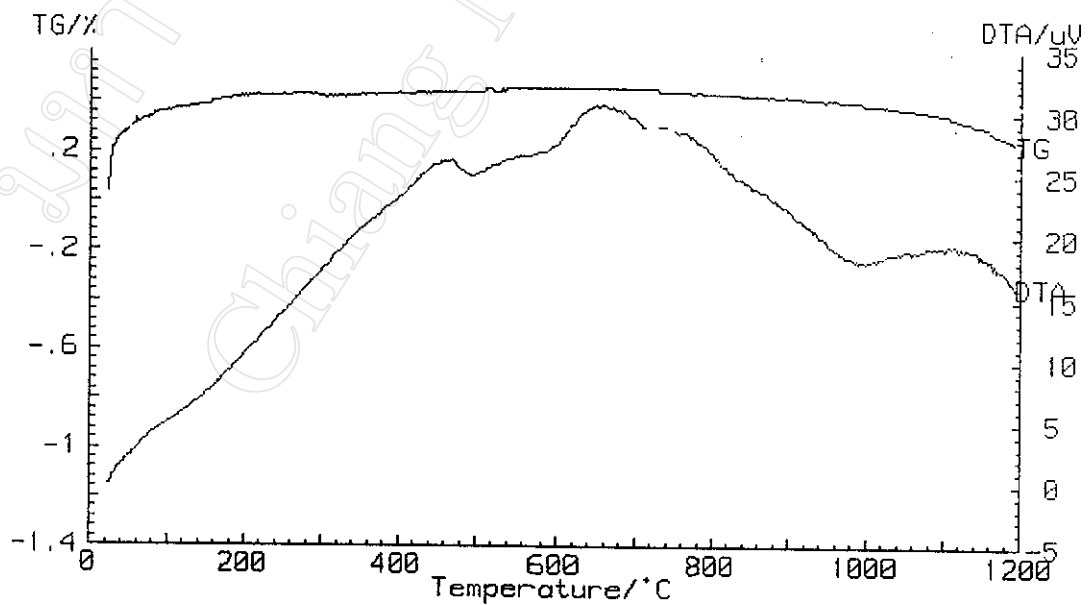
รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKS 9 ด้วย DTA



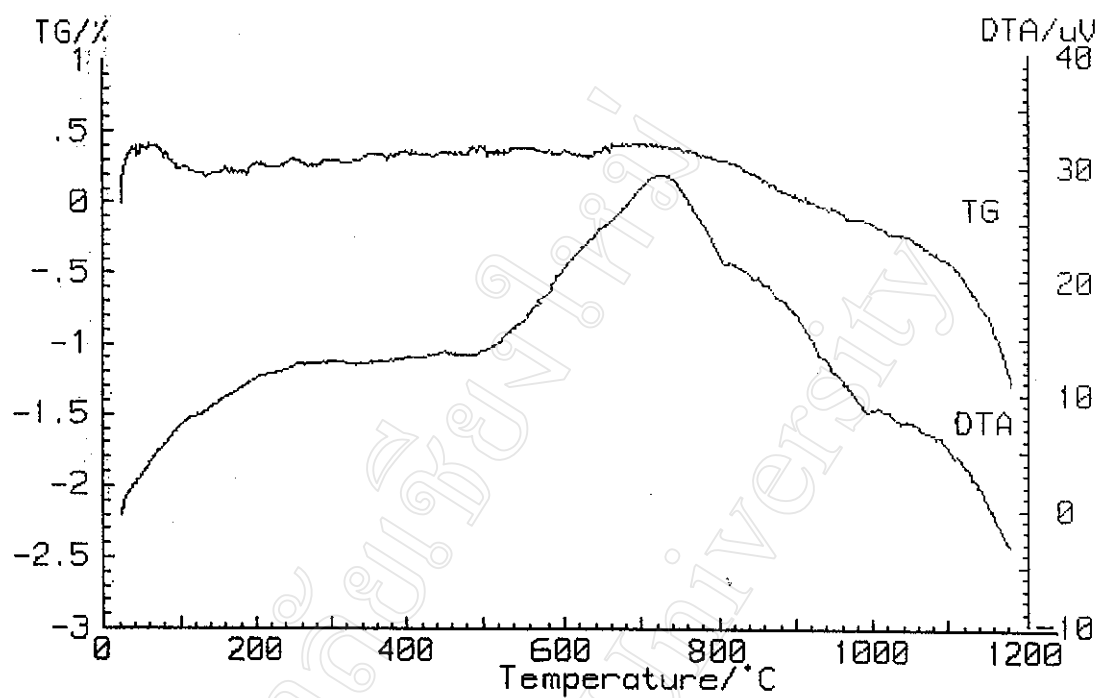
รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKHP 3 ด้วย DTA



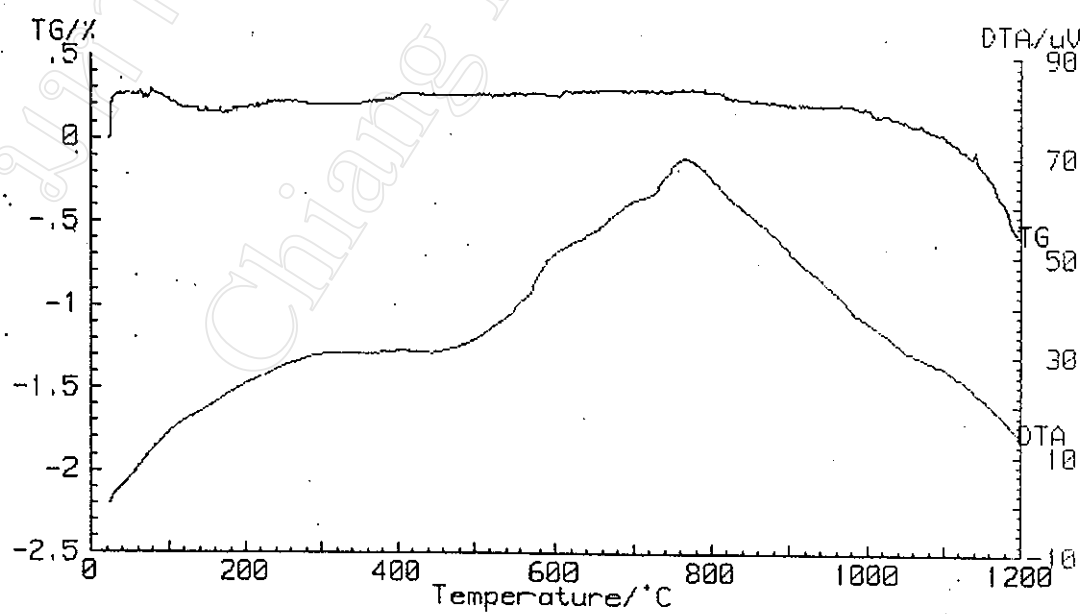
รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKHP 7 ด้วย DTA



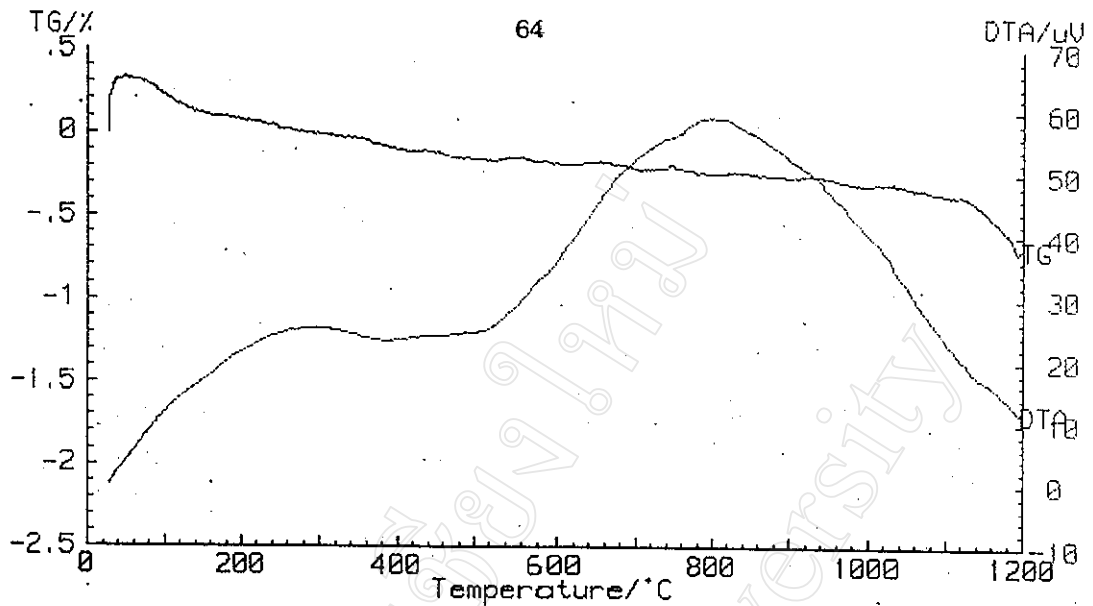
รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKHP 9 ด้วย DTA



รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKWS 3 ด้วย DTA



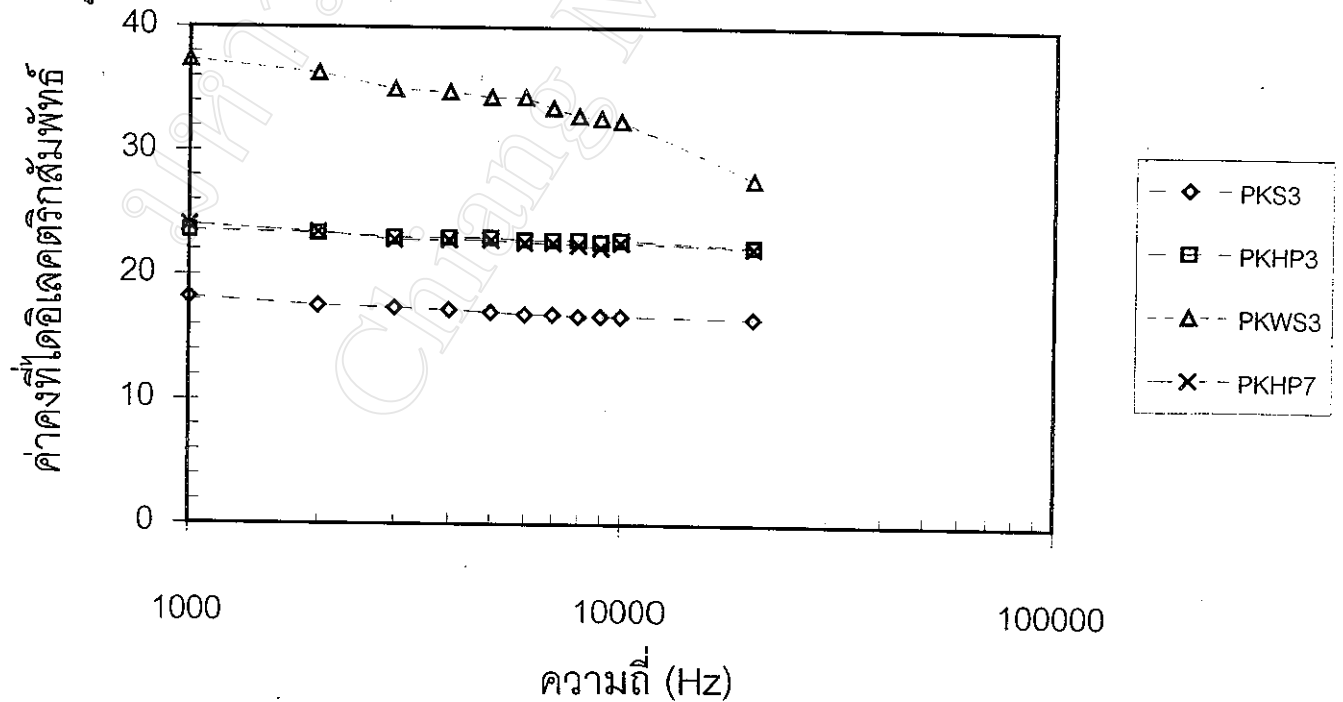
รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKWS 7 ด้วย DTA



รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผงแก้ว PKWS 9 ด้วย DTA

4.17 ผลการหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์

การศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์เทียบกับความถี่ในช่วง 1 kHz ถึง 20 kHz ที่อุณหภูมิห้องโดยการวัดค่า C ของตัวอย่างแก้วจำนวน 4 ตัวอย่าง คือ PKS 3 PKHP 3 PKHP 7 และ PKWS 3 เมื่อนำมาคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์ตามสมการที่ (3.5) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์ของตัวอย่างแก้วเทียบกับความถี่

4.2 อภิปรายผล

- จากการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี (ตารางที่ 4.1) และส่วนประกอบทางแร่ (รูปที่ 4.1 และตารางที่ 4.2) พบว่า SiO_2 และ Silica HP มีส่วนประกอบทางแร่อยู่ในรูปของ α - Quartz แต่ Silica HP จะมีสิ่งเจือปน ทั้งนี้จาก X-ray diffraction pattern ของ Silica HP มี peak แสดงถึงสิ่งเจือปนที่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ ณ ตำแหน่งของ 2θ เท่ากับ 28° และ 45.4° ซึ่งมีค่า d-spacing เป็น 3.184 และ 1.996 อังสตรอม ตามลำดับ สำหรับกรณีภาคดิน ประกอบด้วย α - Quartz เช่นกัน ซึ่งจาก X-ray diffraction pattern จะมี peak แสดงส่วนที่นอกเหนือไปจากของ α - Quartz ณ ตำแหน่งของ 2θ เท่ากับ 12.4° 17.8° 18.8° 20° 28° 35° และ 45.4° โดยสอดคล้องกับค่า d-spacing เป็น 7.132 4.979 4.716 4.436 3.184 2.561 และ 1.996 อังสตรอม ตามลำดับ อาจเป็นไปได้ว่าในภาคดิน นอกจากจะมี α - Quartz เป็นส่วนประกอบแล้ว ยังมี Muscovite $((\text{K},\text{Na})(\text{Al},\text{Mg},\text{Fe})_2(\text{Si}_{2.1}\text{Al}_{0.9})\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$ และ/หรือ Aluminium silicate hydrate $(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ตามรายละเอียดใน JCPDS File NO. 7-42⁽²⁷⁾ และ JCPDS File NO. 9-451⁽²⁸⁾ ตามลำดับ ค่า d-spacing เค้นของ Muscovite และ Aluminium silicate hydrate แสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 แสดงค่า d-spacing 4 ค่าหลัก จาก JCPDS File No. 7-42 และ JCPDS File

No.4-451

JCPDS File No. 7-42	d	9.97	3.331	4.99	1.999	2.564
	I/I ₀	100	100	53	45	25
JCPDS File No. 9-451	d	4.42	10.1	3.34	1.481	2.56
	I/I ₀	100	90	90	90	80

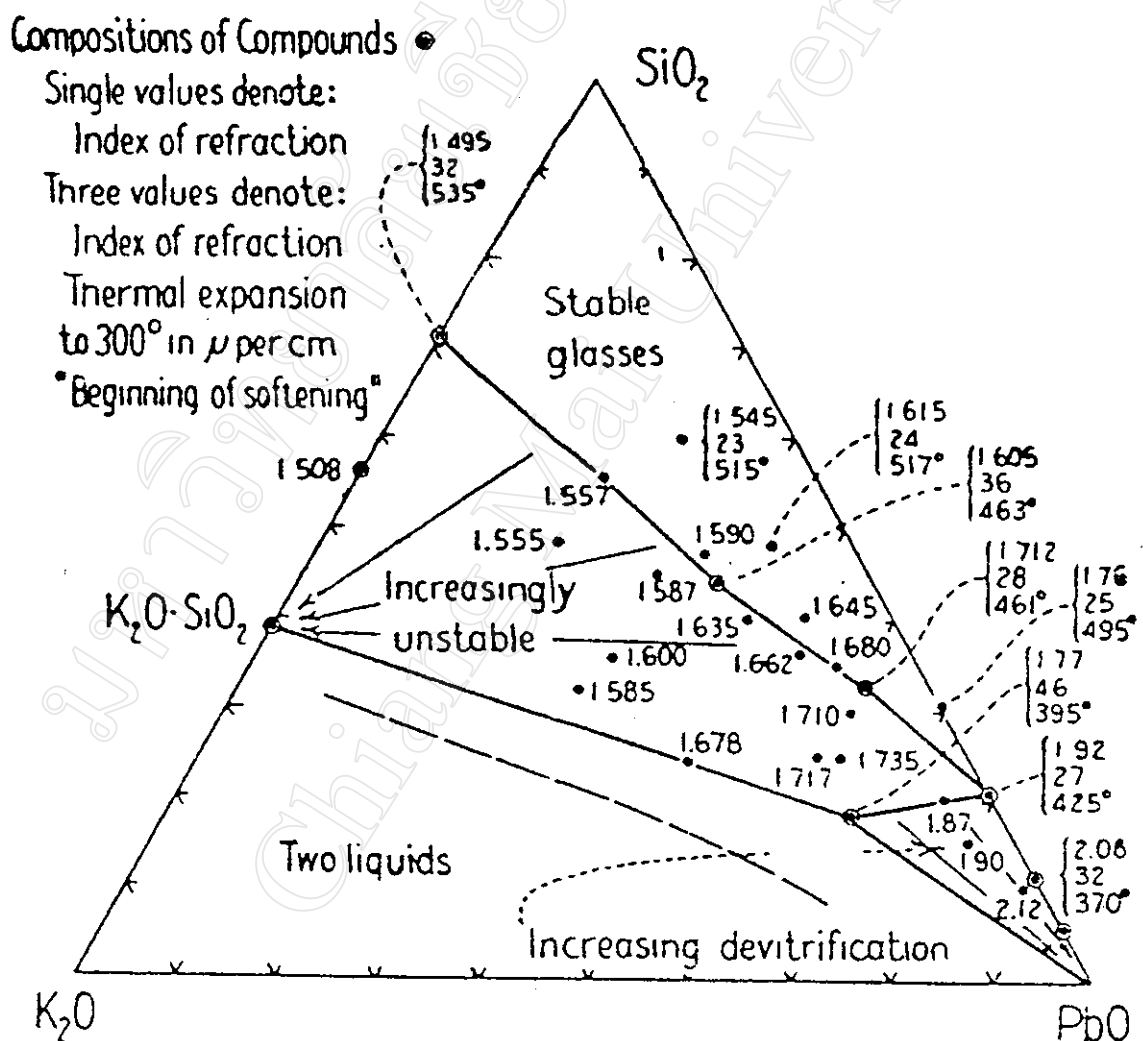
คาดว่า peak ที่ตำแหน่งค่า d-spacing เป็น 3.331 อังสตรอม ของ Muscovite และ 3.34 1.481 อังสตรอม ของ Aluminium silicate hydrate ซ้อนกันกับ peak ของ α - Quartz และเนื่องจากการวิเคราะห์ด้วย X-ray diffraction ใช้การหมุนตัวอย่างในช่วงมุม 2θ เริ่มต้นที่ 10° จึงไม่สามารถตรวจพบ peak ที่จะสอดคล้องกับค่า d-spacing 9.97 และ 10.1 อังสตรอมได้ อย่างไรก็ตามยังคงมี peak ที่ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ ดังนั้นในขั้นตอนนี้ยังไม่สามารถบอกส่วนประกอบทางแร่อื่น นอกจาก

α - Quartz ที่ประกอบอยู่ในกากดิน จึงยังไม่สามารถคำนวณปริมาณ α - Quartz ซึ่งเป็น Free quartz ได้

- จากรูปที่ 4.2 และ 4.3 แสดงลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมต่าง ๆ ของชุดการทดลอง PKS และ PKHP ตามลำดับ บริเวณส่วนผสมที่หลอมได้ด้วยเงื่อนไขของการหลอมสารประกอบออกไซด์ ที่ 1100°C และรักษาอุณหภูมิไว้ 2 ชั่วโมง ของชุดการทดลอง PKS และ PKHP ส่วนใหญ่อยู่ในบริเวณเดียวกัน คือ บริเวณของส่วนผสมตามสูตรที่ 1 – 15 , 18 – 22 , 24 – 25 , 27 – 28 และ 30 ยกเว้นสูตรที่ 16 ของชุดการทดลอง PKHP สามารถหลอมได้ สำหรับสูตรที่ 18 – 22 , 24 – 25 , 27 – 28 และ 30 ซึ่งมีปริมาณของ Network former มากกว่าร้อยละ 45 โดยน้ำหนักจะมีฟองอากาศเกิดขึ้นอย่างชัดเจนบนผิวหน้าของตัวอย่างแก้ว และจากการทดลองพบว่า สูตรที่ 18 – 22 , 24 – 25 , 27 – 28 และ 30 มีความหนืดสูง ซึ่งมีปัญหาต่อการเทลงน้ำและการเทลงบนเบ้าโลหะ อย่างไรก็ตามตัวอย่างแก้วที่เตรียมจากชุดการทดลอง PKS และ PKHP โดยส่วนใหญ่มีลักษณะโปร่งใส (Transparent, clear) ไม่มีสี แต่สำหรับสูตรที่มีส่วนผสมของ PbO มากกว่าร้อยละ 65 โดยน้ำหนัก (หรือมากกว่าร้อยละ 34.5 โดยโมล) จะแสดงสีเหลือง

จากรูปที่ 4.4 แสดงลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมชุดการทดลอง PKWS ส่วนผสมที่สามารถหลอมได้ภายใต้เงื่อนไขการเผาที่กำหนดมีเพียง 12 สูตร คือ สูตรที่ 3 , 7 , 9 , 13 – 14 , 16 – 18 , 20 – 21 , 23 และ 26 แต่สำหรับสูตรที่ 13 – 14 , 16 , 18 , 20 – 21 , 23 และ 26 สังเกตเห็นฟองอากาศบริเวณผิวหน้า และบางส่วนมีลักษณะผิวที่ไม่โปร่งใส ซึ่งแสดงถึงการหลอมที่ไม่ดีนัก ถ้าเพิ่มอุณหภูมิการหลอมสารประกอบออกไซด์ให้สูงกว่า 1100°C น่าจะทำให้ลักษณะการหลอมตัวของส่วนผสมสูตรดังกล่าวดีขึ้น สำหรับสูตรส่วนผสมอื่น ๆ ไม่เกิดเป็นแก้วที่มีลักษณะโปร่งใสอาจเป็นผลจากสิ่งเจือปนที่อยู่ในวัตถุดิบตั้งต้น (กากดิน) สัดส่วนผสม และอุณหภูมิการหลอม อย่างไรก็ตามสำหรับชุดการทดลอง PKWS สูตรที่ไม่มีส่วนผสมของ K_2CO_3 จะมีสีเหลืองซึ่งอาจเป็นอิทธิพลของ Fe^{3+} อีออน ร่วมกับอิทธิพลของ Pb^{2+} อีออน เนื่องจากในกากดินนั้นมีปริมาณ Fe_2O_3 มากถึงร้อยละ 0.7 แม้ว่าในเนื้อแก้วนั้นอาจมีทั้ง Fe^{2+} อีออน และ Fe^{3+} อีออนก็ตาม แต่ Ferrous oxide (FeO) ทำให้เกิดสีฟ้า-เขียว (Blue-green color) ส่วน Ferric oxide (Fe_2O_3) ทำให้เกิดสีเหลือง-เขียว (Yellow-green color) ในแก้วชนิดที่เรียกว่า Crystal glass⁽²⁹⁾ ซึ่งเป็นแก้วที่มีส่วนผสมระหว่าง 55% SiO_2 33% PbO และ 12% K_2O ⁽³⁰⁾ สำหรับสูตรที่มีส่วนผสมของ K_2CO_3 เห็นแนวโน้มของสีที่ปรากฏเป็นสีม่วง ซึ่งเป็นอิทธิพลของ Mn^{3+} ในแก้วที่มีส่วนประกอบของ K_2O ⁽¹⁸⁾

ทั้งนี้แก้วที่เตรียมจากแต่ละชุดการทดลองนั้น บางสูตรมีการกลายสภาพจากแก้วซึ่งอยู่ในสถานะของแข็งไปอยู่ในสถานะของของเหลวได้ (ขึ้นอยู่กับสัดส่วนผสม และปัจจัยทางเวลา สำหรับที่สังเกตจากการทดลองพบว่าการกลายสภาพเมื่อผ่านไปประมาณ 3 เดือน) แก้วดังกล่าวจัดเป็นแก้วที่ไม่เสถียร (Unstable) อย่างไรก็ตามบริเวณของสัดส่วนผสมที่เป็นแก้วไม่เสถียรแสดงในรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 แผนภาพสามเหลี่ยมแสดงบริเวณที่เป็นแก้วไม่เสถียรและแก้วเสถียร รวมทั้งข้อมูล
ดรชนีหักเห การขยายตัวเนื่องจากความร้อน และ อุณหภูมิเริ่มหลอม (Softening
temperature) ⁽²⁶⁾

- จากการศึกษาความหนาแน่นของตัวอย่างแก้วทั้ง 3 ชุดการทดลองนั้น ความหนาแน่นมีค่าต่ำสุดที่ส่วนผสมเป็น 30 PbO-20 K₂O-50 X (wt%) เมื่อ X แทน SiO₂ Silica HP และกากดิน โดยมีค่า 3.151 3.092 และ 3.390 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ความหนาแน่นมีค่าสูงสุดที่ส่วนผสมเป็น 80 PbO-20 X (wt%) เมื่อ X แทน SiO₂ Silica HP และกากดิน โดยมีค่า 6.555 5.914 และ 6.511 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ความหนาแน่นมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ PbO เพิ่มขึ้น และมีแนวโน้มสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎี ด้วยสมการที่ (4.1)⁽³¹⁾

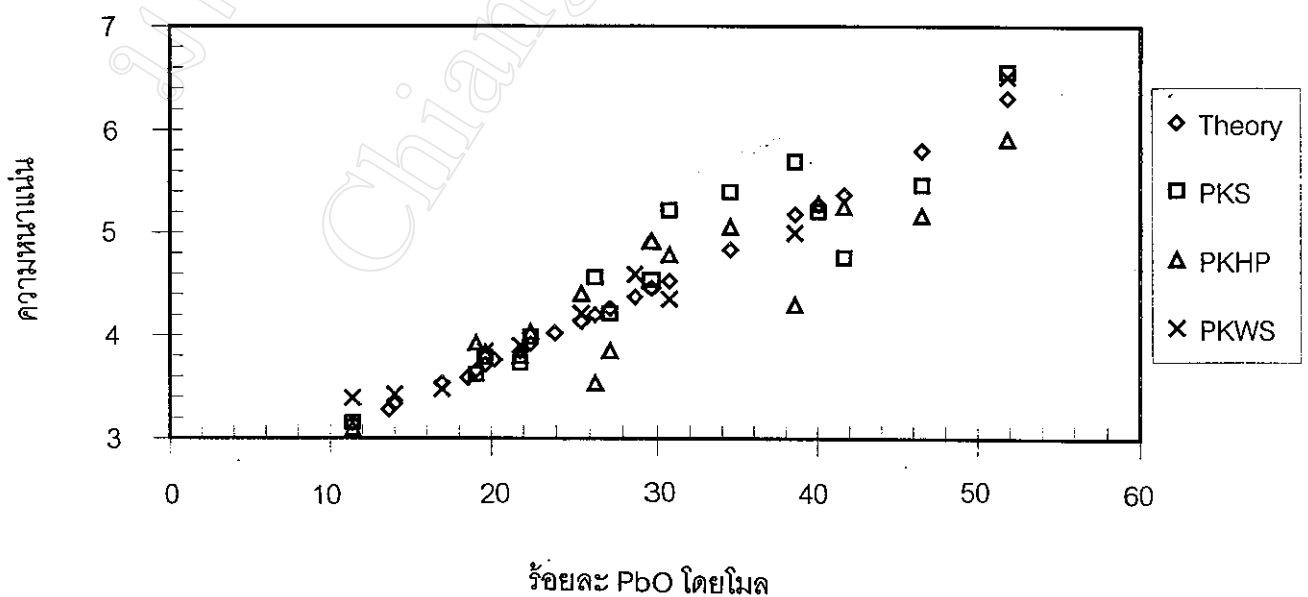
$$\rho = \frac{\sum M_i p_i}{\sum \mu_i p_i} \quad (4.1)$$

เมื่อ M_i คือ มวลโมเลกุลของส่วนประกอบที่ i

p_i คือ สัดส่วนของส่วนประกอบที่ i เป็น โมลเปอร์เซ็นต์

μ_i คือ Appen factor

การเปรียบเทียบความหนาแน่นที่วัดได้กับความหนาแน่นที่ได้จากการคำนวณแสดงในกราฟรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 แสดงการเปรียบเทียบข้อมูลของความหนาแน่นที่วัดได้และจากการคำนวณ

- จากการศึกษาครรชนีหักเหของตัวอย่างแก้วทั้ง 3 ชุดการทดลองนั้น ครรชนีหักเหที่วัดได้สำหรับตัวอย่างแก้วหนึ่ง ๆ มีหลายค่าซึ่งต่างกันที่ตำแหน่งทัศนียมลำดับที่สองหรือสาม (ดูตารางที่ 4.4 4.5 และ 4.6) เนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของเนื้อแก้ว ซึ่งสังเกตเห็นฟองอากาศ (Seed Bubble) และรอยเส้น (Striae) ได้ ครรชนีหักเหมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน เมื่อปริมาณ PbO เพิ่ม เนื่องจากเลดออกไซด์มี Polarizability สูง⁽³²⁾ ครรชนีหักเหที่วัดได้มีแนวโน้มสอดคล้องกับครรชนีหักเหที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการ (4.2)⁽³¹⁾

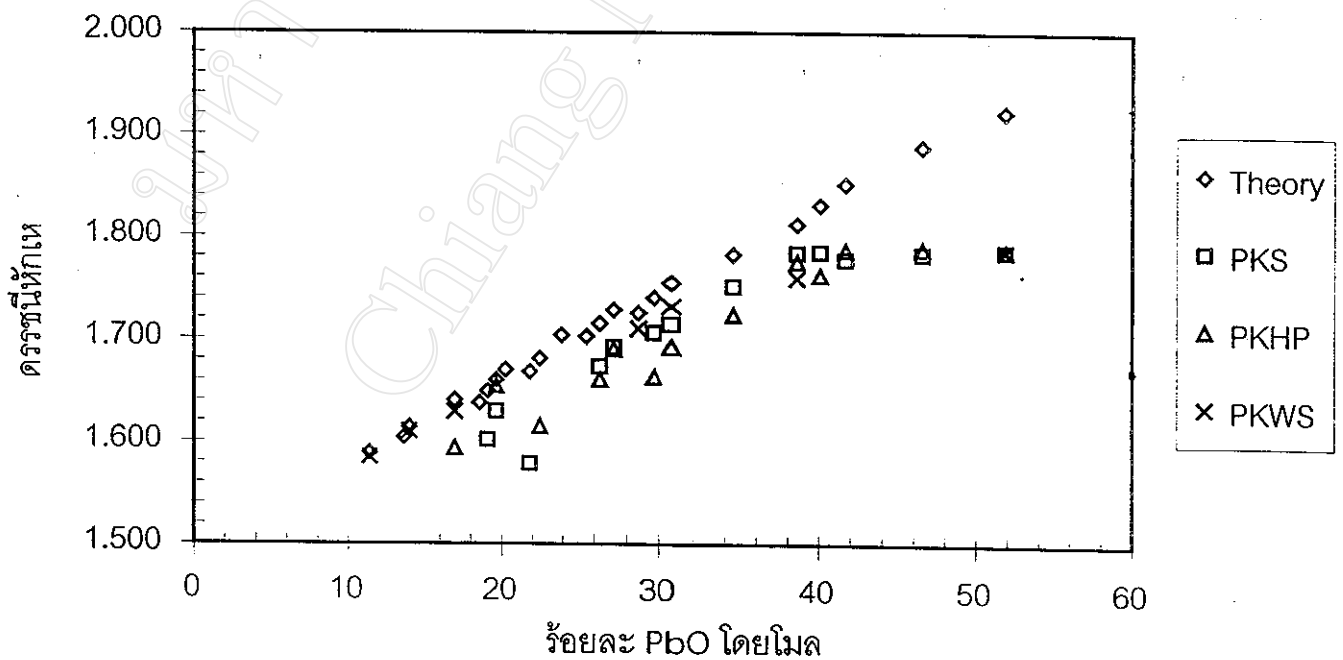
$$n = \frac{1}{100} \sum n_i p_i \quad (4.2)$$

เมื่อ n คือ ครรชนีหักเห

n_i คือ ครรชนีหักเหของส่วนประกอบที่ i

p_i คือ สัดส่วนของส่วนประกอบที่ i เป็นโมลเปอร์เซ็นต์

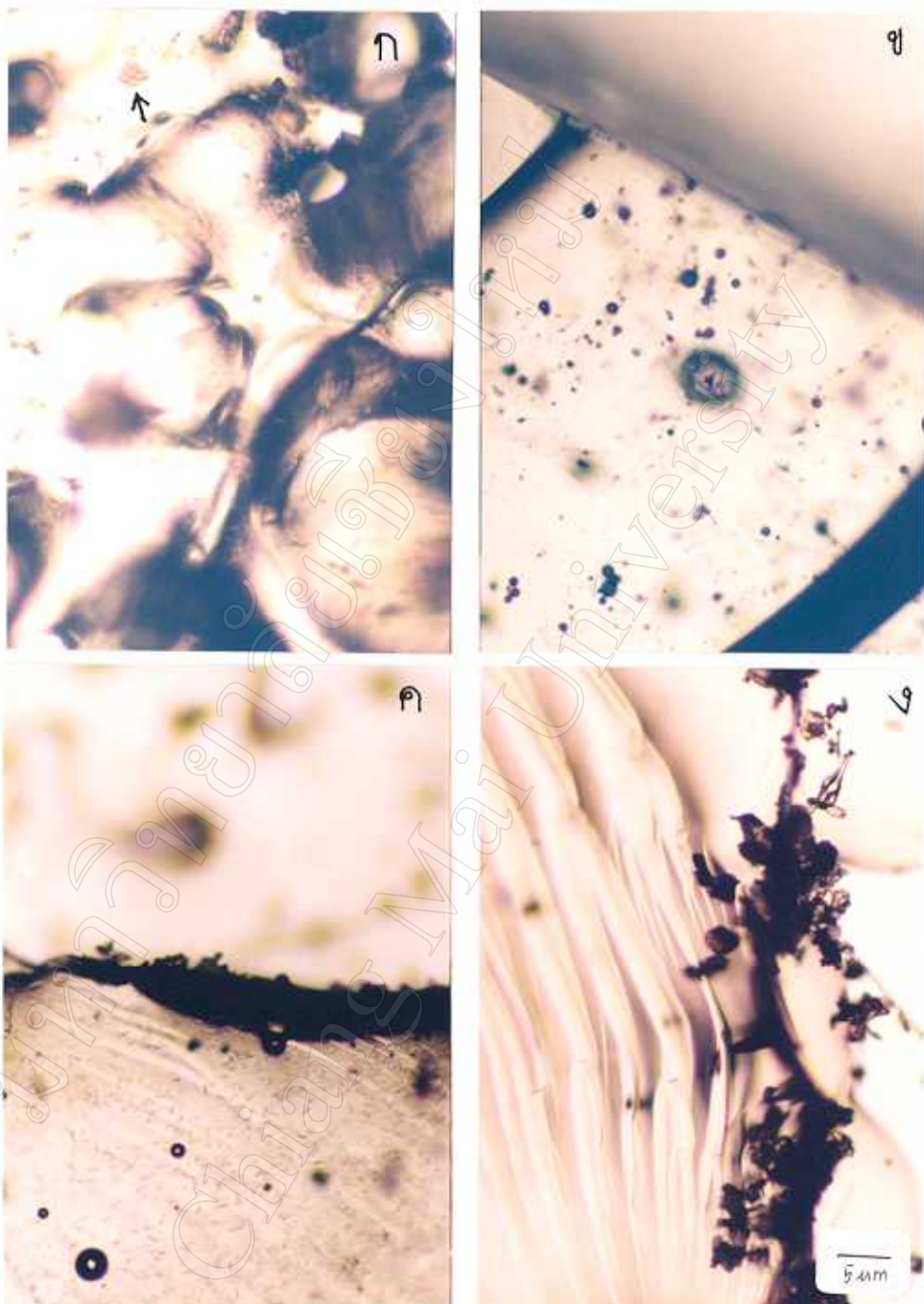
การเปรียบเทียบครรชนีหักเหที่วัดได้กับครรชนีหักเหจากการคำนวณ แสดงในกราฟรูปที่ 4.17



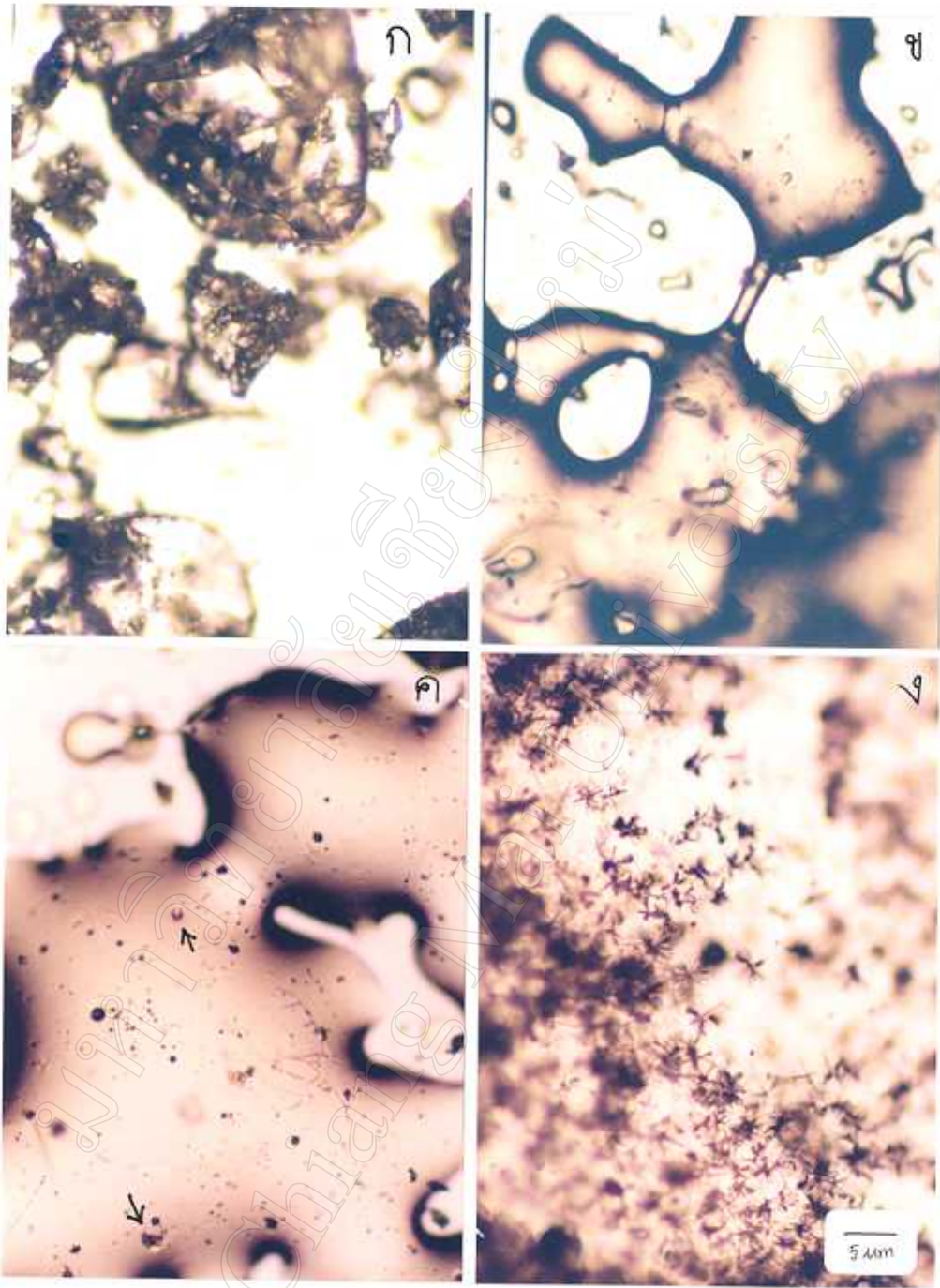
รูปที่ 4.17 แสดงการเปรียบเทียบข้อมูลของครรชนีหักเหที่วัดได้ (ค่าเฉลี่ย) และจากการคำนวณ

- จากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของผงแก้วเมื่อได้รับความร้อนด้วยเทคนิค DTA จำนวน 9 ตัวอย่าง คือ PKS 3 PKS 7 PKS 9 PKHP 3 PKHP 7 PKHP 9 PKWS 3 PKWS 7 และ PKWS 9 ซึ่งแสดงในกราฟรูปที่ 4.5 ถึง 4.13 ตามลำดับนั้น พบว่าผงแก้วมีการเปลี่ยนแปลงทางน้ำหนัก (%TG) น้อยมากภายในช่วงอุณหภูมิที่ตรวจสอบ และการเปลี่ยนแปลงทางอุณหภูมิที่เกิดขึ้นไม่ชัดเจน โดยเฉพาะปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งจะสอดคล้องกับ T_g และปฏิกิริยาการดูดความร้อนที่สอดคล้องกับ T_m แต่สามารถสังเกตปฏิกิริยาการคายความร้อนที่เด่นชัดได้ในบางตัวอย่าง เช่น PKS 9 PKHP 7 PKWS 3 PKWS 7 และ PKWS 9 สาเหตุที่ปฏิกิริยาการดูดความร้อนสำหรับ T_m ไม่ชัดเจนนั้นเข้าใจว่าเกิดจากการที่แก้วไม่มีโครงสร้างที่เป็นระเบียบ (Disordered structure) ประกอบด้วยพันธะที่แข็งแรง (Strong bonds) และ พันธะอ่อน (Weak bonds) เมื่อแก้วได้รับความร้อน พันธะอ่อนจะแตกก่อน ทำให้แก้วไม่เกิดการหลอมที่อุณหภูมิแน่นอน แต่จะเกิดการหลอมอย่างช้า ๆ

เนื่องจากกราฟ DTA ซึ่งแสดงลักษณะการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของผงแก้วไม่ชัดเจน จึงได้นำผงแก้วบางตัวอย่างมาทำการเผาที่อุณหภูมิ 540 580 600 และ 700 °C ด้วยเงื่อนไขการเพิ่มอุณหภูมิเช่นเดียวกันกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DTA ถ่ายภาพโดยใช้กล้องจุลทรรศน์โพลาไรซิง (Polarizing microscope, Nikon UFX – DX) ภาพถ่ายแสดงในรูปที่ 4.17 และ 4.18



รูปที่ 4.18 รูปถ่ายผงแก้ว PKS 7 จากกล้องจุลทรรศน์ ก) เเผาที่ 540 °ซ ผงแก้วเริ่มหลอมเข้าด้วยกัน ยังคงสังเกตเห็นชิ้นส่วนที่ไม่หลอมเป็นเนื้อเดียว (ลูกศรชี้) ข) เเผาที่ 580 °ซ การหลอมของผงแก้วยังไม่ทั่วถึง ค) เเผาที่ 600 °ซ หลอมเป็นเนื้อเดียวกันมากยิ่งขึ้น แต่ยังคงมีชิ้นส่วนที่ยังไม่หลอมเข้าด้วยกันอยู่บริเวณขอบ สังเกตเห็นฟองอากาศ และผลึกกระจายอยู่ทั่วไป ง) เเผาที่ 700 °ซ ไม่พบผลึกและฟองอากาศ แต่ยังคงมีชิ้นส่วนที่ไม่หลอมเข้าด้วยกันอยู่บริเวณขอบ



รูปที่ 4.19 รูปถ่ายผงแก้ว PKWS 3 จากกล้องจุลทรรศน์ ก) เเผาที่ 540 °ซ ผงแก้วแต่ละชิ้นยังไม่หลอมรวมกัน ข) เเผาที่ 580 °ซ ผงแก้วหลอมเข้าด้วยกัน ยังคงมีชิ้นส่วนที่ยังไม่หลอมเป็นเนื้อเดียว ค) เเผาที่ 600 °ซ ผงแก้วแต่ละชิ้นหลอมเป็นเนื้อเดียวมากยิ่งขึ้น สังเกตเห็นฟองอากาศอยู่ทั่วไป แต่ยังคงมีชิ้นส่วนที่ยังไม่หลอม (ลูกศรชี้) ง) เเผาที่ 700 °ซ สังเกตเห็นผลิตภัณฑ์กระจายอยู่ทั่วไปในเนื้อแก้วที่หลอม

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ ผงแก้ว PKS 7 เกิดผลึกเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 °ซ สอดคล้องกับปฏิกิริยาการคายความร้อนที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 596.5 °ซ กรณีผงแก้ว PKWS 3 เกิดผลึกเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700 °ซ ก็มีความสอดคล้องกันกับปฏิกิริยาการคายความร้อนที่อุณหภูมิ 717.4 °ซ จึงเป็นส่วนสนับสนุนว่า T_c ของผงแก้ว PKS 7 และ PKWS 3 คือ 596.5 °ซ และ 717.4 °ซ ตามลำดับ สรุป T_c ของผงแก้วจำนวน 9 ตัวอย่าง แสดงในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดง T_c ของผงแก้วจากการวิเคราะห์ด้วย DTA

ผงแก้ว	Crystallization temperature (T_c)
PKS 3	594.4 , 768.9 (?)
PKS 7	596.5
PKS 9	722.2
PKHP 3	723.7 , 763.6 (?)
PKHP 7	729.8
PKHP 9	648.4
PKWS 3	717.4
PKWS 7	764.0
PKWS 9	800.2

อย่างไรก็ตามสำหรับ T_g ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ Supercooled liquid เปลี่ยนสภาพไปเป็นแก้วนั้นไม่สามารถวิเคราะห์ได้

- จากกราฟในรูปที่ 4.14 ซึ่งแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพันธ์กับความถี่ที่อุณหภูมิห้องของตัวอย่างแก้ว 4 ตัวอย่างคือ PKS 3 PKHP 3 PKHP 7 และ PKWS 3 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพันธ์มีแนวโน้มลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น โดยที่ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพันธ์ในช่วงความถี่ 1 kHz ถึง 20 kHz ของตัวอย่างแก้ว PKWS 3 มีค่ามากที่สุด และมีการลดลงอย่างเห็นได้ชัด ตรงช่วงความถี่ 10 kHz ถึง 20 kHz สำหรับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพันธ์ของตัวอย่างแก้ว PKHP 3 และ PKHP 7 มีค่าโดยประมาณใกล้เคียงกัน ส่วนค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพันธ์ของตัวอย่างแก้ว PKS 3 มีค่าต่ำที่สุด อาจเป็นเพราะว่า ตัวอย่างแก้ว PKS 3 มีสิ่งเจือปนอยู่น้อยมาก เมื่อเทียบกับตัวอย่างแก้วอื่น

แม้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์มีความสัมพันธ์กับครรชนีหักเหเป็นไปตามสมการ $\epsilon_r = n^2$ และข้อมูลจากกราฟในรูปที่ 4.14 จะแสดงแนวโน้มว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์ของตัวอย่าง PKWS 3 มีค่ามากกว่าของ PKHP 3 และมากกว่าของ PKS 3 ก็ตาม ยังไม่สามารถชี้ชัดได้ว่า ครรชนีหักเหของตัวอย่าง PKWS 3 จะมีค่ามากกว่าของ PKHP 3 และ PKS 3 เนื่องจากสาเหตุการเกิด Polarizability ที่ความถี่ต่ำนั้น เกิดขึ้นจาก Ion jump polarization ในขณะที่ช่วงความถี่สูง (ความถี่แสงที่ตามองเห็นประมาณ 10^{15} Hz) Polarizability เป็นผลมาจาก Electronic polarization^(8,18) นอกจากนี้แล้วการวัดสมบัติทาง ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่ำจะขึ้นอยู่กับชนิดของขั้วไฟฟ้า⁽⁵⁾ ซึ่ง C.Kim และ M.Tomozawa⁽³³⁾ ได้ศึกษาผลของชนิดขั้วไฟฟ้าและลักษณะของการเตรียมผิวหน้าตัวอย่างแก้ว พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์ที่วัดในช่วงความถี่ต่ำ จะมีค่าสูงขึ้นอยู่กับชนิดขั้วไฟฟ้า และลักษณะการเตรียมผิวหน้า และอ้างว่าการที่ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสัมพัทธ์มีค่าสูงในช่วงความถี่ต่ำนั้นเป็นผลมาจาก Space charge mechanism

จากการทดลองจึงพอจะเห็นความเป็นไปได้ในการนำกากดินมาเป็นวัตถุดิบในการทำแก้วระบบเลดอัลคาไลซิลิเกตโดยการหลอมที่ 1100 °C ตัวอย่างแก้วที่เตรียมจากสัดส่วนผสมของ PbO-K₂CO₃-SiO₂ PbO-K₂CO₃-Silica HP และ PbO-K₂CO₃-กากดิน มีความหนาแน่น ครรชนีหักเหอยู่ในช่วงเดียวกัน แต่สัดส่วนผสมของ PbO-K₂CO₃-กากดิน ที่ทำให้เกิดแก้วค่อนข้างจำกัด เมื่อเปรียบเทียบกับสัดส่วนผสมของ PbO-K₂CO₃-SiO₂ หรือ PbO-K₂CO₃-Silica HP นอกจากนี้ยังมีอิทธิพลจากสิ่งเจือปนต่าง ๆ ที่ปะปนอยู่ในกากดิน ทำให้เกิดสีในแก้ว ในขณะที่ตัวอย่างแก้วที่เตรียมจากสัดส่วนผสม PbO-K₂CO₃-SiO₂ และ PbO-K₂CO₃-Silica HP จะไม่มีสีนอกจากสัดส่วนผสมที่มีปริมาณ PbO สูง