

รายการอ้างอิง

ภาษาไทย

- กองข้อมูลเชื้อเพลิงแข็ง ส่วนสำรวจแหล่งเชื้อเพลิงแข็ง. ธรรมชาติและคุณสมบัติของถ่านหิน. กรุงเทพมหานคร : การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2537.
- จิตทิน พัฒนาการณ์ และ ประภากร เจริญวิภาสเจต. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากดินขาว. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2535.
- ณรงค์ จึงเสมียนญาติ. หลักการและเทคนิคที่เกี่ยวกับกล่องจุลทรรศน์. วิทยาเขตกำแพงแสน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2538.
- ตะวัน สุขน้อย. เอกสารประกอบการสอนวิชาซีโอไลต์และสารมีรูพรุนที่เกี่ยวข้อง. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, 2540.
- ธีรชาติ รื่นไกรฤกษ์. ซีโอไลต์ลอยกับงานอุตสาหกรรม ประโยชน์ของกากของเสียจากโรงงานไฟฟ้า. กรุงเทพมหานคร : การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2526.
- ฝ่ายประชาสัมพันธ์. ไฟฟ้ากับการพัฒนาถ่านหินลิกไนต์. กรุงเทพมหานคร : การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2528.
- มนตรี ทองคำ. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากถ่านหิน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2542.
- มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. ซีโอไลต์สำหรับอุตสาหกรรมสารซักฟอก. สำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม, 2536.
- รุ่งระวี ยิ่งยวด และ นิตาชล ชินพันธ์. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากดินขาว. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2536-2537.
- ถ่านลิกไนต์. วารสารการไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย. กรุงเทพมหานคร: 2538.
- วิจิตต์อัจฉรา สรรพกิจจำนง, ธนศักดิ์ ใฝ่กระโทก และ บุญเลิศ พัดฉวี. ถ่านลิกไนต์ในทาง. กรุงเทพมหานคร : กระทรวงคมนาคม, 2526.
- วิชาญ ภูพัฒน์. การใช้ซีโอไลต์ลอยในงานผลิตปูนซีเมนต์ อุตสาหกรรมการผลิตปูนซีเมนต์. กรุงเทพมหานคร : การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย, 2526.
- วิภายู บุญเจริญสุข. รายงานปัญหาพิเศษเรื่องซีโอไลต์. คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2537.
- สุนีย์ ผู้มีธรรม และ วิไลรัตน์ ศิริอดุลย์. การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากดินขาว. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2531.

อธิชา ฉายสุวรรณ, วรินทร์ ขวศิริ และ วิมลรัตน์ ตระการพฤกษ์. แคตตาล็อกตีพิมพ์ในพจนานุกรมออนไลน์
สำหรับการออกซิเดชันสารประกอบไฮโดรเจน. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลง
กรณ์มหาวิทยาลัย, 2541.

อนิรุทธ์ ธงไชย. การใช้ประโยชน์ที่ถ่วงอยู่ในงานวิศวกรรม. เอกสารการประชุมวิชาการครั้งที่ 3
เทคโนโลยีสำหรับการพัฒนาชนบท. ขอนแก่น, 2528.

ภาษาอังกฤษ

Amrhein C., Haghnia G.H., Kim T.S., Mosher P.A., Amanios T. and Delta Torre L.

Synthesis and Properties of Zeolite from Coal Fly ash. Environmental Science &
technology 30 (1996) : 735-742.

Bergaut V. and Singer A. High capacity cation exchanger by hydrothermal zeolitization
of Coal fly ash. Applied Clay Science 10 (1996) : 369-378.

Breck D.W. Zeolite Molecular Sieve : Structure, Chemistry and Use. New York : Wiley,
1974.

Chang H.L., Chun C.M., Aksay I.A. and Shih W.H. Conversion of Fly Ash into Mesoporous
Aluminosilicate. Industrial & Engineer Chemistry Research 38 (1999) : 973-977.

Chang H.L. and Shih W.H. A General Method for the Conversion of Fly Ash into Zeolites
as Ion Exchangers for Cesium. Industrial & Engineer Chemistry Research 37
(1998) : 71-78.

Dyer A. An Introduction to Zeolites Molecular Sieve. New York : John Wiley & Sons,
1988.

Hollman G.G., Steenbruggen G. and Janssen-Jurkovicova M. A two-step process for the
synthesis of zeolites from coal fly ash. Fuel 78 (1999) : 1225-1230.

Lin C.F. and Hsi H.S. Resource Recovery of Waste Fly Ash: Synthesis of Zeolite-like
Materials. Environmental Science & Technology 29 (1995) : 1109-1117.

Lopez-Salins E., Salas P., Schifter I., Moran M., Castillo S. and Mogica E. Reduction of
NO by CO using a zeolite catalyst obtained from fly ash. Studies in Surface
Science and Catalyst 105 (1997) : 1565-1570.

Patane G., DiPasquale S., Corigliano F. and Mavilia L. Use Zeolitised waste material in the

- removal of Copper(II) and Zinc(II) from waste water. Annali. Di. Chmica. 86 (1996) : 87-98.
- Querol X., Alastuey A., Lopez-Soler A. and Plana F. A Fast Method for Recycling Fly Ash: Microwave-Assisted Zeolite Synthesis. Environmental Science & Technology 37 (1997) : 2527-2533.
- Querol X., Alastuey A., Lopez-Soler A. and Plana F. Synthesis of Na-zeolites from fly ash. Fuel 76 (1997) : 793-799.
- Querol X., Umana J.C., Alastuey A., Lopez-Soler A., Medinaceli A., Valero A., Domingo M.J. and Garcia-Rojo E. Synthesis of zeolites from fly ash at pilot plant scale. Examples of potential application. Fuel 80 (2001) : 857-865.
- Singer A. and Berkgaut V. Cation Exchange Properties of Hydrothermally Treated Coal Fly Ash. Environmental Science & technology 29 (1995) : 1748-1753.
- Simon G.P. Ion Exchange Training Manual. New York : Van Nostrand Reinhold, 1991.
- Srinivasan A. and Grutzeck M.W. The Adsorption of SO₂ by Zeolites Synthesized from Fly Ash. Environmental Science & Technology 33 (1999) : 1464-1469.
- Tsitsishvili G.V., Andronikashvili T.G., Kirov G.N. and Filizova L. Natural Zeolites. New York : Ellis Hoewood, 1992.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

วิธีวิเคราะห์ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม

วิธีวิเคราะห์ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม มีรายละเอียดของการวิเคราะห์มีดังต่อไปนี้ (มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ซีไอไลต์สำหรับอุตสาหกรรมผงซักฟอก, 2536)

เครื่องมือที่ใช้

1. เครื่องกวนไฟฟ้าพร้อมแท่งแม่เหล็ก
2. นาฬิกาจับเวลา
3. กระบอกชั่งตวง (ปราศจากซีเมนต์) ขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร
4. เครื่องกรองสุญญากาศ
5. กระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 42
6. ขวดรูปชมพู่
7. ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

วิธีเตรียมสารละลาย

1. สารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียม (calcium exchange solution) 1000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ซึ่งแคลเซียมคลอไรด์ 2.938 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอน ละลายด้วยน้ำกลั่นถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 2000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปรับความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้ได้ 10 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละ 28 โดยน้ำหนัก) และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ความหนาแน่น 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ซึ่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3. ไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์
4. สารละลายบัพเฟอร์

ละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 67.5 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละ 28 โดยน้ำหนัก) 570 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตร 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

5. สารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ 0.005 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ซึ่งอีดีทีเอไดโซเดียมไฮเดรต (disodium ethylenediaminetetraacetate dihydrate) 3.743 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอน ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 2000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

สอบเทียบความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอโดยซึ่งแคลเซียมคาร์บอเนต (ที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์) ประมาณ 0.5 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอนถึง 0.0001 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (ความหนาแน่น 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร 0.8 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายนี้ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแก้วรูปกรวยขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์ 0.1 กรัม นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอจนถึงจุดยุติเมื่อสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ จากสูตร

$$\frac{\text{สารละลายมาตรฐานอีดีทีเอ}}{\text{โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร}} = \frac{m}{V \cdot 100.09 \cdot 50}$$

เมื่อ m คือ มวลของแคลเซียมคาร์บอเนต เป็น มิลลิกรัม

V คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอีดีทีเอที่ใช้ในการไทเทรตเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัมในครุชชีเบลพร้อมฝา ให้ทราบมวลแน่นอน แล้วนำครุชชีเบลและฝาไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปิดฝาครุชชีเบลนำออกจากเตาเผา ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์จนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วชั่ง คำนวณหาน้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผาจากสูตร

$$\text{น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา ร้อยละ} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100$$

เมื่อ m_1 คือ มวลตัวอย่างก่อนเผา เป็นกรัม

m_2 คือ มวลตัวอย่างหลังเผา เป็นกรัม

2. ถ่ายสารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียม 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในบีกเกอร์ ใส่แท่งแม่เหล็ก ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ซึ่งตั้งอยู่บนเครื่องกวนไฟฟ้า เปิดเครื่องกวนไฟฟ้าให้หมุนด้วยความเร็ว 600 รอบต่อนาที เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 15 นาที

3. ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม ให้ทราบมวลแน่นอน แล้วถ่ายใส่ลงในสารละลายแลกเปลี่ยนแคลเซียม (ข้อ 2) อย่างรวดเร็วพร้อมจับเวลาด้วยนาฬิกาจับเวลาที่เมื่อครบ 15 นาที ใช้กระบอกฉีดยาคูดสารแขวนลอย 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรองอย่างรวดเร็ว โดยใช้เวลาไม่เกิน 15 วินาที ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศและกระดาษวัตแมน เบอร์ 42 สารละลายที่กรองได้ต้องใส ถ้าไม่ใสให้ปฏิบัติใหม่ตั้งแต่ข้อ 1 จนถึงเมื่อสารละลายที่กรองได้ต้องใส

4. ใช้ปิเปตต์ดูดสารละลายส่วนใสที่กรองได้ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดรูปชมพู่เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายบัฟเฟอร์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และไฮดรอกซีแนฟทอลบลูอินดิเคเตอร์ 0.1 กรัม นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอจนถึงจุดยุติเมื่อสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นน้ำเงิน

5. ทำแบลนด์เปรียบเทียบ ถ้าปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอิตีทีเอที่ใช้ในการไทเทรต 2 ครั้ง ต่างกันเกิน 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ทำแบลนด์เปรียบเทียบใหม่

การคำนวณ

คำนวณหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียมจากสูตร

$$\text{ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคลเซียม} = \frac{(V_2 - V_1) * c * 100.09 * 25 * 100}{\text{มิลลิกรัมแคลเซียมคาร์บอเนตต่อกรัมซีโอไลต์} \quad m \quad (100 - L)}$$

เมื่อ V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอดีทีเอ ที่ใช้ในการไทเทรตกับสารละลายตัวอย่าง เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานอดีทีเอ ที่ใช้ในการไทเทรตกับแบลนด์ เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

c คือ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอดีทีเอ เป็นโมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

100.09 คือ มวลโมเลกุลของแคลเซียมคาร์บอเนต

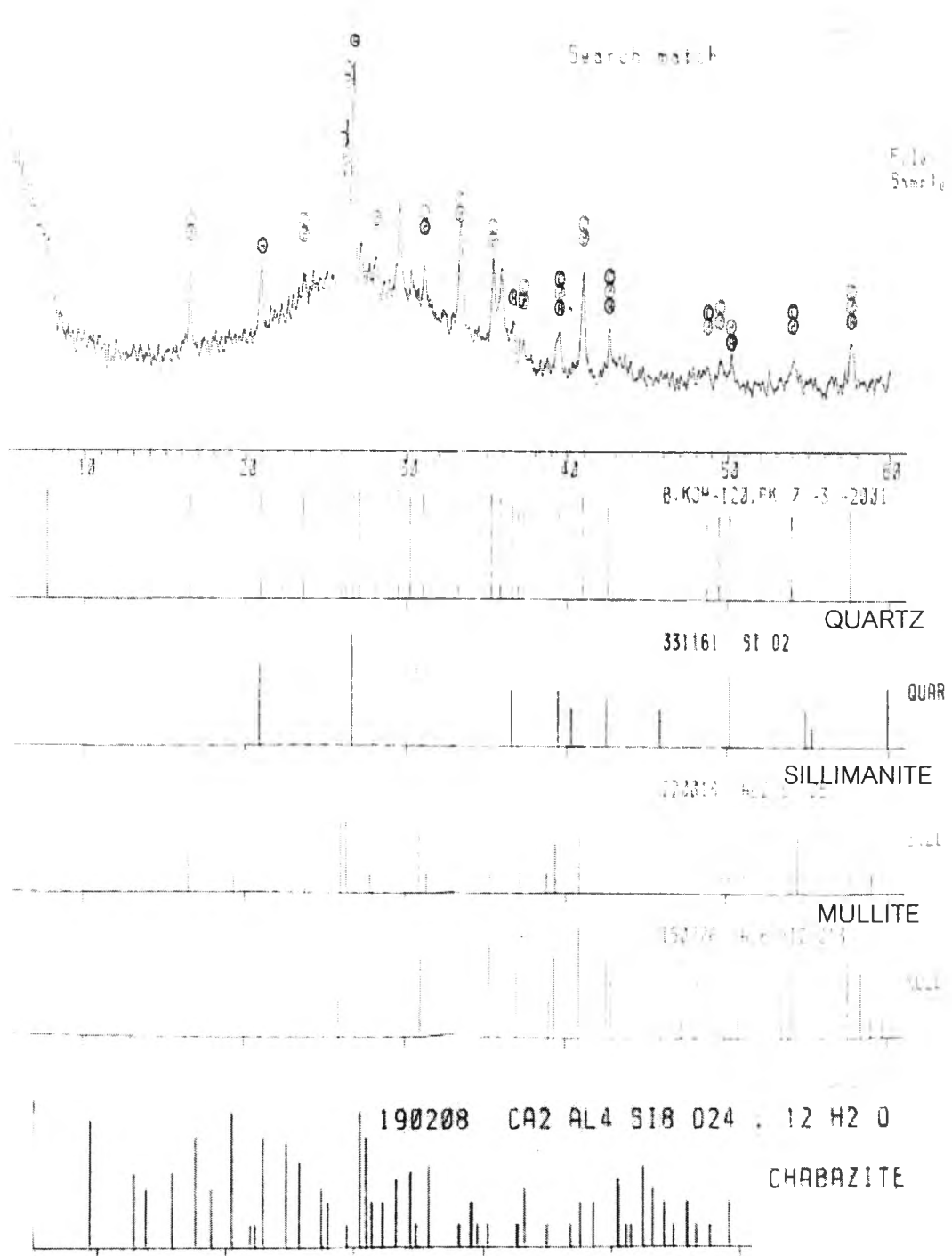
m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

L คือ น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา

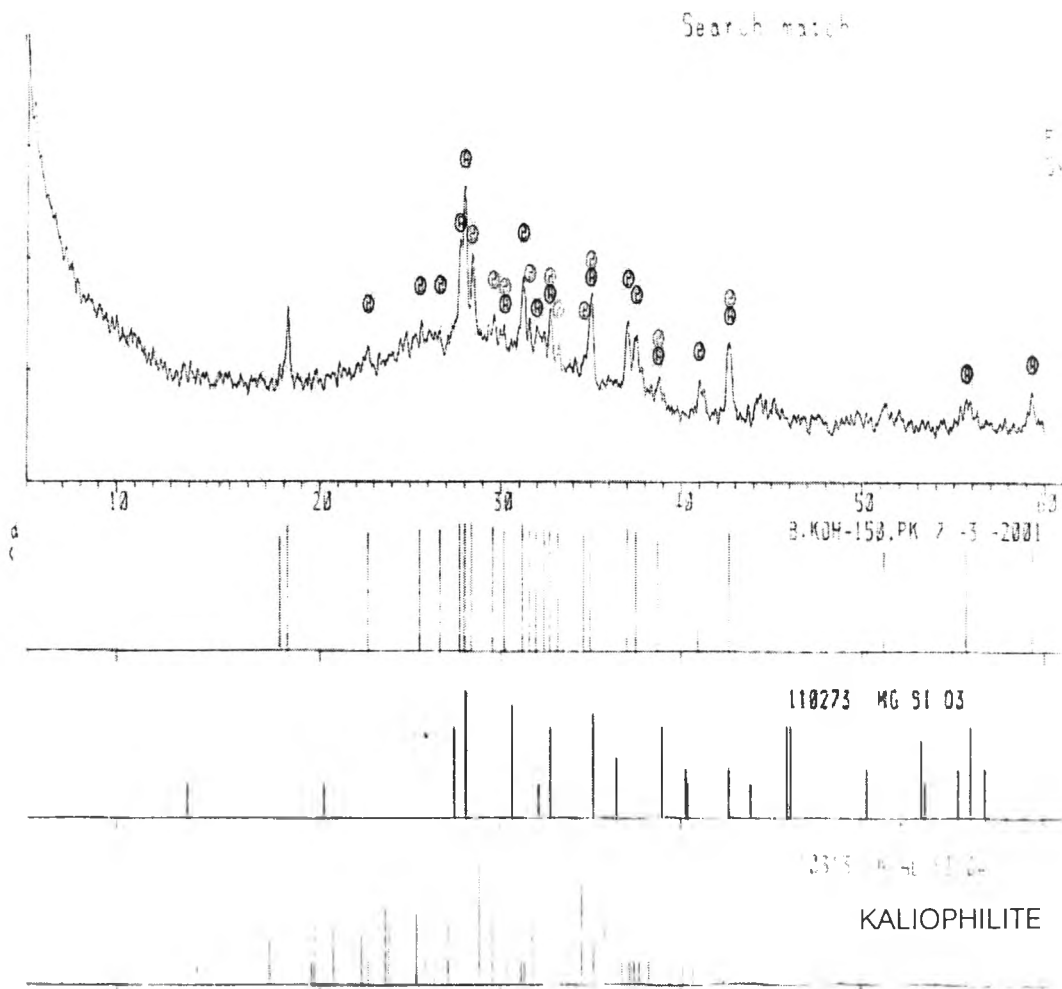
หมายเหตุ: ตัวอย่างที่ใช้ก่อนนำมาวิเคราะห์ ต้องเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ (ที่ปราศจากซิลิกาเจล) ที่มีภาชนะบรรจุสารละลายแอมโมเนียมครอไรด์อิ่มตัวเป็นเวลาอย่างน้อย 3 วัน ก่อนนำไปวิเคราะห์

ภาคผนวก ข

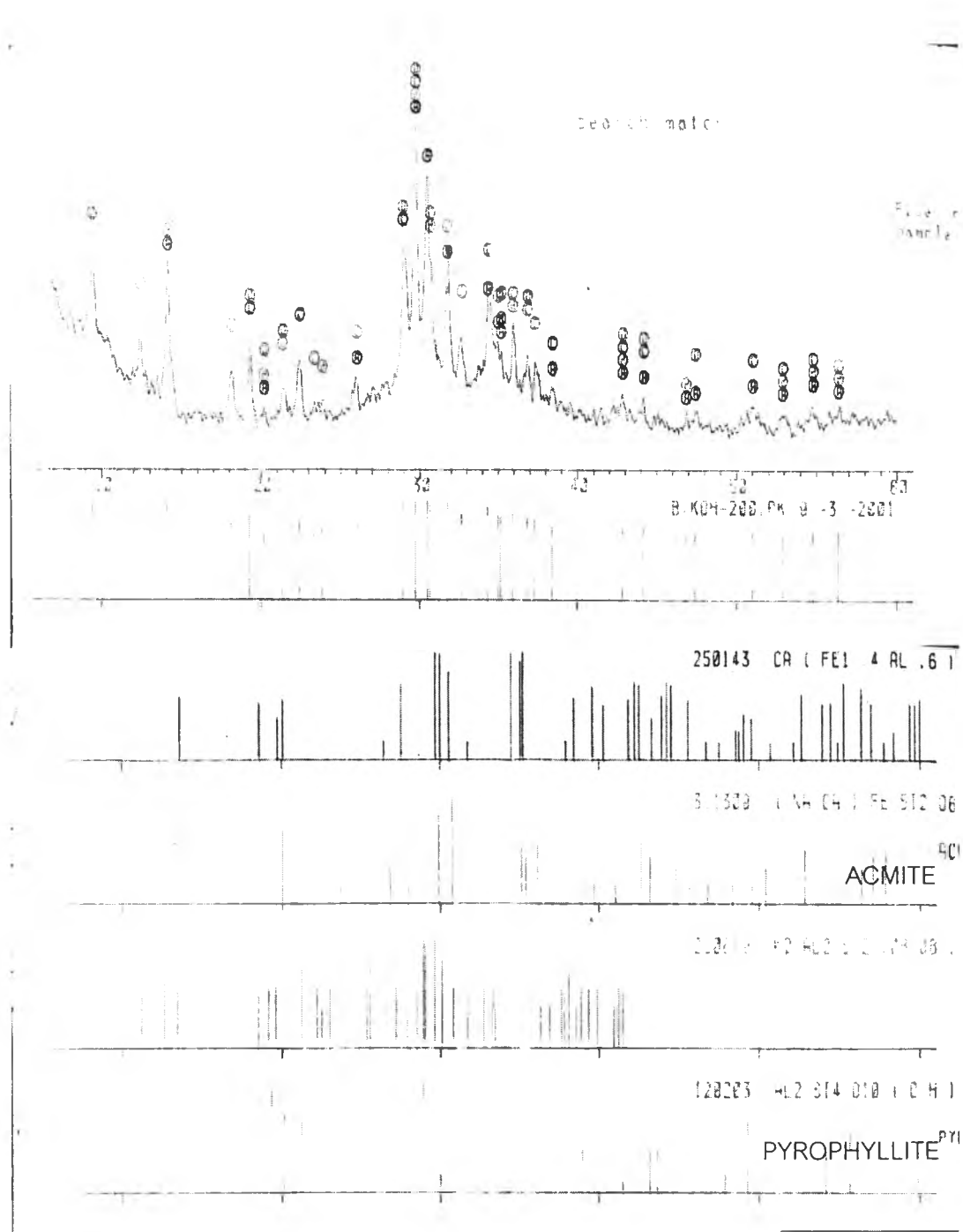
ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน



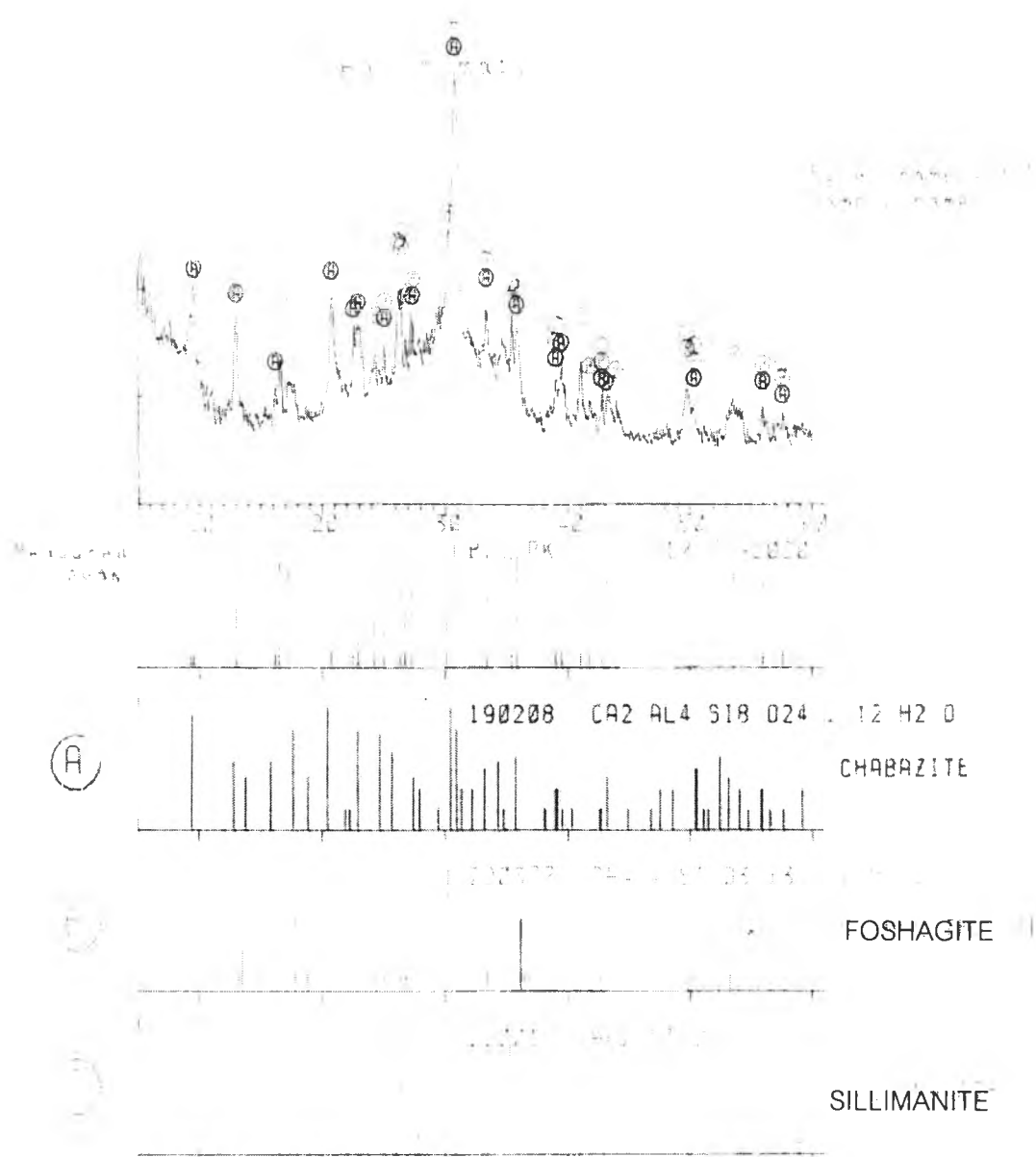
รูปที่ 1 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของตัวอย่างที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 120°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



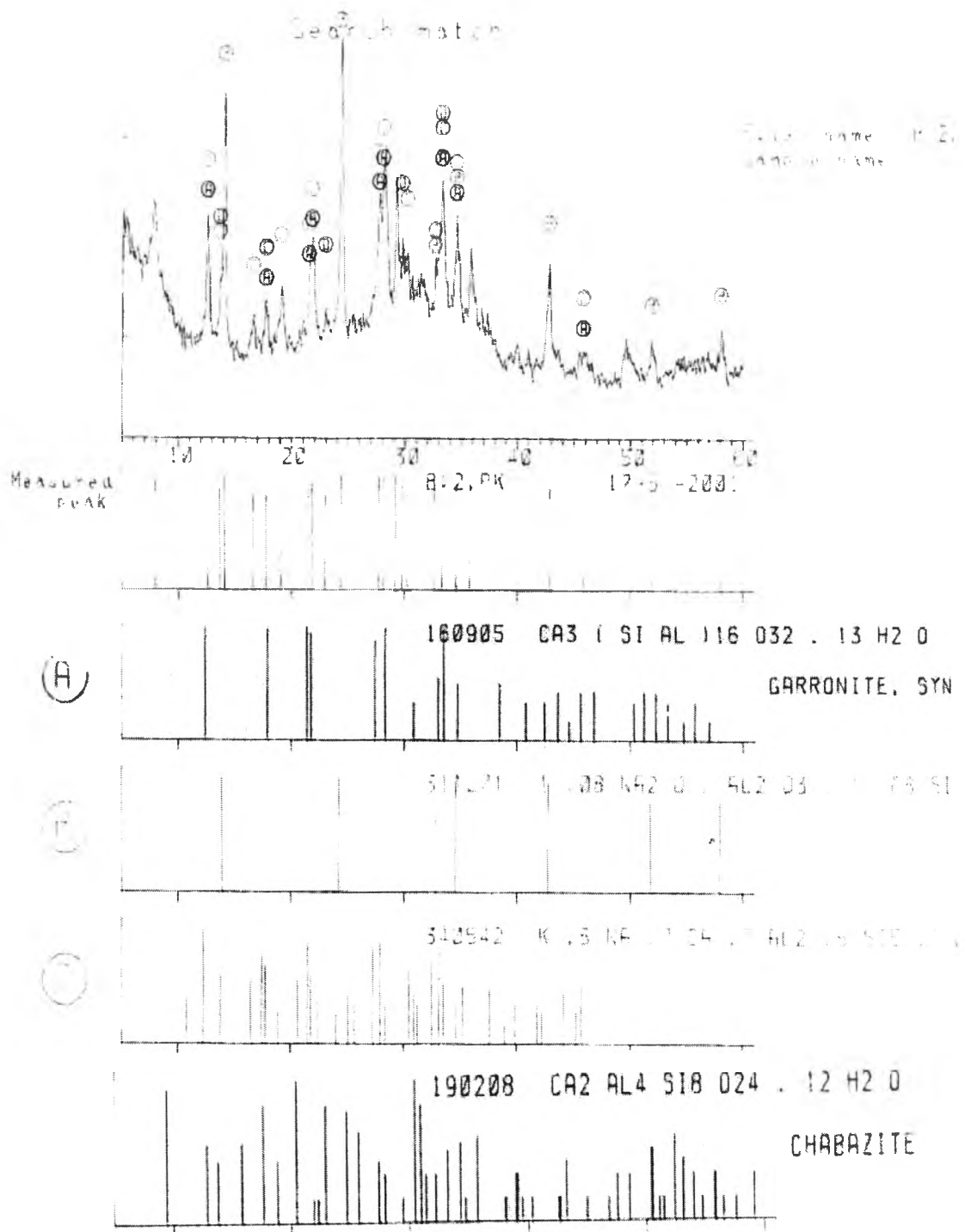
รูปที่ 2 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 150°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



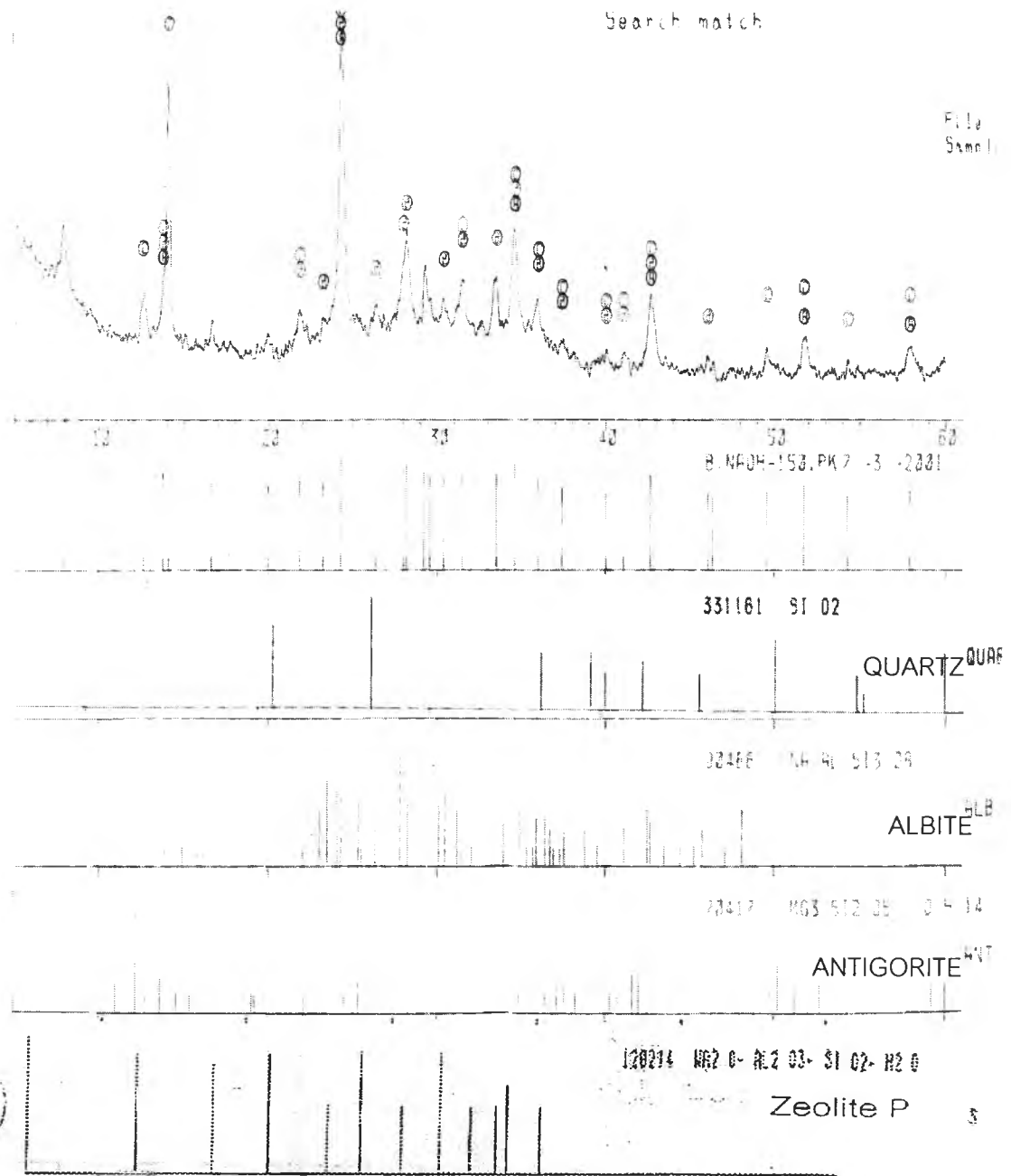
รูปที่ 3 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 200°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



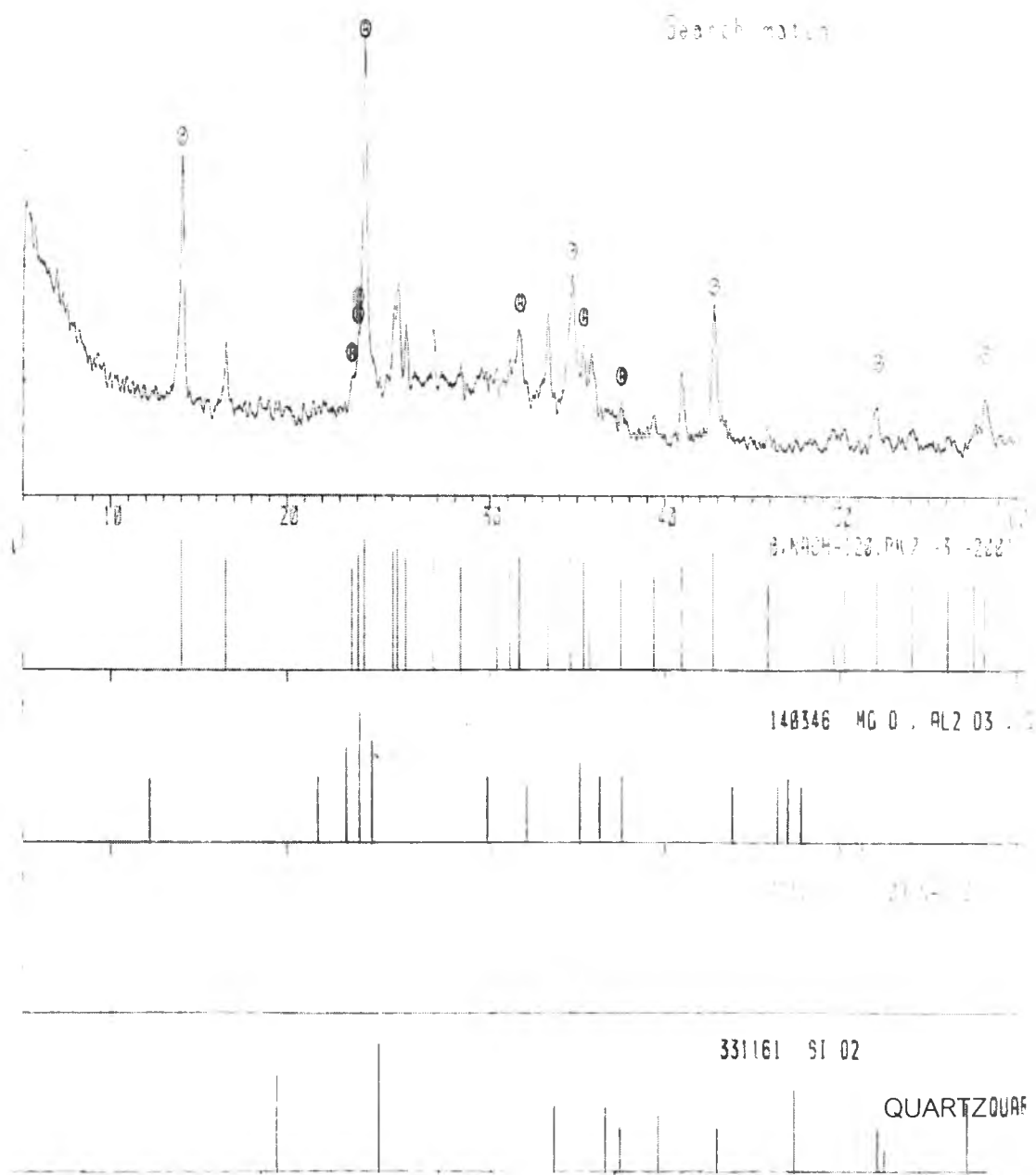
รูปที่ 4 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 120°C 2 MPa ระยะเวลา 48 ชั่วโมง



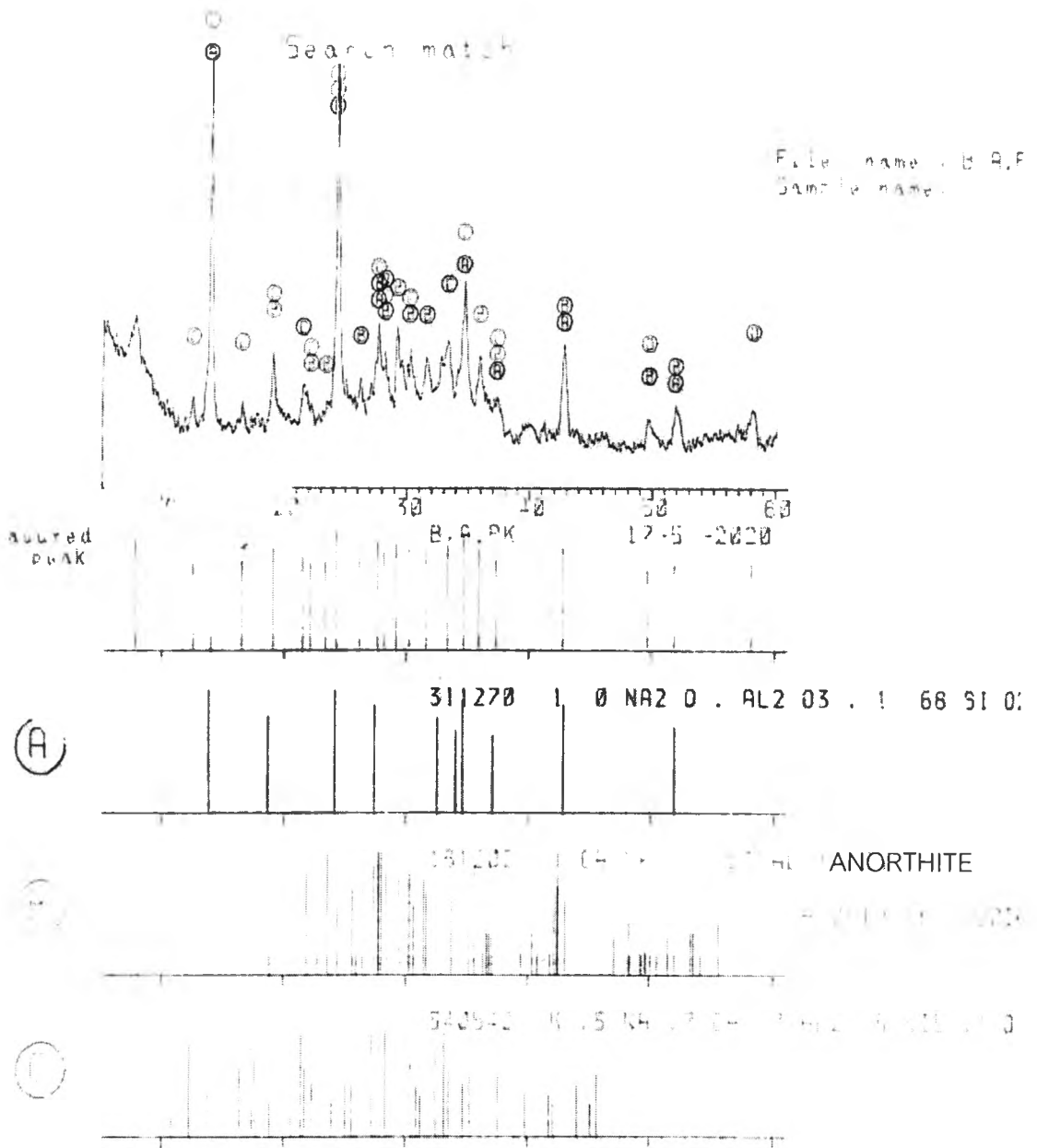
รูปที่ 5 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 120°C 2 MPa ระยะเวลา 120 ชั่วโมง



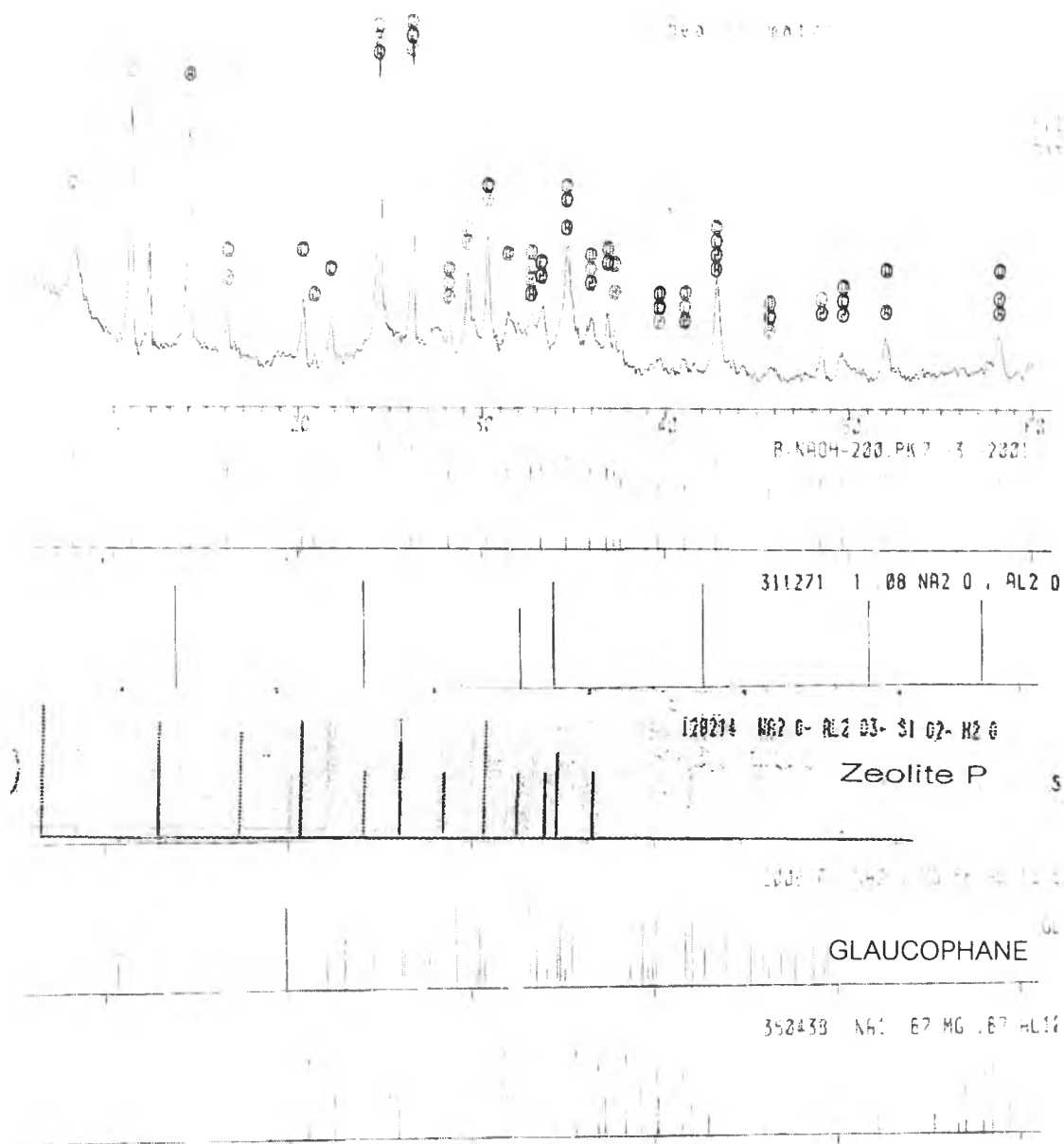
รูปที่ 6 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 150°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



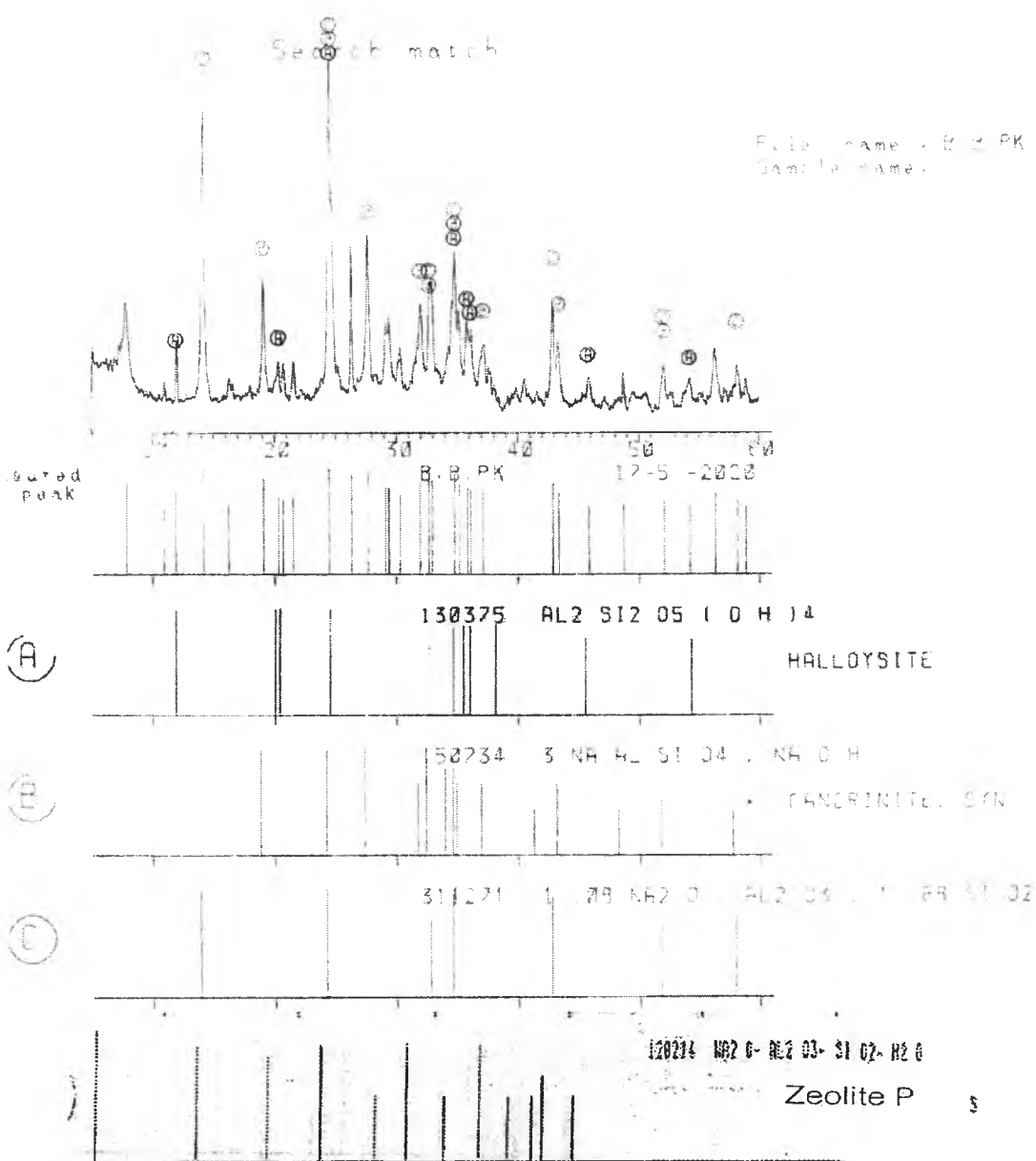
รูปที่ 7 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 120°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



รูปที่ 8 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 200°C 2 MPa ระยะเวลา 6 ชั่วโมง



รูปที่ 9 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของแร่ลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 150°C 2 MPa ระยะเวลา 48 ชั่วโมง



รูปที่ 10 ผลวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของแก้วลอยที่ผ่านการกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M 150°C 2 MPa ระยะเวลา 120 ชั่วโมง

ภาคผนวก ค

X-Ray Diffraction

X-Ray Diffraction

ตั้งแต่ปี 1992 Van Lan คิดค้นเครื่อง X-Ray diffraction ซึ่งเป็นประโยชน์มากในทางวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม ที่ต้องการรู้ถึงการจัดเรียงตัวและช่องว่างของอะตอมในผลึกของสาร X-Ray diffraction สามารถบอกได้ทั้งลักษณะโครงสร้างของผลึกและอาจจะบอกได้ถึงปริมาณของผลึกในของผสมบางชนิดได้ด้วย

ทฤษฎีเกี่ยวกับ X-Ray Diffraction

เมื่อปี ค.ศ. W.L. Bragg ได้ใช้รังสีเอ็กซ์แคบ ๆ ให้กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบน และการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยา (เกิดปฏิกิริยาขึ้นภายใน) กับอะตอมที่ O, P และ R

ถ้าคลื่นแสงเกิดอินเทอร์เฟอเรนซ์แบบเสริม (construction interference) ที่มุม θ จะได้สมการเรียกว่า Bragg equation คือ

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

เมื่อ n = ตัวเลขจำนวนเต็ม

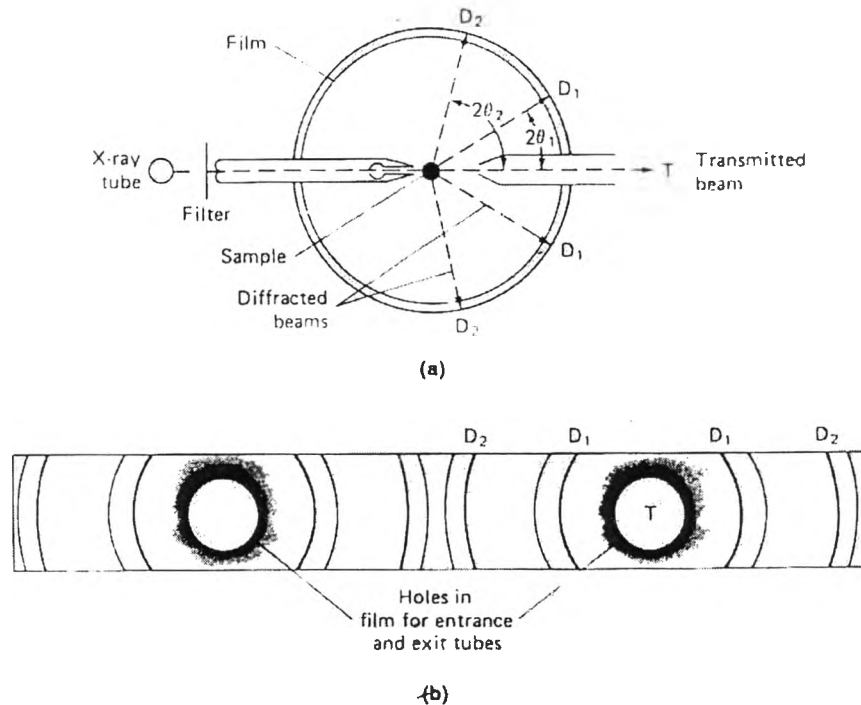
d = ระยะระหว่างชั้นของผลึก

λ = ความยาวคลื่น

การบอกลักษณะองค์ประกอบของผลึกโดย X-Ray Diffraction

1) การเตรียมตัวอย่าง (Sample Preparation) สำหรับตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ผลึกสามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ดินจนถึงอนุภาคของของผสมขนาดเล็กมากๆ ในผลึกขนาดเล็กซึ่งสามารถจัดวางตัวได้หลายทิศทาง เมื่อลำแสง X-ray ผ่านเข้าไปในสารตัวอย่าง อนุภาคต่างๆ จะถูกสมมุติให้เป็นไปตามสภาวะของ Bragg ซึ่งอธิบายลักษณะการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (lattice spacing) ในผลึกตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์อยู่ตรงกับลำแสง X-ray ที่ถูกปล่อยออกมาจากแหล่งกำเนิดผ่านหลอด cellophane

2) การบันทึกแบบรูปภาพ (Photographic Recording) การเบี่ยงเบนลำแสง X-ray หลังจากผ่านเข้าไปในสารตัวอย่างสามารถแสดงผลออกมาเป็นรูปภาพโดยใช้กล้อง Debye-scherrer จับภาพหรือลักษณะของลำแสงที่เบี่ยงเบนตกลงบนแผ่นฟิล์มที่ล้อมรอบเป็นทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5.73 หรือ 11.46 เซนติเมตร โดยระยะการกระจายของลำแสงที่ไปตกกระทบบนแผ่นฟิล์มสามารถเปรียบเทียบออกมาเป็นมุม ดังแสดงในรูปที่ ก.1



รูปที่ ก-1 แสดงการบันทึกผลด้วยรูปภาพ

3) การรับลำแสงที่เบี่ยงเบนแบบอัตโนมัติ (Automatic Diffractometers) บางครั้งจะให้สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์หมุนไปด้วยเพื่อเพิ่มการสัมผัสในสารตัวอย่างให้โดนลำแสง X-ray มากขึ้น จากนั้นลำแสงที่เบี่ยงเบนจะถูกตรวจวัดโดยเครื่อง Automatic scan เป็นการดูดซับแถบสเปกตรัม วิธีนี้จะให้ความถูกต้องในด้านความเข้มของผลึกมากกว่าการบันทึกแบบรูปภาพ

การแปลความหมายของรูปแบบการเบี่ยงเบนลำแสง X-ray (Interpretation of diffraction patterns)

รูปแบบการเบี่ยงเบนของลำแสง X-ray จะแสดงออกมาในรูปความสัมพันธ์ระหว่างมุม θ หรือ 2θ กับความเข้ม มุมเบี่ยงเบน 2θ คือมุมที่ใช้หาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) ตามสมการของ Bragg คือ $2d\sin\theta = n\lambda$ ดังนั้นการหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) จึงต้อง

ทราบความยาวคลื่น สำหรับค่าความเข้ม จะขึ้นกับจำนวน และชนิดของอะตอมที่สะท้อนลำแสง X-ray

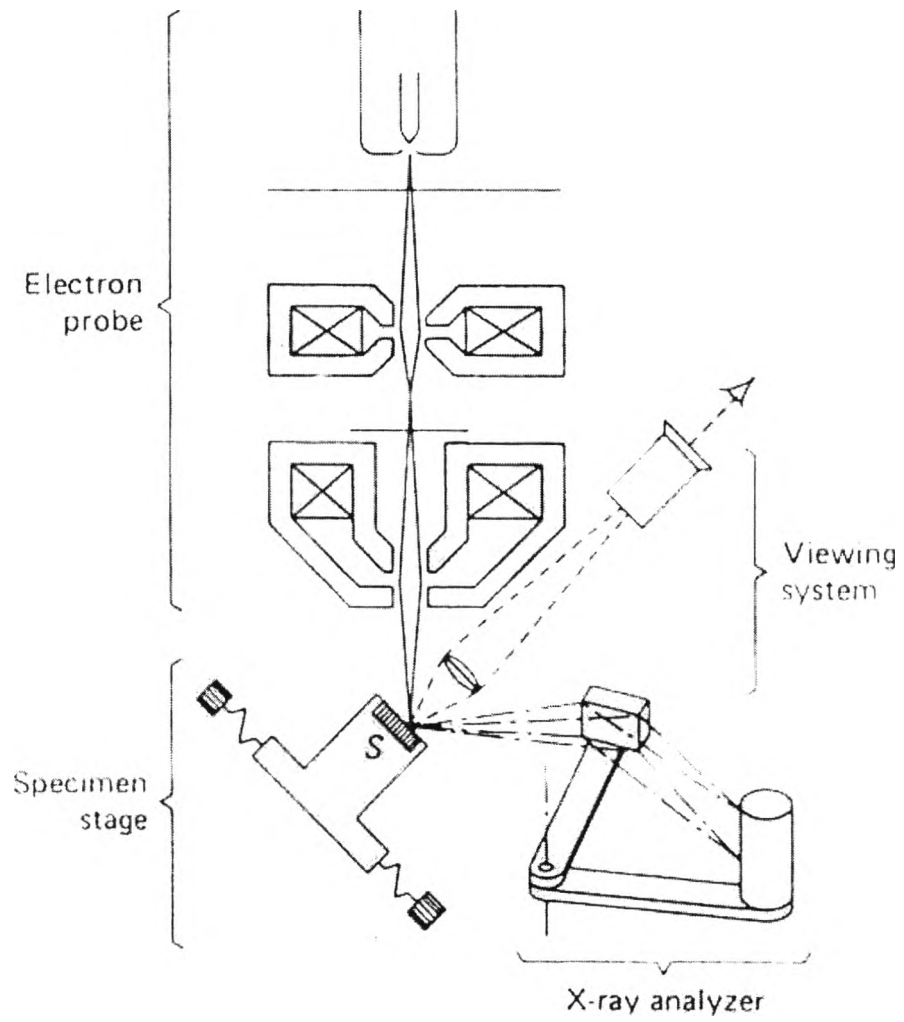
การบ่งบอกชนิดของผลึกนั้นทาง American Society for testing Material (ASTM) ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า d และความเข้มสำหรับผลึกของสารบริสุทธิ์ต่างๆ กว่า 25,000 ชนิด ลงในหนังสือ Index to the powder data file, Amer. Soc. Testing Materials, Spec. Tech. Publ, 48L, Philadelphia, 1962 ตัวอย่างที่วิเคราะห์สามารถบอกได้ว่ามีผลึกใดประกอบอยู่ โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานดังที่กล่าวมา โดยให้ตำแหน่งของ 2θ และรูปแบบของความเข้มเป็นไปในทางเดียวกัน แต่สำหรับตัวอย่างสารที่ประกอบด้วยผลึก 2 ชนิดหรือ มากกว่าการจะบอกชนิดของผลึกจะทำได้ยากขึ้น

หัวกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Microprobe)

ส่วนประกอบของหัวกำเนิดอิเล็กตรอนต้องอยู่ในสภาวะสุญญากาศหรือความดันต่ำกว่า 10^{-5} ทอร์ ได้แก่ หัวกำเนิดอิเล็กตรอน และ X-ray สเปกโตรมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ ก.2 ลำแสงอิเล็กตรอนสามารถทำให้เกิดได้โดยการให้ความร้อนแก่ทั้งสแตน ซึ่งเป็นขั้วแคโทด อิเล็กตรอนถูกเร่งให้เคลื่อนที่โดยขั้วแอโนด จากนั้นจะผ่านเลนส์เพื่อทำการรวมลำแสงให้ตกบนระนาบที่คัดเลือกเฉพาะ X-ray (Specimen) สุดท้ายลำแสง X-ray จะถูกนำไปใช้ต่อไป

การนำไปใช้ประโยชน์ (Application)

เครื่อง XRD สามารถนำไปใช้วิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพ และทางเคมีของผิวหน้าวัตถุ ซึ่งสำคัญอย่างยิ่งในการศึกษาทางด้านโลหะ เซรามิกส์ วัดการกระจายตัวของสารไม่บริสุทธิ์ในสารกึ่งตัวนำ ศึกษาส่วนที่ว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ ซึ่งเครื่อง XRD สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งปริมาณ และชนิดของผลึก



รูปที่ ก-2 แสดงส่วนประกอบหัวกำเนิดอิเล็กตรอน

ภาคผนวก ง

ความรู้เกี่ยวกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

- ชนิดของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่พัฒนาขึ้นมาใช้กันทั่วไปมีดังนี้คือ (ณรงค์ จึงเสมียนญาติ, 2538)
 1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope: TEM)
 2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดผ่าน (Scanning Transmission Electron Microscope; STEM)
 3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)
 4. เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เรย์ที่เกิดจากอิเล็กตรอนวิงชน (Electron Probe X-Ray Microanalyser; EXMA)

ในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะ SEM เนื่องจากเป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้วิเคราะห์ในงานวิจัยนี้

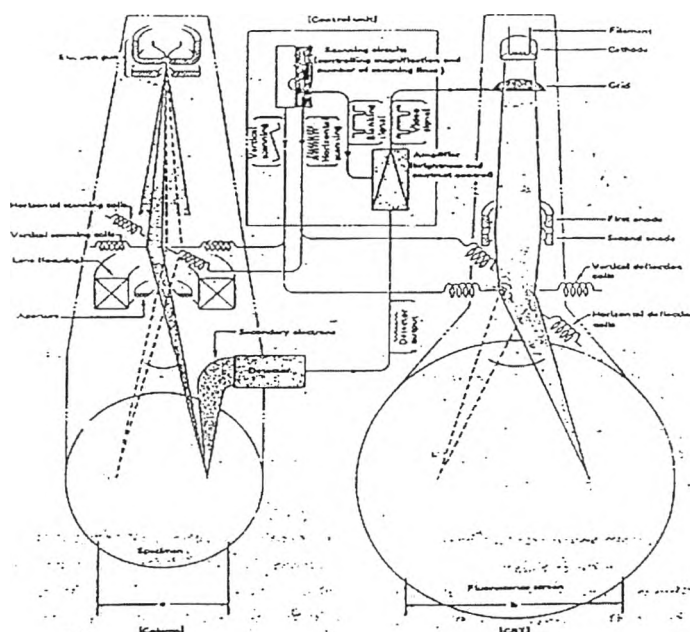
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความเร็วสูงเคลื่อนส่องกราดไปบนผิวตัวอย่างที่อยู่ในท่อสุญญากาศในลักษณะ raster เมื่ออิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่าง จะมีอิเล็กตรอนสะท้อนกลับขึ้นมา (reflected electron) ซึ่งถูกจับด้วย เครื่องตรวจจับ และทำให้เกิดภาพบน synchronous display tube

 1. การทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด

ในสภาพสุญญากาศ เมื่อให้กระแสไฟฟ้าแรงสูงขนาด 1-40 KV ผ่านไปยัง filament ทั้งสแตน ทำให้ filament ร้อนแดง ปล่อยอิเล็กตรอนออกมา อิเล็กตรอนเหล่านี้ถูกบังคับให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความเข้มสูงและความเร็วคงที่วิ่งผ่านสนามแม่เหล็กไฟฟ้าของ condenser lens ซึ่งทำหน้าที่รวบรวมลำแสงให้มีความเข้มขั้นสูงสุดผ่าน objective lens ไปตกลงบนตัวอย่าง ลำแสงอิเล็กตรอนที่ตกลงบนตัวอย่างนั้น จะถูกสนามแม่เหล็กดึงให้เคลื่อนส่องกราดไปบนตัวอย่าง จากซ้ายไปขวาอีกในทำนองเดียวกันนี้จนทั่วทั้งตัวอย่าง ลักษณะแบบของเส้นลำแสงที่ส่องกราดไปบนตัวอย่างนี้เรียกว่า raster ซึ่งเราสามารถเห็นลักษณะ raster ได้จากจอทีวีเมื่อเวลาอยู่ใกล้ๆ ในขณะที่ลำแสงถูกดึงให้ส่องกราดไปบนตัวอย่างนั้นจะมีอิเล็กตรอนสะท้อนกลับขึ้นมา และถูกตรวจจับเอาไว้ด้วย scintillation detector สัญญาณอิเล็กตรอนที่ detector ตรวจจับได้จะถูก

ขยายใน photomultiplier (PMT) และแปลงเป็นสัญญาณ video ส่งกราดไปบนจอ cathode ray tube (CRT) สัมพันธ์กับลำแสงที่เคลื่อนส่องกราดบนตัวอย่าง ด้วยการทำงานของ scan



รูปที่ ๑.1 ไดอะแกรมแสดงจุดลำแสงอิเล็กตรอน ขนาดเล็ก (probe spot)

generator (control unit of scanning) ตัวเดียวกันเป็นตัวควบคุมกระแสไฟฟ้าที่จะเข้า probe scan coil และ display scan coil เพื่อทำให้เกิดสนามแม่เหล็กดึงจุดแสงสว่างให้เคลื่อนไปพร้อมกัน โดย probe scan coil จะทำหน้าที่ดึงลำแสงอิเล็กตรอนให้เคลื่อนผ่านไปบนตัวอย่าง และขณะเดียวกัน display scan coil ที่จะทำให้หน้าที่ดึงลำแสงในจอทีวีให้เคลื่อนไปบน fluorescence screen เช่นกัน จึงทำให้เห็นภาพผิวของตัวอย่างที่ลำแสงอิเล็กตรอนส่องกราดอยู่ในขณะนั้นบนจอทีวี (display cathode-ray tube) ได้

2. Low Vacuum SEM (LV SEM)

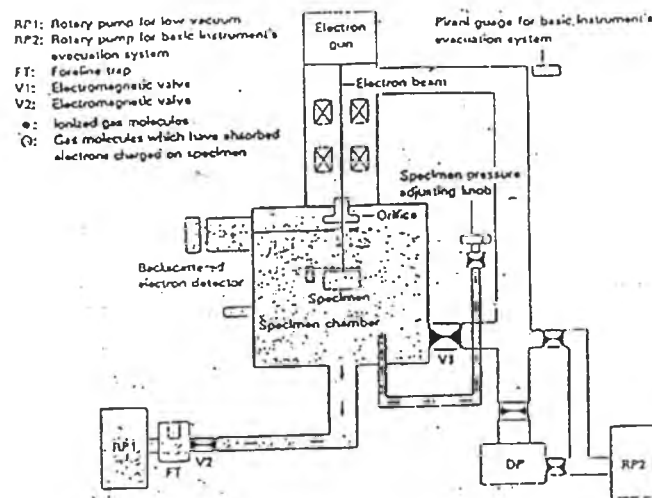
เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องกราด ที่ช่องว่างภายในกล้องส่วน electron gun และ lens systems เป็นสุญญากาศสูง ตามปกติทั่วไปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แต่ในช่องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber) จะเป็นสุญญากาศต่ำประมาณ 0.1 ถึง 1 ทอร์ เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนผ่านช่องแคบๆ เข้ามาในช่องตัวอย่างอิเล็กตรอนจะชนกับโมเลกุลของอากาศที่เหลืออยู่ ทำให้โมเลกุลของอากาศแตกตัวไปเกาะจับกับอิเล็กตรอนที่ผิวของตัวอย่างที่จะเกิด charge-up ดังนั้นจึงใช้เพื่อศึกษา

- ตัวอย่างที่ไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างด้วยสารเคมี ซึ่งจะมีผลต่อรูปร่างของตัวอย่าง และถ้าเตรียมไม่ดีก็จะทำให้ตัวอย่างเสียรูปร่างได้ในขณะที่ตัวอย่างถูกใส่เข้าไปดูในกล้อง ซึ่งเป็นสุญญากาศสูงและเกิด charge-up ได้ในหลายตัวอย่าง

- ตัวอย่างพวก fibers ที่ไม่เป็นตัวนำไฟฟ้า ซึ่งต้องเคลือบด้วยโลหะ แต่มักจะเคลือบได้ไม่สมบูรณ์ ทำให้เกิด charge-up ถ้าดูด้วย high vacuum SEM (conventional SEM)

- ตัวอย่างพวก plaster, cement และพวกที่มีน้ำมันซึ่งจะเกิดแก๊สมากมายในสุญญากาศ ทำให้กล้องไม่สามารถเป็นสุญญากาศพอที่จะทำงานได้ และตัวอย่างเหล่านี้ไม่เป็นตัวนำไฟฟ้า จึงเกิด charge-up ได้ง่าย

ในสภาพสุญญากาศต่ำของกล้อง LV SEM นั้น ไม่สามารถดูดจับ secondary electron ได้เนื่องจากมีพลังงานต่ำ ดังนั้นจึงดูดจับ backscattered electron ซึ่งมีพลังงานสูงกว่ามาแปลงให้เกิดภาพตัวอย่าง



รูปที่ ๑.2 ไดอะแกรมแสดงระบบสุญญากาศของ LV SEM

ต้นฉบับ หน้าขาดหาย