



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

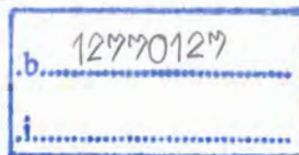
เรื่อง : การศึกษาผลของตัวทำละลายในการสังเคราะห์ผงผลึกอนุภาคนาโนของ
แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4) ด้วยวิธีโซโนเคมี

The study on effect of solvent on the synthesis (CaWO_4) nanoparticles via
sonochemical method

จัดทำโดย

ผศ. ดร. นราธิป วิทยากร

RCH
น ๒๒๓๓
๒๕๕๘



สาขา.....
เลขทะเบียน 142204
รับเดือนปี 27 มิถุน 2559

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณเงินรายได้ประจำปีงบประมาณ 2558

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ : การศึกษาผลของตัวทำละลายในการสังเคราะห์ผงผลึกอนุภาคนาโนของแคลเซียมทังสเตต (CaWO_4) ด้วยวิธีโซโนเคมี

ประจำปีงบประมาณ : 2558 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 50,000 บาท

1. ชื่อหัวหน้าโครงการ

ผศ.ดร. นราธิป วิทยากร

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

2. ระยะเวลาดำเนินงาน 1 ปี : 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4) ด้วยวิธีโซโนเคมีจากสารตั้งต้นสองตัวคือแคลเซียมไนเตรตและโซเดียมทังสเตต โดยได้ศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายสารตั้งต้นที่แตกต่างกันระหว่างเอทิลีนไกลคอลและน้ำกลั่นและระยะเวลาที่ให้คลื่นเสียงอัลตราซาวด์ที่เวลาดั้งเดิม 1 5 15 และ 30 นาที จากนั้นนำผงผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์และตรวจสอบการกระเจิงด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ส่วนการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าเกิดเฟสบริสุทธิ์ของแคลเซียมทังสเตตที่มีโครงสร้างระบบผลึกเป็นเททระโกนอลชีไลต์ (Tetragonal scheelite structure) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากนั้นตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโตรฟลูออโรมิเตอร์พบว่าให้การคายแสงสีฟ้าที่ความยาวคลื่นประมาณ 420-426 นาโนเมตร ซึ่งกระบวนการโซโนเคมีนี้ใช้ระยะเวลาสั้น วิธีการเตรียมไม่ซับซ้อน ประหยัดพลังงาน สารที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตโดยใช้เวลาเพียงหนึ่งนาที

คำสำคัญ : โซโนเคมี เททระโกนอลชีไลต์

Research Title : The study on effect of solvent on the synthesis (CaWO_4) nanoparticles via sonochemical method

Researcher : Asst. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn

Faculty : Science

Department : Chemistry

ABSTRACT

Calcium tungstate (CaWO_4) nanoparticle was synthesized via sonochemical processes synthesis of calcium nitrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) and sodium tungstate (Na_2WO_4) in the solvent such as deionized water (DI) and ethylene glycol (EG) with different time. The influence of solvent and different sonicate times in sonochemical were studied. All products were characterized by X – ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR) and Raman spectroscopy, which all products were tetragonal scheelite structure. The powder morphology was characterized by scanning electron microscope (SEM). The properties of the emitted light were characterized by spectrofluorometer, found that wavelength to emit blue light at about 420-426 nm. The sonochemical as a way to save time and energy, not complicate method, high purity and synthesis can be accomplished in one minute.

Keywords : sonochemical , tetragonal scheelite

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้เงินทุนสนับสนุนงบประมาณเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 สำหรับการทำงานวิจัยครั้งนี้ ขอขอบคุณห้องปฏิบัติการวัสดุเซรามิกขั้นสูงของคณะวิทยาศาสตร์ ที่ใช้เป็นสถานที่สำหรับงานวิจัย ขอขอบคุณศูนย์บริการเครื่องมือสำหรับตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร อีกทั้งขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนพระจอมเกล้าลาดกระบังที่ให้ความอนุเคราะห์สำหรับเครื่องมือรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และสุดท้ายขอขอบคุณผู้ที่มีส่วนร่วมในงานวิจัยทุกคนที่ช่วยเหลือ ที่มีความสามัคคีกัน ร่วมกันคิดวิเคราะห์ แก้ไขปัญหาและช่วยกันทำการทดลอง กันจนงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีตลอดมา



ผศ.ดร. นราธิป วิทยาการ

หัวหน้าโครงการวิจัย

ผลงานที่ได้จากงานวิจัย

1. การนำเสนอผลงานในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

Jira Janbua, Jitkasem Mayamae, Supamas Wirunchit, and Naratip Vittayakorn “ Synthesis and characterization of calcium tungstate (CaWO_4) nanoparticle via a sonochemical process” The 5th RMUTP International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Development: the road towards a green future Pullman Bangkok King Power, Bangkok, Thailand, 17 - 18 July 2014 (Oral presentation)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อ IVศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	V
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญภาพ.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1.1 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมทั้งหมด.....	4
2.1.2 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้แคลเซียมทั้งหมด.....	5
2.1.3 กระบวนการ โซโนเคมี (Sonochemical process).....	8
2.2 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Literature review).....	10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อ V ารศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.3 หลักการเครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบเอกลักษณ์.....	15
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	27
3.1 การสังเคราะห์พงศлікเคลเซียมทั้งสเตร.....	27
3.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของพงศлікเคลเซียมทั้งสเตร.....	31
บทที่ 4 ผลการวิจัย.....	33
การสังเคราะห์พงศлікเคลเซียมทั้งสเตร โดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	33
การสังเคราะห์พงศлікเคลเซียมทั้งสเตร โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	43
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	54
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	54
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	55
บรรณานุกรม/เอกสารอ้างอิง.....	56
ประวัตินักวิจัย.....	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อ VI ศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงข้อมูลมาตรฐานของแคลเซียมทั้งสแตตที่มีโครงสร้างซีไลต์แบบเทระโกนอล.....	5
2.2 สีของหลอดฟลูออเรสเซนต์.....	7
4.1 ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice parameters) ที่คำนวณจากโปรแกรม FULLPROF และแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	38
4.2 ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice parameters) ที่คำนวณจากโปรแกรม FULLPROF ของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	47
5.1 แสดงสมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่เลือกใช้ในการทดลอง.....	54



สารบัญรูปร่างภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมทังสเตมแบบเทระโกนอลซิงไคลด์.....	5
2.2 แสดงตัวแปลงแสงวับ (Scintillator) ที่ใช้ในอุปกรณ์ตรวจวัดรังสี.....	6
2.3 ส่วนประกอบของหลอดฟลูออเรสเซนต์.....	7
2.4 เครื่องโซโนเคมี.....	9
2.5 แสดงเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) ที่ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์.....	9
2.6 โฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกตรัมของอนุภาคแคลเซียมทังสเตม.....	11
2.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมทังสเตม (a) เตรียมในสารละลายที่ไม่มี CTAB (b-d) มี CTAB 0.5 2 และ 5 mM ตามลำดับ.....	12
2.8 โฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกตรัมของแคลเซียมทังสเตมที่เติม CTAB เข้มข้นต่างๆ.....	13
2.9 ลักษณะผงของแบเรียมไททาเนตที่เตรียมขึ้นจากความเข้มข้นของสารตั้งต้นต่างกัน.....	14
2.10 แสดงภาพถ่าย TEM ของ (a) $PbMoO_4$ และ (b) $PbWO_4$	14
2.11 ลักษณะการสั่นใน โมเลกุลแบบการสั่นแบบยืดและการสั่นแบบงอ.....	15
2.12 แสดงหมู่ฟังก์ชันสามัญที่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรด.....	15
2.13 ตัวอย่างอินฟราเรดสเปกตรัม.....	17
2.14 การชนแบบยืดหยุ่นและไม่ยืดหยุ่น.....	18
2.15 ตัวอย่างรามานสเปกตรัม.....	19
2.16 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสาร.....	20

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.17 ตัวอย่างสเปกตรัมของเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	20
2.18 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	21
2.19 ตัวอย่างภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพื้นที่ผิวของทองแดง.....	22
2.20 แสดงการเกิดการเปล่งแสงฟลูออเรสเซนซ์และฟอสฟอเรสเซนซ์.....	23
2.21 ตัวอย่างสเปกตรัมการคายแสงฟลูออเรสเซนซ์.....	23
2.22 แสดงส่วนประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิลิเบิลสเปกโทรสโกปี.....	26
2.23 แสดงตัวอย่างอัลตราไวโอเล็ตและวิลิเบิลสเปกตรัม.....	26
3.1 แผนผังกระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งสแตตด้วยกระบวนการโซโนเคมี.....	30
4.1 แสดงรามานสเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมี โดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	34
4.2 แสดงฟูเรียรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่ สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	35
4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	36
4.4 กราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับเวลาโซโนของแคลเซียมทั้งสแตตที่ สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	37
4.5 แสดงรูปแบบจำลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่ได้จากโปรแกรม FULLPROF.....	38

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่

หน้า

4.6 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดย ใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่เวลาต่างๆ.....	39
4.7 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จาก วิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่เวลาต่างๆ.....	40
4.8 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมี โดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	41
4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\Delta n)^2$ กับพลังงานโฟตอนของผงเคลือบเซรามิก ที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย.....	42
4.10 แสดงรามานสเปกตรัมของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดย ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	43
4.11 แสดงฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	44
4.12 กราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับเวลาโซโนของเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	46
4.13 แสดงรูปแบบจำลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์ จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	46

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่

หน้า

4.14 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซ โนเคมีโดย ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทละลาย.....	49
4.15 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธี โซ โนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายที่.....	50
4.16 แสดงกลไกการเติบโตของผลึกแคลเซียมทั้งสแตตที่ระยะเวลาการโซ โนต่างๆ.....	50
14.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่เวลาโซ โนต่างๆ.....	51
14.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอนของผงแคลเซียมทั้งสแตต ที่สังเคราะห์จากวิธีโซ โนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	52
14.9 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซ โนเคมี โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย.....	53

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุเซรามิกที่มีสมบัติทางแสง (Optical material) เช่น สมบัติด้านการเปล่งแสง (Luminescence properties) ที่สำคัญได้แก่ แคลเซียมทังสเตต (Calcium tungstate, CaWO_4) ซึ่งแคลเซียมทังสเตตที่สนใจสังเคราะห์นี้มีสมบัติการคายแสงสีฟ้าที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร[1] โดยเมื่อผลึกของแคลเซียมทังสเตตได้รับพลังงานที่เพียงพอสำหรับกระตุ้นให้อิเล็กตรอนภายในโครงสร้างโมเลกุลของทังสเตตไอออน ($[\text{WO}]^2$) ไปยังชั้นระดับพลังงานที่สูงขึ้นจากนั้นจะคายพลังงานแสงในช่วงที่ตาเรามองเห็นได้ในช่วงแสงสีฟ้า สมบัติการคายแสงนี้เองทำให้สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น อุปกรณ์การตรวจวัดโดยอาศัยหลักการเปล่งแสงของผลึก (Scintillator)[2-5] ใช้วัสดุเป็นตัวกลางในเลเซอร์ (Laser host material)[4-8] หลอดฟลูออเรสเซนต์ (Fluorescent lamp) [2] ในทางการแพทย์ได้นำไปใช้ในหน้าจอฉายภาพของเครื่องเอกซเรย์ (X-ray intensified screens)[3] ใช้ในหน้าจอเครื่องออสซิลเลเตอร์ (Oscillator)[5] เป็นต้น ด้วยเหตุนี้เองทำให้แคลเซียมทังสเตตเป็นที่น่าสนใจต่อการศึกษาวิจัยและพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ขึ้นอย่างต่อเนื่องและได้รับความนิยมอย่างกว้างขวาง โดยในการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต ตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันมีหลายวิธีด้วยกัน ได้แก่ การสังเคราะห์โดยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) การสังเคราะห์โดยเทคนิคปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีขั้นตอนการเผาสารที่อุณหภูมิสูงทำให้สิ้นเปลืองพลังงาน อีกทั้งผงของสารที่สังเคราะห์ขึ้นมาได้มีขนาดใหญ่กว่าวิธีทางเคมีและมีความบริสุทธิ์ต่ำเนื่องจากเกิดการปนเปื้อนได้ง่ายในระหว่างกระบวนการทดลอง[2] การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ส่วนใหญ่จะใช้สารละลายที่มีความเป็นเบสสูงเพื่อให้ตกตะกอนเป็นผงและวิธีนี้ยังใช้เวลาในการตกตะกอนนานอีกด้วย [3] การสังเคราะห์ด้วยวิธีเกลือหลอมเหลว (Molten salt method)[5] การสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (Solvothermal synthesis) สามารถเตรียมสารได้ในขั้นตอนที่ง่าย ไม่ซับซ้อน และสารที่เตรียมได้ยังมีความสม่ำเสมอได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กระดับนาโนได้ แต่ในขั้นตอนการเตรียมต้องใช้อุณหภูมิที่สูงและต้องควบคุมความดันให้คงที่ตลอดการทดลอง ซึ่งอาจเกิดความอันตรายได้[2,6] การสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นไมโครเวฟ (Microwave irradiation) ใช้เวลาในการสังเคราะห์สั้นแต่มีความเสี่ยงต่อผู้ทดลองได้[10,12] และต่อมามีการนำกระบวนการโซโนเคมี (Sonochemical processing) มาใช้สังเคราะห์สารต่างๆ ได้สำเร็จ โดยวิธีโซโนเคมีมีหลักการคือใช้อัลตราซาวด์กับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี โดยใช้กลไกจากการทำให้เกิดคลื่นในช่วงอัลตราซาวด์ซึ่งเหมือนคลื่นเสียงประกอบด้วยวัฏจักรของการบีบอัดและการขยายตัว และดึงโมเลกุลที่อยู่ห่างออกไปในระหว่างรอบการขยายตัวคลื่นเสียงความเข้มเพียงพอที่สามารถเกิดโพรงอากาศ (Cavity) กลไกนี้ทำให้เกิดปรากฏการณ์อะคูสติกคาวิตชัน (Acoustic cavitation) ซึ่งก็คือการเกิดเอกซเรย์เป็นเอกซเรย์ที่ส่งผ่านไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา นี้จะต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การชนกันอย่างรุนแรงของฟองอากาศในของเหลวทำให้เกิดความร้อนและความดัน แล้วได้สารที่มีลักษณะเป็นตะกอนขึ้น ซึ่งกระบวนการโซโนเคมีนี้ใช้ระยะเวลาสั้น วิธีการเตรียมไม่ซับซ้อน สารที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูงโดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง สามารถสังเคราะห์อนุภาคเล็กได้และการกระจายตัวของอนุภาคดี ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้กระบวนการโซโนเคมีมาใช้ในการสังเคราะห์สารแคลเซียมทังสเตต แต่กระบวนการโซโนเคมีก็มีข้อด้อยคือสังเคราะห์สารได้ปริมาณน้อยจากที่มีผู้วิจัยนำวิธีโซโนเคมีไปสังเคราะห์สารต่างๆ ได้สำเร็จทำให้ในปี ค.ศ. 2008 จึงมีผู้วิจัยสนใจนำวิธีโซโนมาใช้ในการเตรียมสารแคลเซียมทังสเตต แต่ก็ใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ถึง 5 ชั่วโมง [13] และในปัจจุบันวัสดุระดับนาโน (0.1-100 นาโนเมตร) กำลังเป็นที่สนใจอย่างมาก เนื่องจากสมบัติต่างๆจะขึ้นกับขนาดของวัสดุ นั่นคือเมื่อวัสดุเล็กระดับนาโนจะส่งผลให้สมบัติ เช่น สมบัติทางแสง สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติแม่เหล็กเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของระยะเวลาที่ให้คลื่นอัลตราซาวด์ (Sonicate time) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์สารแคลเซียมทังสเตตได้อย่างสมบูรณ์จากสารตั้งต้นคือ โซเดียมทังสเตต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และแคลเซียมไนเตรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ด้วยวิธีโซโนเคมี โดยใช้ตัวทำละลายคือ เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, EG) เนื่องจากเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่ช่วยให้สารตั้งต้นกระจายตัวได้ดี และช่วยให้ควบคุมขนาดอนุภาคของแคลเซียมทังสเตตให้มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรได้โดยมีความเสถียรภาพสูง[3] จากนั้นได้ศึกษาเอกลักษณ์ของแคลเซียมทังสเตต โดยนำไปการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) ตรวจสอบการกระเจิงของสารด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM) และทำการตรวจสอบสมบัติการเปล่งแสงด้วยเครื่องสเปกโตรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) โดยศึกษาผลของขนาดอนุภาคระดับนาโนที่มีผลต่อพฤติกรรมเปล่งแสงของสารแคลเซียมทังสเตตอีกด้วย

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตด้วยกระบวนการโซโนเคมี
2. ศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายชนิดต่างๆที่มีผลต่อการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตด้วยกระบวนการโซโนเคมี
3. ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ให้คลื่นอัลตราซาวด์ (irradiation time) ที่มีผลต่อการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตด้วยกระบวนการโซโนเคมี

4. เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึกและสมบัติทางแสงของแคลเซียมทั้งหมด

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งหมด ตัวทำละลายที่เลือกนำมาใช้ศึกษาคือ เอทิลีนไกลคอลและน้ำกลั่น
2. ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ให้คลื่นอัลตราซาวด์ (irradiation time) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งหมดด้วยกระบวนการโซโนเคมี
3. ศึกษาสมบัติทางด้านกายภาพ โครงสร้างผลึกและโครงสร้างผลึกของแคลเซียมทั้งหมดด้วยกระบวนการโซโนเคมี

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับของโครงการวิจัย

1. สามารถสังเคราะห์สารแคลเซียมทั้งหมดได้ด้วยกระบวนการโซโนเคมี
2. สามารถอธิบายผลของตัวทำละลายและระยะเวลาที่ให้คลื่นอัลตราซาวด์ (Sonicate time) ต่อการสังเคราะห์สารแคลเซียมทั้งหมดให้มีความบริสุทธิ์สูง
3. สามารถเตรียมสารแคลเซียมทั้งหมดที่มีสมบัติทางด้านกายภาพด้วยกระบวนการโซโนเคมีได้
4. สามารถอภิปรายผลที่ได้จากการตรวจสอบหาเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึกของสารแคลเซียมทั้งหมด

บทที่ 2

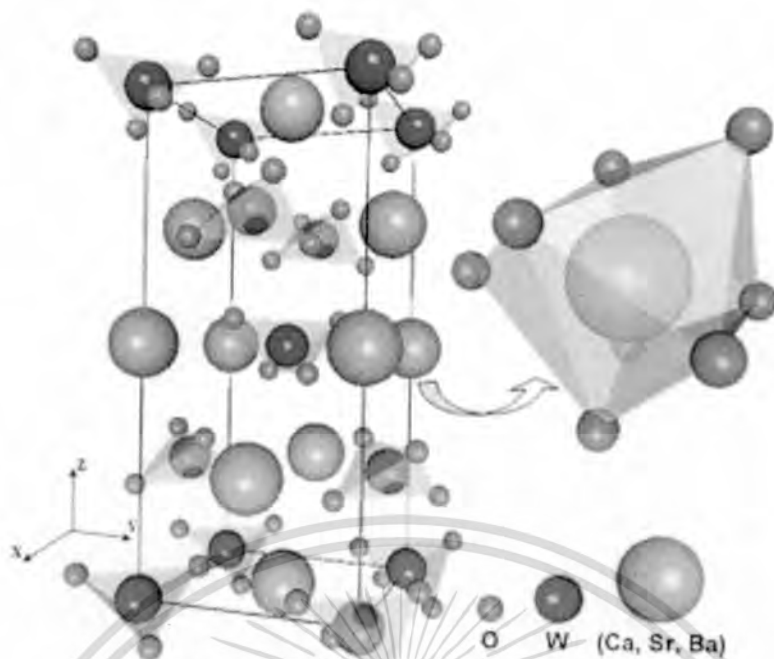
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1.1 โครงสร้างผลึกของแคลเซียมทังสเตต

ประวัติชื่อสินแร่ซีไลต์ (Scheelite) มาจากชื่อของผู้ค้นพบโลหะทังสเตนคือ K.W. Scheele การกำเนิดแร่ชนิดนี้พบในสายแร่ควอตซ์และเปกมาไทท์และพบตามแนวสัมผัสของหินแกรนิตกับหินปูนหรือถูกน้ำเซาะพังทลายไปสะสมตามร่องน้ำ และมักพบปะปนกับแร่ดีบุก วุลแฟรม เป็นต้น ลักษณะที่สำคัญด้านทางกายภาพ เป็นเม็ดอัดกันเป็นก้อนหรือเป็นก้อนเนื้อแน่น อาจมีผลึกระบบเทตระโกนอล (Tetragonal system) หรือเป็นแท่งรูปเสาสี่เหลี่ยมจัตุรัส มีสีขาว เหลือง ขาวอมเหลือง เขียว น้ำตาล น้ำตาลอมแดง วาวแบบแก้วจนคล้ายเพชร เนื้อโปร่งแสง เรืองแสงภายใต้รังสีเหนือม่วงเป็นสีฟ้าสว่าง (ขาว) มีสูตรเคมี CaWO_4 มี แคลเซียมออกไซด์ (CaO) 19.4% และ ทังสเตตออกไซด์ (WO_3) 80.6% ต่อมา มีการสังเคราะห์สารประกอบขึ้นมาแล้วตรวจสอบโครงสร้างผลึกพบว่า มีโครงสร้างแบบซีไลต์ (Scheelite) จึงเรียกโครงสร้างผลึกว่าเป็นแบบเทตระโกนอลซีไลต์ (Tetragonal scheelite structure) โครงสร้างแบบซีไลต์ (Scheelite) สามารถเกิดกับไอออนบวก ได้แก่ แบเรียมไอออน (Ba^{2+}), แคลเซียมไอออน (Ca^{2+}), สตรอนเชียมไอออน (Sr^{2+}) และตะกั่ว(II)ไอออน (Pb^{2+}) ได้เป็นสารประกอบแบเรียมทังสเตต (BaWO_4), แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4), สตรอนเชียมทังสเตต (SrWO_4) และเลดทังสเตต (PbWO_4) ตามลำดับ

โครงสร้างซีไลต์ (Scheelite) ของแคลเซียมทังสเตตเป็นโครงสร้างแบบเทตระโกนอล (Tetragonal structure) ที่มีกรุปปริภูมิ (Space group) $I4_1/a$ แสดงดังรูปที่ 2.1 ในโมเลกุลแคลเซียมทังสเตตต่อหนึ่งหน่วยเซลล์ ซึ่งมี 3 อะตอมที่แตกต่างกันภายในโครงสร้างแบบสมมาตร คือ อะตอมของ Ca W และ O ในหน่วยเซลล์อะตอมของ Ca และ W จะอยู่บนสี่ตำแหน่งที่สมมาตร Ca มีอะตอมของ O ล้อมรอบ 8 อะตอม ในขณะที่ W ที่อยู่ในตำแหน่งเทตระฮีดรอลที่มี O ล้อมรอบ 4 ตัว O แต่ละตัวเชื่อมต่อกับ Ca 2 ตัว และต่อกับ W 1 ตัว [1]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของแกดอลิเมียมทั้งสแตตแบบเทตระโกนอลไซด์ [14]

ตารางที่ 2.1 แสดงข้อมูลมาตรฐานของแกดอลิเมียมทั้งสแตตที่มีโครงสร้างไซด์แบบเทตระโกนอล

Wt.	Crystal system	Point group	Space Group	a (Å)	c (Å)	Vol	MolarVol	Density
287.93	Tetragonal	4/m	I4 ₁ /a	5.243	11.376	312.72	47.087	6.115

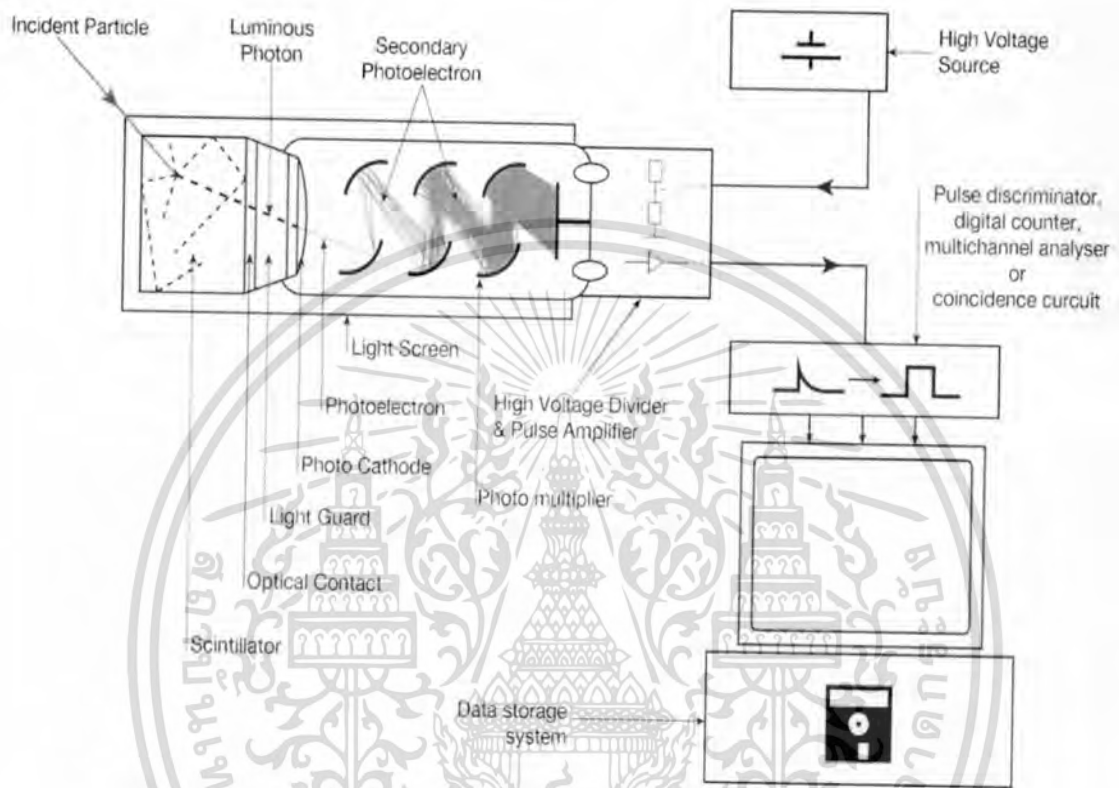
2.1.2 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้แกดอลิเมียมทั้งสแตต

2.1.2.1 อุปกรณ์ตรวจวัดรังสี (Scintillator)

การเปล่งแสงวับ (Scintillation) เป็นแสงที่เปล่งออกมาอย่างรวดเร็ว เมื่อรังสีชนิดก่อไอออนทำอันตรกิริยากับวัสดุที่สามารถวับแสงหรือเปล่งแสง เครื่องตรวจวัดชนิดนี้ประกอบไปด้วยวัสดุที่สามารถทำให้เกิดการเปล่งรังสีฟลูออเรสเซนซ์ได้ มักใช้เป็นคริสตัลโปร่งแสงหรือที่เรียกว่าฟอสเฟอร์ (Phosphor) โดยการทำงานเกิดขึ้นเมื่อปริมาณพลังงานซึ่งได้มาจากอนุภาคของสารที่มีประจุที่ผ่านเข้ามากระทบกับวัสดุนี้ ก็จะเกิดการกระตุ้นอิเล็กตรอนในชั้นวาเลนซ์ไปยังชั้นแถบการนำ (Conduction band) และแผ่พลังงานโฟตอนออกมาเป็นรังสีฟลูออเรสเซนซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นจะผ่านเข้าไปยังเครื่องมือโฟโตมัลติไฟเออร์ (Photomultiplier tube ; PMT) อีกรอบหนึ่ง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนจำนวนมากขึ้นในการทำหน้าที่ขยายสัญญาณและแปลงสัญญาณให้เป็นไฟฟ้า โดยความเข้มของแสงฟลูออเรสเซนซ์นี้จะขึ้นอยู่กับพลังงานของอนุภาครังสีที่เข้ามา แล้วแสดงผลไปยังหน้าจอต่อไป
 ผังรูปที่ 2.2

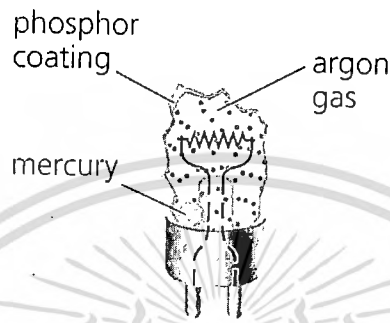
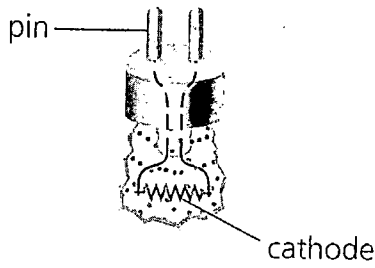


รูปที่ 2.2 แสดงตัวแปลงแสงฉับ (Scintillator) ที่ใช้ในอุปกรณ์ตรวจวัดรังสี [15]

2.1.2.2 หลอดฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescent lamp)

อุปกรณ์ที่เปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานแสง ได้แก่ หลอดไฟฟ้า หลอดฟลูออเรสเซนซ์ โดยการทำงานของหลอดฟลูออเรสเซนซ์จะอาศัยพลังงานจากแสงอัลตราไวโอเล็ต ซึ่งเกิดขึ้นจากการที่ไอปรอทที่บรรจุไว้ในก๊าซเฉื่อย เช่น พวงก้าซาร์กอน คริปตอน หรือนีออนที่มีความดันต่ำ เมื่อกระแสไฟฟ้าผ่านไอปรอทจะคายพลังงานไฟฟ้าให้แก่ไอปรอท ซึ่งจะทำให้อะตอมของไอปรอทอยู่ในสถานะถูกกระตุ้น (Excited state) เป็นผลให้อะตอมปรอทคายพลังงานออกมาเพื่อลดระดับพลังงานในตัวเองในรูปของรังสีอัลตราไวโอเล็ตซึ่งมองไม่เห็น เมื่อรังสีชนิดนี้ไปกระทบกับสารวาแวแสงที่ฉาบไว้ที่ผิวด้านในของหลอดฟลูออเรสเซนซ์ สารเหล่านี้จะเปล่งแสงได้โดยให้แสงสีต่างๆตามชนิดของสารวาแวแสงที่ฉาบไว้ภายในหลอดนั้น ตัวสารเรืองแสงนี้จะทำหน้าที่เปลี่ยนแสงอัลตราไวโอเล็ตซึ่งไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่าได้ให้กลายมาเป็นแสงสว่างที่ปรากฏแก่สายตาของมนุษย์ [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบของหลอดฟลูออเรสเซนต์ [16]

สารเคลือบเรืองแสง (Phosphor) ใช้ฉาบไว้ที่ผนังด้านในของหลอดแก้วเพื่อเปลี่ยนรังสีอัลตราไวโอเล็ตให้เป็นแสงที่มองเห็นได้ ซึ่งสีที่เปล่งออกมาจะขึ้นอยู่กับ คุณสมบัติทางเคมีของสารเรืองแสงนั้น เช่น ถ้าต้องการให้เรืองแสงสีเขียว ต้องฉาบด้วยสารซิงก์ซิลิเกต แสงสีขาวแถมฟ้าฉาบด้วยแมกนีเซียมทั้งสแตต แสงสีชมพูฉาบด้วยแคดเมียมบอเรต เป็นต้น ในภาวะปกติที่หลอดยังไม่ทำงานจะยังคงมองเห็นหลอดเป็นสีขาวต่อเมื่อหลอดทำงานแล้วจึงมองเห็นแสงสีแตกต่างกัน

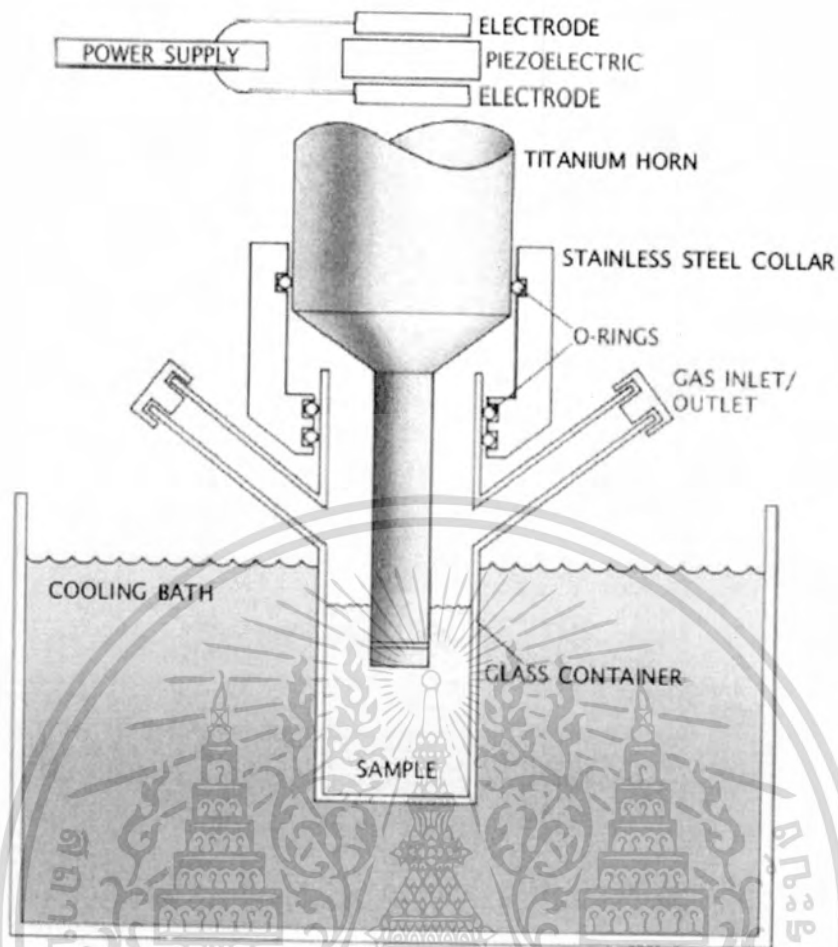
ตารางที่ 2.2 สีของหลอดฟลูออเรสเซนต์

สารฟอสฟอรัสที่ใช้	สีที่ได้จากหลอด
1. แคดเมียมบอเรต (Cadmium Borate)	ชมพู
2. แคลเซียมฮาโลฟอสเฟต (Calcium Halophosphate)	ขาว
3. แคลเซียมซิลิเกต (Calcium Silicate)	ส้ม
4. แคลเซียมทังสเตต (Calcium Tungstate)	น้ำเงิน
5. แมกนีเซียมเจอมาเนท (Magnesium Germanate)	แดง
6. แมกนีเซียมทังสเตต (Magnesium Tungstate)	ขาวน้ำเงิน
7. สตรอนเทียมเฮโลฟอสเฟต (Strontium Halophosphate)	เขียวอ่อน
8. ซิงก์ซิลิเกต (Zinc Silicate)	เขียว

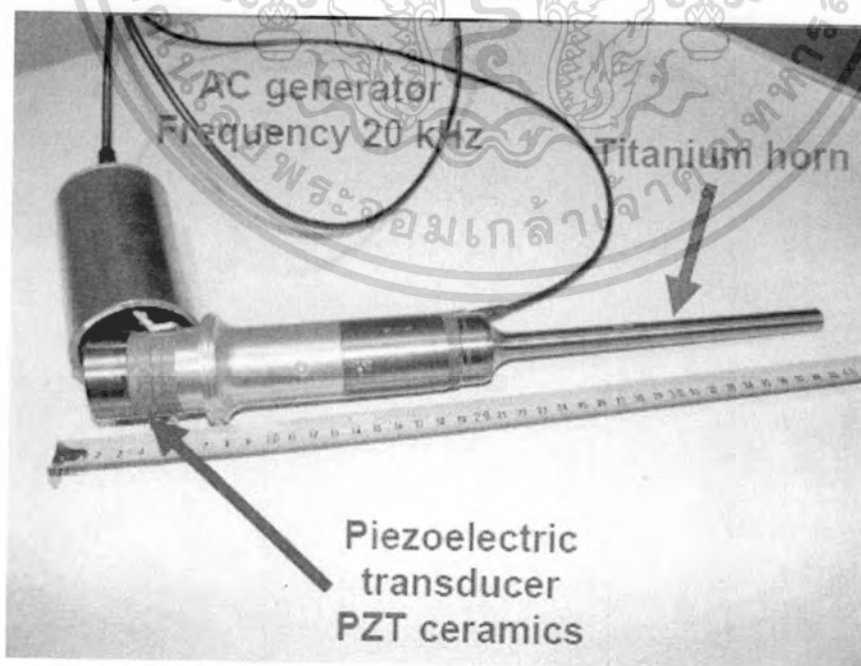
ข้อดีที่สำคัญที่สุดของหลอดเรืองแสงคือในเรื่องการประหยัดพลังงาน โดยเมื่อใช้พลังงานไฟฟ้าเท่ากันจะให้แสงสว่างมากกว่าหลอดไฟฟ้าแบบธรรมดาประมาณ 4 เท่า และมีอายุการใช้งานนานกว่าหลอดไฟฟ้าธรรมดาประมาณ 8 เท่า อีกทั้งอุณหภูมิของหลอดจะไม่สูงเท่ากับหลอดไฟฟ้าแบบธรรมดา และถ้าต้องการแสงสว่างเท่ากับหลอดไฟฟ้าธรรมดาก็ใช้วัตต์ที่ต่ำกว่าจึงเสียดค่าไฟฟ้าน้อยกว่า

2.1.3 กระบวนการโซโนเคมี (Sonochemical process)

หลักการเกิดปฏิกิริยาโซโนเคมี กระบวนการโซโนเคมีคือการใช้อัลตราซาวด์กับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี กลไกนี้ทำให้เกิดปรากฏการณ์ที่เรียกว่าอคูสติกคาวิตชัน (Acoustic cavitation process) ซึ่งกระบวนการคาวิตชันก็คือการเกิดการชนกันอย่างรุนแรงของฟองในของเหลว ทำให้เกิดความร้อนประมาณ 5000 องศาเซลเซียส ก่อให้เกิดความดันประมาณ 1000 บรรยากาศ ก่อให้เกิดการเพิ่มหรือการลดความร้อนด้วยอัตรามหาศาลมากกว่า 10⁹ องศาเซลเซียสต่อวินาที และเกิดไมโครเจ็ตที่มีความเร็วประมาณ 400 กิโลเมตรต่อชั่วโมง ฟองอากาศที่เกิดคาวิตชันเป็นฟองของสุญญากาศโดยสุญญากาศจะเกิดจากการที่พื้นผิวที่เคลื่อนที่เร็ว (Fast moving surface) ด้านหนึ่งสวนทางกับของเหลวที่เฉื่อย (Inert liquid) ทำให้เกิดผลต่างของความดันที่มหาศาลที่สามารถเอาชนะแรงดึงดูดภายในโมเลกุลของของเหลว คาวิตชันอาจเกิดจากหัวฉีดความดันสูง จากการหมุนอย่างรวดเร็ว หรือจากการเหนี่ยวนำด้วยอัลตราซาวด์ ในระบบที่กล่าวมาทั้งหมดนี้พลังงานที่ถูกใช้จะเป็นแรงเสียด ความความปั่นป่วนคลื่นและคาวิตชัน สัดส่วนของพลังงานที่นำเข้ามาใช้ที่ถูกเปลี่ยนเป็นคาวิตชันความเร่งที่สูงจะก่อให้เกิดผลต่างของความดันที่มากมาย สิ่งนี้จะทำให้เกิดฟองสุญญากาศที่มากขึ้นแทนที่จะเกิดการเคลื่อนที่ผ่านของเหลวของคลื่นอัลตราซาวด์ ดังนั้นยังมีความเร่งสูงๆ ก็จะมีสัดส่วนที่ของพลังงานที่ถูกเปลี่ยนสูง ในเครื่องโซโนเคมีเมื่อตัวให้กระแสไฟฟ้า (Power supply) ให้กระแสกับขั้ว (Electrode) ทำให้เกิดการเหนี่ยวนำกับวัสดุเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric) แล้วเกิดการสั่นสะเทือนลักษณะขึ้นลงทำให้เกิดคลื่นการสั่นสะเทือนของแผ่นวัสดุนี้คล้ายกับการเคลื่อนที่ของลูกสูบ ทำให้คลื่นนี้เคลื่อนที่ไปในทิศทางเดียวกันเป็นลำขนาดเท่ากับขนาดของวัสดุนั้น แต่เมื่อคลื่นเคลื่อนที่ต่อไปได้อีกระยะหนึ่งพบว่าลักษณะการเคลื่อนที่แบบลูกสูบ (Piston movement) อ่อนกำลังลงแล้วจะพบคลื่นเริ่มแตกกระจายตัวบานออกจากรันลงสู่ภาวะที่บรรจุสารละลายที่ต้องการสังเคราะห์ดังแสดงในรูปที่ 2.4 และ 2.5



รูปที่ 2.4 เครื่องโซโนเคมี [17]



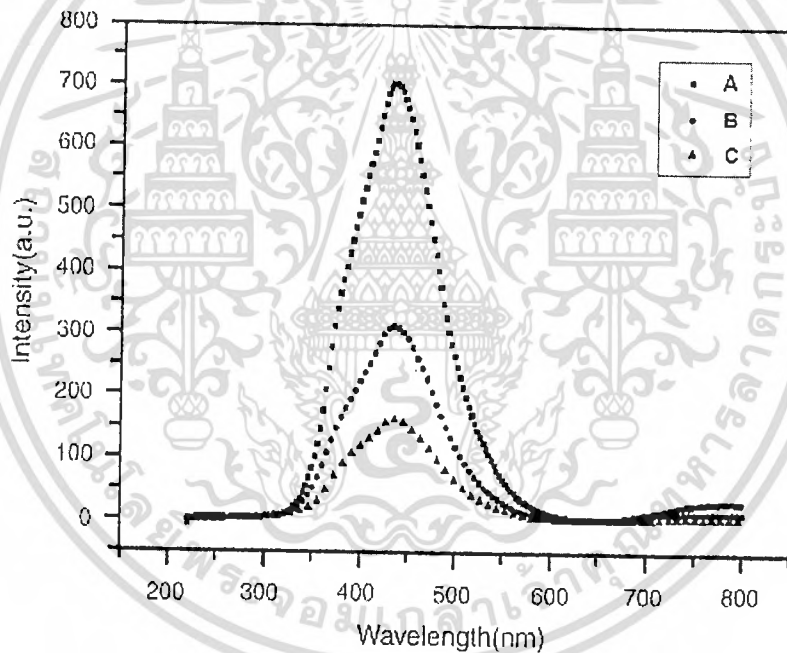
รูปที่ 2.5 แสดงเลคเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) ที่ใช้เป็นทรานสดิวเซอร์ [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง (Literature review)

วิธีโซโนเคมีนั้นจะว่าด้วยการใช้อัลตราซาวด์กับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี กลไกนี้ทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติกคาวิตेशन (Acoustic cavitation) ซึ่งวิธีโซโนเคมีนี้จะทำให้ได้สารที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีความสม่ำเสมอในทางด้านองค์ประกอบของสารที่สังเคราะห์ได้ ใช้ระยะเวลาสั้น วิธีการไม่ซับซ้อน อุณหภูมิที่เกิดขึ้นไม่สูงและสามารถสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนได้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วิธีโซโนเคมีมาใช้ในการสังเคราะห์สารเคลือบทั้งหมด เนื่องจากเหตุผลดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ในหลายปีที่ผ่านมา มีงานวิจัยที่สนใจการสังเคราะห์เคลือบทั้งหมดโดยวิธีต่างๆมากมาย โดยเริ่มตั้งแต่ปี ค.ศ. 2003 Shu-Jian Chen และคณะ [6] ได้ศึกษาการสังเคราะห์เคลือบทั้งหมดอนุภาคระดับนาโน โดยวิธีโซลโวลเทอรัมอลที่ที่ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ต่างกัน ได้แก่ เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol; EG) โพรพิลีนไกลคอล 200 (PEG200) โพรพิลีนไกลคอล 2000 (PEG2000) ผสมกับน้ำที่อัตราส่วน 5:1 ได้อนุภาคประมาณ 20 - 45 นาโนเมตร ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ $a = b = 5.240 \text{ \AA}$ และ $c = 11.372 \text{ \AA}$ ต่อมาในปี ค.ศ. 2005 Jinku Liu และคณะ [19] ได้ศึกษาการควบคุมรูปร่างของผลึกของเคลือบทั้งหมดโดยใช้วิธีสร้างโมเลกุลต้นแบบ (Supramolecular template) ซึ่งมีการใช้สารอินทรีย์เติมลงไปที่แตกต่างกันเพื่อให้ได้รูปร่างที่แตกต่างกัน สารอินทรีย์ที่ใช้ได้แก่ เอทิลีนไดเอมีน (Ethylenediamine; CH_2NH_2) ได้อนุภาคมีรูปร่างเป็นทรงกลม (Spherical) มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2 ไมโครเมตร โพลีฟอร์มัลดีไฮด์ (Polyformaldehyde) ได้อนุภาคมีรูปร่างเป็นรูปไข่ (Elliptical) ยาว 500 ไมโครเมตร และเส้นผ่าศูนย์กลางแกนประมาณ 1 ไมโครเมตร และกรดซิตริก ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ได้อนุภาคมีรูปร่างเป็นทรงกลมคู่ (Coupled-double-sphere) มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 ไมโครเมตร และช่วงตรงกลางที่เชื่อมติดกันมีขนาดประมาณ 0.65 ไมโครเมตร และยังใช้เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane) เพื่อแยกขนาดอนุภาคของเคลือบทั้งหมดอีกด้วย ผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนพบว่าสามารถสังเคราะห์ได้เฟสบริสุทธิ์ของโครงสร้างเทตระโกนอลของเคลือบทั้งหมดที่มีค่าคงที่แลตทิซ คือ $a = 5.242 \text{ \AA}$ และ $c = 11.372 \text{ \AA}$ (JCPDS No: 7-210) แต่อย่างไรก็ตามวิธีสังเคราะห์นี้มีขั้นตอนที่ซับซ้อนและยุ่งยาก อีกทั้งยังต้องใช้สารเคมีที่มีราคาแพงอีกด้วย

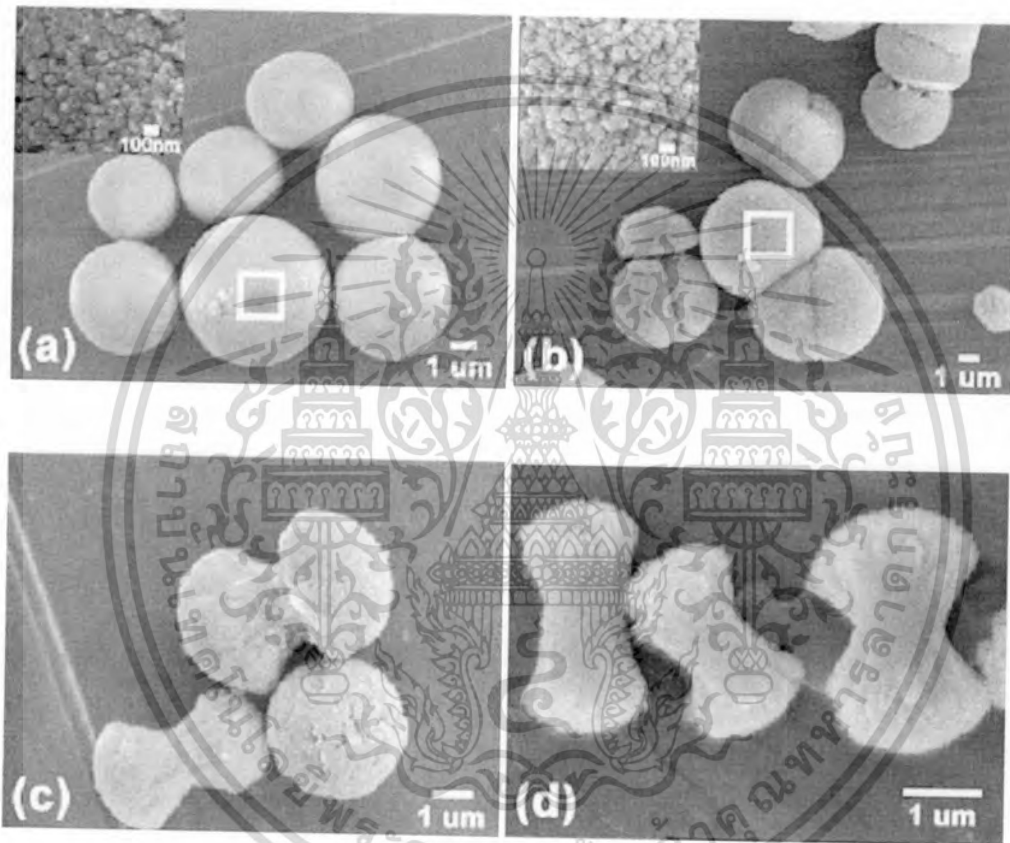
ต่อมาในปี ค.ศ. 2006 Yonggang Wang และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตโดยใช้วิธีเกลือหลอมเหลว (Molten salt method) พบว่าการเผาแคลเซินท์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ได้อนุภาคขนาดประมาณ 10 - 20 นาโนเมตร และให้ฟลักแสงที่ 521 นาโนเมตรต่อมาในปีเดียวกัน (ปี ค.ศ. 2006) Lingna Sun และคณะ [2] ได้ทำการศึกษาการคายแสงของแคลเซียมทังสเตตโดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอลซึ่งใช้เซทริโทเมทิวแอมโมเนียมโบรไมด์ (Cetyltrimethylammonium bromide ; CTAB) ไมโครอิมัลชันที่ใช้เป็นตัวกลาง (Microemulsion-mediated) มาผสมกับน้ำที่อัตราส่วนต่างๆกัน พบว่าที่อัตราส่วนระหว่างน้ำกับ CTAB น้อยจะทำให้ได้ขนาดอนุภาคของแคลเซียมทังสเตตเล็กกว่าที่อัตราส่วนมาก และจากสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์พบว่าขนาดอนุภาคเล็กทำให้ความเข้มแสงที่คายออกมามากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ดังรูปที่ 2.6 แต่อย่างไรก็ตามวิธีนี้ใช้พลังงานซึ่งสิ้นเปลืองและยังใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์นาน



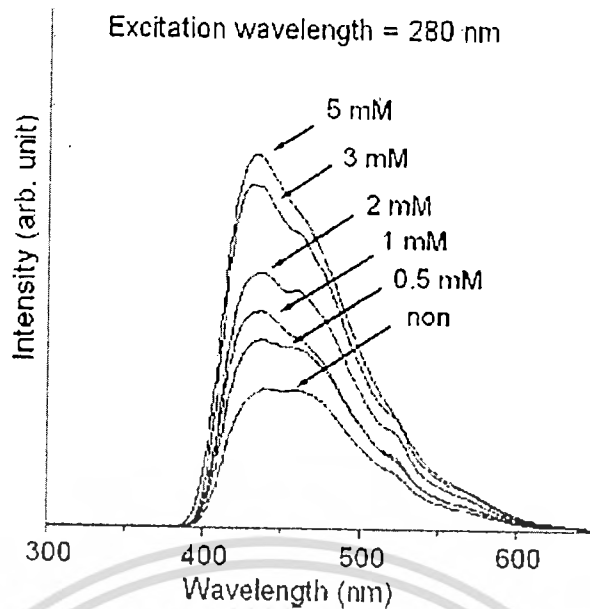
รูปที่ 2.6 โฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกตรัมของอนุภาคแคลเซียมทังสเตตเส้นโค้ง A – C คือขนาดอนุภาคที่ได้ 10 – 20 40 - 80 และ 60 – 100 นาโนเมตร ตามลำดับ [2]

ต่อมาในปี ค.ศ. 2008 Purnendu Parhi และคณะ [8] ได้ศึกษาการสังเคราะห์โลหะทังสเตตโดยใช้วิธีการเกิดปฏิกิริยาของแข็ง (Solid-state reaction) ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ค่าคงที่ของแลตทิซ (Lattice constants) $a = b = 5.216 \text{ \AA}$ และ $c = 11.313 \text{ \AA}$ และทำการหาค่าช่องว่างพลังงานได้เท่ากับ $4.75 \pm 0.2 \text{ eV}$ แต่วิธีนี้มีข้อด้อยคือต้องใช้พลังงานในการเผาเพื่อให้เกิดเฟส เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **11** ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บริสุทธิ์ของสารผลิตภัณฑ์ จากนั้นในปี ค.ศ. 2008 รศ.ดร.ชิตพันธ์ ทองเต็มและคณะ [10] ได้ศึกษาอิทธิพลของเซทริไทมทิวแอมโมเนียมโบรไมด์ (Cetyltrimethylammonium bromide ; CTAB) ที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ MWO_4 (M= Ca, Sr) ด้วยวิธีการแผ่รังสีไมโครเวฟ (Microwave irradiation) พบว่าที่ความเข้มข้นของ CTAB ต่างกันจะได้รูปร่างลักษณะต่างกันไปด้วย และที่ความเข้มข้น CTAB สูงสุดจะได้ความเข้มของแสงที่คายออกมาสูงที่สุดดังรูปที่ 2.7 และ 2.8 แต่อย่างไรก็ตามวิธีนี้มีความอันตรายต่อผู้ทดลอง



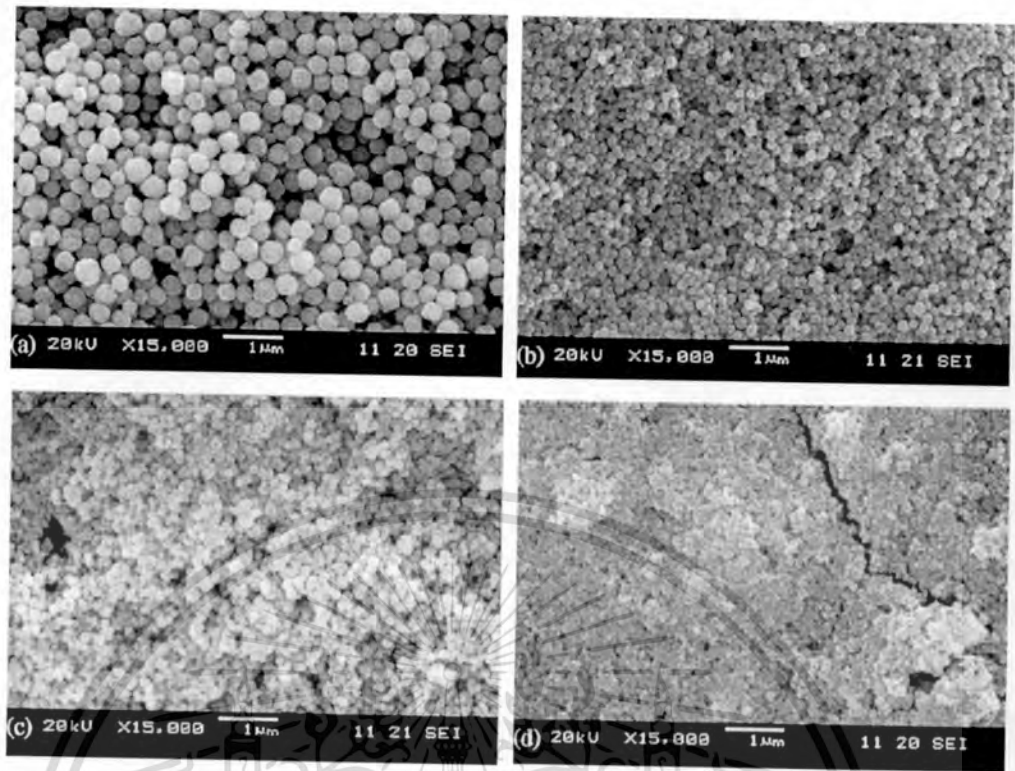
รูปที่ 2.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมทังสเตต (a) เตรียมในสารละลายที่ไม่มี CTAB (b-d) มี CTAB 0.5 2 และ 5 mM ตามลำดับ [10]



รูปที่ 2.8 โฟโตลูมิเนสเซนสเปกตรัมของแคลเซียมทังสเตตที่เติม CTAB เข้มข้นต่างๆ [10]

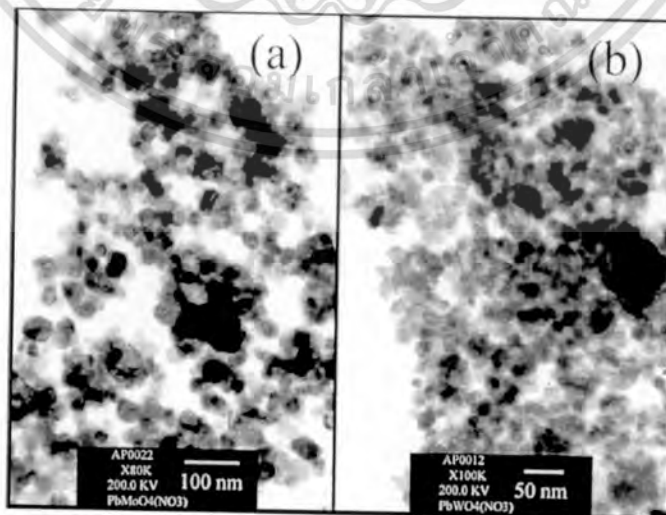
ปี ค.ศ. 2010 ดร. สุลาวลัย ขาวพ่องและคณะ [20] ได้ทำการศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต โดยใช้เทคนิคโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 160 °C พบว่าตัวทำละลายต่างๆกันนั้นสังเคราะห์ได้ขนาดอนุภาคไม่เท่ากัน จากนั้นในปี ค.ศ. 2010 รศ.ดร.ธิดิพันธ์ ทองเต็มและคณะ [3] ได้ศึกษาการสังเคราะห์โลหะ โมลิบเดต (MMoO_4) และ โลหะทังสเตต (MWO_4) โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งใช้เอทิลีน ไกลคอลเป็นตัวทำละลายเพื่อให้อนุภาคระดับนาโนกระจายตัวได้ดี พบว่าสามารถสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตได้ขนาดอนุภาคประมาณ 18 นาโนเมตร และให้ฟลักซ์แสงที่ 418 นาโนเมตร ต่อมาปี ค.ศ. 2012 Hongli Pan และคณะ [9] ได้ศึกษา AWO_4 (เมื่อ A = Ca, Sr, และ Ba) ที่เป็นทรงกลม โดยใช้วิธีโซลโวเทอร์มอล ผลของการเติมกรดซิตริกที่ปริมาณต่างๆกัน พบว่าที่การเติมกรดซิตริก 0.07 กรัมและสภาวะอุณหภูมิ 180 °C ใช้เวลา 8 ชั่วโมง ได้รูปร่างลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลมจากงานวิจัยที่กล่าวมาข้างต้นเป็นงานวิจัยที่สังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตโดยวิธีต่างๆ ต่อไปเป็นตัวอย่างงานวิจัยที่สังเคราะห์สารโดยใช้วิธีการโซโนเคมี ได้แก่ ปี ค.ศ. 2006 Ming Xu และคณะ[21] ได้ศึกษาการสังเคราะห์แบเรียมไททานेट (BaTiO_3) โดยใช้กระบวนการโซโนเคมี พบว่าจากการค่อยๆเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นจาก 0.072 mol/L ไปเป็น 0.72 mol/L ทำให้ได้ขนาดอนุภาคค่อยๆเล็กลงจากขนาด 600 – 800 นาโนเมตร จนได้ขนาดอนุภาค 60 – 70 นาโนเมตรดังรูปที่ 2.9 จากงานวิจัยนี้จะเห็นได้ชัดว่าการกระจายตัวของอนุภาคและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซโนเคมีนี้ดีกว่าวิธีการอื่นๆข้างต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 13 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 ลักษณะผงของแบเรียมไททานเนตที่เตรียมขึ้นจากความเข้มข้นของสารตั้งต้นต่างกัน (a) 0.1 (b) 0.2 (c) 0.45 (d) 0.72 mol/L [21]

ต่อมาในปี ค.ศ. 2010 Anukorn Phuruangrat และคณะ [22] ได้ศึกษาการเตรียมเลดโมลิบเดด (Lead molybdate) และเลดทังสเตด (Lead tungstate) โดยวิธีโซโนเคมี ซึ่งใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย พบว่าได้ขนาดอนุภาคที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร ได้ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 แสดงภาพถ่าย TEM ของ (a) $PbMoO_4$ และ (b) $PbWO_4$ [22]

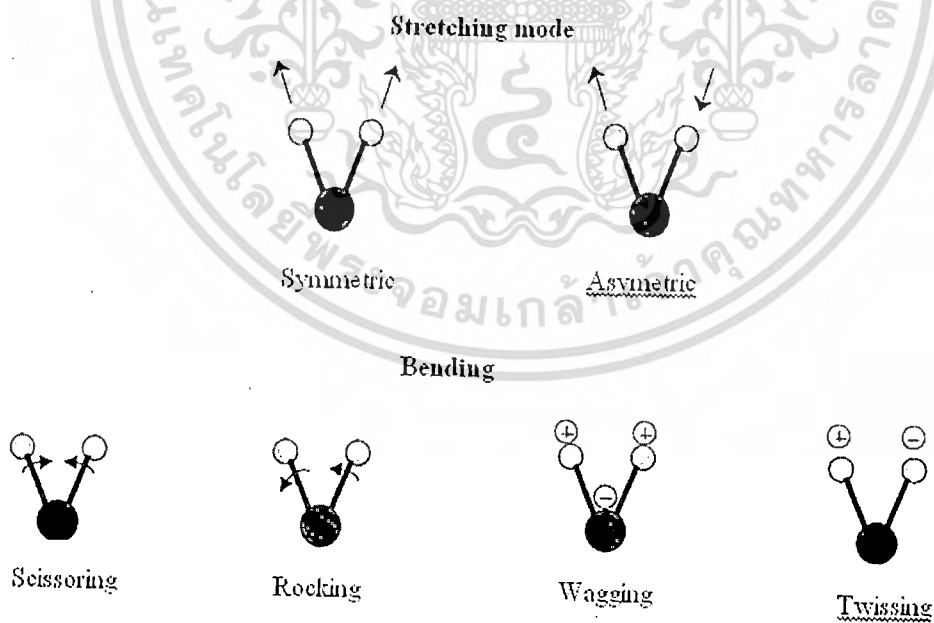
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา [14] ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะเห็นได้ว่าจากตัวอย่างงานวิจัยข้างต้นพบว่า การสังเคราะห์แคลเซียมทั้งหมดด้วยวิธีโซโนเคมี ยังมีน้อย อีกทั้งยังไม่พบบางงานวิจัยที่ใช้วิธีโซโนเคมีในการศึกษาผลของการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์สารแคลเซียมทั้งหมด ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วิธีโซโนเคมีมาศึกษาผลตัวทำละลายในการสังเคราะห์สารแคลเซียมทั้งหมด ซึ่งตัวทำละลายที่เลือกใช้ได้แก่ น้ำกลั่นและเอทิลีนไกลคอล

2.3 หลักการเครื่องมือที่ใช้ตรวจสอบเอกลักษณ์

2.3.1 หลักการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

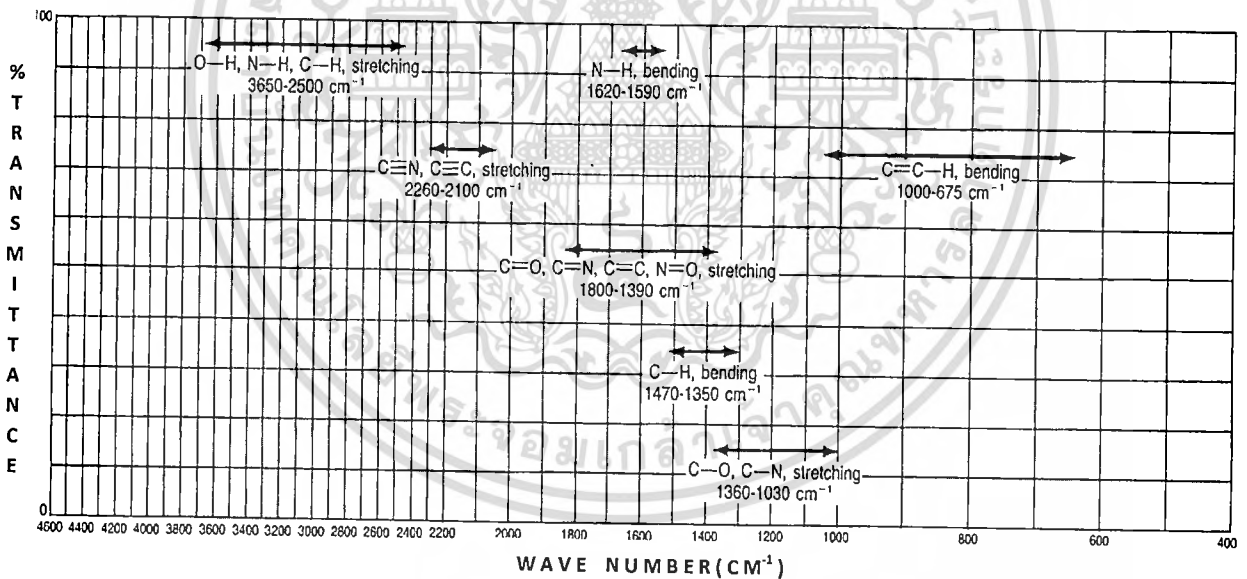
เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุหรือสารที่เป็นสารอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยอาศัยรังสีอินฟราเรดซึ่งเป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่อยู่ระหว่างช่วงของรังสีไมโครเวฟและแสงที่ตามองเห็นได้ ศึกษาการดูดกลืนแสงของสารในย่านความถี่ของแสงช่วงอินฟราเรด (Infrared light) แล้วสารนั้นเกิดการสั่น (Vibration) ของพันธะภายในโมเลกุลแล้วก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไดโพลโมเมนต์ (Dipole moment) ลักษณะการสั่นในโมเลกุลของสารมีสองแบบคือ การสั่นแบบยืด (Stretching) และการสั่นแบบงอ (Bending) ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ลักษณะการสั่นในโมเลกุลแบบการสั่นแบบยืดและการสั่นแบบงอ [23]

โดยช่วงเลขคลื่น (Wave numbers ,cm⁻¹) ของรังสีอินฟราเรดจะแบ่งออกเป็น 3 ช่วงคือ

1. อินฟราเรดย่านใกล้ (Near infrared region wavenumber; NIR) 12,500 - 4,000 cm⁻¹ เป็นช่วงที่จะให้สเปกตรัมที่ได้จากโอเวอร์ โทน (Overtone Band)
2. อินฟราเรดย่านกลาง (Middle infrared region wavenumber; MIR) 4,000 - 400 cm⁻¹ เป็นช่วงที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์เนื่องจากใช้ประโยชน์ได้มากในการวิเคราะห์จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล ซึ่งเรียกว่าเป็นบริเวณหมู่ฟังก์ชัน (Functional group region) เช่น -OH, C=O, N-H, CH₃ เป็นต้น
3. อินฟราเรดย่านไกล (Far infrared region wavenumber; FIR) 400 - 5 cm⁻¹ สเปกตรัมที่ได้จะเป็นการสั่นทั้งแกนของโครงสร้างโมเลกุลหรือเรียกว่า ช่วงลายพิมพ์นิ้วมือของสาร (Fingerprint region) ซึ่งมีประโยชน์ในการเปรียบเทียบสาร เนื่องจาก ลายพิมพ์นิ้วมือของสารเดียวกันจะให้สเปกตรัมที่เหมือนกัน แต่เนื่องจากจะมีพิกัดค่อนข้างเยอะทำให้การวิเคราะห์สเปกตรัมช่วงนี้ค่อนข้างยาก [24]

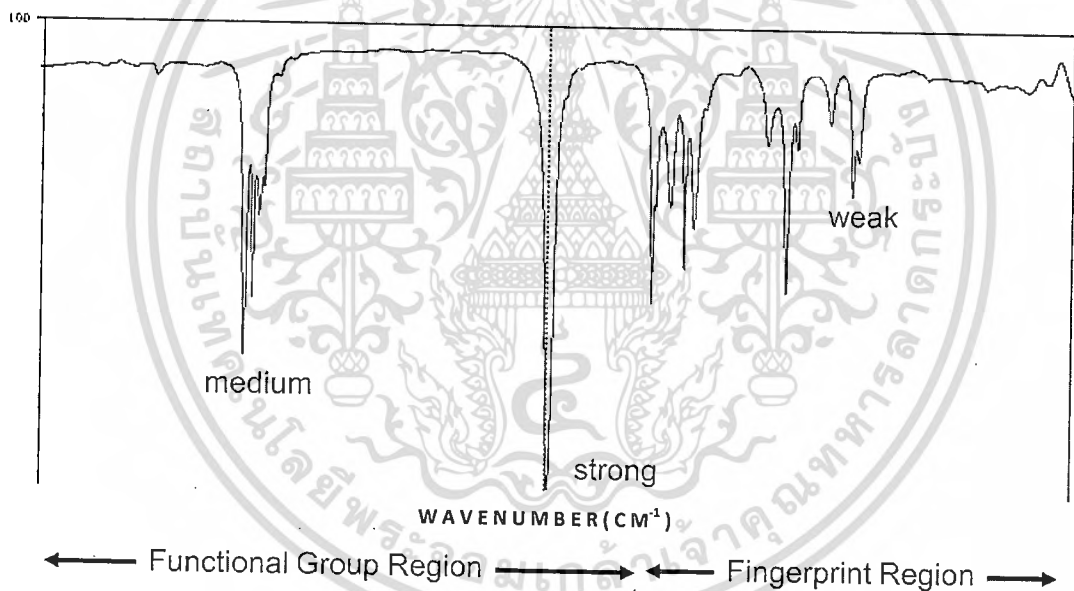


รูปที่ 2.12 แสดงหมู่ฟังก์ชันสามัญที่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรด [25]

ดังนั้น ฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมทรี เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันคร่าว ๆ ในสารที่ไม่ทราบว่าเป็นสารอะไร เช่นสารที่วิเคราะห์นี้อาจจะมี หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) หมู่เมทิล (-CH₃) หรือหมู่คาบอนิล (-CO) แต่ถ้าจะใช้เทคนิคนี้ในการระบุว่าเป็นสารชนิดใด ต้องนำผลที่ได้ซึ่งเป็นสเปกตรัมของสารนั้นไปเทียบกับสเปกตรัมของสารที่ทราบอยู่แล้ว การนำเทคนิคนี้จะนำไปเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 16 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมที่เกี่ยวกับ ด้านวัสดุศาสตร์ เช่น พอลิเมอร์ช่วยในการจำแนกชนิดของพอลิเมอร์ และในด้านอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เนื่องจากเทคนิคนี้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างไม่แพงและรวมไปถึงชนิดของตัวอย่างสามารถวิเคราะห์ได้เกือบทุกชนิด โดยสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งสถานะของแข็ง ของเหลว และแก๊ซ ดังนั้นจึงนิยมที่ใช้เทคนิคนี้ในการตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลรวมกับเทคนิคอื่นๆ

สเปกตรัมของฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ แสดงแกน y เป็นค่าปริมาณรังสีอินฟราเรดที่ถูกดูดกลืนหรือเปอร์เซ็นต์การส่องผ่าน (% Transmittance) และแกน x เป็นค่าเลขคลื่น กราฟที่ได้เรียกว่า อินฟราเรดสเปกตรัม ค่าการส่องผ่าน(Transmittance) เป็นอัตราส่วนระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted radiation, I) และความเข้มของรังสีที่ตกกระทบสารตัวอย่าง แสดงในรูปที่ 2.13



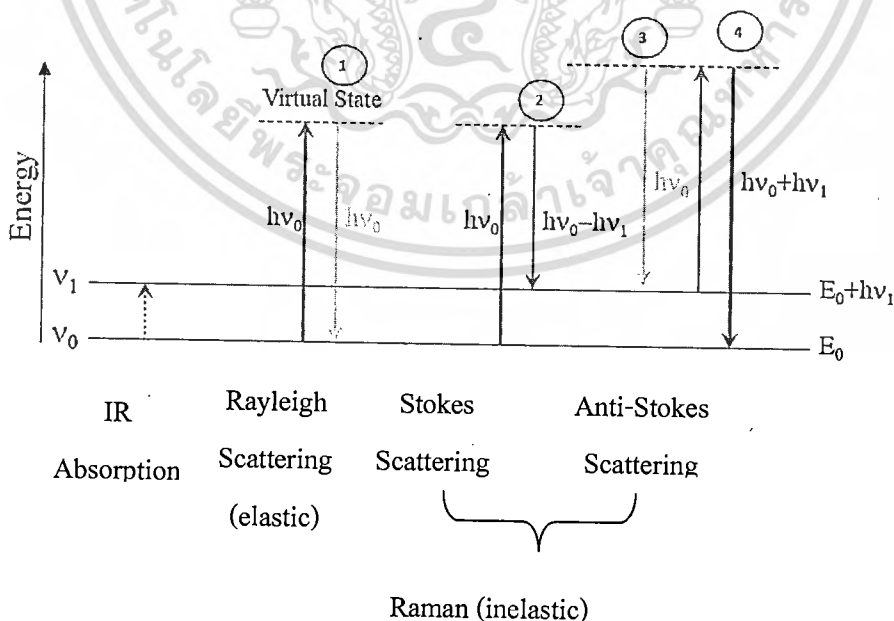
รูปที่ 2.13 ตัวอย่างอินฟราเรดสเปกตรัม [26]

2.3.2 หลักการตรวจสอบการกระเจิงด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer)

การกระเจิงในรามานเกิดขึ้นได้โดยใช้ลำแสงโมโนโครมาติกที่มีความเข้มสูง เช่น ลำแสงเลเซอร์ (Laser beam) ผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งแสง แสงส่วนใหญ่จะผ่านทะลุไปได้ แต่จะมีแสงส่วนน้อยบางส่วนเกิดการกระเจิงไปทุกทิศทางด้วยการชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) แต่มีการชนส่วนน้อยอีกส่วนหนึ่งคือ การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงความถี่ไปเล็กน้อย เรียกว่า การกระเจิงแบบรามาน (Raman scattering) เมื่อกล่าวถึงปรากฏการณ์ของการเกิดกระเจิง ในเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติเห็นาไปเซบรี่เซชันด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 177 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

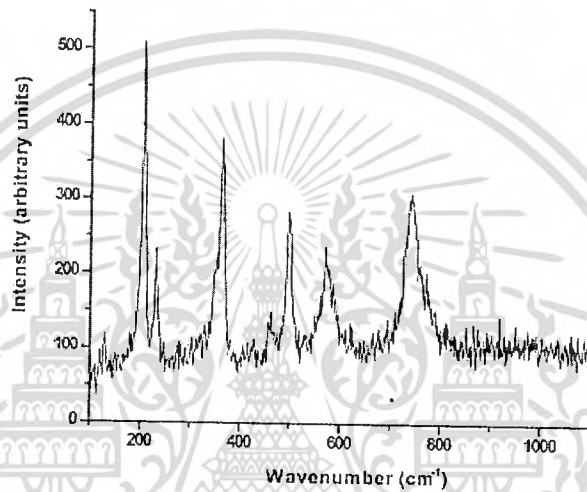
กระบวนการกระเจิงนั้น สิ่งที่สำคัญที่จะต้องเน้นคือ การดูดกลืนแสงหรือโฟตอนเริ่มต้น และการให้การคายการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น เป็นกระบวนการเกิดอย่างต่อเนื่อง คุณสมบัติอันนี้เรียกว่าโพลาไรเซชัน (Polarization) ถ้าโพลาไรเซชันของโมเลกุลเปลี่ยนไปในระหว่างการสั่นของโมเลกุล จะมีผลต่อการเกิดรามานของโฟตอนจากการเกิดอันตรกิริยาหรือโฟตอนเริ่มต้นด้วยพลังงานแสง ดังนั้น โมเลกุลที่ทำให้แสงโมโนโครมาติกเกิดการกระเจิงแล้วเกิดได้โมเลกุลนั้นจะต้องเกิดการสั่นแล้วทำให้โพลาไรเซชันของสารนั้นเปลี่ยนไป เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี ส่วนที่สำคัญก็คือต้องมีเครื่องที่จะสามารถวัดแสงที่กระเจิงได้ ซึ่งโดยปกติแล้วเป็นแสงที่มีน้อย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาแหล่งกำเนิดแสงที่ให้ความเข้มสูงๆ เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ก็ประกอบด้วยอุปกรณ์หลัก 3 ส่วน คือ 1. แหล่งกำเนิดแสงที่ให้ความเข้มสูง 2. ระบบใส่สารตัวอย่าง (Sample illumination system) 3. เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ที่เหมาะสม หลักการชนกัน (Collision) มี 2 แบบ

1. การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) เมื่อลำแสงที่ใช้เป็น Incident light มีความถี่ ν_0 และมีพลังงานเท่ากับ $E = h\nu_0$ พลังงาน Photon ที่เกิดการชนกับโมเลกุล พลังงานก่อนชนและหลังการชนจะไม่มี การสูญเสียพลังงานเลย (แสงโฟตอนยังคงมีพลังงานเท่ากับ $h\nu_0$) ลักษณะการสะท้อนแสง (Scatter) แบบนี้ เรียกว่าการกระเจิงแบบเลเล่ (Rayleigh scattering)
2. การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic collision) กรณีที่โฟตอนอาจมีการได้รับพลังงานจากโมเลกุลหรือสูญเสียพลังงานให้กับโมเลกุล ขบวนการนี้เรียกว่าการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering process) การกระเจิงในเทคนิครามานจะเป็นแบบกรณีนี้ [1]



รูปที่ 2.14 การชนแบบยืดหยุ่นและไม่ยืดหยุ่น [27]

การสั่นสะเทือนต้องทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโพลาไรซ์เกิดขึ้นภายในโมเลกุล ถ้าโพลาไรซาบิลิตี (Polarizability) ของโมเลกุลถูกเปลี่ยนไประหว่างการสั่นของโมเลกุล จะมีผลต่อการเกิดรามาน ดังนั้นโมเลกุลที่ทำให้แสงเดี่ยวเกิดการกระเจิงแล้วทำให้เกิดเส้นรามานได้ โมเลกุลนั้นจะต้องเกิดการสั่นทำให้โพลาไรซ์ของสารเปลี่ยนไป เช่น การยืดและหดของพันธะ C-O ใน CO₂ ไม่มีการเปลี่ยนแปลง ไดโพลโมเมนต์ (IR inactive) แต่มีการเปลี่ยนแปลงโพลาไรซ์เกิดขึ้น ดังนั้นการสั่นสะเทือนแบบนี้จึงปรากฏให้เห็นได้ในสเปกตรัมของรามาน สเปกตรัมของรามานแสดงแกน y เป็นค่าความเข้มขึ้น (Intensity) และแกน x เป็นค่าเลขคลื่น (Wavenumber) แสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ตัวอย่างรามานสเปกตรัม [28]

2.3.3 การตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงาน และเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีตัวตรวจจับเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุที่มีส่วนผสมหรือโครงสร้างต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่มีองศาต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ ได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณคร่าวๆของปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก และความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่าง ซึ่งการเลี้ยวเบนมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (h k l) ที่รังสีมาตกกระทบภายในอะตอมของธาตุ โดยที่รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD pattern) ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นจะมีความเฉพาะของมันแตกต่างกัน ทำให้สามารถนำมาตรวจสอบได้ว่าสารนั้นเป็นสารชนิดใด ซึ่งจะพิจารณาจากข้อมูลความสัมพันธ์ของสมการแบรกก์ (Bragg's equation) ดังสมการที่ 2.1 และพิจารณาความเข้มของพีกสูงสุดที่เกิดในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แล้วนำรูปแบบมาเปรียบเทียบกับเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 19 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน JCPDS (Joint committee on powder diffraction standard) เพื่อเปรียบเทียบเฟสที่เกิดขึ้น วิเคราะห์โดยใช้ช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ 10 - 80 องศา โดยตั้งค่าการเคลื่อนที่ของตัวตรวจวัดที่ 0.02 องศาต่อนาที[64]

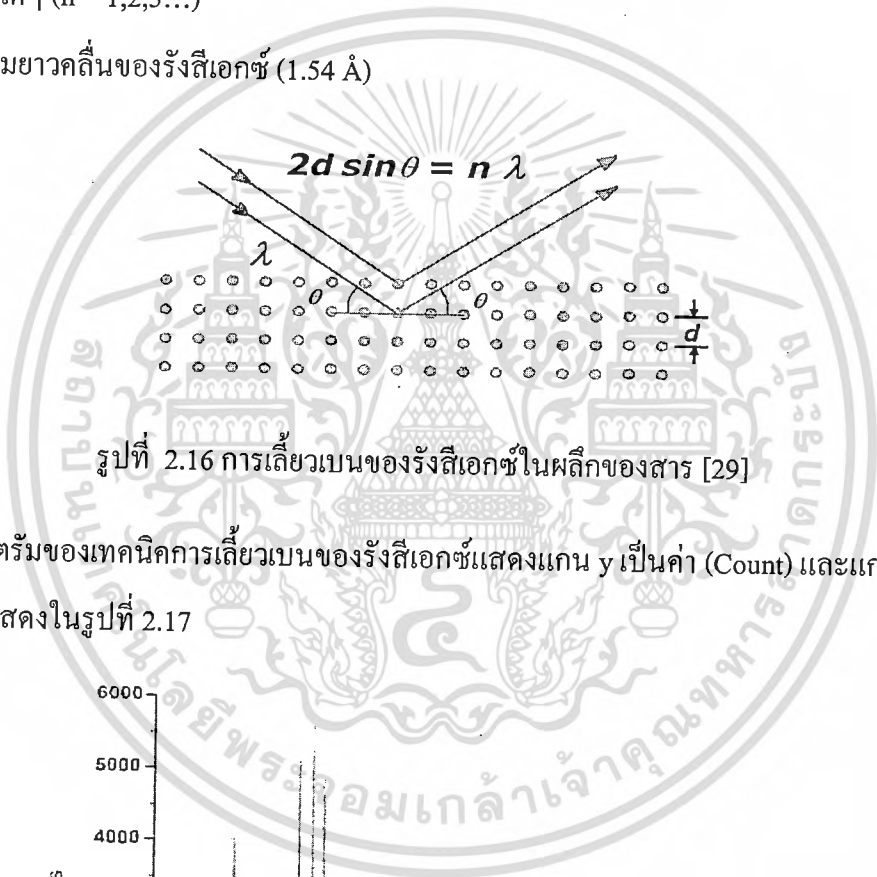
$$2d\sin\theta = n\lambda \tag{2.1}$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก

θ คือ มุมระหว่างรังสีเอกซ์ตกกระทบกับระนาบของผลึก

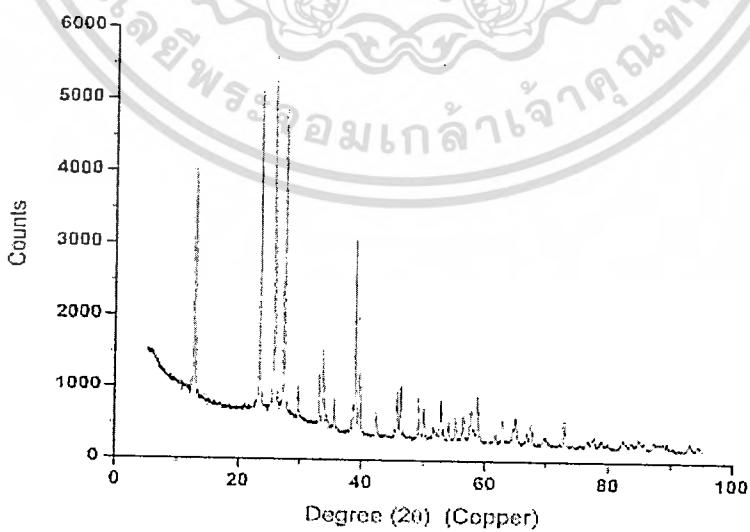
n คือ เลขใดๆ ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (1.54 Å)



รูปที่ 2.16 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสาร [29]

สเปกตรัมของเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงแกน y เป็นค่า (Count) และแกน x เป็นค่า (Degree, 2θ) แสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 ตัวอย่างสเปกตรัมของเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 20 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และจากรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สามารถนำข้อมูลมาใช้คำนวณหาขนาดของเฟสที่ต้องการศึกษาได้โดยอาศัยสมการของ Scherrer [3]

$$t = K\lambda / B_{size} \cos \theta_B \quad (2.2)$$

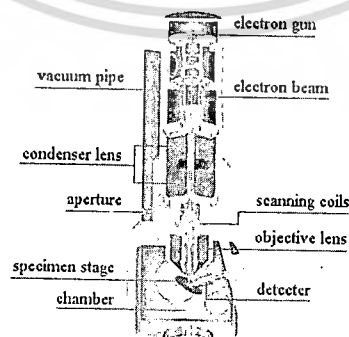
- เมื่อ t คือ ขนาดของผลึก
 K คือ ค่าคงที่มีค่าประมาณ 0.9
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ในการทดลองนี้คือ 1.5405 Å
 B_{size} คือ Full Width at half maximum (เรเดียน)
 θ_B คือ มุมแบรกก์ (องศา)

2.3.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

แบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

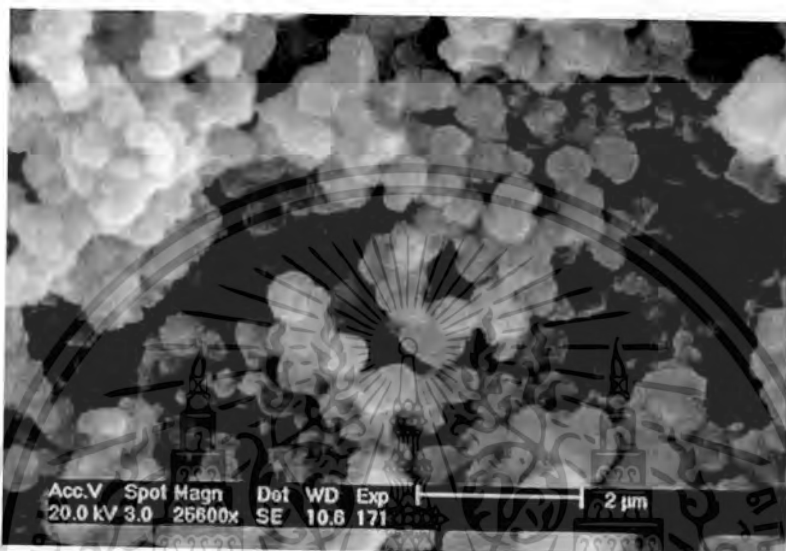
เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่สามารถตรวจวัดลักษณะ โครงสร้างพื้นฐานและความสามารถในการนำกระแสไฟฟ้าภายในโครงสร้าง การเตรียมตัวอย่างไม่จำเป็นต้องมีขนาดบางมาก เพราะภาพที่เกิดขึ้นตรวจวัดจากอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากผิวหน้าของตัวอย่างและภาพที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นภาพ 3 มิติ ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)
2. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน (Electromagnetic lens) และขดลวดควบคุมการเคลื่อนของลำแสงอิเล็กตรอน (Scan coil)
3. ช่องตัวอย่าง (Specimen chamber)
4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & scintillator)
5. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging photographic devices)



รูปที่ 2.18 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [31]

หลักการทํางาน คือ เมื่อลากลายนําไหลผ่านพื้นผิวของโครงสร้าง (ซึ่งสามารถเคลื่อนที่ไปได้ 3 ทิศทางตามแนวแกน) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะทําหน้าที่ตรวจวัดกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านระหว่างปลายแหลมกับพื้นผิวระดับนาโน เกิดจากการที่อิเล็กตรอนลอดผ่านได้ระหว่างปลายแหลมกับพื้นผิววัสดุแล้วส่งสัญญาณไฟฟ้ากลับไปเพื่อประมวลผลผ่านเครื่องคอมพิวเตอร์แล้วสร้างเป็นภาพโครงสร้างระดับนาโนของพื้นผิวนั้นออกมาได้

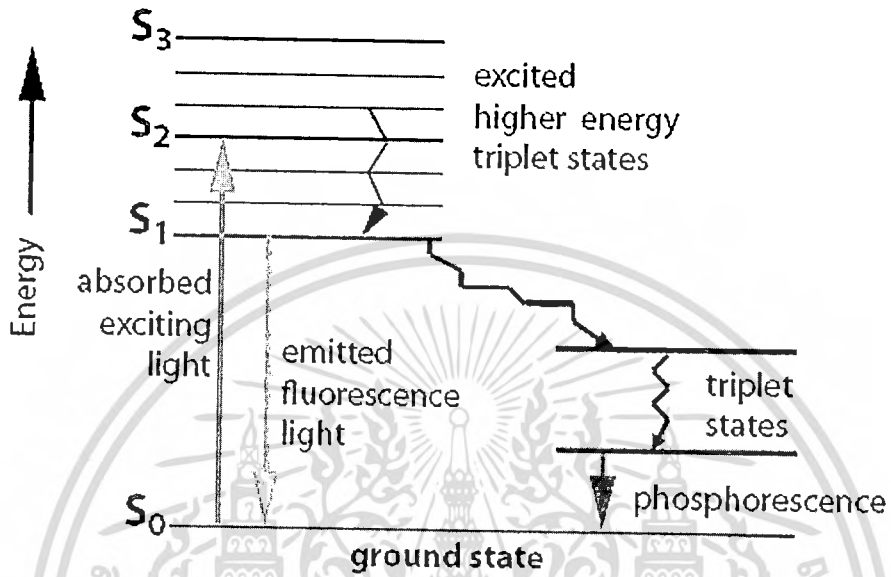


รูปที่ 2.19 ตัวอย่างภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพื้นที่ผิวของทองแดง [19]

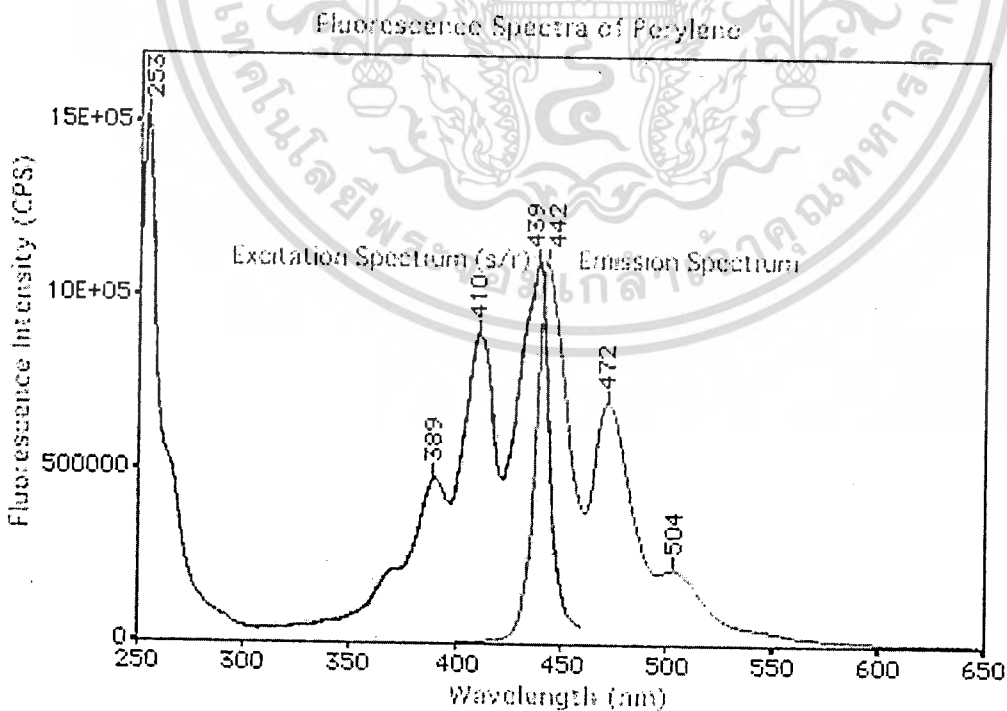
2.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fluorescence spectrophotometer)

เทคนิคนี้จะวัดการคายแสงที่เรียกว่าฟลูออเรสเซนซ์ของสารมีความจำเพาะเจาะจง (Selectivity) ต่อโมเลกุลที่จะวิเคราะห์ ดังนั้นเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์ จะเหมาะต่อการวิเคราะห์โมเลกุลบางประเภทเท่านั้น แต่จะมีความจำเพาะต่อโมเลกุลที่วิเคราะห์ห้มาก เพราะเทคนิคนี้ต้องมีการเลือกทั้งความยาวคลื่น (λ_{ex}) สำหรับการเร้าอิเล็กตรอน และเลือกวัดฟลูออเรสเซนซ์ที่ออกมาอีกที่ความยาวคลื่นหนึ่ง (λ_{em}) ของแต่ละโมเลกุลให้เหมาะสม ดังนั้น โมเลกุลอื่นที่ถูกเร้าและเกิดฟลูออเรสเซนซ์ที่คนละความยาวคลื่นก็จะไม่รบกวน โดยกระบวนการเปล่งแสงที่เกิดจากอะตอมหรือโมเลกุลถูกกระตุ้น โดยการดูดกลืนรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า แล้วกลับสู่สถานะพื้นโดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของโฟตอน ถ้ากระบวนการเปล่งแสงเกิดขึ้นเกือบทันทีใช้เวลา 10^{-5} วินาที หรือน้อยกว่า เรียกว่าการวาวแสงหรือฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence) และถ้ากระบวนการเปล่งแสงใช้เวลาในการเกิดมาก เป็นนาที่หรือชั่วโมง เรียกว่า การเรืองแสงหรือฟอสฟอเรสเซนซ์ (Phosphorescence) กระบวนการกระตุ้น (Excitation) เมื่อโมเลกุลดูดกลืนรังสีจากการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าขึ้นไปอยู่ที่สถานะกระตุ้น (Excitation state) และจะมีกลไกที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 222 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะต้องลดพลังงานที่มากเกินไปลงมาจากสถานะพื้น (Ground state) กระบวนการเกิดการกระตุ้นเนื่องจากดูดกลืนพลังงานและกระบวนการแผ่รังสี อธิบายโดยใช้แผนภาพแสดงระดับพลังงาน Jablonski ดังรูปที่ 2.20 [24]



รูปที่ 2.20 แสดงการเกิดการเปล่งแสงฟลูออเรสเซนซ์และฟอสฟอเรสเซนซ์ [32]



รูปที่ 2.21 ตัวอย่างสเปกตรัมการคายแสงฟลูออเรสเซนซ์ [33]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นว่าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 23 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.6 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer)

เครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิล สเปกโทรสโกปีหรือเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโกปีเป็นเครื่องมืออย่างหนึ่งที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มของแสง (intensity) ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190-800 นาโนเมตร โดยสารที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ ได้แก่พวก สารอินทรีย์ (Organic compound) สารประกอบเชิงซ้อน (Complex compound) สารประกอบอนินทรีย์ (Inorganic compound) วิเคราะห์สารทั้งที่มีสีและไม่มีสีในรูปธาตุหรือโมเลกุล คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert) ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสงและความหนาของสารละลายตัวกลางดังสมการที่ 2.3 ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

$$A = \epsilon bc \quad (2.3)$$

โดยที่ A = แอ็บซอร์บแนนซ์ (Absorbance)

ϵ = Molar absorptivity (L mole⁻¹ cm⁻¹)

b = ความกว้างของเซลล์เป็น (cm)

C = ความเข้มข้นเป็น โมลาร์ (mole/L)

การวัดปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนทำได้โดยการให้ลำแสงเริ่มต้นผ่านเข้าไปในสารตัวอย่าง (P_0) แล้ววัดปริมาณของแสงที่ผ่านทะลุ (P) โดยเปรียบเทียบกับแสงที่ให้เริ่มต้น จากค่าการส่องผ่าน (Transmittance, T) สามารถแปลงไปเป็นค่าการดูดกลืนแสงได้จากสมการความสัมพันธ์ข้างล่าง ดังนี้

$$T = P / P_0 \% \quad (2.4)$$

$$\%T = 100T \text{ Absorbance} \quad (2.5)$$

$$A = \log_{10} P_0 / P \quad (2.6)$$

$$A = \log_{10} 1 / T \quad (2.7)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 24 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$A = \log_{10} 100/\%T \quad (2.8)$$

$$A = 2 - \log_{10} \%T \quad (2.9)$$

ส่วนประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

1. แหล่งกำเนิดแสง

แหล่งกำเนิดแสงในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย หลอดกำเนิดแสง มีหลายชนิดตามความยาวคลื่นแสงที่เปล่งออกมา ซึ่งต้องเลือกใช้ให้ถูกต้องเหมาะสมกับของเหลวที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง ตัวอย่างแหล่งกำเนิดแสง ช่วง UV ใช้หลอด H₂ and D₂ lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160-380 nm ชนิดของสเปกโทรสโกปี UV molecular absorption และช่วง visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240-2,500 nm ชนิดของสเปกโทรสโกปีเป็นแบบ UV/visible/near-IR molecular absorption

2. Monochromator

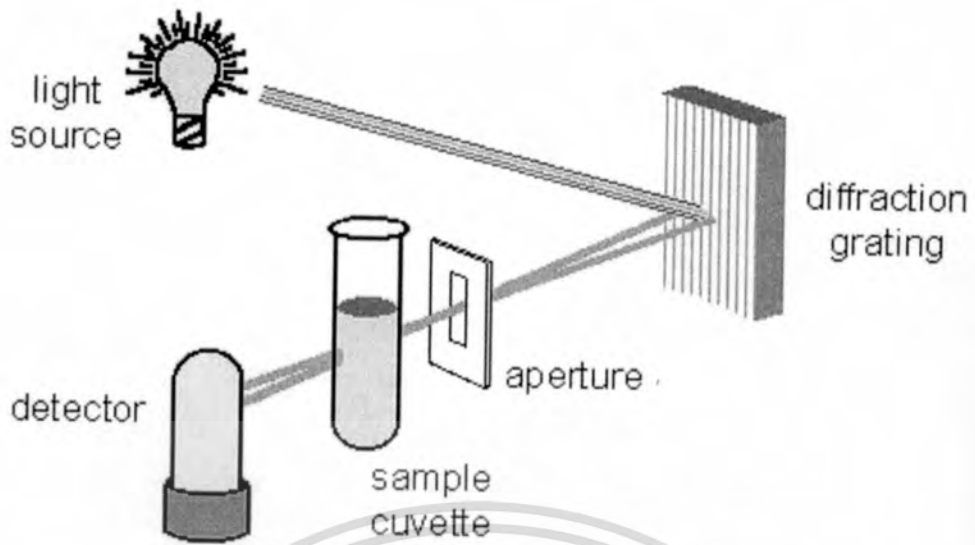
ส่วนประกอบนี้เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสง โดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียว ใช้ฟิลเตอร์ (กระจกสี) ปริซึม (prism) หรือ เกรตติง (grating)

3. เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง

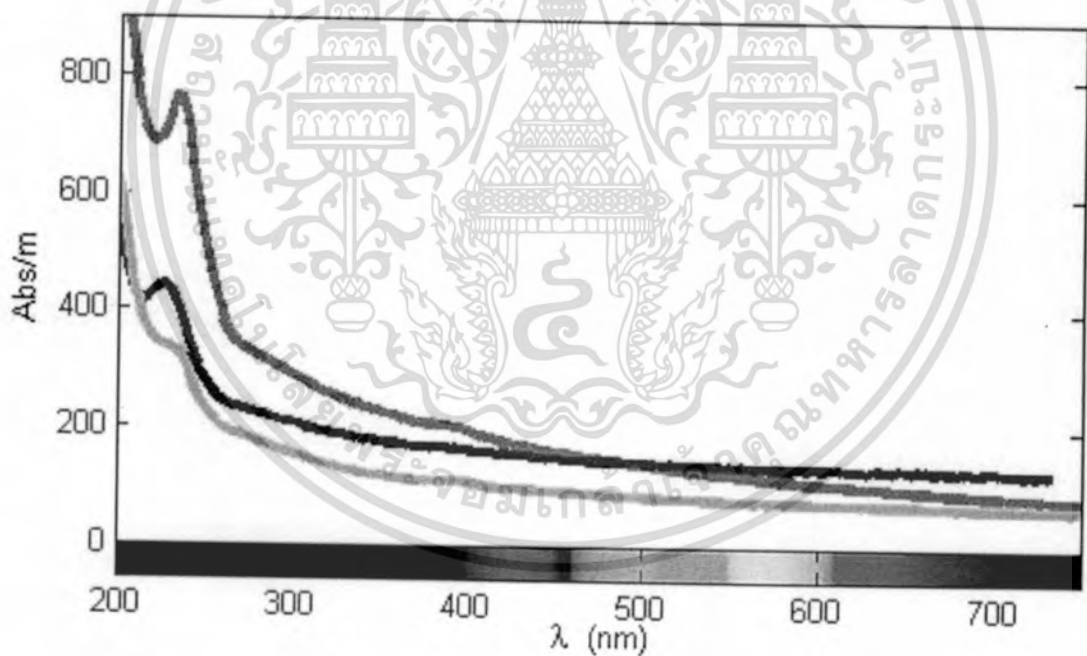
เซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง (cell sample) บางครั้งอาจเรียกว่า คิวเวทท์ (cuvettes) รูปแบบที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา จะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะเนื้อแก้วธรรมดาถูกดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอร์ตซ์ (quartz) ใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล

4. Detector

ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืน โดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องตรวจจับสัญญาณที่ดีต้องมีสภาพไวสูง คือแม้ปริมาณแสงจะเปลี่ยนไปเล็กน้อย ก็สามารถตรวจจับสัญญาณความแตกต่างได้ เครื่องวัดแสงที่ยังนิยมกันอยู่ในปัจจุบัน คือ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube, PMT) และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด (silicon diode detector)



รูปที่ 2.22 แสดงส่วนประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี [34]



รูปที่ 2.23 แสดงตัวอย่างอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกตรัม [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 26 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทที่ 3 นี้จะอธิบายถึงขั้นตอนการสังเคราะห์สารแคลเซียมทั้งหมด โดยเริ่มจากขั้นตอนการเตรียมผงแคลเซียมทั้งหมดด้วยกระบวนการโซโนเคมี (Sonochemical) และจากนั้นจะเป็นขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิคต่างๆ

3.1 การสังเคราะห์ผงผลึกแคลเซียมทั้งหมด

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งดิจิทัลความละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง (ความคลาดเคลื่อน ± 0.0001 กรัม)
ผลิตจากประเทศจีน
2. เครื่องปั่นกวน รุ่น Fisher stirring hotplate ยี่ห้อ Fisher scientific
3. เครื่องปั่นเหวี่ยง รุ่น Speetrafuge 6C ยี่ห้อ Labnet
4. เครื่องโซโนเคมี ยี่ห้อ Sonics รุ่น VCX - 750
5. ตู้อบสารอุณหภูมิ ยี่ห้อ Memmert รุ่น Fisher sciencetific
6. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
7. บีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร
8. บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
9. กระจกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร
10. หลอดทดลองพลาสติก
11. หลอดหยดสาร
12. กระจกนาฬิกา
13. ช้อนตักสาร
14. กระดาษฟอยล์
15. แท่งแม่เหล็กคนสาร
16. ยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์ (Universal indicator)
17. เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared; FTIR) รุ่น

FTIR spectrum GX ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 27 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

18. เครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) รุ่น DXR smart raman ยี่ห้อ Thermo scientific
19. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น D 8 Advance
20. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น JEOL JSM-6335F
21. ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fluorescence spectrophotometer) รุ่น Cary Eclipse model; ยี่ห้อ Agilent Technologies ประเทศ USA
22. เครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer) รุ่น T60, PG ยี่ห้อ Instruments Limited

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โซเดียมทังสเตต (Sodium tungstate, $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละมากกว่าหรือเท่ากับ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
2. แคลเซียมไนเตรต (Calcium nitrate, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดย บริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{OH}$)
4. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
5. เอทานอลบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์

3.1.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตด้วยกระบวนการโซโนเคมี

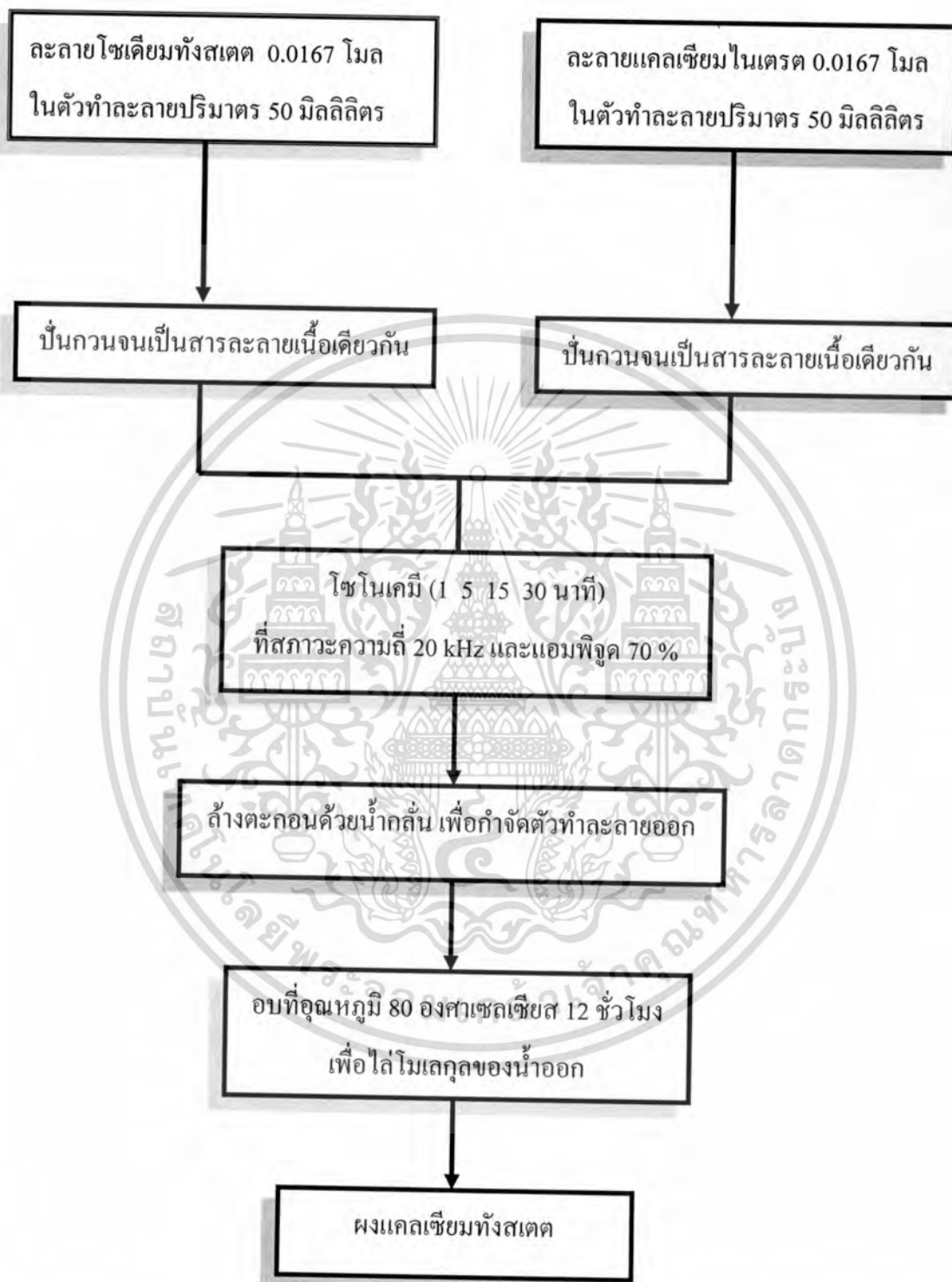
1. ละลายโซเดียมทังสเตต 0.0167 โมล ในตัวทำละลายปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร (ตัวทำละลายที่ใช้คือ เอทิลีนไกลคอล น้ำกลั่น)
2. ละลายแคลเซียมไนเตรต 0.0167 โมล ในตัวทำละลายปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร (ตัวทำละลายที่ใช้คือ เอทิลีนไกลคอลและน้ำกลั่น)
3. นำสารละลายจากข้อ 1 และ 2 ปิดบีกเกอร์ด้วยพลาสติกให้สนิทแล้วไปปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิห้อง
4. จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาผสมลงในภาชนะ (Chamber) สำหรับทำโซโนเคมี

5. ทำการโซโนเคมีเป็นเวลา 1 นาที ที่สภาวะความถี่ 20 kHz และแอมพิจูด 70 % จะได้ตะกอนสีขาวของแคลเซียมทั้งสเตรตเกิดขึ้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือ

$$\text{Na}_2\text{WO}_4 + \text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \longrightarrow \text{CaWO}_4 + 2\text{NaNO}_3$$
6. ทำซ้ำข้อ 1-5 แต่เปลี่ยนเวลาในการโซโนเคมีเป็น 5 15 และ 30 นาที
7. ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ผงแคลเซียมทั้งสเตรต
8. นำผงแคลเซียมทั้งสเตรตตรวจสอบหาเอกลักษณ์



แผนผังของกระบวนการเตรียมแคลเซียมทั้งสเตรคด้วยกระบวนการ โซโนเคมีแสดงไว้ในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังกระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งสเตรคด้วยกระบวนการ โซโนเคมี

3.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของผงผลึกแคลเซียมทั้งสเตรต

3.2.1 การตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส แล้วนำมาบดให้ละเอียด นำสารตัวอย่างมาผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วนประมาณ 1:15 แล้วบดให้ละเอียดผสมให้เข้ากันจากนั้นนำมาอัดเป็นแผ่น โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกความดัน 8 ตัน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ รุ่น FTIR spectrum GX ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.2 การตรวจสอบการกระเจิงด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer)

นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยที่ทำการบดแล้ว นำมาอุปกรณ์สำหรับเป็นที่ใส่สารตัวอย่างที่เป็นผงแล้วเกลี่ยผิวหน้าให้เรียบ จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ รุ่น DXR smart raman ยี่ห้อ Thermo scientific

3.2.3 การตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

นำสารตัวอย่างแคลเซียมทั้งสเตรตมาบดให้ละเอียด จากนั้นใส่ในช่องใส่สารตัวอย่าง (Sample holder) ของ เครื่อง XRD รุ่น D 8 Advance วิเคราะห์ โดยใช้ช่วงมุม 2 θ ตั้งแต่ 10-80 องศา โดยตั้งค่าการเคลื่อนที่ของตัวตรวจวัดที่ 0.02 องศาต่อวินาที [63] แล้วนำรูปแบบมาเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน JCPDS (Joint committee on powder diffraction standard)

3.2.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

การวิเคราะห์สารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยการนำสารตัวอย่างแคลเซียมทั้งสเตรตปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในสารละลายเอทานอลสั้นให้อนุภาคของแข็งกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เตรียมสตัป (stub) หรือที่รองรับสารตัวอย่างโดยนำแผ่นทองแดงมาปิดลงบนพื้นผิวสตัป จากนั้นดูดสารตัวอย่างมาหยดลงบนแผ่นทองแดง 2-3 หยด นำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 50-60 องศาเซลเซียส จนแห้ง แล้วนำไปอบผิวด้วยโมเลกุลของทองให้แพร่กระจายติดกับสารตัวอย่างนานประมาณ 30 วินาที จากนั้นนำสตัปของสาร

ตัวอย่างที่ผ่านการฉาบผิวแล้ว ไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-6335F

3.2.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fluorescence spectrophotometer)

การวิเคราะห์หาสมบัติทางแสงของแคลเซียมทั้งสเตรตทำโดยนำสารแคลเซียมทั้งสเตรตใส่ภาชนะตัวอย่างสำหรับของแข็ง (Sample holder) โดยวางผงตัวอย่างบนด้านวงกลมสีดำแล้วเกลี่ยสารให้ทั่ว จากนั้นใช้กระจกที่ทำจากควอตซ์มากดผงตัวอย่างให้ติดแน่นจนเรียบ จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟลูออโรมิเตอร์ รุ่น FP-6300 ยี่ห้อ JASCO

3.2.6 การหาแถบช่องว่างพลังงานด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโตรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer)

นำผงแคลเซียมทั้งสเตรตมาเตรียมเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น 2 mM ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จากนั้นนำไปกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกและใส่คิวเวทต์ แล้วนำไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรสโกปี

บทที่ 4

ผลการวิจัย

หลังจากสังเคราะห์ผลึกของแคลเซียมทั้งสเตรตได้แล้ว ต่อไปเป็นการรายงานและการอภิปรายผลจากการตรวจสอบเอกลักษณ์ของผลึกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีที่ใช้ตัวทำละลายและระยะเวลาที่ให้คลื่นอัลตราซาวด์ที่ต่างกันๆ ดังต่อไปนี้

4.1 การสังเคราะห์ผลึกแคลเซียมทั้งสเตรตจากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

4.1.1 ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer)

จากการคำนวณทางทฤษฎีแสดงให้เห็นว่ามีการสั่นที่เกิดขึ้นในผลึกของแคลเซียมทั้งสเตรต 26 การสั่นที่แตกต่างกัน ดังสมการที่ 4.1

$$\Gamma = 3A_g + 5A_u + 5B_g + 3B_u + 5E_g + 5E_u \quad (4.1)$$

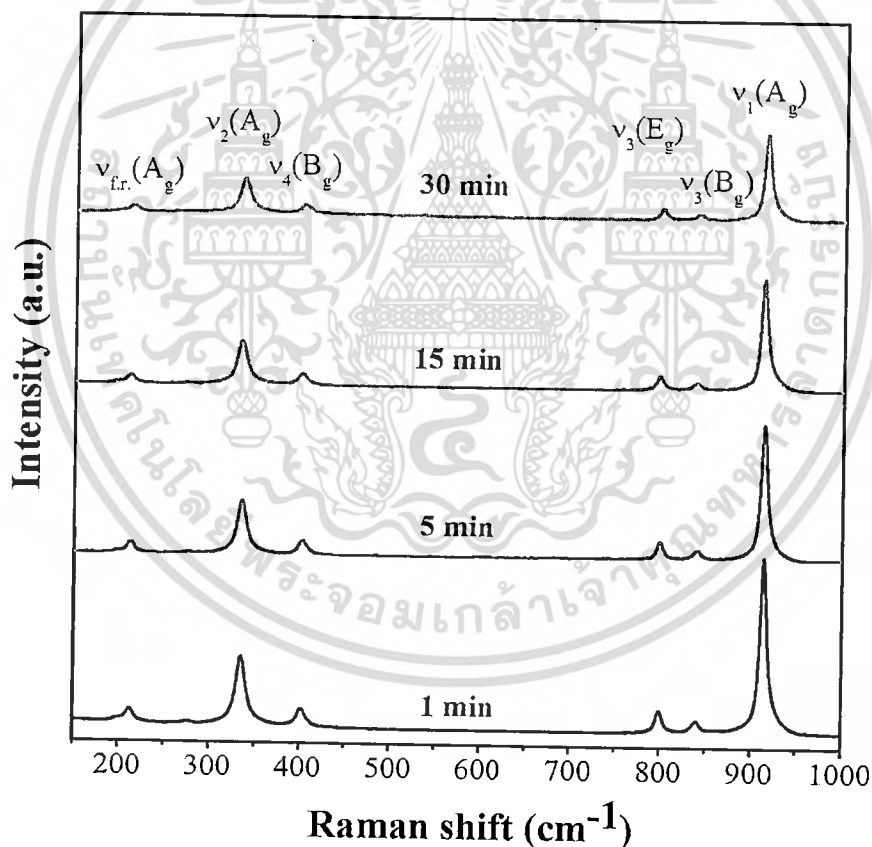
และหากพิจารณาเฉพาะโหมดที่พบในอินฟราเรดและรามานสเปกตรัม (IR และ Raman-active) การสั่นจะลดลงเหลือ 21 การสั่นดังสมการที่ 4.2

$$\Gamma = 3A_g + 4A_u + 5B_g + 5E_g + 4E_u \quad (4.2)$$

โดยที่ $3A_g$, $5B_g$ และ $5E_g$ คือโหมดที่พบในรามาน (Raman-active) และ $4A_u$ กับ $4E_u$ คือโหมดที่พบในอินฟราเรด (IR-active) ซึ่ง A และ B คือ โหมดนอนดีเจเนอเรท (Nondegenerate) โดยที่ A เกี่ยวข้องกับการหมุนในแกนหลักแบบสมมาตรและ B เกี่ยวข้องกับการหมุนในแกนหลักแบบไม่สมมาตร โหมด E คือ ดีเจเนอเรทเป็นสองเท่า (Doubly degenerate) ตัวห้อย “g” แสดงถึงความผกผันแบบสมมาตรและ “u” แสดงถึงความผกผันแบบไม่สมมาตรภายในผลึกที่มีลักษณะสมมาตรผ่านจุดศูนย์กลาง (Centrosymmetric crystal) โหมดการสั่นที่พบในรามาน (Raman-active) สามารถแบ่งได้เป็นสองกลุ่มคือ โหมดการสั่นภายใน (Internal mode) และ โหมดการสั่นภายนอก (External mode) โดยที่โหมดการสั่นภายนอกสอดคล้องกับการเคลื่อนไหวนของแคทไอออนของโลหะ (M^{2+} cations) ที่สัมพันธ์กับโมเลกุลไอออนแบบเตตระฮีดรัล $[WO_4]^{2-}$ และโหมดการสั่นภายในจะเกิดภายในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ ที่มีความสมมาตรแบบ T_d (Tetrahedral shape) ประกอบด้วย 4 โหมดการสั่นภายใน ได้แก่ $V_1(A_1)$, $V_2(E_1)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 33 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

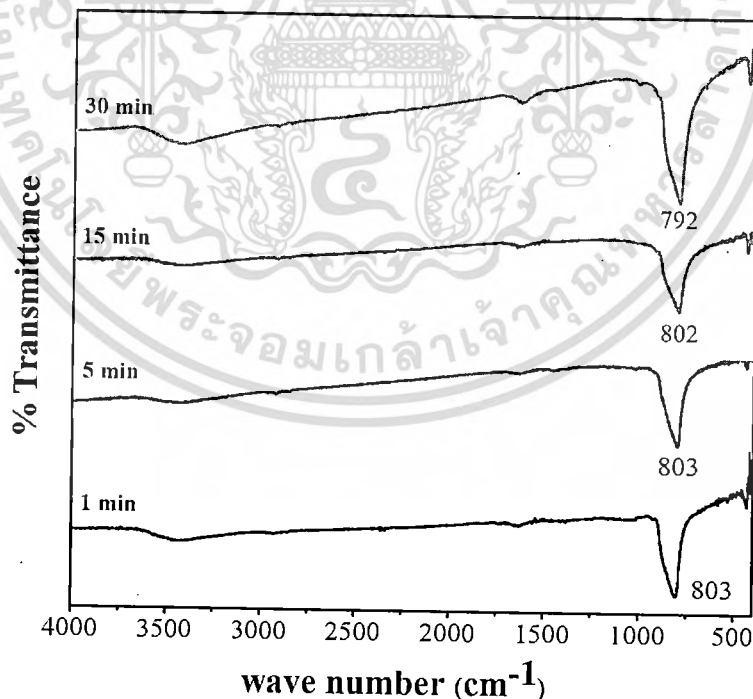
$V_3(F_1)$ และ $V_4(F_2)$ และยังมี 1 โหมดการหมุนแบบอิสระในแกน z (Free rotation mode ; $V_{fr.}$) จากรูปที่ 4.1 แสดงรามานสเปกตรัมของผงแคลเซียมทังสเตต ($CaWO_4$) ที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอเทิลีนไกลคอล โดยโหมดการสั่นที่พบในรามานสเปกตรัม คือ $3A_g$, $5B_g$ และ $5E_g$ ซึ่งพิกที่พบส่วนใหญ่เป็นการสั่นแบบสมมาตรในโครงสร้างเตตระฮีดรัลในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ และพบหนึ่งพิกเป็นการหมุนแบบอิสระ (free rotation) ในแกน z รวมพิกที่พบทั้งหมด 6 พิก คือ $V_1(A_g)$, $V_3(B_g)$, $V_3(E_g)$, $V_4(B_g)$, $V_2(A_g)$ และ $V_{fr.}(A_g)$ จากรูปจะเห็นว่ารามานสเปกตรัมที่ได้ไม่มีการเลื่อน (Shift) ของพิกที่เวลาโซโนที่แตกต่างกัน และจะเห็นว่าเชื่อมโยงกับผลของฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมที่พบพิกการสั่นแบบไม่สมมาตรของ W-O ในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ ที่มีการดูดกลืนสูงที่เลขคลื่นประมาณ 800 cm^{-1} กับโหมด $V_3(B_g)$ ที่พบในรามานสเปกตรัมว่ามีความเข้มของพิกต่ำ แสดงให้เห็นว่าเทคนิครามานสเปกโตรสโกปีสามารถที่จะใช้หาการสั่นของพันธะแบบสมมาตรในโมเลกุลของผงแคลเซียมทังสเตตเบื้องต้นได้



รูปที่ 4.1 แสดงรามานสเปกตรัมของผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอเทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

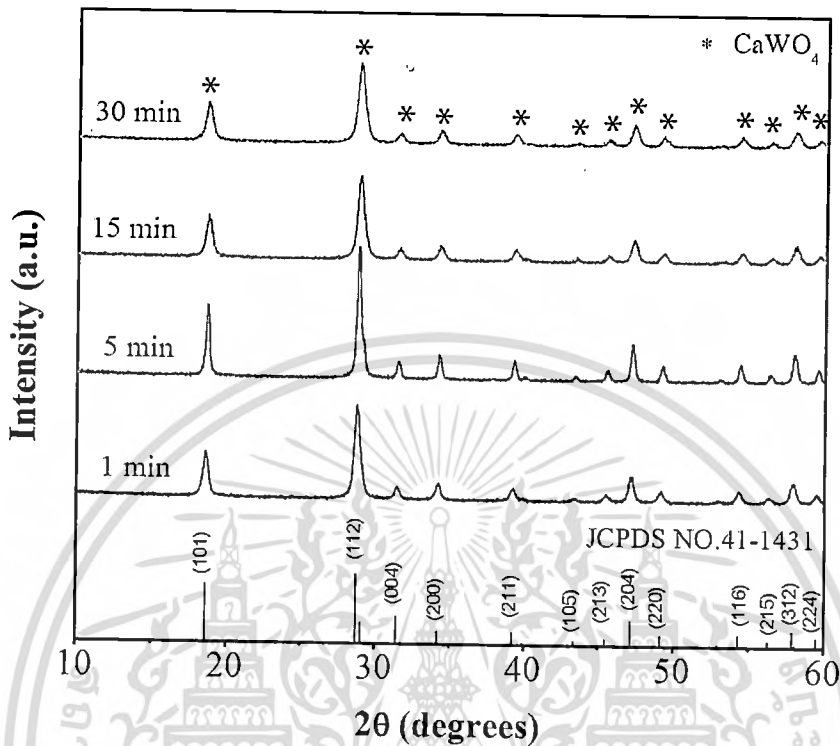
4.1.2 ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

จากผลการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ ฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของผงเคลือบทั้งหมดพบว่ามีสองโหมดการสั่นคือ 4Au และ 4Eu ดังแสดงในรูปที่ 4.2 โดยในผงเคลือบทั้งหมดที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่เวลา 1 5 15 และ 30 นาที พบพีกการสั่นแบบยืดหดของพันธะในโมเลกุล (Stretching vibration) ของการสั่นแบบไม่สมมาตรของ W-O ในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ ที่มีการดูดกลืนสูงที่เลขคลื่น 803 802 และ 792 cm^{-1} ตามลำดับ และยังพบการสั่นแบบงอ (Bending vibration) ที่มีการดูดกลืนต่ำที่เลขคลื่น 433 443 444 และ 433 cm^{-1} ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบดัดงอและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของ โมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3445 และ 1642 cm^{-1} ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเทคนิคฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปีสามารถที่จะใช้หาการสั่นของพันธะแบบไม่สมมาตรในโมเลกุลของผงเคลือบทั้งหมดเบื้องต้นได้ อีกทั้งยังสอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี



รูปที่ 4.2 แสดงฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของผงเคลือบทั้งหมดที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

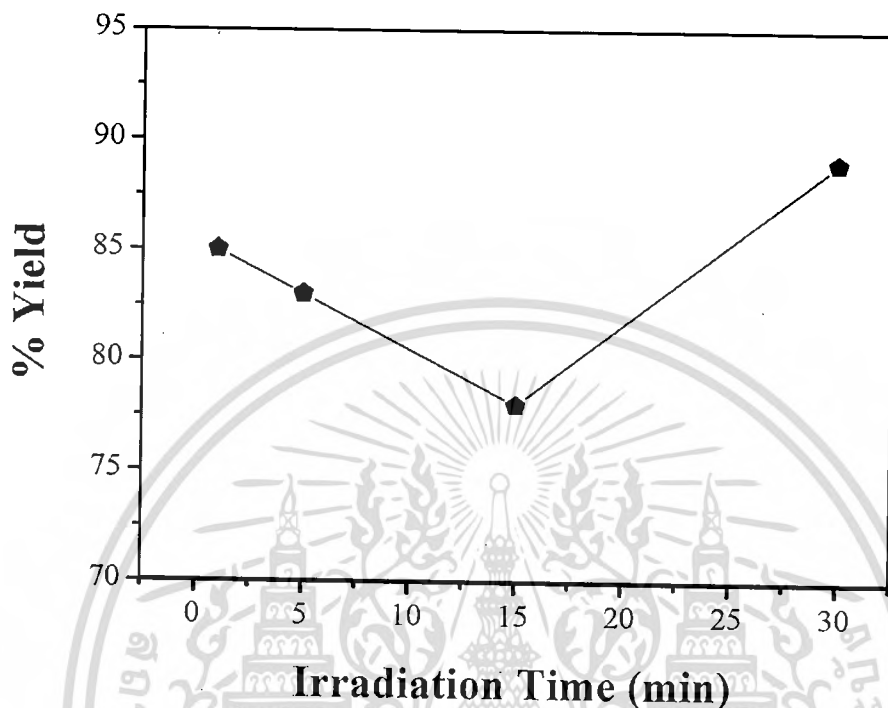
4.1.3 ผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer ; XRD)



รูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

จากรูปที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย โดยเปรียบเทียบกับ JCPDS NO.41-1431 ซึ่งพบว่าแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกแบบทรงแทงโกนอลชีไลต์ (Tetragonal scheelite structure) และพบพิกที่สำคัญของแคลเซียมทังสเตต 13 พิกที่ระนาบ (101) (112) (004) (200) (211) (105) (213) (204) (220) (116) (215) (303) และ (224) ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมีพบว่าไม่มีพิกแปลกปลอมเกิดขึ้นและไม่มีการเลื่อน (Shift) ของพิกที่เวลาการทำโซโนต่างๆ อีกทั้งพบว่าที่เวลาโซโน 1 นาที สามารถสังเคราะห์เฟสบริสุทธิ์ของผลึกแคลเซียมทังสเตตได้ จะเห็นได้ชัดเจนว่าจากผลการทดลองของงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตได้โดยใช้เวลาน้อย ซึ่งเป็นไม่เป็นการสิ้นเปลืองเวลาในการสังเคราะห์และจากการคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้พบว่ามีค่ามากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์ และพบว่าไม่แตกต่างกันเมื่อเพิ่มเวลาในการโซโนเป็น 5 15 และ 30 นาที ดังรูปที่ 4.4 จากรูปจะเห็นได้ว่าที่เวลาโซโนเคมี 15 นาที

พบว่าเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้น้อยที่สุด เนื่องจากความผิดพลาดมาจากผู้ทดลองที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการล้างผงตะกอนแคลเซียมทั้งหมด



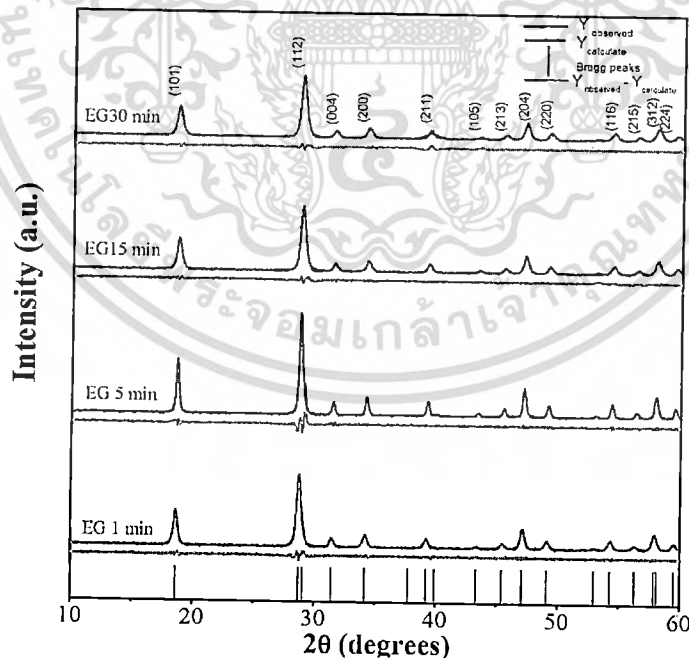
รูปที่ 4.4 กราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับเวลาไซโนของแคลเซียมทั้งหมดที่สังเคราะห์จากวิธีไซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

จากนั้นใช้โปรแกรม FULLPROF เพื่อเปรียบเทียบผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการไซเคมีกับผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งหมดที่คำนวณได้ทางทฤษฎี ดังรูปที่ 4.5 โดยเส้นสีดำ คือ ผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการไซเคมี เส้นสีแดง คือ ผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งหมดที่คำนวณได้ทางทฤษฎี เส้นสีเขียว คือ ความแตกต่างระหว่างผลที่ได้จากการทดลองกับผลทางทฤษฎี และเส้นสีม่วง คือ ระนาบที่ได้จากไฟล์มาตรฐาน JCPDS No.41-1431 และจากการคำนวณค่าคงที่แลตทิซ (Lattice parameters) ด้วยโปรแกรม FULLPROF เพื่อเป็นการยืนยันความน่าเชื่อถือของงานวิจัยนี้ จะเห็นได้จากค่าไคสแควร์ (chi-squared value; χ^2) ซึ่งเป็นค่าความแตกต่างระหว่างผลที่ได้จากการทดลองกับผลทางทฤษฎีนั้นควรมีค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 3 ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ และพบว่าในการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งหมดจากวิธีไซโนเคมีได้ค่าคงที่แลตทิซไม่แตกต่างกัน ซึ่งบ่งบอกว่าระบบผลึกยังคงเป็นแบบเทตระโกนอล (Tetragonal, $a = b \neq c$) และได้แสดงค่าคงที่แลตทิซไว้ในเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปเผยแพร่หรือนำไปใช้ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา 37 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 จากนั้นได้คำนวณขนาดผลึก (Crystalline size) จากสมการของเชอเรอร์ (Scherrer's equation) ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice parameters) ที่คำนวณจากโปรแกรม FULLPROF และขนาดผลึกของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธี โซ โนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

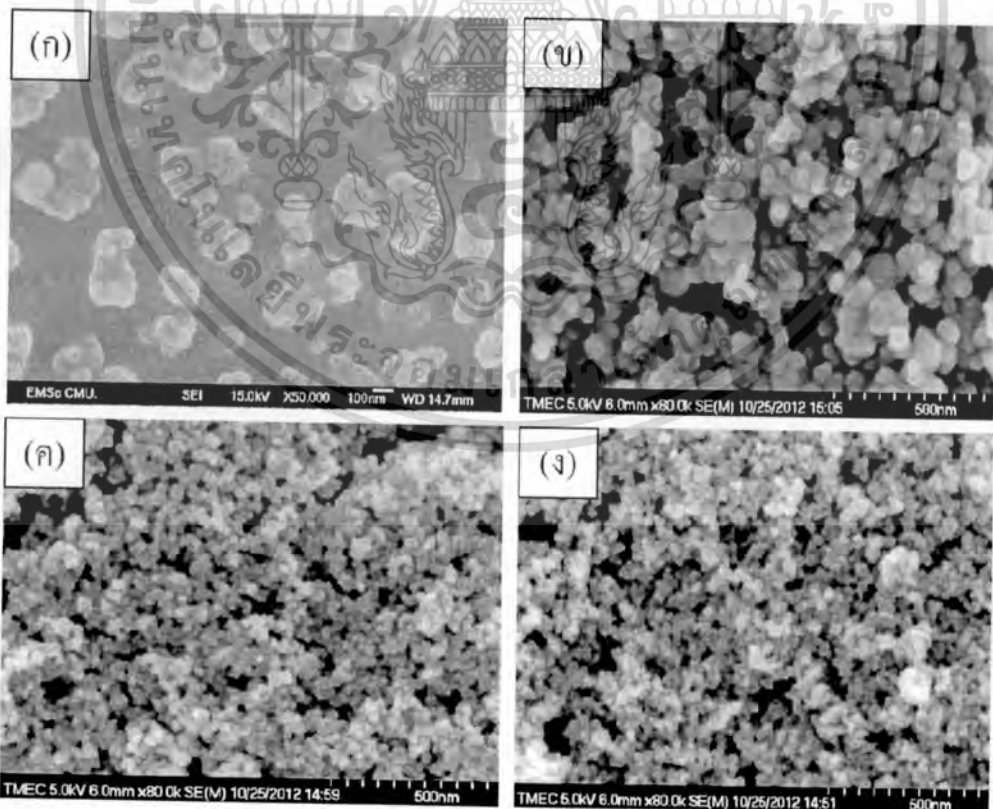
เวลาในการทำ โซโน (นาที)	ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameters)		χ^2	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
	<i>a</i>	<i>c</i>		
1	5.240 ± 0.001	11.374 ± 0.003	1.10	18.05 ± 2.38
5	5.2394 ± 0.0009	11.387 ± 0.005	2.09	18.05 ± 2.38
15	5.237 ± 0.002	11.39 ± 0.01	1.89	16.85 ± 2.26
30	5.241 ± 0.001	11.374 ± 0.004	2.23	15.66 ± 2.06



รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบจำลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธี โซ โนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่ได้จากโปรแกรม FULLPROF

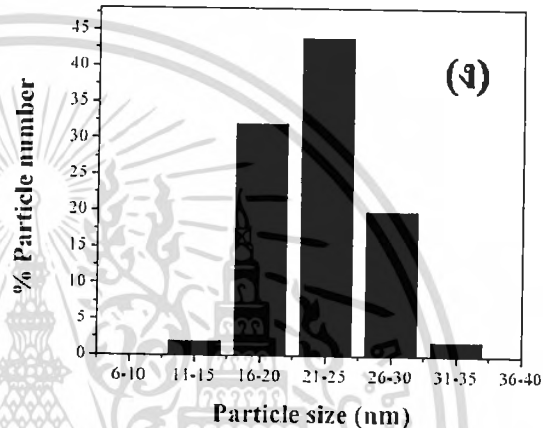
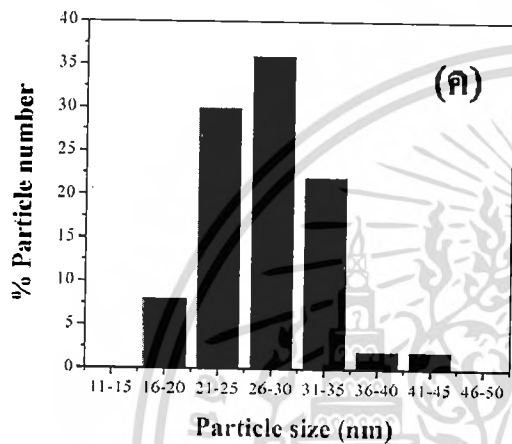
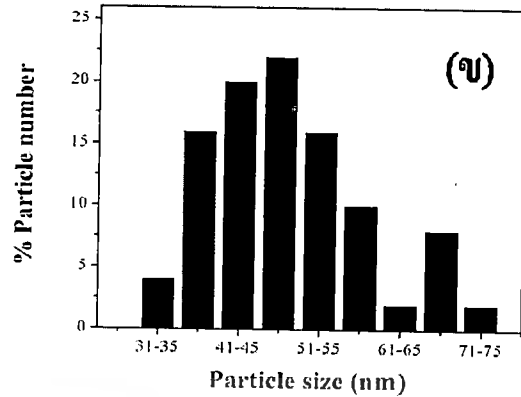
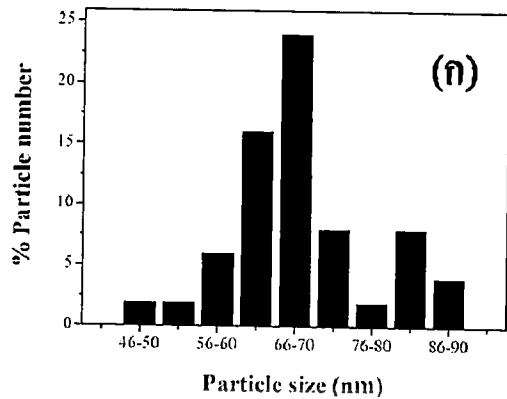
4.1.4 ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

จากรูปที่ 4.6 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย พบว่าผงเคลือบเซรามิกมีขนาดอนุภาคขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร มีลักษณะเป็นทรงค่อนข้างกลมผสมกับทรงกลมรีเล็กน้อย มีการเกาะกันแน่นเป็นกลุ่มของอนุภาคที่สม่ำเสมอทั่วบริเวณ ซึ่งจากการสังเกตลักษณะของอนุภาคไม่แตกต่างกันที่เวลาโซโนต่างๆ จากการคำนวณหาขนาดอนุภาคที่เวลาโซโน 1 5 15 และ 30 นาทีได้ขนาดอนุภาคประมาณ 69.15 ± 11.04 50.88 ± 9.98 26.58 ± 5.09 และ 24.31 ± 4.33 นาโนเมตร ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเวลาการทำโซโนเคมีมากขึ้นทำให้ขนาดอนุภาคค่อยๆ เล็กลง เพราะโมเลกุลของเอทิลีนไกลคอลไปช่วยลดการเกาะกลุ่มของอนุภาคผลิตภัณฑ์ที่ได้ นอกจากนี้ขนาดของผงผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีขนาดเล็กกว่าที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้เนื่องมาจากโครงสร้างของตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอลมีมวลโมเลกุลมากกว่าและมีความกะกะมากกว่าโมเลกุลของตัวทำละลายน้ำ และยังพบว่ามีมีการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วงที่ค่อนข้างแคบ ดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงเคลือบเซรามิกที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีน

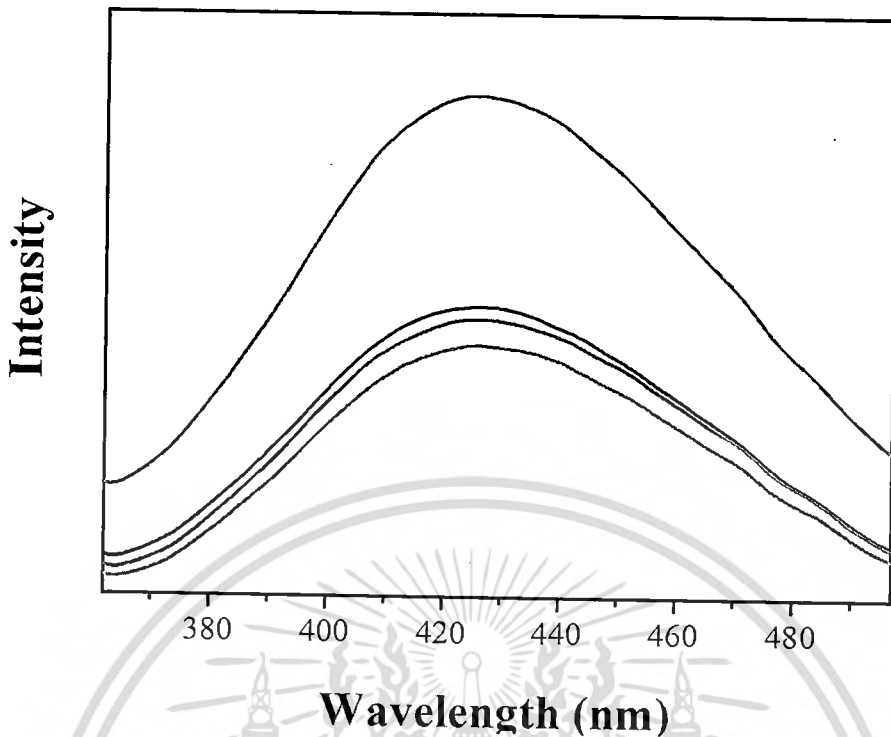
ไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่เวลา (ก) 1 นาที (ข) 5 นาที และ (ค) 15 นาที (ง) 30 นาที ยชนด้านการค้า เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของงานวิจัยนี้ ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์ได้ หากต้องการข้อมูลเพิ่มเติม กรุณาติดต่อเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงแคลเซียมทั้งสเตรตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมี โดยใช้เททิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายที่เวลา (ก) 1 นาที (ข) 5 นาที (ค) 15 นาที และ (ง) 30 นาที

4.1.5 ผลจากการตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fluorescence spectrophotometer)

การวัดสมบัติการคายแสงของสารนี้เพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารแคลเซียมทั้งสเตรตที่สังเคราะห์ขึ้น โดยใช้ความยาวคลื่นที่กระตุ้น (excitation wavelength; λ_{ex}) คือ 257 นาโนเมตร โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง จากรูปที่ 4.8 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกแคลเซียมทั้งสเตรตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ซึ่งพิกการคายแสงมีลักษณะอ้วนโค้ง (broad peak) และค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 426 นาโนเมตร หรือประมาณ 2.91 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ เมื่อเปรียบเทียบค่าความยาวคลื่นที่คายแสงที่ได้ที่เวลาโซโนต่างๆ กันพบว่ามีความใกล้เคียงกัน เนื่องรูปร่างลักษณะสัญญาณและขนาดอนุภาคของผงผลึกที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.8 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของผงแคลเซียมซัลไฟด์ที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

4.1.6 ผลจากการหาแถบช่องว่างพลังงานด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโตรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer)

จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc ดังสมการที่ 4.3

$$\alpha h\nu = (h\nu - E_g)^n \quad (4.3)$$

เมื่อ α คือค่าสัมประสิทธิ์การดูดซึมของแสง (optical absorption coefficient)

h คือค่าคงที่พลังค์ (Planck constant)

ν คือความถี่ของโฟตอน (frequency of photon)

E_g คือช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy gap)

n คือ มีค่าได้หลายค่า โดยการยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง (Transitions allowed directly) = 1/2 หรือเป็น

การยอมให้แสงผ่านโดยอ้อม (Transitions allowed indirectly) = 2 หรือ ไม่ยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนเวลาสำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมเห็นแจ้งเรียบร้อยแล้ว กรุณาไม่ทำการแก้ไขใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 41 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

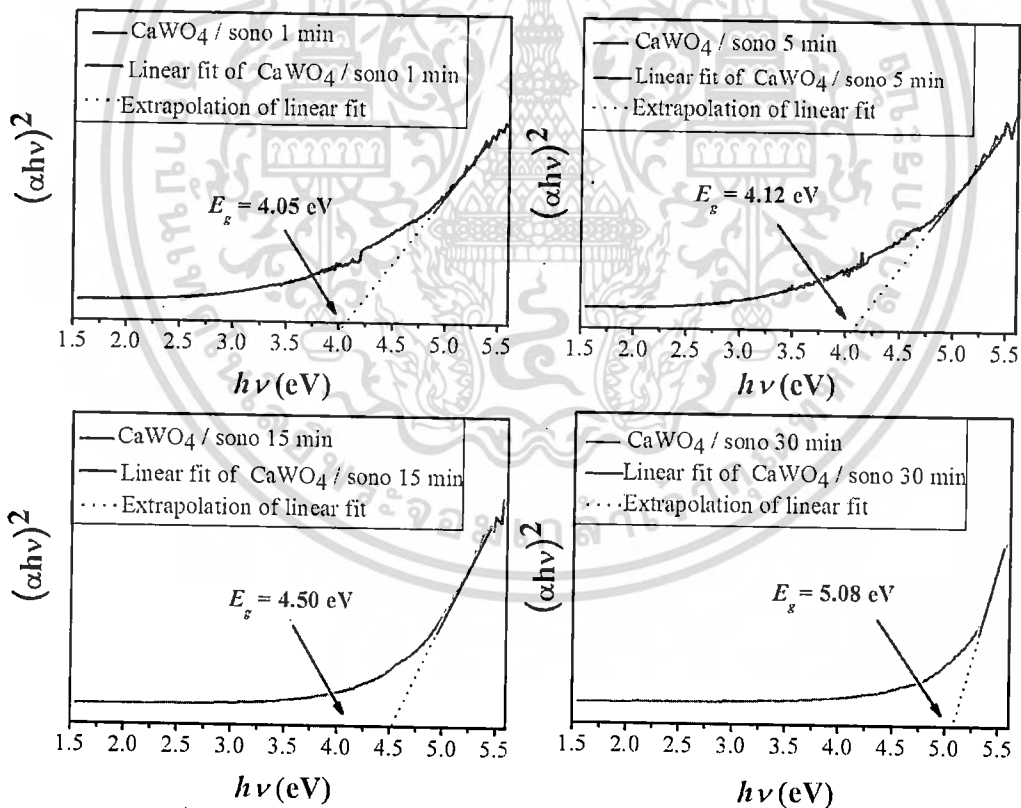
(Transitions forbidden directly) = 3/2 และจากเอกสารอ้างอิงพบว่าโครงสร้างเทพระโกนอลซีไลต์มีค่า $n = 1/2$ โดยสารเคลือบทั้งหมดที่มีโครงสร้างแบบเทพระโกนอลซีไลต์ มีค่า n เท่ากับ 1/2 เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงในชั้นแถบอิเล็กทรอนิกส์เป็นแบบยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง โดยค่าสัมประสิทธิ์การดูดซึมของแสงจะคำนวณได้จากสมการที่ 4.4 ดังนี้

$$\alpha = -\ln T/d \tag{4.4}$$

เมื่อ T คือ ค่าการส่องผ่านของแสง (optical transmittance)

d คือ ระยะทางที่แสงผ่านเซลล์ใส่สารตัวอย่าง (optical path length through the cuvette)

เมื่อพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อนุมานได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟดังรูปที่ 14 ซึ่งค่าช่องว่างของแถบพลังงานที่ได้มีค่าประมาณ 4.05 4.12 4.50 และ 5.08 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับเวลาโซโนที่ 1 5 15 และ 30 นาที

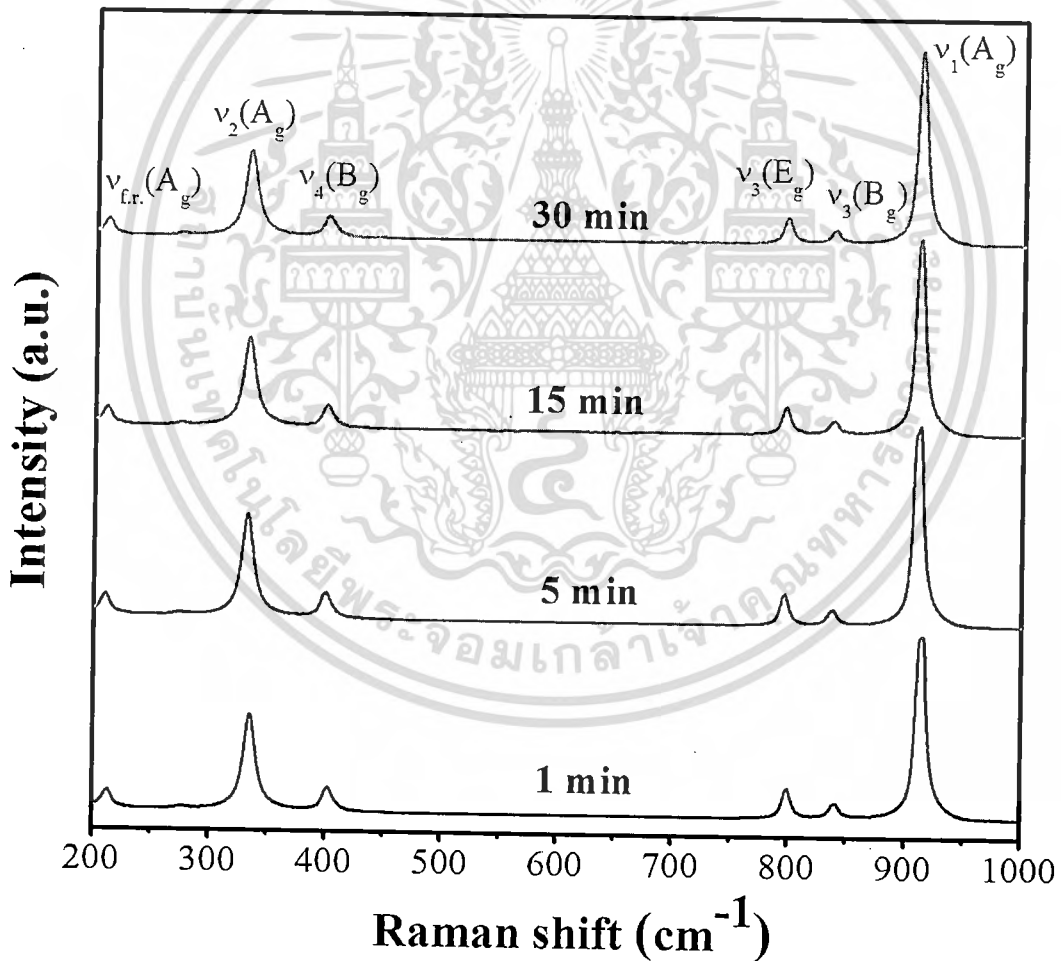


รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน ของผงเคลือบทั้งหมดที่สังเคราะห์จากวิธี โซโนเคมีโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

4.2 การสังเคราะห์ผงผลึกแคลเซียมทั้งสเตรตจากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

4.2.1 ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

รามานสเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสเตรต (CaWO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายแสดงดังรูปที่ 4.10 โดยโหมดการสั่นที่พบในรามานสเปกตรัม คือ $3A_g$, $5B_g$ และ $5E_g$ ซึ่งพิกที่พบส่วนใหญ่เป็นการสั่นแบบสมมาตรในโครงสร้างเตตระฮีดรัลในโมเลกุล $[\text{WO}_4]^{2-}$ และพบหนึ่งพิกเป็นการหมุนแบบอิสระ (free rotation) ในแกน z รวมพิกที่พบทั้งหมด 6 พิก คือ $\nu_1(A_g)$, $\nu_3(B_g)$, $\nu_3(E_g)$, $\nu_4(B_g)$, $\nu_2(A_g)$ และ $\nu_{f.r.}(A_g)$ จากรูปจะเห็นว่ารามานสเปกตรัมที่ได้ไม่มีการเลื่อน (Shift) ของพิกที่เวลาโซโนที่แตกต่างกัน

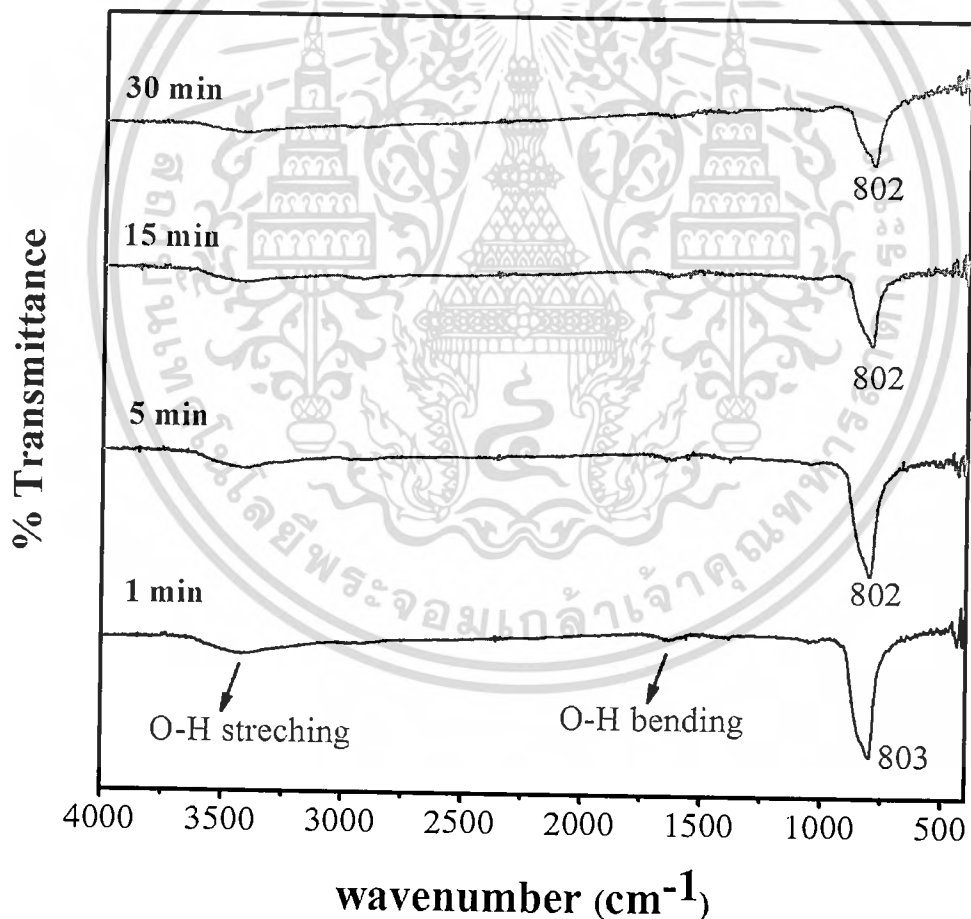


รูปที่ 4.10 แสดงรามานสเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสเตรตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดย

ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

4.2.2 ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

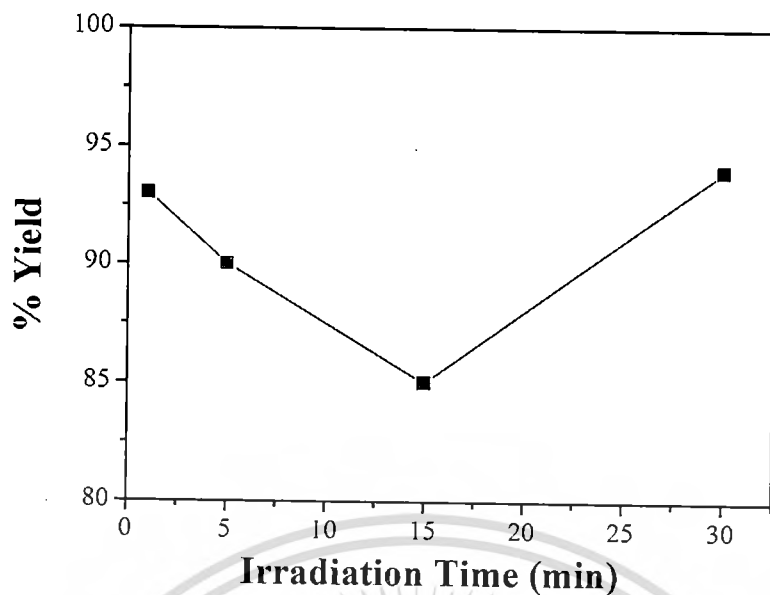
จากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ สำหรับผงลิกแคลเซียมทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายที่เวลา 1 5 15 และ 30 นาที แสดงดังรูปที่ 4.11 พบพีกการสั่นแบบยืดหดของพันธะแบบไม่สมมาตรของ W-O ในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ ที่มีการดูดกลืนสูงที่เลขคลื่น 803 802 802 และ 802 cm^{-1} ตามลำดับ และพบพีกการสั่นแบบงอที่มีการดูดกลืนต่ำที่เลขคลื่น 445 443 443 และ 442 cm^{-1} ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบดิ่งยืดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของโมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3445 และ 1642 cm^{-1} ตามลำดับ



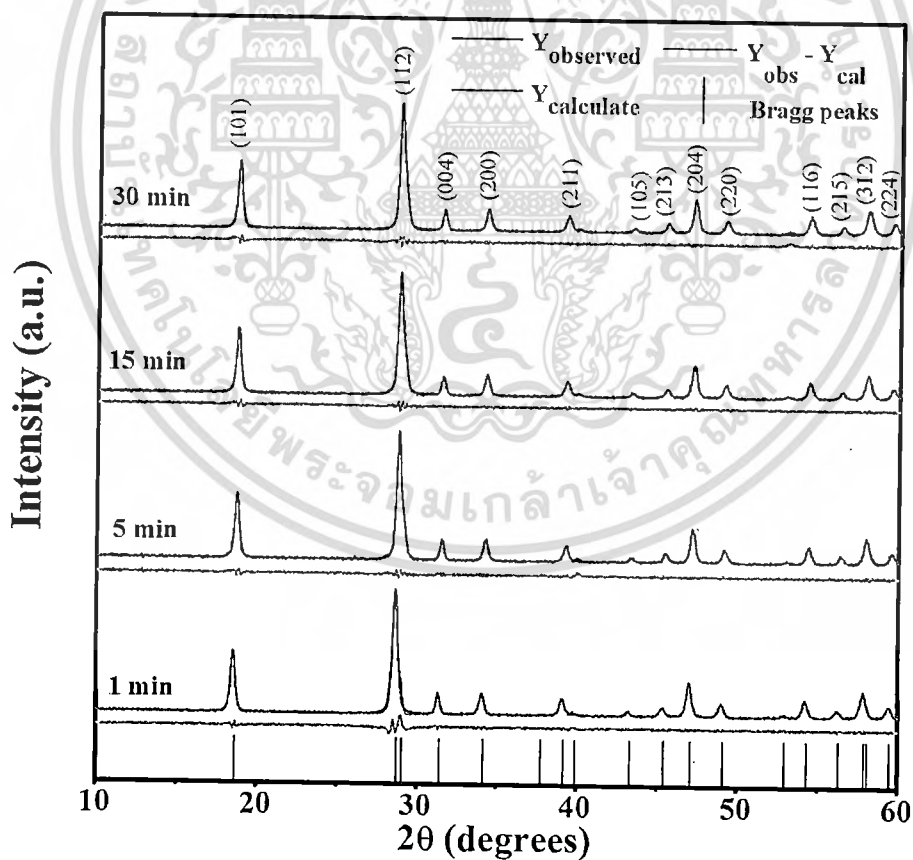
รูปที่ 4.11 แสดงฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของผงแคลเซียมทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

4.2.3 ผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งพบว่าแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายมีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนอลซีไลต์เมื่อเปรียบเทียบกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS NO.41-1431 ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมีพบว่าไม่มีฟีกแปลกปลอมเกิดขึ้นและไม่มีการเลื่อนของฟีกที่เวลาการทำโซโนแตกต่างกัน อีกทั้งพบว่าสามารถสังเคราะห์เฟสบริสุทธิ์ของผลึกแคลเซียมทั้งสแตตได้ที่เวลาโซโน 1 นาที และจากการคำนวณเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่เวลาโซโนต่างๆพบว่ามีค่ามากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังรูปที่ 4.12 เมื่อใช้โปรแกรม FULLPROF เพื่อเปรียบเทียบผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการโซเคมีกับผลจากรูปแบบจำลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งสแตตที่คำนวณได้ทางทฤษฎี ดังรูปที่ 4.13 โดยเส้นสีดำ คือ ผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการโซเคมี เส้นสีแดง คือ ผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมทั้งสแตตที่คำนวณได้ทางทฤษฎี เส้นสีเขียว คือ ความแตกต่างระหว่างผลที่ได้จากการทดลองกับผลทางทฤษฎี และเส้นสีม่วง คือ ระนาบที่ได้จากไฟล์มาตรฐาน JCPDS NO.41-1431 เพื่อเป็นการยืนยันความน่าเชื่อถือของงานวิจัยนี้ จะเห็นได้จากค่าไคสแควร์ (chi-squared value; χ^2) ซึ่งเป็นค่าความแตกต่างระหว่างผลที่ได้จากการทดลองกับผลทางทฤษฎีนั้นควรมีค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 3 ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ และจากการคำนวณค่าคงที่แลตทิซด้วยโปรแกรม FULLPROF พบว่าในการสังเคราะห์แคลเซียมทั้งสแตตจากวิธีโซโนเคมีได้ค่าคงที่แลตทิซไม่แตกต่างกัน โดยได้แสดงค่าคงที่แลตทิซไว้ในตารางที่ 2 จากนั้นได้คำนวณขนาดผลึก (Crystalline size) จากสมการของเชอเรอร์ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.2



รูปที่ 4.12 กราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกับเวลา โชนของแคลเซียมทั้งสแตคที่สังเคราะห์จากวิธี โชนเคมี โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย



รูปที่ 4.13 แสดงรูปแบบจำลองการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแคลเซียมทั้งสแตคที่สังเคราะห์จากวิธี โชน

เคมี โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 46 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ค่าคงที่แลตทิซ (Lattice parameters) ที่คำนวณจากโปรแกรม FULLPROF ของแคลเซียม ทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากวิธี โซ โนเคมี โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

เวลาในการทำ โซ โน (นาทึ)	ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameters)		χ^2	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
	a	c		
1	5.238 ± 0.002	11.389 ± 0.003	1.27	20.00 ± 2.81
5	5.243 ± 0.001	11.370 ± 0.004	1.63	21.26 ± 3.37
15	5.235 ± 0.001	11.369 ± 0.003	2.11	19.19 ± 2.56
30	5.240 ± 0.001	11.379 ± 0.005	2.34	20.58 ± 2.98

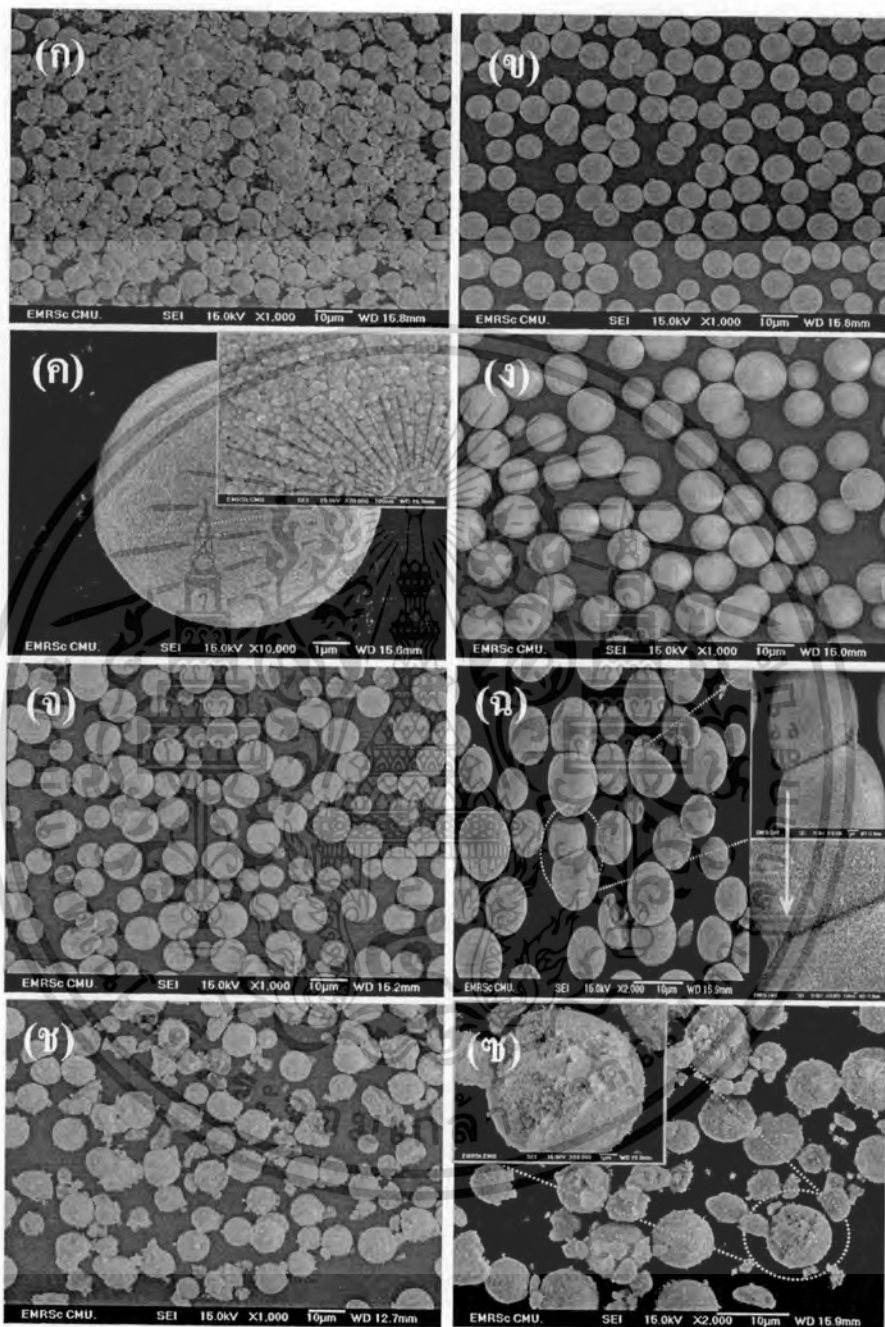
4.2.4 ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปที่ 4.14 โดยรูปที่ 14(ก) แสดงผงของสารแคลเซียมทั้งสแตตที่ได้โดยไม่ใช้การโซ โนเคมี จะเห็นได้ว่าผงมีลักษณะรูปร่างที่หลากหลาย มีอนุภาคระดับนาโนเมตรและไม่ไมโครเมตรเกาะกลุ่มกันอย่างไม่เป็นระเบียบ ทำให้ไม่มีความเป็นรูปแบบเดียวกันและยากต่อการหาขนาดอนุภาคเฉลี่ย ส่งผลให้มีการกระจายตัวของอนุภาคที่กว้างมาก รูปที่ 14(ข) แสดงผงแคลเซียมทั้งสแตตที่เวลาโซ โน 1 นาที เห็นได้ชัดว่าลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมที่มีรูปแบบค่อนข้างใกล้เคียงกัน และกระจายตัวเป็นอนุภาคเดี่ยวที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 7.59 ± 1.20 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 15(ซ้าย) และเมื่อขยายภาพอนุภาคหนึ่งอนุภาคจะเห็นได้ชัดว่าทรงกลมที่ได้ถูกประกอบขึ้นจากอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโนเมตรที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 52.87 ± 1.39 นาโนเมตรแสดงดังรูปที่ 14(ค) จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาโซ โนเป็น 5 นาที (รูป 14(ง)) พบว่าลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมที่มีการกระจายตัวเป็นอนุภาคเดี่ยวที่ชัดเจนกว่าและขนาดใหญ่ขึ้นกว่าที่เวลาโซ โน 1 นาที มีการกระจายตัวของอนุภาคที่แคบมากโดยมีขนาดอนุภาคประมาณ 11.20 ± 1.07 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 15(ขวา) ต่อมาที่เวลาโซ โน 15 นาที (รูป 14(จ)) อนุภาคมีลักษณะไม่เป็นทรงกลมที่กระจายตัวแบบเดี่ยว แต่มีลักษณะรวมกันระหว่างอนุภาคเล็กและเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 47 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อนุภาคใหญ่ในระดับไมโครเมตร มีการเกาะกลุ่มกันเป็นบางบริเวณ และส่วนใหญ่มีการเชื่อมติดกันระหว่างสองอนุภาคคล้ายเป็นคอ (necking) เกิดขึ้น (รูป 14(ฉ)) และสุดท้ายเมื่อเพิ่มเวลาไซโนเป็น 30 นาที (รูป 14(ซ)) พบว่าอนุภาคไม่เป็นทรงกลมแต่มีลักษณะเหมือนแตกออกเป็นกลุ่มอนุภาคนาโนกลุ่มเล็กๆที่บริเวณพื้นผิวของอนุภาคทรงกลมระดับไมโครเมตร (รูป 14(ซ))

จากนั้นเมื่อพิจารณากลไกการเติบโตของผลึกแคลเซียมทั้งสแตคที่ระยะเวลาการแพร่คลื่นไซโนต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.16 เริ่มต้นเมื่อผสมสารละลายสารตั้งต้นที่มีไอออนของแคลเซียมและทั้งสแตคไอออนทั้งสองจะเกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าและรวมตัวกันเป็นนิวคลีโอของแคลเซียมทั้งสแตคเพื่อลดพลังงานพื้นผิว ต่อมาเมื่อให้เวลาไซโน 1 นาที อนุภาคที่มีขนาดระดับนาโนเมตรเกิดการเรียงตัวเป็นกลุ่มก้อนอย่างหลวม ๆ แบบไม่เสถียร โดยเป็นที่รู้กันดีว่ากระบวนการควิเตชันหรือกระบวนการแตกของฟองอากาศในสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายสามารถทำให้เกิดสายพันธุ์อนุมูลอิสระ (radical species) เมื่อเกิดปฏิกิริยากับไอออนของออกซิเจน อันได้แก่ H_2O_2 , H_2O เป็นต้น ซึ่งอนุมูลอิสระเหล่านี้จะก่อให้เกิดหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของอนุภาคนาโนแคลเซียมทั้งสแตค ส่งผลให้เกิดการเนบและเกาะกลุ่มกันระหว่างกลุ่มก้อนอนุภาคนาโนที่ไม่เสถียรกลายเป็นอนุภาคแคลเซียมทั้งสแตคขนาดไมโครเมตรที่ค่อนข้างกระจายตัวแบบเดี่ยว (monodispersed microspheres) จากนั้นเมื่อเวลาไซโนเพิ่มขึ้นเป็น 5 นาที อนุภาคแคลเซียมทั้งสแตคขนาดไมโครเมตรมีการกระจายตัวแบบเดี่ยวมากขึ้นและมีขนาดใหญ่ขึ้น อีกทั้งยังมีการกระจายตัวของอนุภาคที่แคบขึ้นอีกด้วย จากนั้นเมื่อเวลาไซโนเพิ่มขึ้นเป็น 15 นาที อนุภาคมีลักษณะเชื่อมติดกัน (necking) บริเวณที่พื้นผิวระหว่างสองอนุภาค เนื่องจากคลื่นกระแทก (shock waves) ที่ถูกสร้างขึ้นในกระบวนการควิเตชันสามารถทำให้เกิดผลทางกายภาพคือการเคลื่อนย้ายมวล โดยคลื่นกระแทกนี้จะขับเคลื่อนอนุภาคขนาดไมโครเมตรที่กระจายตัวแบบเดี่ยวไปชนกับอีกอนุภาคหนึ่งที่ลอยอยู่ในสารละลาย ถ้ายิ่งให้ระยะเวลาไซโนมากขึ้นก็มีโอกาสชนกันมากขึ้น ต่อมาที่เวลาไซโน 30 นาที อนุภาคจะชนกันมากขึ้นทำให้บริเวณที่อนุภาคเชื่อมติดกันแตกออก ลักษณะของผลึกที่ได้เป็นผิวขรุขระมีการกระจายตัวของอนุภาคที่กว้างมาก โดยความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่เวลาไซโนต่างๆ แสดงดังรูปที่ 14.7 ซึ่งเป็นที่รู้กันดีอยู่แล้วว่าผลึกฟอสเฟอร์ที่มีรูปร่างลักษณะสัณฐานเป็นแบบทรงกลมระดับไมโครเมตรที่กระจายตัวอนุภาคแบบเดียวนั้นเหมาะสมกับการนำไปประยุกต์ใช้งานในเชิงพานิชย์อย่างมาก เนื่องจากมีความหนาแน่นของการบรรจุที่สูง (high packing density) มีการกระเจิงและการดูดซึมแสงซ้ำ (scattering and re-absorption of light) ส่งผลให้มีประสิทธิภาพการเปล่งแสงและความละเอียดที่สูงกว่า ซึ่งผลึกแคลเซียมทั้งสแตคที่สังเคราะห์ขึ้นโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวละลายมี

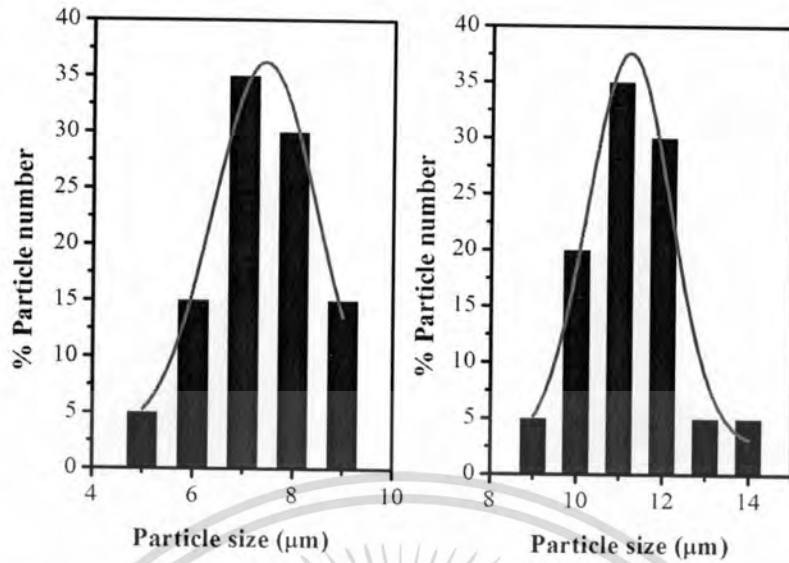
อนุภาคทรงกลมขนาดระดับไมโครเมตรที่มีการกระจายตัวแบบเดี่ยว ซึ่งมีลักษณะที่เหมาะสมกับการนำไปประยุกต์ใช้งาน



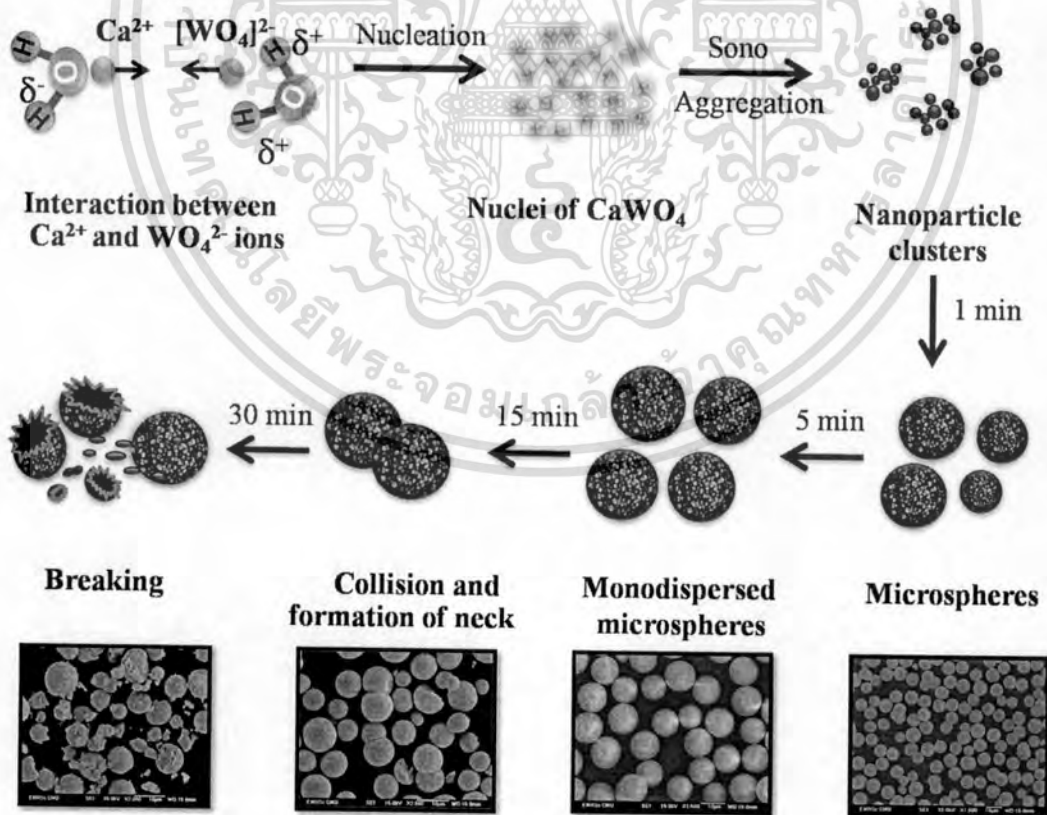
รูปที่ 4.14 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงแคลเซียมทั้งสแตดที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายที่เวลา (ก) ผงที่ไม่ผ่านการโซโน (ข) โซโน 1 นาที (ค) ขยายหนึ่งอนุภาคที่โซโน 1 นาที (ง) โซโน 5 นาที (จ) โซโน 15 นาที (ฉ) ขยายที่โซโน 15 นาที (ช) โซโน 30 นาที

และ (ซ) ขยายที่โซโน 30 นาที

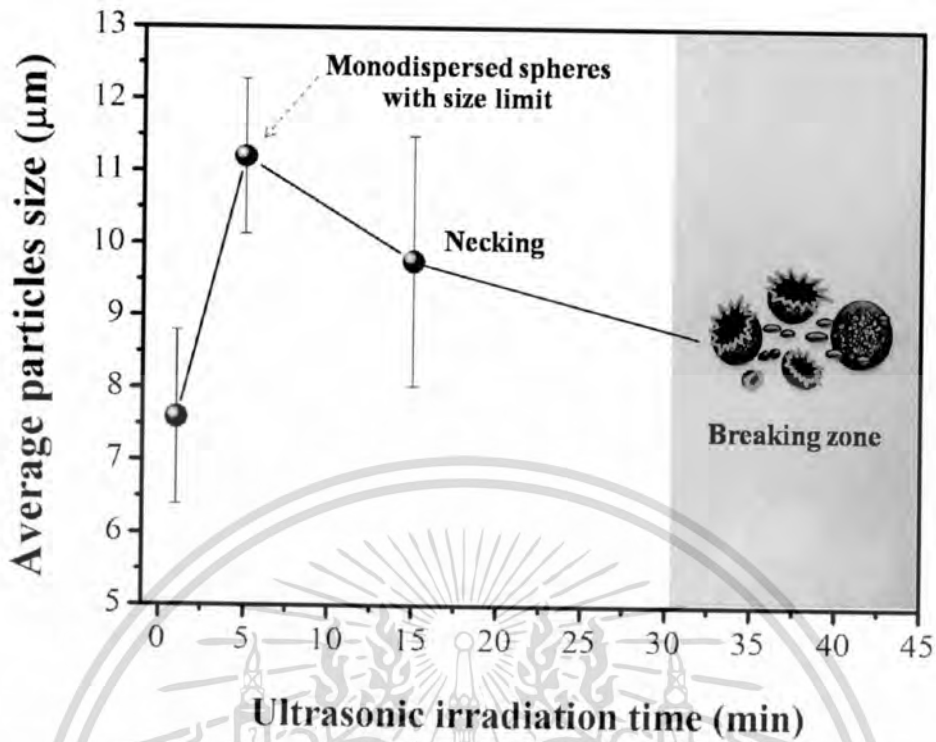
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา ๔๙ ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของผงแคลเซียมทั้งสแตคที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายที่เวลาโซโน 1 นาที (ซ้าย) และ 5 นาที (ขวา)



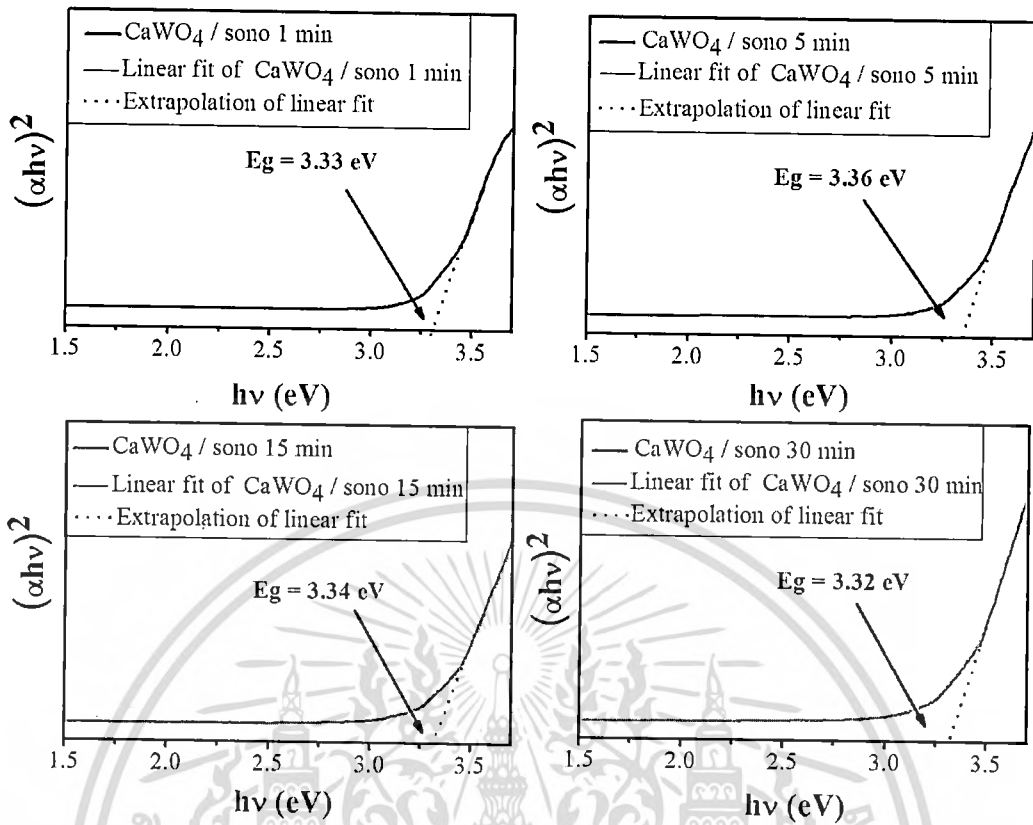
รูปที่ 4.16 แสดงกลไกการเติบโตของผลึกแคลเซียมทั้งสแตคที่ระยะเวลาการโซโนต่างๆ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 50 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 14.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่เวลาโซนต่างๆ

4.2.5 ผลจากการวัดการดูดกลืนแสงของสารด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc เมื่อพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อนุমানได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟดังรูปที่ 14.8 ซึ่งค่าช่องว่างของแถบพลังงานที่ได้มีค่าประมาณ 3.33 3.36 3.34 และ 3.32 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับเวลาโซนที่ 1 5 15 และ 30 นาทีตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบค่าช่องว่างของแถบพลังงานที่ได้พบว่ามีความใกล้เคียงกัน เนื่องขนาดอนุภาคของผลึกที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

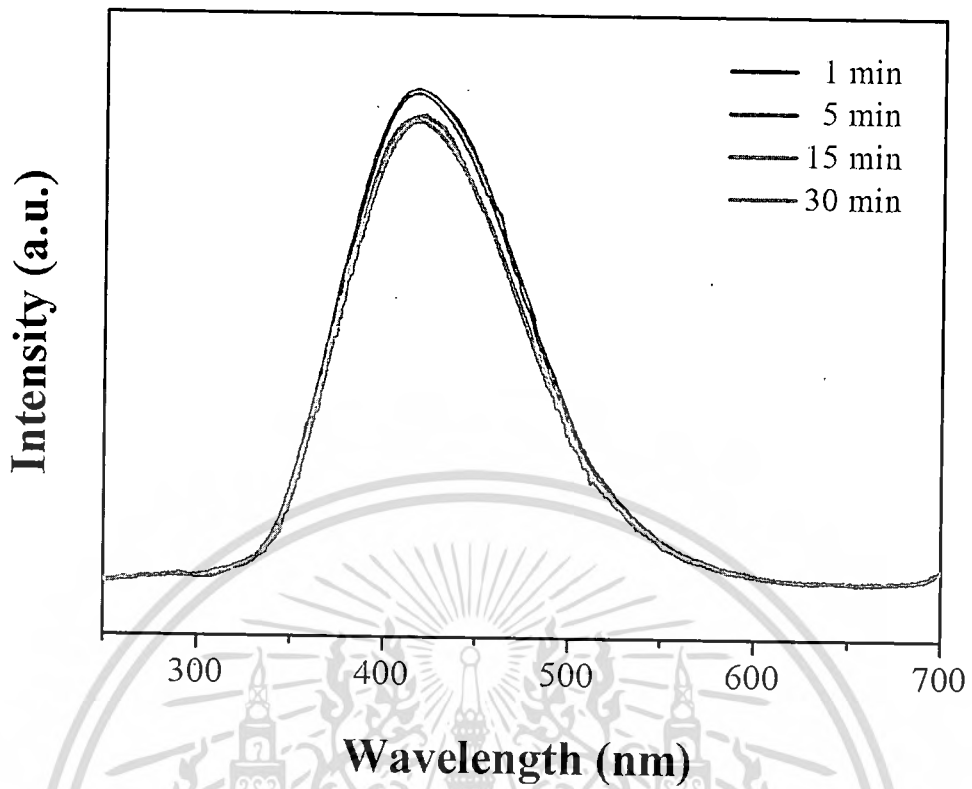


รูปที่ 14.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน ของผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

4.2.6 ผลจากการวัดสมบัติการคายแสงของสารด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fluorescence Spectrophotometer)

การวัดสมบัติการคายแสงของสารนี้เพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยใช้ความยาวคลื่นที่กระตุ้น (excitation wavelength; λ_{ex}) คือ 253 นาโนเมตร และทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง จากรูปที่ 14.9 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ซึ่งพิกการคายมีลักษณะอ้วนโค้งและค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 420 นาโนเมตร หรือประมาณ 2.87 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ เมื่อเปรียบเทียบค่าความยาวคลื่นที่คายแสงที่ได้พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน เนื่องรูปร่างลักษณะสัณฐานและขนาดอนุภาคของผงผลึกที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 52 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 14.9 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของผงเคลือบทั้งหมดที่สังเคราะห์จากวิธีโซโนเคมีโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการสังเคราะห์ผงผลึกแคลเซียมทังสเตต (CaWO_4) จากกระบวนการโซโนเคมี โดยศึกษาอิทธิพลของชนิดตัวทำละลายที่ต่างกันระหว่างน้ำปราศจากไอออนและเอทิลีนไกลคอล และศึกษาผลของระยะเวลาโซโนที่แตกต่างกัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคต่างๆดังนี้ จากผลการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปคโตรโฟโตมิเตอร์และผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรมิเตอร์ พบพิกการสั่นแบบยืดหดของพันธะในโมเลกุล ของการสั่นแบบสมมาตรและไม่สมมาตรของพันธะระหว่าง W-O ในโมเลกุลไอออนของทังสเตต ($[\text{WO}_4]^{2-}$) จากผลตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เมื่อเปรียบเทียบกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS No.41-1431 ซึ่งพบว่าแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนอลชีไลต์ (tetragonal scheelite structure) จากนั้นตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าผงแคลเซียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายจะให้ขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย เพราะมวลโมเลกุลของเอทิลีนไกลคอลมากกว่าน้ำทำให้ถูกกีดกันจากโมเลกุลไอออนขนาดใหญ่ของตัวทำละลาย ส่งผลให้ผลึกที่เกิดขึ้นรวมตัวกันเป็นผลึกที่ใหญ่ขึ้นได้ยาก โดยข้อมูลของตัวทำละลายที่เลือกใช้สรุปดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 แสดงสมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่เลือกใช้ในการทดลอง

สมบัติทางกายภาพ	ตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง	
	น้ำปราศจากไอออน	เอทิลีนไกลคอล
สูตรโมเลกุล	H_2O	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$
มวลโมเลกุล	18.02	62.07
จุดเดือด ($^{\circ}\text{C}$)	100	197.3
ความหนาแน่น (g cm^{-3} , 20°C)	0.997	1.1132

และผลจากการตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโตรฟลูออโรมิเตอร์ พบว่าผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายให้ความเข้มของการคายแสงต่ำกว่าการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า ซึ่งผงแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์ได้ทุกตัวนั้นให้การคายแสงในช่วงสีฟ้าที่ความยาวคลื่นประมาณ 420-426 นาโนเมตร และผลจากการวัดการดูดกลืนแสงพบว่าช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy gap; E_g) พบว่าผงผลึกของแคลเซียมทั้งสแตตที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีค่ามากกว่าผงผลึกที่ใช้ น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า

ขนาดอนุภาคของผงผลึกแคลเซียมทั้งสแตตที่ใช้เอทิลีนไกลคอลจะมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรเหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้สำหรับสมบัติทางแสงด้านอื่นๆ เนื่องจากสมบัติทางด้านแสงเปลี่ยนแปลงไปเมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงในระดับนาโน แต่อย่างไรก็ตามลักษณะของผงผลึกแคลเซียมทั้งสแตตที่ได้จากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายจะมีลักษณะกระจายตัวแบบเดี่ยวที่มีขนาดระดับไมโครเมตรซึ่งเหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งานสำหรับเป็นวัสดุเชิงพานิชมากกว่า

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. เนื่องจากเครื่องไซโนเคมีมีข้อจำกัดในการปรับเปลี่ยนตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ศึกษาในการสังเคราะห์สาร ซึ่งปรับเปลี่ยนตัวแปรได้แค่สองอย่างคือ เวลาไซโนและแอมพลิจูด ดังนั้นจึงคิดว่าในการใช้วิธีไซโนในครั้งต่อไปควรศึกษาตัวทำละลายที่ใช้สังเคราะห์สารและศึกษาผลของสารที่สังเคราะห์ได้เมื่อเปลี่ยนแอมพลิจูด
2. เนื่องจากตัวทำละลายมีผลต่อขนาดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นในการทำการวิจัยในครั้งต่อไปควรศึกษาผลของตัวทำละลายอื่นๆที่ทำให้ขนาดอนุภาคเล็กกว่า 10 นาโนเมตร เพราะถ้าหากเราควบคุมขนาดอนุภาคได้จะทำให้สามารถควบคุมการคายแสงของแคลเซียมทั้งสแตตได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

- [1] William M. Yen, Shigeo Shionoya, Hajime Yamamoto. 2007. Phosphor handbook. Boca Raton.
- [2] L. Suna, M. Cao, Y. Wang, G. Suna and C.Hu, Journal of Crystal Growth.289(2006)231–235.
- [3] T. Thongtem, S. Kungwankunakorn, B. Kuntalue, A Phuruangrat and Somchai Thongtem, Journal of Alloys and Compounds.506(2010)475–481.
- [4] Y. Tian , Y. Liu, R. Hua, L. Na, B.Chen , Materials Research Bulletin. 47(2012)59–62.
- [5] Y. Wang, J. Ma, J. Tao, X. Zhu, J. Zhou, Z.Zhao, L. Xie and H. Tian,Materials Letters. 60(2006)291 – 293.
- [6] S.J. Chen, J. Li, X.T. Chen, J.M. Hong, Z. Xue and X.Z. You, Journal of Crystal Growth.253(2003)361–365.
- [7] K.G. Sharma, N.R. Singh, Journal of Rare Earths.30(2012).
- [8] P. Parhi, T.N. Karthik and V. Manivannan, Journal of Alloys and Compounds.465(2008)380–386.
- [9] H. Pan, M. Hojamberdiev and G. Zhu, Journal Mater Science.47(2012)746–753.
- [10] T. Thongtem, A. Phuruangrat and S.Thongtem, Journal of ceramics processing Research. 9(2008)258-261.
- [11] J. Liao , B. Qiu , H. Wen and W. You, Optical Materials.31(2009)1513-1516.
- [12] T. Thongtem , S. Kaowphong and S. Thongtem, Applied surface science.254(2008)7765-7769.
- [13] T. Thongtem ,A. Phuruangrat, S. Thongtem, Applied Surface Science 254 (2008) 7581–7585.
- [14] [Online]. Available from: <http://physics.science.cmu.ac.th/courses/210351/Large%205.pdf>
- [15] [Online]. Available from: [http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/2e/](http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/2e/Scintillation_Counter_Schematic.jpg)

Scintillation_Counter_Schematic.jpg

- [16] [Online]. Available from : http://www.oknation.net/blog/home/blog_data/178/25178/images/3_12_52Light/fluorescent.jpg
- [17] Kenneth S.Suslick. 1989. The Chemical Effects of Ultrasound. SCIENTIFIC AMERICAN. 80-86.
- [18] [Online]. Available from : http://www.hielscher.com/image/7xui1000hd_flowcell_p0200.jpg
- [19] Jinku Liu, Qingsheng Wu and Yaping Ding, Journal of Crystal Growth. 279(2005)410–414.
- [20] Sulawan Kaowphong, Titipun Thongtem and Somchai Thongtem, Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 11(2010)432- 436.
- [21] Ming Xu, Yi-nong Lu , Yun-fei Liu, Shu-zhe Shi, Tong-sheng Qian and Dou-you Lu, Powder Technology. 161(2006)185–189.
- [22] Anukorn Phuruangrat ,Titipun Thongtem and Somchai Thongtem, Current Applied Physics.10(2010)342–345.
- [23] [Online]. Available from : http://www.chemistry.sc.chula.ac.th/course_info/2302265/Spectro.pdf
- [24] แม้น อมรสิทธิ์และคณะ. 2554. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ.พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ : ชวนพิมพ์ 50 จำกัด
- [25] [Online]. Available from: http://www.chemistry.sc.chula.ac.th/course_info/2302275/spectro-IR.pdf
- [26] [Online]. Available from: http://www.chemistry.sc.chula.ac.th/course_info/2302275/spectro-IR.pdf
- [27] [Online]. Available from: <http://chem.flas.kps.ku.ac.th/SLIDE/SLIDE-01403412-Raman-spectroscopy.pdf>
- [28] [Online]. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009254112003129>

- [29] [Online]. Available from: <http://nuc2011.wordpress.com/2011/05/03/%E0%B8%81%E0%B8%B2%E0%B8%A3%E0%B8%81%E0%B8%A3%E0%B8%B0%E0%B9%80%E0%B8%88%E0%B8%B4%E0%B8%87%E0%B8%99%E0%B8%B4%E0%B8%A7%E0%B8%95%E0%B8%A3%E0%B8%AD%E0%B8%99%E0%B8%81%E0%B8%B1%E0%B8%9A%E0%B8%81%E0%B8%B2/>
- [30] [Online]. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0009254112003129>
- [31] [Online]. Available from: <http://www.mfu.ac.th/center/stic/stic2012/index.php/component/k2/itemlist/tag/Physical%20Analysis>
- [32] [Online]. Available from : <http://web.uvic.ca/ail/techniques/epi-fluorescence.html>
- [33] [Online]. Available from : http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/color-light/page4_4.html
- [34] [Online]. Available from : <http://www.aquatoyou.com/images/watersingle-beam.jpg>
- [35] [Online]. Available from : <http://www.mfu.ac.th/center/stic/images/articles/UVuv01.jpg>



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



Rajamangala University of Technology Phra Nakhon,
399 Samsen road, Vajira payaban, Dusit, Bangkok 10300, Thailand
Tel. +662-282-0014, +662-282-9009-15,
Fax: +662-628-5210
Web site: <http://www.rmutp.ac.th>

Dear Surasak Niemchareon,

**The 5th RMUTP International Conference on Science, Technology and
Innovation for Sustainable Development: *the road towards a green future***
Pullman Bangkok King Power, Bangkok, Thailand, 17 - 18 July 2014

Thank you very much for the submission of your abstract entitled:

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CALCIUM TUNGSTATE
(CaWO₄) NANOPARTICLE VIA A SONOCHEMICAL PROCESS**

by

**Jira Janbua, Jitkasame Mayamae, Supamas Wirunchit,
Surasak Niemchareon and Naratip Vittayakorn***

We are pleased to inform you that your paper has been accepted for:

ORAL PRESENTATION

**Abstract ID : 21
Oral ID : O1-2-3**

Please do not forget to book your flights and hotel accommodation (if applicable) if you have not already done so. Thank you once again for supporting the Conference.

Yours sincerely,

Paisan Kanthang,
Conference Committee

© The 5th RMUTP International Conference on Science, Technology and
Innovation for Sustainable Development:

the road towards a green future

Website: <http://iconsci.rmutp.ac.th/>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Directed synthesis, growth process and optical properties of monodispersed CaWO_4 microspheres via a sonochemical route

Jira Janbua¹, Jitkasem Mayamae¹, Supamas Wirunchit¹, Rattanaï Baitahe¹
and Naratip Vittayakorn^{1,2,3*}

¹Electroceramic Research Laboratory, College of Nanotechnology, King Mongkut's
Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

²Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of
Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

³Advanced Materials Science Research Unit, Faculty of Science, King Mongkut's
Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

*Corresponding author. E-mail: naratipcmu@yahoo.com

Abstract

Monodispersed calcium tungstate (CaWO_4) microspheres were synthesized successfully via a sonochemical process in deionized (DI) water. The functional group and phase formation analyses were carried out using Fourier transform infrared (FT-IR) and X-ray diffraction (XRD), respectively. XRD revealed that all samples were of pure tetragonal scheelite structure. FT-IR and Raman analysis exhibited a W-O stretching peak of molecular $[\text{WO}_4]^{2-}$, which related to the scheelite structure. The effect of ultrasonic irradiation times in the sonochemical process was investigated briefly for 1, 5, 15 and 30 min. The shape of the particles was revealed as spherically monodispersed with narrow size distribution and uniform features at the ultrasonic time of 5 min. This study also found that the spherical surface was composed of tightly packed nanospheres subunits. A possible mechanism for the formation of CaWO_4 powders with a different ultrasonic time was discussed in detail. Optical

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

properties showed blue light emission at a wavelength of around 426 nm and an optical energy gap (E_g) value of 3.32 - 3.36 eV.

Keywords: sonochemical, monodispersed CaWO_4 microspheres, tetragonal scheelite, optical energy gap (E_g)

Introduction

The tetragonal scheelite structure and space group $I4_1/a$ of Calcium tungstate (CaWO_4) has a Ca and W ion in 8-fold, and tetrahedral site of oxygen coordination, respectively.¹ It is well known that CaWO_4 with a scheelite structure is a commercially important material with luminescence properties [1-3]. It has been used as blue phosphor (433 nm) in laser host materials [4-6,7], quantum electronics, scintillators in medical devices [1,3-5], and oscilloscopes [1,3-5]. Phosphors made up from monodispersed and microsized spherical morphology are known to be suitable for application because they have higher packing density, scattering and re-absorption of light lower than in small spherical particles [8-10]. As a result, they have high resolution, screen brightness and efficiency for better luminescence performance.

However, an ideal morphology of phosphor particles demands a perfect spherical shape, narrow size distribution and non-agglomeration. Therefore, various preparation methods have been developed actively for controlling morphology, size and distribution. For instance, Pan *et al.* [8] synthesized quasi-monodispersed AWO_4 (A=Ca, Sr, and Ba) microspheres with a diameter of about 3 μm by a hydrothermal route at a temperature of 180 $^\circ\text{C}$ for 8 h in the presence of citric acid. However, this method uses a low reaction temperature, but has a long holding time in the synthesis process. Furthermore, monosized CaWO_4 microspheres were obtained by Zhang *et al.* [9] via a large scale solvothermal method (4.4 to 6.8 μm) with a surfactant-assisted solution route, in which either sodium

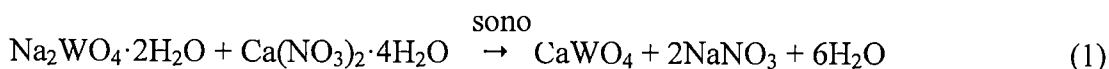
dodecylbenzenesulfonate (SDS) or cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) was used. Their method needed surfactant-assisted solution, which is an expensive reagent and not environmentally friendly, and surfactants must be removed completely to obtain a pure product. This makes the synthetic step more complicated. Over the past few years, the sonochemical process has been applied to applications for synthesis and customization of micro- and nano-structured inorganic and organic materials. The mechanism in this process occurred from acoustic cavitation (the formation, growth, and implosive collapse of bubbles in a liquid). This process has advantages such as uncomplicated steps, low energy consumption, time saving and high purity.

This study reports fast synthesis of nearly monodispersed CaWO_4 microspheres via the sonochemical route by using intermediate solvent as deionized (DI) water, which is environmentally friendly and has no assistance from surfactant or a template. The influence of different ultrasonic irradiation times, crystal structure, optical properties, and microstructure was investigated.

Experimental Procedure

Calcium nitrate tetrahydrate (99% $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) and sodium tungstate dihydrate (99% $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) were purchased from Sigma-Aldrich Reagents Co., Ltd. and used without further purification. In a typical procedure, each 0.0167 mole of $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ was dissolved separately in 50.00 ml of deionized (DI) water by stirring continuously until dissolved completely (transparent solution) and without using adjusted pH value of the starting materials. After that, two solutions were added into the chamber and immersed of ultrasonic probe (3 mm diameter; Ti-horn) with the frequency of pulsed ultrasound waves at 20 kHz and 70 W/cm^2 . The influence of different ultrasonic irradiation

times was applied in the chamber containing mixed substrate solution for 1, 5, 15, and 30 min by the following reaction:



The white precipitate particles were washed with distilled water several times and then absolute ethanol before drying at 90°C for 24 hr. The X-ray diffraction (XRD) patterns of products were characterized by an X-ray diffractometer (D 8 Advance). The morphology of products was obtained by scanning electron microscope (SEM). The vibration mode of the bond in molecules was obtained from Fourier transform infrared (FT-IR spectrum Gx, Perkin Elmer, America) spectra. The sample was recorded in a wavelength range of between 400 and 4,000 cm^{-1} , and a Raman spectrophotometer (DXR smart Raman, Thermo scientific) with Ar laser recorded its wavelength range of between 200 and 1,000 cm^{-1} . The optical properties were investigated, and a portion of emission property was measured by a Cary Eclipse Fluorescence Spectrophotometer (Agilent Technologies) with Xe lamp at room temperature, using an excitation wavelength (λ_{ex}) of 253 nm. A solid sample holder was used as a coated sample. The optical absorbance spectrum was examined by a UV-Vis spectrophotometer (T60, PG Instruments Limited) in the wavelength range of between 200 and 900 nm. The solution samples were prepared via mixing the powder samples in hydrogen peroxide to form a concentrated solution of 2 mM.

Results and discussion

a) Crystal structure

All the diffraction peaks in XRD patterns of the as-prepared CaWO_4 powders were synthesized by the sonochemical method at different ultrasonic irradiation times of 1, 5, 15 and 30 min, and could be indexed to a pure tetragonal scheelite structure ($a = b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) with space group $I4_1/a$, when compare to the Joint Committee on Powder Diffraction

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ลงนามในชื่อของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี เมื่อผู้ยืมได้เห็นและเข้าใจเงื่อนไขการยืมแล้ว
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Standards (JCPDSs) card No.41-1431. Diffraction peaks corresponding to the secondary phase were undetected, and not a shift peak at different sonication times. In addition, it could be found that the intensities of peaks increase when ultrasound treatment time increases, as compared to the curves of four products that indicate better crystallization.¹¹ The percentage yield of the products obtained by this method was about 95%.

The Rietveld refinement method of XRD patterns was performed to CaWO_4 powders using the Fullprof program, as shown in Figure1. This technique is based on the least-squares method,¹² where the theoretical peak patterns are adjusted upwards to converge with the result of measured patterns. It displays various advantages of typical quantitative analysis techniques, which comprise the use of pattern-fitting algorithms, and all lines of each crystallographic phase are considered explicitly. From structural refinement analysis, which provides various data on factors generally checked by quality algorithms of R-factors or chi-squared (χ^2), the difference between the measured and theoretical simulation patterns is considered a way to verify success of the refinement. The χ^2 value is the quality of fit, as the value distinguishes between theoretical simulations and the XRD pattern data result, which is more or less consistent, and this value should approach 1.

Upon inspection of the data, the tetragonal $I4_1/a$ space group and parameters (a, b, c, α , β , and γ) acquired from JCPDS Card No. 41-1431 were chosen for the initial refinement of the model. The fit of the XRD pattern data gave an χ^2 value of 1.27, 1.63, 2.11 and 2.34 for ultrasonic irradiation times of 1, 5, 15 and 30 min, respectively, which agreed well with acceptance for fitting the data. A large match of model intensities in peak variety, position and shape was assumed as correct from resulting refinement. This revealed that the selected space group and parameters were correct, and not that a completely pure phase of CaWO_4 was obtained at a 1 min sonication time, thus suggesting this method is used for a very short

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

time and utilized practically for synthesis of monodispersed CaWO_4 microspheres in field applications. The lattice parameters were calculated by using the Fullprof program, and those obtained were seen as a tetragonal unit cell type with a and c parameter values, as shown in Table 1. When comparing these lattice parameter values with JCPDS Card No. 41-1431 and lattice values from other various methods [3-4,6,13], good and acceptable agreement is found. However, the method in this study has more precise cell parameters than in other techniques, with the least deviation observed.

The Fourier transform infrared (FT-IR) spectra and Raman spectrophotometer were used to characterize the molecular structure of metal tungstate in order to verify the product structure. Typical CaWO_4 had a primitive cell of scheelite structure, which was characterized in its molecule consisting of $[\text{WO}_4]^{2-}$ molecular ionic groups (W metal in the tetrahedral site of O), with a strongly covalent W–O bond. The bonding between the $[\text{WO}_4]^{2-}$ molecular ionic groups and Ca^{2+} cations indicated loosely coupled bonds that were isolated from each other, while the Ca^{2+} was surrounded by eight oxygen ions. CaWO_4 presented a tetragonal structure of the symmetry, C_{4h}^5 , at room temperature. The group theory calculation presented 26 different lattice vibrations for the CaWO_4 in a unit cell, where a zero wavevector can be described by the following equation [3,13-15].

$$\Gamma = 3A_g + 5A_u + 5B_g + 3B_u + 5E_g + 5E_u \quad (2)$$

while only infrared (IR), and Raman active modes are determined by the following equation [3,13-14].

$$\Gamma = 3A_g + 5B_g + 5E_g + 4A_u + 4E_u \quad (3)$$

All even vibrations (A_g , B_g and E_g) are Raman-active modes, while the odd modes (A_u and E_u) are active only in the infrared frequency range. Therefore, a 13 zone-center was expected in the Raman-active modes of CaWO_4 , as presented in the following equation [3,15].

$$\Gamma = 3A_g + 5B_g + 5E_g \quad (4)$$

From the literature, the vibrational modes found in the Raman spectra of CaWO_4 can be classified into two groups consisting of internal and external modes. Internal vibrations correspond to vibrations inside the $[\text{WO}_4]^{2-}$ molecular ionic group, which is considered as a stationary mass center. The lattice phonons or external vibrations are related to motion of the Ca^{2+} cations and rigidly molecular ionic $[\text{WO}_4]^{2-}$. In free space, $[\text{WO}_4]^{2-}$ tetrahedrons have a cubic point symmetry T_d [3,14-15], in which their vibrations are composed of four internal modes, $\nu_1(A_1)$, $\nu_2(E_1)$, $\nu_3(F_2)$ and $\nu_4(F_2)$, with one free rotation mode, $\nu_{f.r.}(F_1)$, and one translation mode (F_2) [3,14-15].

Raman spectra of CaWO_4 powders were obtained at different ultrasonic irradiation times (1, 5, 15 and 30 min), and operated in the wavenumber range of $100\text{--}1,000\text{ cm}^{-1}$ by using Ar laser as an excitation source, as shown in Figure 2. The graph shows six different modes of $\nu_1(A_g)$, $\nu_3(B_g)$, $\nu_3(E_g)$, $\nu_4(B_g)$, $\nu_2(A_g)$, and free rotation of the z axis ($\nu_{f.r.}(A_g)$) occurred at about 914 , 842 , 798 , 404 , 333 and 212 cm^{-1} , respectively. The vibration modes in the Raman spectrum are A_g , B_g and E_g with peaks that are found mainly in internal modes with W-O symmetric stretching vibration in molecular ionic $[\text{WO}_4]^{2-}$ [3].

FT-IR spectra of CaWO_4 powders obtained at different ultrasonic irradiation times (1, 5, 15 and 30 min), and operated at the wavenumber range of $400\text{--}4,000\text{ cm}^{-1}$ are shown in Figure 3. The FT-IR spectrum demonstrated a strong peak at about $802\text{--}803\text{ cm}^{-1}$, which is in accordance with W-O asymmetric stretching vibration in molecular ionic $[\text{WO}_4]^{2-}$ [3], and weak W-O bending at about $430\text{--}460\text{ cm}^{-1}$. Furthermore, O-H stretching and O-H bending

vibration of residual water were detected in product powders at 3,070-3,690 cm^{-1} and 1,620 cm^{-1} [3,16], respectively.

b) Optical Properties

The optical energy gap (E_g) of CaWO_4 powders was obtained from the calculation of their absorbance spectrum in UV-visible range by using Wood and Tauc's equation [3,16], which proposed the following:

$$\alpha h\nu = (h\nu - E_g)^n \quad (5)$$

where α is the optical absorption coefficient, h is the Planck constant, ν is the frequency of photon, E_g is the optical energy gap, and n is a constant that corresponds to the nature of an electronic transition. Transitions allowed directly, forbidden directly, allowed indirectly and forbidden indirectly are $n = 1/2, 3/2, 2$ and 3 , respectively. According to the literature, metal tungstate with a tetragonal scheelite structure has $n=1/2$ because its electronic transition is allowed directly [3,13,17]. The optical absorption coefficient, α , is calculated by using the following equation [13]

$$\alpha = -\ln T/d \quad (6)$$

where T is the optical transmittance and d is the optical path length through the cuvette. The E_g value was determined by extrapolating the straight linear portion of the relative graph between $(\alpha h\nu)^2$ and photon energy ($h\nu$) at an $h\nu$ value of 0. The $(\alpha h\nu)^2$ graph relative to the $h\nu$ value of CaWO_4 powders shows the E_g values at different ultrasonic irradiation times in Figure 4. Increased time makes an E_g value of 3.33, 3.36, 3.34 and 3.32 eV for different ultrasonic irradiation times of 1, 5, 15 and 30 min, respectively. It is noticeable that the E_g values have little difference, due to the range of particle size varying insignificantly.

Fluorescence spectrophotometer is used to confirm the light emission spectrum of CaWO_4 powders. Figure 5 shows the fluorescence spectra of CaWO_4 microsphere powder samples obtained at different sonication times by using an excitation wavelength (λ_{ex}) of 253

nm. The broad peak emission positioned at a wavelength of around 420 nm indicates the direct transition gap of CaWO_4 microparticles. The blue light emission occurred from the ${}^1\text{T}_2 \rightarrow {}^1\text{A}_1$ transition intrinsic molecular anion $[\text{WO}_4]^{2-}$ group cluster [3]. The fluorescence spectrum discovered different intensities that could be the result of various particle sizes and crystallinity [11]. When comparing with the position of peak emission in bulk CaWO_4 , the tetragonal (scheelite) structure has a wavelength of 433 nm (2.87 eV) [18], where good acceptable agreement is found.

c) *Microstructure*

Figure 6(a) shows the products prepared from mixing substance solution, then leaving it until precipitation occurs (without ultrasonic irradiation). The morphology obtained varied greatly, with broad size distribution. The particle sizes were difficult to measure, due to the random aggregation of mixed powder that appeared between spherical particles and spread nanoparticles. Figures 6(b)-(h) show CaWO_4 powders synthesized under different ultrasonic irradiations. Near spherical shape and narrow particle size distribution, with a micron size of the powders, were observed clearly at a radiation time of 1 min [Figure 6(b)]. The average size of the microsphere was about $7.59 \pm 1.20 \mu\text{m}$. When enlarging the image of only one particle [see in Figure 6(c)], the texture of microspheres was composed of aggregated small nanoparticles, with an average particle size of $52.87 \pm 1.39 \text{ nm}$. The mono size with spherical shape was observed clearly at a sonication time of 5 min [see in Figure 6(d)]. The average diameter of the spheres increased to about $11.20 \pm 1.07 \mu\text{m}$. Furthermore, the morphology obtained at the sonication time of 15 min was a mixture of small and large microsphere particles and rarely spherical-shaped [see in Figure 6(e)]. Evidently, the neck between the microsphere particles was observed from this condition. Figure 6(f) shows expansion of the neck with melted nanoparticles on the surface area. When the reaction time increased to 30 min, a very rough surface of microparticles was obtained, as shown in Figure

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6(g). Furthermore, neck point breaking is shown between microspheres, with small clusters of particles that had broken off [see in Figure 6(h)].

Possible growth process and effect of ultrasonic irradiation time

Figure 7 shows a schematic illustration of the growth process of monodispersed CaWO_4 microspheres via the sonochemical process by ultrasonic time-dependent experiments. The precursor solid (as the calcium and tungstate ion source) was hydrolyzed immediately in DI water as solvent in order to create Ca^{2+} and WO_4^{2-} ions. Additionally, Ca^{2+} and WO_4^{2-} species were attracted at the initial formation stage by electrostatic interaction, and formed numerous CaWO_4 nuclei. Subsequently, the mixed solution was irradiated with high-intensity ultrasound (70 W/cm^2 , 20 kHz). Precipitation in the liquid-solid heterogeneous system was accelerated completely by ultrasonic irradiation, which resulted from the acoustic cavitation process (the formation, growth, and implosive collapse of bubbles in a liquid). At the initial state (0 min), primary nanoparticles appeared and tended to aggregate into soft nanoparticle clusters in order to reduce each other's surface energy. With increasing ultrasonic time to 1 min, CaWO_4 microspheres were assembled by unstable nanoparticle cluster orientation. As seen, each microsphere is consisted of numerous tightly packed nanospheres resulting in rough surfaces. It has been known that collapse of bubbles created OH^\cdot and H^\cdot radical species via sonolysis of water in an aqueous solution and it prefer to yield to form as H_2O_2 , H_2O etc. From previous observation [19], hydroxyl groups (-OH) was produced from radical species prefer to react with oxygen ions and also H_2O_2 likely to decompose on the surface of metal oxide particles. These hydroxyl groups on surface of CaWO_4 nanoparticles promote the self-attachment between the unstable nanoparticles resulting to aggregate to single microspheres with surface consist of nanospheres. We consider that high-intensity ultrasound irradiation also to play an important role in the

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

formation of products leading to the microspherization process [20-21]. The result of this study is similar to that of Xu et al. [21,23], in which prepared polysaccharide-based and chitosan microspheres used the single-step sonochemical method. However, the morphology of CaWO_4 in this work are quite difference from that reported by Yang et.al [22]. The difference in morphology might be attributed to the difference synthesis parameters such as ultrasonic frequency, pH value and ultrasonication mode [22]. At 5 min of sonication time, stable monodispersed microspheres would steadily aggregate for mostly narrow particle size distribution. The diameter of these particles became larger simultaneously to a critical size limit that could not be exceeded. The critical size limit of the microspheres particle in this work is about $11.20 \pm 1.07 \mu\text{m}$. The critical size limit of the particle is strongly depends on many factors such as ultrasonic frequency, velocity of interparticle collisions and shock waves generated by cavitation in liquids irradiated with ultrasound [24]. These shock waves can induce physical effect, especially by increasing mass transport. Shock waves through the microsphere particles can expedite and drive microparticles suspended in liquid into one another, and these collisions between particles can estimate the impact velocity at around one hundred meters per second [23]. This physical effect causes changes in surface compositions, distributions of particle size and particle morphologies [23]. Additionally, a short-lived localized hot-spot that produces enormous volumes of temperature at $\sim 5,000 \text{ K}$, pressure of $\sim 1,000 \text{ atm}$ and heating and cooling rates of $> 10^{10} \text{ K/s}$ can be generated during cavitations [24-25]. As a result at 15 min, necking occurred between microsphere particles, which was similar to the initial stage of the solid-state sintering process. It is believed that this heat energy occurrence can make surface diffusion, as the melting point started from the surface area of nanoparticles on the microsphere particles. Surface diffusion is a typical mass transport in the sintering mechanism that produces surface smoothing, particle joining, grain boundary formation, neck growth, and pore rounding [26-27]. However, volume shrinkage

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

and densification was not found, due to the sonochemical method generated the local thermal energy which difference from thermal energy of the sintering process. With increasing sonication time up to 30 min, the necking and unsmooth surface broke and became a large number of particle scraps with no single monodispersed microspheres. As a result, impact from high speed microjets on the surface lead to the phenomena of morphological transformations, including breaking of particles and erosion of material [23,28]. Furthermore, the average particle sizes as a function of ultrasonic irradiation time were plotted in Figure 8. Increasing time makes gradually increasing of microsphere particles with average sizes of $11.20 \pm 1.07 \mu\text{m}$ and narrow standard deviation at 5 min which is suitable to produce uniformity spherical morphology. The broad size deviation was observed as time increasing up to 15 and 30 min. Due to it is difficult to find the particle sizes after necking and breakage of microspheres. Based on the results obtained at different ultrasonic times, formation of the monodispersed CaWO_4 microsphere can be controlled easily by only a single parameter in a simple sonochemical process.

Conclusion

Nearly monodispersed CaWO_4 microspheres were accomplished via the sonochemical process by using deionized (DI) water as intermediate solvent at an ultrasonic irradiation time of 5 min. XRD results exhibited CaWO_4 powders as a tetragonal scheelite structure. SEM images showed the morphology as monodispersed CaWO_4 microspheres of $11.20 \pm 1.07 \mu\text{m}$. The growth mechanism was performed carefully by brief ultrasonic time-dependence. The fluorescence spectra of CaWO_4 nanoparticles obtained a blue light that was emitted at a wavelength of around 420 nm. The E_g values obtained results of the absorbance spectrum at 3.32 - 3.36 eV. This synthesized method for monodispersed CaWO_4 microspheres presents advantages such as uncomplicated steps, low energy consumption, high purity, time-saving and suitable application.

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Acknowledgments

This work was supported by the Thailand Research Fund (TRF) under Grant No. BRG5680006. The authors thank to Asst. Prof. Dr. Jakrapong Kaewkhao for the support of Photoluminescence property measurement.

References

1. L. Sun, M. Cao, Y. Wang, G. Sun and C. Hu, *J. Cryst. Growth.*, 2006, **289**, 231-235.
2. J. Liu, Q. Wu and Y. Ding, *J. Cryst. Growth.*, 2005, **279**, 410–414.
3. T. Thongtem, S. Kungwankunakorn, B. Kuntalue, A. Phuruangrat and S. Thongtem, *J. Alloy Compd.*, 2010, **506**, 475–481.
4. Y. Tian, Y. Liu, R. Hua, L. Na and B. Chen, *Mater. Res. Bull.*, 2012, **47**, 59–62.
5. Y. Wang, J. Ma, J. Tao, X. Zhu, J. Zhou, Z. Zhao, L. Xie and H. Tian, *Mater. Lett.*, 2006, **60**, 291 – 293.
6. S.J. Chen, J. Li, X.T. Chen, Jian-Ming Hong, Ziling Xue, and Xiao-Zeng You, *J. Cryst. Growth.*, 2003, **253**, 361–365.
7. P. Parhi, T. N. Karthik and V. Manivannan, *J. Alloy Compd.*, 2008, **465**, 380-386.
8. H. Pan, M. Hojamberdiev and G. Zhu, *J. Mater. Sci.*, 2012, **47**, 746-753.
9. Q. Zhang, W. T. Yao, X. Chen, L. Zhu, Y. Fu, G. Zhang, L. Sheng and S. H. Yu, *Cryst. Growth Des.*, 2007, **7**, 1423-1431.
10. G. Jia, D. Dong, C. Song, L. Li, C. Huang and C. Zhang, *Mater Lett.*, 2014, **120**, 251-254.
11. J. Geng, J. J. Zhu and H. Y. Chen, *Cryst. Growth Des.*, 2006, **6**, 321-326.
12. J.E. Post and D.L. Bish, *Am. Mineral.*, 1993, **78**, 932-940.
13. S. Vidya, S. Solomon and J. K. Thomas, *J. Electron. Mater.*, 2013, **42**, 129-137.
14. J. C. Sczancoski, L. S. Cavalcante, M. R. Joya, J. W. M. Espinosa, P. S. Pizani, J. A.

15. L. S. Cavalcante, J. C. Sczancoski, J. W. M. Espinosa, J. A. Varela, P. S. Pizani and E. Longo, *J. Alloy Compd.*, 2009, **474**, 195-200.
16. J. Liao, B. Qiu, H. Wen and W. You, *Opt. Mater.*, 2009, **31**, 1513-1516.
17. J. C. Sczancoski, M. D. R. Bomio, L. S. Cavalcante, M. R. Joya, P. S. Pizani, J. A. Varela, E. Longo, M. S. Li and J. A. Andrés, *J. Phys. Chem. C.*, 2009, **113**, 5812-5822.
18. M. J. Weber and W. M. Yen, *Inorganic phosphors: Compositions, Preparation, and Optical Properties*. 1932, 194.
19. S. J. Chang, W. S. Liao, C. J. Ciou, J. T. Lee and C. C. Li, *J. Colloid. Interf. Sci.*, 2009, **329**, 300–305.
20. N. Skirtenko, T. Tzanov, A. Gedanken and S. Rahimipour, *Chem. Eur. J.*, 2010, **16**, 562 – 567.
21. R. Silva, H. Ferreira and A. Cavaco-Paulo, *Biomacromolecules*, 2011, **12**, 3353–3368.
22. L. Yang, Y. Wang, Y. Wang, X. Wang and G. Han, *Adv. Powder. Technol.*, 2013, **24**, 721–726.
23. X. Hangxun, B.W. Zeiger and K.S. Suslick, *Chem. Soc. Rev.*, 2013, **42**, 2555-2567.
24. Suslick, K. S.; Docktycz, S. J. *Adv. Sonochem.*, **1990**, *1*, 197-230.
25. K.S. Suslick, *Sci. Am*, 1989, 80-86.
26. J.S. Reed, *Principles of ceramics processing*, A Wiley-Interscience Publication, 1995, 594-606.
27. S-J. L. Kang, *Sintering: Densification, Grain Growth, and Microstructure*, 2005.
28. L. Zhang, V. Belova, H. Wang, W. Dong and H. Möhwald, *Chem. Mater.*, 2014, **26**, 2244–2248.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table Headings

Table 1 The refinement values of CaWO_4 powders and comparison with the lattice parameters from other methods.

Figure Legends

- Figure 1. Rietveld analysis of XRD patterns of CaWO_4 powders synthesized by the sonochemical method at different ultrasonic irradiation times.
- Figure 2. Raman spectra of CaWO_4 powders obtained at different ultrasonic irradiation times.
- Figure 3. FT-IR spectra of CaWO_4 powders obtained at different ultrasonic irradiation times.
- Figure 4. Relative graph of the $(\alpha h\nu)^2$ with $h\nu$ (eV) of CaWO_4 powders.
- Figure 5. Fluorescence spectrum of CaWO_4 powders obtained at different ultrasonic irradiation times.
- Figure 6. SEM images of CaWO_4 powder obtained, (a) without ultrasonic irradiation, and produced from ultrasonic irradiation, (b) at 1 min, (c) with only one enlarged microspherical particle showing a surface with aggregated primary nanoparticles (inset image), (d) at 5 min, (e) at 15 min, (f) with the neck between microsphere particles at 15 min, (g) at 30 min, and (h) microspherical breaking at 30 min.
- Figure 7. Schematic illustration of the growth process of monodispersed CaWO_4 microspheres via the sonochemical process of ultrasonic irradiation time-dependent experiments.
- Figure 8. The plotted of average particle sizes with ultrasonic irradiation time.

Table 1. The refinement values of CaWO₄ powders and comparison with the lattice parameters from other methods.

Methods	time	Lattice parameters (Å)		χ^2	Ref.
		A	c		
Sonochemical	1 min	5.238 ± 0.002	11.389 ± 0.003	1.27	This work
Sonochemical	5 min	5.243 ± 0.001	11.370 ± 0.004	1.63	This work
Sonochemical	15 min	5.235 ± 0.001	11.369 ± 0.003	2.11	This work
Sonochemical	30 min	5.240 ± 0.001	11.379 ± 0.005	2.34	This work
Hydrothermal	8 h	5.252	11.388	-	8
Solvothermal	-	5.46	12.04	-	9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

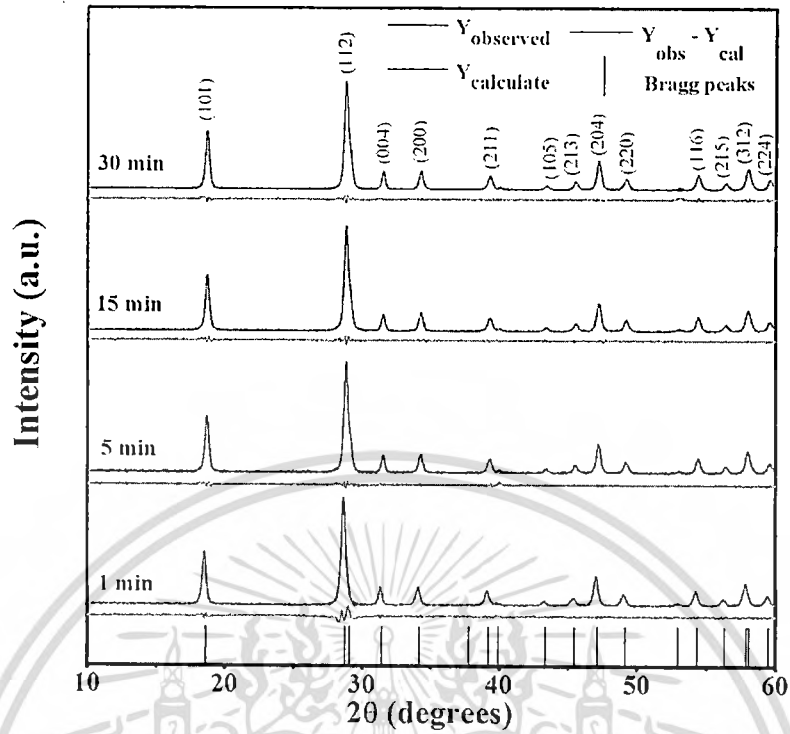


Figure 1. Rietveld analysis of XRD patterns of CaWO₄ powders synthesized by the sonochemical method at different ultrasonic irradiation times.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

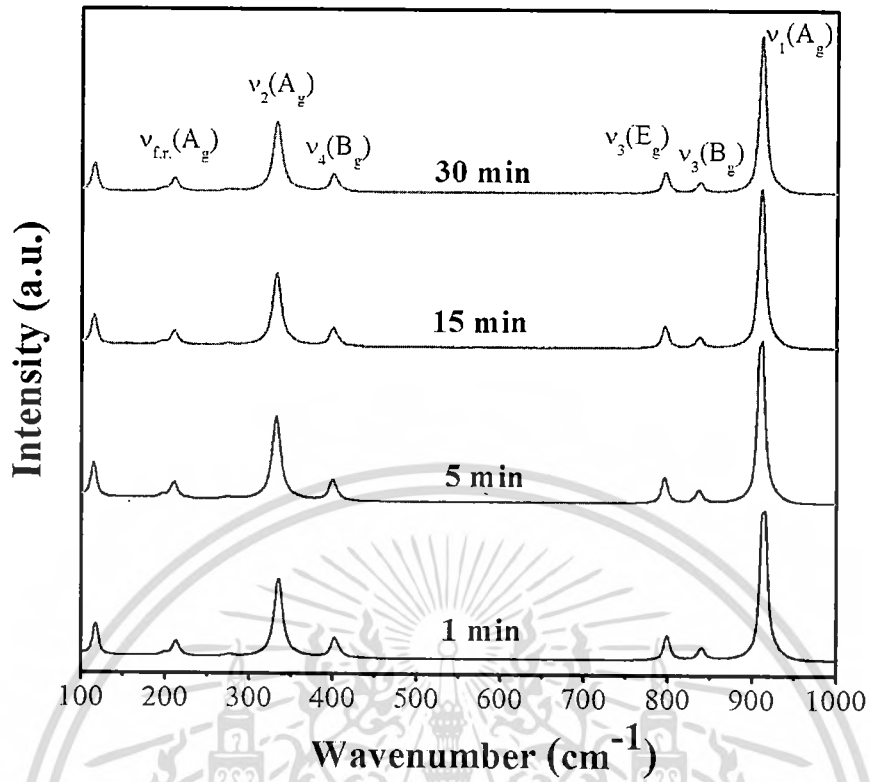


Figure 2. Raman spectra of CaWO₄ powders obtained at different ultrasonic irradiation times.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

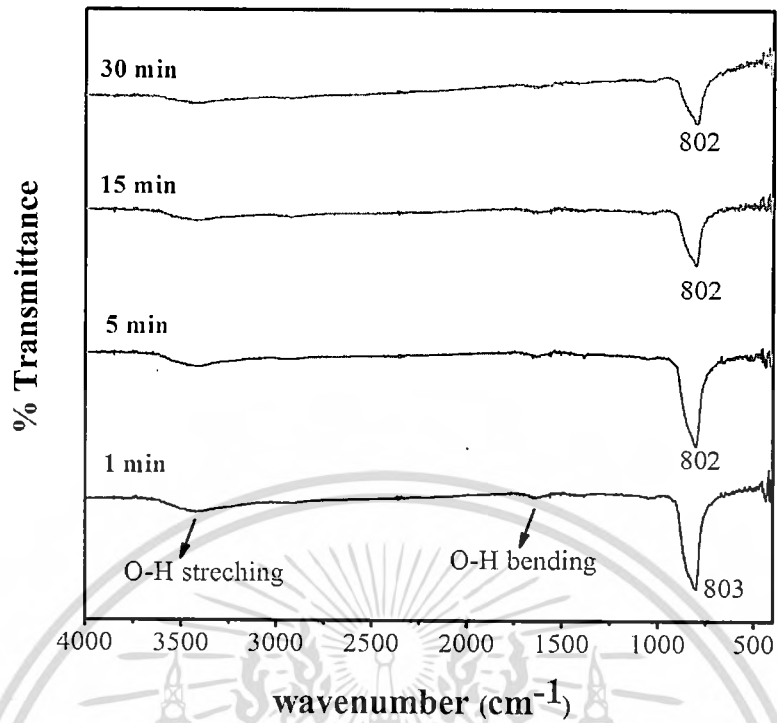


Figure 3. FT-IR spectra of CaWO₄ powders obtained at different ultrasonic irradiation times.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

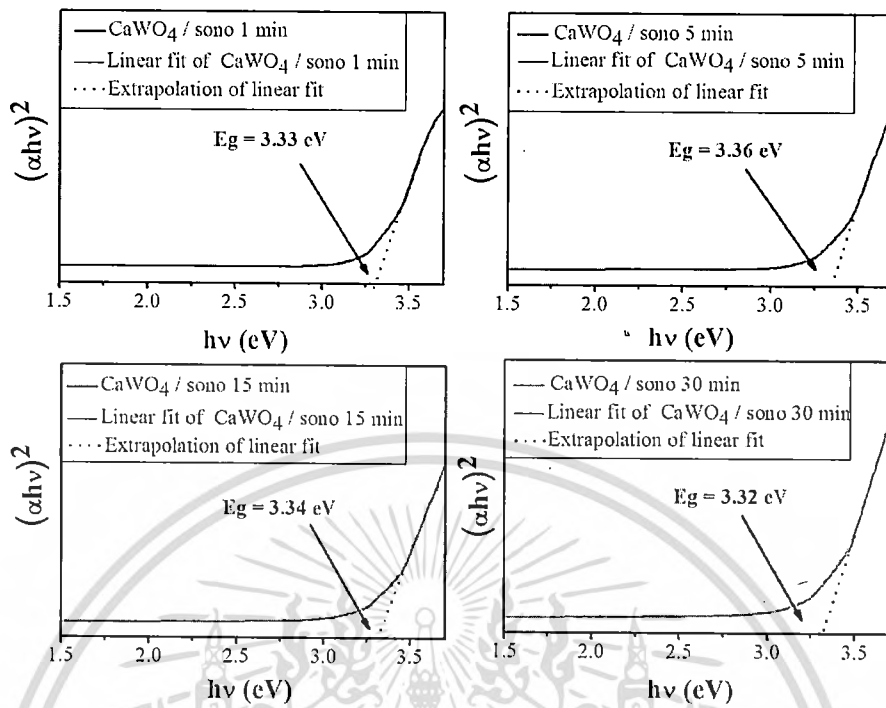


Figure 4. Relative graph of the $(\alpha h\nu)^2$ with $h\nu$ (eV) of CaWO_4 powders.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

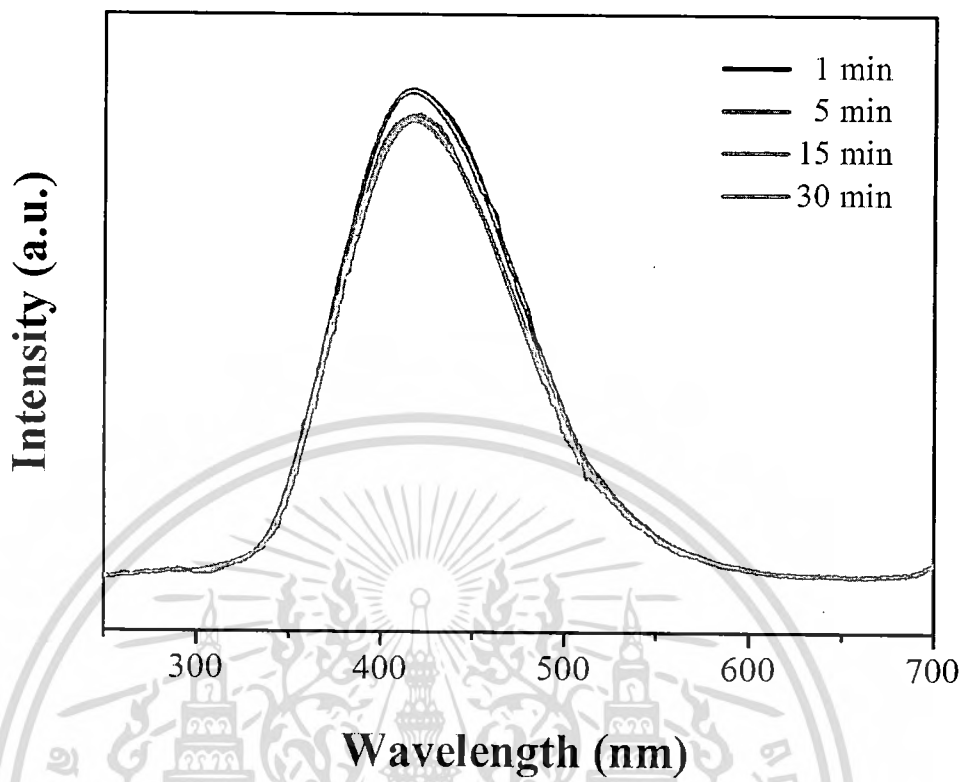


Figure 5. Fluorescence spectrum of CaWO₄ powders obtained at different ultrasonic irradiation times.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

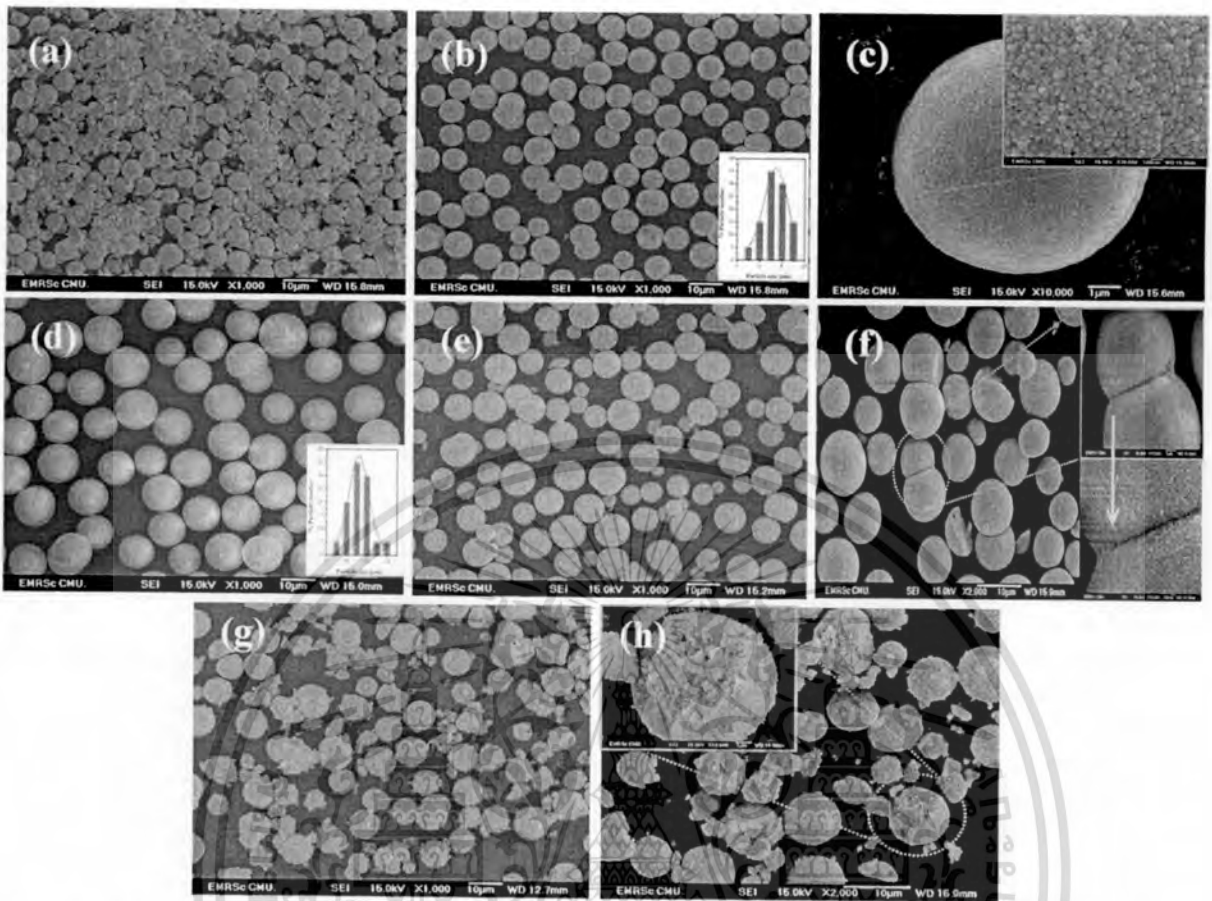


Figure 6. SEM images of CaWO_4 powder obtained, (a) without ultrasonic irradiation, and produced from ultrasonic irradiation, (b) at 1 min, (c) only one enlarged microspherical particle showing a surface with aggregated primary nanoparticles (inset image), (d) at 5 min, (e) at 15 min, (f) with the neck between microspherical particles at 15 min, (g) at 30 min, and (h) microspherical breaking at 30 min.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

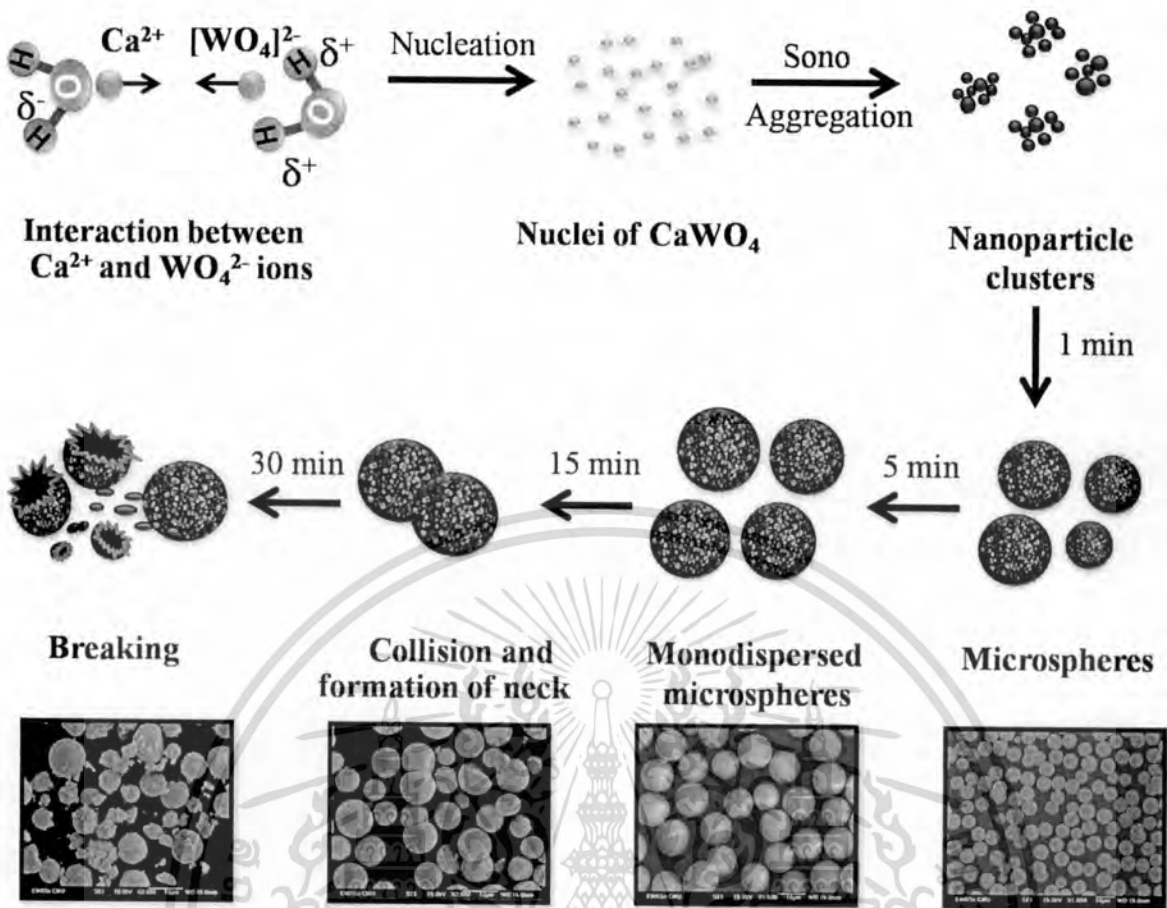


Figure 7. Schematic illustration of the growth process of monodispersed CaWO_4 microspheres via the sonochemical process of ultrasonic irradiation time-dependent experiments.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

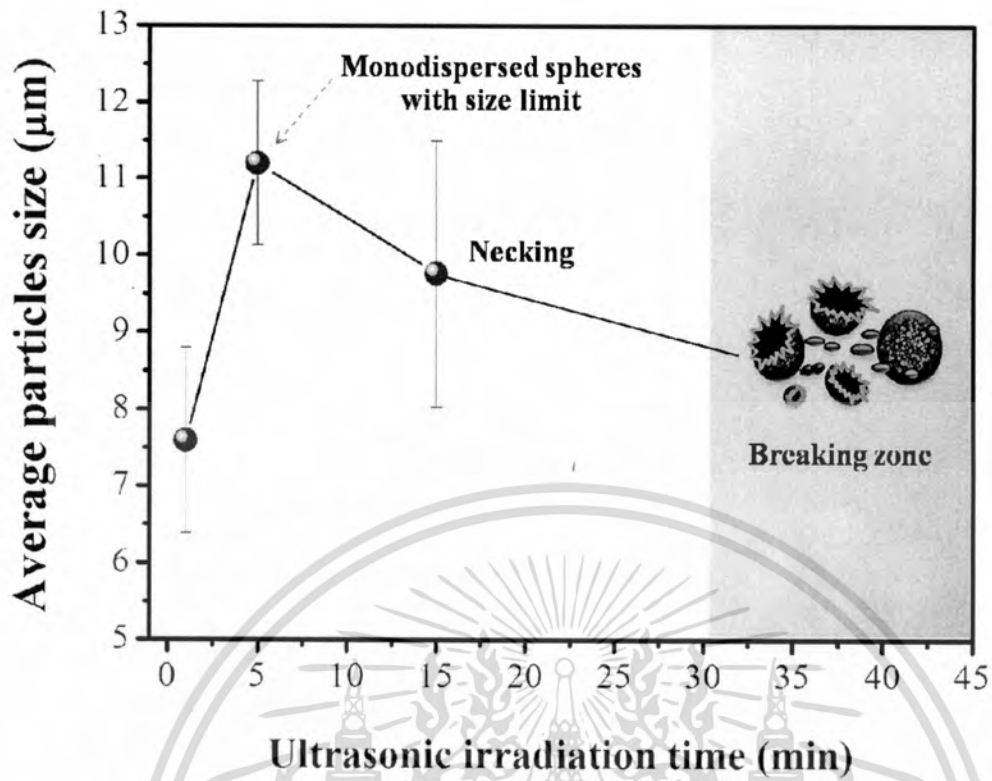


Figure 8. The plotted of average particle sizes with ultrasonic irradiation time.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย

- ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) นาย นราธิป วิทยากร
ชื่อ - นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Mr. Naratip Vittayakorn
- เลขหมายบัตรประจำตัวประชาชน 3500100413242
ที่อยู่ 333/133 หมู่บ้านอนาวิลลส์ ถนน หลอดกรุง เขต ลาดกระบัง กรุงเทพฯ 10520
- หน่วยงานและสถานที่อยู่ที่ติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และไปรษณีย์อิเล็กทรอนิกส์ (e-mail)
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
กรุงเทพฯ 10520 e-mail: naratipcmu@yahoo.com
- ประวัติการศึกษา
 - ปริญญาตรีสาขา วัสดุศาสตร์ ปีที่จบ ค.ศ.1999
สถาบันมหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
 - ปริญญาโทสาขา วัสดุศาสตร์ ปีที่จบ ค.ศ.2001
สถาบัน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
 - ปริญญาเอกสาขา วัสดุศาสตร์ ปีที่จบ ค.ศ.2005
สถาบัน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
- ประสบการณ์งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง และ/หรือที่ผ่านมา ทั้งภายในและภายนอกประเทศ โดยระบุสถานภาพ
ในการทำวิจัยว่าเป็นผู้อำนวยการแผนงานวิจัย หัวหน้าโครงการวิจัย หรือผู้ร่วมวิจัยในแต่ละข้อเสนอการวิจัย

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

- Assistant Professor of Material Science (2008-present) Department of Chemistry,
Faculty of Science, King Mongkut' Institute of Technology Ladkrabang,
Bangkok, THAILAND

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. Researcher (2008-present) Nanotechnology Research Center, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, THAILAND
3. Visiting scientist (2007) Electroceramic research Laboratory, Faculty of material Science, Department of Mechanical Engineering, Oregon State University, OR, USA
4. Visiting scientist (2003-2005), Electroceramics Laboratory, Materials Science and Engineering Department, Iowa State University IA USA.
5. Assistance Researcher (2000-2002) Chiang Mai University
6. Teaching Assistant (1999-2002) Chiang Mai University
7. Assistant Researcher (1998-1999) Chiang Mai University
8. Reviewer of "Journal of Material Science" "Solid State Science" "Journal of European Ceramic Society" "Phase Transition" "Journal of Physica Scripta" "Journal of Alloy and compound" "Journal of American Ceramic Society" "Ferroelectrics" "Materials Science and Engineering B"

ผลงานวิจัย

บทความทางวิชาการ

1. บทความเรื่อง "การเตรียมผงเซรามิกด้วยวิธีการโซล-เจล" วารสารเพื่อห้องปฏิบัติการ วัสดุ/ทดสอบ วิเคราะห์/วิจัย และ ควบคุมคุณภาพ Lab. Today ฉบับที่ 38 ธันวาคม 2549 หน้า 47-51
2. บทความเรื่อง "เซรามิกนาโนคอมโพสิต" วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 15 ฉบับที่ 2 เดือน กรกฎาคม- ธันวาคม 2549 หน้า 67-73
3. บทความเรื่อง "การลดขนาดวัสดุ Comminution of Materials" วารสารเพื่อห้องปฏิบัติการ วัสดุ/ทดสอบ วิเคราะห์/วิจัย และ ควบคุมคุณภาพ Lab. Today ปีที่ 6 ฉบับที่ 40: ธันวาคม 2549 หน้า 49-52

ผลงานที่นำเสนอในการประชุม

1. W. Tumajaree, N. **Vittayakorn**, G. Rujijanagul, S. Ananta "Preparation 0-3 Carbon/HDPE Composites" The First Thailand Materials Science and Technology Conference, Bangkok, Thailand (2000)
2. N. **Vittayakorn**, W. Tumajaree, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Properties of 0-3 Carbon/HDPE Composites" The 2nd Asean Microscopy Conference and 18th Annual conference of EMST, Khon Kaen, Thailand (2001)
3. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Effects of carbon on properties of 0-3 PZT/HDPE Composites" The 27th Congress on Science and Technology of Thailand, Songkla University, Thailand (2001)
4. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Piezoelectric Properties of 0-3 PZT/HDPE/C Composites" The 3rd Asean Microscopy Conference and 19th Annual conference of EMST, Chiang Mai, Thailand (2002)
5. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Effects of Doping Carbon Technique on Properties of 0-3 PZT/HDPE Composites" The First International Conference on Materials Processing for Properties and Performance, Singapore (2002)
6. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Effect of Calcined Temperature to Phase Formation of zinc niobate and zirconium titanate" The 2nd Thailand Materials Science and Technology Conference, Bangkok, Thailand (2002)
7. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, Tawee Tunkasiri "Phase Formation, Piezoelectric, and Dielectric Properties of the PNN-PZN-PZT System" The 105th Annual American Ceramic Society Meeting, Indianapolis, IN, USA (2003)
8. N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, M. Marquardt, X. Tan, and David P. Cann "Influence of processing conditions on the morphotropic phase boundary and ferroelectric properties of $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ solid solutions" The 106th Annual American Ceramic Society Meeting, Indianapolis, IN, USA (2004)
9. A. Ngamjarujana, N.**Vittayakorn**, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, M. Marquardt, X. Tan, and David P. Cann "Perovskite stabilization, microstructural evolution, and ferroelectric properties of the solid solution $0.5\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $(0.5-x)\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $x\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ " The 106th Annual American Ceramic Society Meeting, Indianapolis, IN, USA (2004)
10. David P. Cann, G. Rujijanagul, M. Marquardt, X. Tan and N. **Vittayakorn** "Influence of Processing Conditions on the Morphotropic Phase Boundaries and Ferroelectric

- Properties of $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ - $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ System” The 14th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics (ISAF-'04), USA (2004).
11. **N.Vittayakorn**, G. Rujijanagul, X. Tan, and David P. Cann “Preparation and ferroelectric properties of $x\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ -(1-x) $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ceramics” The International Conference on Smart Material, Thailand (2004)
 12. **N.Vittayakorn**, G. Rujijanagul, X. Tan, and David P. Cann “Piezoelectric properties of (1-x) $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ -x $\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics prepared by the columbite-(wolframite) precursor method” The 2nd International Conference on Advanced Materials and Nanotechnology, New Zealand (2005)
 13. **Naratip Vittayakorn**, Theerachai Bongkarn “Preparation of Zirconium Titanate (ZrTiO_4) powders via mixed oxide synthesis route” The Twenty-third Annual Conference Microscopy Society of Thailand (2006)
 14. **Naratip Vittayakorn**, Chompoonuch Puchmark, Theerachai Bongkarn “Phase and Morphology Investigation of PZT-based powders prepared by Columbite-(Wolframite) Precursor” The Twenty-third Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand (2006)
 15. **Naratip Vittayakorn**, Chompoonuch Puchmark, Theerachai Bongkarn “Phase and Morphology Investigation of perovskite $\text{Pb}_{(1-x)}\text{Ba}_x\text{ZrO}_3$ ceramics” The Twenty-third Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand (2006)
 16. C. Puchmark, T. Bongkarn, **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul “Effect of heating rate and dwell time on the grains size of lead zirconate titanate ceramics” The Twenty-third Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand (2006)
 17. T. Bongkarn, C. Puchmark, **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul “TG, DTA, and SEM studies of $\text{Pb}_{(0.9)}\text{Ba}_{(0.1)}\text{ZrO}_3$ ceramics” The Twenty-third Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand (2006)
 18. **N. Vittayakorn** and T. Bongkarn “Antiferroelectric-ferroelectric transition and piezoelectric properties of perovskite ($\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x$) ZrO_3 ceramics” The KMITL International Conference on Science and Applied Science(KSAS2006), Thailand (2006)
 19. **N. Vittayakorn** and David P. Cann “Metal- Insulator Transitions in CuInGaO_4 and $\text{CuIn}_2\text{Ga}_2\text{O}_7$ Homologous Phases” The KMITL International Conference on Science and Applied Science(KSAS2006), Thailand (2006)
 20. **N. Vittayakorn** and G. Rujijanagul “Preparation and Improvement in the Electrical Properties of PZT-Based Ceramics by Thermal Treatment” International Conference on Micro/Nano Fabrication Technologies (ICM/NFT'06) , Thailand (2006)

21. **N. Vittayakorn** and G. Rujijanagul “Synthesis and electrical properties Bismuth doped Barium Titanate ceramics” International Conference on Micro/Nano Fabrication Technologies (ICM/NFT’06) , Bangkok, Thailand (2006)
22. **Naratip Vittayakorn**, Gobwute Rujijanagul, and David P. Cann “The Effect of Post-Sintering Annealing Induced Extrinsic Dielectric Properties in PZT-PZN Ceramics” The 8th Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity (RCBJSF-8) Tsukuba, Japan, May 15-19, 2006
23. **Naratip Vittayakorn**, Gobwute Rujijanagul and David P. Cann “Preparation and Improvement in the Electrical Properties of Strontium Substitution PZN-Based Ceramics by Thermal Treatment” 11th International Conferences on Modern Materials and Technologies and of the 4th Forum on New Materials (CIMTEC2006) Sicily, Italy, June 4-9, 2006
24. **Naratip Vittayakorn**, Supamas Wirunchit and Wasin Koonalintip “Perovskite phase formation, Phase transformations and electrical properties of lead nickel niobate-lead zirconate ceramics” The 5th Asian Meeting of Ferroelectrics (AMF-5) Noda, Japan September 3-7 2006
25. Theerachai Bongkarn, Gobwute Rujijanagul, **Naratip Vittayakorn** “Effect of excess lead oxide on phase transitions and physical properties of perovskite Lead Barium Zirconate Ceramics” The 5th Asian Meeting of Ferroelectrics (AMF-5) Noda, Japan September 3-7 2006
26. **Naratip Vittayakorn**, Theerachai Bongkarn, and Gobwute Rujijanagul “Influence of strontium doping on the ferroelectric and piezoelectric properties of lead zinc niobate-lead zirconate titanate ceramics” The 5th Asian Meeting of Ferroelectrics (AMF-5) Noda, Japan September 3-7 2006
27. Wasin Koonalintip, Supamas Wirunchit and **Naratip Vittayakorn** “Phase Formation and Morphology of PbZrO_3 - $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ Powders Via a Columbite Precursor Synthetic Route” Asian Symposium on. Materials and Processing 2006 (ASMP 2006) Bangkok, Thailand, November 9-10 2006
28. Suwanna Somjaroen and **Naratip Vittayakorn** ”Phase formation of microwave dielectric zirconium titanate powders via a mixed oxide synthesis route” Asian Symposium on. Materials and Processing 2006 (ASMP 2006) Bangkok, Thailand, November 9-10 2006
29. Wasin Koonalintip, Supamas Wirunchit and **Naratip Vittayakorn** “Effect of Lead Nickel Niobate substitution on structural, phase formation and phase transitions of Lead

- Zirconate ceramics ” the 5th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-5) Bangkok, Thailand, December10-14 2006
30. **Naratip Vittayakorn** and Suwanna Somjaroen “Synthesis, Structural and Phase transition of Lead Cobalt Niobate modified Lead Zirconate Titanate System” the 5th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-5) Bangkok, Thailand, December10-14 2006
 31. **Naratip Vittayakorn** and Suwanna Somjaroen “Phase transition, ferroelectric properties and morphology of PZT-PCoN ceramic synthesized by high-temperature solid-state reaction technique” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 32. Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Two-state sintering of PZT ceramic” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 33. Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “effect of the annealing time on the microstructure of $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_3$ ceramics” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 34. Suwanna Somjaroen, Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Synthesis of perovskite ceramics PZT-PCoN via high-temperature solid state reaction and their dielectric properties” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 35. Supamas Wirunchit, Wasin Koonalintip, Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Characterisation of PbZrO_3 - $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics by DTA-TG, SEM, XRD and dielectric permittivity tests ” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 36. Wasin Koonalintip, Supamas Wirunchit, and **Naratip Vittayakorn** “perovskite phase formation and particle size of lead zirconate- lead nickel niobate powders” The 24th Annual Conference Microscopy Society of Thailand, Thailand Bangkok, Thailand, February 14-16 2007
 37. **Naratip Vittayakorn** and Suwanna Somjaroen “Phase transition and dielectric properties of polycrystalline lead cobalt niobate lead zirconate titanate” The 2nd International Symposium on Functional Materials. 16-19 May 2007, HNA Resort Huagang Hangzhou, Hangzhou, P.R. China
 38. **Naratip Vittayakorn** and Supamas Wirunchit “perovskite phase formation and dielectric properties of lead zirconate- lead nickel niobate ceramics” The 2nd

- International Symposium on Functional Materials. 16-19 May 2007, HNA Resort Huagang Hangzhou, Hangzhou, P.R. China
39. **Naratip Vittayakorn**, Nopsiri Chaiyo, Rangson Muanghlua, Anuchar Ruangphanit and Wanwilai C. Vittayakorn “Effect of annealing on the structure and dielectric properties in PZT-PCoN ceramics” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 40. Manun Sutapun, Rangson Muanghlua, Chian-Chih Huang, David P. Cann, Wanwilai C. Vittayakorn and **Naratip Vittayakorn** “Influence of Fabrication Processing on Perovskite Phase Formation of KNN-BZT” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 41. Supamas Wirunchit, Pitak Laoratanakul and **Naratip Vittayakorn** “Effect of Lead Nickel Niobate Substitution on Phase Transitions of Lead Zirconate Ceramics Prepared by the Solid State Reaction Method” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 42. Wanwimon Banlue, Rangson Muanghlua, Wanwilai C. Vittayakorn and **Naratip Vittayakorn** “Synthesis, crystal structures, phase transition characterization and thermal properties of the $(1-x)\text{PbZrO}_3-x\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid solution system” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 43. Rangson Muanghlua, Wanwilai C. Vittayakorn and **Naratip Vittayakorn** “Effects of Zr/Ti ratio on the structure and ferroelectric properties in PZT-PZN-PMN ceramics near the morphotropic phase boundary” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 44. Nopsiri Chaiyo, Rangson Muanghlua, Anuchar Ruangphanit and Wanwilai C. Vittayakorn and **Naratip Vittayakorn** “Synthesis, phase formation and characterization of $\text{Co}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ powders synthesized by solid-state reaction” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and

- 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
45. S. Nabunmee, **N Vittayakorn**, D. P. Cann and G. Rujijanagul “Ferroelectric and Mechanical Properties of PZT-PZN-PNN ceramics” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 46. T. Bongkarn, N Phungjitt and **N. Vittayakorn** “Effect of Calcination Temperatures on Microstructure and Phase Formation of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.25}\text{Ti}_{0.75})\text{O}_3$ Powders” International Conference on Smart Materials Smart/ Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials. 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND
 47. Nopsiri Chaiyo, Anucha Ruangphanit, Rangson Muanghlua, Surasak Niemcharoen, Atchara Sangseub, Saowanee Taopen, Sunanta Leelapattana, Wanwilai C. Vittayakorn, **Naratip Vittayakorn** “Synthesis and Morphology Evolution of Lead-Free Piezoelectric $\text{K}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{NbO}_3$ Powder at Low Temperature” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
 48. Rangson Muanghlua; Surasak Niemcharoen; Wanwilai C. Vittayakorn; Nattapong Tungsvitvetkul; Pimjan Chinwaro; Anucha Ruangphanit; Nopsiri Chaiyo; **Naratip Vittayakorn** “Preparation and Properties of Lead Free Bismuth Sodium Titanate-Bismuth Zinc Titanate Ceramics” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
 49. Theerachai Bongkarn; Nalineee Phungjitt; **Naratip Vittayakorn** “Effect of Firing Temperatures on Phase Formation and Microstructure of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ Ceramics Prepared via Mixed Oxide Method” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
 50. Wanwilai C. Vittayakorn and **Naratip Vittayakorn** “Hysteresis Response of Lead Zirconate —Lead Nickel Niobate Ferroelectric Ceramic Under Compressive Stress” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
 51. **Naratip Vittayakorn**; Wanwimon Banlue “Synthesis, Ferroelectric Phase Stabilization, Phase Transition and Thermal Properties in $(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ Solid Solution” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.

52. Manoon Sutapun; **Naratip Vittayakorn** “Phase Transition and Dielectric Properties of Lead Free $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3$ - $Bi(Zn_{0.5}Ti_{0.5})O_3$ Piezoelectric Ceramics” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
53. Wanwimon Banlue; **Naratip Vittayakorn** “Effect of $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ Additions on Phase Structure, Ferroelectric and Dielectric Properties of $PbZrO_3$ Ceramics” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
54. Supamas Wirunchit; **Naratip Vittayakorn** “Crossover from Antiferroelectric to Normal Ferroelectric Behavior in Lead Zirconate—Lead Nickel Niobate Ceramics Prepared by the Reaction Sintering Process” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
55. Supamas Wirunchit; Rangson Muanghlua; Surasak Niemcharoen; Wanwilai C. Vittayakorn; Pitak Laoratanakul; **Naratip Vittayakorn** “Preparation of Lead Zirconate-Lead Nickel Niobate Ceramics by the Reaction Sintering Process” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
56. G. Rujijanagul; **N. Vittayakorn**; S. Nabunmee “Effect of Annealing Time on Electrical and Mechanical Properties of $0.7(Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O_3) - 0.3(Pb(Zn_{1/2}Nb_{2/3})O_3$ Ceramics” The Sixth Asian Meeting on Ferroelectric (AMF-6), 2 – 7 Aug. 2008. National Taipei University of Technology, Taipei, Taiwan.
57. Nopsiri Chaiyo, Banjong Boonchom and **Naratip Vittayakorn** “A modified solid-state reaction synthesis and characterization of sodium niobate ($NaNbO_3$) powders ” The 3rd International Symposium on Functional Materials (ISFM2009) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
58. Usa Sukkha, Wanwimon Banlue, Banjong Boonchoma and **Naratip Vittayakorn** “Antiferroelectric-ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: Crystal studies, Raman spectroscopy, Thermal expansion and electrical properties” The 3rd International Symposium on Functional Materials (ISFM2009) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
59. Manoon Sutapun, Rangson Muanghlua, Surasak Niemcharoen, Banjong Boonchom and **Naratip Vittayakorn** “Phase transition and dielectric properties of lead – free $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3 - LiNbO_3 - LiSbO_3$ piezoelectric ceramics” The 3rd International Symposium on Functional Materials (ISFM2009) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA

60. Narongdet Wongpisutpaisan, **Naratip Vittayakorn**, Piyanut Charoonsuk and Wisanu Pecharapa “Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles” The 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011)
61. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Banjong Boonchom and **Naratip Vittayakorn** “Phase formation of monosized lead zirconate (PbZrO₃) nanoparticles prepared by sonocatalyzed precipitation method” *International Conference on Advance Electromaterials 2011*, Ramada Plaza Jeju Hotel, Jeju, Korea (2011) (Poster presentation)
62. Narongdet Wongpisutpaisan, Chokchai Kahattha, Naratip Vittayakorn, Anucha Ruangphanit and Wisanu Pecharapa “Titanium dioxide nanostructures synthesized by sonochemical-hydrothermal process” **The 7th International Conference on Materials Science and Technology**, Metal and Materials Technology Center, MTEC, Thailand (2012) (Oral presentation)
63. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Rangson Muanghua, Narin Atiwongsangthong, Banjong Boonchom and Naratip Vittayakorn “Sonoassisted precipitation method of monosized PbZrO₃ particles” The 6th Pure and Applied Chemistry International Conference 2012, The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand (2012) (Poster presentation)
64. Sirajit Vuttivong, Rangson Muanghua, Banjong Boonchom, Wanwilai Vittayakorn, Naratip Vittayakorn “Sonochemical Synthesis of Barium Titanate (BaTiO₃) Nanoparticles” The 6th Pure and Applied Chemistry International Conference 2012, The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand (2012) (Poster presentation)
65. Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn, Anucha Ruangphanit, Wisanu Pecharapa “Cu-Doped TiO₂ Nanopowders Synthesized by Sonochemical- assisted Process” International Conference on Enabling Science and Nanotechnology (ESciNano 2012), Persada Johor International Convention Centre, Johor Bahru, Malaysia (2012) (Poster presentation)
66. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Rangson Muanghua, Banjong Boonchom, Surasak Niumcharoen, Naratip Vittayakorn “Aqueous Co-precipitated Spherical Shape PbZrO₃ Nanopowders : Perovskite Phase Formation” International conference on The 8th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-8) 2012 Shangri-La's Rasa Sayang Resort and Spa, Penang, Malaysia (2012) (Poster presentation)

67. Panpailin Seeharaj, Banjong Boonchom, Piyanut Charoonsuk, K-Lohsoontorn and Naratip Vittayakorn "Barium Zirconate Titanate Nanoparticles Synthesized by Sonochemical Method" International conference on The 8th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-8) 2012, Shangri-La's Rasa Sayang Resort and Spa, Penang, Malaysia (2012) (Poster presentation)
68. Chokchai Kahattha, Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa "Physical properties of V-doped TiO₂ nanoparticles synthesized by sonochemical-assisted process" International conference on The 8th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-8) 2012, Shangri-La's Rasa Sayang Resort and Spa, Penang, Malaysia (2012) (Poster presentation)
69. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Narin Atiwongsangthong, Panpailin Seeharaj and Naratip Vittayakorn "Synthesis of Perovskite Barium Zirconate (BaZrO₃) Nanoparticles by the Sonochemical Method" The 8th Asian Meeting on Ferroelectrics (AMF-8), Amari Orchid Hotel, Pattaya, Thailand (2012) (Oral presentation)
70. Sirajit Vuttivong, Surasak Niemcharoen, Panpailin Seeharaj, Banjong Boonchom, Wanwilai Vittayakorn and Naratip Vittayakorn "Sonochemical Synthesis of Spherical BaTiO₃ Nanoparticles" The 8th Asian Meeting on Ferroelectrics (AMF-8), Amari Orchid Hotel, Pattaya, Thailand (2012) (Poster presentation)
71. Panpailin Seeharaj, Supamas Wirunchit, Piyanut Charoonsuk, K-Lohsoontorn and Naratip Vittayakorn "Spherical nanocrystalline barium zirconate titanate prepared by co-precipitation in highly aqueous basic solution" The 8th Asian Meeting on Ferroelectrics (AMF-8), Amari Orchid Hotel, Pattaya, Thailand (2012) (Poster presentation)
72. Sirajit Vuttivong, Surasak Niemcharoen, Panpailin Seeharaj, Banjong Boonchom, Wanwilai Vittayakorn and Naratip Vittayakorn "Synthesis and Morphology of Potassium Niobate Powders via Hydrothermal Method" Special International Workshop And Symposium on Emerging Frontiers in Multiferroics and Electronic Metamaterial (INAMM), Pattaya, Thailand (2012) (Poster presentation)
73. Narongdit Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn, Anucha Ruangphanit, Wisanu Pecharapa "CaCu₃Ti₄O₁₂ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process" Special International Workshop And Symposium on Emerging Frontiers in Multiferroics and Electronic Metamaterial (INAMM), Pattaya, Thailand (2012) (Poster presentation)

74. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Banjong Boonchom and Naratip Vittayakorn "Sono-assisted preparation of nanocrystalline PbZrO_3 powders" The 7th Annual Conference of the Thai Physics Society May 9-12, Phra Nakhon Si Ayutthaya, Thailand (2012) (Oral presentation)
75. Sirajit Vuttivong, Supamas Wirunchit and Naratip Vittayakorn "Preparation and Characterization of Barium Titanate (BaTiO_3) Nanoparticles via Sonochemical Method" The 7th Annual Conference of the Thai Physics Society May 9-12, Phra Nakhon Si Ayutthaya, Thailand (2012) (Poster presentation)
76. Piyanut Charoonsuk, Wanwilai Vittayakorn, Narin Atiwongsangthong, Banjong Boonchom and Naratip Vittayakorn "Rapid synthesis of fine nano-sized barium zirconate (BaZrO_3) powders by sono-assisted precipitation method" The 38th Congress on Science and Technology of Thailand Oct 17-19, Chiang Mai, Thailand (2012) (Oral Presentation)
77. Sirajit Vuttivong, Surasak Niemcharoen, Banjong Boonchom, Wanwilai Vittayakorn and Naratip Vittayakorn "Effect of Reaction Time of Morphology of Monosized BaTiO_3 Nano-powder Synthesized by Sonochemical Processes" The 38th Congress on Science and Technology of Thailand Oct 17-19, Chiang Mai, Thailand (2012) (Oral Presentation)
78. Chokchai Kahattha, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa "Titanium dioxide/Vanadium oxide nanocomposites synthesized via sonochemical and hydrothermal process for energy storage application" The 5th IEEE International Nanoelectronics Conference, Resorts World Sentosa, Singapore (2013) (Poster presentation)
79. Chokchai Kahattha, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa "Effect of sonication time and calcination temperature on physical properties of Titanium dioxide synthesized via sonochemical-assisted process" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)
80. Manoon Sutapun, Rangson Muanghua, Surasak Niemcharoen, Wanwilai Vittayakorn, Panpailin Seeharaj and Naratip Vittayakorn "Synthesis, Characterization and Dielectric Properties of $\text{Mn}_{(2-x)}\text{Zn}_x\text{P}_2\text{O}_7$ Ceramics" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)

81. Sagulthai Kahatta, Nopsiri Chaiyo, Chesta Ruttanapun, Wicharn Techitdheera, Wisanu Pecharapa and Naratip Vittayakorn. "Microwave-assisted solution combustion synthesis and characterization of thermoelectric $\text{Ca}_3\text{Co}_2\text{O}_6$ powder" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)
82. Supamas Wirunchit, Rangson Muanghlua, Narin Atiwongsangthong, Wanwilai Vittayakorn and Naratip Vittayakorn. "Nanocrystalline barium zirconium titanate synthesized by the sonochemical process." International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)
83. Russameeruk Noonuruk, Wanichaya Mekprasart, Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa "SnO₂ nanoparticle synthesized by ultrasonic-assisted process" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)
84. Kritsana Chongsri, Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa "Al-doped ZnO nanoparticles synthesized by sonochemical-assisted method" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013) (Oral presentation)
85. W.C. Vittayakorn, D. Banjong and N. Vittayakorn "Processing and characterizations of Bi₂O₃/BaTiO₃ ceramic" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013)
86. N. Pulphol, R. Muanglua, S. Niemcharoen, W. Pecharapa, W.C. Vittayakorn and N. Vittayakorn
"Magnetoelectric properties of BaTiO₃-Co_{0.5}Ni_{0.5}Fe₂O₄ composites prepared by the conventional mixed oxide method" International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013), The Sukosol Bangkok, Thailand (2013)
87. C. Ruttanapun, S. Kahatta, B. Boonchom, N. Vittayakorn, M. Thongkam, S. Kongteweelert, S. Woramongkonchai and P. Chaiyasit "Optical properties of Cu_{0.95}Pt_{0.05}Fe_{0.97}Sn_{0.03}O₂ for p-type transparent conducting oxide materials" 2nd International Conference on Key Engineering Materials and Computer Science, KEMCS 2013; Phuket; Thailand (2013)

88. B. Boonchom, C. Ruttanapun, M. Thongkam, P. Chaiyasith, S. Woramongkonchai, S. Kongteweelert, N. **Vittayakorn**. "A new synthesis of BaHPO₄ precipitated by BaCO₃-H₄PO₄-NaOH system at room temperature" 2nd International Conference on Key Engineering Materials and Computer Science, KEMCS 2013; Phuket; Thailand (2013)

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติ

1. N. **Vittayakorn**, W. Thamjaree, S. Ananta, T. Tunkasiri, and G. Rujijanagul, "Properties of Carbon/Polyethylene 0-3 Composites", Journal of Electron Microscopy Society of Thailand, **15**: 97-98 (2001)
2. N.**Vittayakorn** , G. Rujijanagul ,Tawee Tunkasiri "Effect of Calcined Temperature to Phase Formation of zinc niobate and zirconium titanate" , The 2nd Thailand Materials Science and Technology Conference, Bangkok.2, (2002)
3. N. **Vittayakorn**, T. Tunkasiri, G. Rujijanagul. Microstructure and properties of xPb(Zn_{1/3} Nb_{2/3})O₃-(1-x)Pb(Zr_{0.5}Ti_{0.5})O₃, Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **17(1)**: 69-70 (2003)
4. Theerachai Bongkarn, **Naratip Vittayakorn**, Gobwute Rujijanagul "Perovskite phase formation, phase transition and ferroelectric properties of PZN-based ceramics" Naresuan Science Journal **2(1)** : 21-32 (2005)
5. **Naratip Vittayakorn**, Theerachai Bongkarn "Preparation of Zirconium Titanate (ZrTiO₄) powders via mixed oxide synthesis route" Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **20(1)**: 83-84 (2006)
6. **Naratip Vittayakorn**, Chompoonuch Puchmark, Theerachai Bongkarn "Phase and Morphology Investigation of PZT-based powders prepared by Columbite-(Wolframite) Precursor" Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **20(1)**: 85-86 (2006)
7. **Naratip Vittayakorn**, Chompoonuch Puchmark, Theerachai Bongkarn "Phase and Morphology Investigation of perovskite Pb_(1-x)Ba_xZrO₃ ceramics" Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **20(1)**: 87-88 (2006)
8. C. Puchmark, T. Bongkarn, N. **Vittayakorn**, G. Rujijanagul "Effect of heating rate and dwell time on the grains size of lead zirconate titanate ceramics" Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **20(1)**: 118-119 (2006)
9. T. Bongkarn, C. Puchmark, N. **Vittayakorn**, G. Rujijanagul "TG, DTA, and SEM studies of Pb_(0.9)Ba_(0.1)ZrO₃ ceramics" Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **20(1)**: 120-121 (2006)

10. **Naratip Vittayakorn** and Theerachai Bongkarn “Phase Formation and Crystal Structure of 0.9PZT-0.1PZN Powders Prepared by Columbite Precursor” Naresuan Science Journal , **2(2)** : 27-34 (2006)
11. **Naratip Vittayakorn** and Theerachai Bongkarn “Phase and Morphology evolution of zirconium titanate powders” Naresuan Science Journal , **3(1)** : 21-28 (2006)
12. **Naratip Vittayakorn** and Suwanna Somjaroen “Phase transition, ferroelectric properties and morphology of PZT-PCoN ceramic synthesized by high-temperature solid-state reaction technique” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 341-345 (2007)
13. Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Two-state sintering of PZT ceramic” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 261-270 (2007)
14. Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “effect of the annealing time on the microstructure of $(\text{Ti}_{0.5}\text{Sn}_{0.5})\text{O}_3$ ceramics” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 256-260 (2007)
15. Suwanna Somjaroen, Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Synthesis of perovskite ceramics PZT-PCoN via high-temperature solid state reaction and their dielectric properties” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 346-350 (2007)
16. Supamas Wirunchit, Wasin Koonalintip, Wanwilai Chaisan and **Naratip Vittayakorn** “Characterisation of $\text{PbZrO}_3\text{-Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics by DTA-TG, SEM, XRD and dielectric permittivity tests ” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 351-355 (2007)
17. Wasin Koonalintip, Supamas Wirunchit, and **Naratip Vittayakorn** “perovskite phase formation and particle size of lead zirconate- lead nickel niobate powders” Journal of Electron Microscopy Society of Thailand **21(1)**: 356-360 (2007)

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

1. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, X. Tan and D. P. Cann “Perovskite phase formation and ferroelectric properties of the PNN-PZN-PZT ternary system” Journal of Materials Research, 18: 2882-2889 (2003) Impact Factor 1.395
2. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul, T. Tunkasiri, X. Tan and D. P. Cann, “Influence of processing conditions on the phase transition and ferroelectric properties of

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ ceramics” Materials Science and Engineering: B., 108: 258-265 (2004) Impact Factor 1.56
3. D. P. Cann, R. Martin, C. Taylor and N. **Vittayakorn** “Conductivity anomaly in CuInGaO₄ and CuIn₂Ga₂O₇ ceramics” Materials letters, 58: 2141-2151 (2004) Impact Factor 2.117
 4. N. **Vittayakorn**, G. Rujijanagul, X. Tan, M. A. Marquardt, and D. P. Cann “The morphotropic phase boundary and dielectric properties of xPb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃- (1-x)Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃ binary solid solution” Journal of Applied Physics, 96(9): 5103-5109 (2004) Impact Factor 2.064
 5. N. **Vittayakorn**, S. Uttiya, G. Rujijanagul and D.P. Cann “Dielectric and ferroelectric characteristics of 0.7PZT-0.3PZN ceramics substituted with Sr” Journal of Physics D: Applied Physics, 38(16): 2942-2946 (2005) Impact Factor 2.105
 6. D. P. Cann, G. Rujijanagul, M. Marquardt, X. Tan and N. **Vittayakorn** “Influence of Processing Conditions on the Morphotropic Phase Boundaries and Ferroelectric Properties of Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃-Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃-Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ System” Proceeding of the 14th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics (ISAF-'04), August 2004, 274-277 (2005)
 7. X. Zhao, H. He, N. **Vittayakorn** and X. Tan “Influence of Cation Order on the Electric Field-Induced Phase Transition in Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O₃-Based Relaxor Ferroelectrics ” Journal of American ceramic society, 89(1): 202-209 (2006) Impact Factor 2.167
 8. N. **Vittayakorn**, G. Rujijanagul, X. Tan, H. He, M.A. Marquardt and D. P. Cann “Dielectric properties and morphotropic phase boundaries in the xPb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ - (1-x)Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃ pseudo-binary system” Journal of Electroceramic, 16: 141-149 (2006) Impact Factor 2006 = 0.674
 9. N. **Vittayakorn**, C. Puchmark, G. Rujijanagul, X. Tan, and D. P. Cann “Piezoelectric properties of (1-x)Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O₃-xPb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O₃ ceramics prepared by the columbite-(wolframite) precursor method” Current Applied Physics, 6(3): 303-306 (2006) Impact Factor 2006 = 1.74
 10. C. Puchmark, G. Rujijanagul, S. Jiansirisomboon, T. Tunkasiri, N. **Vittayakorn**, T. Comyn and S.J. Milne “Mechanical property evaluation of PZT/Al₂O₃ composites prepared by a simple solid-state mixed oxide method” Current Applied Physics, 6(3): 323-326 (2006) Impact Factor 1.74

11. **N. Vittayakorn** "Synthesis and a crystal structural study of microwave dielectric Zirconium Titanate ($ZrTiO_4$) powders via a mixed oxide synthesis route" *Journal of Ceramic Processing Research*, 7(4): 288-291 (2006) Impact factor 2006 = 0.481
12. **N. Vittayakorn**, T. Bongkam and G. Rujijanagul "Phase transition, dielectric and piezoelectric properties of perovskite ($Pb_{1-x}Ba_x$) ZrO_3 ceramics" *Physica B: Condensed Matter*, 387(1-2): 415-420 (2006) Impact factor 2006 =0.856
13. **N. Vittayakorn** "Phase formation and crystal structure of 0.9PZT-0.1PZN powders prepared by columbite precursor" *Journal of Applied Science Research*, 2(12): 1355-1358 (2006)
14. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul and D. P. Cann "Investigation of the influence of thermal treatment on dielectric properties in PZT-PZN ceramics" *Proceeding of the 15th IEEE International Symposium on Applications of Ferroelectrics (ISAF-'06)*, Sunset Beach, North Carolina, USA July 31 - August 02, 2006
15. **N. Vittayakorn** "Dielectric properties of bismuth doped Barium Titanate ($BaTiO_3$) ceramics" *Journal of Applied Science Research*, 2(12): 1319-1322 (2006)
16. **N. Vittayakorn** and D. P. Cann "Preparation and ferroelectric properties of pyrochlore-free $Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ -based solid-solutions " *Applied Physics A- Materials Science and Processing*, 86(3): 403-408 (2007) Impact factor = 1.76
17. **N. Vittayakorn** and S. Wirunchit "Perovskite formation, dielectric and ferroelectric properties of $PbZrO_3$ - $Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ ceramics via a columbite precursor synthetic route" *Smart Materials and Structures*, 16(3): 851-857 (2007) Impact Factor = 2.094
18. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul and D. P. Cann "The improvement in dielectric and ferroelectric performance of PZT-PZN ceramics by thermal treatment" *Current Applied Physics*, 7(5): 582-585 (2007) Impact Factor = 1.74
19. **N. Vittayakorn** "Effects of strontium on the characteristics of $Pb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O_3$ - $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ ceramics" *Phase transitions*, 80(8): 813-821 (2007) Impact Factor = 1.006
20. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul, D. P. Cann and T. Tunkasiri "The Effect of Post-Sintering Annealing Induced Extrinsic Dielectric Properties in PZT-PZN Ceramics" *Ferroelectrics*, 348: 496-507 (2007) Impact factor = 0.511
21. **N. Vittayakorn**, G. Rujijanagul and D. P. Cann "Investigation of the influence of thermal treatment on the morphologies, dielectric and ferroelectric properties of PZT-Based Ceramics" *Journal of Alloys and Compounds*, 440(1-2): 259-264 (2007) Impact Factor = 2.134

22. C.-C. Huang, D. P. Cann, X. Tan and N. **Vittayakorn** "Phase transitions and ferroelectric properties in $\text{BiScO}_3\text{-Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3\text{-BaTiO}_3$ solid solutions" *Journal of Applied Physics*, 102(4): 044103 (2007) Impact Factor = 2.064
23. S. Nabunmee, G. Rujijanagul, N. **Vittayakorn**, and D. P. Cann "Observation of high dielectric constants in $x(\text{Pb}(\text{Zn}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-(0.2-x)}\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-0.8Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ ternary solid solutions" *Journal of Applied Physics*, 102(9): art. no. 094108 (2007) Impact Factor = 2.064
24. N. **Vittayakorn** and T. Bongkarn "Influence of Strontium Doping on the Ferroelectric and Piezoelectric Properties of Lead Zinc Niobate-Lead Zirconate Titanate Ceramics" *Ferroelectrics*, 358: 54 – 59 (2007) Impact factor = 0.511
25. N. **Vittayakorn** and T. Tunkasiri "Phase Transition and Dielectric Properties of Polycrystalline Lead Zirconate Titanate-Lead Cobalt Niobate" *Physica Scripta*, T129: 199-204 (2007) Impact Factor = 0.982
26. N. **Vittayakorn**, S. Wirunchit, S. Trisak, R. Muanglua and S. Niemcharoem "Perovskite phase formation, Phase transformations and electrical properties of lead nickel niobate-lead zirconate ceramics" *Ferroelectrics*, 358: 42 – 48 (2007) Impact factor = 0.511
27. G. Rujijanagul, N. **Vittayakorn** and T. Bongkarn "Effect of Barium Substitution on Phase Transitions of Lead Barium Zirconate Ceramics Prepared by Solid State Reaction Method" *Ferroelectrics*, 355(1): 84-89 (2007) Impact factor = 0.511
28. D. P. Cann, C.-C. Huang, A. Prasatkhetragarn, and N. **Vittayakorn**, "Phase Transitions and Dielectric Properties in $\text{NaNbO}_3\text{-Bi}(\text{Zn}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ Perovskite Solid Solutions," *Proceedings of the 13th US-Japan Seminar on Dielectric and Piezoelectric Ceramics*, Awaji-shima, Japan (2007)
29. W. Koonalintip, S. Wirunchit, S. Trisak, P. Laoratahakul and N. **Vittayakorn** "Phase formation and morphology of $\text{PbZrO}_3\text{-Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ powders via columbite precursor synthetic route" *Journal of solid mechanics and materials engineering*, 1(4): 519-528 (2007)
30. N. **Vittayakorn** "Structural, Phase Transition and Ferroelectric Properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ Ceramic Synthesized by High-temperature Solid-state Reaction Technique" *Journal of Applied Science Research* 3(1) (2007) P.30-33
31. N. **Vittayakorn** "Synthesis of Perovskite Phase Lead Zirconate-lead Nickel Niobate via Columbite Precursors" *Journal of Applied Science Research* 3(2) (2007) P.119- 122

32. S. Wirunchit, and N. **Vittayakorn** "Structural transformation in antiferroelectric PbZrO_3 – relaxor ferroelectric $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid solution system" *Journal of Applied Physics*, 104: 024103 (2008) Impact factor = 2.064
33. G. Rujijanagul and N. **Vittayakorn** "Influence of fabrication processing on phase transition and electrical properties of $0.8\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ - $0.2\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ ceramics" *Current Applied Physics*, 8(1): 88-92 (2008) Impact Factor 2006 = 1.74
34. A. Prasatkhetragarn, N. **Vittayakorn**, S. Ananta, R. Yimnirun and D. P. Cann, "Synthesis, dielectric and ferroelectric properties of ceramics in the $(1-x)\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3$ – $(x)\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ system" *Japanese Journal of Applied Physics*, 47(2): 998-1002 (2008) Impact factor = 1.108
35. N. **Vittayakorn**, S. Wirunchit, S. Traisak, R. Yimnirun and G. Rujijanagul "Development of Perovskite and Phase Transition in Lead Cobalt Niobate Modified Lead Zirconate Titanate System" *Current Applied Physics*, 8(2): 128-133 (2008) Impact Factor 2006 = 1.74
36. W. Banlue, N. **Vittayakorn**, C.-C. Huang and D. P. Cann "Dielectric properties of $\text{Pb}[(1-x)(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})-x(\text{Zn}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})]\text{O}_3$ ceramics prepared by columbite and wolframite methods" *Journal of Materials Science*, 43(12): 4220-4225 (2008) Impact factor = 1.855
37. S. Wirunchit, P. Laoratanakul and N. **Vittayakorn** "Physical properties and phase transitions in perovskite $\text{Pb}[\text{Zr}_{1-x}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})_x]\text{O}_3$ ($0.0 \leq x \leq 0.5$)" *Journal of Physics D: Applied physics*, 41(12): 125406-125413 (2008) Impact Factor = 2.105
38. S. Wirunchit and N. **Vittayakorn** "Structural transformation in antiferroelectric PbZrO_3 -relaxor ferroelectric $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid solution system" *Journal of Applied Physics*, 104(2) art. no.024103 (2008) Impact Factor = 2.064
39. N. Chaiyo and N. **Vittayakorn** "Effect of calcinations conditions on phase formation of microwave dielectric cobalt niobate (CoNb_2O_6) powders via a mixed oxide synthesis route" *Journal of Ceramic Processing Research*, 9(4): 381-384 Impact factor = 0.481
40. M. Unruan, N. **Vittayakorn**, R. Wongmaneeuang, A. Prasatkhetragarn, S. Ananta and R. Yimnirun, "Synthesis and Properties of $\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ Ceramics" *Journal of Alloys and Compounds*, 466(1-2): 264-267 (2008) Impact factor = 2.134
41. W. Banlue and N. **Vittayakorn** "Ferroelectric phase stabilization, phase transformations and thermal properties in $(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{Pb}(\text{Co}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ solid

- solution” Applied Physics A Material: Science & Processing, 93(2): 565-569 (2008)
Impact Factor = 1.76
42. S. Nabunmee, N. **Vittayakorn**, D. P. Cann and G. Rujijanagul “Ferroelectric and Mechanical Properties of PZT-PZN-PNN ceramics” Advance Materials Research, 55-57: 217-220 (2008)
 43. M. Sutapun, R. Muanflua, C.-C. Huang, D. P. Cann, W. C. Vittayakorn and N. Vittayakorn “Influence of Fabrication Processing on Perovskite Phase Formation of KNN-BZT” Advance Materials Research, 55-57: 113-116 (2008)
 44. S. Wirunchit, P. Laoratanakul and N. **Vittayakorn** “Effect of Lead Nickel Niobate Substitution on Phase Transitions of Lead Zirconate Ceramics Prepared by the Solid State Reaction Method” Advance Materials Research, 55-57: 117-120 (2008)
 45. W. Banlue, R. Muanflua, W. C. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** “Synthesis, crystal structures, phase transition characterization and thermal properties of the (1-x)PbZrO₃-xPb(Co_{1/3}Nb_{2/3})O₃ solid solution system” Advance Materials Research, 55-57: 121-124 (2008)
 46. T. Bongkarn, N. Phungjitt and N. **Vittayakorn** “Effect of Calcination Temperatures on Microstructure and Phase Formation of Ba(Zr_{0.25}Ti_{0.75})O₃ Powders” Advance Materials Research, 55-57: 205-208 (2008)
 47. N. **Vittayakorn**, N. Chaiyo, R. Muanghlua, A. Ruangphanit and W. C. Vittayakorn Effect of annealing on the structure and dielectric properties in PZT-PCoN ceramics” Advance Materials Research, 55-57: 49-52 (2008)
 48. R. Muanghlua, S. Niemchareon, W. C. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** “Effects of Zr/Ti ratio on the structure and ferroelectric properties in PZT-PZN-PMN ceramics near the morphotropic phase boundary” Advance Materials Research, 55-57: 125- 128 (2008)
 49. N. Chaiyo, R. Muanghlua, A. Ruangphanit and W. C. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** “Synthesis, phase formation and characterization of Co₄Nb₂O₉ powders synthesized by solid-state reaction” Advance Materials Research, 55-57: 873-876 (2008)
 50. M. Unruan, N. **Vittayakorn**, R. Wongmaneerung, A. Prasatkhetragarna, S. Ananta and R. Yimmirun “Fabrication and Electrical Properties of Pb(Co_{1/3}Nb_{2/3})O₃ Ceramics” Ceramics International, 35(1): 169-172 (2009) Impact Factor 2006 = 1.471
 51. C.-C. Huang, N. **Vittayakorn**, A. Prasatkhetragarn, B. J. Gibbons and D. P. Cann “Phase transitions and dielectric properties in Bi(Zn_{1/2}Ti_{1/2})O₃-(Na_{1-y}Li_y)NbO₃

- perovskite solid solutions” Japanese Journal of Applied Physics, 48(3): 460-466 (2009) Impact Factor: 1.018
52. M. Sutapun, C.-C. Huang, D. P. Cann and N. **Vittayakorn** “Phase transitional behavior and dielectric properties of lead free $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3 - Bi(Zn_{0.5}Ti_{0.5})O_3$ ceramics” Journal of Alloy and Compound, 479: 462-466 (2009) Impact Factor = 2.134
53. C.-C. Huang, N. **Vittayakorn** and D. P. Cann “Structure and ferroelectric properties of $Bi(Zn_{1/2}Ti_{1/2})O_3-(Bi_{1/2}K_{1/2})TiO_3$ perovskite solid solutions” IEEE Transactions on Ultrasonic, Ferroelectrics, and Frequency Control, 56(7) art. No 5116856: 1304-1308 (2009) Impact Factor = 1.46
54. W. Qu, X. Tan, N. **Vittayakorn**, S. Wirunchit and M. F. Besser “High temperature phases in the $0.98PbZrO_3-0.02Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ ceramic” Journal of Applied Physics, 105: 014106 (2009) Impact factor = 2.064
55. N. **Vittayakorn**, P. Charoonsuk, P. Kasiansin, S. Wirunchit and B. Boonchom “Dielectric properties and phase transitions behaviors in $(1-x)PbZrO_3-xPb(Mg_{1/2}W_{1/2})O_3$ ceramics” Journal of applied Physics, 106: 064104 (2009) Impact factor = 2.064
56. B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert and N. **Vittayakorn** “A simple route to synthesis new binary cobalt iron cyclotetraphosphate $CoFeP_4O_{12}$ using aqueous and acetone media” Journal of Alloys and compounds, 486(1-2): 689-692 (2009) Impact Factor = 2.134
57. N. **Vittayakorn** and W. Banlue “Synthesis, Ferroelectric Phase Stabilization, Phase Transition and Thermal Properties in $(1-x)PbZrO_3-xPb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ Solid Solution” Ferroelectrics, 382(1): 110–114 (2009) Impact Factor = 0.511
58. R. Muanghlua, S. Niemcharoen, W. C. Vittayakorn, N. Tungsitvetkul, P. Chinwaro, A. Ruangphanit, N. Chaiyo, N. **Vittayakorn** “Preparation and Properties of Lead Free Bismuth Sodium Titanate-Bismuth Zinc Titanate Ceramics” Ferroelectrics, 383(1): 1 – 7 (2009) Impact Factor = 0.511
59. M. Sutapun and N. **Vittayakorn** “Phase Transition and Dielectric Properties of Lead Free $(K_{0.5}Na_{0.5})NbO_3-Bi(Zn_{0.5}Ti_{0.5})O_3$ Piezoelectric Ceramics” Ferroelectrics, 382(1): 115– 121 (2009) Impact Factor = 0.511
60. W. Banlue and N. **Vittayakorn** “Effect of $Pb(Zn_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ Additions on Phase Structure, Ferroelectric and Dielectric Properties of $PbZrO_3$ Ceramics” Ferroelectrics, 382(1): 122– 126 (2009) Impact Factor = 0.511

61. T. Bongkarn, N. Phungjitt and N. **Vittayakorn** "Effect of Firing Temperatures on Phase Formation and Microstructure of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.3}\text{Ti}_{0.7})\text{O}_3$ Ceramics Prepared via Mixed Oxide Method" *Ferroelectrics*, 383(1): 65 – 72 (2009) Impact Factor = 0.511
62. S. Wirunchit, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, W.C. Vittayakorn, P. Laoratanakul and N. **Vittayakorn** "Preparation of lead zirconate-lead nickel niobate ceramics by the reaction sintering process" *Ferroelectrics*, 380(1): 14-19 (2009) Impact Factor = 0.511
63. B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert and N. **Vittayakorn** "Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature" *Materials Research Bulletin*, 44(12): 2206-2210 (2009) Impact Factor = 2.145
64. G. Rujijanagul, N. **Vittayakorn** and S. Nabunmee "Effect of Annealing Time on Electrical and Mechanical Properties of $0.7(\text{Pb}(\text{Zr}_{1/2}\text{Ti}_{1/2})\text{O}_3) - 0.3(\text{Pb}(\text{Zn}_{1/2}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3)$ Ceramics" *Ferroelectrics*, 384(1): 68-72 (2009) Impact Factor = 0.511
65. W. C. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** "Hysteresis Response of Lead Zirconate — Lead Nickel Niobate Ferroelectric Ceramic Under Compressive Stress" *Ferroelectrics*, 382(1): 1-6 (2009) Impact Factor = 0.511
66. S. Wirunchit and N. **Vittayakorn** "Crossover from Antiferroelectric to Normal Ferroelectric Behavior in Lead Zirconate—Lead Nickel Niobate Ceramics Prepared by the Reaction Sintering Process" *Ferroelectrics*, 382(1): 135-140 (2009) Impact Factor = 0.511
67. N. Chaiyo, A. Ruangphanit, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, A. Sangseub, S. Taopen, S. Leelapattana, W. C. Vittayakorn, N. **Vittayakorn** "Synthesis and Morphology Evolution of Lead-Free Piezoelectric $\text{K}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{NbO}_3$ Powder at Low Temperature" *Ferroelectrics*, 383(1): 8-14 (2009) Impact Factor = 0.511
68. N. Phungjitt, P. Panya, T. Bongkarn and N. **Vittayakorn** "The structural phase and microstructures of perovskite $\text{Ba}(\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x)\text{O}_3$ ceramics using the combustion route" *Functional Materials Letters*, 2(4): 169-174 (2009) Impact Factor = 2.671
69. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Synthesis and ferromagnetic property of new binary copper iron pyrophosphate CuFeP_2O_7 " *Materials Letters*, 64(3): 275-277 (2010) Impact Factor = 2.117
70. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Floral-like microarchitectures of cobalt iron cyclotetraphosphate obtained by solid state synthesis" *Powder Technology*, 198(1): 25-28 (2010) Impact Factor = 1.887

71. N. Chaiyo, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Solid-state reaction synthesis of sodium niobate (NaNbO_3) powder at low temperature" *Journal of Materials Science*, 45(6): 1443-1447 (2010) Impact Factor = 1.885
72. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "One-step thermal synthesis of binary manganese iron cyclotetraphosphate $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ " *Journal of Materials Science*, 45(6): 1459-1463 (2010) Impact Factor = 1.885
73. B. Boonchom, R. Baitahe, S. Kongtaweelert and N. **Vittayakorn** "Kinetics and thermodynamics of zinc phosphate hydrate synthesized by a simple route in aqueous and acetone media" *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 49(8): 3571-3576 (2010) Impact Factor = 2.071
74. P. Phetnoi, S. Niemcharoen, R. Muanghlua, M. Sutapun and N. **Vittayakorn** "Electrical properties of bismuth potassium titanate-strontium titanate ferroelectric ceramics" *ECTI-CON 2010 - The 2010 ECTI International Conference on Electrical Engineering/Electronics, Computer, Telecommunications and Information Technology*, art. no. 5491563: 962-965 (2010)
75. U. Sukkha, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchoma and N. **Vittayakorn** "Antiferroelectric-ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: Crystal studies, microstructure, thermal and electrical properties" *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 100(2): 551-559 (2010) Impact Factor = 1.76
76. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Dehydration behavior of synthetic $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ " *Journal of Chemical and Engineering Data*, 55(9): 3307-3311 (2010) Impact Factor = 2.089
77. P. Charoonsuk, S. Wirunchit, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "The phase evolution with temperature in 0.94PbZrO_3 - $0.06\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ antiferroelectric ceramic" *Journal of Alloys and Compounds*, 506(1): 313-316 (2010) Impact Factor = 2.134
78. B. Boonchom, R. Baitahe, Z. Joungmunkong and N. **Vittayakorn** "Grass blade-like microparticle $\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ prepared by a simple precipitation at room temperature" *Powder Technology*, 203(2): 310-314 (2010) Impact Factor = 1.887
79. N. Phungjitt, P. Panya, N. **Vittayakorn** and T. Bongkarn "Use of the combustion technique for the preparation of $\text{Ba}(\text{Ti}_{0.70}\text{Zr}_{0.30})\text{O}_3$ ceramics" *Ferroelectrics*, 403(1): 142-149 (2010) Impact Factor = 0.511

80. B. Boonchom, C. Danvirutai and N. **Vittayakorn** "A simple synthesis and characterization of binary $\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its final decomposition product $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ " *Solid State Sciences*, 13(1): 77-81 (2011) Impact Factor = 1.828
81. N. Chaiyo, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Solution combustion synthesis and characterization of lead-free piezoelectric sodium niobate (NaNbO_3) powders" *Journal of Alloys and Compounds*, 509(5): 2445-2449 (2011) Impact Factor = 2.134
82. N. **Vittayakorn** and B. Boonchom "Effect of BiAlO_3 modification on the stability of antiferroelectric phase in PbZrO_3 ceramics prepared by conventional solid state reaction" *Journal of Alloys and Compounds*, 509(5): 2304-2310 (2011) Impact Factor = 2.134
83. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Soft synthesis route and characterization of superparamagnetic $\text{Mn}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its decomposed product" *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 50(4): 2021-2030 (2011) Impact Factor = 2.071
84. N. Chaiyo, A. Ruangphanit, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Synthesis of potassium niobate (KNbO_3) nano-powder by a modified solid-state reaction" *Journal of Materials Science*, 46(6): 1585-1590 (2011) Impact Factor = 1.855
85. R. Muanghlua, S. Niemcharoen, M. Sutapun, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Phase transition behaviour and electrical properties of lead-free $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ - LiNbO_3 - LiSbO_3 piezoelectric ceramics" *Current Applied Physics*, 11(3): 434-437 (2011) Impact Factor = 1.74
86. N. Chaiyo, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom, P. Seeharaj and N. **Vittayakorn** "Non-isothermal kinetics of the thermal decomposition of sodium oxalate $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ " *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 107: 1023-1029 (2011) Impact Factor = 1.752
87. U. Sukkha, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Effect of $\text{Pb}(\text{Y}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ additions on thermal and electrical properties of PbZrO_3 ceramics" *Ferroelectrics*, 416(1): 8-15 (2011) Impact Factor = 0.511
88. N. Chaiyo, A. Ruangphanit, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** "Facile synthesis of lead-free piezoelectric sodium niobate (NaNbO_3) Powders via the solution combustion method" *Ferroelectrics*, 415(1): 75-82 (2011) Impact Factor = 0.511

89. R. Baitahe, N. **Vittayakorn** and B. Boonchom “Study on thermal transformation of $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ obtained by acetone-mediated synthesis at ambient temperature” *Journal of The Thermal Analysis and Calorimetry*, 10.1007/s10973-011-1832-y (2011) Impact Factor = 1.752
90. T. Kolodiazhnyi, H. Sakurai and N. **Vittayakorn** “Spin-flop driven magneto-dielectric effect in $\text{Co}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ” *Applied Physics Letters* 99 (13), art. no. 132906 (2011) Impact Factor = 3.82
91. U. Sukkha, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** “Influence of $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ on the Phase Transitions, Electrical, and Thermal Properties of a PbZrO_3 Ceramic” *Journal of the American Ceramic Society*, 94 (10): 3397-3404 (2011) Impact Factor = 2.167
92. W.C. Vittayakorn, D. Bunjong, R. Muanghlua and N. **Vittayakorn** “Characterization and properties of $\text{BaTi}_3\text{O}_3/\text{MgO}$ nanocomposite ceramics” *Journal of Ceramic Processing Research*, 12(5) : 493-495 (2011) Impact Factor = 0.481
93. B. Boonchom and N. **Vittayakorn** “Simple fabrication of polyhedral grain-like microparticle $\text{Cu}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and porous structure CuZnP_2O_7 ” *Ceramics International*, 38(1): 411-415 (2012) Impact Factor = 1.471
94. U. Sukkha, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom, W. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** “Effect of $\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ on phase transition and thermal and electrical properties of PZ-PYbN solid solution on PZ-rich side” *Journal of Materials Science*, 47(3): 1452-1459 (2012) Impact Factor = 1.855
95. N. Wongpisutpaisan, A. Ruangphanit, N. **Vittayakorn**, W. Pecharapa, W. “Cu-doped TiO_2 nanopowder synthesized by sonochemical process” 2012 International Conference on Enabling Science and Nanotechnology, ESciNano 2012 - Proceedings, art. no. 6149671
96. M. Sutapun, B. Boonchom and N. **Vittayakorn** “Sonochemical synthesis of $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ powders” *Advanced Materials Research*, 506: 94-97 (2012) Impact Factor = 0.256
97. P. Charoonsuk, W. Vittayakorn, R. Muanghua, B. Boonchom, S. Niumcharoen and N. **Vittayakorn** “Aqueous Co-precipitated Spherical Shape PbZrO_3 Nanopowders : Perovskite Phase Formation” *Ceramics International*, 39: 107–111 (2013) Impact Factor = 1.789
98. P. Charoonsuk, W. Vittayakorn, B. Boonchom, and N. **Vittayakorn** “Perovskite Phase Formation of Characterized Lead Zirconate (PbZrO_3) Nanoparticles Prepared

- by The Sono-Assisted Co-Precipitation Method” Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 13: 3529–3534 (2013) Impact Factor = 1.149
99. S. Kahatta, N. Chaiyo, C. Ruttanapun, W. Techitdheera, W. Pecharapa and N. **Vittayakorn** “Microwave-assisted solution combustion synthesis and characterization of thermoelectric $\text{Ca}_3\text{Co}_2\text{O}_6$ powder” Advanced Materials Research, 802: 84-88 (2013)
100. P. Seeharaj, B. Boonchom, P. Charoonsuk, P-Kim Lohsoontorn and N. **Vittayakorn** “Barium zirconate titanate nanoparticles synthesized by the sonochemical method” Ceramics International, 39: 559–562 (2013) Impact Factor = 1.789
101. N. Wongpisutpaisan, N. **Vittayakorn**, A. Ruangphanit, and W. Pecharapa “Cu-Doped TiO Nanopowders Synthesized by Sonochemical- assisted Process” Sains Malaysiana, 42: 175–181 (2013) Impact Factor = 0.052
102. C. Kahattha, N. Wongpisutpaisan, N. **Vittayakorn** and W. Pecharapa “Physical properties of V-doped TiO_2 nanoparticles synthesized by sonochemical-assisted process” Ceramics International, 39: 389-393 (2013) Impact Factor = 1.789
103. C. Kahattha, N. **Vittayakorn** and W. Pecharapa “Effect of sonication time and calcination temperature on physical properties of Titanium dioxide synthesized via sonochemical-assisted process” Advanced Materials Research, 802: 252-256 (2013)
104. S. Wirunchit, R. Muanghlua, N. Atiwongsangthong, W. Vittayakorn and N. **Vittayakorn** “Nanocrystalline barium zirconium titanate synthesized by the sonochemical process.” Advanced Materials Research, 802: 119-123 (2013)
105. M. Sutapun, R. Muanghua, S. Niemcharoen, W. Vittayakorn, P. Seeharaj and N. **Vittayakorn** “Synthesis, Characterization and Dielectric Properties of $\text{Mn}_{(2-x)}\text{Zn}_x\text{P}_2\text{O}_7$ Ceramics” Advanced Material Research, 802: 12-16 (2013)
106. R. Noonuruk, W. Mekprasart, N. Wongpisutpaisan, N. **Vittayakorn** and W. Pecharapa “ SnO_2 nanoparticle synthesized by ultrasonic-assisted process” Advanced Material Research, 770: 299-302 (2013)
107. K. Chongsri, N. Wongpisutpaisan, N. **Vittayakorn** and W. Pecharapa “Al-doped ZnO nanoparticles synthesized by sonochemical-assisted method” Advanced Material Research, 770: 354-357 (2013)
108. N. Wongpisutpaisan, N. **Vittayakorn**, A. Ruangphanit, and W. Pecharapa “ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process” Integrated Ferroelectrics, 149(1): 56-60 (2013) Impact Factor = 0.375

109. N. Chaiyo, R. Muanghlua, Y. Wongprasert, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** "Rapid Synthesis of Potassium Sodium Niobate ($K_{1/2}Na_{1/2}NbO_3$) Lead-free Piezoelectric Powder using the Combustion Method" *Integrated Ferroelectric*, 149(1): 128-134 (2013) Impact Factor = 0.375
110. C. Kahattha, N. Wongpisutpaisan, **N. Vittayakorn** and W. Pecharapa "Synthesis of Titanium dioxide/Vanadium oxide nanocomposites via sonochemical and hydrothermal process for energy storage application" *International Journal of Nanotechnology*, (Accepted)
111. P. Seeharaj, P. Charoonsuk, P. Kim-Lohsoontorn and **N. Vittayakorn** " $BaZr_{0.3}Ti_{0.7}O_3$ nanoparticles synthesized by glycine-nitrate autocombustion" *Ferroelectrics*, 456(1): 55-62 (2013) Impact Factor = 0.415
112. R. Roongtao, R. Baitahe, **N. Vittayakorn**, P. Seeharaj and W. C. Vittayakorn "Structural and Magnetic Properties of Zn Doped $CoFe_2O_4$ " *Integrated Ferroelectrics*, 148(1): 145-152 (2013) Impact Factor = 0.375
113. P. Charoonsuk, W. Vittayakorn, N. Atiwongsangthong, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** "Synthesis of Monodispersed Perovskite Barium Zirconate ($BaZrO_3$) by the Sonochemical Method" *Ferroelectrics*, 453(1): 54-61 (2013) Impact Factor = 0.415
114. S. Vuttivong, S. Niemcharoen, P. Seeharaj, W. Vittayakorn and **N. Vittayakorn** "Sonochemical Synthesis of Spherical $BaTiO_3$ Nanoparticles" *Ferroelectrics*, 457(1): 44-52 (2013) Impact Factor = 0.415
115. P. Seeharaj, S. Wirunchit, P. Charoonsuk, K-Lohsoontorn and **N. Vittayakorn** "Spherical nanocrystalline barium zirconate titanate prepared by co-precipitation in highly aqueous basic solution" *Ferroelectrics*, 455(1): 83-89 (2013) Impact Factor = 0.415
116. C. Nawanil, W. Vittayakorn, R. Muanghua, S. Niemcharoen, J. Prachayawarakorn and **N. Vittayakorn** "The Effect of Thai Glutinous Rice Starch on the Synthesis of Lead Zirconate ($PbZrO_3$) Nanofibers via the Electrospinning Method" *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 13: 3700-3704 (2013) Impact Factor = 1.149
117. B. Boonchom, **N. Vittayakorn** "A rapid synthesis of cobalt cyclotetraphosphate $Co_2P_4O_{12}$ at lowtemperature" *Ceramics International*, 39: 395-398 (2013) Impact Factor = 1.789

118. C. Wattana wikkam, **N. Vittayakorn** and T. Bongkarn “Low temperature fabrication of lead-free KNN-LS-BS ceramics via the combustion method” *Ceramics International*, 39: 399–403 (2013) Impact Factor = 1.789
119. A. Prasatkhetragarn, A. Arthan, P. Jantaratana, **N. Vittayakorn**, B. Yotburut and R. Yimmirun “Ferroelectromagnetic characteristic of Na-doped $0.75\text{BiFeO}_3-0.25\text{BaTiO}_3$ multiferroic ceramics” *Ceramics International*, 39: 245–248 (2013) Impact Factor = 1.789
120. P. Charoonsuk and **N. Vittayakorn** “Perovskite Phase Formation of Monosized Lead Zirconate (PbZrO_3) Nanoparticles Prepared by the Sono-Assisted Co-Precipitation Method” *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 13: 3529–3534 (2013) Impact Factor = 1.149
121. R. Sumang, **N. Vittayakorn** and T. Bongkarna “Crystal structure, microstructure and electrical properties of $(1-x-y)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3-x\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3-y\text{BiFeO}_3$ ceramics near MPB prepared via the combustion technique” *Ceramics International*, 39: 409–413 (2013) Impact Factor = 1.789
122. A. Prasatkhetragarn, P. Muangkonkad, P. Aommongkol, P. Jantaratana, **N. Vittayakorn** and R. Yimmirun “Investigation on ferromagnetic and ferroelectric properties of (La,K)-doped $\text{BiFeO}_3-\text{BaTiO}_3$ solid solution” *Ceramics International*, 39: 249–252 (2013) Impact Factor = 1.789
123. C. Nawanil, A. Rerkratn, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** “Characterization and Dielectric Properties of Nanocomposite Made of Lead Zirconate Nanofibers and Polyvinylidene Fluoride Improved with Carbon Nanotubes” *Integrated Ferroelectrics*, 149: 18–24 (2013) Impact Factor = 0.375
124. N. Chaiyo, R. Muanghlua, Y. Wongprasert, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** “Combustion Synthesis of Lead-free Piezoelectric Alkali Metal Niobate Family” *Ferroelectrics*, 453: 26–37 (2013) Impact Factor = 0.415
125. Chanisa Nawanil, A. Rerkratn, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** “Effect of Chemical Treatment on Phase Transition of Lead Zirconate Nanofibers” *Ferroelectrics*, 450: 49–56 (2013) Impact Factor = 0.415
126. U. Sukkha, W. Vittayakorn, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, A. Karbkaew, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn** “Effect of $\text{Pb}(\text{Ni}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ on the Phase Transition Behavior of PbZrO_3 Ceramic” *Ferroelectrics*, 451: 30–40 (2013) Impact Factor = 0.415

127. C. Kornphom, P. Bhupajit, N. Vittayakorn and T. Bongkarn "Fabrication of 0.62[0.75PMN-0.25PYbN]-0.38PT Ceramics Using One Step Calcination via Combustion Technique" *Ferroelectrics*, 456: 89–97 (2013) Impact Factor = 0.415
128. P. Sittiketkorn, A. Laowanidwatana, N. Vittayakorn and T. Bongkarn "Influence of Sintering Temperature on Phase Formation, Microstructure and Dielectric Properties of Calcium and Strontium Doped BNT Ceramics Prepared via Combustion Technique" *Ferroelectrics*, 455: 54–61 (2013) Impact Factor = 0.415
129. R. Sumang, N. Vittayakorn and T. Bongkarn "The Effect of Excess PbO on Crystal Structure, Microstructure and Dielectric Properties of $(\text{Pb}_{0.50}\text{Sr}_{0.50})\text{TiO}_3$ Ceramics" *Ferroelectrics*, 456: 98–106 (2013) Impact Factor = 0.415
130. A. Prasatkhetragarn, P. Jantaratana, N. Vittayakorn, B. Yotburut and R. Yimnirun "Ferroelectric and Ferromagnetic Properties of K-doped $0.7\text{BiFeO}_3-0.3\text{BaTiO}_3$ Multiferroic Ceramics" *Ferroelectrics*, 451: 109–115 (2013) Impact Factor = 0.415
131. W. C. Vittayakorn, N. Pulphol, R. Roongtao, R. Muanghlua and N. Vittayakorn "The Influence of BMN Addition on the Phase Formation, Microstructure and Dielectric Property of BaTiO_3 Ceramic" *Ferroelectrics*, 451: 15–21 (2013) Impact Factor = 0.415
132. P. Panya, C. Wattanawikkam, A. Laowanidwatana, N. Vittayakorn and T. Bongkarn "Optimum Conditions for Fabrication High-Density KNN-LS-BF Ceramics by Combustion Method" *Integrated Ferroelectrics*, 148: 161–170 (2013) Impact Factor = 0.375
133. P. Sittiketkorn, P. Wongtey, N. Vittayakorn and T. Bongkarn "The Effect of Firing Temperatures on $(\text{Pb}_{0.75}\text{Ba}_{0.25})(\text{Zr}_{0.70}\text{Ti}_{0.30})\text{O}_3$ Ceramics Prepared via the Combustion Technique" *Integrated Ferroelectrics*, 149: 39–48 (2013) Impact Factor = 0.375
134. W. C. Vittayakorn, N. Pulphol, R. Muanghlua and N. Vittayakorn "Fabrication and Properties of $\text{BaTiO}_3\text{-CoFe}_2\text{O}_4$ Nanocomposites" *Integrated Ferroelectrics*, 148: 153–160 (2013) Impact Factor = 0.375
135. C. Nawani, W. Vittayakorn, J. Prachayawarakorn and N. Vittayakorn "Preparation and Dielectric Properties of 3-3 Lead Zirconate/Polyvinylidene Fluoride Nanocomposite" *Ferroelectrics Letters Section*, 40: 94–100 (2013) Impact Factor = 0.613
136. S. Vuttivong and N. Vittayakorn "Synthesis and Morphology of KNbO_3 Powders via Hydrothermal Method" *Integrated Ferroelectrics*, 149: 25–31 (2013) Impact Factor = 0.375

- piezoelectric ceramics synthesized by the combustion technique” *Ceramics International*, Inpress (2015) Impact Factor = 2.086
147. J. Janbua, J. Mayamae, S. Wirunchit, R. Baitahe and N. **Vittayakorn** “Directed synthesis, growth process and optical properties of monodispersed CaWO_4 microspheres via a sonochemical route” *RSC Adv.* 5, 19893–19899 (2015), Impact Factor = 3.708
148. T. Charoonsuk, W. **Vittayakorn**, N. **Vittayakorn**, P. Seeharaj, S. Maensiri “Sonochemical synthesis of monodispersed perovskite barium zirconate (BaZrO_3) by using an ethanol–water mixed solvent” *Ceramics International*, Inpress (2015) Impact Factor = 2.086
149. P. Kamkum, N. Atiwongsangthong, R. Muanghlua, N. **Vittayakorn** “Application of chicken eggshell waste as a starting material for synthesizing calcium niobate ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$) powder” *Ceramics International*, Inpress (2015) Impact Factor = 2.086

