



## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึกและสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบซีเมนต์  
แคลเซียมอะลูมิเนตส์ ด้วยเทคนิค ริตเวลด์ รีไฟน์เมนต์

Correlation between the crystal structure and thermoelectric properties of the CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
cement by Rietveld refinement technique

นักวิจัยหลังปริญญาเอก ดร.ราชานุสรณ์ รุ่งเต่า  
นักวิจัยที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร.เชรณัฐ รัตนพันธ์

ทุนวิจัยหลังปริญญาเอก

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจาก กองทุนวิจัยสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร

ลาดกระบัง ประจำปี พ.ศ. 2561

ส่วนบริหารวิชาการและวิจัย สำนักงานอธิการบดี  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึกและสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของ  
สารประกอบซีเมนต์ แคลเซียมอะลูมินตส์ ด้วยเทคนิค ริดเวลด์ รีไฟน์เมนต์

แหล่งเงิน ทุนวิจัยหลังปริญญาเอก กองทุนวิจัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ประจำปี พ.ศ. 2561 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประจำปีงบประมาณ 2561 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 478,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 มค. 2561 ถึง 30 ธค. 2562

นักวิจัยผู้รับทุน ดร.ราชานุสรณ์ รุ่งเต่า

นักวิจัยที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร.เชษฐา รัตนพันธ์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Research Title:** Correlation between the crystal structure and thermoelectric properties of the CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cement by Rietveld refinement technique

**Researcher:** Dr. Rachanusorn Roongtao

**Senior Researcher** Asoc. Prof. Dr. Chesta Ruttanapun

**Faculty:** Science **Department:** Physics

**King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang**



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### III

#### บทคัดย่อ

ได้สังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จากการบดผสมสารตั้งต้นแคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$  และอะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  ทำการเผาแคลไซน์อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$  ซึ่งสามารถสังเคราะห์สารประกอบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) ได้เป็นผลึกแบบ Cubic มีขนาด  $11.982 \text{ \AA}$  ซึ่งในการสังเคราะห์สารดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาเป็นแบบการแข่งขัน มีการเกิดเฟสแบบผสม ที่ประกอบด้วยสาร C3A ( $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ ) CA2 ( $\text{CaO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และ CA ( $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ตามลำดับ จนเมื่อถึงอุณหภูมิที่  $1350^\circ\text{C}$  จะได้สารทุกตัวจะเกิดการสลายตัวเกิดเป็นเฟสสุดท้ายคือ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ )

คำสำคัญ : C12A7 Cement, อะลูมิเนียมออกไซด์, ริดเวลต์รีไฟน์เมนต์, แคลเซียมคาร์บอเนต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ทุนวิจัยหลังปริญญาเอกนี้ ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร  
ลาดกระบัง ประจำปี พ.ศ. 2561  
ส่วนบริหารวิชาการและวิจัย สำนักงานอธิการบดี  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ.....	III
กิตติกรรมประกาศ.....	IV
สารบัญ.....	V
สารบัญรูป.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	2
บทที่ 2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	9
3.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ).....	9
3.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti).....	10
บทที่ 4 ผลการวิจัย.....	12
4.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ).....	12
4.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti).....	18
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	24
5.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ).....	24
5.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti).....	24
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	25
บทที่ 6 สรุปผลผลิตที่ได้จากงานวิจัย.....	26
6.1 สรุปรายชื่อและรายละเอียดผลผลิตงานวิจัยที่ผลิตได้.....	26
เอกสารอ้างอิง.....	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก.....	28
ภาคผนวก ก.....	28
รายงานการเงิน.....	40
ประวัตินักวิจัย.....	41



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 เฟสไดอะแกรมของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates, $n(\text{CaO})\cdot m(\text{Al}_2\text{O}_3)$ หรือ $(\text{C}_n\text{A}_m)$	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates $n(\text{CaO})\cdot m(\text{Al}_2\text{O}_3)$ หรือ $(\text{C}_n\text{A}_m)$	5
รูปที่ 2.3 แสดงเครื่องมือวิเคราะห์ที่นิยมใช้ศึกษาโครงสร้างผลึก	7
รูปที่ 4.1 แสดงการเปลี่ยนแปลงสีตันของ C12A7 ตามการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างภายใน[1]	12
รูปที่ 4.2 FTIR ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100 , 1200 , 1300 และ 1350C	12
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100 1200 1300 และ 1350°C	16
รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Si จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1300°C	19
รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Si จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1350°C	20
รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Sr จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1350°C	21
รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Ti จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1300°C	22
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Ti จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1350°C	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ลักษณะโครงสร้างผลึกของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างพื้นฐานเกิดจากการการประกอบของสารประกอบ CaO และ  $Al_2O_3$  ซึ่งเป็นองค์ประกอบพื้นฐานสำหรับโครงสร้างซีเมนต์ โดยโครงสร้างดังกล่าว นั้น มี 5 โครงสร้าง ที่เสถียรภายใต้ความดันบรรยากาศและความชื้นปกติ สามารถเขียนสูตรโครงสร้างทั่วไปได้เป็น  $n(CaO) \cdot m(Al_2O_3)$  หรือ  $(C_nA_m)$  สารประกอบซีเมนต์กลุ่มนี้สามารถนำไปประยุกต์และสร้างสิ่งประดิษฐ์ได้หลายอย่างเช่น ทำเป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับวัสดุฉลาดสมัยใหม่ ในมือถือ จอโน้ตบุ๊ก ต่างๆ สามารถนำไปผลิตเป็นกระจกนำไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าโซลาเซลล์ วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก (ความร้อน->ไฟฟ้า) ตัวเก็บประจุยิ่งยวด เซลล์เชื้อเพลิง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตแอมโมเนีย

การครอบครองตำแหน่งอะตอม ของอะตอม Ca Al และ O ในแต่ละโครงสร้าง เป็นเหตุให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพขั้วได้ภายใต้สนามไฟฟ้า สนามแม่เหล็ก หรือความร้อนภายนอก โดยสารประกอบบางตัวเมื่อได้รับการปรับปรุงโครงสร้างอะตอมได้อย่างเหมาะสม มีความเป็นไปได้ว่าจะทำให้เกิดสารเทอร์โมอิเล็กทริกที่ดีได้ โดยเฉพาะสารประกอบ ซีเมนต์คือ  $C12A7$  ( $12CaO \cdot 7Al_2O_3$ ) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นลักษณะแบบกรง ขนาดนาโน แบบทรงกลม ใน 1 unit cell มี 12 กรง ซึ่งในแต่ละกรงจะมีช่องว่างภายในขนาดประมาณ 0.4 นาโนเมตร โครงสร้างสารประกอบ  $C12A7$  นั้น ในธรรมชาติ จะแสดงสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า เพราะมีออกซิเจนอิสระบรรจุอยู่ในช่องว่างกรง แทนด้วย  $C12A7:O^{2-}$  ซึ่งจะไม่นำไฟฟ้า (เพราะมีสภาพนำไฟฟ้าต่ำกว่า  $20^{-10}$  S/cm) แต่จากงานวิจัยของ Hosono สารประกอบซีเมนต์ดังกล่าวนี้สามารถกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า แบบตัวนำไฟฟ้าในโลหะได้ (โดยมีสภาพนำไฟฟ้า 1500 S/cm) ณ อุณหภูมิห้อง เรียกว่า อิเล็กโทรด  $C12A7$  ( $C12A7$  electride) แทนด้วย  $C12A7:e^-$  เนื่องจาก ออกซิเจนอิสระถูกดึงออกจากกรง แล้วมีอิเล็กตรอนอิสระไปแทนที่ออกซิเจนอิสระในช่องว่างกรง จากลักษณะโครงสร้างของสารประกอบซีเมนต์  $C12A7$  ที่เป็นแบบกรงยังมีขนาดนาโนเมตรและที่ว่างภายในกรงขนาดนาโนเมตร ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างที่จะนำมาสังเคราะห์และปรับปรุงวิจัยพัฒนาให้ได้เป็นวัสดุอิเล็กโทรด  $C12A7$  ที่สามารถนำไฟฟ้า และเป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1) เพื่อศึกษากระบวนการสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ (Cement) พร้อมทั้งศึกษาความสามารถในการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนเป็นพลังงานไฟฟ้า (เทอร์โมอิเล็กทริก) ของสารที่สังเคราะห์ได้
- 2) ดัดแปลงโครงสร้างระดับอะตอมของซีเมนต์โดยการเติมอะตอมสถานะก๊าซ (O/F/Cl) ลงในโครงผลึก แล้วติดตามการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึก
- 3) ศึกษาปรากฏการณ์ที่เกิดจากการดึงอะตอมสถานะก๊าซ ออก ซึ่งจะทำให้โครงสร้างเกิดช่องว่างที่มีประจุเกิดขึ้น พร้อมทั้งเปรียบเทียบรายละเอียดของโครงสร้างผลึกและสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบซีเมนต์
- 4) ดัดแปลงโครงสร้างระดับอะตอมของซีเมนต์โดยการเติมอะตอมโลหะ (Fe/Cu/Si) ลงในโครงผลึก แล้วติดตามการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึกในรูปของความยาวพันธะ มุมพันธะ และตำแหน่งอะตอม พร้อมทั้งเชื่อมความสัมพันธ์และอธิบายการเปลี่ยนแปลงสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก และ โครงร่างผลึกของสาร
- 5) เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปเผยแพร่ ทั้งในรูปแบบสัทธิบัตรและ/หรือตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติที่มี Impact Factor สูงๆ รวมทั้งการเสนอทั้งผลงานแก่นักวิชาการในและต่างประเทศ อันจะเป็นการเพิ่มผลงานตีพิมพ์ระดับนานาชาติของสถาบันและยกระดับสถาบันให้เป็นมหาวิทยาลัยวิจัยชั้นนำของประเทศ

## 1.3 ระเบียบวิธีวิจัย

มีขั้นตอนแผนงาน แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นที่ 1 สังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ พร้อมทั้งดัดแปลงโครงสร้างด้วยการเติม/ดึงออกของอะตอมอิสระสถานะก๊าซ (O/F/Cl) และดัดแปลงโครงสร้างด้วยการเติมอะตอมโลหะ (Fe/Cu/Si) ลงในโครงผลึก

ขั้นที่ 2 ตรวจสอบโครงสร้างระดับอะตอมด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟนอนเมนต์ และตรวจวัดสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารตัวอย่างทั้งหมด

ขั้นที่ 3 เชื่อมโยงความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึกกับสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารที่สังเคราะห์ได้ และทำการรวบรวมข้อมูลและจัดทำเอกสาร เพื่อการเผยแพร่และรูปเล่มสมบูรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ขั้นที่ ๑ การสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์

ทำการสืบค้นข้อมูลในฐานข้อมูลออนไลน์ และรวบรวมเทคนิคในการเตรียมสารประกอบซีเมนต์ที่มีมาก่อน เพื่อนำมาออกแบบปรับปรุงแก้ไข ไม่ให้เกิดการเตรียมที่ซ้ำซ้อน ทำการวางแผนการเตรียม จัดเตรียมสารเคมีตั้งต้นและอุปกรณ์สำหรับงานเตรียม ที่เหมาะสมกับเทคนิคการเตรียมสำหรับงานวิจัยนี้ โดยแบ่งขั้นตอนในขั้นที่ 1 ออกเป็น

1. จัดซื้อสารเคมีตั้งต้นเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารประกอบซีเมนต์ และซีเมนต์ที่จะคัดแปลงโครงสร้างผลึก
2. ทำการเตรียมสารด้วยเทคนิคที่เหมาะสมของสารแต่ละชนิด

### ขั้นที่ ๒ การตรวจสอบเอกลักษณ์สมบัติทางเคมีและกายภาพ

จากสารทุกตัวที่เตรียมได้นั้นจะถูกนำมาตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐาน ตามลำดับเทคนิคต่อไปนี้

- ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือ ไอออนที่เป็นองค์ประกอบของสารทั้งหมด ด้วยเครื่องสเปกโทรสโกปี (FTIR/Raman)
- ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray powder diffraction (XRD) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่าง
- ใช้เทคนิคกริฟเวอรี ฟลักซ์เมนต์ในการหารายละเอียดเกี่ยวกับความยาวยาวพันธะ มุมพันธะ และตำแหน่งอะตอมภายในโครงสร้างของสาร
- ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (XAS) เพื่อยืนยันและสนับสนุนความน่าเชื่อถือข้อมูลจากเทคนิคกริฟเวอรี ฟลักซ์เมนต์ในกรณีที่มีข้อมูลมีความน่าเชื่อถือต่ำ ( $\chi^2 \gg 1$ )
- ตรวจสอบค่าการนำไฟฟ้าและสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก
- เปรียบเทียบโครงสร้างและสมบัติของสารที่ผ่านการคัดแปลงโครงสร้างพร้อมเชื่อมโยงความสัมพันธ์

### ขั้นที่ ๓ การรวบรวมข้อมูลและจัดทำเอกสาร เพื่อการเผยแพร่และรูปเล่มสมบูรณ์

เก็บเอกสาร เพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานในวารสารระดับนานาชาติ และจัดเก็บเอกสารรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ และสุดท้ายจัดทำเอกสารตำราคู่มือการเตรียมสารประกอบโลหะฟอสเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

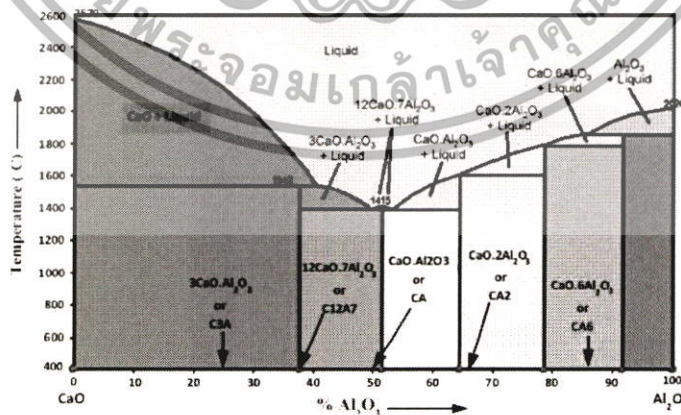
ลักษณะโครงสร้างผลึกของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างพื้นฐานเกิดจากการการประกอบของสารประกอบ CaO และ  $Al_2O_3$  (Taylor, 1997) ซึ่งเป็นองค์ประกอบพื้นฐานสำหรับโครงสร้างซีเมนต์ โดยโครงสร้างดังกล่าว นั้น มี 5 โครงสร้าง ที่เสถียรภายใต้ความดันบรรยากาศและความชื้นปกติ ซึ่งประกอบด้วย

- (1)  $CaO \cdot Al_2O_3$  (CA) [Monocalcium aluminate]
- (2)  $CaO \cdot 2Al_2O_3$  (CA2) [Monocalcium dialuminate]
- (3)  $CaO \cdot 6Al_2O_3$  (CA6) [Monocalcium hexa-aluminate]
- (4)  $3CaO \cdot Al_2O_3$  (C3A) [Tricalcium aluminate]
- (5)  $12CaO \cdot 7Al_2O_3$  (C12A7) [Dodeca-calcium hepta-aluminate]

และมีโครงสร้างอื่นอีก ซึ่งจะเกิดเฟสได้ที่ อุณหภูมิสูง ได้แก่

- (6)  $2CaO \cdot Al_2O_3$  (C2A)
- (7)  $5CaO \cdot 3Al_2O_3$  (C5A3)
- (8)  $4CaO \cdot 3Al_2O_3$  (C4A3)

ดังนั้นจึงสามารถเขียนสูตร โครงสร้างทั่วไปได้เป็น  $n(CaO) \cdot m(Al_2O_3)$  หรือ  $(C_nA_m)$  โดยมีเฟสโคอะแกรมดังแสดงในรูปที่ 2.1

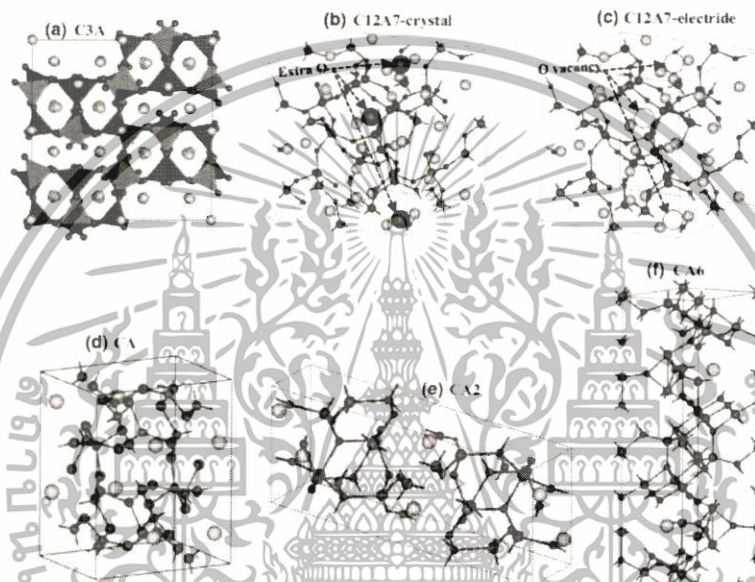


รูปที่ 2.1 เฟสโคอะแกรมของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates,  $n(CaO) \cdot m(Al_2O_3)$  หรือ  $(C_nA_m)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับสารประกอบซีเมนต์กลุ่มนี้สามารถนำไปประยุกต์และสร้างสิ่งประดิษฐ์ได้หลายอย่างเช่น ทำเป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับวัสดุผลัดสมัยใหม่ ในมือถือ จอโน้ตบุค ต่างๆ สามารถนำไปผลิตเป็นกระจกนำไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าโซลาเซลล์ วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก (ความร้อน->ไฟฟ้า) ตัวเก็บประจุยิ่งยวด เซลล์เชื้อเพลิง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตแอมโมเนีย (Sohn, 1998)

โครงสร้างผลึกของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates สารประกอบกลุ่มนี้ มีดังรูปที่ 2.2 นี้



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates  $n(\text{CaO})\cdot m(\text{Al}_2\text{O}_3)$  หรือ  $(\text{C}_n\text{A}_m)$

การครอบครองตำแหน่งอะตอม ของอะตอม Ca Al และ O ในแต่ละ โครงสร้าง เป็นเหตุให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพขั้วได้ภายใต้สนามไฟฟ้า สนามแม่เหล็ก หรือความร้อนภายนอก โดยสารประกอบบางตัวเมื่อได้รับการปรับปรุงโครงสร้างอะตอมได้อย่างเหมาะสม มีความเป็นไปได้ว่าจะทำให้เกิดสารเทอร์โมอิเล็กทริกที่ดีได้ โดยเฉพาะสารประกอบ ซีเมนต์คือ C12A7 ( $12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (McLeod, 2012) ซึ่งมีโครงสร้างเป็นลักษณะแบบกรง ขนาดนาโน แบบทรงกลม ใน 1 unit cell มี 12 กรง ซึ่งในแต่ละกรงจะมีช่องว่างภายในขนาดประมาณ 0.4 นาโนเมตร โครงสร้างสารประกอบ C12A7 นั้น ในธรรมชาติ จะแสดงสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า เพราะมีออกซิเจนอิสระบรรจุอยู่ในช่องว่างกรง แทนด้วย  $\text{C12A7}\cdot\text{O}^{2-}$  ซึ่งจะไม่นำไฟฟ้า (เพราะมีสภาพนำไฟฟ้าต่ำกว่า  $20^{-10}$  S/cm) แต่จากงานวิจัยของ Hosono (Kim, 2011) สารประกอบซีเมนต์ดังกล่าวนี้สามารถกลายเป็นตัวนำไฟฟ้า แบบตัวนำไฟฟ้าในโลหะได้ (โดยมีสภาพนำไฟฟ้า 1500

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

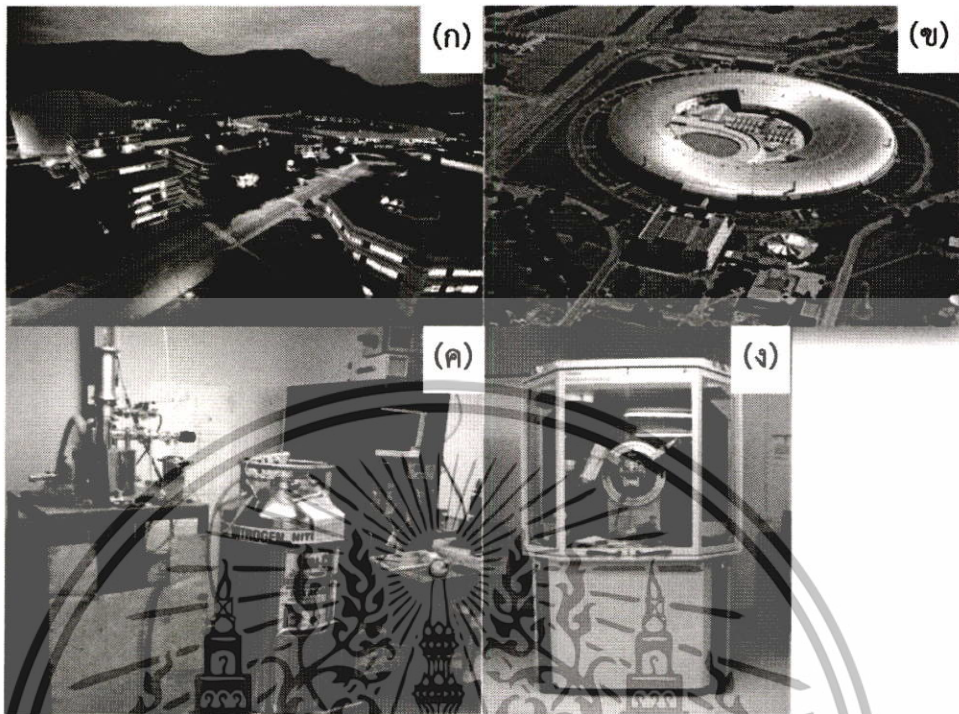
S/cm) ณ อุณหภูมิห้อง เรียกว่า อิเล็กโทรด C12A7 (C12A7 electride) แทนด้วย  $C12A7:e^-$  เนื่องจากออกซิเจนอิสระถูกดึงออกจากกรง แล้วมีอิเล็กตรอนอิสระไปแทนที่ออกซิเจนอิสระในช่องว่างกรง จากลักษณะโครงสร้างของสารประกอบซีเมนต์ C12A7 ที่เป็นแบบกรงยังมีขนาดนาโนเมตรและที่ว่างภายในกรงขนาดนาโนเมตร ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างที่จะนำมาสังเคราะห์และปรับปรุงวิจัยพัฒนาให้เป็นวัสดุอิเล็กโทรด C12A7 ได้ เพื่อให้สามารถนำไฟฟ้า และเป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก

จากการติดตามงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับสารประกอบซีเมนต์ Calcium aluminates นั้นมุ่งเน้นศึกษาใน

- 1) ศึกษาการสังเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์เบื้องต้น (Berent, 2016)
- 2) การตรวจวัดสมบัติทางกายภาพเช่นสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแสง (Hussain, 2016)
- 3) การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคขั้นสูง อาทิเช่น เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ เทคนิคการเลี้ยวเบนนิวตรอน ซึ่งมีข้อจำกัดทางด้านเครื่องมือ (Akola, 2013)

แต่อย่างไรก็ตามการเชื่อมโยงความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก กับ โครงสร้างระดับอะตอมมักจะคาดเดาได้ยากและไม่เป็นที่เข้าใจมากนัก ซึ่งการศึกษาโครงสร้างระดับอะตอมมีความจำเป็นอย่างมากเพื่อทำความเข้าใจ และสามารถนำองค์ความรู้มาปรับปรุงพัฒนากระบวนการผลิตภาคอุตสาหกรรมในเรื่องการลดต้นทุนด้านกระบวนการผลิตภัณฑ์ให้มากขึ้น โดยเนื่องจากความแตกต่างของซีเมนต์ Calcium aluminates รวมถึงคุณสมบัติของสารนั้นๆ เกิดจากความต่างของชนิดและตำแหน่งอะตอมเพียงเล็กน้อยภายในโครงสร้าง ในปัจจุบันการทำความเข้าใจถึงการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างผลึกของสารกำลังได้รับความนิยมนอย่างมากในหมู่นักวิจัย โดยเฉพาะในต่างประเทศที่มีเครื่องมือเครื่องมืออย่างครบครัน ซึ่งการศึกษาในประเภทนี้เป็นเรื่องละเอียดอ่อน มักจะต้องใช้เครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงอย่างเช่น (ก) เครื่องวัดการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy, XAS) (ข) เครื่องวัดการเลี้ยวเบนนิวตรอน (Powder Neutron diffraction spectroscopy, PND) หรือ (ค) เครื่องมือทางนิวเคลียร์ (Mossbauer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดงเครื่องมือวิเคราะห์ที่นิยมใช้ศึกษาโครงสร้างผลึก

spectroscopy) โดยที่กล่าวมาทั้งหมดเป็นเครื่องมือที่หายากและมีค่าใช้จ่ายสูงมาก โดยทั้งเครื่อง PND และ Mossbauer spectroscopy ไม่มีให้บริการในประเทศไทยและทั่วโลกก็มีอยู่อย่างจำกัดซึ่งมักจะใช้ได้เฉพาะกลุ่มนักวิจัยในสถาบันนั้นๆ เท่านั้น ในขณะที่เครื่อง XAS มีการเปิดให้บริการภายในประเทศไทยจำนวน 1 เครื่อง ที่ สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน นครราชสีมา ซึ่งก็มีความยุ่งยากพอสมควรในการเข้าใช้บริการ เนื่องจากระยะเวลาที่เปิดให้บริการในหนึ่งรอบปี รวมทั้งผู้เข้าใช้บริการมีเป็นจำนวนมากซึ่งหากเกิดข้อผิดพลาดขึ้นในขณะที่ผู้วิจัยเข้าใช้บริการนั้น จำต้องรอเวลาอีกหนึ่งรอบปีเพื่อที่จะเข้าตรวจวิเคราะห์ได้ใหม่ ซึ่งจะทำให้งานวิจัยเกิดความล่าช้าอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ ถึงกระนั้นก็ตามเมื่อไม่นานมานี้ศาสตราจารย์ชาวคัทซ์ Hugo Rietveld (1932-2016) ได้พัฒนาอัลกอริทึมขึ้น เพื่อใช้ในการศึกษาโครงสร้างระดับอะตอม (Rietveld, 1967) ของสารประกอบต่างๆ จากเครื่องมือซึ่งมีอยู่ในเกือบทุกมหาวิทยาลัยวิจัย รวมทั้งสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังอีกด้วยนั่นก็คือ (ง) เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray powder diffraction, XRD โดยอาศัยหลักการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรัง (PND และ XRD) เทียบกับแบบจำลองทางคอมพิวเตอร์ ซึ่งผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยอัลกอริทึมชนิดนี้ให้ความถูกต้องของข้อมูลใกล้เคียงกับ ๓ เทคนิคข้างต้นอย่างไม่มีนัยสำคัญ (Baitahe, 2015)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หนึ่งในสมบัติที่นิยมทำการศึกษาวิจัยอย่างต่อเนื่องของสารประกอบกลุ่มซีเมนต์ Calcium aluminates คือสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก โดยเชื่อว่าการเติมอะตอมต่างชนิดลงไปในโครงสร้างจะทำให้เกิดเปลี่ยนแปลงของโครงร่างผลึกโดยตรงซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก ของซีเมนต์ Calcium aluminates ซึ่งทางผู้วิจัยจะทำการติดตามการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างอย่างละเอียดในรูปของ ความยาว พันธะ มุมพันธะ และตำแหน่งอะตอม โดยอาศัยการวิเคราะห์ผลจากเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) เทียบกับแบบจำลองทางคอมพิวเตอร์ผ่านอัลกอริทึมของ Rietveld ซึ่งจะทำได้ข้อมูลที่ได้รับการยอมรับในระดับนานาชาติได้ใกล้เคียงกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือที่มีความซับซ้อน หายาก และค่าใช้จ่ายสูงอย่าง XAS หรือ PND เป็นต้น โดยในงานวิจัยนี้สนใจศึกษาการเชื่อมโยงความสัมพันธ์ระหว่างการจัดเรียงตัวของ อะตอมภายในโครงสร้างผลึก สมบัติเทอร์โมอิเล็กทริก กลุ่มซีเมนต์ Calcium aluminates ด้วยการวิเคราะห์ โครงร่างผลึกชั้นสูง โดยเครื่องมือที่มีอยู่ในสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เพื่อเป็นการนำสิ่งที่มีอยู่ในสถาบันการศึกษามาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุดทัดเทียมกับสถานศึกษาต่างประเทศ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ )

ส่วนนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) โดยการทดลองหาสภาวะ (Condition) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ C12A7 อาศัยสภาวะ ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้ทำการสังเคราะห์อยู่ในรูปโลหะคาร์บอเนตและโลหะออกไซด์ที่สามารถจัดหาได้ง่ายตามห้องปฏิบัติการทั่วไป เข้าทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของสารใหม่ที่ต้องการ โดยพบว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะและสีที่แตกต่างกัน หลังจากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาตรวจสอบเอกลักษณ์ ระบบผลึก โดยรายละเอียดดังต่อไปนี้

##### 3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$ , ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท SIGMA-ALDRICH
2. อะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Fluka

##### 3.1.2 วิธีดำเนินการงานวิจัย

ทำการสังเคราะห์ผงผลิตภัณฑ์ซีเมนต์ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) โดยอาศัยสมการเคมีที่ 1 ดังนี้



เริ่มการเตรียมจากการชั่งสารตั้งต้นแคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$  น้ำหนัก 8.6478 กรัม และอะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  น้ำหนัก 5.1388 กรัม โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้ที่น้ำหนักประมาณ 10 กรัม สามารถเตรียมได้โดยการบดย่อยด้วยลูกบดแบบบดเปียก (wet ball milling) หลังจากนั้นทำให้สารละลายแห้งจนกลายเป็นของแข็งที่มีส่วนผสมของแคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$  น้ำหนัก 8.6478 กรัม และอะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  จากนั้นให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน (1100 1200 1300 1350 และ 1400 องศาเซลเซียส) เพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกันแล้วเกิดเป็นสารชนิดใหม่ขึ้นมา โดยกระบวนการดังกล่าวเรียกว่าการเผาแคลไซน์ (calcination) ผงละเอียดที่ได้จากการสังเคราะห์นำมาทำการตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบของสารทั้งหมด ด้วยเครื่อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สเปกโทรสโกปี (FTIR) ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray powder diffraction (XRD) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่าง รวมทั้งทำการจำแนกระบบผลึก โครงสร้าง หน่วยเซลล์ และขนาดผลึกของตัวอย่าง ทั้งหมดที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

### 3.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti)

งานวิจัยในส่วนนี้เป็นการสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) ที่อะตอมโลหะในโครงสร้างถูกแทนที่ด้วยโลหะต่างชนิดอันได้แก่ Si Sr และ Ti โดยคาดว่า

1. อะตอม Si จะเข้าแทนที่อะตอม Al ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดใกล้เคียงกัน
2. อะตอม Sr จะเข้าแทนที่อะตอม Ca ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดและประจุใกล้เคียงกัน
3. อะตอม Ti จะสามารถเข้าแทนที่ ได้ทั้งอะตอม Ca และ Al ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดและประจุไม่ต่างกันมาก

โดยการแทนที่อะตอมต่างชนิดลงไป ในโครงสร้างจะเหนี่ยวนำให้โครงสร้างเกิดการผิดรูป (Distortion) ซึ่งการผิดรูปบางลักษณะของสารประกอบ C12A7 มีพิเศษคือสมบัติทางไฟฟ้าจะเปลี่ยนจากสารฉนวนไฟฟ้าไปเป็นสารตัวนำไฟฟ้าได้ C12A7-electride หลังจากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาตรวจสอบเอกลักษณ์ ระบบผลึก โดยรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 3.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$  ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท SIGMA-ALDRICH
2. อะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Fluka
3. ซิลิกอนไดออกไซด์  $\text{SiO}_2$  ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท Local Chemie
4. ไทเทเนียมไดออกไซด์  $\text{TiO}_2$  ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท ALDRICH
5. สตรอนเชียมออกไซด์  $\text{SrO}$  ความบริสุทธิ์ 99.0% ผลิตโดยบริษัท RFCL Limited

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2.2 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ทำการสังเคราะห์ผงผลึกบริสุทธิ์ซีเมนต์ C12A7+M ที่ถูกดัดแปลงโครงสร้างทั้ง 3 ระบบ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

1.  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{(14-2x)}\text{Si}_{2x}\text{O}_{33-x}$
2.  $(12-x)\text{CaO}-7\text{Al}_2\text{O}_3-x\text{SrO}$
3.  $(12-x)\text{CaO}-7\text{Al}_2\text{O}_3-2x\text{TiO}_2$

โดยที่ x มีค่าตั้งแต่ 0.10 0.20 0.30 0.50 0.70 และ 1.00 ซึ่งปริมาณสารตั้งต้นจะถูกคำนวณตามกฎปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ดังตารางที่ 4 แล้วนำสารทั้งสามมาผสมกันแล้วนำไปสู่กระบวนการเผาแคลไซน์ (Calcination) ที่อุณหภูมิ 1300 และ 1350°C เพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกันแล้วเกิดเป็นสารชนิดใหม่ขึ้นมาผงละเอียดที่ได้จากการสังเคราะห์นำมาทำการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray powder diffraction (XRD) เพื่อหาความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่าง รวมทั้งทำการจำแนกระบบผลึก โครงสร้าง หน่วยเซลล์ และขนาดผลึกของตัวอย่างทั้งหมดที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ตารางที่ 1 แสดงปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์สารตัวอย่าง

น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)									
	$12\text{CaO} - (7-x)\text{Al}_2\text{O}_3 - x\text{SiO}_2$			$12\text{CaO} - (7-x)\text{Al}_2\text{O}_3 - x\text{TiO}_2$			$(12-x)\text{CaO} - 7\text{Al}_2\text{O}_3 - x\text{SrO}$		
x	$\text{CaCO}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{CaCO}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{CaCO}_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SrCO}_3$
0.10	12.0108	7.0352	0.0601	12.0108	7.0352	0.0799	11.91071	7.13720	0.14763
0.20	12.0108	6.9333	0.1202	12.0108	6.9333	0.1597	11.81062	7.13720	0.29526
0.30	12.0108	6.8313	0.1802	12.0108	6.8313	0.2396	11.71053	7.13720	0.44289
0.50	12.0108	6.6274	0.3004	12.0108	6.6274	0.3994	11.51035	7.13720	0.73815
0.70	12.0108	6.4235	0.4206	12.0108	6.4235	0.5591	11.31017	7.13720	1.03341
1.00	12.0108	6.1176	0.6008	12.0108	6.1176	0.7987	11.00990	7.13720	1.47630

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

#### 4.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33}$ )

การสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33}$ ) โดยการทดลองหาสภาวะ (Condition) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ C12A7 อาศัยสภาวะ ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้ทำการสังเคราะห์จะอยู่ในรูปโลหะคาร์บอเนตและโลหะออกไซด์ที่สามารถจัดหาได้ง่ายตามห้องปฏิบัติการทั่วไป เข้าทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของสารใหม่ที่ต้องการ โดยพบว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะและสีที่แตกต่างกัน หลังจากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาตรวจสอบเอกลักษณ์ ระบบผลึก โดยรายละเอียดดังต่อไปนี้

การวิเคราะห์เบื้องต้นอาศัยการสังเกตสีของสารตัวอย่าง เนื่องจาก Kim และคณะ [1] ได้มีการรายงานไว้ว่าสารประกอบซีเมนต์กลุ่ม C12A7 จะมีการเปลี่ยนแปลงสีตามโครงสร้างผลึกภายใน ดังรูปที่ 4.1 ดังนั้นการสังเกตสีของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์จึงเป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็วในการติดตามผลการทดลอง

รูปที่ 4.1 แสดงการเปลี่ยนแปลงสีของ C12A7 ตามการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างภายใน[1]

ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีสีขาว ในขณะที่การเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$  ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีเหลืองเข้ม และเมื่อทำการ คล้ายคลึงกับงานวิจัยก่อนหน้า และเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$  ขึ้นไป ผลิตภัณฑ์จะหลอมเหลวและติดแน่นกับครุชเบิลดังแสดงในตารางที่ 1 เบื้องต้นจึงสรุปได้ว่าการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของซีเมนต์ C12A7 น่าจะเกิดจากการเผาสารตั้งต้นที่อุณหภูมิแคลไซน์  $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$  และการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$  ไม่เหมาะสม เนื่องจากสารจะเกิดการหลอมเหลว

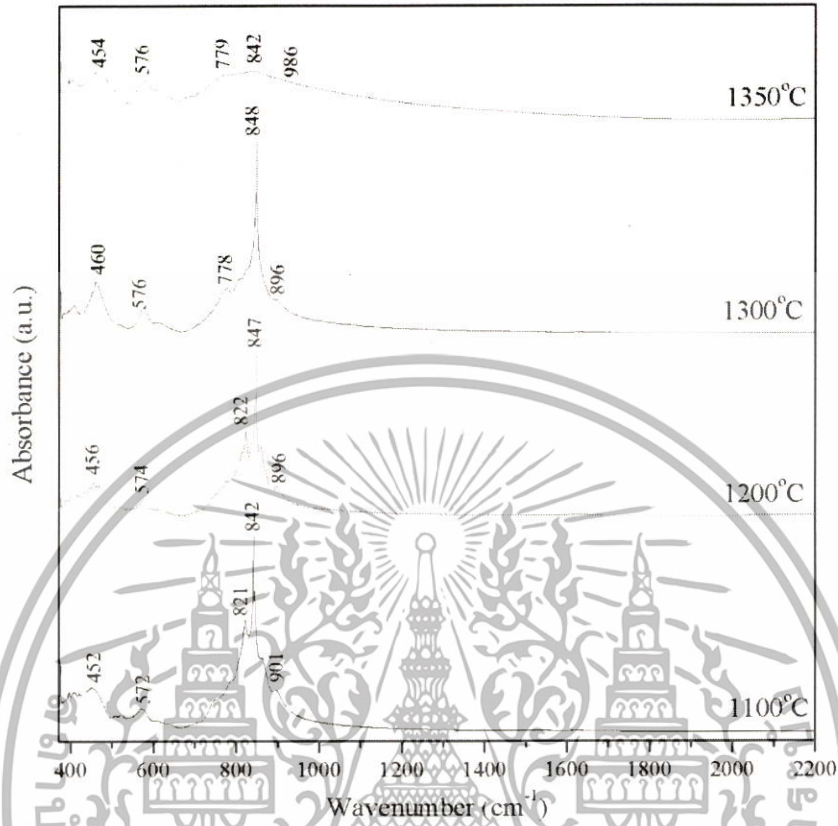
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 สีต้นของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100C 1200 C1300C 1350 Cและ 1400C

อุณหภูมิการเผาแคลไซต์ (°ซ)	สี	รูปสาร ตัวอย่าง
1100	ขาว	
1200	ขาว	
1300	ขาว	
1350	เหลืองเข้ม	
1400	-	

เมื่อนำสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจวัดความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) ในสเปกตรัม  $4,000-400\text{ cm}^{-1}$  ด้วยเครื่อง Perkin-Elmer Spectrum GX spectrometer ด้วยการวัดซ้ำ 8 ครั้ง ค่าพลังงานการสั่นพื้นฐานทางพันธะของโครงสร้างหน่วยย่อย M-O ซึ่งจะปรากฏแถบพลังงานในช่วง  $200-1000\text{ cm}^{-1}$  โดยส่วนใหญ่สารในกลุ่มนี้จะมีรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่มีลักษณะคล้ายคลึงกันเช่น งานการวิจัยของ Elmaz และคณะ [2] การตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR (รูปที่ 2) เป็นการตรวจสอบเบื้องต้นที่มีประสิทธิภาพ รวดเร็ว และประหยัด เพื่อคัดกรองสารที่เป็นเป้าหมายของสารวิจัยออกจากสารประกอบกลุ่มอื่นที่ไม่ต้องการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 FTIR ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1100 C, 1200 C, 1300 C และ 1350C

ตารางที่ 4.2 แสดงแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในสารประกอบซีเมนต์ C12A7

Absorption band position (cm <sup>-1</sup> )	Symmetry	Origin	Observed in
224	A <sub>1</sub> (+E?)	Framework Ca	Raman
312	A <sub>1</sub> + F <sub>2</sub>	Framework O	Raman
326	E	Framework O	Raman
465	F <sub>2</sub>	=	FTIR
517	A <sub>1</sub>	Framework Al and O	Raman
585	F <sub>2</sub>	Framework Al and O	Raman + FTIR
631		Extra-framework O	Raman
779	A <sub>1</sub> (+F <sub>2</sub> ?)	Framework Al and O	Raman + FTIR
848	(A <sub>1</sub> + F <sub>2</sub> ?)	Framework Al and O	Raman + FTIR
879	A <sub>1</sub>	Framework O	Raman
982	F <sub>2</sub>	=	FTIR

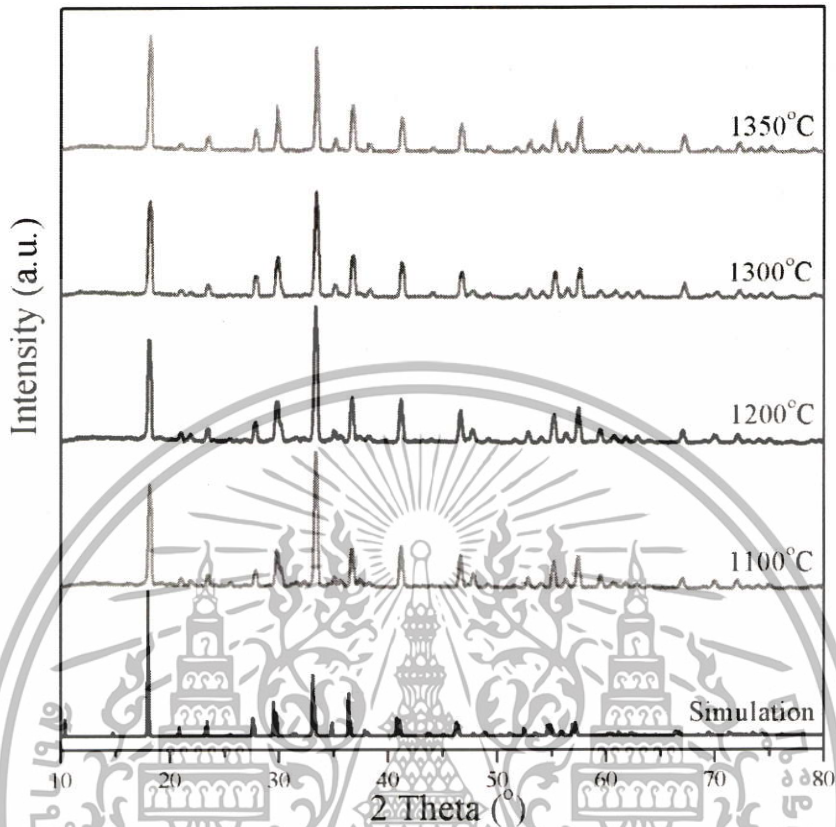
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการทดสอบด้วยเทคนิค FTIR พบว่าสารผลิตภัณฑ์ทั้งหมดปรากฏรูปแบบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันของ C12A7 เหมือนกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารตัวอย่าง C12A7 มีอยู่ในทุกอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ อย่างไรก็ตามสำหรับการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1350°C แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด ที่แตกต่างจากสารผลิตภัณฑ์อื่นๆ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาณของ C12A7 ที่ปรากฏในอุณหภูมิการเผาแคลไซน์นี้มีเป็นจำนวนมากแตกต่างจากสภาวะอื่นๆ ก่อนหน้า หรืออุณหภูมิการเผาแคลไซน์นี้ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของ C12A7 นั้นเอง แต่จำเป็นต้องมีการยืนยันด้วยเทคนิคทางรังสีเอกซ์ (XRD) ต่อไป

ทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของสารตัวอย่าง แสดงดังรูปที่ 4.3 โดยทำการวัดในช่วง  $2\theta$  เท่ากับ  $10 - 80^\circ$  แล้วทำการเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้จากผลจำลองทางโครงสร้าง (simulation) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้สามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทหลัก อันได้แก่

1. สารที่เกิดเป็นเฟสเดี่ยว (Single phase) คือสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1350°C โดยรายละเอียดทางด้านโครงสร้างได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.3
2. สารที่เกิดเป็นเฟสผสม (Mix phase) ประกอบด้วยสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 1200 และ 1300°C ซึ่งรายละเอียดของสัดส่วนองค์ประกอบได้แสดงไว้ในตารางที่ 3 เช่นกัน โดยข้อมูลทั้งหมดได้ผ่านการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคที่ทั่วโลกให้การยอมรับคือการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเทคนิค Rietveld refinement

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1100 1200 1300 และ 1350°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 แสดงโครงสร้างผลึกและสัดส่วนองค์ประกอบเฟสของสารตัวอย่างที่ถูกตรวจพบในการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิการเผา แคลไซต์ (°C)	สารประกอบที่ตรวจพบ			
	C12A7	C3A	CA2	CA
	09-0413	38-1429	46-1475	23-1036
1100	√ (65%)	√	√	√
1200	√ (67%)	√	√	√
1300	√ (76%)	√	-	√
1350	√ (100%)	-	-	-
System	Cubic	Cubic	Monoclinic	Monoclinic
S.G.	I43d	Pa3	C2/c	P21/c
a	11.982	15.263	12.940	8.698
b	11.982	15.263	8.910	8.092
c	11.982	15.263	5.446	15.208
$\alpha$	90	90	90	90
$\beta$	90	90	107	90.14
$\gamma$	90	90	90	90
V	1765.145	3658.599	595.083	703.445
Z	2	24	4	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti)

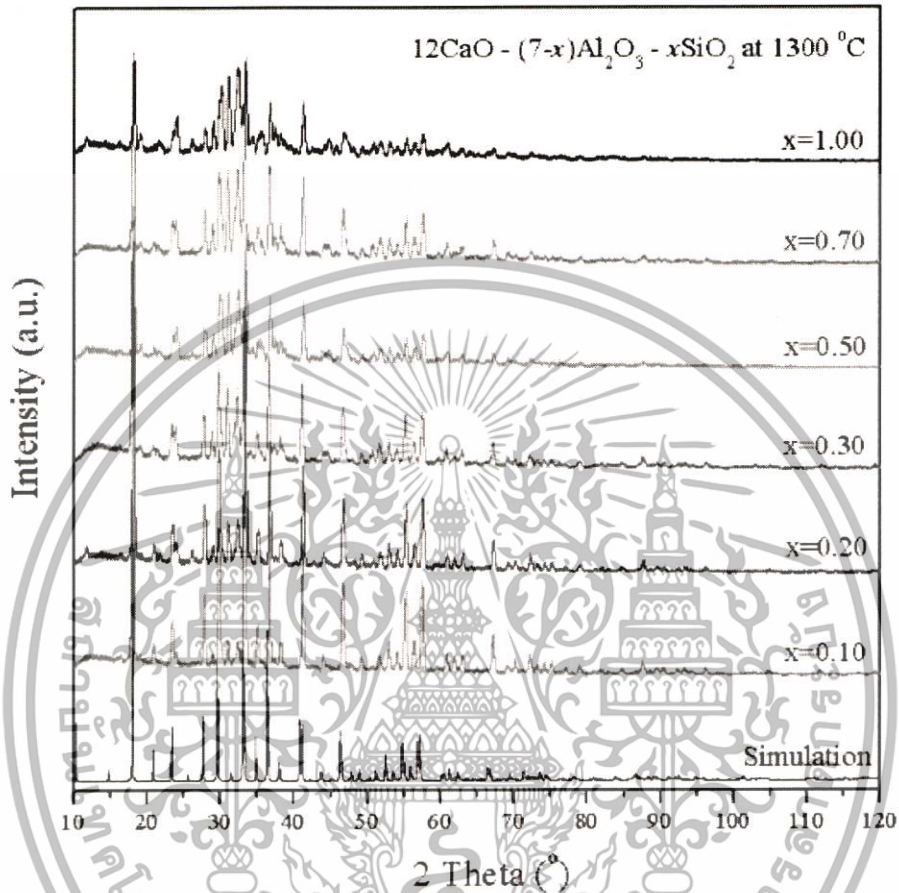
เป็นการสังเคราะห์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33}$ ) ที่อะตอมโลหะในโครงสร้างถูกแทนที่ด้วยโลหะต่างชนิดอื่น ได้แก่ Si Sr และ Ti โดยคาดว่า

- 1) อะตอม Si จะเข้าแทนที่อะตอม Al ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดใกล้เคียงกัน
- 2) อะตอม Sr จะเข้าแทนที่อะตอม Ca ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดและประจุใกล้เคียงกัน
- 3) อะตอม Ti จะสามารถเข้าแทนที่ได้ทั้งอะตอม Ca และ Al ในโครงสร้างเนื่องจากมีขนาดและประจุไม่ต่างกันมาก

โดยการแทนที่อะตอมต่างชนิดลงไป ในโครงสร้างจะเหนี่ยวนำให้โครงสร้างเกิดการผิดรูป (Distortion) ซึ่งการผิดรูปบางลักษณะของสารประกอบ C12A7 มีพิเศษคือสมบัติทางไฟฟ้าจะเปลี่ยนจากสารฉนวนไฟฟ้าไปเป็นสารตัวนำไฟฟ้าได้ C12A7:electride หลังจากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาตรวจสอบเอกลักษณ์ ระบบผลึก โดยรายละเอียดดังต่อไปนี้

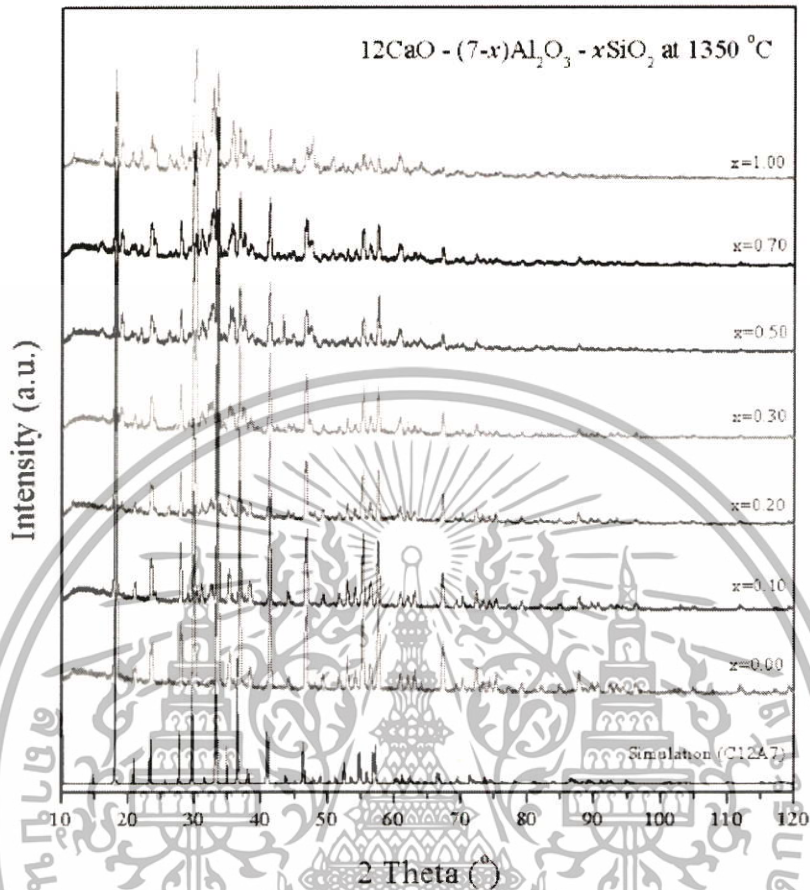


ผลการทดลอง  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{(14-2x)}\text{Si}_x\text{O}_{33-x}$ ;  $x = 0.10 - 1.00$



รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Si จากการผลิตไฮดรอกซีซีเมนต์ที่อุณหภูมิ  $1300^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

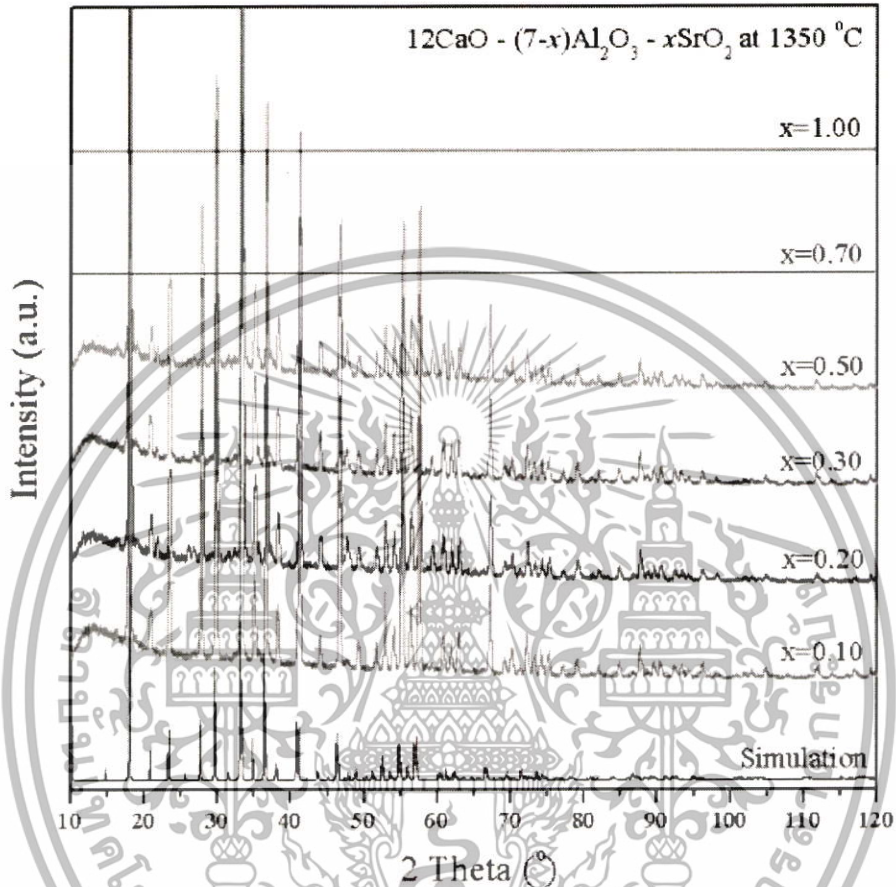


รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Si จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1350°C

ในระบบแรก การตัดแปลง โครง  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$  โดยการแทนที่อะตอม Al ด้วยอะตอม Si ในสัดส่วน 0.10 ถึง 1.00 พบการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 1300°C ไม่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{(14-2x)}\text{Si}_{2x}\text{O}_{33-x}$  ได้ ซึ่งสารที่ตรวจพบจะอยู่ในรูปของเฟสผสม  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$  และ  $\text{SiO}_2$  ตามอัตราส่วนที่เจือลงไปในแต่ละการทดลอง ในขณะที่การเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 1350°C จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{13.8}\text{Si}_{0.2}\text{O}_{32.9}$  หรือที่อัตราส่วน  $x = 0.10$  โดยสาเหตุที่อะตอม Si เข้าไปแทนที่อะตอม Al ได้น้อยอาจจะเกิดจากจำนวนประจุที่แตกต่างกันของไอออน  $\text{Al}^{3+}$  และ  $\text{Si}^{4+}$  ถึงแม้ขนาดอะตอมจะใกล้เคียงกันก็ตาม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

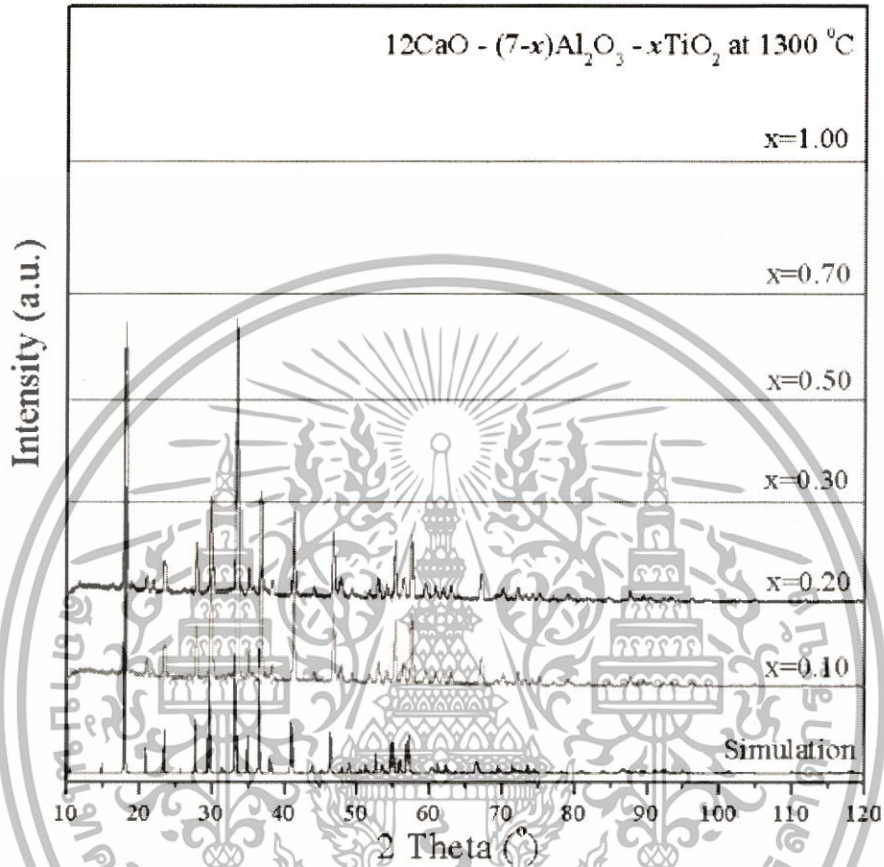
**ผลการทดลอง  $(12-x)\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{SrO}$ ;  $x = 0.10 - 1.00$**



**รูปที่ 4.6** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Sr จากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$

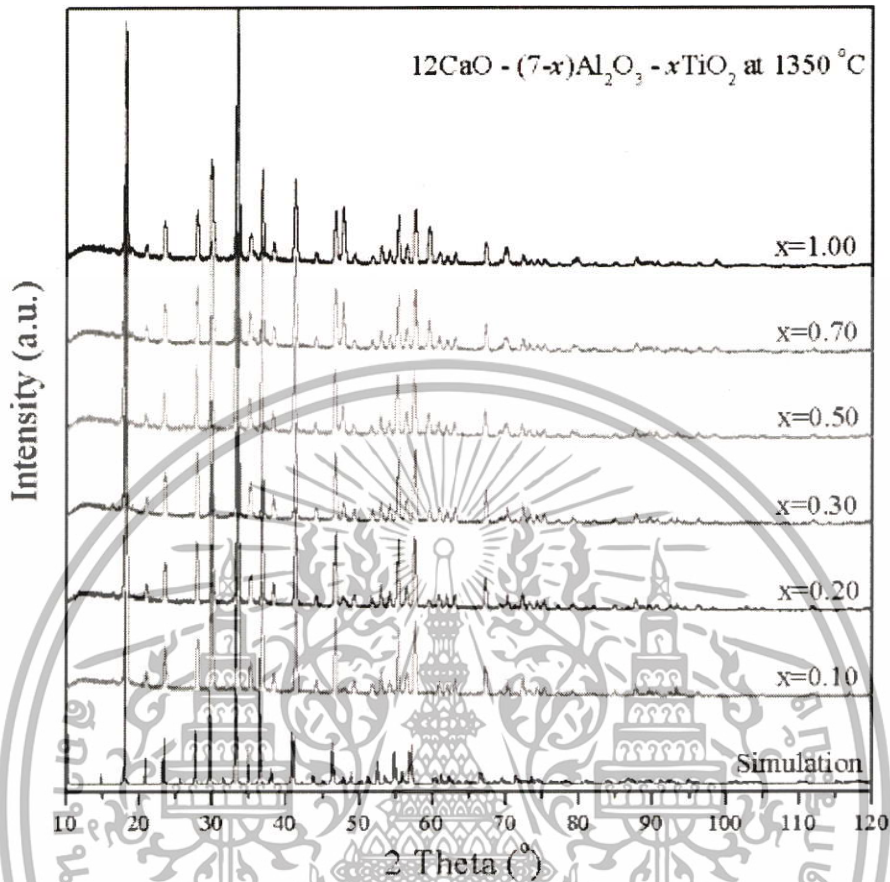
ในระบบที่สอง การดัดแปลงโครง  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$  โดยการแทนที่อะตอม Ca ด้วยอะตอม Sr ในสัดส่วน 0.10 ถึง 1.00 พบการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$  ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $(12-x)\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{SrO}$  ได้ ซึ่ง จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $\text{Ca}_{11.9}\text{Al}_{14}\text{Sr}_{0.10}\text{O}_{33}$  หรือที่อัตราส่วน  $x = 0.10$  โดยสาเหตุที่อะตอม Sr เข้าไปแทนที่ อะตอม Ca อาจเกิดจากขนาดไอออนของทั้งสองแตกต่างกันมาก ถึงแม้จำนวนประจุของไอออน  $\text{Ca}^{2+}$  และ  $\text{Sr}^{2+}$  จะเท่ากันก็ตาม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการทดลอง  $(12-x)\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2x\text{TiO}_2$ ;  $x = 0.10 - 1.00$ 

รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Ti จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ  $1300\text{ }^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารผลิตภัณฑ์ที่เจือ Ti จากการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$

ในระบบสุดท้าย การดัดแปลงโครง  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33}$  โดยการแทนที่อะตอม Al และ Ca ด้วยอะตอม Ti ในสัดส่วน 0.10 ถึง 1.00 พบการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ  $1300^\circ\text{C}$  ไม่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $(12-x)\text{CaO}-7\text{Al}_2\text{O}_3-2x\text{TiO}_2$  ได้ ซึ่งสารที่ตรวจพบจะอยู่ในรูปของเฟสผสม  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_4\text{O}_{33}$  และ  $\text{TiO}_2$  ตามอัตราส่วนที่เจือลงไปในแต่ละการทดลอง ในขณะที่การเผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$  จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ  $(12-x)\text{CaO}-7\text{Al}_2\text{O}_3-2x\text{TiO}_2$  ที่อัตราส่วน  $x = 0.10, 0.20$  และ  $0.30$  โดยสาเหตุที่อะตอม Ti เข้าไปแทนที่อะตอมในโครงสร้างได้มากกว่าในระบบที่หนึ่งและสอง สาเหตุเกิดจากอะตอม Ti มีขนาดไอออนและประจุใกล้เคียงกับ Al และ Ca ในโครงผลึกของซีเมนต์กลุ่มนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 การสังเคราะห์ผงบริสุทธิ์ และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารในระบบ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ )

การสังเคราะห์ผงผลึกบริสุทธิ์สารประกอบซีเมนต์ C12A7 โดยวิธีปฏิบัติวิทยาศาสตร์ของแข็ง สามารถเตรียมได้จากการบดผสมสารตั้งต้นแคลเซียมคาร์บอเนต  $\text{CaCO}_3$  และอะลูมิเนียมออกไซด์  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  แล้วทำการเผาแคลไซน์อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$  จะทำให้เกิดสารประกอบใหม่ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) ซึ่งมีระบบผลึกแบบ Cubic ด้วยกลุ่มสมมาตร I43d และมีขนาด  $11.982 \text{ \AA}$  โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะทำให้เกิดปฏิกิริยาการแข่งขันซึ่งทำให้เกิดเฟสผสมอื่นประกอบด้วยสาร C3A ( $3 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ) CA2 ( $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ ) และ CA ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ) ตามลำดับ โดยเมื่ออุณหภูมิถึง  $1350^\circ\text{C}$  สารทุกตัวจะเกิดการสลายตัวเกิดเป็นเฟสสุดท้ายคือ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ )

#### 5.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของซีเมนต์ C12A7 โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิด (Si Sr และ Ti)

การดัดแปลงโครงสร้างของ C12A7 ( $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$ ) เพื่อให้สมบัติทางไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยการแทนที่อะตอมโลหะต่างชนิดลงไปในโครงสร้าง พบว่าการแทนที่อะตอม Al และ Ca ด้วย Si และ Sr ตามลำดับนั้น เกิดเฟสบริสุทธิ์ได้ที่การแทนที่ปริมาณ  $x$  เล็กน้อย ( $x = 0.10$ ) อันเนื่องจากอะตอมโลหะทั้งสองเมื่อในสถานะไอออนขนาดของประจุและขนาดไอออนมีความแตกต่างกันค่อนข้างมากและสำหรับระบบที่สามคือการแทนที่อะตอม Ti ลงไปในโครงสร้าง C12A7 พบการแทนที่ที่เกิดขึ้นได้ดีในช่วง  $x = 0.10 - 0.30$  สาเหตุเกิดจากอะตอม Ti มีขนาดไอออนและประจุใกล้เคียงกับอะตอมเดิมในโครงสร้าง

## 5.3 ข้อเสนอแนะ

ไม่มี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 6

## สรุปผลผลิตที่ได้จากงานวิจัย

## 6.1 สรุปรายชื่อและรายละเอียดผลผลิตงานวิจัยที่ผลิตได้

รายงานผลผลิตจากโครงการวิจัยที่ได้รับการจัดสรรเงินวิจัย

## 1)การเผยแพร่ผลงานทางวิชาการ(Publications)

## 1.1) วารสาร ระดับนานาชาติ (International Journal) 1 เรื่อง

[1] Rachanusorn Roongtao and Chesta Ruttanapun, Influence of change in cation distribution on the magnetic and catalytic properties via thermal annealing of spinel-type  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , Jpn. J. Appl. Phys., 58, 101001, (2019)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Taylor HFW: Cement Chemistry, 2nd edn. (UK: Thomas Telford) 1990;19: 1-465
- [2] Sohn D, Thomas OM.: Electrically Induced Microstructural Changes in Portland Cement Pastes, *Advanced Cement Based Materials*, 1998;7: 81-88
- [3] McLeod J. A., Buling A., Kurmaev E. Z., Sushko P. V., Neumann M., Finkelstein L. D., Kim S.-W., Hosono H., and Moewes A.: Spectroscopic characterization of a multiband complex oxide: Insulating and conducting cement  $12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ , *Physical Review B*, 2012;85: 045204
- [3] KIM SW., SHIMOYAMA T., HOSONO H.: Solvated Electrons in High-Temperature Melts and Glasses of the Room-Temperature Stable Electride  $[\text{Ca}_{24}\text{Al}_{28}\text{O}_{64}]^{4+}\cdot 4\text{e}^-$ , *Science* 2011;333: 71-74
- [4] Hussain A., Mehmood S., Rasool M. N., Aryal Rulis S. P., Ching W. Y.: Electronic structure, mechanical, and optical properties of  $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$  system: a first principles approach, *Indian Journal of Physics* 2016;90: 917–929
- [5] Berent K., Microstructural and chemical characterization of the system  $\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$  using environmental scanning electron microscopy (ESEM), *Materials Science 2016 Akola J.*,
- [6] Kohara S., Ohara K., Fujiwara A., Watanabe Y., Masuno A., Benmore C. J.: Network topology for the formation of solvated electrons in binary  $\text{CaO}\text{--}\text{Al}_2\text{O}_3$  composition glasses. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2013;11025; 10129–10134
- [7] Rietveld H: Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. *Acta Crystallographica*. 1967;22: 151-152
- [8] Baitahe R., Vittayakorn N., Maensiri S.: Correlation between the chromaticity, dielectric properties and structure of the binary metal pyrophosphates,  $\text{Cu}_{(2-x)}\text{Zn}_x\text{P}_2\text{O}_7$ . *RSC Adv*. 2015; 5 88890-88899

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ภาคผนวก ก****บทความเผยแพร่****บทความนานาชาติ**

[1] Rachanusorn Roongtao and Chesta Ruttanapun, Influence of change in cation distribution on the magnetic and catalytic properties via thermal annealing of spinel-type  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , *Jpn. J. Appl. Phys.*, 58, 101001, (2019).



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## REGULAR PAPER

Influence of change in cation distribution on the magnetic and catalytic  
properties via thermal annealing of spinel-type  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ To cite this article: Rachanusorn Roongtao and Chesta Ruttanapun 2019 *Jpn. J. Appl. Phys.* 58 101001View the [article online](#) for updates and enhancements.

This content was downloaded from IP address 161.246.45.176 on 10/09/2019 at 07:54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## Influence of change in cation distribution on the magnetic and catalytic properties via thermal annealing of spinel-type $\text{CoFe}_2\text{O}_4$

Rachanusorn Roongtao<sup>1,2</sup> and Chesta Ruttanapun<sup>1,2,3\*</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Road, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

<sup>2</sup>Smart Materials Research and Innovation Unit, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Road, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

<sup>3</sup>Thailand Center of Excellence in Physics, Commission on Higher Education, 328 Si Ayutthaya Road, Bangkok 10400, Thailand

\*E-mail: chesta.ruttanapun@gmail.com

Received April 13, 2019; revised July 27, 2019; accepted August 16, 2019; published online September 6, 2019

The influence of the change in cation distribution on the magnetic and catalytic properties by the thermal annealing process of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  spinel was investigated.  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  was synthesized by solid-state reaction and annealed at 500 °C for 100 h. Samples of single-phase cubic spinel structure with and without annealing were characterized using X-ray diffraction. The thermal annealing caused a change in the cation distribution in the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  structure, as confirmed by the X-ray absorption fine structure technique and least-squares fitting method. This result in the  $\text{Co}^{2+}$  cation in the octahedral site increased with the  $\text{Fe}^{3+}$  cation decreasing, which effected the change in cation distribution. This was responsible for decreasing the saturation magnetization after annealing for the magnetic property, and increasing the degradation percentages of the solution after annealing for the catalytic property. This confirmed that thermal annealing on  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  was effective for cation distribution change and affected the magnetic and catalytic properties. © 2019 The Japan Society of Applied Physics

### 1. Introduction

Spinel compound<sup>1,2)</sup> is mixed oxides that have the formula  $\text{AB}_2\text{O}_4$ , where A and B are metal cations with a charge of +2 and +3, respectively. The mixed metal oxides possess a spinel structure that has been examined by a number of workers, and they present attractive structural, magnetic and electrical properties. They are also suitable alternatives to both aluminum phenolate and zeolites for most alkylation reactions. Individual metal oxides lose catalytic activity quickly, owing to the construction period of coke above the catalyst surface. Spinel<sup>3-5)</sup> with B ions as  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Co}^{2+}$  are known as ferrites and cobaltites, respectively, such as  $\text{Co}_{1.5}\text{Fe}_{1.5}\text{O}_4$  spinel,<sup>6)</sup>  $\text{Co}_{2.25}\text{Fe}_{0.75}\text{O}_4$  spinel,<sup>7)</sup> etc. The attractive structural, magnetic, catalytic and electrical properties of these compounds are governed by their chemical composition. Spinel ferrites, chemical formula  $\text{MFe}_2\text{O}_4$ , where M is a compound of two or more divalent metal oxides and  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  refers to iron oxide.<sup>1,2)</sup> They are of great interest in many technological applications, such as electronic communication, magnetic recording and sensors,<sup>8)</sup> and advanced magnetic materials for electromagnetic and microwave devices.<sup>9)</sup> Also, the spinel ferrite compounds have been investigated extensively in recent years. Cobalt ferrite ( $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ), which is one of the spinel ferrites, is an important technology material. It has a high coercive field (5.4 kOe), moderate saturation magnetization ( $\sim 80 \text{ emu g}^{-1}$ ), significant mechanical hardness and high resistance to wear.<sup>6,7)</sup> The  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  is a cubic spinel structure of space group  $\text{Fd}\bar{3}\text{m}$ . The unit cell contains 56 atoms, 32 oxygen ones distributed in a cubic close-packed structure and 24 cations that occupied 16 of the 32 octahedral sites and eight of the 64 tetrahedral sites available.<sup>8)</sup> In the normal spinel, the eight bivalent cations occupied eight tetrahedral sites and 16 trivalent cations occupied 16 octahedral sites. While, in the inverse spinel, the eight bivalent cations occupied eight octahedral sites and 16 trivalent cations were distributed between the octahedral and tetrahedral sites.<sup>8)</sup> In general, the spinel is partially inverted, if bivalent cations occupy both octahedral

and tetrahedral sites. The  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  can be formulated by an equation:



where the amounts in the brackets denote average occupancy of A sites (tetrahedral site) and B sites (octahedral site), M is the divalent metal and  $\gamma$  is the degree of inversion.<sup>9)</sup> The type, composition and cation distribution of cations occupying the octahedral site (B-site) and tetrahedral site (A-site) are strongly affected by the electronic, magnetic and catalytic properties of materials.<sup>10,11)</sup> Furthermore, it has been found that the cation distribution of cobalt ferrite is especially important for catalytic application.<sup>9)</sup> The octahedral site cation is exposed exclusively on the surface of the spinel structure and only this site participates in the catalytic reactions.<sup>12)</sup> Therefore, special care must be taken in the preparation stages of these compounds, in order to obtain spinels with specific properties.

To achieve optimal magnetic properties in spinel ferrites,<sup>12)</sup> it is necessary to consider anisotropic energies, which are related to the crystal structure and microstructure of the materials. These anisotropic energies control most useful macroscopic properties of magnetic materials<sup>13)</sup> and are found in the following three categories: (1) magnetocrystalline anisotropic energy,<sup>14)</sup> which favors spin alignment in an easy crystallographic direction, (2) magnetostrictive energy,<sup>15)</sup> which is related to strain anisotropy and (3) magnetostatic energy,<sup>16)</sup> which relates to shape anisotropy. The (100) directions of the cube are easy for magnetization or directions of minimal anisotropic energy in ferrites.<sup>4,17)</sup> The magnetostrictive, "piezomagnetic" ferrites are nickel ferrite-based, such as the NiZn, NiCu, NiMg and NiCo systems.<sup>17)</sup> With regard to the surface of catalytically active spinels, the surface structure and properties of spinels are of wide interest. There are many factors that affect the cation distribution and magnetic properties in the spinel structure. Thermal annealing<sup>18)</sup> is a factor that influences the crystal structure<sup>19)</sup> and magnetic properties.<sup>20)</sup> Abdallah et al.<sup>20)</sup> have reported that thermal annealing affects the saturation

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

magnetization of  $M_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  compound. Bhowmik et al.<sup>18)</sup> have reported the use of thermal treatment for tuning the highest magnetization and smallest coercivity with the lowest distribution of magnetic exchange energy and anisotropy of  $\text{Co}_{1.75}\text{Fe}_{1.25}\text{O}_4$  spinel. The varying of magnetic properties appeared at difference annealing temperatures and composition. Bhowmik et al.<sup>18)</sup> have suggested the inversion of the relation between anomalous lattice expansion and decrement of high field magnetization at lower temperatures (150 K) as occurring in  $\text{Co}_{1.25}\text{Fe}_{1.75}\text{O}_4$  ferrite. In addition, Bhowmik et al.<sup>21)</sup> have reported the  $\text{Co}_{2.25}\text{Fe}_{0.75}\text{O}_4$  spinel structural phase change at annealing above 800 °C. However, their research did not investigate information about changing of cations in the structure at temperature below 800 °C. Also, they did not control the average particle size of samples after thermal annealing and difference in average particle size has an effect on the magnetic properties of  $M_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  materials.<sup>22)</sup> Vozniuk et al.<sup>23)</sup> have reviewed the catalytic properties of mixed-oxide spinel structure for the valorization of biomass. Ruttanapun and Maensiri<sup>23)</sup> have studied the effects of spin entropy and lattice strain of mixed-trivalent  $\text{Fe}^{3+}/\text{Cr}^{3+}$  on  $\text{CuFe}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_2$  compound. In addition, Zhang et al.<sup>25)</sup> have studied the effect of temperature on cation distribution in Mn-Fe spinel structure. The inversion of cation distribution and the oxidation state of metals in the structure were changed by thermal annealing. Nevertheless, they did not report on the effect of thermal annealing on cation distribution and magnetic properties.<sup>18)</sup> In fact, the difference in oxidation state and degree of inversion affects the saturation magnetization.

Therefore, the influence of thermal annealing on magnetic and catalytic properties, and cation distribution of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  compound were investigated in this research. Moreover, the average particle size of samples after annealing was controlled for the elimination of other factors that have an effect on cation distribution. Temperature of 500 °C was used for powder as this temperature is suitable for annealing the spinel ferrites<sup>24)</sup> and it will not change the average particle size after annealing. The information regarding the oxidation state and cation site distribution can be obtained by using X-ray absorption spectroscopy (XAS) because this technique is unique and sensitive to local structure as well as being element specific. X-ray absorption near edge structure (XANES) provides the information about the oxidation state of the absorber atom. Also, the extended X-ray absorption fine structure (EXAFS) presents the coordination number and bond distance around the absorber atom. Furthermore, this technique is useful for the examination of the cation site distribution in spinel ferrites.<sup>9,10)</sup> Therefore, we decided to use the XAS technique due to its ability to determine the oxidation state and local structure of the absorber atom.

## 2. Experimental procedure

$\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder was prepared using the solid-state reaction method. Reagent grades of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Sigma-Aldrich,  $\geq 99.0\%$  purity) and  $\text{Co}_3\text{O}_4$  (Aldrich,  $\geq 99.0\%$  purity) were used as starting materials. The raw materials were weighed and mixed by the ball milling technique in a PVC container for 24 h by an alumina ball with ethanol as the medium. The powder mixture was dried in a hot oven and then calcined at 900 °C for 48 h in an alumina crucible in air with a heating/

cooling rate of 5 °C  $\text{min}^{-1}$ . Then, the calcined powder was annealed at 500 °C for 100 h in air with a heating/cooling rate of 5 °C  $\text{min}^{-1}$ . Samples before and after annealing were ground using an agate mortar, and an X-ray diffractometer (XRD, Philips-XPert MPD) was employed at RT to identify the phase formation. Cu  $K_\alpha$  radiation was applied with a step size of 0.02° and a scan rate of 3 s per step. The average particle sizes were investigated using scanning electron microscopy (SEM, Hitachi S4700), with an accelerating voltage of 5 kV. The oxidation states and cation distributions were characterized via XANES and EXAFS data from Co K-edge (7709 eV) and Fe K-edge (7112 eV) in transmission mode at RT, at the XAS facility (BL-8) of the Siam Photon Laboratory, Synchrotron Light Research Institute. The Artemis program was used for data processing in the final stage to model the experimental  $\chi(k)$  in order to extract the structural information. The wave theory obeyed the equation:<sup>26)</sup>

$$\chi(k) = \sum_{j=1}^{n_{\text{shell}}} \frac{N_j}{kR_j^2} S_0^2 F_j(k) \exp(-2k^2\sigma_j^2) \cdot \exp\left(\frac{-2R_j}{\lambda\kappa} \sin(2\kappa R_j + 2\varphi_{\text{abs}}(\kappa) + \varphi_{\text{scat}}(\kappa))\right), \quad (2)$$

where  $N_j$  denotes the number of equivalent backscatters in each shell,  $S_0^2$  denotes an amplitude reduction factor accounting for the absorber multi-excitations,  $F_j(k)$  denotes the element-specific backscattering amplitude,  $R_j$  denotes the interatomic distance between the absorber and the scatterer,  $\sigma_j^2$  denotes the mean square variation of  $R_j$ ,  $\lambda$  denotes the mean-free path,  $\varphi_{\text{abs}}(k)$  denotes the phase shift from the absorber and  $\varphi_{\text{scat}}(k)$  denotes the phase shift from the scatterer.

In addition, a vibrating sample magnetometer (VSM), under a maximum applied magnetic field of 8 kOe at RT was used to measure the magnetization of samples before and after annealing. Moreover, the catalytic properties of the samples were examined by synthetic dye degradation. Naphthol blue Black (Sigma-Aldrich, dye content 80%,  $\lambda_{\text{max}}$  618 nm), was used during the process. Dry catalysts (25  $\text{mg ml}^{-1}$ ) were combined with synthetic dye (50  $\text{mg l}^{-1}$ ) in water and the reactions were started by adding hydrogen peroxide (100  $\text{mmol l}^{-1}$ ).<sup>25)</sup> The reactions proceeded with slow agitation at RT in the dark. The synthetic dye concentrations were investigated using a UV-vis spectrophotometer (Thermo Electron Helios Gamma) at a wavelength of 400–700 nm. The percentage degradation was calculated from decreasing the maximum of the absorption peak.

## 3. Results and discussion

The XRD patterns of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders, before and after annealing at 500 °C for 100 h, were presented in Fig. 1. Both patterns revealed that major reflection peaks correspond to the single phase of spinel structure. All peaks in the pattern were in agreement with the cubic  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  phase, according to standard JCPDS file no. 22-1086, with the lattice parameter  $a = 8.3910 \text{ \AA}$  and space group  $\text{Fd}\bar{3}m$  (no. 227).<sup>26)</sup> Also, no secondary phases were detected in the XRD patterns. The XRD results showed that thermal annealing for a very long time did not change the phase formation of the sample. In addition, no secondary phases were observed.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

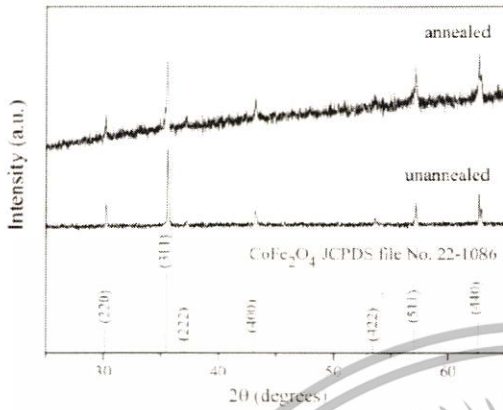


Fig. 1. XRD patterns of unannealed and annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder.



Fig. 2. SEM micrographs of the (a) unannealed and (b) annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder.

The microstructure and average particle sizes of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders, before and after annealing at  $500^\circ\text{C}$  for 100 h were investigated by SEM microphotographs, as shown in Fig. 2. From the morphology results, generally the powders were polyhedral shape and agglomerated. The average particle size before annealing was  $0.40 \pm 0.12 \mu\text{m}$  and after annealing  $0.39 \pm 0.12 \mu\text{m}$ . SEM results confirmed that the average particle size was controlled. Even though the

powder was annealed for a long time, the average particle size of annealed powder did not change.

#### 4. XAS results

XAFS data were analyzed for identifying the beginning of the absorption edge. The threshold energy ( $E_0$ ) was fitted with pre-edge ( $\mu_{\text{pre}}$ ) and post-edge backgrounds ( $\mu_{\text{post}}$ ). The normalized absorbance ( $\chi$ ) in the final stage to model the experimental as a function of modulus of photoelectron wavevector ( $k$ ) was calculated by an equation:<sup>9)</sup>

$$\chi(k) = \sum_{j=1}^{\text{shells}} \frac{N_j}{kR_j^2} S_0^2 F_j(k) \exp(-2R_j^2\sigma_j^2) \times \exp\left(\frac{-2R_j}{\lambda k} \sin(2kR_j + \phi_{\text{abs}}(k) + \phi_{\text{scat}}(k))\right), \quad (3)$$

where  $N_j$  is the equivalent backscattering number,  $S_0^2$  is an amplitude reduction factor accounting for the absorber multi-excitation,  $F_j(k)$  is the amplitude of element-specific backscattering,  $R_j$  is the interatomic distance between the scatterer and the absorber,  $\sigma_j^2$  is the mean square variation of  $R_j$ ,  $\lambda$  is the mean-free path,  $\phi_{\text{abs}}(k)$  is the phase shift of the absorber and  $\phi_{\text{scat}}(k)$  is the scatterer phase shift.

XANES spectra of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders before annealing, after annealing, and various cobalt standards were measured at Co K-edge and are shown in Fig. 3(a). The oxidation state of Co cations in the structure was investigated from maximum energy of the main spectra.<sup>27)</sup> The threshold energy ( $E_0$ ) of all samples and standards are shown in Table I. Generally, the XANES spectra of unannealed and annealed samples were similar. The threshold values of the samples before and after annealing were 7721.22 and 7721.51 eV, respectively. These energies were close to CoO standard (7721.61 eV), as in CoO standard the Co ion existed in the divalent state of six coordinated oxygen atoms.<sup>28)</sup> This result presented that thermal annealing on  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder did not change the oxidation state of Co. Also, the valance state of the samples was  $\text{Co}^{2+}$  ions. Also, XANES spectra at Fe K-edge of the unannealed, annealed and standard compounds are shown in Fig. 3(b). In addition, Table I exhibits the threshold energy of the samples and iron standards. The threshold value of the unannealed (7127.86 eV) and annealed (7127.10 eV) sample have similar values. They were higher than those of Fe foil, FeO and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , but they approached the threshold energy of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (7127.06 eV). This value can be explained by the oxidation state of iron in the samples being  $\text{Fe}^{3+}$  and the fact that they did not change after thermal annealing for long time.

Furthermore, the samples were investigated for cation site distribution in the octahedral site (B-site) and tetrahedral site (A-site) by the EXAFS technique. The unit cell models of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  at different degrees of inversion were created from the VESTA Program. The Co and Fe ions in the tetrahedral site (A-site) and octahedral site (B-site) of each model are shown in Table II and various models are presented in Fig. 4. These models were used to fit with the EXAFS information of the samples using least-squares fitting by the Artemis Program. The data quality of fitting was checked generally by R-factor (%). The quality of R-factor (%) was considered from the normalized sum of residuals of the relation:<sup>9)</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

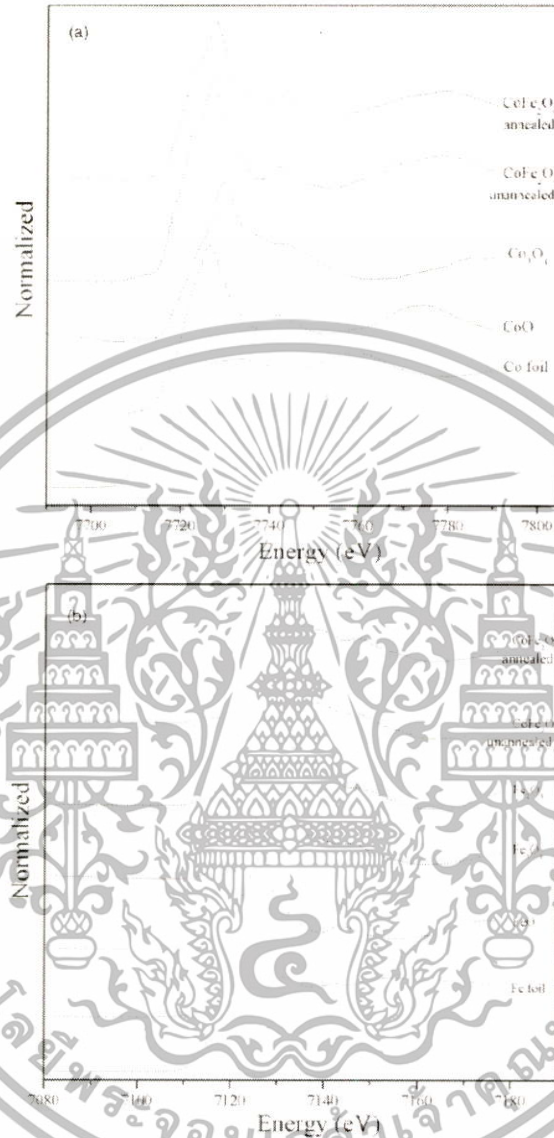


Fig. 3. XANES spectra of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  samples and standards obtained at (a) Co K-edge and (b) Fe K-edge.

$$R \text{ factor} = \frac{\sum_n |k_n^2 \chi_{\text{expt}}(k_n) - k_n^2 \chi_{\text{fit}}(k_n)|}{\sum_n |k_n^2 \chi_{\text{expt}}(k_n)|} \times 100, \quad (4)$$

where  $\chi_{\text{expt}}$  is the experimental result of the normalized absorbance and  $\chi_{\text{fit}}$  is the fitting result of the normalized absorbance. These results showed the difference between the EXAFS experimental and calculation data from the created models. The samples were fitted to all models, and R-factor results of the samples at the Co and Fe K-edge are displayed in Fig. 5. From Fig. 5, before annealing the sample, the B12-A88 model was a good fit due to this model receiving the

lowest R-factor percentage. In this model, the Co cation was at the B-site of 12% and A-site of 88%. Besides, after annealing the sample, the B75-A25 model was a good quality fit because this model showed the small difference in the intensity scale, which means that the Co ion was in the B-site of 75% and A-site of 25%. The fitting results presented that after annealing  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , the Co cation in the structure transited from A-site to B-site due to thermal annealing for very long time. The suitable annealing time and temperature could move cations in the structure to their site preference.

Then, Fourier transform (FT), from a  $\Delta k$  range of between 2 and 12  $\text{\AA}^{-1}$  with  $k^2$  weighting, of Co and Fe for EXAFS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Table I.** Threshold value of unannealed and annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders at 500 °C for 100 h and various standards

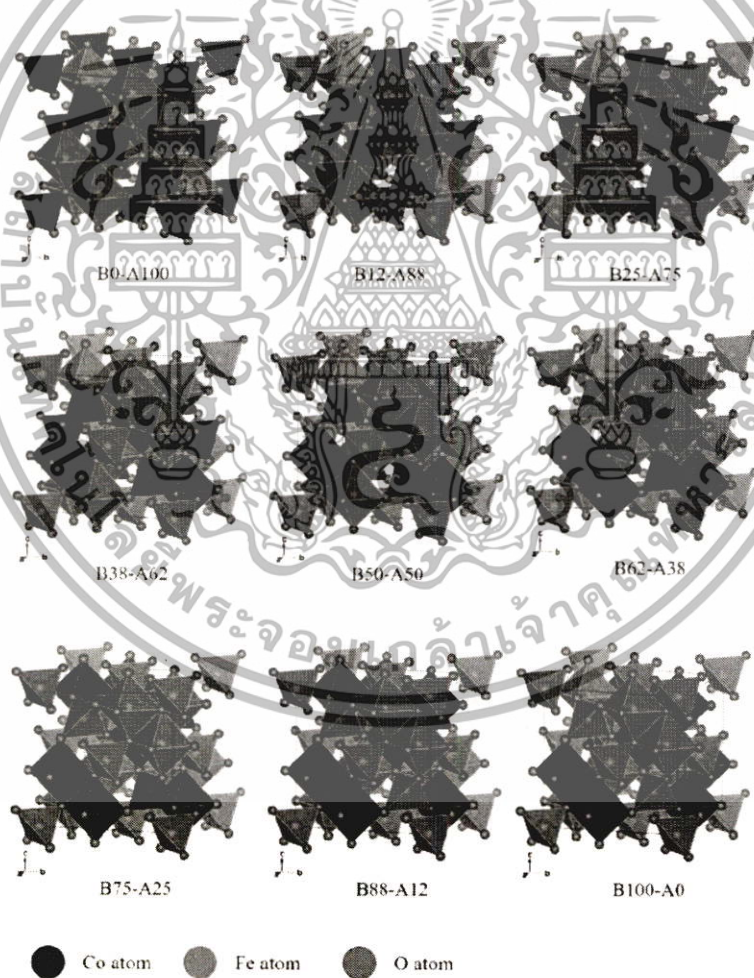
Compound	Threshold value (eV)
Co foil	7708.99
CoO	7721.61
$\text{Co}_3\text{O}_4$	7728.20
$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ (Co K-edge)	7721.22
$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ anneal (Co K-edge)	7721.51
Fe foil	7112.19
FeO	7123.39
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	7123.87
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	7127.06
$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ (Fe K-edge)	7127.86
$\text{CoFe}_2\text{O}_4$ anneal (Fe K-edge)	7127.10

**Table II.** Cation distribution in the tetrahedral site (A site), octahedral site (B site) and Bohr magneton calculations of the created models.

Model	Co		Fe		Bohr magneton ( $\mu_B$ )
	A site (n)	B site (n)	A site (n)	B site (n)	
B0-A100	8	0	0	16	56
B12-A88	7	1	1	15	52
B25-A75	6	2	2	14	48
B38-A62	5	3	3	13	44
B50-A50	4	4	4	12	40
B62-A38	3	5	5	11	36
B75-A25	2	6	6	10	32
B88-A12	1	7	7	9	28
B100-A0	0	8	8	8	24

spectra of unannealed and annealed samples, and the results of least-squares fitting analysis, are shown as a function of distance in Fig. 6. In Fig. 6(a), the two maximum intense peaks are observed. The first peak, centered near 1.5 Å,

presented the first shell with oxygen around the Co atoms. The second peak, centered near 2.8 Å, corresponded to the next shell neighboring the Co atoms. The second peak of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder showed splitting, with the peak centered

**Fig. 4.** (Color online) Models of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  spinel at various degrees of inversion.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

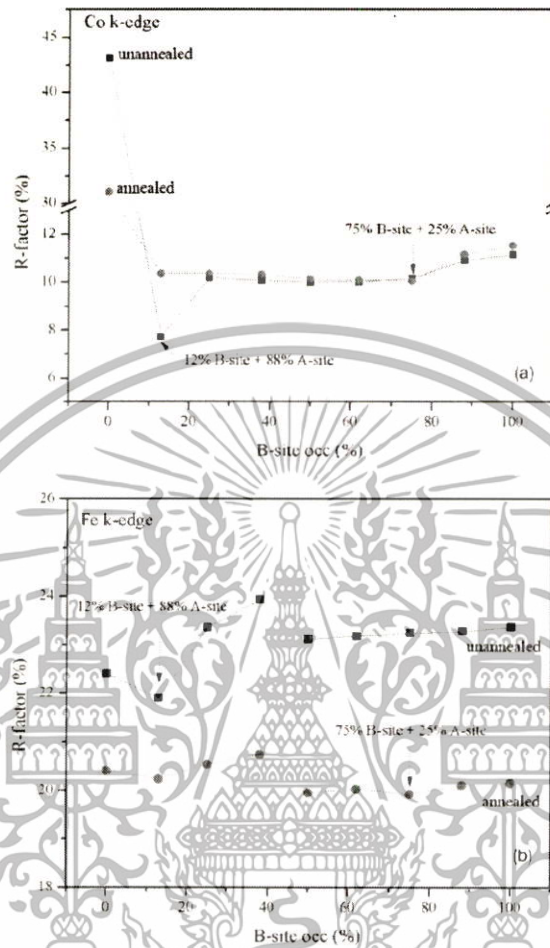


Fig. 5. (Color online) R factor of unannealed and annealed samples at (a) Co K-edge and (b) Fe K-edge.

about 2.6 Å corresponding to the Co-Co distance. This unique fingerprint identified the absorbing ion occupying the octahedral site (B-site), due to the scattering and absorbing atom occupancy on octahedral site contributions. The peak centered near 3.1 Å absorbed the tetrahedral sublattice (A-site), including contributions from  $\text{Co}_A\text{-M}_A$ ,  $\text{Co}_A\text{-O}$ ,  $\text{Co}_A\text{-M}_B$  and  $\text{Co}_B\text{-O}$  ( $M$  is metal), but this identification was not unique. Therefore, the amplitudes of these peaks indicated qualitative cation distribution at the A-site and B-site in the sample structure.<sup>1,10,29</sup> From the fitting results, the unannealed powder showed that the B12-A88 model closely matches the data. In this model, the inversion parameter was 0.12 due to the Co cation being in the B-site of 12% and A-site of 88%. Furthermore, after annealing, the B75-A25 model was a good quality fit. In this model, the degree of inversion was 0.75, which indicated that 75% of the Co cation occupied the octahedral site, with the remaining 25% occupying the tetrahedral site. From the results, the degree of inversion increased, which means that the Co cation moved to the octahedral site after thermal annealing. And, Fig. 6(b)

showed the FT of Fe EXAFS data before and after the annealed powder. The Fe EXAFS spectra of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  samples showed splitting in the peak centered at about 2.8 Å. Before annealing, this peak was not symmetric, and was enlarged in the region around 2.6 Å. However, after annealing, the intensity of the splitting peak at about 2.8 Å was almost symmetric. The EXAFS results revealed that thermal annealing on  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powder affected the cation distribution in the structure. Increasing of the peak at about 2.8 Å revealed that the Fe cation in the A-site increased, which showed that Fe ion migrated to the A-site with the annealing. The fitting results showed that the Fe cation was in B-site of 94% and A-site of 6% before annealing, and 37.5% of the Fe cation occupied the octahedral site, with 62.5% occupying the tetrahedral site after annealing. From the least-squares fitting results it was found that after annealing, the degree of inversion increased due to cations being subjected to suitable temperature and time for annealing, which caused the cations to move to their site preference. The Co cation preferred the B-site due to the octahedral site preference energy being

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

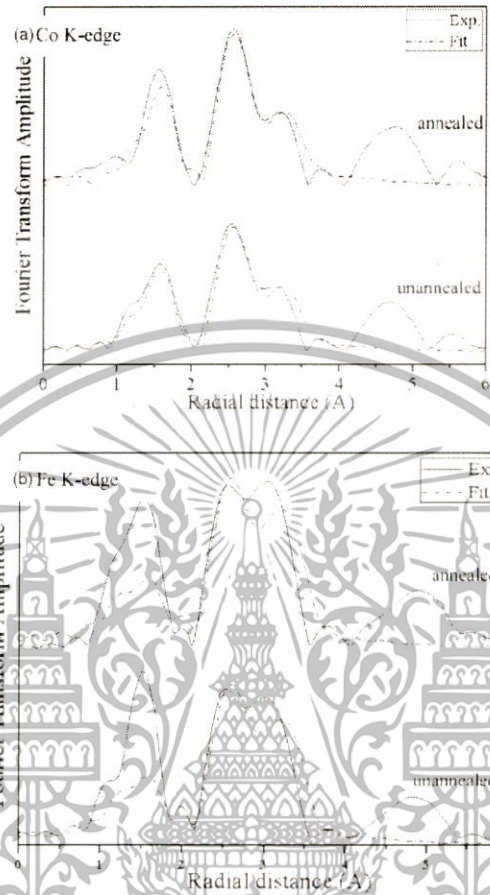


Fig. 6. FT of (a) Co K-edge and (b) Fe K-edge for model fitting results and experiments.

0.09 eV higher than the Fe cation. While the octahedral site preference energy of the Fe cation was 0.00, then after annealing the Fe cation migrated to the A-site. Besides, the changing of cation site distribution in the structure influenced the magnetic and catalytic properties.

### 5. Magnetic property results

The magnetic properties of all  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  samples were measured at RT using a VSM. After annealing the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  sample at 400 °C–700 °C for 100 h in air, the annealed samples were then investigated with regard to their magnetic properties, using the VSM to find the best annealing temperature. The magnetic properties of the annealed sample at different temperatures for 100 h in air were characterized at RT with a maximum applied field of up to 8 kOe, as shown in Fig. 7 and Table III. The saturation magnetization and coercive field trends are summarized in Fig. 8. Results showed the various saturation magnetizations after annealing at different annealing temperatures. The highest saturation magnetization was obtained in the sample annealed at 500 °C for 100 h. Therefore, 500 °C temperature was chosen for annealing in this system, due to this temperature being able to

Table III. Magnetic properties of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders as a function of annealing temperatures for 100 h in air.

Temperature (°C)	$M_s$ (emu g <sup>-1</sup> )	$M_c$ (Oe)
Unannealed	37.5	128.9
400	37.7	189.1
500	42.2	167.6
600	35.4	167.6
700	38.6	167.6

change the cations in the structure and improve their magnetic properties. This temperature was suitable for annealing according to Abdallah et al.<sup>20)</sup> and Zhang et al.<sup>25)</sup> However, after annealing, the coercivity did not change due to the average particle sizes after annealing at different temperatures showing no change.

The hysteresis loop of the unannealed and annealed samples at 500 °C for 100 h are exhibited in Fig. 9. The saturation magnetization ( $M_s$ ) and coercive field ( $M_c$ ) are presented in Table III. Basically, magnetization curves of the samples were nonlinear and typical ferromagnetic materials.<sup>1)</sup> The magnetic hysteresis loop results showed that before

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

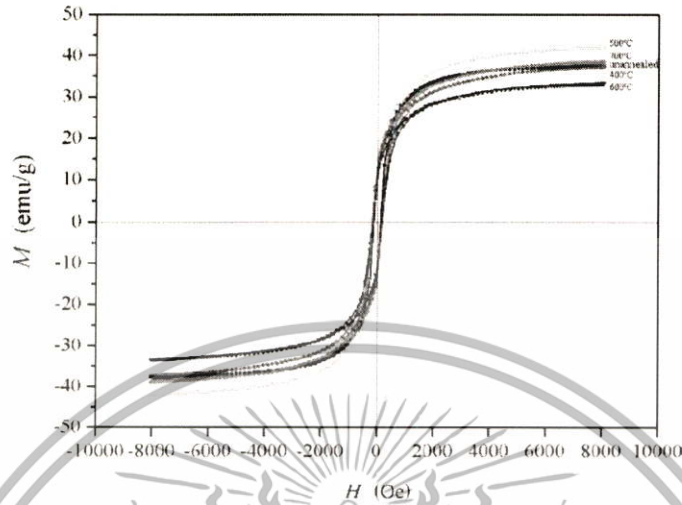


Fig. 7. (Color online) Magnetic hysteresis loop of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders as a function of annealing temperature for 100 h in air.



Fig. 8. (Color online) Variations of saturation magnetization and coercivity of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  powders as a function of annealing temperature for 100 h in air.

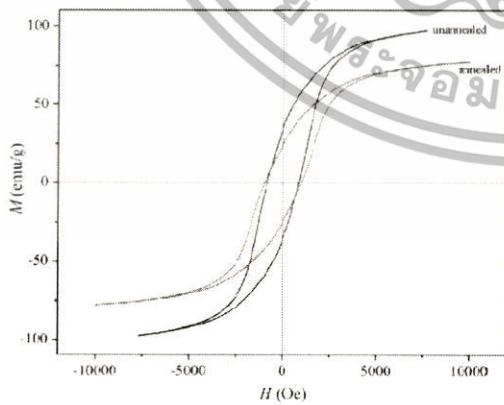


Fig. 9. (Color online) Magnetic hysteresis loops of unannealed and annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  samples at 500 °C for 100 h.

annealing the sample, the saturation magnetization was  $97.38 \text{ emu g}^{-1}$ . And, after annealing, the saturation magnetization was decreased to  $77.65 \text{ emu g}^{-1}$ . The lower result of saturation magnetization revealed that thermal annealing influenced the cation distribution in the structure and is related to the EXAFS results. This is because net magnetic moment was the result of super-exchange interaction of metal cations in A-site and B-site.<sup>30)</sup> Bohr magneton calculations of each model are presented in Table II. From the EXAFS results, least-squares fitting showed that the B12-A88 and B75-A25 models were a good fit for the unannealed and annealed samples, respectively. Therefore, the net magnetic moment of the B12-A88 model was  $52 \mu\text{B}$ , and decreased in the B75-A25 model to  $32 \mu\text{B}$ . Since, XANES results confirmed the oxidation state of cobalt and iron cations were  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$ , with the Bohr magneton of the  $\text{Co}^{2+}$  cation being  $3 \mu\text{B}$  and the  $\text{Fe}^{3+}$  cation  $5 \mu\text{B}$ .<sup>8)</sup> The magnetization trend after annealing showed Bohr magneton calculations corresponding to saturation magnetizations from the

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

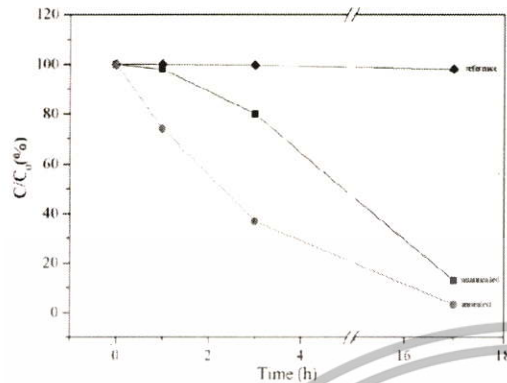


Fig. 10. (Color online) Degradations of Naphthol blue black in the unannealed and annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  catalysts at 500 °C for 100 h.

experimental. Moreover, the coercive field after annealing slightly increased. This could be explained by the long annealing time having an effect on structure distortions, so Co cation anisotropy was increased with increasing coercivity of the annealed sample.<sup>29</sup> Also, the thermal annealing was influenced when the cation distribution in the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  structure was varied, resulting from decreasing of the saturation magnetization, as related to Ref. 31.

#### 6. Catalytic property results

The catalytic property of all samples was investigated by synthetic dye degradation and the synthetic dye concentrations after reaction were measured using the UV-vis spectrometer. Degradation and concentration percentages of the solution are displayed in Fig. 10 and Table IV. The result of the unannealed powder, after degradation reaction for 24 h, showed that the synthetic dye solution was degraded to 87.00%. Also, with the annealed sample, the degradation percentage was increased to 96.64%. These results revealed that annealing powder affected the catalytic property, due to changing the cation site distribution in the structure. The changing of the B12-A88 to B75-A25 model showed that the Co cation in the B-site before annealing was 12%, and after annealing, it increased because the Co ion migrated to 75% of the B-site. These distributions related to synthetic dye degradation results because only cation in the octahedral site responded to the catalyst in the solution. Because of the spinel ferrite structure, the low index planes of (111) and (110) were on the surfaces. These surfaces had only cation in the octahedral site to react on the synthetic dye solution. Furthermore, the redox potential of the Co ion (1.88) was higher than the Fe ion (1.83). Hence, the catalytic reactions increased with increasing of Co cation at the B-site. Also, the thermal annealing influenced the catalytic property by the changing of cation site distribution in the structure due to the decreasing of the saturation magnetization of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , as related to Ref. 31.

#### 7. Conclusions

In summary, the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  was synthesized successfully by the solid-state reaction method using calcination temperature at 900 °C for 48 h and annealing temperature at 500 °C for

Table IV. Magnetic and catalytic properties of unannealed and annealed  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  samples.

Sample	$M_s$ (emu $\text{g}^{-1}$ )	$H_c$ (Oe)	$C/C_0$ (%)	Degradation (%)
Unannealed	97.38	827.27	13.00	87.00
Annealed	77.62	981.81	3.36	96.64

100 h. The structural characterization revealed that unannealed and annealed samples were single cubic spinel structure. In addition, no change of average particle size after annealing was confirmed. The oxidation state of cations in the structure were  $\text{Co}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$  cations. The fitting resulted in a calculation model with XANES results presenting the annealing effect with the Co cation in the structure migrating from A-site to B-site. Furthermore, thermal annealing affected the cation distribution in the structure; the inversion parameter of cobalt ferrite before and after annealing was 0.22 and 0.75, respectively. Varying of cation distribution influenced the magnetic and catalytic properties of material with decreasing of saturation magnetization and increasing of degradation percentage. The thermal annealing influenced the saturation magnetization. Moreover, the saturation magnetization caused the change in cation distribution and catalytic property of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  structure. Also, the thermal annealing influenced the changing of the cation site distribution in and the catalytic property of the  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  structure.

#### Acknowledgments

This work was supported by King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang Research Fund [Grant No. KRF146004]. We also would like to thank the Synchrotron Light Research Institute (Public Organization) for XAS measurement.

- 1) A. Goldman, *Modern Ferrite Technology* (Springer, New York, 2006) 2nd ed., p. 35.
- 2) R. N. Bhowmik, A. T. Satya, and A. Bharathi, "Synthesis of  $\text{Co}_x\text{Fe}_{1-x}\text{O}_4$  spinel ferrite with high magnetic squareness and study its magnetic property by annealing the chemical routed sample at different temperatures," *J. Alloys Compd.* **559**, 154 (2013).
- 3) R. N. Bhowmik, M. R. Panda, S. M. Yusuf, M. D. Mukadam, and A. K. Sinha, "Structural phase change in  $\text{Co}_{0.25}\text{Fe}_{0.75}\text{O}_4$  spinel oxide by vacuum annealing and role of coexisting  $\text{CoO}$  phase on magnetic properties," *J. Alloys Compd.* **646**, 101 (2015).
- 4) A. J. Moulson and J. M. Herbert, *Electroceramics Materials and Application* (Wiley, New York, 2003).
- 5) G. Calun, G. S. N. Rao, K. H. Rao, B. Parvatheswara Rao, I. Dumitru, C.-O. Kim, and C. Kim, "The influence of Mn doping level on magnetostriiction coefficient of cobalt ferrite," *J. Magn. Magn. Mater.* **316**, e18 (2007).
- 6) C. S. Kim, Y. S. Yi, K.-T. Park, H. Namgung, and J.-G. Lee, "Growth of ultrafine Co-Mn ferrite and magnetic properties by a sol-gel method," *J. Appl. Phys.* **85**, 5223 (1999).
- 7) P. C. R. Varma, R. S. Manna, D. Banerjee, M. R. Varma, K. G. Suresh, and A. K. Nigam, "Magnetic properties of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  synthesized by solid state, citrate precursor and polymerized complex methods: a comparative study," *J. Alloy. Compd.* **453**, 298 (2008).
- 8) Y.-M. Chiang, D. P. Birnie, and W. D. Kingery, *Physical Ceramic* (Wiley, New York, 1997) 2nd ed., p. 30.
- 9) D. Carta, G. Mountjoy, G. Navarra, M. F. Casula, D. Loche, S. Marras, and A. Corrias, "X-ray absorption investigation of the formation of cobalt ferrite nanoparticles in an aerogel silica matrix," *J. Phys. Chem. C* **111**, 6308 (2007).
- 10) V. G. Harris, N. C. Koon, C. M. Williams, Q. Zhang, M. Abe, and J. P. Kirkland, "Cation distribution in NiZn-ferrite films via extended X-ray absorption fine structure," *Appl. Phys. Lett.* **68**, 2082 (1996).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 11) L. Zhao, H. Yang, X. Zhao, L. Yu, Y. Cui, and S. Feng, "Magnetic properties of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  ferrite doped with rare earth ion," *Mater. Lett.* **60**, 1 (2006).
- 12) Liliya Frolova and O. Khmelenko, "Investigation of the magnetic properties of ferrites in the  $\text{CoO-NiO-ZnO}$  using simplex-lattice design," *J. Nanomater.* **2018**, 5686741 (2018).
- 13) A. Zhukov, M. Inoue, M.-H. Phan, and V. Shavrov, "Advanced magnetic materials," *Phys. Res. Int.* **2012**, 385396 (2012).
- 14) T. Pandey and D. S. Parker, "Magnetic properties and magnetocrystalline anisotropy of  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}$ ,  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{17}\text{X}_3$ , and related compounds," *Sci. Rep.* **8**, 3601 (2018).
- 15) Subhasish Dey, Debabrata Roy, Soumyabrata Patra, and Tapan Santra, "Performance of a modified magnetostrictive energy harvester in mechanical vibration," *Helveta* **5**, e01135 (2019).
- 16) R. Shuaa, Z. Bilin, M. Rujbar, H. K. Tan, S. J. Wong, S. N. Piramanayagam, and T. C. Chong, "Effect of magnetostatic energy on domain structure and magnetization reversal in  $(\text{Co/Pd})$  multilayers," *J. Appl. Phys.* **107**, 103901 (2010).
- 17) R. C. Buchanan, *Ceramic Materials for Electronics* (Marcel Dekker, New York, 2004) 3rd ed., p. 323.
- 18) R. N. Bhowmik, S. Kazhugasalamoorthy, R. Ranganathan, and A. K. Sinha, "Tuning of composite cubic spinel structure in  $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_4$  spinel oxide by thermal treatment and its effects on modifying the ferrimagnetic properties," *J. Alloys Compd.* **680**, 315 (2016).
- 19) N. Vittayakom, G. Rujjanagul, and D. P. Cann, "Investigation of the influence of the thermal treatment on the morphologies, dielectric and ferroelectric properties of PZT-based ceramics," *J. Alloys Compd.* **440**, 259 (2007).
- 20) H. M. I. Abdallah, T. Moyo, and J. Z. Msomi, "The effect of annealing temperature on the magnetic properties of  $\text{Mn}_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ferrites nanoparticles," *J. Supercond. Nov. Magn.* **25**, 2625 (2011).
- 21) R. N. Bhowmika, A. Kumar, and S. M. Yusuf, "Understanding of the low temperature anomalous magnetic and lattice properties in  $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_4$  ferrite using dc magnetization and neutron diffraction experiments. Author links open overlay panel," *J. Magn. Magn. Mater.* **485**, 531 (2019).
- 22) M. K. Shobana, S. Sankar, and V. Rajendran, "Characterization of  $\text{Co}_x\text{Mn}_{0.5-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  nanoparticles," *Mater. Chem. Phys.* **113**, 10 (2009).
- 23) C. Ruttanapun and S. Maensin, "Effects of spin entropy and lattice strain from mixed-trivalent  $\text{Fe}^{3+}/\text{Cr}^{3+}$  on the electronic, thermoelectric and optical properties of delafossite  $\text{CuFe}_2\text{O}_7$  ( $x = 0.25, 0.5, 0.75$ )," *J. Phys. D: Appl. Phys.* **48**, 495103 (2015).
- 24) Z. J. Zhang, Z. L. Wang, B. C. Chakoumakos, and J. S. Yin, "Temperature dependence of cation distribution and oxidation state in magnetic  $\text{mn-Fe}$  ferrite nanocrystals," *J. Am. Chem. Soc.* **120**, 1800 (1998).
- 25) P. Baldrian, V. Merhautová, J. Gabriel, F. Nerud, P. Stopka, M. Hrubý, and M. J. Beněš, "Decolorization of synthetic dyes by hydrogen peroxide with heterogeneous catalysis by mixed iron oxides," *Appl. Catalysis B* **66**, 258 (2006).
- 26) Y. Koseoğlu, F. Alan, M. Tan, R. Yilgin, and M. Öztürk, "Low temperature hydrothermal synthesis and characterization of Mn doped cobalt ferrite nanoparticles," *Ceram. Int.* **38**, 3625 (2012).
- 27) G. Bunsdorf, M. A. Deuckeb, K. Schäfer, S. Christen, H. Langbein, and W. Günther, "X-ray absorption spectroscopic and Mössbauer studies of redox and cation-ordering processes in manganese ferrite," *Solid State Ionics* **101-103**, 351 (1997).
- 28) M. F. E. Lejis, A. O. Porto, C. M. Gonçalves, and J. D. Fabris, "Cation occupancy sites in synthetic Co-doped magnetites as determined with X-ray absorption (XAS) and Mössbauer spectroscopies," *J. Magn. Magn. Mater.* **278**, 263 (2004).
- 29) A. K. Gin, E. M. Kirkpatrick, P. Moongkhamklang, S. A. Majetch, and V. G. Harns, "Photomagnetism and structure in cobalt ferrite nanoparticles," *Appl. Phys. Lett.* **80**, 2341 (2002).
- 30) Y. Koseoğlu, A. Baykal, E. Gozuak, and H. Kavas, "Structural and magnetic properties of  $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  nanocrystals synthesized by microwave method," *Polyhedron* **28**, 2887 (2009).
- 31) O. Vozniuk, T. Tabanelli, N. Tanchoux, J.-M. Millet, S. Albonetti, F. D. Renzo, and E. Cavani, "Mixed-oxide catalysts with spinel structure for the valorization of biomass: the chemical-loop reforming of bioethanol," *Catalysis* **8**, 732 (2018).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สัญญาเลขที่ KREF146004

โครงการ การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างผลึกและสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบซีเมนต์  
แคลเซียมอะลูมิเนตส์ ด้วยเทคนิค ริตเวลด์ รีไฟน์เมนต์

Correlation between the crystal structure and thermoelectric properties of the CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
cement by Rietveld refinement technique

รายงานสรุปการเงินรอบ.....12.....เดือน

ชื่อนักวิจัยผู้รับทุน.....ดร. รชานุสรณ์ รุ่งเต่า.....

ชื่อนักวิจัยที่ปรึกษา.....ผศ. ดร. เจริญรัฐ รัตนพันธ์.....

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่.....1 มกราคม 2561.....ถึงวันที่.....31 ธันวาคม 2562.....

สรุปงบประมาณค่าใช้จ่ายที่ใช้นับตั้งแต่เริ่มทำการวิจัยถึงปัจจุบัน

หมวดค่าใช้จ่าย	งบประมาณรวม ทั้งโครงการ	ค่าใช้จ่าย จากรายงานครั้งก่อน	ค่าใช้จ่าย งวดปัจจุบัน	รวมค่าใช้จ่าย สะสมถึงปัจจุบัน	คงเหลือ (หรือเกิน)
เงินเดือนนักวิจัย	756,000.00	189,000.00	189,000.00	378,000.00	378,000.00
เงินสนับสนุนงานวิจัย	200,000.00	57,539.00	42,487.00	100,026.00	99,974.00
<b>รวม</b>	<b>956,000.00</b>	<b>246,539.00</b>	<b>231,487.00</b>	<b>478,026.00</b>	<b>477,974.00</b>

จำนวนเงินที่ได้รับและจำนวนเงินที่ใช้จ่าย

งวดเงินที่ได้รับ	จำนวนเงินที่ได้รับ(บาท)	เมื่อ (ระบุวัน เดือน ปี)
งวดที่ 1	463,000.00	31 มกราคม 2561
งวดที่ 2	-	-
ดอกเบี้ย ครั้งที่ 1	-	-
<b>รวม</b>	<b>463,000.00</b>	<b>1</b>

งวดที่	จำนวนเงินที่ใช้จ่าย (บาท)	เมื่อ (ระบุวัน เดือน ปี)
งวดที่ 1	246,539.00	30 มิถุนายน 2561
งวดที่ 2	231,487.00	30 ธันวาคม 2561
<b>รวม</b>	<b>478,026.00</b>	<b>2</b>

จำนวนเงินคงเหลือ **1** - **2** .....-15,026.00..... บาท

ลงนาม..... ลงนาม..... ลงนาม.....

(นางสาวรชานุสรณ์ รุ่งเต่า)

(นายเจริญรัฐ รัตนพันธ์)

(นางสาวรชานุสรณ์ รุ่งเต่า)

นักวิจัยผู้รับทุน

นักวิจัยที่ปรึกษา

เจ้าหน้าที่การเงินโครงการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก

## ประวัตินักวิจัยหลังปริญญาเอก

ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) ดร.ราชานุสรณ์ รุ่งเต่า.....

ชื่อ-สกุล(ภาษาอังกฤษ) Dr. Rachanusorn Roongtao

เกิดวันที่.....1.....เดือน กรกฎาคม พ. ศ. 2526.....

## 1ประวัติการศึกษา (ระบุให้ชัดเจน)

ชื่อข้อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วท.บ.	เทคโนโลยีอัญมณี	มหาวิทยาลัยบูรพา	๒๕๔๑
วท.ม.	วัสดุศาสตร์	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่	๒๕๕๓
ปร.ด.	นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	๒๕๕๕

2 สาขาวิจัยที่เชี่ยวชาญ การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการ Rietveld Refinement (เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์) และ EXAFS Fitting (เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์) สมบัติแม่เหล็กของสารประกอบกลุ่มทวิโลหะเฟอร์ไรต์

## 3 ทุนวิจัยที่เคยได้รับ

ชื่อโครงการ	แหล่งทุน	งบประมาณรวม	ปีที่ได้-สิ้นสุด	เป็นหัวหน้า / ผู้ร่วมวิจัย	จำนวนนักวิจัย
ทุนการศึกษาระดับปริญญาเอก ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.2554	สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)	832,000 บาท	2554-2557	-	1

## 4 ผลงาน (งานวิจัย/งานสร้างสรรค์/การจดสิทธิบัตร)

4.1 งานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารนานาชาติในฐานสากล (ระบุรายละเอียด ชื่อวารสาร ฉบับที่ ปีที่พิมพ์ หน้าที่พิมพ์) ระบุค่า Impact Factor โดยระบุปีที่อ้างค่า Impact ด้วย

## งานสัมมนาวิชาการภายในประเทศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. **Rachanusorn Roongtao** and Wanwilai Vittayakorn, "Phase Evolution and Morphology of  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  Powder Prepared by a Mixed-Oxide Method", The 2<sup>nd</sup> CMU Graduate Research Conference Abstracts & Program Schedule, Chiang Mai, Thailand. November, 2010 (Poster presentation).
2. **Rachanusorn Roongtao** and Wanwilai Vittayakorn, "Phase Formation and Microstructure of  $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  Ceramics", The 28<sup>th</sup> Annual Conference of the Microscopy Society of Thailand (MST 28), Chiang Rai, Thailand. January, 2011 (Poster presentation).
3. **Rachanusorn Roongtao**, Naratip Vittayakorn, and Wanwilai Vittayakorn "Magnetic Properties of Manganese-Doped Cobalt Ferrite by Solid State Method" *The 7<sup>th</sup> Annual Conference of the Thai Physics Society (SPC2012)*, 9-12 May 2012, The Krungsri River, Phranakhon Si Ayutthaya, Thailand (Poster presentation).
4. **Rachanusorn Roongtao**, Naratip Vittayakorn, and Wanwilai Vittayakorn "Doping effects on the phase formation, microstructural and magnetic properties of manganese doped cobalt ferrites" The 38<sup>th</sup> Congress on Science and Technology of Thailand (STT 38), 17-19 October 2012, Chiang Mai, Thailand (Oral presentation).

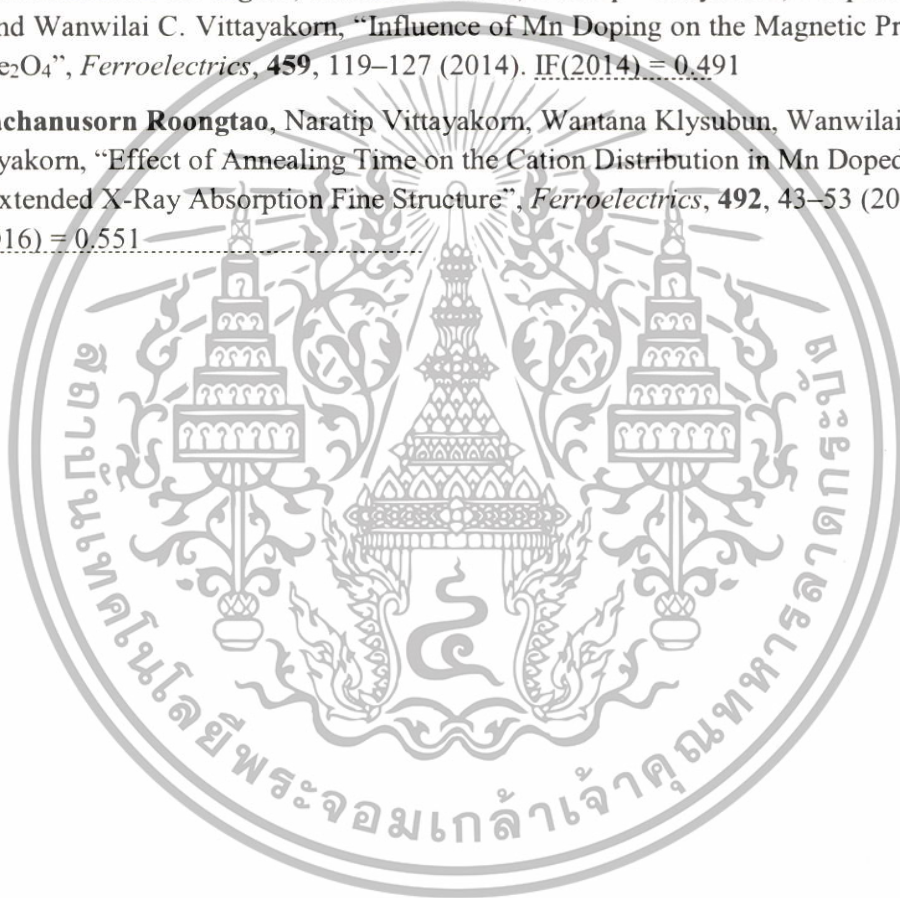
#### งานสัมมนาวิชาการต่างประเทศ

1. **Rachanusorn Roongtao** and Wanwilai C. Vittayakorn, "Synthesis of Barium Titanate – Barium Magnesium Niobate Solid Solutions by a Mixed-oxide Method", The 10<sup>th</sup> Russia/CIS/Baltic/Japan Symposium on Ferroelectricity (RCBJSF10), Yokohama, Japan. June, 2010 (Poster presentation).
2. **Rachanusorn Roongtao**, Supagorn Rugmai, and Wanwilai C. Vittayakorn, "Characterizations of  $0.98\text{BaTiO}_3\text{-}0.02\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$  Nanoparticles", The 5<sup>th</sup> International Conference on Advanced Materials and Nanotechnology (AMN-5), Wellington, New Zealand. February, 2011 (Poster presentation).
3. **Rachanusorn Roongtao**, Rattanaï Baitahe, Naratip Vittayakorn, Panpailin Seeharaj and Wanwilai C. Vittayakorn, "Influence of Mn Doping on the Magnetic Properties of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ " *The 8<sup>th</sup> Asian Meeting on Ferroelectrics (AMF-8)*, December 11-14, 2012, Amari Orchid Hotel, Pattaya, Thailand (Oral presentation).
4. **Rachanusorn Roongtao**, Rattanaï Baitahe, Naratip Vittayakorn, Panpailin Seeharaj and Wanwilai C. Vittayakorn, "Structural and Magnetic Properties of Zn Doped  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ " *Special International Workshop and Symposium on Emerging Frontiers in Multiferroics and Electronic Metamaterials (INAMM)*, December 9-10, 2012, Amari Orchid Hotel, Pattaya, Thailand (Poster presentation).
5. **Rachanusorn Roongtao**, Naratip Vittayakorn, Wantana Klysubun, Wanwilai C. Vittayakorn, "Effect of Annealing Time on the Cation Distribution in Mn Doped  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  via Extended X-Ray Absorption Fine Structure" *The Joint Conference of 9<sup>th</sup> Asian Meeting on Ferroelectrics & 9<sup>th</sup> Asian Meeting on Electroceramics (AMF-AMEC-9)*, October 25-31, 2014, International Convention Center Shanghai, Shanghai, China (Oral presentation).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**บทความวิจัยระดับนานาชาติ**

1. **Rachanusorn Roongtao** and Wanwilai C. Vittayakorn, “ Synthesis of Barium Titanate–Barium Magnesium Niobate Solid Solution by a Mixed–oxide Method”, *Journal of Ceramic Processing Research*, **12**, 398–401 (2011). IF(2011) = 0.386
2. **Rachanusorn Roongtao**, Rattana Baitahe, Naratip Vittayakorn, Wantana Klysubun and Wanwilai C. Vittayakorn, “ Structural and Magnetic Properties of Zn Doped  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ”, *Integrated Ferroelectrics*, **148**, 145–152 (2013). IF(2014) = 0.371
3. **Rachanusorn Roongtao**, Rattana Baitahe, Naratip Vittayakorn, Panpailin Seeharaj and Wanwilai C. Vittayakorn, “Influence of Mn Doping on the Magnetic Properties of  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ ”, *Ferroelectrics*, **459**, 119–127 (2014). IF(2014) = 0.491
4. **Rachanusorn Roongtao**, Naratip Vittayakorn, Wantana Klysubun, Wanwilai C. Vittayakorn, “Effect of Annealing Time on the Cation Distribution in Mn Doped  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  via Extended X-Ray Absorption Fine Structure”, *Ferroelectrics*, **492**, 43–53 (2016). IF(2016) = 0.551



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัตินักวิจัยที่ปรึกษา

ชื่อ-สกุล (ภาษาไทย) รองศาสตราจารย์ ดร.เชษฐา รัตนพันธ์

ชื่อ-สกุล (ภาษาอังกฤษ) Assoc. Prof. Dr. Chesta Ruttanapun

สถานที่ทำงาน ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

จังหวัด กรุงเทพฯ

รหัสไปรษณีย์ ๑๐๕๒๐

โทรศัพท์ ๐๒-๓๒๕-๘๔๐๐๐ ถึง ๘๔๑๑ ต่อ ๖๒๓๔

โทรสาร ๐๒-๓๒๕-๘๔๑๒

มือถือ ๐๘-๑๕๑๐-๔๕๖๕

E-mail krchesta@kmitl.ac.th, chesta.ruttanapun@gmail.com

ที่อยู่ (ที่บ้าน/สามารถติดต่อได้สะดวก) ๒๕/๓๐ หมู่ ๓ แขวง ทวีวัฒนา เขต ทวีวัฒนา

จังหวัด กรุงเทพฯ

รหัสไปรษณีย์ ๑๐๑๓๐

โทรศัพท์ ๐๘-๑๕๑๐-๔๕๖๕

โทรสาร -

e-mail krchesta@kmitl.ac.th

### ประสบการณ์วิจัย

๒๕๔๒-๒๕๔๖ ผู้ช่วยนักวิจัย โครงการคอมพิวเตอร์จำลองแบบเซลล์แสงแดดคลับเซนส์ใน 2 มิติ  
ทุนสนับสนุนจากสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (สกว.) หนึ่งในชุดโครงการพัฒนาเซลล์  
แสงแดดไทยสู่ความเป็นเลิศ โดย ผศ. บำรุง สมสวัสดิ์ เป็นหัวหน้าโครงการ ปฏิบัติงาน ณ ภาควิชาฟิสิกส์  
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

๒๕๔๖-๒๕๕๕ ผู้ช่วยนักวิจัย ห้องปฏิบัติการวิจัยการจำลองขนาดใหญ่ Large Scale Simulation Lab  
(LSR) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ(สวทช.)

### ๑. ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วท.บ.	ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2541
วท.ม.	ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2546
ปร.ด.	ฟิสิกส์ประยุกต์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้า คุณทหารลาดกระบัง	2554

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การจดสิทธิบัตร

ได้ยื่นขอสิทธิบัตร 1 เรื่อง

- [1] “คอนกรีตบล็อกชนิดทนความร้อนที่มีแท่งผลิตไฟฟ้าเทอร์โมอิเล็กทริกอยู่ภายใน” เลขที่คำขอ 1601000523
- [2] “ต้นแบบเครื่องผลิต รีดิวิซ์กราฟีนออกไซด์ ต้นทุนต่ำสำหรับอุตสาหกรรม”, เลขที่คำขอ 1901005282

### สิ่งประดิษฐ์

- [1] “ต้นแบบเครื่องผลิต รีดิวิซ์กราฟีนออกไซด์ ต้นทุนต่ำสำหรับอุตสาหกรรม”

### รางวัล

- [1] ได้รับ รางวัลผลงานประดิษฐ์คิดค้น ประจำปี 2562 ระดับดี จากสภาวิจัยแห่งชาติ (วช.) ในผลงาน สิ่งประดิษฐ์ “ต้นแบบเครื่องผลิต รีดิวิซ์กราฟีนออกไซด์ ต้นทุนต่ำสำหรับอุตสาหกรรม” โดยพลอากาศเอกประจิน จั่นตอง รองนายกรัฐมนตรี และประธานสภาวิจัยแห่งชาติ เป็นผู้มอบรางวัล ในงาน วันนักประดิษฐ์ ประจำปี 2562 จัดโดยสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช.) เมื่อวันที่ 2 กุมภาพันธ์ 2562 ณ Event Hall 102-103 ศูนย์นิทรรศการและการประชุมไบเทค บางนา กรุงเทพฯ
- [2] ได้รับ รางวัลนักคิดสิ่งประดิษฐ์รุ่นใหม่ ประจำปี 2562 รางวัลเหรียญเงิน ระดับอุดมศึกษา กลุ่ม สิ่งแวดล้อมและพลังงาน จากสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช.) ในงานวันนักประดิษฐ์ ประจำปี 2562 จากผลงาน “ต้นแบบคอนกรีตบล็อกทนร้อนผลิตไฟฟ้าได้โดยตรงจากความร้อน”
- [3] ได้รับรางวัล บุคลากรดีเด่น คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง ประจำปี 2560 กลุ่มสายวิชาการ ด้านอาจารย์ดีเด่นด้านการวิจัย กลุ่มรุ่นใหม่, จาก คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
- [4] ได้รับโล่ยกย่องเชิดชูเกียรติและประกาศเกียรติคุณบุคคลที่ได้ทำประโยชน์และชื่อเสียง ให้แก่สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปี 2560, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
- [5] ได้รับโล่ยกย่องเชิดชูเกียรติ และ ประกาศเกียรติคุณบุคคลที่ได้ทำประโยชน์และชื่อเสียง ให้แก่สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง วันที่ 27 สิงหาคม 2557 จากสถาบันเทคโนโลยีพระ จอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
- [6] ได้รับโล่ยกย่องเชิดชูเกียรติและประกาศเกียรติคุณบุคคลที่ได้ทำประโยชน์และชื่อเสียง ให้แก่สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง วันที่ 26 สิงหาคม 2556, สถาบันเทคโนโลยีพระจอม กเกล้าเจ้าคุณทหาร
- [7] ผู้สอบได้คะแนนยอดเยี่ยม อันดับ 3มูลนิธิ ศ.ดร.แถบ นีละนิธิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [8] ได้รับรางวัลรองชนะเลิศอันดับ 1 จากโครงการเรื่อง “คอนกรีตบล็อกผลิตไฟฟ้าจากความร้อน โดยใช้วัสดุตั้งต้นจากเปลือกไข่ไก่” ในการประชุมวิชาการ การประกวดโครงงานวิจัยระดับอุดมศึกษา กลุ่มฟิสิกส์ จัดโดย คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี เมื่อวันที่ 30 พฤษภาคม 2560, โดยคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
- [9] ได้รับรางวัล “The Best Poster Presentation Award” ในการเสนอผลงานทางวิชาการเรื่อง “High-temperature thermoelectric concrete block from  $\text{CaMnO}_3$ ” ในงาน 4th Southeast Asia Conference on Thermoelectrics 2016, ในงาน 4th Southeast Asia Conference on Thermoelectrics 2016 15-18 December 2016, Sea Garden Hotel, Danang, Vietnam ประเทศเวียดนาม
- [10] ได้รับรางวัลบทความดีเด่น จากบทความเรื่อง การสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก  $\text{Mg}_2\text{Si}$  โดยใช้สารตั้งต้น  $\text{SiO}_2$  สกัดจากแกลบข้าวในการประชุมวิชาการเครือข่ายพลังงานแห่งประเทศไทย ครั้งที่ “12, “12th conference on energy network of Thailand”, ระหว่างวันที่ 8-10 มิถุนายน 2559 จ. พิษณุโลก, 12th conference on energy network of Thailand
- [11] ได้รับรางวัล Best Paper Award ในงานประชุมวิชาการนานาชาติ International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013) ระหว่างวันที่ 21-24 สิงหาคม 2556 จากบทความวิจัยเรื่อง “Thermoelectric Properties of  $\text{Sn}^{2+}$ -Substituted  $\text{CuFeO}_2$  Delafossite-Oxide”, International Conference on Engineering, Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013)
- [12] ได้รับรางวัล Best Paper Award ในงานประชุมวิชาการเครือข่ายพลังงานแห่งชาติแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 9 วันที่ 9 พฤษภาคม 2556 จากบทความวิจัยเรื่อง “สมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกของวัสดุออกไซด์  $\text{CuFeO}_2$  เดลาฟอสไซด์ที่เจือด้วยอะตอม Al, Sn, Ti, Au” ในงานประชุมวิชาการเครือข่ายพลังงานแห่งชาติแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 9 วันที่ 9 พฤษภาคม 2556

### Projects:

ชื่อโครงการ	แหล่งทุน	งบประมาณรวม	ปีที่ได้-สิ้นสุด	เป็นหัวหน้า / ผู้ร่วมวิจัย	จำนวนนักวิจัย
การศึกษาความเป็นไปได้ของการพัฒนา	สำนักงานคณะกรรมการ	500,000	2562 ถึง 2563	หัวหน้าโครงการ	5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต้นแบบแผ่นเกราะป้องกันแรงระเบิดด้วยวัสดุผสม กราฟีน ออกไซด์ ขึ้นรูปโดยใช้เทคนิคการพิมพ์ ๓ มิติ	การอุดมศึกษา				
การพัฒนาวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกแบบผสมและเทคนิคการพิมพ์สามมิติ เพื่อประดิษฐ์ผ้าใบทำความเย็นเทอร์โมอิเล็กทริกสำหรับประยุกต์ใช้ในระบบปรับอากาศยานยนต์	ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์	4,690,800.00	2561 ถึง 2564	หัวหน้าโครงการ	14
การผลิต และการปรับปรุงสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของเซรามิก C12A7 โครงสร้างเป็นกรงขนาดนาโน โดย การ ใ้ บ อิเล็กตรอนข้างในกรง ผ่านวิธีการลดบรรยากาศแก๊ซ X (X = C, F, Cl, H และ N)	ทุนพัฒนา ศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ ประจำปี ๒๕๖๐ ของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ต่อเนื่อง ๒ ปี	๖๐๐,๐๐๐	๑๗ ก.ค. ๒๕๖๐ – ๑๖ ก.ค. ๒๕๖๒	หัวหน้าโครงการ	1
การพัฒนาคอนกรีตบล็อกผลิตไฟฟ้าจากความร้อนและการประยุกต์ในโรงงานเตาหลอมโลหะหรือเตาเผาขยะเทศบาล	โครงการพัฒนา นักวิจัยและงานวิจัยเพื่ออุตสาหกรรม (พวอ.) ระดับปริญญาเอก ประจำปี ๒๕๖๐	๑,๕๕๒,๐๐๐	๑ ส.ค. ๒๕๖๐ – ๓๑ ก.ค. ๒๕๖๒	หัวหน้าโครงการ	1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	ของสำนักงาน กองทุนสนับสนุน การวิจัย (สกว.) ต่อเนื่อง ๒ ปี				
วัสดุผสมซีเมนต์ที่ ฉลาดและเป็นมิตรต่อ สิ่งแวดล้อม	ทุนศาสตราจารย์ วิจัยดีเด่น โดย ศาสตราจารย์ ดร. ปริญญา จินดา ประเสริฐ ได้รับ จากสำนักงาน กองทุนสนับสนุน งานวิจัย (สกว.)	9,000,000	2561- 2564	ผู้ร่วม โครงการ	
การพัฒนาวัสดุเทอร์ โมอิเล็กทริก แมกนีเซียมซัลไฟด์ โครงสร้างนาโน จาก กากขี้เถ้า สิ่งเคราะห์ ด้วยไมโครเวฟและอัด ร้อน และการประยุกต์ เทอร์โมอิเล็กทริก	แหล่งเงินทุน: ทุนเงิน งบประมาณ แผ่นดิน (วช.) ต่อเนื่อง 1 ปี	600,000	2560 - 2561	หัวหน้า โครงการ	
การพัฒนาต้นแบบ เทอร์โมอิเล็กทริก ขนาดเล็กแบบผลิต ไฟฟ้าจากความร้อน ของการรวม แสงอาทิตย์ร่วมกับสาร เก็บกักความร้อน,	เงินรายได้(ทุน วิจัยและพัฒนา เพื่อผลิตอุปกรณ์ ฯ) คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบัน เทคโนโลยีพระ จอมเกล้าเจ้าคุณ ทหารลาดกระบัง 1 ปี	800,000	2560 - 2561	หัวหน้า โครงการ	
โครงการพัฒนา ศักยภาพการอัดประจุ	สำนักงาน นโยบายและ	16,596,000	2560- 2561	ผู้ร่วม โครงการ	13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของตัวเก็บประจุ ยิ่งยวดด้วยเทคโนโลยี ควอนตัม	แผนพลังงาน (สนพ) ผ่าน สำนักงานพัฒนา วิทยาศาสตร์และ เทคโนโลยี แห่งชาติ				
วัสดุอัจฉริยะ (smart materials) สำหรับ พลังงานทดแทนใน อนาคต	สำนักงานคณะ กรรมการวิจัย แห่งชาติ	6,000,000	2561- 2562	ผู้ร่วม โครงการ	17
การพัฒนาระบบกัก เก็บพลังงานด้วยตัว เก็บประจุยิ่งยวด (Supercapacitor) เพื่อ สร้างเสถียรภาพด้าน พลังงานของประเทศ	สำนักงานคณะ กรรมการวิจัย แห่งชาติ	5,800,000	2561- 2562	ผู้ร่วม โครงการ	11
Fabrication and observation of spin Seebeck effect on 12CaO-7Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> doping transition metal (Fe, Ni, Cr)	นักวิจัยที่ปรึกษา ทุนนักวิจัยหลัง ปริญญาเอก (Postdoctoral grant) ดร. ประเมศวร์ วงศ์จอม กองทุนวิจัย สถาบัน เทคโนโลยีพระ จอมเกล้าเจ้าคุณ ทหารลาดกระบัง ๒ ปี	๙๕๖๐๐๐, บาท	2561- 2562	หัวหน้า โครงการ	1
Correlation between the crystal structure and thermoelectric	นักวิจัยที่ปรึกษา ทุนนักวิจัยหลัง ปริญญาเอก	๙๕๖๐๐๐, บาท	2561- 2562	หัวหน้า โครงการ	1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

properties of the CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> cement by Rietveld refinement technique	( Postdoctoral grant) ดร.ราชา นุสรณ์ รุ่งเต่า กองทุนวิจัย สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ๒ ปี				
Fabrication and thermoelectric properties of nanostructure 12CaO·7Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> prepared by hydrothermal method"	นักวิจัยที่ปรึกษา ทุนนักวิจัยหลังปริญญาเอก ( Postdoctoral grant) ดร.ศักดิ์วิบูลย์ จันทราณี กองทุนวิจัย สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ๒ ปี	๙๕๖๐๐๐, บาท	๒๕๕๙ - ๒๕๖๑	หัวหัวหน้าโครงการ	1
Fabrication and thermoelectric properties of 12CaO·7Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ceramic filled with metals (Mg, Ca, Sr, Sc, and Ti) in sub-nanometer-sized empty cages	ทุนส่งเสริม นักวิจัยรุ่นใหม่ ประจำปี ๒๕๕๘ ของสำนักงาน กองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ต่อเนื่อง ๒ ปี	๖๐๐,๐๐๐	๑ มี.ย. ๒๕๕๘ - ๓๑ พ.ย. ๒๕๖๐	หัวหัวหน้าโครงการ	1
The development of flat magnifying hyperlenses for	นักวิจัยที่ปรึกษา ทุนนักวิจัยหลังปริญญาเอก	๔๗๘๐๐๐, บาท	ตั้งแต่ ๒๕๕๙ - ๒๕๖๐	หัวหัวหน้าโครงการ	1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

nano-imaging at far-field with terahertz light”	( Postdoctoral grant) ด ร . ปิยวัฒน์ ทักษนิท แหล่งเงินทุน เงินทุนกองทุน : วิจัย สถาบัน เทคโนโลยีพระ จอมเกล้าเจ้าคุณ ทหารลาดกระบัง 1 ปี				
Development of Spark plasma sintering system for Synthesizing Thermoelectric Materials”	จากแหล่ง เงินทุนเงิน : รายได้(ทุนวิจัย และพัฒนาเพื่อ (ผลิตอุปกรณ์ฯ คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบัน เทคโนโลยีพระ จอมเกล้าเจ้าคุณ ทหารลาดกระบัง ๑ ปี	7๐๐,๐๐๐ บาท	๒๕๖๐ - ๒๕๖๑	หัวหัวหน้า โครงการ	
Development of Microwave sintering system for Synthesizing Thermoelectric Materials”	จากแหล่ง เงินทุนเงิน : รายได้(ทุนวิจัย และพัฒนาเพื่อ (ผลิตอุปกรณ์ฯ คณะ วิทยาศาสตร์	๔๐๐,๐๐๐ บาท	๒๕๕๙ - ๒๕๖๐	หัวหัวหน้า โครงการ	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ๑ ปี				
การศึกษาและพัฒนาอุปกรณ์เทอร์โมอิเล็กทริกอุณหภูมิสูงจากสารประกอบ $\text{CuFeO}_2$ เพื่อผลิตไฟฟ้าจากความร้อนสูญเสีย	เงินงบประมาณ (วช)	๓,๐0๐,๐๐๐	๒๕๕๗-๑๕๕๗	หัวหน้าโครงการ	-
Invention of uni p-type $\text{CuCrO}_2$ thermoelectric module and measurement of energy conversion of electric from heat	เงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์	๒๐๐,๐๐๐	๒๕๕๘	หัวหน้าโครงการ	-
การพัฒนาระบบเตาเผาอัตร้อนสำหรับสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก	เงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์	๖๐๐,๐๐๐	๒๕๕๗	หัวหน้าโครงการ	-
Synthesis and studying of optical properties of $\text{CuBO}_2$ compound	งบประมาณเงินรายได้ ประจำปี 2556	๕๐,๐๐๐	๒๕๕๖	หัวหน้าโครงการ	-
Synthesis and studying of thermoelectric properties of $\text{CuCoO}_2$ compound	งบประมาณเงินรายได้ ประจำปี 2556	๕๐,๐๐๐	๒๕๕๖	หัวหน้าโครงการ	-
สังเคราะห์และศึกษา	กองทุนวิจัย	๑๒๐,๐๐๐	๒๕๕๖	หัวหน้า	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบ $Cu_{1-x}Pd_xFeO_2$	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง			โครงการ	
การสร้างความสามารถวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก	แหล่งเงินทุน สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช), ระยะเวลา	2,000,000 บาท	27 ก.ย.55 วันที่สิ้นสุด 26 ก.ย.57	ผู้ร่วมโครงการ	

### International Journals Publications (Since 2011)

#### Year 2019

[1] Rachanusorn Roongtao and Chesta Ruttanapun, Influence of change in cation distribution on the magnetic and catalytic properties via thermal annealing of spinel-type  $CoFe_2O_4$ , Jpn. J. Appl. Phys., 58, 101001, (2019).

[2] Poramed Wongjom; Wannisa Thongsamrit; Harihara Ramamoorthy; Suriya Chinwong; Ratchanok Somphonsane; Chesta Ruttanapun, Cost-Effective Experimental Setup for Studies of Spin Seebeck Effect and Electrical Transport in Thermoelectric Materials, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, DOI:10.1109/TIM.2019.2935597

[3] Chaiwat Phrompet, Chaval Sriwong, **Chesta Ruttanapun**, “Mechanical, dielectric, thermal and antibacterial properties of reduced graphene oxide (rGO)-nanosized C3AH6 cement nanocomposites for smart cement-based materials”, Composites Part B: E, engineering, 175 (2019) 107128 (Corresponding: Chesta Ruttanapun) (ISI, IF: 6.864) (Scimago Q1) (Web of Science Q1)

[2] Chaiwat Phrompet, Chaval Sriwong, Pornjuk Srepusharawoot, Santi Maensiri, Prinya Chindaprasirt, **Chesta Ruttanapun**, “Effect of free oxygen radical anions and free electrons in a  $Ca_{12}Al_{14}O_{33}$  cement structure on its optical, electronic and antibacterial

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

properties”, *Heliyon*, 5 (2019) e01808. (Corresponding: Chesta Ruttanapun) (ISI, IF:) (Scimago Q1)

[3] Chalermopol Rudradawong, **Chesta Ruttanapun**, “High temperature electrical and thermal properties of activated bamboo charcoal/C12A7 mayenite composite prepared by carbon diffusion process”, *Materials Chemistry and Physics*, 226 (2019) 296–301. (Corresponding: Chesta Ruttanapun) (ISI, IF: 2.781) (Scimago Q2) (Web of Science Q2)

[4] Sakwiboon Jantrasee, Pirot Moontragoon, Supree Pinitsoontorn, and **Chesta Ruttanapun**, “Enhancing thermoelectric properties of nanostructure Ga-doped ZnO prepared by microwave-hydrothermal synthesizing with comparing to calculation results”, *Materials Research Express*, Volume 6, Number 4. , 23 January 2019

[5] Chalermopol Rudradawong and **Chesta Ruttanapun**, Combined effects of Mg reducing and Sn doping on the electrical conductivity of polycrystalline  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$  mayenite, *Appl. Phys. A* (2019) 125: 252.

#### Year 2018

[1] **Chesta Ruttanapun**, Pornjuk Srepusharawoot, Santi Maensiri, “Effect of  $\text{Fe}^{3+}$ -doped  $\text{Ca}_{12}\text{Al}_{14}\text{O}_{33}$  cement on optical and thermal properties”, *Chinese Journal of Physics*, 56 (2018) 252–260. (Corresponding: Chesta Ruttanapun) (ISI, IF: 2.544) (Scimago Q2) (Web of Science Q2)

[2] Chaiwat Phrompet, Chaval Sriwong, Santi Maensiri, Prinya Chindaprasirt, **Chesta Ruttanapun**, “Optical and dielectric properties of nano-sized tricalcium aluminate hexahydrate ( $\text{C}_3\text{AH}_6$ ) cement”, *Construction and Building Materials*, 179 (2018) 57–65.

#### Year 2017

1. Rudradawong C., and **Ruttanapun C.** (2017) “Effect of excess oxygen for  $\text{CuFeO}_{2.06}$  Delafossite on Thermoelectric and optical properties”, *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 526: pp. 21–27.
2. Tapsanit P., Yamashita M., Otani C., Kongsuk S., and **Ruttanapun C.**, (2017) “Closed-form formulae of effective parameters of hyperbolic metamaterial made by stacked hole-array layers working at terahertz or microwave radiation”, Vol. 34, (9): pp. 1930-1936.

#### Year 2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. Hongaromkij Y., Rudradawong C., and **Ruttanapun C.**, (2016) “Effect of Ga-substitution for Fe sites of delafossite  $\text{CuFe}_{1-x}\text{Ga}_x\text{O}_2$  ( $x = 0.0, 0.1, 0.3, 0.5$ ) on thermal conductivity, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 27: pp. 6438-6444.

#### Year 2015

1. **Ruttanapun C.** and Maensiri S., (2015) “Effects of spin entropy and lattice strain from mixed-trivalent  $\text{Fe}^{3+}/\text{Cr}^{3+}$  on the electronic, thermoelectric and optical properties of delafossite  $\text{CuFe}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_2$  ( $x = 0.25, 0.5, 0.75$ )”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 48: pp. 495103.
2. Hongaromkij Y., Rudradawong C., Wichainchai A. and **Ruttanapun C.**, (2015) “Improvement of Thermoelectric Material by Reduction Thermal Conductivity of Sn-doped  $\text{CuFeO}_2$  Delafossite Compound”, *Integrated Ferroelectrics: An International Journal*, Vol. 165 (1): pp. 73-80.
3. **Ruttanapun C.**, Charoenphakdee A., Nisoa M., Muthitamongkol P., Thanachayanont C. and Maensiri S., (2015) “Effect of Strong Correlation of  $\text{Mg}^{2+}$ -doped into  $\text{Cr}^{3+}$  Sites of  $\text{CuCrO}_2$  on Thermoelectric Properties”, *Integrated Ferroelectrics: An International Journal*, Vol. 165 (1): pp. 45-52.

#### Year 2014

1. **Ruttanapun C.**, (2014) “Effects of Pd substitution on the thermoelectric and electronic properties of delafossite  $\text{Cu}_{1-x}\text{Pd}_x\text{FeO}_2$  ( $x = 0.01, 0.03$  and  $0.05$ )”, *Journal of Solid State Chemistry*, Vol. 215: pp. 43-49.
2. Plaipichit S., Buranasiri P., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., (2014) “The direct measurement of the photorefractive grating on anisotropic self diffraction using digital holography”, *Integrated Ferroelectrics*, Vol. 156: pp.160-167.
3. Wicharn S., Buranasiri P., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., (2014) “A computational investigation of third-harmonic generation in one-dimensional photonic band-gap materials with multiple-scale method”, *Integrated Ferroelectrics*, Vol. 156: pp. 45-52.
4. **Ruttanapun C.**, Kosalwat W., Rudradawong C., Jindajitawat P., Buranasiri, P. Naenkieng D., Boonyopakorn N., Harnwunggmoung A., Thowladda W., Neeyakorn W., Thanachayanont C., Charoenphakdee A., and Wichainchai A., (2014) “Reinvestigation thermoelectric properties of  $\text{CuAlO}_2$ ”, *Energy Procedia*, Vol. 56, pp. 65-71.
5. Rudradawong C., Wichainchai A., Sakulkalavek A., Hongaromkid Y., and **Ruttanapun C.**, (2014) “Method of high active preparation and electrical properties of  $\text{CuFeO}_2$  delafossite-type”, *Advanced Materials Research*, Vol. 979: pp. 302-306.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. **Ruttanapun C.**, Jindajitawat P., Buranasiri P., Thowladda W., Neeyakorn W., Naenkieng D., Harnwunggmoung A., Charoenphakdee A., Boonyopakorn N., Thanachayanont C., (2014) “High temperature thermoelectric properties of delafossite  $\text{CuBO}_2$ ”, IEEE 978-1-4799-3855-1/14/\$31.00

### Year 2013

1. **Ruttanapun C.**, (2013) “Optical and electronic properties of delafossite  $\text{CuBO}_2$  p-type transparent conducting oxide”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 114: pp. 113108.
2. **Ruttanapun C.**, (2013) Boonchom B., Thongkam M., Kongtaweelert S., Thanachayanont C., and Wichainchai A., “Electrical and optical properties of p-type  $\text{CuFe}_{1-x}\text{Sn}_x\text{O}_2$  ( $x = 0.03, 0.05$ ) delafossite-oxide”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 113: pp. 023103.
3. **Ruttanapun C.**, Boonchom B., Vittayakorn N., Harnwunggmoung A., and Charoenphakdee A., (2013) “Synthesis and Thermoelectric Properties of  $\text{Cu}_{0.95}\text{Pt}_{0.05}\text{Fe}_{0.97}\text{Sn}_{0.03}\text{O}_2$  Delafossite-Oxide”, *Ferroelectrics*, Vol. 453(1): pp.75-83.
4. **Ruttanapun C.**, Kahatta S., Boonchom B., Vittayakorn N., Thongkam M., Kongtaweelert S., Woramongkonchai S., and Chaiyasith P., (2013) “Optical Properties of  $\text{Cu}_{0.95}\text{Pt}_{0.05}\text{Fe}_{0.97}\text{Sn}_{0.03}\text{O}_2$  for p-type Transparent Conducting Oxide Materials”, *Advanced Materials Research*, Vol. 717: pp. 15-10.
5. Boonchom B., **Ruttanapun C.**, Thongkam M., Chaiyasith P., Woramongkonchai S., Kongtaweelert S. and Vittayakorn N., (2013) “A new synthesis of  $\text{BaHPO}_4$  precipitated by  $\text{BaCO}_3\text{-H}_3\text{PO}_4\text{-NaOH}$  system at room temperature”, *Advanced Materials Research*, Vol. 717: pp 37-43.
6. Chaiyasith P., **Ruttanapun C.**, Thongkam M., Kongtaweelert S., Woramongkonchai S. and Boonchom B., (2013) “A Simple Route to Synthesize Ferromagnetic Binary Calcium Iron Pyrophosphate  $\text{CaFeP}_2\text{O}_7$  Using Aqueous-Acetone Media”, *Advanced Materials Research*, Vol.717: pp. 44-48.
7. Kongtaweelert S., **Ruttanapun C.**, Thongkam M., Chaiyasith P., and Woramongkonchai S., (2013) “Facile, alternative synthesis of spherical-like  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  nanoparticle by aqueous-methanol media”, *Advanced Materials Research*, 717: pp. 49-53.
8. **Ruttanapun C.**, Jindajitawat P., Thowladda W., Neeyakorn W., Thanachayanont C., Charoenphakdee A., (2013) “Thermoelectric properties of  $\text{Sn}^{2+}$ -substituted  $\text{CuFeO}_2$  delafossite-oxide”, *Advanced Materials Research*, Vol. 802: pp. 17-21.
9. Kahatta S., Chaiyo N., **Ruttanapun C.**, Techitdheera W., Pecharapa W., and Vittayakorn N., (2013) “Microwave-assisted solution combustion synthesis and characterization of thermoelectric  $\text{Ca}_3\text{Co}_2\text{O}_6$  powder”, *Advanced Materials Research*, Vol. 802: pp. 84-88.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิพนธ์ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. Charoenphakdee A. , Harnwungmoung A. , Seetawan T. , **Ruttanapun C. ,** Amornkitbamrung V., Kurosaki K., and Yamanaka S., (2013) “Reinvestigation the thermal and electrical transport properties of  $Tl_7Sb_2$ ”, *Advanced Materials Research*, Vol. 802: pp. 284-288.
11. **Ruttanapun C.**, Boonchom B., Thongkam M., Kongtaweelert S., Wichainchaia A., Thanachayanont C., and Charoenphakdee A., (2013) “Thermoelectric properties of n-Type  $CuFe_{0.95}Pb_{0.05}O_2$  delafossite type-oxide” , *Journal of Material Science and Applied Energy*, Vol. 2(2): pp. 1-5
12. **Ruttanapun C.** , Hongaromkid Y. , Thowladda W. and Wichainchai A. , ( 2013) "Alcohol sensing of p-type  $CuFeO_2$  delafossite oxide " , *Proc. SPIE 8883, ICPS 2013*, 88831L; doi:10.1117/12.2021102.
13. **Ruttanapun C.**, Sa-nguan-cheep M., Kahatta S., Buranasiri P. and Jindajitawat P., ( 2013) " Optical and electronic transport properties of p-type  $CuCoO_2$  transparent conductive oxide " , *Proc. SPIE 8883, ICPS 2013 88831O*; doi:10.1117/12.2021992.
14. Wicharn S., Buranasiri P., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., (2013) “ Efficient third-harmonic generation in one-dimensional photonic crystals”, *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 8883, 2013.
15. Plaipichit S., Atta P., Buranasiri P., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., ( 2013) “Fingerprint verification by using low coherence digital holography”, *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 8883.
16. Sidakum K., Buranasiri P., Plaipichit S., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., (2013) “ The generation of optical phase conjugation from cerium doped barium titanate at wavelength of 632.8 nm ”, *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 8883.
17. [28] Wicharn S., Buranasiri P., **Ruttanapun C.**, and Jindajitawat P., (2013) “Optical parametric amplification in one-dimensional photonic bandgap structures” , Vol. 52: pp. 6090-6099.

#### Year 2012

1. **Ruttanapun C.**, Prachamon W., and Wichainchai A. , ( 2012) “ Optoelectronic properties of  $Cu_{1-x}Pt_xFeO_2$  ( $0 \leq x \leq 0.05$ ) delafossite for p-type transparent conducting oxide” *Current Applied Physics*, Vol. 12 (1): pp.166-170.

#### Year 2011

1. **Ruttanapun C.**, Wichainchai A., Prachamon W., Yangthaisong A., Charoenphakdee A. and Seetawan T., (2011) “Thermoelectric properties of  $Cu_{1-x}Pt_xFeO_2$  ( $0.0 \leq x \leq 0.05$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

delafossite-type transition oxide”, Journal of Alloys and Compounds Vol. 509 :pp. 4588-4594.

2. Poopanya P. , Yangthaisong A. , **Rattanapun C.** , and Wichainchai A. ( 2011) “ Theoretical Study of Electronic Structure and Thermoelectric Properties of Doped  $\text{CuAlO}_2$ ”, Journal of ELECTRONIC MATERIALS, Vol. 40: pp. 987-991.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้