

การพัฒนาผงสีแดงสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้จากเหล็กออกไซด์หุ้มด้วย

ซิลิกาและเซอร์คอน

DEVELOPMENT OF $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ AND $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ CORE-SHELL

NIR-REFLECTIVE RED PIGMENTS



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2564

KMITL-2021-SC-M-012-012

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาด้านนี้ เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

DEVELOPMENT OF $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ AND $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ CORE-SHELL
NIR-REFLECTIVE RED PIGMENTS



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED CHEMISTRY
DEPARTMENT OF CHEMISTRY SCHOOL OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2021

KMITL-2021-SC-M-012-012

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2021

SCHOOL OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาผงสีแดงสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้จากเหล็กออกไซด์ หุ้มด้วยซิลิกาและเซอร์คอน
ชื่อนักศึกษา	นายปิยะ สรณาคมน์
รหัสนักศึกษา	60605025
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมีประยุกต์)
ภาควิชา	เคมี
พ.ศ.	2564
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. ปานไพลิน สีหาราช
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ศาสตราจารย์ ดร. นราธิป วิทยาการ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการพัฒนาผงสีแดงอนินทรีย์สะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนจากผงเหล็กออกไซด์ทางการค้า (Fe_2O_3) ซึ่งทำหน้าที่เป็นแกนสี (pigments core) และห่อหุ้มด้วยเปลือกที่มีความใสของซิลิกา (SiO_2) และเซอร์คอน (ZrSiO_4) โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) ในส่วนแรกเป็นการสังเคราะห์ผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$) ซึ่งได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) ในช่วงความเข้มข้น 0-2 มิลลิโมลาร์ ที่ส่งผลต่อโครงสร้างและขนาดความหนาของชั้นเคลือบซิลิกา ในส่วนที่สองเป็นการสังเคราะห์ผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$) และผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$) ซึ่งได้ศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนชั้นเคลือบจากซิลิกาเป็นเซอร์คอนบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ที่ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฉดสี สำหรับการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา พบว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบซิลิกบบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ที่เป็นแกนสีเพิ่มขึ้นจาก 8 เป็น 62 นาโนเมตร ซึ่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ และเมื่อตรวจสอบคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (%R) พบว่ามีค่า %R อยู่ในช่วง 62.7%-65.3% ซึ่งสูงกว่าผงเหล็กออกไซด์ทางการค้าประมาณสองเท่าโดยไม่ขึ้นกับขนาดความหนาของชั้นเคลือบซิลิกบบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ อีกทั้งยังคงให้เฉดสีแดงที่ใกล้เคียงกับผงเหล็กออกไซด์ทางการค้าอยู่ การศึกษาผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน และผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน พบว่าสัณฐานวิทยาของผงสีทั้งสองแบบเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคเหล็กออกไซด์อยู่ภายใต้ชั้นเคลือบเซอร์คอนที่มีขนาดความหนาและไม่สม่ำเสมอ ซึ่งเป็นผลจากการหลอมตัวเป็นน้ำแก้ว (glassy phase) ของชั้นเคลือบเซอร์คอนและ/หรือซิลิกบบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ โดยเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ผ่านการยินยอมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่าผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอนมีขนาดอนุภาคผงสีใหญ่กว่าผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน และมีแนวโน้มของขนาดอนุภาคผงสีใหญ่ขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบซิลิกาบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ที่เป็นแกนสี ซึ่งเป็นผลมาจากชั้นเคลือบซิลิกาสามารถทำหน้าที่เป็นชั้นบัฟเฟอร์ (buffer) ช่วยในการสังเคราะห์วัฏภาคเซอร์คอนได้มากขึ้น อย่างไรก็ตามคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอนและผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอนแสดงค่า $%R$ อยู่ในช่วง 61.5%-67.5% ซึ่งสูงกว่าผงเหล็กออกไซด์ทางการค้าประมาณสองเท่าเช่นเดียวกับผงสีแดงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา แต่ให้เฉดสีชมพูปะการัง (coral pink) เนื่องจากชั้นเคลือบเซอร์คอนเกิดการแทนที่ของไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ด้วยไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} สำหรับผลการทดสอบความเสถียรต่อสภาวะกรดไฮโดรคลอริก (HCl) พบว่าชั้นเคลือบซิลิกาและชั้นเคลือบเซอร์คอนสามารถเพิ่มความเสถียรให้กับอนุภาคเหล็กออกไซด์ได้ โดยที่ชั้นเคลือบเซอร์คอนมีความเสถียรต่อสภาวะกรดมากกว่าชั้นเคลือบซิลิกา และจากผลการทดสอบความเสถียรของเนื้อสีภายใต้สภาวะรังสีอัลตราไวโอเล็ตและความชื้น พบว่ามีค่าความแตกต่างของสี (ΔE) ระหว่างก่อนและหลังทดสอบเล็กน้อยในช่วง 0.65-2.67 ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าผงสีแดงแต่ละแบบที่สังเคราะห์ภายในงานวิจัยเหมาะสมสำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นสีทาตัวอาคารสะท้อนความร้อน

คำสำคัญ: ปฏิกริยาโซล-เจล ผงสีอนินทรีย์ เหล็กออกไซด์ โครงสร้างเปลือกหุ้มแกน ซิลิกา เซอร์โคเนียมซิลิเกต การสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้

Title	Development of Fe ₂ O ₃ @SiO ₂ and Fe ₂ O ₃ @ZrSiO ₄ core-shell NIR-reflective red pigments
Student	Mr. Piya Soranakom
Student ID	60605025
Degree	Master of Science (Applied Chemistry)
Department	Chemistry
Academic Year	2021
Advisor	Associate Professor Dr. Panpailin Seeharaj
Co-advisor	Professor Dr. Naratip Vittayakorn

Abstract

The purpose of this research was to develop NIR-reflective inorganic core-shell red pigments. Fe₂O₃ was acted as a pigment core and encapsulated with a transparent SiO₂ and ZrSiO₄ shell layer via sol-gel process. The first part was to synthesize Fe₂O₃@SiO₂ pigments and studied the effect of CTAB surfactant at different concentration between 0-2 mM on structural formation and thickness of SiO₂ layer. The second part was to synthesize Fe₂O₃@ZrSiO₄ and Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄ pigments and studied the influence of ZrSiO₄ layer on pigment color shade and NIR reflectivity. For the morphological analysis of Fe₂O₃@SiO₂ pigments, the results showed that the thickness of the SiO₂ layer on the Fe₂O₃ particle surface was increased from 8 to 62 nm with increasing the concentration of CTAB. After encapsulation, Fe₂O₃@SiO₂ pigments still had the red hue of hematite and the NIR reflectivity improved to 62.7%-65.3%, or twice that of the hematite, and the reflectivity did not depend on the thickness of the SiO₂ layer on the Fe₂O₃ particle surface. The morphology analysis of Fe₂O₃@ZrSiO₄ and Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄ pigments showed that Fe₂O₃ particles were agglomerated under ZrSiO₄ layer due to the formation of glassy phase of the ZrSiO₄ and/or SiO₂ layer on the Fe₂O₃ particle surface. The Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄ pigments were bigger than Fe₂O₃@ZrSiO₄ pigments, which the size tended to increase with the thickness of the SiO₂ coating layer on the Fe₂O₃ particle surface. This was because the SiO₂ coating layer could act as a buffer layer to increase the yield of ZrSiO₄ formation. The NIR reflection properties of both pigments showed %R in the range 61.5%-67.5%,

เอกสารนี้เป็นของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่ควรเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

and the pigments gave a shade of coral pink due to the substitution of Si^{3+} and/or Si^{4+} ion with Fe^{2+} and/or Fe^{3+} ion in ZrSiO_4 coating layer. The stability test under acid solution showed that SiO_2 and ZrSiO_4 layer could protect Fe_2O_3 particles from hydrochloric acid (HCl). Where ZrSiO_4 had resistance to HCl better than SiO_2 . The stability test of the paint under UV and humidity conditions showed that the paint before and after testing had slight color difference (ΔE) in the range 0.65-2.67. These results showed that the $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ and $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ pigments were suitable for use as cool pigments for coating applications

Keywords: Sol-gel process, Inorganic red pigments, Ferric oxide, Core-shell structure, Zircon, Silica, Near infrared reflectance



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สามารถดำเนินการจนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องด้วยได้รับความอนุเคราะห์จาก ท่านอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช และท่านอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ร่วม ศ.ดร.นราธิป วิทยากร ผู้ซึ่งเสียสละเวลา คอยให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทาง และถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ไม่สามารถประเมินค่าได้ให้แก่ตัวของข้าพเจ้า เพื่อเป็นประโยชน์ในการคิดวิเคราะห์ การวางแผนดำเนินงานวิจัย ตลอดจนสนับสนุนข้าพเจ้าในการหาประสบการณ์ความรู้จากแหล่งศึกษา ภายนอก เพื่อเป็นประโยชน์นอกเหนือจากงานวิจัยนี้ โดยข้าพเจ้าขอกล่าวขอบพระคุณไว้ ณ ที่นี้

ในการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ผู้จัดทำต้องขอขอบคุณ ดร.สิทธิสุนทร สุโพธิณะ และ ผศ.ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ผู้ซึ่งเสียสละเวลามาเป็นคณะกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์ และเป็นอาจารย์ผู้มอบวิชาองค์ความรู้ในด้านต่าง ๆ ให้แก่ตัวข้าพเจ้า

ขอขอบคุณคณาจารย์ประจำสาขาวิชาเคมีประยุกต์ และวัสดุศาสตร์ท่านอื่นในภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ผู้ซึ่งเคยอบรมสั่งสอนและประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ตัวของข้าพเจ้า

ขอขอบคุณนักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ทุกท่านที่เอื้อเฟื้อและอำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์ และสารเคมีอย่างเต็มประสิทธิภาพ ตลอดจนถ่ายทอดความรู้การใช้เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์อย่างถูกต้องสมบูรณ์ให้แก่ตัวข้าพเจ้า

ขอขอบคุณบุคคลผู้ซึ่งอยู่เบื้องหลังการทำงานวิจัยนี้ เพื่อนักศึกษาปริญญาโท พี่ ๆ จากหน่วยวิจัยและพัฒนาวัสดุขั้นสูง (Advance Materials Research Unit) และศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (National Metal and Materials Technology Center) ที่คอยให้คำแนะนำ สั่งสอน แลกเปลี่ยนประสบการณ์การในการทำงานวิจัย และให้กำลังใจในการทำงาน ท้ายที่สุดนี้ข้าพเจ้าขอขอบคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และสมาชิกในครอบครัวที่มอบความรักอันเป็นกำลังใจที่ดีสำหรับข้าพเจ้าจนสามารถดำเนินงานวิจัยนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ปิยะ สรณาคมน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 การลดพลังงานความร้อนภายในตัวอาคาร.....	6
2.1.1 แหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคาร.....	6
2.1.2 การแผ่รังสีจากดวงอาทิตย์.....	7
2.1.3 ช่วงสเปกตรัมของรังสีจากแสงอาทิตย์.....	7
2.1.4 กลไกการถ่ายเทความร้อนผ่านหลังคาหรือผนังอาคาร.....	10
2.1.5 การใช้สีฉนวนกันความร้อนเคลือบผิวด้านนอกตัวอาคาร.....	10
2.2 คุณสมบัติของแสงและคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทั่วไป.....	11
2.2.1 การเดินทางเป็นเส้นตรงของแสง.....	11
2.2.2 การสะท้อนแสง.....	11
2.2.3 การหักเหแสง.....	12
2.2.4 การกระจายแสง.....	15
2.3 ผงสีอินทรี.....	18
2.3.1 ที่มาผงสีอินทรี.....	18
2.3.2 ผงสีแดงอินทรีในอุตสาหกรรม.....	18
2.4 การวัดค่าพีคัดสี.....	19
2.5 การสังเคราะห์ผงสีแดงอินทรี.....	22
2.5.1 แอลฟา-เหล็กออกไซด์.....	22
2.5.2 ซิลิกอนไดออกไซด์.....	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 2.5.2 สิทธิของนักวิจัย ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์อื่นใด
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5.3 เซอร์โคเนียมซิลิเกต.....	25
2.6 กระบวนการโซล-เจล.....	25
2.6.1 ปฏิกิริยาโซล-เจลสำหรับการสังเคราะห์ซิลิกา.....	26
2.6.2 ปฏิกิริยาโซล-เจลสำหรับการสังเคราะห์เซอร์คอน.....	28
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	30
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	43
3.1 สารเคมี.....	43
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	44
3.3 วิธีการทดลอง.....	45
3.3.1 การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $Fe_2O_3@SiO_2$	45
3.3.2 การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และ $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	48
3.3.3 การทดสอบความเสถียรภาพต่อสภาวะกรดของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน.....	50
3.3.4 การทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน.....	51
3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการตรวจสอบคุณสมบัติของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน.....	51
3.4.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	51
3.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยโปรแกรมคำนวณตามวิธีของเรียทเวลด์.....	53
3.4.3 การวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์.....	55
3.4.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบและพันธะบนพื้นผิววัสดุด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี XPS.....	56
3.4.5 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกรด.....	58
3.4.6 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	59
3.4.7 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	60
3.4.8 การตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสง และการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ด้วยเครื่องยูวี-วิซิเบิล-เอ็นไออาร์ สเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	61
3.4.9 การตรวจสอบค่าพิกัดสีด้วยเครื่องวัดสี.....	62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.4.10 การตรวจวิเคราะห์พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง วิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน.....	63
3.4.11 การตรวจวิเคราะห์การหลอมเหลว การเปลี่ยนวิญภาค และการ เปลี่ยนรูปผลึกของวัสดุด้วยเครื่องวัดการดูดหรือคายความร้อน ของสารตัวอย่าง.....	65
3.4.12 การตรวจวิเคราะห์ความเสถียรภาพของวัสดุในสภาวะภูมิอากาศจำลอง ด้วยเครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ.....	66
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล.....	68
4.1 การสังเคราะห์และการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์.....	68
4.1.1 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา..	68
4.1.2 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์ หุ้มเซอร์คอน และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน.....	80
4.2 การศึกษาคุณสมบัติทางแสงของผงสีแดงอนินทรีย์.....	98
4.2.1 การศึกษาคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้.....	98
4.2.2 การศึกษาค่าฟักตสี.....	101
4.3 การทดสอบความเสถียรภาพของผงสีแดงอนินทรีย์.....	103
4.3.1 การศึกษาความเสถียรภาพในสภาวะกรด.....	103
4.3.2 การทดสอบความเสถียรของเนื้อสี.....	105
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	108
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	108
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	110
เอกสารอ้างอิง.....	111
ภาคผนวก ก.....	125
ภาคผนวก ข.....	136
ภาคผนวก ค.....	142
ประวัติผู้เขียน.....	152

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 หน่วยเซลล์ของผงสีซมพูนินทรีย์ $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ Fe:Zr เท่ากับ 0, 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.3 ตามลำดับ.....	40
3.1 สภาวะของเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา, เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน.....	50
4.1 ปริมาณสารประกอบออกไซด์ในผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF.....	77
4.2 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ และปริมาณวัฏภาคองค์ประกอบที่วิเคราะห์ได้จากผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ รวมถึงค่าปัจจัยที่บ่งบอกคุณภาพการพิกตรภาพตามวิธีของเรียทเวลด์.....	84
4.3 ปริมาณสารประกอบออกไซด์ของผงสี $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF.....	93
4.4 ค่า %TSR, %R, CIE-LAB $L^*a^*b^*$, C^* , h° , ΔE และภาพถ่ายผงสีของอนุภาคผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัย.....	100
4.5 เปรียบเทียบค่า %R ของผงสีอนินทรีย์จากเหล็กออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ในงานวิจัยก่อนหน้านี้.....	100
4.6 ค่า %TSR, %R, CIE-LAB $L^*a^*b^*$, C^* , h° , ΔE (ระหว่างก่อนและหลังทดสอบด้วยเครื่อง QUV) และภาพถ่ายเนื้อสีบนแผ่นยิปซัมของอนุภาคผงสีแต่ละแบบที่ผสมเข้ากับสีขาวน้ำอะคลิลิก.....	107
ข-1 ผล XRD ที่มีความเข้มพีกสูงสุด 9 อันดับแรก จากสภาวะ $0Fe_2O_3@SiO_2$	137
ข-2 ผล XRD ที่ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ที่มีความเข้มพีกสูงสุด 14 อันดับแรกจากผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	140
ข-3 ผล XRD ที่ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 จากผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	141
ข-4 ผล XRD ที่ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ที่ตรงกับวัฏภาค $ZrSiO_4$ จากผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	141

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคาร.....	6
2.2 การแผ่รังสีจากดวงอาทิตย์มายังพื้นผิวโลก.....	7
2.3 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในย่านต่าง ๆ.....	8
2.4 อัตราส่วนร้อยละของรังสีชนิดต่าง ๆ จากแสงอาทิตย์.....	9
2.5 เปรียบเทียบระหว่างหลังคาที่ทาสีสะท้อนความร้อน และไม่ทาสีสะท้อนความร้อน.....	10
2.6 การสะท้อนการสะท้อนแสงบนพื้นผิววัตถุแบบปกติและแบบกระจาย.....	11
2.7 กฎการสะท้อนแสง.....	12
2.8 การหักเหแสงกรณีที่ 1 เมื่อ $n_1 < n_2$	12
2.9 การหักเหแสงกรณีที่ 1 เมื่อ $n_1 > n_2$	13
2.10 การสะท้อนกลับหมดของแสง.....	14
2.11 ตัวอย่างการสะท้อนกลับหมดของแสง.....	15
2.12 การกระจายของแสงที่ตามมองเห็น.....	15
2.13 การเดินทางของคลื่นแสง.....	16
2.14 กลไกการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของผนังที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน.....	17
2.15 การบรรยายสีในระบบ CIE-LAB $L^* - a^* - b^*$	19
2.16 การบรรยายสีในระบบ CIE-LAB ในรูปสามมิติที่มีการเชื่อมต่อระหว่างค่า a^* และค่า b^* เข้ากับค่า h° และค่า C^*	20
2.17 แผนภาพ CIE แสดงตำแหน่งของสีที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง D65.....	21
2.18 โครงสร้างผลึกของแอลฟา-เหล็กออกไซด์.....	22
2.19 การจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรัลของซิลิกอนไดออกไซด์.....	24
2.20 โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลของเซอร์โคเนียมซิลิเกต.....	25
2.21 กลไกของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาคอนเดนเซชันในสารประกอบอัลคอกซีไซเลน.....	27
2.22 ปฏิกิริยาโซล-เจล โดยใช้ (a) กรด และ (b) เบส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	27
2.23 โครงสร้างซิลิกาของสารประกอบอัลคอกซีไซเลนหลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน.....	28
2.24 กลไกการสังเคราะห์เซอร์คอนผ่านกระบวนการโซล-เจลจากสารตั้งต้น $ZrCl_4$ และ TEOS...29	
2.25 ผล XRD ของผง $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ แตกต่างกัน.....	30

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.26 ภาพถ่ายของผง $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ แตกต่างกัน บนวัสดุ (a) เคลือบใส (b) 0.29 (c) 0.43 (d) 0.57 (e) 0.71 และ (f) 0.85.....	31
2.27 ภาพถ่าย SEM ของอนุภาค SiO_2 ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ (a) $45.6H_2O:10.4NH_4OH:OCTAB$, (b) $45.6H_2O:10.4NH_4OH:0.1CTAB$ และ (c) $45.6H_2O:10.4NH_4OH:0.3CTAB$	32
2.28 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาค SiO_2 ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ (a-b) $45.6 H_2O : 10.4 NH_4OH :$ $0.1 CTAB$ และ (c-d) $45.6 H_2O : 10.4 NH_4OH : 0.3 CTAB$	32
2.29 (a) ค่าความแตกต่างของสี (ΔE), (b) ค่า a^* , (c) ค่า b^* และ (d) ค่า L^* ของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $Fe_2O_3@SiO_2$ หลังฉายรังสี UV นาน 6 เดือน.....	33
2.30 ภาพถ่ายแสดงการกระจายตัวในน้ำ และเฉดสีที่ปรากฏของ (a) ผง Fe_2O_3 , (b) ผง Fe_2O_3 spindle และ (c) ผง Fe_2O_3 spindle@ SiO_2	34
2.31 ภาพถ่าย TEM ของ (a) $Fe_2O_3@ZrO_2@SiO_2$ โดยชั้นเคลือบ ZrO_2 ผ่านการ ไฮโดรไลซิส 1 ครั้ง และชั้นเคลือบ SiO_2 ผ่านการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	35
2.32 ช่วงร้อยละการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็นของ (a) $Fe_2O_3@ZrSiO_4$, (b) Fe_2O_3 , (c) $Fe_2O_3@ZrO_2@SiO_2$ ที่ยังไม่เผาแคลไซน์ และ (d) $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ ที่เคลือบ บนผิวกระเบื้อง.....	36
2.33 ผล XRD ของ $(Fe)_x -ZrO_2 -SiO_2$ โดยมีอัตราส่วนโมลาร์ของ Fe ต่างกัน เมื่อ Z : เซอร์-คอน, m : โมโนคลินิก, t : เตตระโกนอล, H : ฮีมาไทต์ และ C : คริสโตบาไรต์.....	37
2.34 IR สเปกตรัมของผงสีอินทรีย์ที่มี Fe ในอัตราส่วน 0.2 โมลาร์ โดยเผาแคลไซน์ใน ช่วงอุณหภูมิ 600-1,300 องศาเซลเซียส.....	38
2.35 ผล XRD ของผงสีแดง $CdS_xSe_{1-x}@ZrSiO_4$ หลังจากเผาที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ที่มีอัตราส่วนโดยปริมาตรของ $HO(CH_2)_2NH_2:H_2O$ เท่ากับ (A) 0:1, (B) 1:1, (C) 2:1 และ (D) 1:0 (โดยที่ $X=0.6$ ใน CdS_xSe_{1-x}).....	39
2.36 ผล XRD ของ $Fe_{0.1}-ZrSiO_4$ ที่มีอุณหภูมิ และเวลาการเผาแคลไซน์ เป็น $1,100^{\circ}C/3h$, $1,200^{\circ}C/3h$ และ $1,600^{\circ}C/24h$ โดยสัญลักษณ์ ◆ คือ t- ZrO_2 , * คือ Fe_2O_3 และ ↓ คือ m- ZrO_2	41
2.37 ค่าแทตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้าง $ZrSiO_4$ ที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อมี ปริมาณ Fe ที่เจือในโครงสร้าง $ZrSiO_4$ สูงขึ้น.....	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ผง $Fe_2O_3@SiO_2$	46
3.2 แผนผังการสังเคราะห์ผง $Fe_2O_3@SiO_2$	47
3.3 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$	49
3.4 แผนภาพการสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$	49
3.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก.....	52
3.6 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	53
3.7 ภาพตัวอย่างการฟิตกราฟตามวิธีเรียทเวลด์จากโปรแกรม MAUD.....	55
3.8 แผนภาพแสดงการอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอ็กซ์กับวัสดุตัวอย่าง (a) การเกิด ปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก และ (b) การคายรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะ.....	56
3.9 เครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์.....	56
3.10 แผนภาพแสดงหลักการทำงานของเครื่อง XPS.....	58
3.11 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุ XPS.....	58
3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	59
3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	60
3.14 เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์.....	61
3.15 เครื่อง (a) ยูวี-วิซิเบิล และ (b) ยูวี-วิซิเบิล-อินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	62
3.16 หลักการทำงานของเครื่องวัดสี.....	63
3.17 เครื่องวัดค่าพีคดี.....	63
3.18 ลักษณะข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA และ DTG.....	64
3.19 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน.....	64
3.20 แผนภาพแสดงอุปกรณ์ภายในเครื่อง DSC.....	65
3.21 ลักษณะข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC.....	66
3.22 เครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ.....	67
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0 (c) 0.2 (d) 0.4 (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์.....	69

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.2 A) FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชัน (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า ผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่ความเข้มข้นเป็น (b) 0 (c) 0.2 (d) 0.4 (e) 1 (f) 2 มิลลิโมลาร์ และ (g) สาร CTAB/ B) ส่วนขยายที่เลขคลื่น 570 cm^{-1}	70
4.3 ภาพถ่าย TEM ของ (a) ผง Fe_2O_3 และผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์.....	72
4.4 ขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 (a) ผง Fe_2O_3 และผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่ความเข้มข้นเป็น (b) 0 (c) 0.2 (d) 0.4 (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์.....	73
4.5 ภาพถ่าย SEM แทรกกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า ผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0 (c) 0.2 (d) 0.4 (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์/ ภาพถ่าย SEM-EDS ที่ (g) $2Fe_2O_3@SiO_2$	75
4.6 TGA สเปกตรัมแสดงการสลายตัวทางความร้อนของ (a) ผง Fe_2O_3 และผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0 (c) 0.2 (d) 0.4 (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์.....	76
4.7 กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์โดย (a) route ไม่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ และ (b) route ที่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์.....	79
4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 (b) ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ (c) $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ (d) $0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (e) $0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	82
4.9 FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 (b) ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีสภาวะ (c) $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ (d) $0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (e) $0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	86
4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงสัณฐานวิทยาของ (a) ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีสภาวะ (b) $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$, (c) $0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (d) $0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.11 ภาพถ่าย SEM แทรกกราฟการกระจายขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ (a) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ / ภาพถ่าย SEM-EDS ของ (e) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ (f) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	89
4.12 TGA สเปกตร้าแสดงพฤติกรรมสลายตัวทางความร้อน (a) ผง Fe_2O_3 , (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ (c) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ (d) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (e) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	91
4.13 DSC สเปกตร้าแสดงการดูดหรือคายความร้อนของ (a) ผง Fe_2O_3 , (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ (c) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	92
4.14 XPS สเปกตร้า (a) การวิเคราะห์สเปกตรัมแบบสำรวจ (b) สเปกตรัม Fe 2p จากผง Fe_2O_3 , (c) สเปกตรัม Zr 3d, (d) สเปกตรัม Si 2p และ (e) สเปกตรัม O 1s จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	94
4.15 กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของ (a) route ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และ (b) route ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	97
4.16 ร้อยละการสะท้อนรังสีในช่วงความยาวคลื่น 300-2,500 นาโนเมตร ของ (a) Fe_2O_3 , (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$, (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (j) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	99
4.17 แผนภาพ CIE แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า a^* และ b^* ของผงสีแต่ละแบบ ที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้.....	103
4.18 ภาพถ่ายสีของสารละลายจาก (a) Fe_2O_3 , (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$, (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (j) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ หลังถูกแช่ภายใต้สภาวะกรด HCl เป็นเวลา 48 ชั่วโมง.....	104

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่

หน้า

- 4.19 สเปกตรากการดูดกลืนแสงจากสารละลายของ (a) Fe_2O_3 , (b) $0Fe_2O_3@SiO_2$,
 (c) $0.2Fe_2O_3@SiO_2$, (d) $0.4Fe_2O_3@SiO_2$, (e) $1Fe_2O_3@SiO_2$, (f) $2Fe_2O_3@SiO_2$,
 (g) $Fe_2O_3@ZrSiO_4$, (h) $0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$, (i) $0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$
 และ (j) $0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ หลังถูกแช่ภายใต้สภาวะกรด HCl 48 ชั่วโมง..... 105



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เนื่องด้วยประเทศไทยตั้งอยู่ในพื้นที่เขตร้อนใกล้เส้นศูนย์สูตร จึงมีสภาพอากาศที่ร้อนอบอ้าวเกือบตลอดปี ประกอบกับในปัจจุบันโลกกำลังเผชิญหน้ากับปัญหาสภาวะโลกร้อนที่ทวีความรุนแรงขึ้น ส่งผลให้อุณหภูมิเฉลี่ยในประเทศมีแนวโน้มสูงขึ้นเรื่อย ๆ ด้วยเหตุนี้เครื่องปรับอากาศ (air condition) จึงมีบทบาทสำคัญต่อชีวิตความเป็นอยู่ของประชากรไทย เนื่องจากเครื่องปรับอากาศมีหน้าที่ทำความเย็นและควบคุมความชื้นภายในตัวอาคาร โดยการนำเอาความร้อนจากตัวบุคคลที่อยู่ในภายในตัวอาคารประมาณร้อยละ 10 และความร้อนที่ถ่ายเทเข้ามาตามหลังคา หน้าต่างกระจก ฝาผนัง ฝ้าเพดาน และรอยรั่วของประตูหน้าต่างอีกประมาณร้อยละ 80-90 ออกไปนอกตัวอาคาร ทำให้อุณหภูมิภายในตัวอาคารลดลงและเกิดสภาวะน่าสบาย (comfort zone) ขึ้น [1] ดังนั้นหากมีปริมาณความร้อนถ่ายเทจากภายนอกเข้าสู่ภายในตัวอาคารปริมาณมาก จะทำให้เครื่องปรับอากาศทำงานหนักและต้องใช้พลังงานไฟฟ้าสูงขึ้นตามไปด้วย อีกทั้งเครื่องปรับอากาศเป็นเครื่องใช้ไฟฟ้าที่ใช้พลังงานไฟฟ้ามากในการทำงานและยังปลดปล่อยก๊าซเรือนกระจก (greenhouse gases) ปริมาณมากเข้าสู่ชั้นบรรยากาศ ซึ่งเป็นสาเหตุสำคัญของปัญหาภูมิอากาศโลกเปลี่ยนแปลง [2] โดยการลดอุณหภูมิภายในตัวอาคารเพื่อประหยัดพลังงาน ลดค่าใช้จ่าย และลดการปลดปล่อยก๊าซเรือนกระจกจากการใช้เครื่องปรับอากาศสามารถทำได้หลากหลายวิธี แต่วิธีการทำสีสะท้อนความร้อนให้กับตัวอาคารได้รับการพิสูจน์แล้วว่าเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูงและทำได้สะดวกที่สุด โดยสีสะท้อนความร้อนทางการค้า (commercial grade) ทั่วไปมักมีส่วนผสมของอนุภาคที่เป็นฉนวนกันความร้อนผสมอยู่ด้วย อาทิเช่น อนุภาคไมโครสเฟียร์เซรามิกส์ (ceramic microspheres) ที่มีลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลมพื้นผิวเกลี้ยง ซึ่งความเกลี้ยงจะช่วยสะท้อนความร้อนจากแสงอาทิตย์ได้ดี อีกทั้งลักษณะอนุภาคที่เป็นทรงกลมจะสามารถเรียงชิดติดกันอยู่บนทุกอนุของพื้นผิววัตถุที่ถูกทาสี จึงทำให้สามารถป้องกันความร้อนได้อย่างเต็มประสิทธิภาพ [3] เป็นต้น ด้วยเหตุนี้สีสะท้อนความร้อนจึงทำหน้าที่เป็นฉนวนช่วยป้องกันความร้อนจากแสงอาทิตย์ได้ในเวลากลางวัน และในเวลากลางคืนยังสามารถช่วยให้ความร้อนจากภายนอกที่มีอุณหภูมิสูงกว่าถ่ายเทเข้ามาภายในตัวอาคารได้น้อยลง เมื่อลดความร้อนที่ถ่ายเทเข้ามาตามหลังคา ฝาผนัง และฝ้าเพดานซึ่งเป็นพื้นที่ส่วนใหญ่ของตัวอาคารลงได้แล้ว จะสามารถประหยัดพลังงานและลดค่าใช้จ่ายต่าง ๆ ที่มาจากการใช้เครื่องปรับอากาศลงได้ [4] โดยงานวิจัยนี้ได้ศึกษาและพัฒนาการสังเคราะห์ผงสีอนินทรีย์ (inorganic pigments) ที่มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (near-infrared radiation; NIR) สูง เนื่องจากในช่วงสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ (solar radiation) ที่แผ่มายังโลกจะประกอบด้วยรังสีที่เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) 3 ชนิดโดยมีอัตราส่วนร้อยละดังนี้

- 1) รังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet radiation; UV) ร้อยละ 5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นใบโฆษณาขอรับการดำเนินการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) รังสีที่ตามองเห็น (visible light; VIS) ร้อยละ 43
- 3) รังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (near-infrared radiation; NIR) ร้อยละ 52

จากช่วงสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ดังกล่าว จะสังเกตเห็นว่ารังสีอินฟราเรดย่านใกล้มีอัตราส่วนร้อยละสูงที่สุดในช่วงสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ ดังนั้นเมื่อรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าตกกระทบกับพื้นผิววัตถุใด ๆ จะเปลี่ยนจากพลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปเป็นพลังงานความร้อน (thermal energy) ส่งผลให้วัตถุนั้นมีอุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น [5] ด้วยเหตุนี้งานวิจัยนี้จึงต้องการที่จะพัฒนาการสังเคราะห์ผงสีอนินทรีย์ให้มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้สูงเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านวัสดุป้องกันความร้อน โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกศึกษาผงสีแดงอนินทรีย์เนื่องจากสีแดงเป็นหนึ่งในสามแม่สีที่ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ มากมาย อาทิเช่น สีทาตัวอาคาร (paint) หมึกอิงค์เจ็ท (inkjet) และเคลือบสี (colored glaze) เป็นต้น แต่ในปัจจุบันผงสีแดงอนินทรีย์ทั่วไปในอุตสาหกรรมส่วนใหญ่มักได้มาจากสารประกอบโลหะหนักเกือบทั้งสิ้น ได้แก่ เมอร์คิวริกซัลไฟด์ (HgS) เลดออกไซด์ (Pb_3O_4 หรือ $\text{PbO}\cdot\text{Pb}_2\text{O}_3$) และแคดเมียมซัลไฟด์-เซเลไนต์ ($\text{CdS}\cdot\text{CdSe}$) เป็นต้น ซึ่งสารประกอบโลหะหนักเหล่านี้มีความเป็นพิษสูงจึงส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมและเป็นอันตรายต่อร่างกายมนุษย์ [6] ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงผลกระทบดังกล่าว งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นไปที่การพัฒนาผงสีแดงอนินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ซึ่งเป็นสารที่ให้เฉดสีแดง (red shade) มีความเป็นพิษต่ำ สามารถหาซื้อได้ง่าย และมีราคาถูก แต่ข้อเสียหลักของ Fe_2O_3 คือ มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ต่ำ และเมื่อ Fe_2O_3 อยู่ภายใต้สิ่งแวดล้อมต่าง ๆ เช่น แสงอาทิตย์ และความชื้นอาจทำให้เกิดการเสื่อมสภาพได้ง่าย ซึ่งส่งผลให้มีเฉดสีที่จืดจางลงกว่าเดิม [7] เพื่อแก้ไขข้อเสียดังกล่าวงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาเทคนิคการห่อหุ้ม (encapsulation) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) ได้เป็นผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน (core-shell structure) ซึ่งมีผง Fe_2O_3 ทางการค้าทำหน้าที่เป็นแกนสี (pigments core) แล้วห่อหุ้มด้วยเปลือก (shell) ที่มีความโปร่งใส (transparent) และมีเสถียรภาพทางความร้อนสูง เช่น ซิลิกา (SiO_2) และเซอร์คอน (ZrSiO_4) [8] ซึ่งอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ถูกห่อหุ้มด้วยวัสดุที่มีความใสจำพวก SiO_2 และ ZrSiO_4 จะมีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้สูงขึ้น อีกทั้งยังคงแสดงเฉดสีแดงและมีความเสถียรภาพต่อสภาวะต่าง ๆ ดียิ่งขึ้น

ดังนั้นภาพรวมของงานวิจัยนี้ คือ ศึกษาและพัฒนาการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนจากผง Fe_2O_3 ทางการค้า ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารให้สีและห่อหุ้มด้วยเปลือกที่มีความใสของ SiO_2 และ ZrSiO_4 โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล ซึ่งสามารถแบ่งการสังเคราะห์ได้เป็น 2 ขั้นตอนดังนี้

- 1) การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$)
- 2) การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$)

ซึ่งมีทั้งแบบที่เคลือบ ZrSiO_4 ลงบนพื้นผิวนอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าโดยตรง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการวิจัยเท่านั้น เมื่อผู้ผู้ใดเห็นประโยชน์ในการนำ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และแบบที่เคลือบ $ZrSiO_4$ ทับลงบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ถูกเคลือบด้วย SiO_2 อยู่ก่อนแล้ว ($Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$)

โดยในส่วนของงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $Fe_2O_3@SiO_2$ ซึ่งได้ทำการศึกษาอิทธิพลของการเติมสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ($C_{19}H_{42}BrN$; CTAB) ที่ส่งผลต่อโครงสร้างและความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ในส่วนที่สองของงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และ $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ซึ่งได้ทำการศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนชั้นเคลือบจาก SiO_2 มาเป็นชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเฉดสีจากสีแดงกลายเป็นสีชมพูปะการัง (coral pink) โดยผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนทั้ง 3 แบบ ได้แก่ ผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้จะถูกนำมาศึกษาค่าพิกัดสี ค่าสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ ความทนทานต่อสภาวะกรด และความเสถียรภาพของเนื้อสีบนแผ่นยิปซัมภายใต้สภาวะรังสีอัลตราไวโอเล็ตและความชื้น

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ถูกห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 และ $ZrSiO_4$ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล
- 1.2.2 เพื่อศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ อันประกอบด้วย ชนิดของชั้นเคลือบบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้า และอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่ส่งผลต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ค่าพิกัดสี ความเสถียรภาพ และสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้
- 1.2.3 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของผงสีแดงอนินทรีย์หลังจากนำไปใช้งานเป็นสีสำหรับทาตัวอาคาร

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 1.3.2 ศึกษากระบวนการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ และผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล
- 1.3.3 ศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์ที่ส่งผลต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ค่าพิกัดสี และคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของผงสีแดงอนินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้น ได้แก่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1) ขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ซึ่งสามารถปรับเปลี่ยนได้จากอัตราส่วนโมลาร์ระหว่างสาร CTAB กับสารเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$; TEOS)
- 2) อิทธิพลของชั้นเคลือบ SiO_2 และ ZrSiO_4 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3

1.3.4 ศึกษาการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และสมบัติต่าง ๆ ด้วยเทคนิคดังต่อไปนี้

- 1) ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)
- 2) ตรวจสอบโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 จากการคำนวณตามวิธีเรียทเวลด (rietveld refinement)
- 3) ตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)
- 4) ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชั้นเปลือกหุ้มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM)
- 5) ตรวจสอบสัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)
- 6) ตรวจสอบพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analysis; TGA)
- 7) ตรวจสอบอุณหภูมิการหลอมเหลว การเปลี่ยนวัฏภาค และการเปลี่ยนรูปผลึกด้วยเครื่องวัดการดูดหรือคายความร้อน (differential scanning calorimeter; DSC)
- 8) ตรวจสอบปริมาณสารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometer; XRF)
- 9) ตรวจสอบธาตุองค์ประกอบและชนิดพันธะบนพื้นผิววัสดุด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)
- 10) ตรวจสอบค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ด้วยเครื่องยูวี-วิซิเบิล-เอ็นไออาร์สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS-NIR spectrophotometer)
- 11) ตรวจสอบค่าฟักสีด้วยเครื่องวัดสี (colorimeter)
- 12) ตรวจสอบความทนทานต่อสภาวะกรดด้วยเครื่องยูวี-วิซิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS spectrophotometer)
- 13) ตรวจสอบความเสถียรภาพของเนื้อสีด้วยเครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ (weathering tester; QUV)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 สามารถสังเคราะห์และพัฒนาผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลได้
- 1.4.2 สามารถนำผงสีแดงอนินทรีย์มาประยุกต์ใช้เป็นสีสะท้อนความร้อนสำหรับทาตัวอาคารได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

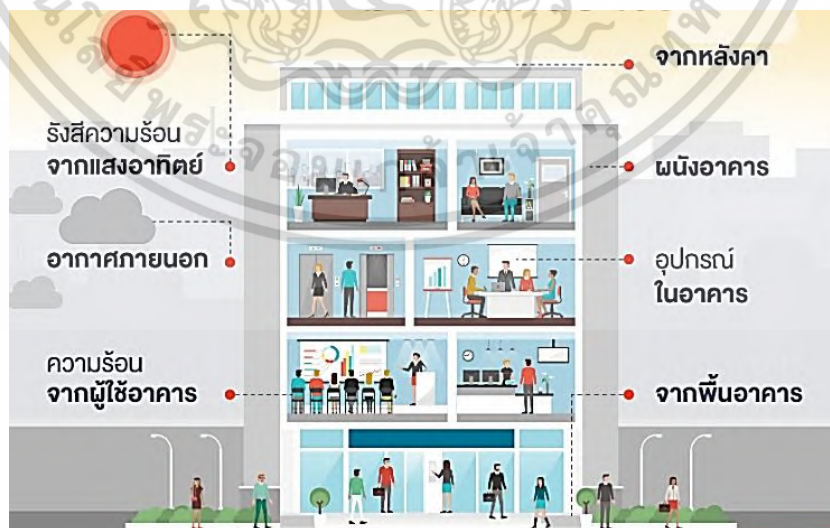
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาและรวบรวมเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$) เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$) และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$) โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) สำหรับประยุกต์ใช้เป็นสีทาตัวอาคารสะท้อนร้อน ซึ่งประกอบด้วยเนื้อหาที่เกี่ยวข้องกับทฤษฎีพื้นฐาน หลักการสังเคราะห์ การประยุกต์ใช้งาน รวมไปถึงงานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1 การลดพลังงานความร้อนภายในตัวอาคาร

2.1.1 แหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคาร

แหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคารหลัก ๆ จะมีอยู่ 2 แหล่ง ได้แก่ 1) แหล่งความร้อนจากภายในอาคาร ซึ่งอาจเกิดจากตัวผู้ใช้อาคารหรืออุปกรณ์เครื่องใช้ไฟฟ้าต่าง ๆ เช่น หลอดไฟ คอมพิวเตอร์ ตู้เย็น เป็นต้น และ 2) แหล่งความร้อนจากภายนอกอาคาร ซึ่งส่วนใหญ่เกิดจากแสงอาทิตย์ที่ถ่ายเทความร้อนเข้าสู่ภายในตัวอาคารผ่านทางหลังคาหรือฝาผนังในรูปแบบต่าง ๆ เช่น การนำความร้อน (conduction) การแผ่รังสีความร้อน (radiation) และการพาความร้อน (convection) [9] ซึ่งเป็นสาเหตุหลักที่ทำให้ภายในตัวอาคารมีอุณหภูมิสูงขึ้น ดังนั้นหากต้องการที่จะลดความร้อนภายในตัวอาคารให้ได้ผลดีที่สุดจำเป็นต้องหาแนวทางป้องกันความร้อนจากแสงอาทิตย์โดยแหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคารแสดงดังรูปที่ 2.1

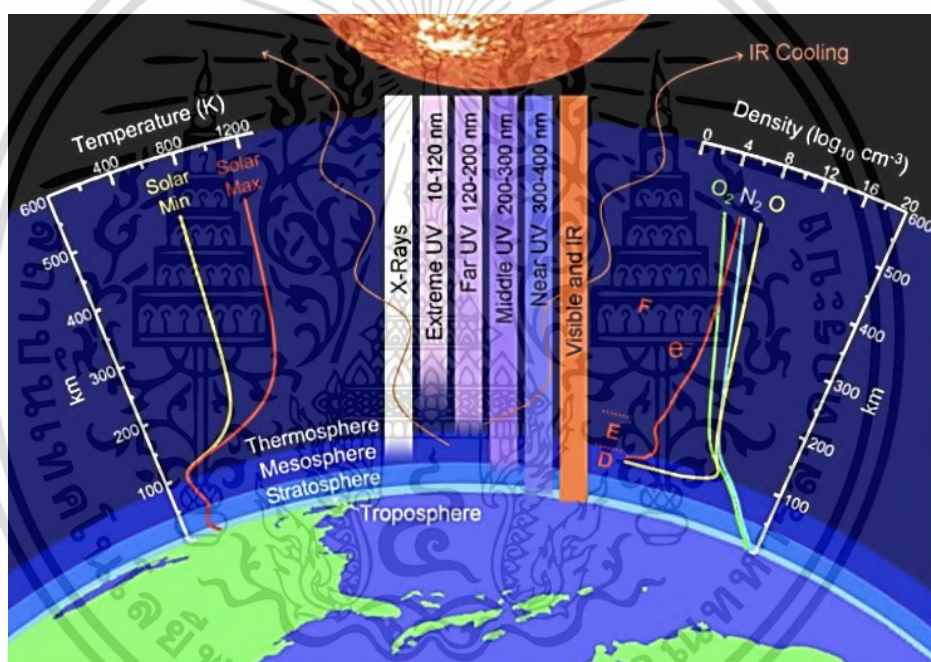


รูปที่ 2.1 แหล่งความร้อนที่เกิดขึ้นภายในตัวอาคาร [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 การแผ่รังสีจากดวงอาทิตย์ (solar radiation)

พลังงานจากดวงอาทิตย์ที่ถ่ายเทมายังโลกเป็นพลังงานที่มาในรูปการแผ่รังสีของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) โดยรังสีที่แผ่ออกมานี้จะมีช่วงความยาวคลื่น (wavelength) ในย่านต่าง ๆ ซึ่งจะทำให้เกิดพลังงานที่แตกต่างกัน เมื่อรังสีจากดวงอาทิตย์แผ่มายังโลกจะมีรังสีบางส่วนถูกดูดกลืนเอาไว้โดยชั้นบรรยากาศโลก ได้แก่ รังสีเอ็กซ์ (X-ray) รังสีแกมมา (gamma ray) และรังสีคอสมิก (cosmic ray) ส่วนรังสีที่สามารถทะลุผ่านชั้นบรรยากาศโลกเข้ามาสู่พื้นผิวโลก ได้แก่ รังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet; UV) รังสีที่ตามองเห็น (visible light; VIS) และรังสีอินฟราเรด (infrared; IR) ซึ่งรังสีเหล่านี้จะก่อให้เกิดความร้อนและการเสื่อมสภาพของวัตถุจากการแผ่รังสีของดวงอาทิตย์ (photodegradation) [10] การแผ่รังสีจากดวงอาทิตย์เข้ามาสู่พื้นผิวโลกแสดงดังรูปที่ 2.2

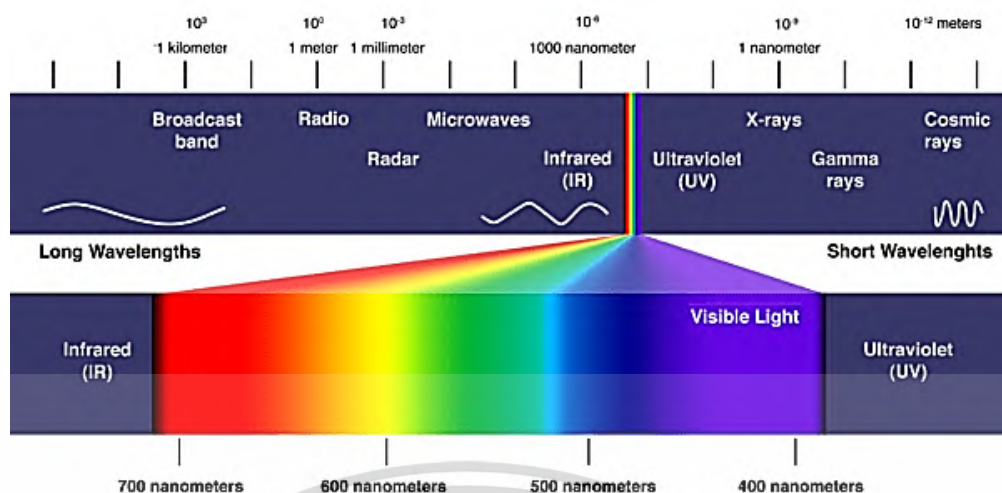


รูปที่ 2.2 การแผ่รังสีจากดวงอาทิตย์มายังพื้นผิวโลก [11]

2.1.3 ช่วงสเปกตรัมของรังสีจากแสงอาทิตย์

แสงอาทิตย์ที่ผ่านเข้ามาสู่พื้นผิวโลกได้จะประกอบด้วยสเปกตรัม (spectrum) ในช่วงความยาวคลื่นของรังสีอัลตราไวโอเล็ต รังสีที่ตามองเห็น และรังสีอินฟราเรด สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีช่วงความยาวคลื่นในย่านต่าง ๆ แสดงดังรูปที่ 2.3 โดยรังสีทั้ง 3 ชนิด ก่อให้เกิดผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์และวัตถุแตกต่างกันออกไป ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นในย่านต่าง ๆ [12]

1) รังสีอัลตราไวโอเล็ต

รังสีอัลตราไวโอเล็ตเป็นรังสีที่ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งในสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ มีช่วงความยาวคลื่น 300-400 นาโนเมตร รังสีอัลตราไวโอเล็ตมีผลกระทบโดยตรงต่อผิวหนังของมนุษย์ ซึ่งทำให้เซลล์เม็ดสีในผิวหนังเกิดการเปลี่ยนแปลง รวมถึงก่อให้เกิดโรคมะเร็งผิวหนังได้ [13] และเมื่อรังสีอัลตราไวโอเล็ตตกกระทบลงบนพื้นผิวของวัตถุใด ๆ จะไม่ก่อให้เกิดความร้อน แต่จะทำให้วัตถุนั้นเกิดการเสื่อมสลาย [5] โดยช่วงของรังสีอัลตราไวโอเล็ตคิดเป็นร้อยละ 5 ของพลังงานทั้งหมดจากแสงอาทิตย์ที่แผ่มาของโลก [14]

2) รังสีที่ตามองเห็น

รังสีที่ตามองเห็นเป็นรังสีที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ซึ่งเป็นรังสีที่อยู่ในสเปกตรัมของแสงอาทิตย์เช่นกัน มีช่วงความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร รังสีในช่วงนี้มีความสำคัญต่อมนุษย์เป็นอย่างมาก โดยรังสีที่ตามองเห็นจะมีทั้งความสว่างที่มนุษย์ต้องการและความร้อนที่มนุษย์ไม่ต้องการ อีกทั้งในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 400-500 นาโนเมตร ยังพบช่วงของแสงสีฟ้า (blue light) ซึ่งเป็นช่วงคลื่นที่อันตรายที่สุดต่อดวงตามนุษย์ [13] และเมื่อรังสีที่ตามองเห็นตกกระทบกับพื้นผิวของวัตถุใด ๆ จะเปลี่ยนพลังงานจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปเป็นพลังงานความร้อน ซึ่งพลังงานความร้อนดังกล่าวจะทำให้วัตถุนั้นมีอุณหภูมิสูงขึ้น [5] โดยช่วงของรังสีที่ตามองเห็นคิดเป็นร้อยละ 43 ของพลังงานทั้งหมดจากแสงอาทิตย์ที่แผ่มาของโลก [14]

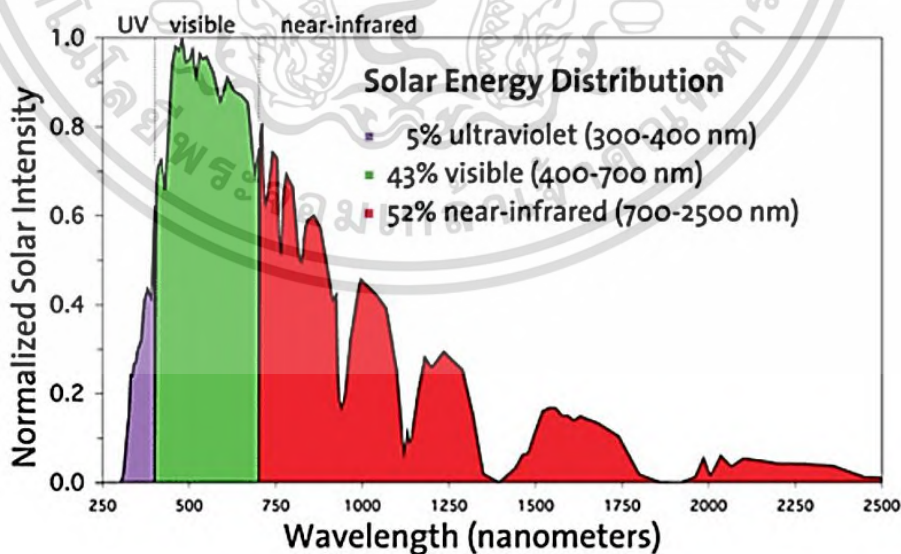
3) รังสีอินฟราเรด

รังสีอินฟราเรดเป็นรังสีที่ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าและอยู่ในสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ด้วยเช่นกัน มีช่วงความยาวคลื่น 700-10,000 นาโนเมตร (0.7-100 ไมโครเมตร) ซึ่งสามารถจำแนกตามความยาวคลื่นได้เป็น 3 ระดับ คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.1) รังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (near-infrared radiation; NIR) มีช่วงความยาวคลื่น 0.75-3 ไมโครเมตร และมีอุณหภูมิการให้ความร้อนอยู่ในช่วง 500-2,000 องศาเซลเซียส ซึ่งมีกำลังความร้อนต่อพื้นที่สูง ส่งผลให้ความร้อนสามารถผ่านเข้าสู่เนื้อวัตถุได้ลึกและรวดเร็ว
- 3.2) รังสีอินฟราเรดย่านกลาง (mid-infrared radiation; MIR) มีช่วงความยาวคลื่น 3-25 ไมโครเมตร และมีอุณหภูมิการให้ความร้อนอยู่ในช่วง 500-950 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถให้ความร้อนได้ปานกลางและผ่านเข้าสู่เนื้อวัตถุได้ลึกในระดับปานกลาง
- 3.3) รังสีอินฟราเรดย่านไกล (far-infrared radiation; FIR) มีช่วงความยาวคลื่น 25-100 ไมโครเมตร และมีอุณหภูมิการให้ความร้อนอยู่ในช่วง 300-700 องศาเซลเซียส ซึ่งมีกำลังความร้อนต่อหน่วยพื้นที่ต่ำ ส่งผลให้ความร้อนสามารถผ่านเข้าสู่เนื้อวัตถุในระดับที่ไม่ลึก [15]

จากช่วงความยาวคลื่นของรังสีอินฟราเรดในย่านต่าง ๆ ที่กล่าวมาข้างต้นจะสังเกตเห็นได้ว่า รังสีอินฟราเรดย่านใกล้เป็นรังสีที่ให้ความร้อนหรือคลื่นความร้อนสูงที่สุด ซึ่งส่งผลต่อการอยู่อาศัยของมนุษย์และวัตถุนั้นบนโลกมากที่สุด [13] เมื่อรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ตกกระทบกับพื้นผิวของวัตถุใด ๆ จะเปลี่ยนพลังงานจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปเป็นพลังงานความร้อน พลังงานความร้อนดังกล่าวจะทำให้วัตถุนั้นมีอุณหภูมิสูงขึ้นเป็นอย่างมาก [5] โดยช่วงของรังสีอินฟราเรดย่านใกล้คิดเป็นร้อยละ 52 ของพลังงานทั้งหมดจากแสงอาทิตย์ที่แผ่มาของโลก [14] อัตราส่วนร้อยละของรังสีชนิดต่าง ๆ จากแสงอาทิตย์แสดงดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 อัตราส่วนร้อยละของรังสีชนิดต่าง ๆ จากแสงอาทิตย์ [14]

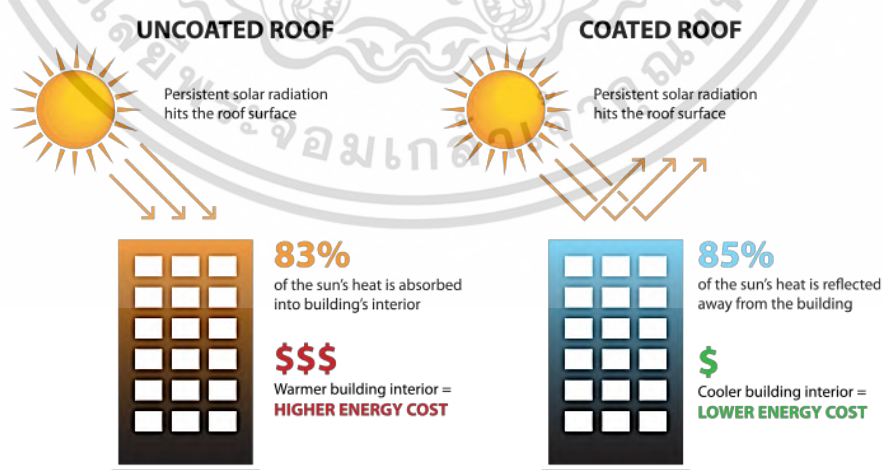
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.4 กลไกการถ่ายเทความร้อนผ่านหลังคาหรือผนังอาคาร

เมื่อพิจารณาส่วนประกอบของตัวอาคาร พบว่าส่วนที่ได้รับแสงอาทิตย์โดยตรงมากที่สุดมีอยู่ 2 ส่วนด้วยกัน คือ 1) หลังคา และ 2) ผนังอาคาร ซึ่งทั้งสองส่วนนี้จะเป็นส่วนที่ต้องปะทะกับแสงอาทิตย์ตลอดทั้งวัน ด้วยเหตุนี้หลังคาและผนังอาคารจะเกิดการดูดกลืนแสงแล้วแปรสภาพเป็นพลังงานความร้อน ส่งผลให้พื้นผิวภายนอกหลังคาและผนังอาคารมีอุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งทำให้เกิดผลต่างระหว่างอุณหภูมิของพื้นผิวภายนอกและภายในหลังคาและผนังอาคาร จึงก่อให้เกิดการถ่ายเทความร้อน (heat transfer) ในลักษณะการนำความร้อน (heat conduction) ขึ้นระหว่างพื้นผิวภายนอกและพื้นผิวภายในตัวอาคาร ส่งผลให้ตัวอาคารมีอุณหภูมิสูงขึ้น [5] ดังนั้นวัสดุที่เลือกใช้ทำหลังคาและผนังอาคารควรมีคุณสมบัติเชิงแสงที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้สูง เนื่องจากช่วงรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นความร้อนที่มีอัตราส่วนร้อยละสูงที่สุดในช่วงสเปกตรัมของแสงอาทิตย์ที่แผ่มาที่พื้นผิวโลก จึงส่งผลให้เกิดความร้อนขึ้นกับตัวอาคารได้มากที่สุด

2.1.5 การใช้สีฉนวนกันความร้อนเคลือบผิวด้านนอกตัวอาคาร

การใช้สีฉนวนป้องกันความร้อนเป็นแนวทางป้องกันความร้อนในลักษณะการสะท้อนรังสีความร้อนออกจากตัวอาคาร โดยการเคลือบหรือทาสีที่พื้นผิวภายนอกตัวอาคาร ซึ่งฉนวนประเภทนี้เมื่อได้รับแสงอาทิตย์จะสามารถสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ออกไปได้มากกว่าร้อยละ 85 และคงเหลือความร้อนไว้เพียงบางส่วน จึงทำให้พื้นผิวของหลังคาหรือผนังอาคารมีอุณหภูมิลดลง ส่งผลให้ปริมาณความร้อนที่ถ่ายเทจากพื้นผิวภายนอกตัวอาคารมายังพื้นผิวภายในตัวอาคารมีปริมาณลดน้อยลง [5] โดยแนวทางนี้เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูงที่สุดในการป้องกันความร้อนเข้าสู่ภายในตัวอาคาร เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและสะดวกที่สุด อีกทั้งยังช่วยประหยัดพลังงาน และลดค่าใช้จ่ายจากการใช้เครื่องปรับอากาศลงได้แสดงดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 เปรียบเทียบระหว่างหลังคาที่ทาสีสะท้อนความร้อน และไม่ทาสีสะท้อนความร้อน [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 คุณสมบัติของแสงและคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทั่วไป

คุณสมบัติของแสงโดยทั่วไปมีคุณสมบัติหลัก 4 ข้อ ได้แก่ 1) การเดินทางเป็นเส้นตรง (rectilinear propagation) 2) การสะท้อน (reflection) 3) การหักเห (refraction) และ 4) การกระจาย (dispersion) [17] ซึ่งคุณสมบัติของแสงทั้ง 4 ข้อมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.2.1 การเดินทางเป็นเส้นตรงของแสง

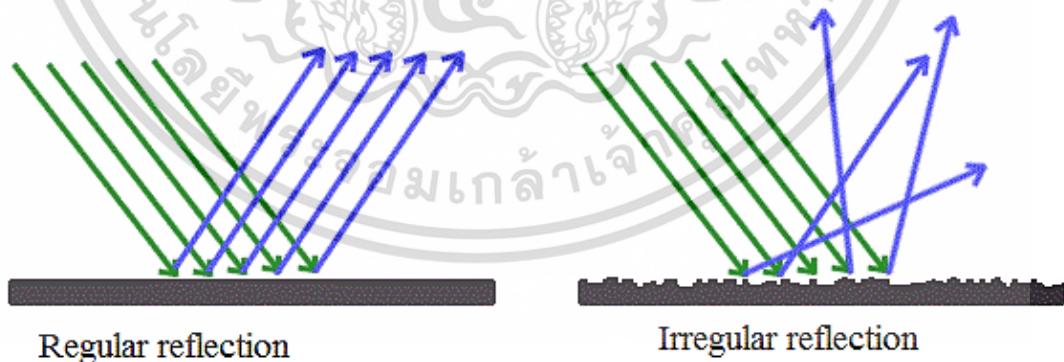
ในตัวกลางที่มีค่าดัชนีการหักเห (refractive index; n) แสงเท่ากันจะทำให้แสงเดินทางเป็นเส้นตรง โดยสามารถหา n ได้ดังสมการที่ 2.1 [17]

$$n = \frac{c}{v} \quad (2.1)$$

โดยที่ c (celeritas) คือ ความเร็วแสงในสุญญากาศ มีค่าประมาณ 3×10^8 m/s
 v (velocity) คือ ความเร็วแสงเมื่อผ่านตัวกลางนั้น ๆ

2.2.2 การสะท้อนแสง

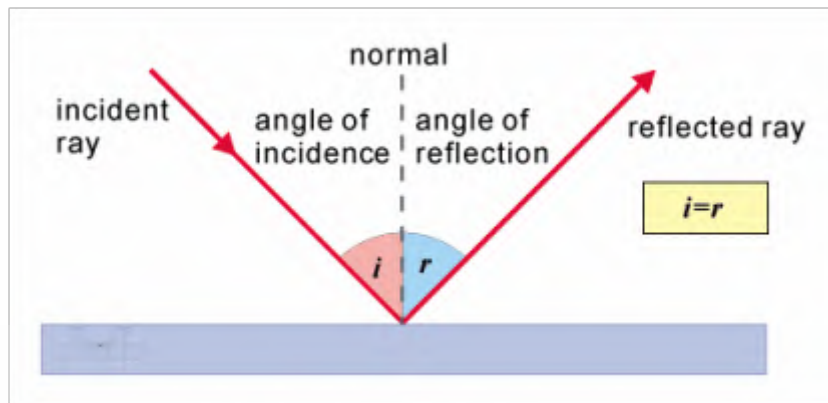
การสะท้อนแสงสามารถแบ่งได้เป็น 2 ลักษณะ ได้แก่ การสะท้อนแบบปกติ (regular reflection) และการสะท้อนแบบกระจาย (diffuse reflection) โดยการสะท้อนแบบปกติจะเกิดขึ้นเมื่อแสงตกกระทบบนวัตถุที่มีพื้นผิวเรียบและมันวาว แต่การสะท้อนแบบกระจายจะเกิดขึ้นเมื่อแสงตกกระทบบนวัตถุที่มีพื้นผิวขรุขระ [17] การสะท้อนแสงแบบปกติและแบบกระจายบนพื้นผิววัตถุแสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 การสะท้อนแสงบนพื้นผิววัตถุแบบปกติและแบบกระจาย [18]

อย่างไรก็ตามการสะท้อนแสงบนพื้นผิววัตถุไม่ว่าจะเกิดในลักษณะใดก็ตามจะต้องอยู่ภายใต้กฎการสะท้อนแสงที่กล่าวว่า “มุมตกกระทบ (θ_i) จะมีค่าเท่ากับมุมสะท้อน (θ_r) ณ จุดที่เกิดการสะท้อนนั้น” [19] ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.7

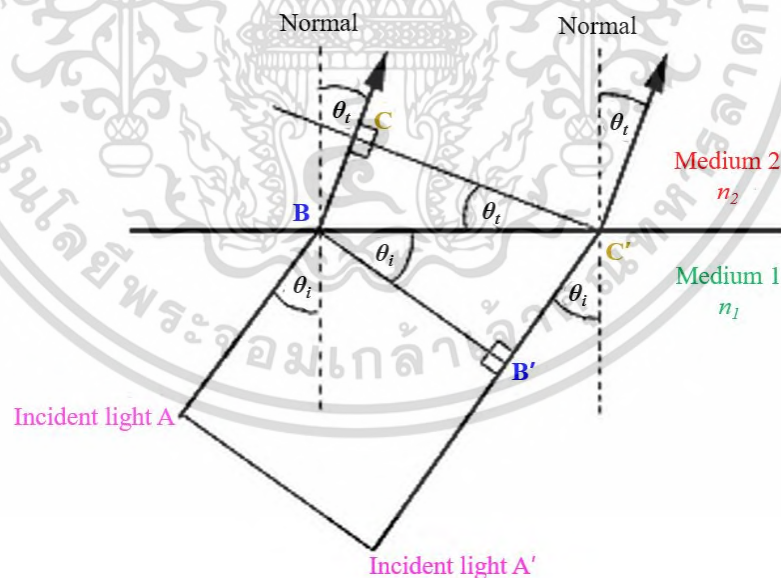
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 กฎการสะท้อนแสง [20]

2.2.3 การหักเหแสง

การหักเหแสงจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อแสงเดินทางผ่านตัวกลางที่มีค่าดัชนีการหักเหไม่เท่ากัน โดยแสงที่ตกกระทบจะต้องไม่ทำมุมฉากกับรอยต่อระหว่างตัวกลางทั้งสอง และมีมุมตกกระทบน้อยกว่ามุมวิกฤต (critical angle; θ_c) ซึ่งการหักเหแสงสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 กรณี ได้แก่ กรณีที่ 1 เมื่อ $n_1 < n_2$ แสงจะหักเหเข้าหาเส้นปกติ (normal) แสดงดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 การหักเหแสงกรณีที่ 1 เมื่อ $n_1 < n_2$ [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.8 สามารถสังเกตเห็นได้ว่าระยะเวลาที่แสงใช้ในการเดินทางของช่วง BC จะเท่ากับระยะเวลาที่แสงใช้ในการเดินทางของช่วง B'C' ซึ่งสามารถเขียนให้อยู่ในรูปสมการตามกฎของสเนล (Snell's law) ได้ดังนี้

$$\frac{BC}{B/n_2} = \frac{B'C'}{C/n_1} \quad (2.2)$$

$$\frac{BC}{B'C'} = \frac{n_1}{n_2} \quad (2.3)$$

เมื่อพิจารณาสามเหลี่ยม BCC' และ BB'C' จะได้ความสัมพันธ์ดังสมการต่อไปนี้

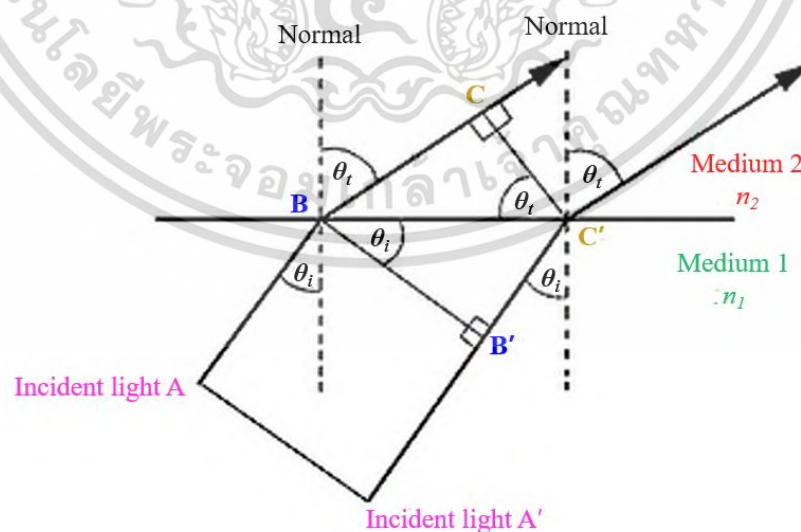
$$BC = BC' \sin \theta_t \quad (2.4)$$

$$B'C' = BC' \sin \theta_i \quad (2.5)$$

เมื่อนำสมการที่ 2.4 และ 2.5 ไปแทนค่าในสมการที่ 2.3 เกิดเป็นสมการของสเนลดังต่อไปนี้

$$n_1 \sin \theta_i = n_2 \sin \theta_t \quad (2.6)$$

กรณีที่ 2 เมื่อ $n_1 > n_2$ แสงจะหักเหออกจากเส้นปกติแสดงดังรูปที่ 2.9



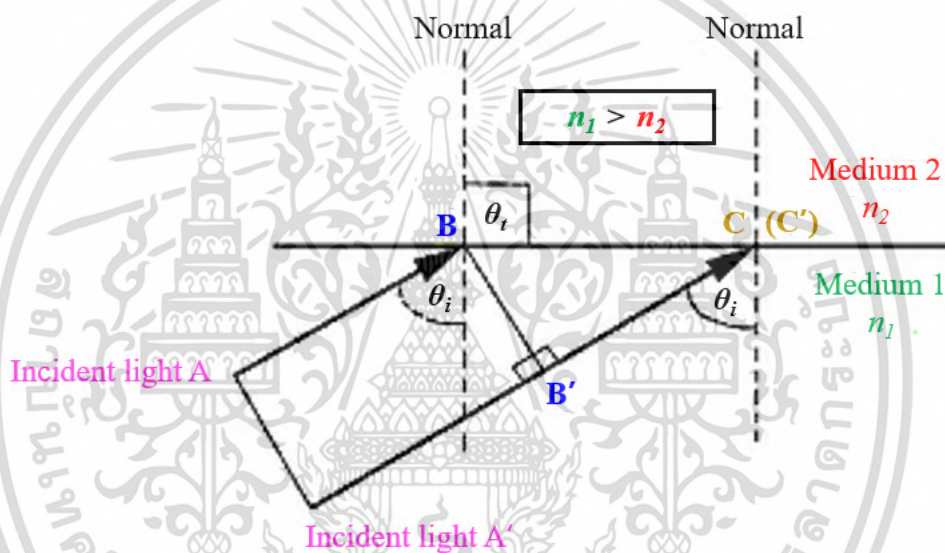
รูปที่ 2.9 การหักเหแสงกรณีที่ 2 เมื่อ $n_1 > n_2$ [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.9 สามารถสังเกตเห็นได้ว่าระยะทาง BC มีค่ามากกว่า B'C' เนื่องจากระยะทาง BC เป็นการเดินทางของแสงในตัวกลางที่มีค่าดัชนีการหักเหต่ำกว่า ดังนั้นในระยะเวลาที่เท่ากันแสงจึงสามารถเดินทางได้มากกว่า

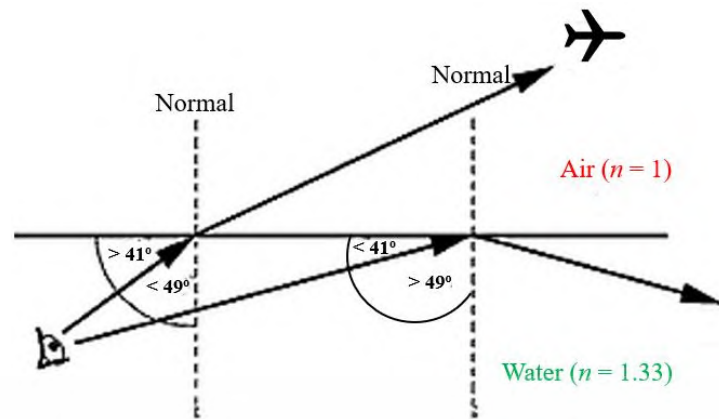
กรณีที่ 3 การสะท้อนกลับหมดของแสงแสดงดังรูปที่ 2.10 ซึ่งจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อค่าดัชนีการหักเหของตัวกลางที่ 1 มีค่ามากกว่าดัชนีการหักเหของตัวกลางที่ 2 ($n_1 > n_2$) และมีมุม $\theta_i \geq \theta_c$ ที่ส่งผลให้มุม θ_r มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 90° [17] โดยสามารถหาค่ามุม θ_c ได้จากสมการของสเนลแสดงดังสมการที่ 2.7

$$\theta_c = \sin^{-1}(n_2/n_1) \quad (2.7)$$



รูปที่ 2.10 การสะท้อนกลับหมดของแสง [17]

ตัวอย่างการสะท้อนกลับหมดของแสงแสดงดังรูปที่ 2.11 ซึ่งเป็นการมองเครื่องบินที่อยู่ในอากาศ ($n_2 = 1$) จากใต้น้ำ ($n_1 = 1.33$) โดยสามารถมองเห็นเครื่องบินจากใต้น้ำได้ก็ต่อเมื่อเกิดการมองทำมุมกับผิวน้ำน้อยกว่ามุมวิกฤต ซึ่งสามารถคำนวณหามุมวิกฤตได้ดังนี้

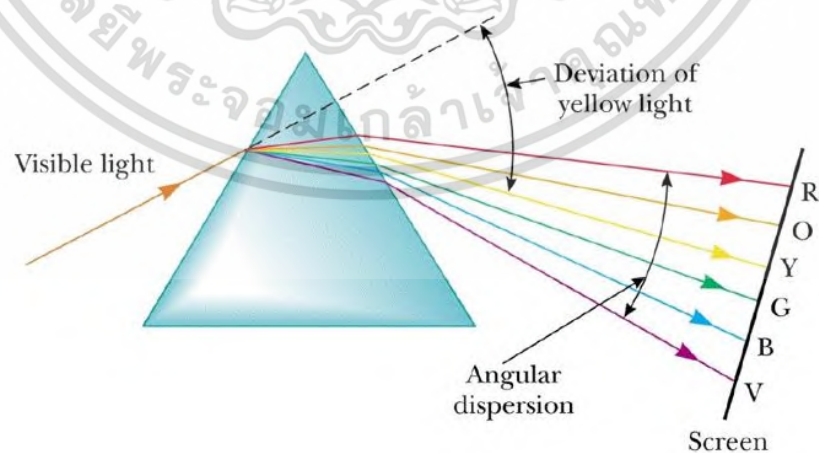


รูปที่ 2.11 ตัวอย่างการสะท้อนกลับหมดของแสง [17]

จากสมการที่ 2.7 เมื่อแทนค่า $n_2 = 1$ (อากาศ) และ $n_1 = 1.33$ (น้ำ) จะได้มุม θ_c เท่ากับ 48.75° หรือประมาณ 49° ดังนั้นหากมองทำมุมกับผิวน้ำน้อยกว่า 49° จะทำให้สามารถมองเห็นเครื่องบินได้ที่อยู่ในอากาศได้ แต่ถ้าหากมองทำมุมกับผิวน้ำมากกว่าหรือเท่ากับ 49° จะส่งผลเกิดการสะท้อนกลับหมดของแสงจึงไม่สามารถมองเห็นเครื่องบินได้

2.2.4 การกระจายแสง

จากการพิจารณาการเดินทางของแสงที่ผ่านๆ มาเป็นเพียงการสมมติให้แสงมีความยาวคลื่นค่าเดียว ซึ่งเรียกว่า "monochromatic" แต่โดยธรรมชาติของแสง พบว่าแสงประกอบด้วยความยาวคลื่นที่หลากหลายผสมกัน ซึ่งเรียกว่า "polychromatic" ดังนั้นเมื่อให้แสงที่ตามองเห็น (แสงขาว) เดินทางผ่านปริซึม พบว่าแสงที่ตามองเห็นจะสามารถแยกออกเป็นแสงสีต่าง ๆ หรือความยาวคลื่นต่าง ๆ ได้ถึง 6 ความยาวคลื่นแสดงดังรูปที่ 2.12

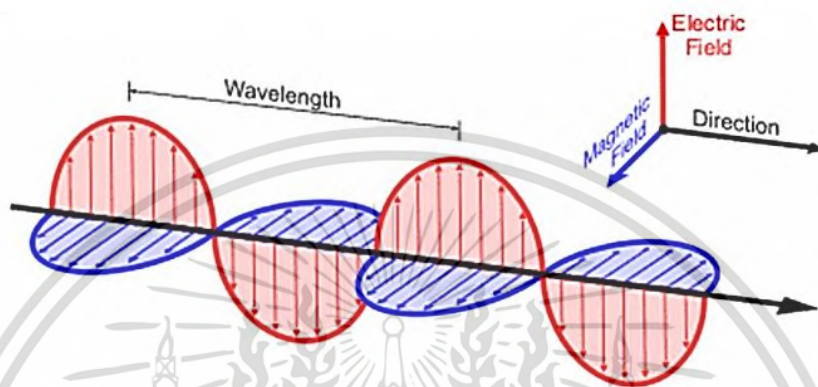


รูปที่ 2.12 การกระจายของแสงที่ตามองเห็น [21]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การกระจายของแสงจะตั้งอยู่บนพื้นฐานความจริงที่ว่า “แสงที่มีความยาวคลื่นต่างกันจะเดินทางด้วยความเร็วที่ต่างกันในตัวกลางเดียวกัน ยกเว้นอากาศ” [17]

นอกจากคุณสมบัติของแสงทั้ง 4 ข้อที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว แสงยังถือว่าเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่มีลักษณะเป็นคลื่นตามขวาง (transverse wave) โดยลักษณะการเดินทางของแสงแสดงรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 การเดินทางของคลื่นแสง [22]

โดยคุณสมบัติของแสงที่แสดงพฤติกรรมแบบคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าสามารถแบ่งพฤติกรรมแสงได้เป็น 3 ข้อ ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1) การทะลุผ่าน (transmission)

การทะลุผ่าน หมายถึง การที่แสงพุ่งชนตัวกลางแล้วทะลุผ่านออกไปอีกด้านหนึ่งโดยที่ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงความถี่ ซึ่งวัตถุที่มีคุณสมบัติการทะลุผ่าน ได้แก่ กระจก ผลึกคริสตัล พลาสติกใส น้ำ และของเหลวต่าง ๆ เป็นต้น

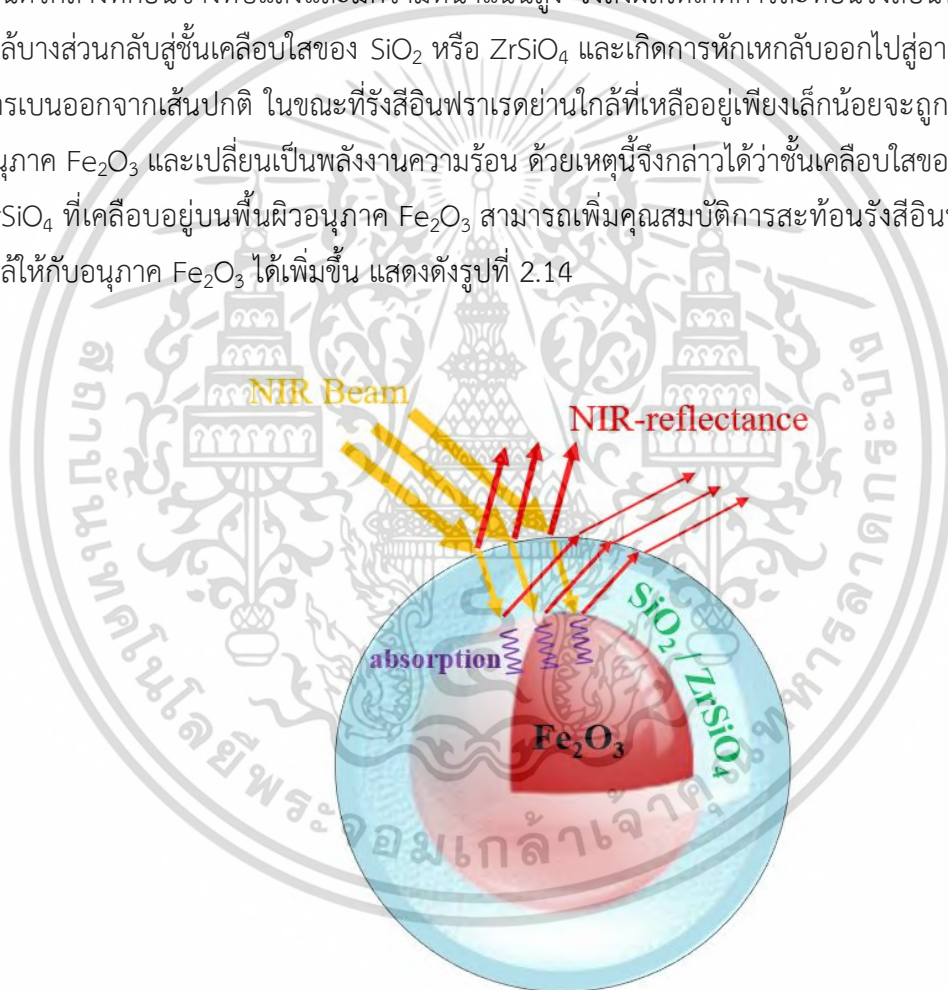
2) การดูดกลืน (absorption)

การดูดกลืน หมายถึง การที่แสงถูกดูดกลืนและหายเข้าไปในตัวกลาง โดยทั่วไปเมื่อมีพลังงานแสงถูกดูดกลืนและหายเข้าไปในวัตถุใด ๆ พลังงานนั้นจะถูกเปลี่ยนไปเป็นพลังงานในรูปอื่น ๆ เช่น พลังงานความร้อน หรือพลังงานไฟฟ้า

3) การแทรกสอด (interference)

การแทรกสอด หมายถึง การที่แนวแสงจำนวน 2 เส้นรวมตัวกันในทิศทางเดียวกัน หรือหักล้างกัน หากเป็นการรวมกันของแสงที่มีทิศทางเดียวกันจะทำให้แสงมีความสว่างเพิ่มขึ้น แต่ถ้าหากมีทิศทางตรงข้ามกันแสงเกิดหักล้างกันและส่งผลให้แสงมีสว่างลดลง

จากทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับคุณสมบัติของแสงทั้งหมดที่กล่าวมาข้างต้นทำให้สามารถจำลองกลไกการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้บนพื้นผิวอนุภาคผงสีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนได้ เนื่องจากรังสีอินฟราเรดย่านใกล้มีคุณสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเช่นเดียวกับแสง โดยรังสีอินฟราเรดย่านใกล้เมื่อเดินทางผ่านตัวกลางที่เป็นอากาศ ($n = 1$) มาตกกระทบกับชั้นเปลือกที่มีความใสของ SiO_2 ($n = 1.46$) [23] หรือ ZrSiO_4 ($n = 1.92$) [24] ส่งผลให้เกิดการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้บางส่วนกลับสู่อากาศ ส่วนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ที่เหลือจะสามารถทะลุผ่านเข้าสู่ชั้นเคลือบใสของ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 โดยเกิดการหักเหของรังสีอินฟราเรดย่านใกล้เบนเข้าหาเส้นปกติและเดินทางต่อในลักษณะเป็นเส้นตรงจนไปตกกระทบกับอนุภาค Fe_2O_3 ($n = 2.42$) [25] ที่เป็นแกนสี ซึ่งเป็นตัวกลางที่ค่อนข้างทึบแสงและมีความหนาแน่นสูง จึงส่งผลให้เกิดการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้บางส่วนกลับสู่ชั้นเคลือบใสของ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 และเกิดการหักเหกลับออกไปสู่อากาศโดยเกิดการเบนออกจากเส้นปกติ ในขณะที่รังสีอินฟราเรดย่านใกล้ที่เหลืออยู่เพียงเล็กน้อยจะถูกดูดกลืนโดยอนุภาค Fe_2O_3 และเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวได้ว่าชั้นเคลือบใสของ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 สามารถเพิ่มคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ให้กับอนุภาค Fe_2O_3 ได้เพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 กลไกการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของผงสีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 ผงสีอนินทรีย์ (Inorganic pigment)

2.3.1 ที่มาผงสีอนินทรีย์

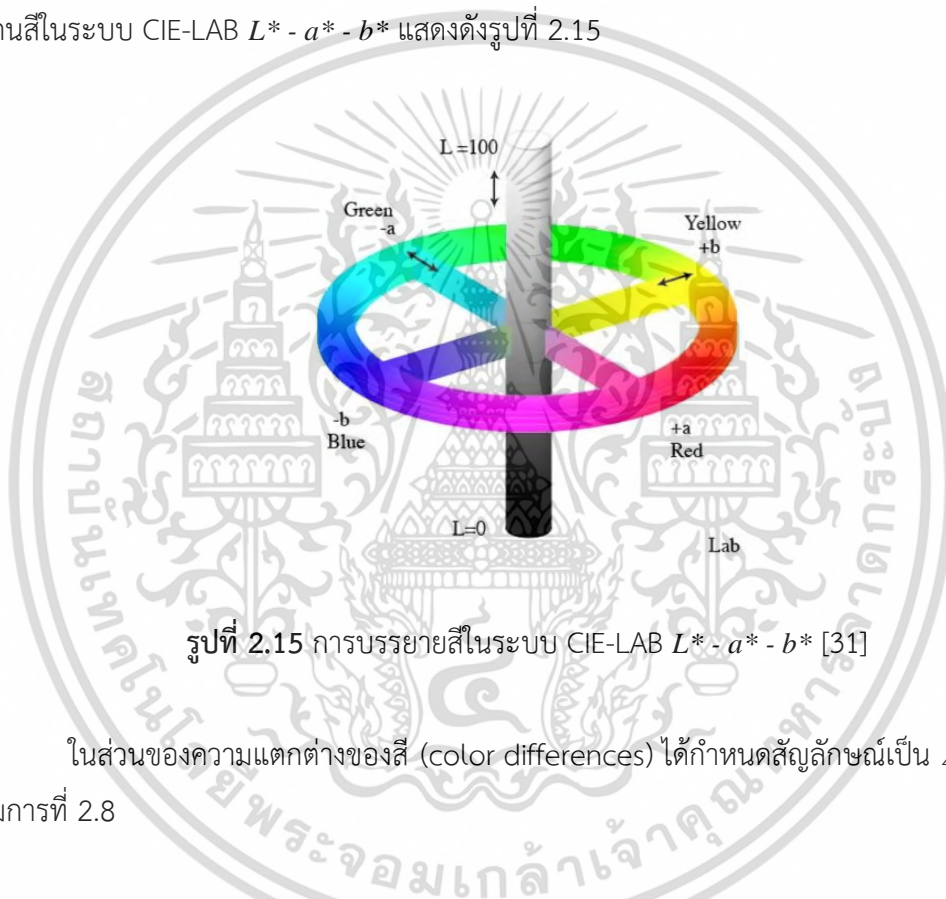
สีอนินทรีย์เป็นสีที่เกิดจากสารประกอบจำพวกออกไซด์ และโลหะซัลไฟด์ อาจได้จากการสังเคราะห์ขึ้นหรือเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ โดยสีอนินทรีย์มีคุณสมบัติต่าง ๆ ได้แก่ ไม่ละลายในตัวทำละลาย มีความทึบแสงค่อนข้างมาก สีไม่สดใส แต่มีความทนทานต่อความร้อน สารเคมี และสามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ ถึงแม้ผงสีอนินทรีย์จะมีราคาแพงกว่าผงสีอินทรีย์ (organic pigment) แต่มีอายุการใช้งานที่ยาวนานมากกว่า จึงเหมาะสมสำหรับการใช้งานภายนอก ตัวอย่างของผงสีอนินทรีย์ที่นิยมใช้ ได้แก่ สีขาว ซึ่งได้จากสารประกอบของไทเทเนียม (Ti) สีน้ำเงินและสีเขียว ซึ่งได้จากแร่ลาซูไรท์ (lazurite) สีเหลือง สีเหลืองอมเขียว และสีส้ม ซึ่งได้จากสารประกอบของตะกั่ว (Pb) ส่วนสีแดง สด สีเหลืองสด สีแสด และสีม่วง ซึ่งได้จากสารประกอบของแคดเมียม (Cd) สำหรับผงสีอนินทรีย์ที่มีสารประกอบของตะกั่วและแคดเมียมที่ถูกจัดเป็นธาตุโลหะหนักมีพิษสูงส่งผลเสียต่อร่างกายมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ดังนั้นจึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ทำภาชนะบรรจุอาหารหรือใช้ทำของเล่นเด็ก [26]

2.3.2 ผงสีแดงอนินทรีย์ในอุตสาหกรรม

ผงสีอนินทรีย์ที่ให้สีแดงและมีความสดส่วนมากมักมีองค์ประกอบของธาตุโลหะหนัก (heavy metal) ได้แก่ แคดเมียมเซเลไนด์ (CdSe) เมอร์คิวไรด์ (HgS) และเลดออกไซด์ (Pb₃O₄) ซึ่งถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น สีอานาเมล เซรามิกส์ ยาง แก้ว ผ้า เส้นใย หนัง หมึกพิมพ์ และพลาสติก เป็นต้น [27] แต่เนื่องด้วยความเป็นพิษจากธาตุโลหะหนักที่ส่งผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์และสิ่งแวดล้อมประกอบกับแนวโน้มการพัฒนาอุตสาหกรรมที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (green industry) [28] ส่งผลให้ในหลาย ๆ อุตสาหกรรมยกเลิกการใช้สารเคมีที่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและหันมาใช้ผงสีแดงอนินทรีย์จากเหล็กออกไซด์ (Fe₂O₃) ที่มีความเป็นพิษต่ำกันมากขึ้น แต่สีแดงที่ได้จาก Fe₂O₃ จะมีความทึบและไม่สดใสเท่ากับสีแดงที่ได้จากสารประกอบโลหะหนักดังที่กล่าวมา ดังนั้นจึงได้มีการปรับปรุงและพัฒนาสีแดงเพื่อให้ได้สีที่ตรงตามความต้องการมากขึ้น โดยตัวอย่างของอุตสาหกรรมการผลิตผงสีแดงอนินทรีย์อาจทำได้จากการใช้วัตถุดิบเริ่มต้น คือ ผง Fe₂O₃ และเติมเซอร์โคเนียมซิลิเกต (ZrSiO₄) หรือที่เรียกว่าเซอร์คอน (zircon) ลงไปเล็กน้อยเพื่อปรับปรุงสีแดง และนำไปเผาในบรรยากาศแบบออกซิเดชัน (oxidation) ซึ่งจะช่วยให้ผงสีมีความเสถียรยิ่งขึ้น โดยผงสีแดงอนินทรีย์จาก Fe₂O₃ จะใช้ได้กับสารเคลือบใสของ ZrSiO₄ และถ้าหากในสารเคลือบใสมีองค์ประกอบของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) อยู่ในอัตราส่วนที่สูงจะสามารถปรับปรุงสีให้มีความสดและแสดงสีแดงเพิ่มขึ้นได้ [29] ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้ผง Fe₂O₃ ทางการค้ามาเป็นวัตถุดิบเริ่มต้นสำหรับการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน เนื่องจากผง Fe₂O₃ ทางการค้าเป็นสารที่ให้สีแดง มีความเป็นพิษต่ำ สามารถหาซื้อได้ง่าย และมีราคาถูก จึงเหมาะสมที่จะนำมาพัฒนาคุณภาพของสีแดง ความเสถียรทางความร้อน และคุณสมบัติทางแสงต่อไป

2.4 การวัดค่าพิกัดสี (Color measuring)

เพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการตรวจวัดสีด้วยสายตา และแหล่งกำเนิดแสง ได้มีองค์กรที่กำหนดหน่วยการวัดสีให้เป็นมาตรฐาน ซึ่งหนึ่งในองค์กรที่กำหนดมาตรฐานการวัดสีและเป็นที่ยอมรับคือ Commission International de l'Eclairage (CIE) หรือมีชื่อภาษาอังกฤษว่า International Commission on Illumination โดยได้คิดค้นระบบการวัดสีแบบ CIE-LAB $L^* - a^* - b^*$ ซึ่งได้กำหนดสัญลักษณ์เป็น $L^* - a^* - b^*$ โดยที่แกน L^* บ่งบอกถึงความสว่าง (lightness) มีค่าตั้งแต่ 0-100 โดย 0 คือ สีดำ และ 100 คือ สีขาว ในขณะที่แกน a^* บรรยายแกนสีจากสีเขียว ($-a^*$) จนถึงสีแดง ($+a^*$) และแกน b^* บรรยายแกนสีจากสีน้ำเงิน ($-b^*$) จนถึงสีเหลือง ($+b^*$) [30] การบรรยายแกนสีในระบบ CIE-LAB $L^* - a^* - b^*$ แสดงดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 การบรรยายสีในระบบ CIE-LAB $L^* - a^* - b^*$ [31]

ในส่วนของความแตกต่างของสี (color differences) ได้กำหนดสัญลักษณ์เป็น ΔE แสดงดังสมการที่ 2.8

$$\Delta E = \sqrt{(L_1^* - L_2^*)^2 + (a_1^* - a_2^*)^2 + (b_1^* - b_2^*)^2} \quad (2.8)$$

โดยที่ หมายเลข 1 คือ ตัวอย่างสีทดสอบที่ 1

หมายเลข 2 คือ ตัวอย่างสีทดสอบที่ 2

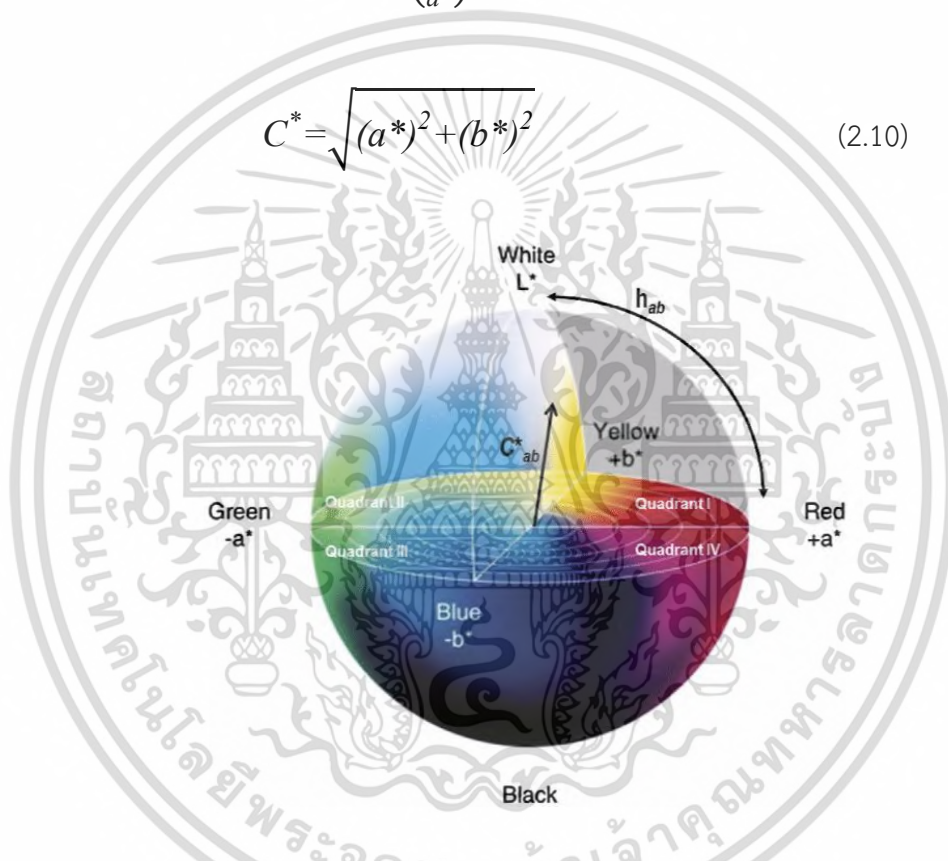
ถ้าหากค่า ΔE ที่คำนวณออกมาได้มีค่ามากแสดงว่าเฉดสีระหว่างตัวอย่างสีทดสอบที่ 1 กับตัวอย่างสีทดสอบที่ 2 มีความแตกต่างกันมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากการวัดค่าพิกัดสีด้วยพารามิเตอร์ L^* , a^* และ b^* แล้ว ระบบ CIE-LAB ยังสามารถเชื่อมต่อกันระหว่างพารามิเตอร์ a^* และ b^* เข้าด้วยกันโดยกำหนดพารามิเตอร์เพิ่มขึ้นไปอีกสองตัว ได้แก่ ความอิ่มตัวของสี (hue) จะกำหนดสัญลักษณ์เป็น h° ซึ่งมีหน่วยเป็นองศา และความเข้มสี (chroma) จะกำหนดสัญลักษณ์เป็น C^* โดยทั้งค่า h° และ C^* จะมีความสอดคล้องกับค่า a^* และ b^* แสดงดังสมการที่ 2.9 และ 2.10 ตามลำดับ [32] โดยการบรรยายสีในระบบ CIE-LAB ที่มีการเชื่อมระหว่างค่า a^* และ b^* เข้ากับค่า h° และ C^* แสดงดังรูปที่ 2.16

$$h^\circ = \tan^{-1} \left(\frac{b^*}{a^*} \right) \quad (2.9)$$

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (2.10)$$



รูปที่ 2.16 การบรรยายสีในระบบ CIE-LAB ในรูปสามมิติที่มีการเชื่อมต่อกันระหว่างค่า a^* และค่า b^* เข้ากับค่า h° และค่า C^* [33]

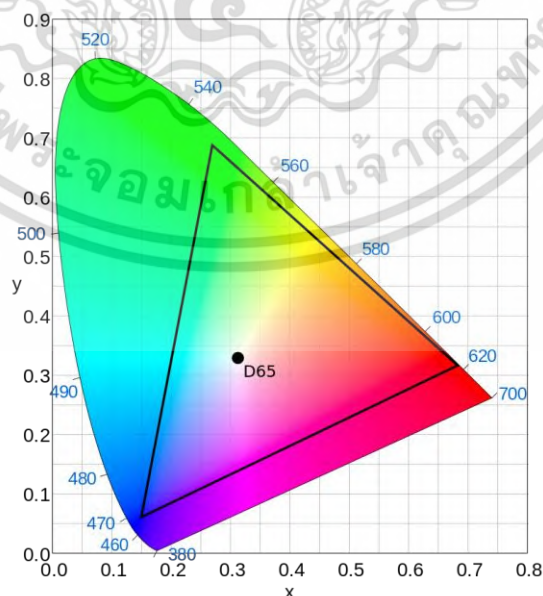
สำหรับแหล่งกำเนิดแสงในเครื่องวัดพิกัดสีถือเป็นตัวแปรสำคัญในการตรวจวัดค่าสีและการมองเห็นสี ดังนั้นจึงมีการจัดจำแนกแสงจากแหล่งประดิษฐ์ (illuminant) ได้ดังนี้

- 1) Illuminant A มีการกระจายของพลังงานใกล้เคียงกับหลอดไส้ทั้งสแตน (incandescent lamp) ซึ่งมีอุณหภูมิสี (color temperature) อยู่ในช่วง 2,848-2,856 เคลวิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) Illuminant B เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ได้จากหลอดไฟแบบ Illuminant A ที่ผ่านตัวกรองแสงแล้วให้แสงที่มีอุณหภูมิสี 4,900 เคลวิน
- 3) Illuminant C เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ได้จากหลอดไฟแบบ Illuminant A ที่ผ่านตัวกรองแสงแล้วให้แสงที่มีอุณหภูมิสี 6,700 เคลวิน
- 4) Illuminant D เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้แทนแสงแดดตอนกลางวัน (noon daylight) ซึ่งมีอุณหภูมิสีที่แตกต่างกันได้แก่ 1). D50 เป็นแสงแดดช่วงดวงอาทิตย์ขึ้นหรือตกที่มีอุณหภูมิ 5,000 เคลวิน 2). D55 เป็นแสงของดวงอาทิตย์ช่วงสายหรือบ่ายที่มีอุณหภูมิ 5,500 เคลวิน 3). D65 เป็นแสงแดดตอนกลางวันที่มีอุณหภูมิ 6,500 เคลวิน และ 4). D75 เป็นแสงแดดตอนเมฆครึ้มที่มีอุณหภูมิ 7,500 เคลวิน [34]
- 5) Illuminant E เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ได้จากแหล่งพลังงาน
- 6) Illuminant F เป็นแหล่งกำเนิดแสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ (fluorescent tube)
- 7) Illuminant L เป็นแหล่งกำเนิดแสงจากหลอด LED (light emitting diode tube) [35]

ซึ่งการวัดค่าพิกัดสีโดยทั่วไปจะนิยมเลือกใช้แหล่งกำเนิดแสง Illuminant D ชนิด D65 มาเป็นมาตรฐานในการตรวจวัดค่าพิกัดสีมากที่สุด เนื่องจากตำแหน่งของสีที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง D65 จะอยู่ในจุดกึ่งกลางของแผนภาพ CIE แสดงดังรูปที่ 2.17 ซึ่งเป็นบริเวณของสีขาวบริสุทธิ์ที่ไม่เจือปนสีใด ๆ โดยมีอัตราส่วนของสีแดง สีเขียว และสีน้ำเงินเท่ากัน [36]



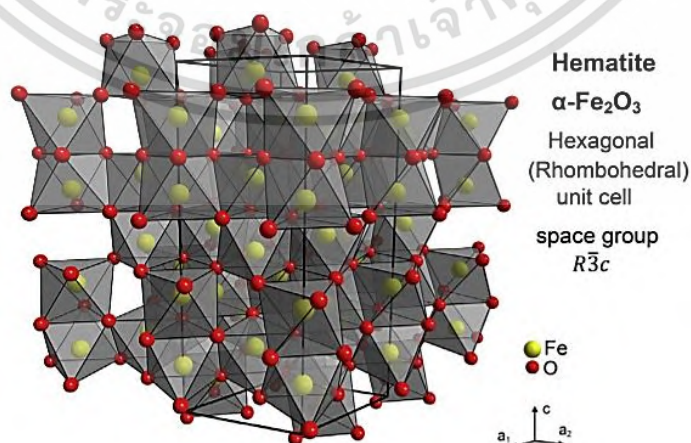
เอกสารนี้เป็นเอกสาร **รูปที่ 2.17** แผนภาพ CIE แสดงตำแหน่งของสีที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง D65 [37] ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนจากผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลเพื่อให้ได้มาซึ่งผงสีแดงอนินทรีย์เปลือกออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$) ผงสีแดงอนินทรีย์เปลือกออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$) และผงสีแดงอนินทรีย์เปลือกออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$) โดยในหัวข้อต่อไปนี้จะกล่าวถึงโครงสร้างผลึก และคุณสมบัติต่าง ๆ ของสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

2.5.1 แอลฟา-เหล็กออกไซด์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

แอลฟา-เหล็กออกไซด์ หรือที่เรียกว่า เหล็ก(III) ออกไซด์ เพอริกออกไซด์ หรือแรฮีมาไทต์ (hematite) เป็นสารประกอบของเหล็ก (Fe) และออกซิเจน (O) มีระบบผลึก (crystal system) แบบ ромโบฮีดรัล (rhombohedral) หรือโทรโกนอน (trigonal) ที่ประกอบขึ้นเป็นเฮกซะโกนอน (hexagonal) โดยเฟอร์ริก (ferric; Fe^{3+}) ซึ่งมีประจุบวกจะจัดเรียงตัวอยู่ในตำแหน่งช่องว่างทรงเหลี่ยมแปดหน้า (octahedral hole) ของออกซิเจน (O^{2-}) ซึ่งมีประจุลบ ส่วนออกซิเจนแอนไอออนจะจัดเรียงตัวอยู่ในตำแหน่งช่องว่างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral hole) ของเฟอร์ริก โดยมีการเชื่อมต่อกันของอะตอมออกซิเจนที่ขอบ (edge) และหน้า (face) ของทรงเหลี่ยมแปดหน้าจนเต็มหน่วยเซลล์ (unit cell) ซึ่งในหนึ่งหน่วยเซลล์แบบ ромโบฮีดรัลจะมีแอลฟา-เหล็กออกไซด์อยู่ 6 โมเลกุล แอลฟา-เหล็กออกไซด์มีคุณสมบัติทั่วไป เช่น เป็นของแข็งสีแดงน้ำตาล (red-brown solid) ไม่ละลายน้ำ มีความเป็นพิษต่ำ มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 1,539 องศาเซลเซียส มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 159.687 กรัมต่อโมล และมีความเป็นแม่เหล็กสูง แอลฟา-เหล็กออกไซด์ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมด้านต่าง ๆ มากมาย อาทิเช่น ใช้ทำสื่อบันทึกข้อมูลแม่เหล็ก (magnetic recording) ผงสี (pigment) และใช้ทางด้านการแพทย์ เป็นต้น [38] โครงสร้างผลึกแอลฟา-เหล็กออกไซด์แสดงดังรูปที่ 2.18



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับรูปที่ 2.18 โครงสร้างผลึกของแอลฟา-เหล็กออกไซด์ [39] ข้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2 ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂)

ซิลิกอนไดออกไซด์หรือที่เรียกว่าซิลิกา (silica) เป็นสารประกอบของซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) โดยซิลิกอนจะอยู่ในช่องว่างทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral hole) ของออกซิเจนที่มีโครงสร้างหลักต่อกันเป็นโครงข่ายสามมิติแบบไม่รู้จักและมีซิลิกอนเป็นอะตอมกลางที่ถูกล้อมรอบด้วย 4 อะตอมของออกซิเจน เรียกว่า ซิลิเกต (silicate; SiO₄⁴⁻) การจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรอลของซิลิกาแสดงดังรูปที่ 2.19 ซึ่งซิลิกาจะมีทั้งแบบที่เป็นผลึกและไม่เป็นผลึก มีความใสไม่มีสี มีมวลโมเลกุล 60.1 กรัมต่อโมล มีจุดเดือดเท่ากับ 2,200 องศาเซลเซียส มีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 1,713 องศาเซลเซียส ไม่ละลายน้ำหรือละลายได้น้อย และไม่ลุกติดไฟ ซิลิกาถูกนำมาใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ มากมาย อาทิเช่น ใช้เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง เพิ่มความหนาแน่น เพิ่มความหนืด และใช้เป็นสารเติมแต่งในพอลิเมอร์ เป็นต้น [40] ซิลิกามีคุณสมบัติทางเคมี ได้แก่ มีความเสถียรที่อุณหภูมิห้องสามารถเปลี่ยนแปลงรูปแบบโครงสร้างไปมาได้ และไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคมีหลายชนิด ยกเว้นกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับซิลิกาจนเกิดเป็นกรดฟลูออโรซิลิก (H₂SiF₆) [41] สำหรับซิลิกาที่เป็นอสัณฐาน (amorphous silica) จะมีความว่องไวต่อปฏิกิริยามากกว่าซิลิกาที่เป็นผลึก (crystalline silica) เนื่องจากซิลิกาอสัณฐานมีพื้นที่ผิว (surface area) ที่สูงกว่าในการเกิดปฏิกิริยา รายละเอียดของซิลิกาผลึกและซิลิกาอสัณฐานมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1) ซิลิกาผลึก (crystalline silica)

เป็นซิลิกาที่พบในรูปสินแร่ มีการจัดเรียงอะตอมในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบและต่อเนื่อง มีรูปร่างเป็นระบบผลึกที่แน่นอนภายใต้ความดันปกติ ซิลิกาผลึกมี 3 รูปแบบ ได้แก่

- 1.1) ควอร์ตซ์ (quartz) ซึ่งเป็นรูปแบบที่พบมากที่สุด มีความเสถียรที่อุณหภูมิน้อยกว่า 870 องศาเซลเซียส
- 1.2) ไทรดิมิท (tridymite) มีความเสถียรที่อุณหภูมิ 870-1,470 องศาเซลเซียส
- 1.3) คริสโตบาไลต์ (cristobalite) มีความเสถียรที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียส และหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1,713 องศาเซลเซียส

โดยผลึกทั้ง 3 รูปแบบของซิลิกาสามารถเปลี่ยนรูปแบบไปมาระหว่างกันได้เมื่อได้รับอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งการเปลี่ยนแปลง (inversion) มี 2 รูปแบบ คือ รูปแบบที่หนึ่งจะมีการจัดเรียงอะตอมภายในโครงสร้างใหม่ และรูปแบบที่สองจะเป็นการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว โดยพันธะจะมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย แต่สามารถกลับคืนสภาพเดิมได้เร็ว ซึ่งแอลฟา-ควอร์ตซ์ (α -quartz) ที่อุณหภูมิ 573 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนเป็นเบต้า-ควอร์ตซ์ (β -quartz) ได้อย่างรวดเร็ว ส่วนควอร์ตซ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส จะสามารถเปลี่ยนเป็นคริสโตบาไลต์ได้ แต่หากมีสิ่งเจือปน (impurity) สูงจะเปลี่ยนเป็นแอลฟา-ไทรดิมิท (α -tridymite) ที่อุณหภูมิ 870 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงเปลี่ยนเป็นแอลฟา-คริสโตบาไลต์ (α -cristobalite) ที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียส และหากได้รับอุณหภูมิสูงถึง 1,713 องศาเซลเซียส ซิลิกาจะเกิดการหลอมเหลว โดย

ระหว่างการทำให้น้ำเย็นตัวลง พบว่าไทรดิมิทและคริสโตบาไลต์จะไม่สามารถเปลี่ยนมาเป็นซิลิกาอสัณฐานได้ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและองค์ประกอบของซิลิกา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ใช้งานได้พิมพ์เอกสารนี้เป็นการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ควอร์ตซ์ได้ตามเงื่อนไขปกติ แต่จะเปลี่ยนมาเป็นแกมมา-ไตรดิมิท (γ-tridymite) และเปลี่ยนมาเป็นเบตา-คริสโตบาไลท์ (β-cristobalite) อย่างรวดเร็ว [41]

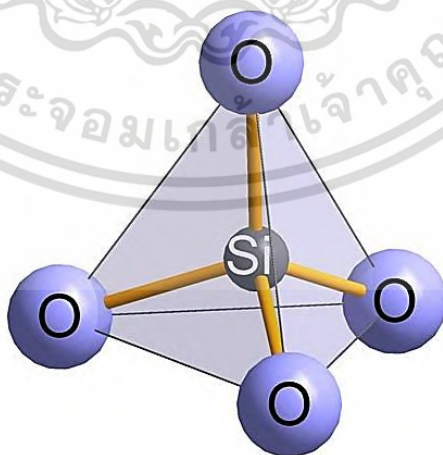
2) ซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica)

ซิลิกาอสัณฐานเป็นซิลิกาที่ได้จากสิ่งมีชีวิต (biogenic silica) หรือสามารถสังเคราะห์ขึ้นมาได้ มีลักษณะเป็นของแข็ง มีรูปร่างไม่แน่นอน ไม่เป็นผลึก มีการจัดเรียงอะตอมภายในโครงสร้างอย่างไม่เป็นระเบียบ อาจอยู่ในรูปของไฮเดรต (hydrate) หรือแอนไฮเดรต (anhydrate) มีพันธะหลากหลายรูปแบบ เช่น ซิลอกเซน (siloxane; -Si-O-Si-) ซิลานอล (silanol; -Si-O-H) ซิเลน (silane; -Si-H) และออร์แกนิกซิลิกอน (organic silicon; -Si-O-R หรือ -Si-C-R) โดยการสังเคราะห์ซิลิกาอสัณฐานสามารถสังเคราะห์ได้โดยการให้ความร้อนจนกลายเป็นไอ (vaporization) การตกตะกอนสารละลาย (precipitation) และกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) ซึ่งสามารถแบ่งเป็น 3 ประเภท ตามลักษณะผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ดังนี้

2.1) วิเทรียสซิลิกา (vitreous silica) หรือซิลิกาแก้ว (silica glass) ซึ่งเป็นของแข็ง ไม่มีรูพรุน ผลิตได้จากการหลอมเหลวซิลิกาอสัณฐานแล้วปล่อยให้เย็นตัว

2.2) ซิลิกาเจล (silica gel) มีลักษณะแข็ง มีรูพรุนสูง มีโครงสร้างรูพรุนแบบเปิด และมีพื้นที่ผิวสูง

2.3) ซิลิกาผง (silica powder) ซึ่งเป็นซิลิกาที่เตรียมได้จากสภาวะกลายเป็นไอ การตกตะกอน หรือกระบวนการโซล-เจลของสารละลายที่มีลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคสูง เมื่อตกตะกอนจะได้ซิลิกาที่มีขนาดเล็กมาก และมีพื้นที่ผิวสูง [41]

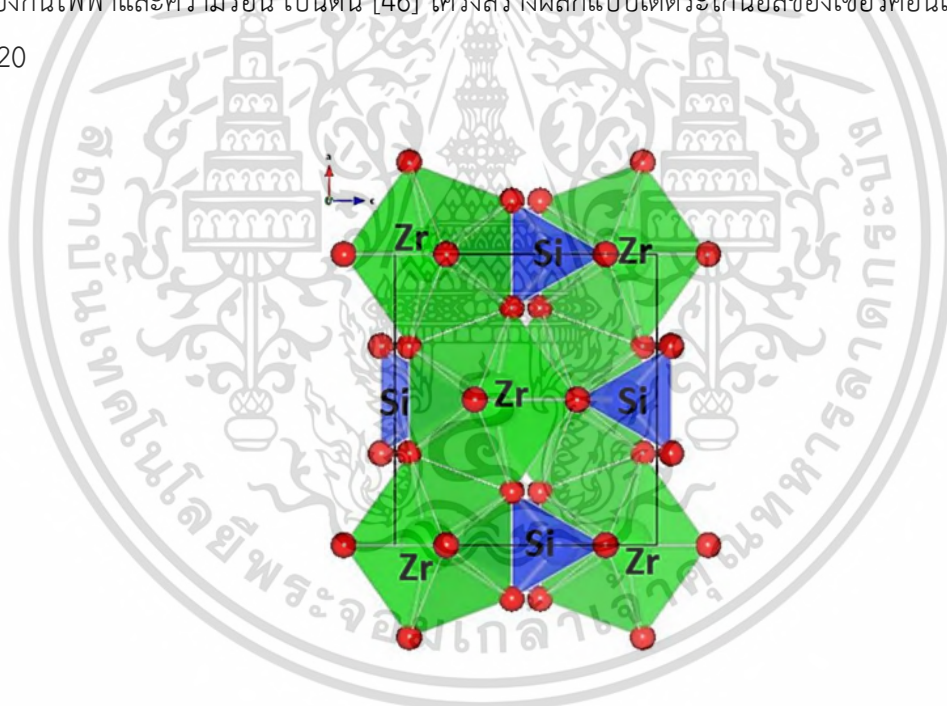


รูปที่ 2.19 การจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรัลของซิลิกอนไดออกไซด์ [42]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.3 เซอร์โคเนียมซิลิเกต ($ZrSiO_4$)

เซอร์โคเนียมซิลิเกต หรือที่เรียกว่าเซอร์คอน (zircon) หรือแร่เพทาย เป็นสารประกอบของธาตุเซอร์โคเนียม (Zr) ซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) มีโครงสร้างแบบนีโซซิลิเกต (nesosilicate) หรือเรียกอีกอย่างว่าออร์โธซิลิเกต (orthosilicate) ซึ่งอยู่ในระบบผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) โดยภายในโครงสร้างจะประกอบด้วยทรงเหลี่ยมสิบหน้า (dodecahedral) ของเซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_8) ที่มีขอบ (edge) และมุม (corner) เชื่อมต่อกับทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) ของซิลิเกต (SiO_4) [43] เซอร์คอนมีคุณสมบัติทั่วไป เช่น เป็นผลึกไม่มีสี มีความแวววาว สะท้อนแสงอัลตราไวโอเล็ตย่านใกล้ มีมวลโมเลกุล 183.305 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 4.56 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และมีจุดหลอมเหลว 2,550 องศาเซลเซียส [44] เมื่อเซอร์คอนได้รับความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 1,285-1,700 องศาเซลเซียส จะสลายตัวอย่างช้า ๆ ได้เป็นเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) และซิลิกา [45] ซึ่งจะสังเกตเห็นว่าเซอร์คอนมีความเสถียรทางความร้อนสูง จึงมักถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ เช่น ทำอิฐทนไฟ วัสดุฉนวนในการเผาเคลือบทุกชนิด และใช้เป็นฉนวนสำหรับป้องกันไฟฟ้าและความร้อน เป็นต้น [46] โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลของเซอร์คอนแสดงดังรูปที่ 2.20



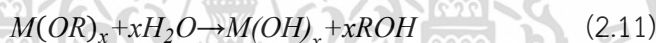
รูปที่ 2.20 โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลของเซอร์โคเนียมซิลิเกต [43]

2.6 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process)

กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการเตรียมทางเคมีแบบเปียก (wet process) ชนิดหนึ่งที่ได้รับคามนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพสูง สามารถสังเคราะห์ได้ทั้งอุณหภูมิต่ำ ใช้เตรียมวัสดุได้หลากหลายรูปแบบโดยเฉพาะรูปแบบฟิล์มบาง (thin film) และอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโนเมตร ซึ่งสามารถควบคุมอนุภาคหรือชนิดของออกไซด์ที่สังเคราะห์ให้มีขนาดเล็ก เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในระดับนาโนเมตรได้ขึ้นอยู่กับสารตั้งต้นที่ใช้ สารเติมแต่งต่าง ๆ และสถานะของการสังเคราะห์ ซึ่งในกระบวนการโซล-เจลจะประกอบด้วยสองปฏิกิริยาหลัก ได้แก่ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) และปฏิกิริยาcondensation โดยคำว่า “โซล (sol)” หมายถึงอนุภาคของแข็งที่เป็นอนุภาคคอลลอยด์ (colloid) กระจายตัวอยู่ในของเหลวอย่างมีเสถียรภาพ ส่วนคำว่า “เจล (gel)” หมายถึงของแข็งที่มีโครงสร้างร่างแหสามมิติและเต็มไปด้วยรูพรุน ในกระบวนการโซล-เจลเมื่ออนุภาคคอลลอยด์ใน “โซล” เกิดกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาควบน้ำแข็งจะได้เป็นของแข็งที่มีรูพรุนเรียกว่า “เจล” จึงเป็นที่มาของชื่อกระบวนการโซล-เจล [47] สารตั้งต้นที่นิยมนำมาใช้ในกระบวนการโซล-เจลมักเป็นสารจำพวกโลหะอัลคอกไซด์ (metal alkoxide) หรือโลหะคลอไรด์ (metal chloride) ซึ่งสามารถเขียนให้อยู่ในรูปทั่วไปได้เป็น $M(OR)_x$ เมื่อ M คือ โลหะ (metal) หรือกึ่งโลหะ (semi-metal) ส่วน R คือหมู่แอลคิล (alkyl group) และ x เป็นสถานะที่เสถียรของเลขออกซิเดชัน (valence state) ของโลหะหรือกึ่งโลหะนั้น ปฏิกิริยาโดยรวมของกระบวนการโซล-เจลแสดงดังสมการที่ 2.11 และ 2.12

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส:



ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน:



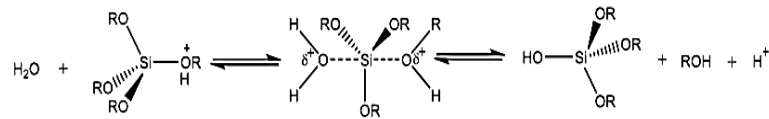
จากสมการที่ 2.11 และ 2.12 พบว่าผลพลอยได้ (by product) ที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาทั้งสองนี้ คือ แอลกอฮอล์ (ROH) และน้ำ (H_2O) ซึ่งสามารถระเหยออกไปได้

2.6.1 ปฏิกิริยาโซล-เจลสำหรับการสังเคราะห์ซิลิกา

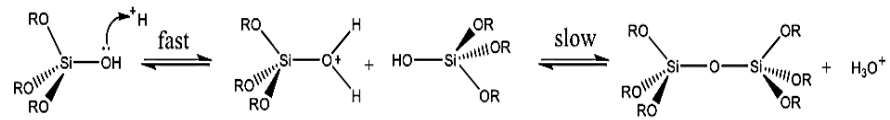
สารตั้งต้นที่นิยมนำมาใช้อย่างแพร่หลายในการสังเคราะห์ซิลิกาผ่านกระบวนการโซล-เจล ได้แก่ สารอัลคอกซีไซเลน (alkoxysilane) ซึ่งเป็นสารประกอบไซเลนที่มีพันธะ Si-O-R ยกตัวอย่างเช่น เตตระเอทิลอโทซิลิเกต ($Si(OC_2H_5)_4$; TEOS) เนื่องจากสามารถควบคุมการเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายและมีราคาถูก ในกระบวนการโซล-เจลของสารประเภทนี้สามารถใช้กรดหรือเบสมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) พอลิเมอไรเซชันได้ แต่ในระบบจะต้องมีน้ำซึ่งจำเป็นสำหรับกระบวนการไฮโดรไลซิส และอาจผสมแอลกอฮอล์เพื่อช่วยในการละลายสารตั้งต้นได้ดีขึ้น สำหรับกระบวนการโซล-เจลที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้เจลที่มีโครงสร้างเป็นสารโซพอลิเมอร์เส้นตรงยาวพันกัน แต่ถ้าใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้โครงสร้างเจลที่มีช่องว่างขนาดใหญ่อยู่ระหว่างอนุภาคที่ยึดติดกัน [47] ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันในกระบวนการโซล-เจลของสารประกอบอัลคอกซีไซเลนแสดงดังรูปที่ 2.21 และโครงสร้างเจลที่เกิดขึ้นหลังจากใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดและเบสแสดงดังรูปที่ 2.22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

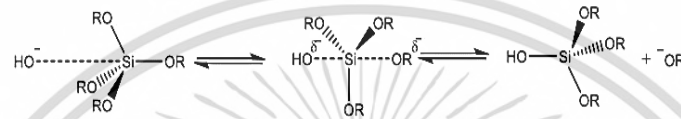
Acid-catalyzed hydrolysis



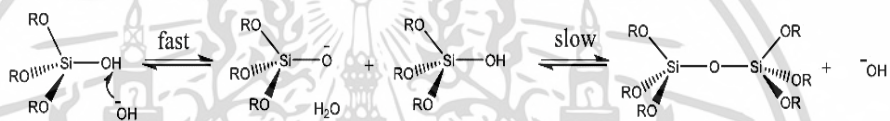
Acid-catalyzed condensation



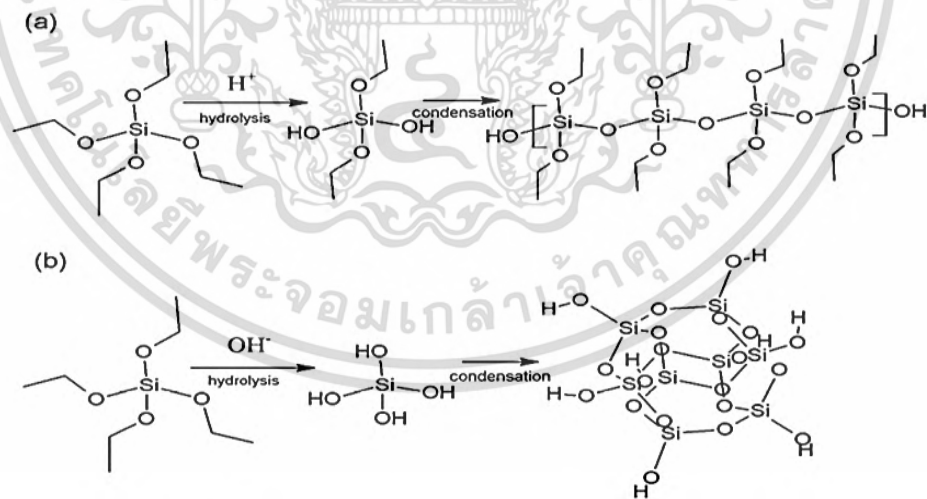
Base-catalyzed hydrolysis



Base-catalyzed condensation



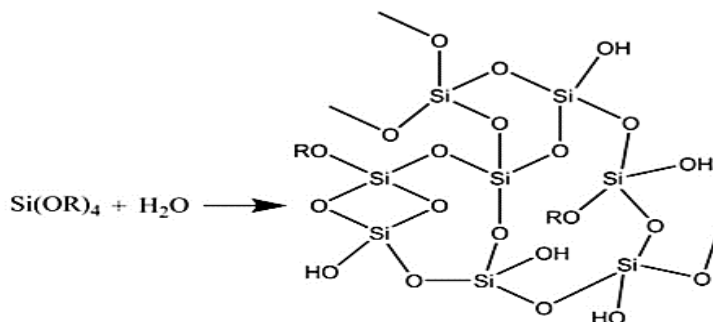
รูปที่ 2.21 กลไกของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาคอนเดนเซชันในสารประกอบอัลคอกซีไซเลน [47]



รูปที่ 2.22 ปฏิกิริยาไซล-เจล โดยใช้ (a) กรด และ (b) เบส เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [48]

เมื่อใช้สารประกอบอัลคอกซีไซเลนเป็นสารตั้งต้นในกระบวนการไซล-เจลจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นซิลิกาที่มีโครงสร้างอสัณฐาน และมีรูพรุนแสดงดังรูปที่ 2.23

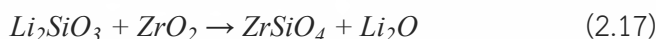
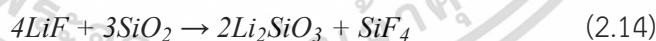
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.23 โครงสร้างซิลิกาของสารประกอบอัลคอกซีไซเลนหลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน [47]

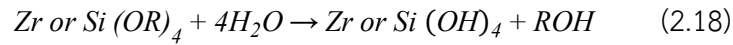
2.6.2 ปฏิกิริยาโซล-เจลสำหรับการสังเคราะห์เซอร์คอน

สารตั้งต้นที่นิยมนำมาใช้สำหรับการสังเคราะห์เซอร์คอนผ่านกระบวนการโซล-เจล ได้แก่ เซอร์โคเนียมนอร์มอลโพรพอกไซด์ (zirconium n-propoxide; ZP) เซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ (zirconium(IV) chloride; $ZrCl_4$) และเซอร์โคเนียมออกซีคลอไรด์ (zirconium oxychloride; $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) เป็นต้น ซึ่งสารเหล่านี้ถูกใช้เป็นแหล่ง (source) ของเซอร์โคเนียม (Zr) ในขณะที่สาร TEOS ถูกนำมาใช้เป็นแหล่งของซิลิกอน (Si) โดยกระบวนการโซล-เจลของการสังเคราะห์เซอร์คอนทั่วไปมักเติมลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) หรือโซเดียมฟลูออไรด์ (NaF) เพื่อเป็นมินเนอร์ไรเซอร์ (mineralizer) ซึ่งมีส่วนช่วยลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์เซอร์คอนลงได้ อีกทั้งยังทำหน้าที่เป็นตัวขนส่ง (transport agent) ซิลิกาให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเซอร์คอนได้ดียิ่งขึ้น ปฏิกิริยาการเกิดเซอร์คอนโดยมีสาร LiF เป็นมินเนอร์ไรเซอร์แสดงดังสมการ 2.13-2.17 [49, 50]

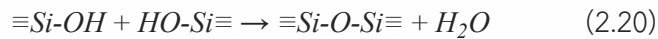
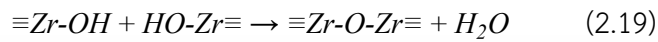


โดยปกติแล้วในกระบวนการโซล-เจลสำหรับการสังเคราะห์เซอร์คอนจะต้องมีน้ำเป็นสารตั้งต้น ซึ่งจำเป็นต่อกระบวนการไฮโดรไลซิส และมักผสมแอลกอฮอล์เพื่อช่วยในการละลายสารตั้งต้น เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ซิลิกาผ่านกระบวนการโซล-เจล ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารประกอบอัลคอกไซด์ตั้งต้นในการสังเคราะห์เซอร์คอนผ่านกระบวนการโซล-เจลแสดงดังสมการที่ 2.18

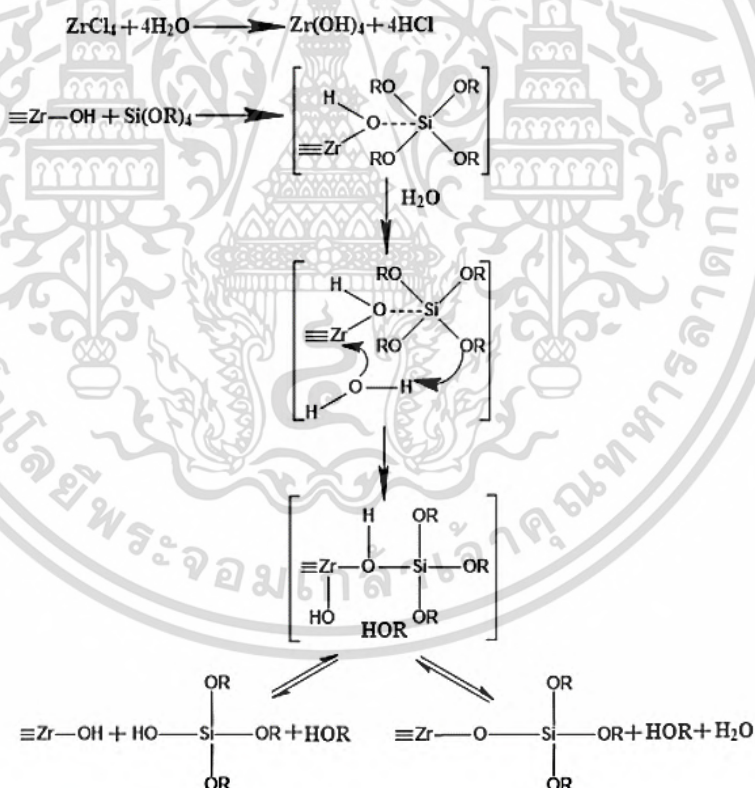
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



หลังจากสารประกอบโลหะอัลคอกไซด์ของสารตั้งต้นถูกไฮโดรไลซิสแล้วจะเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันแบบผสมระหว่างโลหะไฮดรอกไซด์ชนิดเดียวกันหรือโลหะไฮดรอกไซด์ต่างชนิดกัน ซึ่งปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของโลหะไฮดรอกไซด์ชนิดต่าง ๆ แสดงดังสมการที่ 2.19-2.21



ตัวอย่างกลไกการสังเคราะห์เซอร์คอนด้วยกระบวนการโซล-เจลระหว่างสารตั้งต้น ZrCl_4 และ TEOS แสดงดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 กลไกการสังเคราะห์เซอร์คอนผ่านกระบวนการโซล-เจลจากสารตั้งต้น ZrCl_4 และ TEOS [ดัดแปลงจาก [51]]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

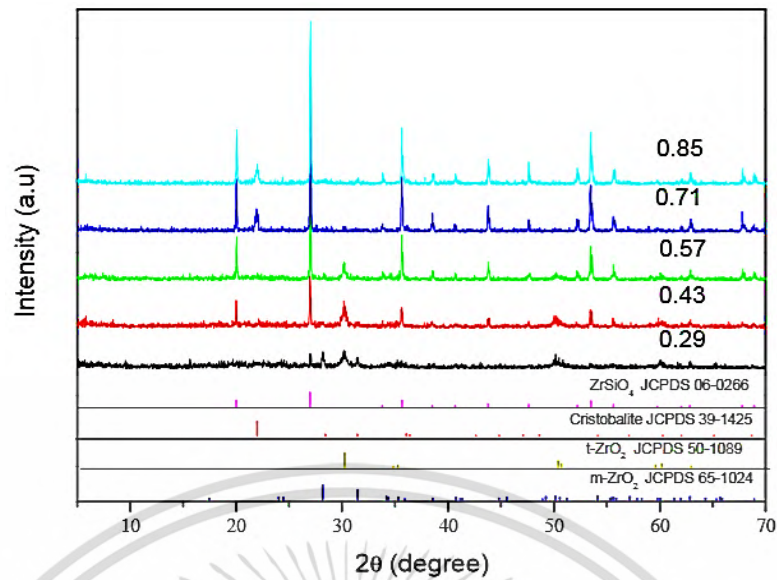
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในหัวข้อนี้ได้เก็บรวบรวมและสรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับขั้นตอน วิธีการ และปัจจัยต่าง ๆ ที่จำเป็นสำหรับการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

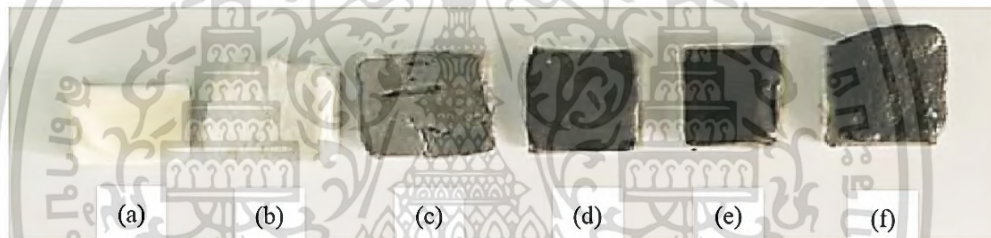
2.7.1 งานวิจัยของ Xiaojun Zhang และคณะ [8]

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีดำคาร์บอนหุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($C@SiO_2@ZrSiO_4$) ผ่านกระบวนการโซล-เจลแบบชั้นต่อชั้น (layer-by-layer self-assembly) สำหรับนำไปใช้เป็นผงสีดำในสารเคลือบใส (transparent glaze) โดยขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากการปรับสภาพพื้นผิวอนุภาคคาร์บอนด้วยสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยกระจายตัว จากนั้นนำมากระจายตัวในซิลิกาโซล (SiO_2 sol) ที่ถูกเตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาโซล-เจลระหว่างสารตั้งต้น TEOS, EtOH, H_2O และเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดจะนำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ (calcination) ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสาร CTAB ออกจากผงคาร์บอนหุ้มซิลิกา ($C@SiO_2$) จากผลการทดลองพบว่าผง $C@SiO_2$ มีชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาคคาร์บอนที่มีขนาดความหนาสม่ำเสมอ และหากมีการใช้อัตราส่วนโมลาร์ TEOS: H_2O สูงขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาคของผง $C@SiO_2$ เพิ่มขึ้นตามไปด้วย แสดงให้เห็นว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 สามารถควบคุมได้จากอัตราส่วนโมลาร์ TEOS: H_2O ในปฏิกิริยาโซล-เจล ต่อมนำผง $C@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ขึ้นมาปรับสภาพพื้นผิวด้วยสารอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (APTES) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยกระจายตัว และใช้เป็นแหล่งซิลิกอน (Si) ในการสังเคราะห์ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ จากนั้นนำมากระจายตัวในเซอร์คอนโซล ($ZrSiO_4$ sol) ที่ถูกเตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาโซล-เจลระหว่างสารตั้งต้น TEOS, $ZrCl_4$, EtOH และใช้สาร LiF ทำหน้าที่เป็นมินเนอร์เซอร์เพื่อช่วยให้เกิดวัฏภาค $ZrSiO_4$ ง่ายขึ้น เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดจะนำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้เป็นผงสีดำ $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ซึ่งจากผล XRD แสดงดังรูปที่ 2.25 พบว่าที่อัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ เท่ากับ 0.71 สามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่บริสุทธิ์ได้ และมีความเสถียรของสีในสารเคลือบใสดีที่สุดในที่สุด โดยแสดงค่า L^* เท่ากับ 42.55 แสดงดังรูปที่ 2.26 โดยที่วิจัยนี้ได้ให้เหตุผลสำหรับค่าพิกัดสีของผง $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สถานะอื่น ๆ เอาไว้ดังนี้ ที่อัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ ต่ำ ๆ จะไม่สามารถสังเคราะห์ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่เพียงพอต่อการห่อหุ้มอนุภาคคาร์บอนได้อย่างทั่วถึง ส่งผลให้หลังจากการเผาแคลไซน์จึงมีบางบริเวณของอนุภาคคาร์บอนที่ไม่ถูกหุ้มด้วยชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ จะเกิดการสลายตัวทางความร้อน ในขณะที่เดียวกันหากใช้อัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ ที่สูงเกินไปจะทำให้เกิดชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่หนาบนพื้นผิวอนุภาคคาร์บอน ส่งผลให้มีแสงมาตกกระทบกับแกนสีที่เป็นอนุภาคคาร์บอนได้ลดลง ดังนั้นอัตราส่วนระหว่างปริมาณชั้นเคลือบต่อปริมาณแกนสี จึงมีความสำคัญเป็นอย่างมากต่อค่าพิกัดสีที่ปรากฏ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 ผล XRD ของผง $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ ต่างกัน [8]



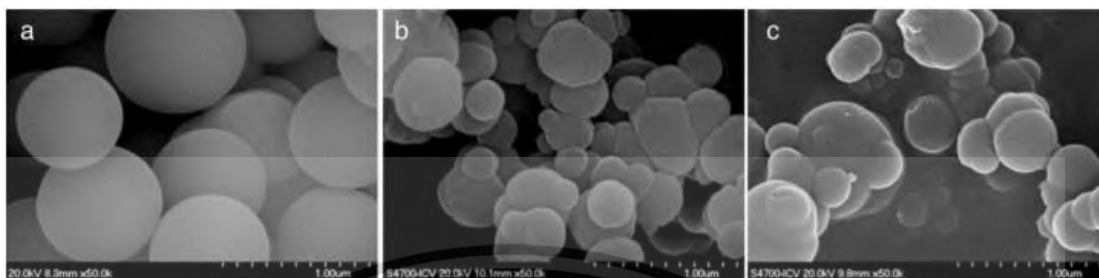
รูปที่ 2.26 ภาพถ่ายของผง $C@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ $ZrSiO_4:C$ ต่างกัน จากนั้นนำมาผสมกับเคลือบใสแล้วทาลงบนวัสดุ (a) เคลือบใส, (b) 0.29, (c) 0.43, (d) 0.57, (e) 0.71 และ (f) 0.85 [8]

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นถึงขั้นตอนและวิธีการที่ละเอียดในการเตรียมผงสื่อนิทรีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน ตลอดจนแสดงถึงความสำคัญของอัตราส่วนระหว่างชั้นเคลือบกับสารที่ใช้เป็นแกนสี ซึ่งอาจส่งผลต่อค่าพิกัดสีของผงสื่อนิทรีที่สังเคราะห์ขึ้นได้

2.7.2 งานวิจัยของ Naiara Ilia และคณะ [52]

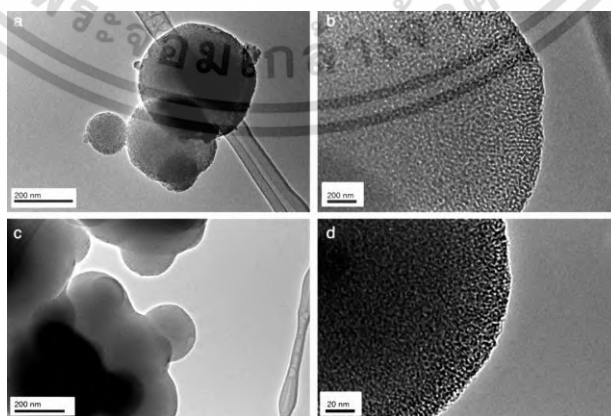
งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโน SiO_2 ที่มีรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) สำหรับประยุกต์ใช้เป็นภาชนะขนส่งตัวยา โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลของสารละลายผสมระหว่าง $EtOH$, H_2O , NH_4OH , $TEOS$ และ $CTAB$ จากนั้นเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการศึกษาอิทธิพลของสาร $CTAB$ ที่ส่งผลต่อโครงสร้างสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโน SiO_2 พบว่าสภาวะการสังเคราะห์โดยไม่ใส่สาร $CTAB$ จะได้อนุภาคนาโน SiO_2 ที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลมสม่ำเสมอ พื้นผิวเรียบ ไม่มีรูพรุน และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

740 นาโนเมตร ในขณะที่สภาวะการสังเคราะห์โดยใช้สาร CTAB ที่มีอัตราส่วนโมลาร์เป็น 0.1 และ 0.3 โมลาร์ พบว่ามีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคนาโน SiO_2 อยู่ในช่วง 150-750 นาโนเมตร และสามารถสังเกตเห็นความขรุขระที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวอนุภาคได้แสดงดังรูปที่ 2.27



รูปที่ 2.27 ภาพถ่าย SEM ของอนุภาค SiO_2 ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ (a) $45.6\text{H}_2\text{O}:10.4\text{NH}_4\text{OH}:0\text{CTAB}$, (b) $45.6\text{H}_2\text{O}:10.4\text{NH}_4\text{OH}:0.1\text{CTAB}$ และ (c) $45.6\text{H}_2\text{O}:10.4\text{NH}_4\text{OH}:0.3\text{CTAB}$ [52]

เมื่อศึกษาความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโน SiO_2 จากภาพถ่าย TEM แสดงดังรูปที่ 2.28 พบว่าอนุภาคนาโน SiO_2 ที่สังเคราะห์โดยใช้สาร CTAB ที่มีอัตราส่วนโมลาร์เป็น 0.1 และ 0.3 สามารถสังเกตเห็นรูพรุนขนาดกลางเกิดขึ้นบนพื้นผิวอนุภาคนาโน SiO_2 ได้อย่างชัดเจน ซึ่งรูพรุนที่เกิดขึ้นมีขนาดเท่ากับ 2.9 นาโนเมตร และ 2.7 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยความเข้มข้นของสาร CTAB ที่เพิ่มขึ้นจาก 0.1 เป็น 0.3 โมลาร์ ส่งผลให้อนุภาคนาโน SiO_2 มีแนวโน้มที่จะเกิดการเกาะกลุ่มกันเพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยนี้ให้เหตุผลว่าอนุภาคนาโน SiO_2 จะมีการเจริญเติบโตของอนุภาค SiO_2 แบบออสวาลด์ริเพนิง (ostwald ripening) ส่งผลให้สัณฐานวิทยาของอนุภาค SiO_2 จะค่อย ๆ เกิดการรวมกลุ่มกันตามแนวแกนยาว (long axes) ซึ่งขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสาร TEOS และ CTAB ในการเกิดเป็นไมเซลล์ในน้ำ

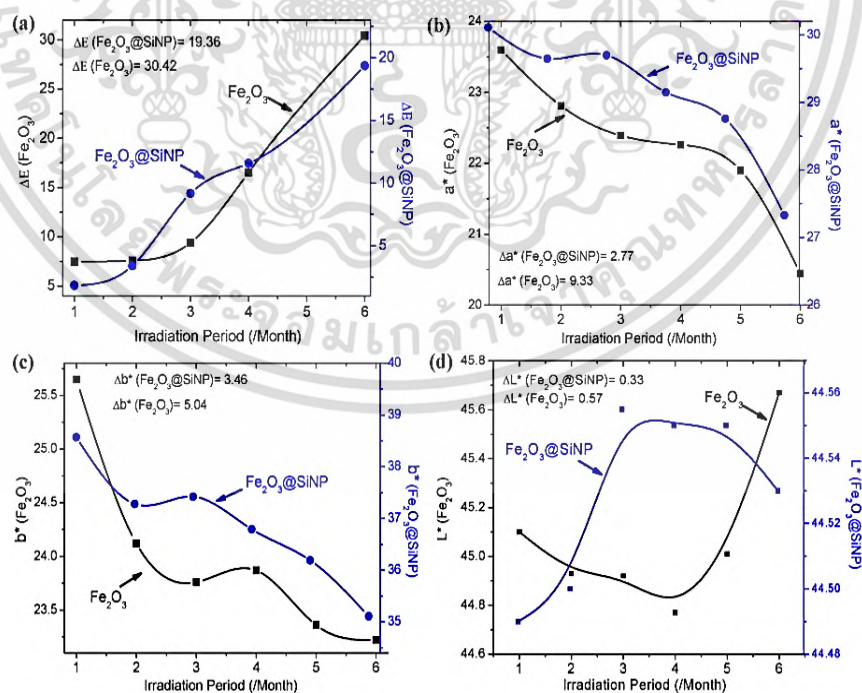


รูปที่ 2.28 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาค SiO_2 ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ (a-b) $45.6\text{H}_2\text{O} : 10.4\text{NH}_4\text{OH} : 0.1\text{CTAB}$ และ (c-d) $45.6\text{H}_2\text{O} : 10.4\text{NH}_4\text{OH} : 0.3\text{CTAB}$ [52] ข้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสาร CTAB มีส่วนช่วยให้อนุภาคนาโน SiO_2 สามารถเกิดการเกาะกลุ่มกันในแนวยาวได้ และส่งผลให้เกิดโครงสร้างรูพรุนขนาดกลางบนพื้นผิวอนุภาค SiO_2 ซึ่งอิทธิพลของสาร CTAB นี้จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์ผงสีอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนได้

2.7.3 งานวิจัยของ Shahid Sultan และคณะ [7]

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล สำหรับใช้ในงานเคลือบป้องกัน (protective coating) ภาพสีโบราณ โดยการสังเคราะห์เริ่มจากนำผง Fe_2O_3 ทางการค้ามากระจายตัวใน SiO_2 sol ที่ถูกเตรียมขึ้นจากปฏิกิริยาโซล-เจลระหว่างสารตั้งต้น TEOS, เตตระไฮโดรฟิวแรน (THF) และ EtOH โดยใช้กรดออกซาลิก (oxalic acid) เป็นตัวปรับ pH ของระบบให้อยู่ในช่วง 1.1-2 ซึ่งผลการทดลองพบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สภาวะ pH เท่า 1.3 มีชั้นเคลือบ SiO_2 สม่ำเสมอที่สุด และมีขนาดความหนาเท่ากับ 60 นาโนเมตร แสดงให้เห็นว่าค่า pH ของระบบมีผลต่อขนาดความหนาและความสม่ำเสมอของชั้นเคลือบ SiO_2 เมื่อทดสอบความเสถียรของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ภายใต้สภาวะกรด พบว่าบริเวณพื้นผิวของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ เกือบจะไม่พบร่องรอยของการกัดเซาะด้วยกรด HCl เลย แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ SiO_2 สามารถป้องกันอนุภาค Fe_2O_3 จากการถูกกัดเซาะในสภาวะกรดได้ และจากผลการศึกษาความเสถียรของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ เมื่ออยู่ภายใต้สภาวะรังสี UV เป็นเวลานาน 6 เดือน พบว่ามีความเสถียรต่อรังสี UV มากกว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยแสดงค่าความแตกต่างของสี (ΔE) เพียง 19.36 แสดงดังรูปที่ 2.29



รูปที่ 2.29 (a) ค่าความแตกต่างของสี (ΔE), (b) ค่า a^* , (c) ค่า b^* และ (d) ค่า L^* ของผง Fe_2O_3 เอกสารนี้เป็นเอกสารทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ หลังฉายรังสี UV นาน 6 เดือน [7] ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าค่า pH ของระบบมีผลต่อความสม่ำเสมอของชั้นเคลือบ SiO_2 และแสดงให้เห็นถึงคุณสมบัติของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่สามารถป้องกันการกัดกร่อนในสภาวะกรด และมีความเสถียรต่อรังสี UV

2.7.4 งานวิจัยของ YooJin Kim และคณะ [53]

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 รูปทรงกระสวย (Fe_2O_3 spindle) หุ้มด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 (Fe_2O_3 spindle@ SiO_2) ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) และกระบวนการโซล-เจล โดยการสังเคราะห์เริ่มจากนาอนุภาค Fe_2O_3 ไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งทำให้อนุภาค Fe_2O_3 มีลักษณะสัณฐานวิทยากลายเป็นรูปทรงกระสวยที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 300 นาโนเมตร หลังจากนั้นนำผง Fe_2O_3 spindle ที่ปรับสภาพพื้นผิวด้วยสาร CTAB มากระจายตัวใน SiO_2 sol โดยใช้ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นเวลา 0.5, 3 และ 70 ชั่วโมง ซึ่งผลการทดลองพบว่าชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวนาอนุภาค Fe_2O_3 spindle มีความหนาเท่ากับ 5, 26 และ 41 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมีผลต่อขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ในขณะที่ผลการวัดค่าฟักตีสีของผง Fe_2O_3 spindle@ SiO_2 มีเฉดสีแดงที่สุดเมื่อเทียบกับผง Fe_2O_3 และผง Fe_2O_3 spindle โดยแสดงค่า a^* สูงที่สุดเท่ากับ 16.9 แต่มีความสามารถในการกระจายตัวในน้ำต่ำที่สุดแสดงดังรูปที่ 2.30



รูปที่ 2.30 ภาพถ่ายแสดงการกระจายตัวในน้ำ และเฉดสีที่ปรากฏของ (a) ผง Fe_2O_3 , (b) ผง Fe_2O_3 spindle และ (c) ผง Fe_2O_3 spindle@ SiO_2 [53]

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสาร CTAB มีส่วนช่วยให้ SiO_2 สามารถเข้ามาล้อมรอบพื้นผิวนาอนุภาค Fe_2O_3 spindle ได้ดียิ่งขึ้น โดยพบว่าอิทธิพลหลักในการควบคุมขนาดความหนาของชั้นเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เคลือบ SiO_2 มาจากระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส นอกจากนี้ยังพบว่าสัณฐานวิทยาของอนุภาค Fe_2O_3 มีผลต่อเฉดสีที่ปรากฏ ในขณะที่ตัวทรงและน้ำหนักของอนุภาคผงสีอนินทรีย์ก็มีผลต่อความสามารถในการกระจายตัวในน้ำด้วยเช่นกัน

2.7.5 งานวิจัยของ Feng Zhao และคณะ [54]

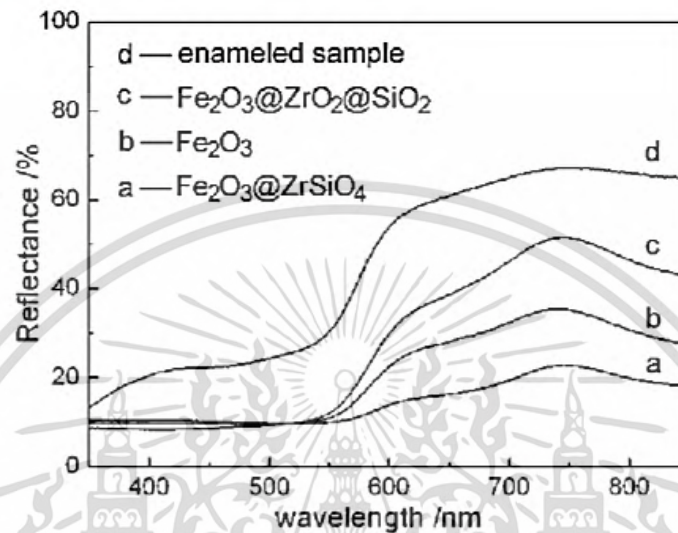
งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ สำหรับใช้เคลือบแผ่นกระเบื้อง โดยการสังเคราะห์เริ่มจากนำผง Fe_2O_3 มาปรับสภาพพื้นผิวด้วยไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (HPC) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยกระจายตัว จากนั้นนำมากระจายตัวในสารละลายผสมระหว่างเซอร์โคเนียมซิลเฟต ($\text{Zr}(\text{SiO}_4)_2$) และ H_2O เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดจะได้เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์โคเนีย ($\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{O}_2$) ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของ $\text{Zr}(\text{SiO}_4)_2$ เพิ่มขึ้นและใช้ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสนานขึ้น จะส่งผลต่อขนาดความหนาของชั้นเคลือบ ZrO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 เพิ่มขึ้น ต่อมนำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{O}$ ที่สังเคราะห์มากระจายตัวใน SiO_2 sol ที่ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีสโตเบอร์ระหว่างสารตั้งต้น EtOH และ H_2O โดยมีอัตราส่วนปริมาตร EtOH:H₂O เท่ากับ 2.5 และเติม NH_4OH เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อปฏิกิริยาลิ้นสุดจะได้เป็นเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์โคเนียซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{O}_2@Si\text{O}_2$) ที่มีขนาดความหนาของชั้นเคลือบ ZrO_2 เท่ากับ 13 นาโนเมตร และมีขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 เท่ากับ 15 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 2.31 โดยขนาดความหนาของชั้นเคลือบแต่ละชั้นสามารถควบคุมได้จากสภาวะของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส



รูปที่ 2.31 ภาพถ่าย TEM ของ (a) $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{O}_2@Si\text{O}_2$ โดยชั้นเคลือบ ZrO_2 ผ่านการไฮโดรไลซิส 1 ครั้ง และชั้นเคลือบ SiO_2 ผ่านการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง [54]

จากนั้นนำอนุภาค $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{O}_2@Si\text{O}_2$ ที่สังเคราะห์มาเติมสาร LiF และนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ได้เป็นผงเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$) ซึ่งจากผล XRD พบว่าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส สามารถสังเคราะห์วัสดุภาค ZrSiO_4 ที่บริสุทธิ์ได้ และผลจากการวัดค่าเอกสารถือเป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พิกัดสี พบว่ายังคงแสดงเฉดสีแดงอยู่ แต่มีค่าการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็น (%R) ต่ำกว่าผง Fe_2O_3 และหากนำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ มาเคลือบบนแผ่นกระเบื้องและเผาที่อุณหภูมิ 1,120 องศาเซลเซียส พบว่ามีค่า %R สูงขึ้นถึงร้อยละ 65 และสีที่ปรากฏบนพื้นผิวกระเบื้องจะเปลี่ยนเป็นสีชมพูแสดงดังในรูปที่ 2.32



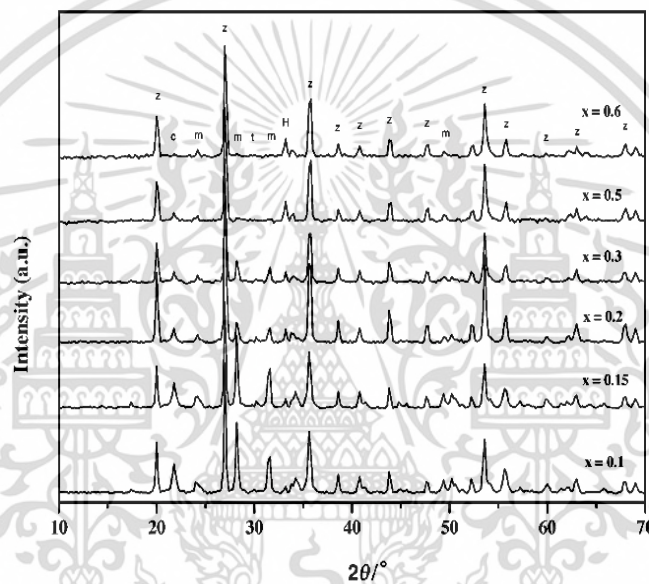
รูปที่ 2.32 ช่วงร้อยละการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็นของ (a) $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$, (b) Fe_2O_3 , (c) $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrO_2@SiO_2$ ที่ยังไม่เผาเคลือบ และ (d) $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ที่เคลือบบนผิวกระเบื้อง [54]

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิการเผาเคลือบมีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุภาค $ZrSiO_4$ บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 นอกจากนี้ผลการตรวจวัดค่าการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็นของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ในงานวิจัยนี้ พบว่ามีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็นต่ำกว่าผง Fe_2O_3 อย่างเห็นได้ชัด ดังนั้นจึงมีความท้าทายอย่างมากที่จะปรับปรุงคุณสมบัติการสะท้อนรังสีของดวงอาทิตย์จากผงสีอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน

2.7.6 งานวิจัยของ Kyu-Ri Pyon และ Byung-Ha Lee [55]

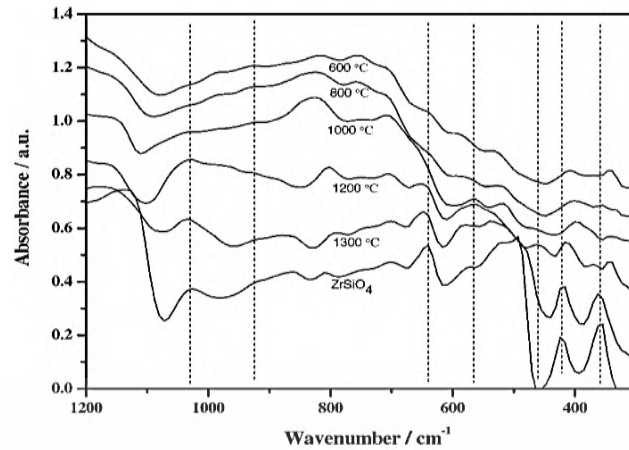
งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ผงสีชมพูอนินทรีย์ Fe-ZrSiO_4 ผ่านกระบวนการโซล-เจล เพื่อศึกษาอิทธิพลของปริมาณเหล็ก (Fe) และอุณหภูมิการเผาเคลือบ โดยใช้สารตั้งต้นเพอริคลอไรด์-เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ในอัตราส่วนโมลาร์ 0.1-0.6 โมลาร์ ทำหน้าที่เป็นสารให้สี และเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 600-1,300 องศาเซลเซียส จากผลการทดลอง พบว่าทุกสภาวะของผง Fe-ZrSiO_4 ที่ใช้อัตราส่วนโมลาร์ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ตั้งแต่ 0.1-0.6 โมลาร์ และเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส จะแสดงเฉดสีชมพูประกาย และมีความสว่างของผง Fe-ZrSiO_4 ลดลงเมื่อปริมาณ Fe ที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น โดยสภาวะการสังเคราะห์ที่ใช้อัตราส่วนโมลาร์ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 0.2 โมลาร์นี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลาร์ ให้เฉดสีชมพูประกายที่ตีที่สุด โดยแสดงค่าพิกัดสี่ $L^* = 59.31$, $a^* = 8.68$ และ $b^* = 5.64$ นอกจากนี้ผล XRD แสดงดังรูปที่ 2.33 พบว่าผง Fe-ZrSiO_4 ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโมลาร์ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ตั้งแต่ 0.5-0.6 โมลาร์ มีแนวโน้มเกิดวัฏภาค Fe_2O_3 และวัฏภาค ZrSiO_4 เพิ่มขึ้นควบคู่กับการลดลงของวัฏภาค ZrO_2 ที่เป็น $m\text{-ZrO}_2$ และ $t\text{-ZrO}_2$ โดยงานวิจัยนี้ให้เหตุผลว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 1,300 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการแทรกตัวของไอออน Fe^{3+} ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 แล้วเกิดเป็นสารประกอบ Fe-ZrSiO_4 ขึ้น ซึ่งให้เฉดสีชมพูประกาย ในขณะที่การสังเคราะห์ผง Fe-ZrSiO_4 ที่ใช้อัตราส่วนโมลาร์ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 0.3 โมลาร์ หรือต่ำกว่าจะมีปริมาณ Fe ที่ไม่เพียงพอต่อการเกิดเป็น Fe_2O_3 ส่งผลให้เกิดโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 ได้น้อยจึงมีผลต่อเฉดสีที่ปรากฏ



รูปที่ 2.33 ผล XRD ของ $(\text{Fe})_x\text{-ZrO}_2\text{-SiO}_2$ โดยมีอัตราส่วนโมลาร์ของ Fe ต่างกัน เมื่อ Z : เซอร์คอน, m : โมโนคลินิก, t : เตตระโกนอล, H : ฮีมาไทต์ และ C : คริสโตบาไรต์ [55]

นอกจากนี้ผลการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ส่งผลต่อเฉดสีที่ปรากฏของผง Fe-ZrSiO_4 แสดงดังรูปที่ 2.34 พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นทำให้ความเข้มพีกที่เลขคลื่น 1,025, 920, 640, 420 และ 360 cm^{-1} ซึ่งตรงกับตำแหน่ง ZrSiO_4 ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นตามไปด้วย ในขณะที่เลขคลื่น 565, 460 และ 370 cm^{-1} ซึ่งตรงกับตำแหน่ง Fe_2O_3 ค่อย ๆ ลดลงและเกือบจะหายไปจนหมดเมื่อถึงอุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส โดยงานวิจัยนี้ให้เหตุผลว่าไอออน Fe^{3+} ที่เข้ามาแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 สามารถทำหน้าที่เป็นมินเนอร์โรเซอร์ ซึ่งมีส่วนช่วยในการเกิดวัฏภาค ZrSiO_4 ได้เพิ่มขึ้น

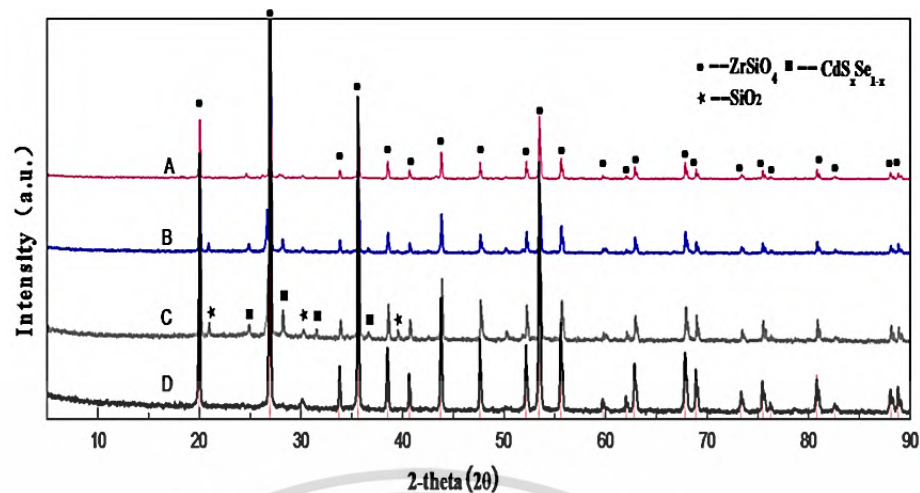


รูปที่ 2.34 IR สเปกตรัมของผงสื่อนินทรีที่มี Fe ในอัตราส่วน 0.2 โมลาร์ โดยเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 600-1,300 องศาเซลเซียส [55]

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนโมลาร์ของปริมาณ Fe มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุภาค $ZrSiO_4$ อีกทั้งอุณหภูมิการเผาแคลไซน์สามารถส่งผลต่อปริมาณการแพร่ของไอออน Fe^{3+} ที่เข้าไปแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ จึงเกิดเป็นโครงสร้าง $Fe-ZrSiO_4$ ที่ทำให้เกิดเฉดสีชมพูประกาย

2.7.7 งานวิจัยของ Hongfei Liu และคณะ [49]

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์แคดเมียมซัลไฟด์-เซเลไนด์ (cadmium sulphide selenide; CdS_xSe_{1-x}) ฝัง $ZrSiO_4$ ($CdS_xSe_{1-x}@ZrSiO_4$) โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลในสารละลายผลสมที่มีอัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างเอทานอลเอมีน ($HO(CH_2)_2NH_2$) ต่อ H_2O เท่ากับ 0:1 1:1 2:1 และ 1:0 ตามลำดับ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำผง $CdS_xSe_{1-x}@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ขึ้นมาแช่ในสภาวะกรดเพื่อกำจัดส่วนที่เป็นพิษออกจากผงสี ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าทุกสภาวะของผง $CdS_xSe_{1-x}@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์เมื่อนำมาผสมกับสารเคลือบใสและทาลงบนแผ่นกระดาษจะแสดงค่าฟลักซ์ที่ดี และมีค่าการสะท้อนรังสีที่ตามองเห็นสูง โดยสภาวะการสังเคราะห์ที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตร $HO(CH_2)_2NH_2:H_2O$ เท่ากับ 2:1 จะแสดงค่า a^* สูงที่สุดเท่ากับ 49.51 และมีค่า $\%R$ สูงถึง 76.5 ในขณะที่ผลจาก XRD แสดงดังรูปที่ 2.35 พบว่าทุกสภาวะของผง $CdS_xSe_{1-x}@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ จะปรากฏพีคที่มีความเข้มสูงที่สุด คือ วัสดุภาค $ZrSiO_4$ ซึ่งเป็นชั้นเคลือบ แต่ยังคงหลงเหลือพีคที่มีความเข้มต่ำของวัสดุภาค CdS_xSe_{1-x} ที่เป็นแกนสีอยู่ เนื่องจากยังหลงเหลือบริเวณพื้นผิวของ CdS_xSe_{1-x} ที่ไม่ถูกห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ และถูกกำจัดออกไปโดยกรดได้ไม่หมด



รูปที่ 2.35 ผล XRD ของผงสีแดง $\text{CdS}_x\text{Se}_{1-x}@\text{ZrSiO}_4$ หลังจากเผาที่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ที่มีอัตราส่วนโดยปริมาตรของ $\text{HO}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2:\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ (A) 0:1, (B) 1:1, (C) 2:1 และ (D) 1:0 (โดยที่ $x=0.6$ ใน $\text{CdS}_x\text{Se}_{1-x}$) [49]

จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์โดยใช้สารประกอบโลหะหนัก เป็นสารให้สีสามารถสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่แสดงค่าฟลักตีสที่ตีและตรงตามความต้องการในอุตสาหกรรมได้ แต่หากพิจารณาถึงความเป็นพิษแล้วพบว่าเป็นเรื่องยากมากสำหรับการหาวิธีที่จะกำจัดส่วนที่เป็นพิษเหล่านี้ให้ออกไปจากผงสีอนินทรีย์ได้โดยสมบูรณ์

2.7.8 งานวิจัยของ Weihui Jiang และคณะ [56]

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีชมพูอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลในสารละลายผสมระหว่าง TEOS, ZrCl_4 และ LiF ที่มีอัตราส่วนโมลาร์เท่ากับ 1.2 : 1 : 0.36 ตามลำดับ ซึ่งใช้สารเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) เป็นสารให้สีที่มีอัตราส่วนโมลาร์ของ Fe:Zr เป็น 0, 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.3 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากผลการทดลอง พบว่าที่สภาวะการสังเคราะห์ Fe:Zr = 0.2 มีค่าฟลักตีสที่แสดงเฉดสีชมพูดีที่สุด โดยแสดงค่า $L^* = 45.97$, $a^* = 20.64$, $b^* = 14.15$ และจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ของหน่วยเซลล์ (unit cell) ในโครงสร้าง ZrSiO_4 มีแนวโน้มลดลงเมื่ออัตราส่วนโมลาร์ Fe:Zr เพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยนี้ให้เหตุผลว่าไอออน Fe^{3+} ที่มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.078 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับไอออน Zr^{4+} ที่มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.084 นาโนเมตร ดังนั้นเมื่อเผาแคลไซน์จึงทำให้ไอออนของ Fe^{3+} สามารถแพร่เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของไอออน Zr^{4+} ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ได้ และเกิดการสร้างพันธะ Zr-O-Fe และ Si-O-Fe ขึ้น ซึ่งส่งผลให้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของหน่วยเซลล์ในโครงสร้าง ZrSiO_4 ค่อย ๆ ลดลงสวนทางกับความเข้มข้นของ Fe ที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นแสดงดังตารางที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 หน่วยเซลล์ของผงสี่เหลี่ยมพูนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ ที่มีอัตราส่วนโมลาร์ Fe:Zr เท่ากับ 0, 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.3 ตามลำดับ [56]

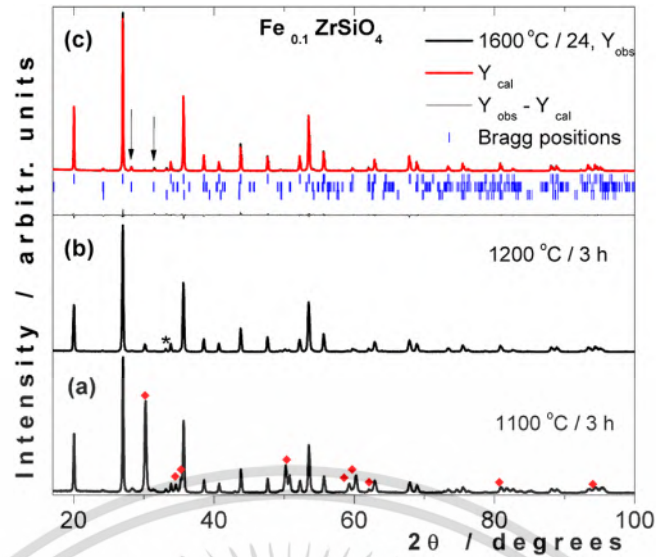
Sample	A = b (Å)	c (Å)	V (Å ³)
ZF [#] ₀₀	6.6037	5.9782	260.7042
ZF [#] ₁₀	6.5924	5.9685	259.3844
ZF [#] ₁₅	6.5910	5.9639	259.0811
ZF [#] ₂₀	6.5840	5.9636	258.5156
ZF [#] ₃₀	6.5875	5.9651	258.8548
PDF#06-0266	6.6040	5.9790	260.7610

* PDF#06-0266 is standard card of ZrSiO_4

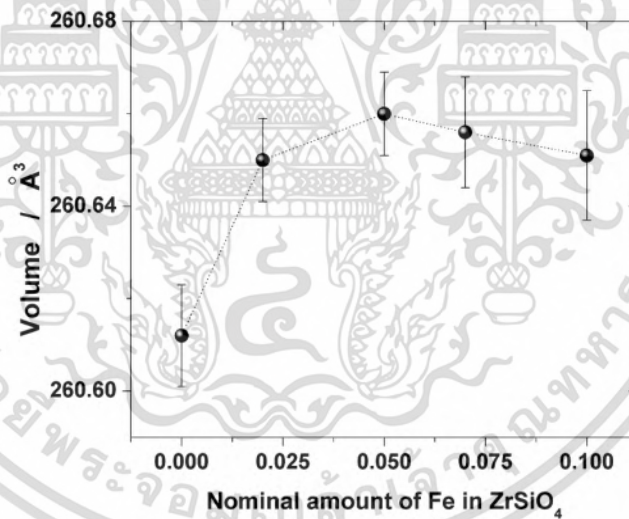
งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าไอออน Fe^{3+} สามารถแพร่เข้าไปแทนที่ตำแหน่งไอออน Zr^{4+} ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ได้ และเกิดการสร้างพันธะ Zr-O-Fe และ Si-O-Fe ซึ่งส่งผลให้ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ลดลง

2.7.9 งานวิจัยของ Guillermo Manuel Herrera-Perez [57]

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาโครงสร้างผลึกของผง $\text{Fe}_x\text{-ZrSiO}_4$ เมื่อ X เท่ากับ 0, 0.02, 0.05, 0.07, 0.1 และ 0.125 โดยโมลของ Fe ต่อโมลของ ZrSiO_4 สำหรับใช้ในงานเซรามิกส์ โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลในสารละลายผสมระหว่างเซอร์โคเนียมโพรฟอกไซด์ ($\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$), TEOS และเหล็กอะเซทิลอะเซโตนัต ($\text{FeC}_{15}\text{H}_{24}\text{O}_6$) จากนั้นนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100-1,600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-24 ชั่วโมง จากผล XRD แสดงดังรูปที่ 2.36 สามารถอธิบายการเกิดโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ได้ โดยงานวิจัยนี้พิสูจน์ได้ว่าวัฏภาค ZrSiO_4 จะเกิดขึ้นหลังจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างกันวัฏภาค SiO_2 ที่เป็นอสัณฐานกับวัฏภาค m- ZrO_2 โดยสังเกตได้จากการหายไปของวัฏภาค t- ZrO_2 และพบวัฏภาค m- ZrO_4 เกิดขึ้นหลังจากการสลายตัวของวัฏภาค ZrSiO_4 เมื่อถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,600 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีรีฟายเนเมนต์ (rietveld refinement) แสดงดังรูปที่ 2.37 พบว่าปริมาณ Fe ที่เพิ่มขึ้นมีผลทำให้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้าง ZrSiO_4 เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากไอออน Fe^{3+} เข้าไปแทนที่ไอออน Si^{4+} ในตำแหน่งเตตระฮีดรอล (tetrahedral site) แล้วเกิดช่องว่างออกซิเจน (oxygen vacancy) ขึ้นภายในโครงสร้าง ZrSiO_4 สำหรับสาเหตุที่ไอออน Fe^{3+} ไม่เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งไอออน Zr^{4+} งานวิจัยนี้ได้ให้เหตุผลไว้ว่าเกิดจากความแตกต่างกันของขนาดไอออน และอิทธิพลจากการเกิดช่องว่างออกซิเจนทำให้ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้าง ZrSiO_4 ลดลงจนเกิดความไม่เสถียรขึ้นภายในโครงสร้าง



รูปที่ 2.36 ผล XRD ของ $\text{Fe}_{0.1}\text{-ZrSiO}_4$ ที่มีอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$) และ เวลา (h) ในการเผาแคลไซน์เป็น 1,100 $^{\circ}\text{C}/3\text{h}$, 1,200 $^{\circ}\text{C}/3\text{h}$ และ 1,600 $^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ โดยที่สัญลักษณ์ ♦ คือวัฏภาค t- ZrO_2 , * คือ วัฏภาค Fe_2O_3 และ ↓ คือ m- ZrO_2 [57]



รูปที่ 2.37 ค่าแทตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้าง ZrSiO_4 ที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณ Fe ที่เจือในโครงสร้าง ZrSiO_4 สูงขึ้น [57]

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นถึงกระบวนการเกิดวัฏภาค ZrSiO_4 และอิทธิพลของ Fe ซึ่งส่งผลต่อค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 โดยสามารถวิเคราะห์ได้จากวิธีเรียวเวลด์ควบคู่กับผล XRD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าผงสื่อนินทรีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลมีขั้นตอนในการสังเคราะห์ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย อาทิเช่น ชนิดสารตั้งต้น อัตราส่วนสารตั้งต้น ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ค่า pH ของระบบ และอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ เป็นต้น ซึ่งในแต่ละปัจจัยล้วนส่งผลโดยตรงต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ค่าพิกัดสี ความเสถียรภาพ และคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ของผงสื่อนินทรีที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยกันทั้งสิ้น แต่งานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นไปที่การศึกษาอิทธิพลของการเติมสารลดแรงตึงผิว CTAB ในการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรี $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่ส่งผลต่อขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 และศึกษาอิทธิพลระหว่างชั้นเคลือบ SiO_2 และ ZrSiO_4 ที่ส่งผลต่อโครงสร้างผลึก ค่าพิกัดสี คุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ ความเสถียรภาพ ตลอดจนการนำไปประยุกต์ใช้งาน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน (core-shell structure) ของเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$) เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$) และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$) จากนั้นนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ รวมถึงการทดสอบความเสถียรภาพ และการประยุกต์ใช้งานผงสีแดงอนินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นเป็นสีทาตัวอาคาร ซึ่งมีเนื้อหาดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) บริสุทธิ์ 99% บริษัท SIGMA ALDRICH
- 3.1.2 เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$; TEOS) บริสุทธิ์ 99% บริษัท SIGMA ALDRICH
- 3.1.3 เซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ (ZrCl_4) บริสุทธิ์ 98% บริษัท ACROS ORGANIC
- 3.1.4 เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$; EtOH) บริสุทธิ์ 95% บริษัท CARLO ERBA
- 3.1.5 ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$; CTAB) บริสุทธิ์ 99% บริษัท ACROS ORGANIC
- 3.1.6 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) บริสุทธิ์ 30% บริษัท CARLO ERBA
- 3.1.7 ลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) 99.5% บริษัท ACROS ORGANIC
- 3.1.8 พาราฟินออยล์ (paraffin oil) บริษัท CARLO ERBA
- 3.1.9 น้ำกลั่น (distilled water; H_2O)
- 3.1.10 ไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 37 % (wt/v) บริษัท CARLO ERBA
- 3.1.11 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 98% บริษัท CARLO ERBA
- 3.1.12 สีน้ำขาวอะคริลิก ชนิดด้าน สำหรับทาภายนอกและภายใน บริษัท CAPTAIN โดยมีพอลิไวนิลอะซิเตต ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$)_n เป็นสารประกอบหลัก และไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารให้ความขาว
- 3.1.13 แผ่นฝ้ายปซัม บริษัท SAINT-GOBAIN

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.2.1 ปีกเกอร์
- 3.2.2 ซ้อนตักสาร
- 3.2.3 จานเพาะเชื้อ
- 3.2.4 กระจกบ่อน้ำกลั่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.2.5 กระจกเอทานอล
- 3.2.6 กระจกตวง
- 3.2.7 ขวดแก้วกันกลมแบบสองคอ
- 3.2.8 คอนเดนเซอร์
- 3.2.9 บิวเรต
- 3.2.10 สแตนดาร์ดพร้อมที่หนีบ
- 3.2.11 กรวยแก้ว
- 3.2.12 เทอร์โมมิเตอร์แอลกอฮอล์
- 3.2.13 ขามอะลูมิเนียม
- 3.2.14 เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง
- 3.2.15 ตู้อบ
- 3.2.16 เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน รุ่น MEGAFUGE 8R บริษัท THERMO SCIENTIFIC
- 3.2.17 เต้าเผา
- 3.2.18 เครื่องปั่นกวนชนิดให้ความร้อน (hot plate stirrer) และแท่งแม่เหล็ก
- 3.2.19 ตู้ดูดควัน
- 3.2.20 โกร่งบดสาร
- 3.2.21 อะลูมินาครุชชีเบล
- 3.2.22 แผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์
- 3.2.23 ไมโครปิเปต
- 3.2.24 ขวดไวโอล
- 3.2.25 แปรขนกระต่าย
- 3.2.26 เครื่องเป่าลม
- 3.2.27 เทปกาวหนังไก่
- 3.2.28 กล้องสตูดิโอสำหรับถ่ายภาพ
- 3.2.29 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น 6100 บริษัท SHIMADZU
- 3.2.30 เครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrophotometer; XRF) รุ่น MESA-500W PERIODIC 05 DETECTOR บริษัท HORIBA
- 3.2.31 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS) รุ่น ASIX SUPRA บริษัท KRATOS
- 3.2.32 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น SU3500 บริษัท HITACHI

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.2.33 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) รุ่น JEM-2100 PLUS บริษัท JEOL USA
- 3.2.34 เครื่องตรวจวัดค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ (UV-VIS-NIR spectrophotometer) รุ่น SOLIDSPEC 3700 บริษัท SHIMADZU
- 3.2.35 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง (UV-VIS spectrophotometer) รุ่น BLUE STAR B บริษัท LABTECT
- 3.2.36 เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR) รุ่น PE SPECTRUM-GX บริษัท PERKIN ELMER
- 3.2.37 เครื่องวัดสี (colorimeter) รุ่น MINISCAN XE PLUS บริษัท COLOR ASSOCIATES
- 3.2.38 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analyzer; TGA) รุ่น PYRIS 1 TGA บริษัท PERKIN ELMER
- 3.2.39 เครื่องวัดการดูดหรือคายความร้อน (differential scanning calorimeter; DSC) รุ่น TGA/DSC3+ HT บริษัท METTLER TOLEDO
- 3.2.40 เครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ (weathering tester) รุ่น QUV บริษัท Q-LAB

3.3 วิธีการทดลอง

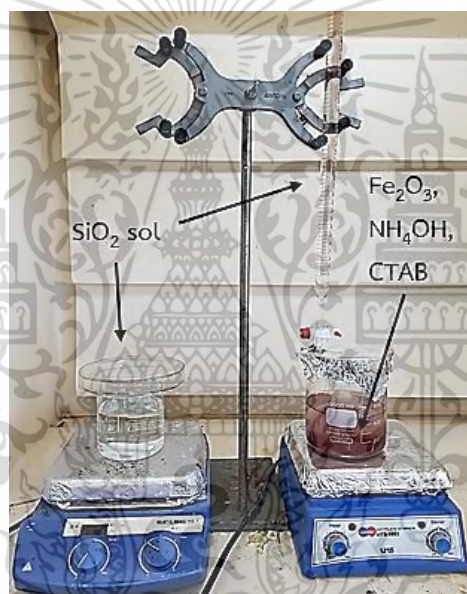
3.3.1 การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$

ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ จะถูกสังเคราะห์ผ่านปฏิกิริยาโซล-เจลระหว่างสารผสมที่มีอัตราส่วนโมลาร์ (molar ratio) ดังต่อไปนี้ $x\text{CTAB}:15.48\text{H}_2\text{O}:0.18\text{NH}_4\text{OH}:0.03\text{TEOS}:12.05\text{EtOH}$ เมื่อ $x = 0, 0.2, 0.4, 1$ และ 2 มิลลิโมลาร์ โดยทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1

- 1) ชั่งผง Fe_2O_3 ทางการค้า 1 กรัม สาร CTAB จำนวน 0.05, 0.1, 0.25 และ 0.5 กรัม นำมากระจายตัวในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นผสมเข้ากับ EtOH 100 มิลลิลิตร และเติม NH_4OH 5 มิลลิลิตร พร้อมกับปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที
- 2) ต่อมาเตรียมซิลิกาโซล (SiO_2 sol) โดยเปิดสาร TEOS 5 มิลลิลิตร ลงใน EtOH 400 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาที
- 3) บรรจุ SiO_2 sol ที่เตรียมขึ้นในขั้นตอนที่ 2 ใส่บิวเรต จากนั้นค่อย ๆ หยดลงในสารผสมที่เตรียมขึ้นในขั้นตอนที่ 1 จนหมดพร้อมกับปั่นกวนเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ภาพการติดตั้งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.1
- 4) หลังจากปฏิกิริยาสิ้นสุดนำสารผสมที่ได้มาหมุนเหวี่ยงแยกตะกอนที่ความเร็วรอบ 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที

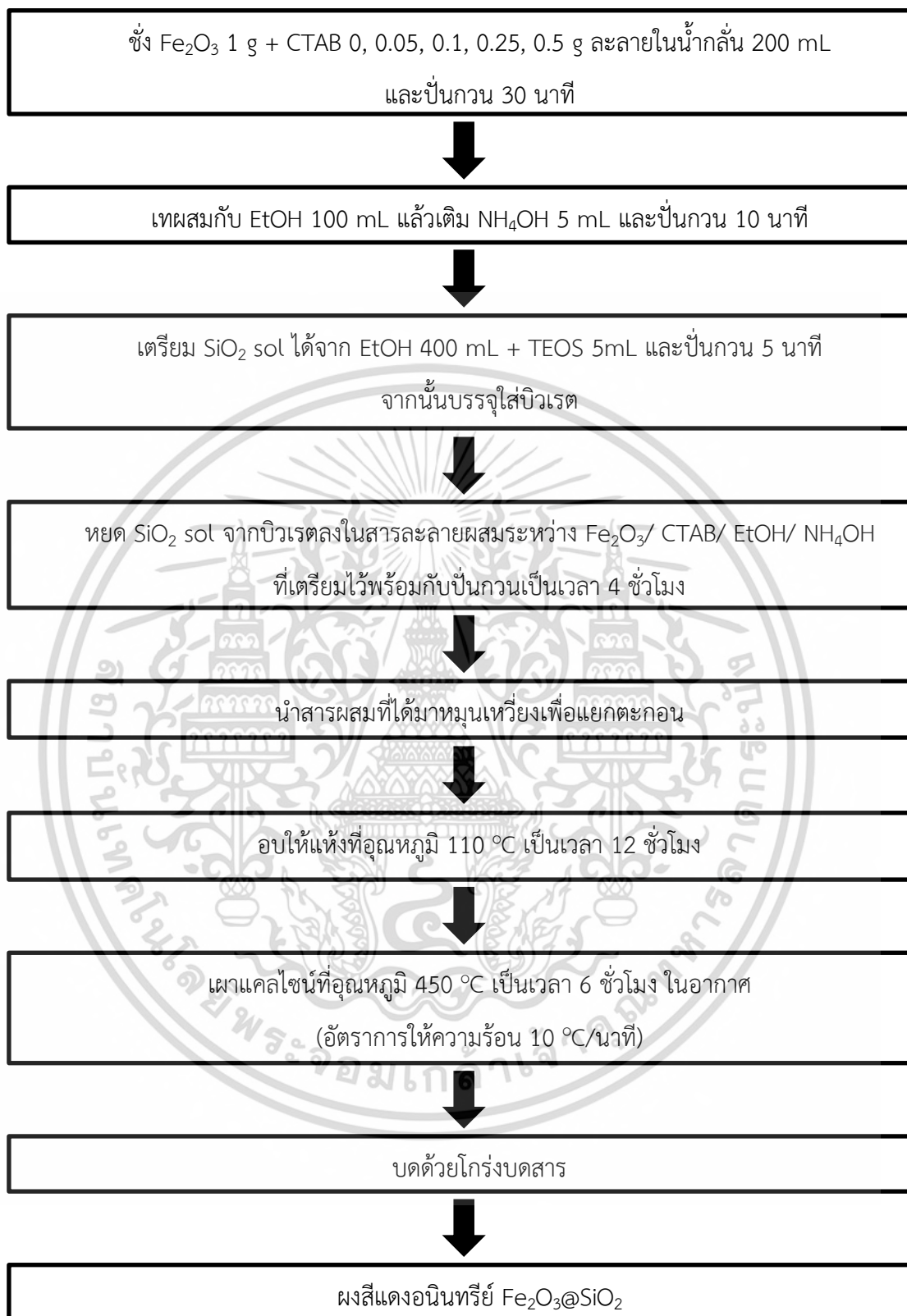
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 5) แยกตะกอนของอนุภาค $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ใส่จานเพาะเชื้อแล้วห่อด้วยอะลูมิเนียมฟลอยด์ จากนั้นนำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 6) นำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่แห้งสนิทแล้วมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อ นาที ในบรรยากาศปกติ (air)
- 7) นำทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์มาบดให้ละเอียดด้วยโม่บดสาร
- 8) นำทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ แผนภาพการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$

สำหรับการสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ $Zr\text{SiO}_4$ สามารถแบ่งการสังเคราะห์ได้เป็น 2 แบบ โดยแบบที่ 1 จะเป็นการเคลือบชั้น $Zr\text{SiO}_4$ ลงบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าโดยตรง ($\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$) และแบบที่ 2 จะเป็นการเคลือบชั้น $Zr\text{SiO}_4$ ทับลงบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่มีชั้นเคลือบ SiO_2 ห่อหุ้มอยู่ก่อนแล้ว ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$) โดยผงสีทั้งสองแบบจะถูกสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลในสารผสมที่มีอัตราส่วนโมลาร์ดังต่อไปนี้ $x\text{CTAB}:0.12\text{ZrCl}_4:0.03\text{LiF}:0.14\text{TEOS}:16.59\text{EtOH}$ เมื่อ $x = 2$ มิลลิโมลาร์ โดยสภาวะการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1

- 1) เตรียมเซอร์คอนโซล ($Zr\text{SiO}_4$ sol) โดยชั่ง $ZrCl_4$ 6 กรัม และ LiF 0.17 กรัม ใส่ลงในสารละลายผสมระหว่าง TEOS 6.7 มิลลิลิตร และ EtOH 208 มิลลิลิตร ที่บรรจุอยู่ในขวดแก้วกันกลมแบบสองคอ
- 2) ติดตั้งระบบรีฟลักซ์ (reflux) บนเครื่องปั่นกวนชนิดให้ความร้อน โดยนำขวดแก้วกันกลมแบบสองคอที่บรรจุสารผสมในขั้นตอนที่ 1 มาวางใน حمامอะลูมิเนียมที่บรรจุพาราฟินออยล์ (paraffin oil) จากนั้นต่อคอของขวดแก้วกันกลมแบบสองคอเข้ากับคอนเดนเซอร์ โดยอีกคอจะถูกปิดด้วยจุกพลาสติกทนความร้อน ภาพการติดตั้งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.3
- 3) รีฟลักซ์สารผสมที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจะเกิดเป็น $Zr\text{SiO}_4$ sol ขึ้น
- 4) สำหรับการสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่ห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ $Zr\text{SiO}_4$ ทั้งสองแบบ จะใช้แกนสีที่แตกต่างกัน โดยแบบที่ 1 จะใช้แกนสีที่เป็นผง Fe_2O_3 ทางการค้า และแบบที่ 2 จะใช้แกนสีที่เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่ถูกเตรียมขึ้นในหัวข้อที่ 3.3.1 โดยทั้งสองแบบจะชั่งผงแกนสี 2 กรัม และ CTAB 0.16 กรัม เท่ากัน ใส่ในขวดแก้วกันกลมแบบสองคอที่บรรจุ $Zr\text{SiO}_4$ sol อยู่ แล้วปั่นกวนต่อไปอีก 2 ชั่วโมง โดยไม่ให้ความร้อน
- 5) หลังปฏิกิริยาสิ้นสุดเทสารผสมใส่จานเพาะเชื้อแล้วห่อด้วยอะลูมิเนียมฟลอยด์ จากนั้นนำมาอบให้แห้งอุณหภูมิที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 6) นำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่แห้งสนิทแล้วมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ในบรรยากาศปกติ
- 7) นำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ มาบดให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร และนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ แผนภาพการสังเคราะห์สังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ $Zr\text{SiO}_4$ แสดงดังรูปที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ ZrSiO_4

ชั่ง ZrCl_4 6 g + LiF 0.17 ใส่ลงในสารละลายผสมระหว่าง TEOS 6.7 mL + EtOH 208 mL และรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เป็น ZrSiO_4 sol

ชั่งแกนสีที่เป็น Fe_2O_3 หรือ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ 2 g + CTAB 0.16 g ใส่ลงใน ZrSiO_4 sol ที่เตรียมขึ้น และปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อบให้แห้งอุณหภูมิที่ 110°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในอากาศ (อัตราการให้ความร้อน $10^\circ\text{C}/\text{นาที่}$)

บดด้วยโกร่งบดสาร

ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$

รูปที่ 3.4 แผนภาพการสังเคราะห์ผง Fe_2O_3 ทางการค้าที่หุ้มด้วยชั้นเคลือบ ZrSiO_4
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับงานวิจัยในสาขาที่เกี่ยวข้องเท่านั้น เมื่อผู้ใดได้ไปใช้โดยไม่ขออนุญาตจากทางการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 สภาวะการสังเคราะห์ของผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$), เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$) และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$)

Pigment	Core		Shell	
	Type	Amount (g)	CTAB- SiO_2 (mM)	CTAB- $ZrSiO_4$ (mM)
Fe_2O_3	Fe_2O_3	1	-	-
$0Fe_2O_3@SiO_2$	Fe_2O_3	1	-	-
$0.2Fe_2O_3@SiO_2$	Fe_2O_3	1	0.2	-
$0.4Fe_2O_3@SiO_2$	Fe_2O_3	1	0.4	-
$1Fe_2O_3@SiO_2$	Fe_2O_3	1	1	-
$2Fe_2O_3@SiO_2$	Fe_2O_3	1	2	-
$Fe_2O_3@ZrSiO_4$	Fe_2O_3	2	-	2
$0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	$0Fe_2O_3@SiO_2$	2	-	2
$0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	$0.2Fe_2O_3@SiO_2$	2	0.2	2
$0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	$0.4Fe_2O_3@SiO_2$	2	0.4	2

3.3.3 การทดสอบความเสถียรของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนในสภาวะกรดไฮโดรคลอริก

- 1) ชั่งผงสีแดงอนินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นในแต่ละสภาวะ จำนวน 3 มิลลิกรัม ใส่หลอดเซนตริฟิวจ์
- 2) เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 3 โมลาร์ จำนวน 20 มิลลิลิตร
- 3) แช่ผงสีแดงอนินทรีย์ในสารละลายกรด HCl ที่เตรียมขึ้น เป็นระยะเวลา 2 วัน (48 ชั่วโมง)
- 4) ทำการหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน ที่ความเร็ว 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที
- 5) แยกตะกอนของผงสีแดงอนินทรีย์ทิ้งไป และนำเฉพาะชั้นสารละลายที่ได้มา ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS โดยตรวจวัดในช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้งานเฉพาะในมหาวิทยาลัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน

- 1) ตัดแผ่นยิปซัมให้เป็นรูปร่างสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 6 x 6 เซนติเมตร
- 2) ชั่งผงสีแดงอนินทรีย์ที่สังเคราะห์ขึ้นในแต่ละสภาวะ และสีน้ำขาวอะคริลิก บริษัท CAPTAIN โดยมีอัตราส่วนของผงสีแดงอนินทรีย์คิดเป็นร้อยละ 20 โดยมวลของสีน้ำขาวอะคริลิกและคนให้เข้ากันจนเกิดเป็นเนื้อสีแดง จากนั้นเติมน้ำกลั่นคิดเป็นร้อยละ 15 โดยมวลของเนื้อสีแดงที่เกิดขึ้นและผสมให้เข้ากัน
- 3) ใช้แปรงขนกระต่ายจุ่มเนื้อสีแดงแล้วทาลงบนแผ่นยิปซัม โดยทาซ้ำจนกว่าจะ得上ันความหนาของเนื้อสีแดงบนผิวแผ่นยิปซัมหนาประมาณ 0.5 มิลลิเมตร
- 4) ใช้เครื่องเป่าลมเป่าจนกว่าเนื้อสีแดงที่ทาบนแผ่นยิปซัมจะแห้ง
- 5) ติดตั้งกล่องสตูดิโอ และถ่ายภาพเนื้อสีแดงที่ทาบนแผ่นยิปซัม
- 6) นำแผ่นยิปซัมที่ทาสีไปวัดค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยเครื่อง UV-VIS-NIR ตามมาตรฐาน ASTM E903 [58] โดยวัดในช่วงความยาวคลื่น 300-2,500 นาโนเมตร และทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมด้วยเครื่องจำลองและเร่งสภาพภูมิอากาศ (weathering tester; QUV) ตามมาตรฐาน ASTM G154-06 [59] ภายใต้สภาวะรังสี UV นาน 8 ชั่วโมง และความชื้นนาน 4 ชั่วโมง

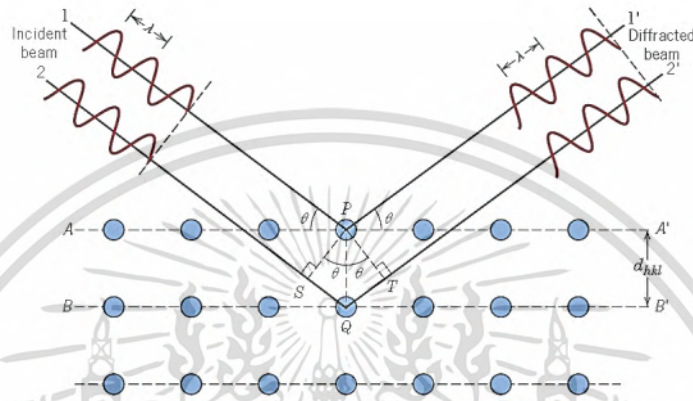
3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการตรวจสอบคุณสมบัติของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน

3.4.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาตรวจสอบโครงสร้างผลึกของวัสดุที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง XRD ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก (crystalline material) ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ เช่น การระบุวัฏภาคผลึก (crystalline phase) ความเป็นผลึก (degree of crystallinity) ปริมาณส่วนที่เป็นอสัณฐาน (amorphous content) ขนาดผลึก (crystallite size) ความสมบูรณ์ของผลึก (crystal perfection) ความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (crystal defect) และการจัดเรียงตัวของผลึก (crystal orientation) เป็นต้น [60] โดยอาศัยหลักการของแบรกก์ (Bragg's law) ที่มองโครงสร้างผลึกว่าประกอบด้วยชั้น (layer) หรือระนาบ (plane) ของอะตอม และมีระยะห่างระหว่างระนาบ (d-spacing; d) เมื่อรังสีเอ็กซ์ชุดแรกตกกระทบกับอะตอมในระนาบผลึกจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นมุมที่เท่ากับมุมตกกระทบ ในขณะที่รังสีเอ็กซ์ชุดที่สองซึ่งตกกระทบแล้วจะเกิดการเลี้ยวเบนจากอะตอมในระนาบผลึกที่อยู่ในชั้นถัดไป

เอกสารนี้โดยรังสีเอ็กซ์ชุดที่สองจะเดินทางด้วยระยะทางที่มากกว่ารังสีเอ็กซ์ชุดแรกแสดงดังรูปที่ 3.5 เป็นไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระยะทาง $SQ + QT$ ซึ่งมีค่าเท่ากับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (λ) หรือเท่ากับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์คูณด้วยเลขจำนวนเต็ม ($n\lambda$) โดยที่ระยะทาง SQ เท่ากับ QT และสามารถหาค่าของระยะ SQ ได้จากตรีโกณมิติของสามเหลี่ยม PSQ ซึ่งระยะ SQ จะเท่ากับ $d \sin \theta$ ดังนั้นความแตกต่างของระยะเดินทางของรังสีเอ็กซ์ชุดแรกกับรังสีเอ็กซ์ชุดที่สองจึงเท่ากับ $2d \sin \theta$ ทำให้สามารถอธิบายการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากโครงสร้างที่เป็นผลึกได้ [61] แสดงดังสมการที่ 3.1



รูปที่ 3.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก [62]

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

โดยที่ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (1.5406 Å ถ้าใช้ Cu $K\alpha$)

n คือ ลำดับการสะท้อน

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

θ คือ มุมที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบหรือมุมเลี้ยวเบน

ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง XRD จะออกมาในรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD pattern) ซึ่งเป็นรูปแบบเฉพาะตัวในแต่ละโครงสร้างผลึก ซึ่งสามารถนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลที่เกี่ยวข้องรวบรวมโดยองค์กร joint committee on powder diffraction หรือ JCPDS เพื่อยืนยันโครงสร้างผลึกที่ตรวจพบได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง XRD ยังสามารถนำมาคำนวณหาขนาดผลึก (crystallite size) ได้โดยใช้สมการของเดออบาย-เชอร์เรอร์ (Debye-Scherrer) แสดงดังสมการที่ 3.2 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 3.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$D = \frac{k\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta} \quad (3.2)$$

โดยที่ D คือ ขนาดผลึก

k คือ ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์มีค่าเท่ากับ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (1.5406 Å ถ้าใช้ Cu $K\alpha$)

β คือ ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงที่สูงสุดของพีก (full width half maximum; FWHM) ในหน่วยเรเดียน (radians)

θ คือ มุมของแบรกก์



รูปที่ 3.6 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [63]

3.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยโปรแกรมคำนวณตามวิธีของเรียทเวลด์ (rietveld refinement)

ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ขึ้นจะถูกนำมาตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีเรียทเวลด์ ซึ่งสามารถทำได้โดยนำข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากเครื่อง XRD ของสารตัวอย่างมาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลที่มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตรงกันมากที่สุดเท่าที่จะหาได้ ซึ่งถูกคิดค้นและพัฒนาโดยนักฟิสิกส์ชาวเนเธอร์แลนด์ที่มีชื่อว่า ฮูโก เรียทเวลด์ ตั้งแต่ปีคริสต์ศักราช 1966 เป็นต้นมา โดยในปัจจุบันสามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีเรียทเวลด์ได้จากการใช้โปรแกรมคำนวณ เช่น TOPAS, GSAS, MAUD, BGMN และ X'Pert HighScore Plus เป็นต้น ซึ่งโปรแกรมเหล่านี้จะสามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีเรียทเวลด์ได้โดยการฟิตกราฟ (curve-fitting) ระหว่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้เอกสารนี้จากเครื่อง XRD ของสารตัวอย่างและรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากฐานข้อมูลเข้าด้วยกันไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยอาศัยสมการ least-square แสดงดังสมการที่ 3.3 เพื่อประมาณค่าที่ต่ำที่สุดของฟังก์ชันต่าง ๆ (minimize; M) [64]

$$M = \sum_i W_i \left\{ Y_i^{obs} - \frac{1}{c} Y_i^{cal} \right\}^2 \quad (3.3)$$

โดยที่ Y_i^{obs} คือ ค่าความเข้มฟีกของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากสารตัวอย่าง

Y_i^{cal} คือ ค่าความเข้มฟีกของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากฐานข้อมูล

W_i คือ ค่าเฉลี่ยถ่วงน้ำหนัก (statistical weight)

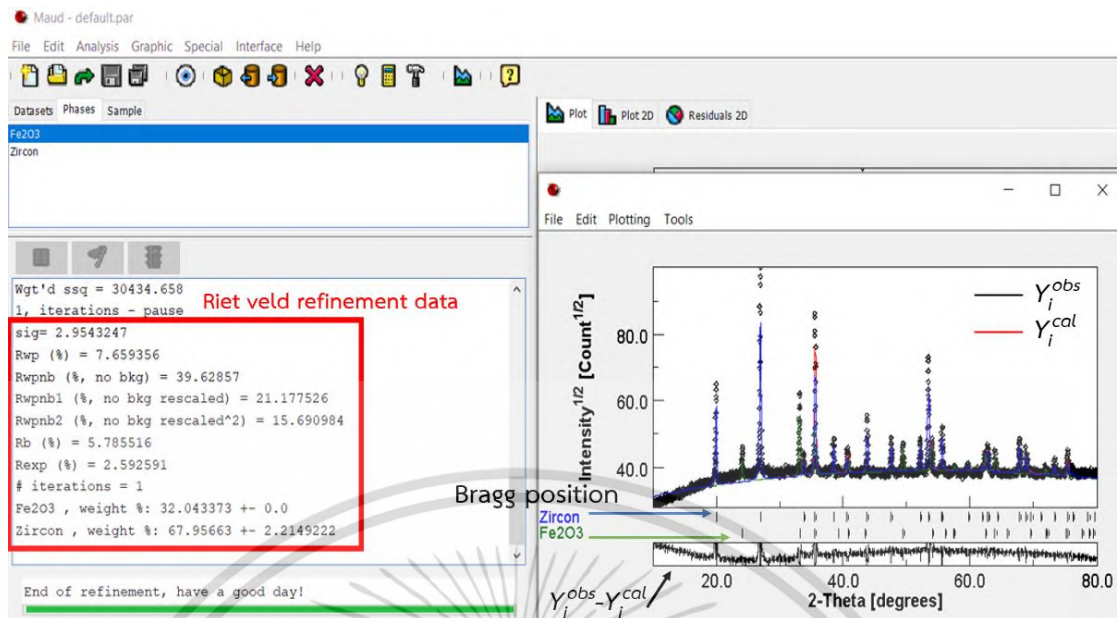
c คือ scale factor ที่ทำให้ $Y_i^{obs} = cY_i^{cal}$

หลังจากการพิตรภาพสามารถเปรียบเทียบผลของการพิตรภาพได้จากค่า R (R-factor) ทางสถิติชนิดต่าง ๆ ได้แก่

- 1) R_p คือ ค่าที่น้อยที่สุดหลังจากพิตรภาพตามสมการ least-square
- 2) R_{wp} คือ ค่าเฉลี่ยถ่วงน้ำหนักของความสูงฟีกที่อยู่เหนือ background
- 3) R_{exp} คือ ค่าประมาณที่ดีที่สุดของค่า R (residuals) จากชุดข้อมูลนั้น ๆ
- 4) R_{bragg} คือ ค่าที่ทำให้ค่า R เปลี่ยนแปลงไปตามลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึก

ซึ่งค่า R ชนิดต่าง ๆ ที่กล่าวมานี้ควรมีค่าน้อยกว่า 10 จึงจะถือว่าฐานข้อมูลที่นำมาเปรียบเทียบกับผล XRD ของสารตัวอย่างมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกัน ในขณะที่คุณภาพของกระบวนการพิตรภาพจะบอกด้วยค่า chi squared (χ^2) โดยหาได้จาก $\chi^2 = (R_{wp}/R_{exp})^2$ โดยที่ χ^2 ควรจะมีค่าน้อยกว่า 1 จึงจะถือว่ากระบวนการพิตรภาพมีคุณภาพ [65] ซึ่งข้อมูลทางโครงสร้างผลึกที่ผ่านการวิเคราะห์ตามวิธีเรียทเวลด์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ความเป็นผลึก (crystallinity) ขนาดผลึก (crystallite size) ความเครียดในโครงสร้างผลึก (microstrain) และการเคลื่อนตำแหน่งของอะตอม (atomic disorder) เป็นต้น [64] โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้โปรแกรม MAUD [66] ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีเรียทเวลด์ และอ้างอิงฐานข้อมูลจากเว็บไซต์ crystallography open database หรือ COD ที่มีการเก็บรวบรวมข้อมูลทางผลึกและรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ไว้ด้วยกัน [67] ภาพตัวอย่างการพิตรภาพตามวิธีเรียทเวลด์ผ่านโปรแกรม MAUD แสดงดังรูปที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

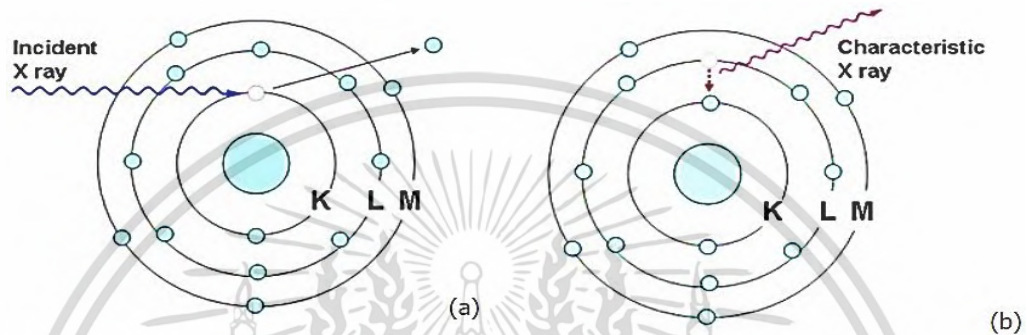


รูปที่ 3.7 ภาพตัวอย่างการฟิตกราฟตามวิธีรียทเวลด์จากโปรแกรม MAUD

3.4.3 การตรวจวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence spectrometer; XRF)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาตรวจสอบปริมาณสารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง XRF ซึ่งเป็นเครื่องมือตรวจวิเคราะห์การปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะ (characteristic X-ray emission) จากอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอ็กซ์กับวัสดุตัวอย่าง จึงสามารถระบุชนิดและปริมาณของธาตุองค์ประกอบในวัสดุตัวอย่างได้ โดยรังสีเอ็กซ์จากแหล่งกำเนิดหรือรังสีเอ็กซ์ปฐมภูมิ (primary X-ray) เมื่อเข้าสู่วัสดุตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยากับวัสดุตัวอย่าง 2 ชนิดหลัก ๆ ได้แก่ การดูดซับรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption) และการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ (X-ray scattering) ซึ่งการดูดซับรังสีเอ็กซ์จะเป็นพฤติกรรมหลักที่ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์วัสดุตัวอย่าง สำหรับหลักการของเครื่อง XRF จะอาศัยรังสีเอ็กซ์ปฐมภูมิที่ประกอบด้วยรังสีเอ็กซ์ประเภทต่อเนื่อง (continuous X-ray) และรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะ เมื่อรังสีเอ็กซ์ปฐมภูมิชนเข้ากับอะตอมของธาตุองค์ประกอบในวัสดุตัวอย่างจะทำให้อิเล็กตรอนในออร์บิทัลของธาตุองค์ประกอบเกิดการดูดซับพลังงานที่มีค่ามากกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ส่งผลให้อิเล็กตรอนดังกล่าวหลุดออกจากออร์บิทัล ซึ่งถูกเรียกว่า “โฟโตอิเล็กตรอน (photoelectron)” และเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า ปรากฏการณ์ “โฟโตอิเล็กทริก (photoelectric effect)” ตัวอย่างการเกิดโฟโตอิเล็กตรอนจากชั้น K ออร์บิทัลแสดงดังรูป 3.8 (a) ซึ่งก่อให้เกิดช่องว่างในออร์บิทัลและมีสถานะที่ไม่เสถียร ดังนั้นอิเล็กตรอนที่อยู่วงนอกจึงตกลงมาแทนที่ช่องว่างในออร์บิทัลโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกจากรังสีเอ็กซ์ทุติยภูมิ (secondary X-ray) ซึ่งเป็นรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะแสดงดังรูป 3.8 (b) โดยค่าพลังงานของรังสีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ดูแลเห็นใบใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอ็กซ์ทูดิแกรมที่ตรวจวิเคราะห์ได้จากเครื่อง XRF จะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุองค์ประกอบ แต่ไม่ขึ้นกับสภาวะทางเคมี (chemical state) ของธาตุ เนื่องจากค่าพลังงานของรังสีเอ็กซ์ทูดิแกรมดังกล่าวจะได้รับการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนภายในอะตอม (ΔE) ซึ่งค่าความแตกต่างของระดับพลังงานระหว่างออร์บิทัลของธาตุใด ๆ จะมีค่าคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงตามสภาวะทางเคมีของธาตุนั้น ดังนั้นเครื่อง XRF จึงสามารถวิเคราะห์วัสดุตัวอย่างได้ทุกประเภท [68] เครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.8 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอ็กซ์กับวัสดุตัวอย่าง (a) การเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก และ (b) การคายรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณ์ [69]



รูปที่ 3.9 เครื่องวัดอัตราการเรืองรังสีเอ็กซ์ [70]

3.4.4 การตรวจวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบและพันธะบนพื้นผิววัสดุด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี (X-ray photoelectron spectroscopy; XPS)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มาวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบและพันธะเคมีบริเวณพื้นผิวอนุภาคผงสีด้วยเครื่อง XPS ซึ่งเป็นเครื่องมือที่สามารถให้ข้อมูลทางเคมีได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ เช่น ชนิดและจำนวนธาตุองค์ประกอบ โครงสร้างทางเคมี ชนิดพันธะทางเคมี และสถานะออกซิเดชันของอะตอม เป็นต้น [71] เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่นับผูกพันหาไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยอาศัยหลักการทํางานจากกฎอนุรักษ์พลังงาน คือ พลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่กระตุ้นให้เกิดการปลดปล่อยโฟโตอิเล็กตรอน ($h\nu$) จะมีค่าเท่ากับผลรวมระหว่างค่าพลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอน (kinetic energy; E_k) ค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน (binding energy; E_b) และค่าพลังงานที่อิเล็กตรอนจะต้องสูญเสียไปเพื่อหลุดออกจากอะตอมของวัสดุหรือเวิร์คฟังก์ชัน (work function; ϕ) แสดงดังสมการที่ 3.4 [72]

$$h\nu = E_k + E_b + \phi \quad (3.4)$$

โดยที่ h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's constant = 6.626×10^{-34} J·s)

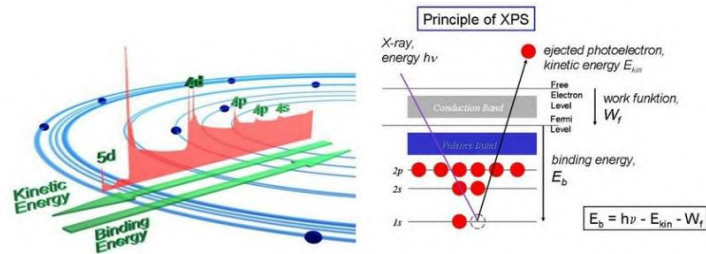
ν คือ ค่าความถี่ของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้กระตุ้น

E_k คือ ค่าพลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอน

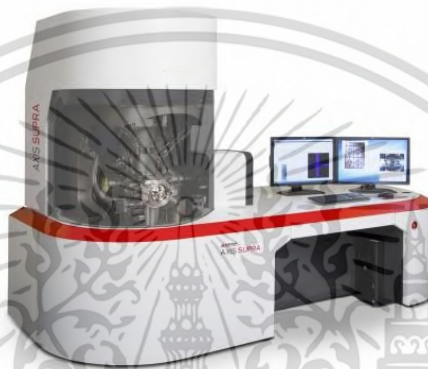
E_b คือ พลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานของอะตอม

ϕ คือ work function ของเครื่องสเปกโทรมิเตอร์ (Mg $K\alpha$ = 1,253.6 eV หรือ Al $K\alpha$ = 1,486.6 eV)

สำหรับกลไกการทํางานของเครื่อง XPS จะทํางานภายใต้ระบบสุญญากาศ โดยเริ่มจากใช้ป็นรังสีเอ็กซ์ฉายแสงในย่านรังสีเอ็กซ์ (X-ray) ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวและทราบค่าพลังงานที่แน่นอน (ค่าพลังงานของ Mg $K\alpha$ หรือ Al $K\alpha$) ลงบนพื้นผิววัสดุ จากนั้นระบบจะทำการตรวจจับและวัดค่าพลังงานจลน์ของโฟโตอิเล็กตรอนที่ได้จากการกระตุ้นอิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานให้หลุดออก โดยค่าพลังงานจลน์ที่วัดได้จากโฟโตอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะสามารถนำมาคำนวณย้อนกลับเพื่อหาค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนซึ่งเป็นค่าเฉพาะของอิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานของอะตอมในธาตุแต่ละธาตุได้ ด้วยเหตุนี้จึงสามารถระบุธาตุองค์ประกอบ และเลขออกซิเดชัน (oxidation number) หรือเลขวาเลนซ์ (valency number) บริเวณพื้นผิวของวัสดุได้ เนื่องจากเกิดการเคลื่อนของค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนเมื่ออะตอมข้างเคียงมีความแตกต่างกัน (chemical shift) [73] ภาพหลักการทํางานของเครื่อง XPS แสดงดังรูปที่ 3.10 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี XPS แสดงดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.10 หลักการทำงานของเครื่อง XPS [74]



รูปที่ 3.11 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิววัสดุเชิงเคมี XPS [75]

3.4.5 การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาวิเคราะห์ลักษณะ สัณฐานวิทยา ศึกษาบริเวณธาตุองค์ประกอบ และวัดขนาดอนุภาคผงสีด้วยกล้อง SEM ซึ่งเป็น เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา และโครงสร้างจุลภาคของวัสดุ โดยอาศัยสัญญาณที่ เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาระหว่างลำอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด และอะตอมของวัสดุตัวอย่างในการ สร้างภาพ โดยลำอิเล็กตรอนจากปืนอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งให้เคลื่อนที่ผ่านเลนส์รวม ลำแสง (condenser lens) ซึ่งเป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic lens) ซึ่งสามารถปรับขนาดของ ลำอิเล็กตรอนให้ใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ ถ้าหากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับลำ อิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็ก จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสด้วยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ให้ไปตกลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวอย่าง โดยมีขดลวดเบี่ยงเบน (deflection coil) ทำหน้าที่เบี่ยง ตำแหน่งของลำอิเล็กตรอน เพื่อให้ส่องกราดไปยังพื้นผิววัสดุตัวอย่างบริเวณต่าง ๆ [76] หลังจากลำ อิเล็กตรอนซึ่งถือเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) ถูกกราดลงบนพื้นผิววัสดุตัวอย่างจะ เกิดสัญญาณหลากหลายชนิดซึ่งสามารถจำแนกสัญญาณหลัก ๆ ที่นิยมตรวจวัดได้เป็น 3 ประเภท เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้แก่ 1). สัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ซึ่งหลุดจากอะตอมบนพื้นผิวของวัสดุตัวอย่าง สัญญาณชนิดนี้จะแสดงลักษณะของพื้นผิววัสดุตัวอย่างได้ดี 2). สัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron) ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่เกิดอันตรกิริยากับนิวเคลียสแล้ววกกลับออกมาจากวัสดุตัวอย่าง สัญญาณชนิดนี้มีประโยชน์ในการแยกความแตกต่างของธาตุองค์ประกอบในแต่ละบริเวณของภาพ และ 3). สัญญาณรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะ (characteristic X-ray) เป็นสัญญาณที่เกิดต่อเนื่องหลังจากอิเล็กตรอนในออร์บิทัลของธาตุองค์ประกอบในวัสดุตัวอย่างหลุดออกเนื่องจากการชนของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ซึ่งอิเล็กตรอนวงนอกจะตกลงมาแทนที่ช่องว่างในออร์บิทัล โดยปลดปล่อยพลังงานออกจากวัสดุตัวอย่างในรูปแบบการคายรังสีเอ็กซ์ประเภทเอกลักษณะ ซึ่งเครื่อง SEM ที่มีการติดตั้งอุปกรณ์วิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (electron dispersive X-ray spectrometer, EDX) จะสามารถตรวจวัดสัญญาณประเภทนี้ได้ ซึ่งเป็นสัญญาณที่สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของวัสดุตัวอย่างได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ [77] กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [78]

3.4.6 การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา เพื่อยืนยันการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนด้วยกล้อง TEM ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง โดยอาศัยสัญญาณที่เกิดขึ้นจากลำอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านหรือเลี้ยวเบนของวัสดุตัวอย่าง โดยลำอิเล็กตรอนจากปืนอิเล็กตรอนจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่ผ่านเลนส์รวมลำแสง ซึ่งเป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า สามารถปรับขนาดของลำอิเล็กตรอนให้ใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ อิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านวัสดุตัวอย่างจะวิ่งไปยังเลนส์ใกล้วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ปรับโฟกัสและสร้างภาพที่อินเตอร์-มีเดียตอิมเมจ (intermediate image) แล้วจะถูกขยายสัญญาณภาพด้วยเลนส์ทอดภาพ (projector) ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

lens) ลงบนฉากเรืองแสง (fluorescence screen) เกิดเป็นภาพสองมิติ [79] โดยการสร้างภาพจะมีสามชุดรูปภาพ ได้แก่ 1). ภาพพื้นหลังสว่าง (bright-field image) ซึ่งเป็นภาพถ่ายกำลังขยายสูงที่เกิดจากลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านวัสดุตัวอย่าง โดยบริเวณส่วนใหญ่ของภาพจะสว่างและมีส่วนที่มีมืดซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดการเลี้ยวเบนของลำอิเล็กตรอน 2). ภาพพื้นหลังมืด (dark-field image) ซึ่งเป็นภาพที่ได้จากการเก็บสัญญาณการเลี้ยวเบนของลำอิเล็กตรอน โดยบริเวณส่วนใหญ่ของภาพจะมืดและมีส่วนที่สว่างเป็นบริเวณที่ลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านวัสดุตัวอย่าง และ 3). ภาพจากโหมดการเลี้ยวเบน (diffraction mode) ซึ่งได้จากภาพพื้นหลังสว่างแล้วเลือกเอาเฉพาะบริเวณที่สนใจเพื่อสร้างรูปแบบการเลี้ยวเบน (selected area diffraction (SAD) pattern) ซึ่งจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนแบบต่าง ๆ เช่น รูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นจุด (spot pattern) รูปแบบการเลี้ยวเบนเป็นวงกลม (ring pattern) และรูปแบบอื่น ๆ โดยแต่ละรูปแบบการเลี้ยวเบนจะขึ้นกับโครงสร้างผลึกของวัสดุตัวอย่าง [80] กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงดังรูปที่ 3.13



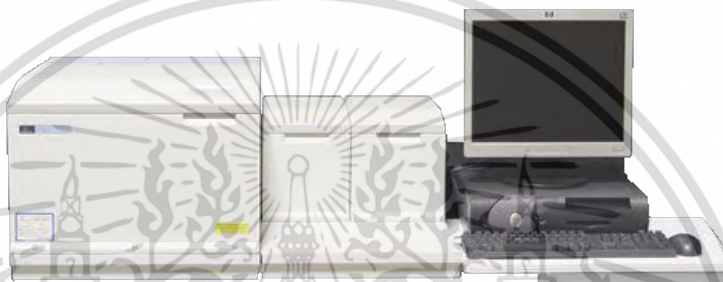
รูปที่ 3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [81]

3.4.7 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer; FT-IR)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันเพื่อยืนยันโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่อง FT-IR ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ถูกนำมาใช้ในการตรวจสอบพิสูจน์หมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล โดยสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่เป็นของแข็ง ของเหลว และก๊าซ ซึ่งอาศัยหลักการดูดกลืนแสงในช่วงรังสีอินฟราเรดที่มีเลขคลื่นตั้งแต่ $12,800-10\text{ cm}^{-1}$ โดยสามารถแบ่งย่อยได้เป็น 3 ช่วงรังสี คือ 1). รังสีอินฟราเรดย่านไกล (far infrared region) มีเลขคลื่นตั้งแต่ $200-10\text{ cm}^{-1}$ 2). รังสีอินฟราเรดย่านกลาง (middle infrared region) มีเลขคลื่นตั้งแต่ $4,000-200\text{ cm}^{-1}$ และ 3). รังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (near infrared region) มีเลขคลื่นตั้งแต่ $12,800-4,000\text{ cm}^{-1}$ [82]

เอกสารนี้เมื่อรังสีอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ ผ่านเข้าสู่สารตัวอย่างพันธะเคมีที่อยู่ในโมเลกุลของสารไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างจะดูดกลืนพลังงาน (absorption) และเกิดการสั่น (vibration) ของพันธะเคมีในรูปแบบต่าง ๆ ที่ความยาวคลื่นค่าหนึ่งข้อมูลนี้จะถูกประมวลผลด้วยระบบคอมพิวเตอร์โดยใช้สมการเชิงอนุพันธ์ที่เรียกว่าฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม (fourier transform) ซึ่งจะคำนวณพลังงานของแต่ละความยาวคลื่น และประมวลผลออกมาในรูปแบบสเปกตรัมอินฟราเรด แสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเข้มของแสงกับเลขคลื่น ซึ่งสามารถนำข้อมูลสเปกตรัมที่ได้มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลเพื่อใช้บ่งบอกชนิดของสารตัวอย่างได้ [83] เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์แสดงดังรูปที่ 3.14



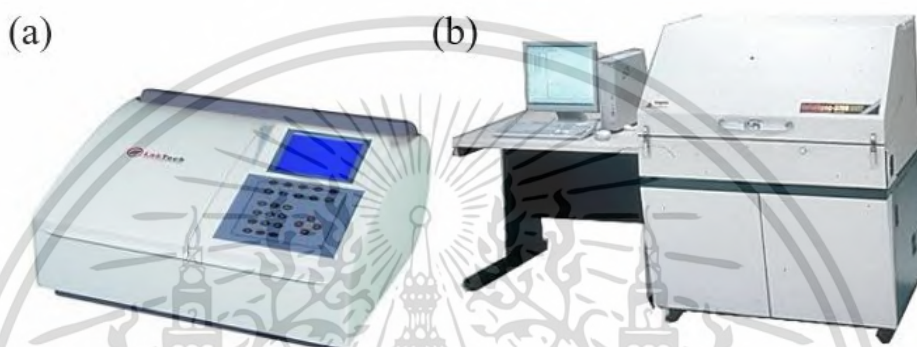
รูปที่ 3.14 เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ [84]

3.4.8 การตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิซิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และการตรวจวัดค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ด้วยเครื่องยูวี-วิซิเบิล-เอ็นไออาร์ สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS-NIR spectrophotometer; UV-VIS-NIR)

งานวิจัยนี้ได้นำสารละลายของผงสีแดงอินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนหลังผ่านการทดสอบความเสถียรในสภาวะกรด HCl มาตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS และวัดค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ของผงสีแดงที่สังเคราะห์ขึ้น และเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมด้วยเครื่อง UV-VIS-NIR โดยเครื่อง UV-VIS และ UV-VIS-NIR เป็นเครื่องมือในการวัดสเปกตรัมของแสงในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet; UV) รังสีที่ตามองเห็น (visible) และรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (near infrared; NIR) เพื่อวัดค่าการดูดกลืน (absorbance) ค่าการส่องผ่าน (transmittance) และค่าการสะท้อน (reflectance) ของแสงจากสารตัวอย่าง โดยมีหลักการทำงานที่เหมือนกัน คือ แสงจากแหล่งกำเนิดแสง (light source) จะถูกส่งไปยังโมโนโครเมเตอร์ (monochromator) ซึ่งทำหน้าที่ในการคัดเลือกแสงจากแหล่งกำเนิดแสงซึ่งเป็นพอลิโครเมติก (polychromatic) ให้เป็นแสงที่มีความยาวคลื่นเพียงค่าเดียวหรือโมโนโครเมติก (monochromatic) แล้วถูกส่งต่อไปยังสารตัวอย่าง ส่งผลให้สารตัวอย่างเกิดการดูดกลืน การส่องผ่าน และการสะท้อนของแสง ซึ่งขึ้นอยู่กับสมบัติเชิงแสงของสารตัวอย่างนั้น ๆ โดยอาศัยกฎเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law) ที่กล่าวว่า “ค่าการดูดกลืน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับว่าผิดกฎหมายไปใช้ประโยชน์อื่นใด
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสง (absorbance) ของสารตัวอย่างจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง” ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในการระบุชนิด และปริมาณของสารต่าง ๆ ที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้ โดยแสงที่เหลือหลังจากการดูดกลืน การทะลุผ่าน หรือการสะท้อนแสงของสารตัวอย่างจะถูกส่งเข้าสู่ตัวตรวจวัด (detector) ซึ่งทำหน้าที่แปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าแล้วประมวลผลด้วยระบบคอมพิวเตอร์ [85] งานวิจัยนี้ได้ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ในช่วงความยาวคลื่น 300-2,500 นาโนเมตร ตามมาตรฐาน ASTM E903 [58] เครื่อง UV-VIS และ UV-VIS-NIR แสดงดังรูปที่ 3.15

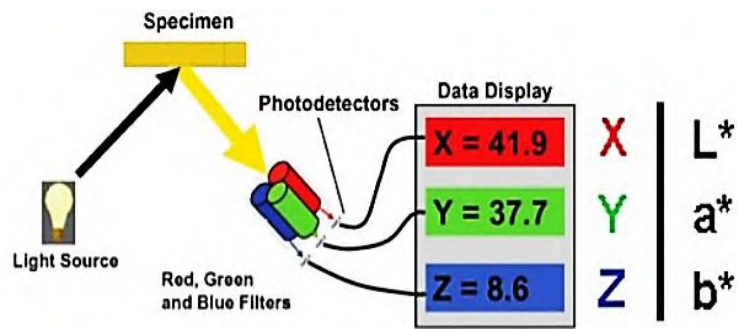


รูปที่ 3.15 เครื่อง (a) ยูวี-วิซิเบิล และ (b) ยูวี-วิซิเบิล-เอ็นไออาร์ สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [86]

3.4.9 การตรวจสอบค่าพิกัดสีด้วยเครื่องวัดสี (colorimeter)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาวัดค่าพิกัดสีด้วยเครื่องวัดสี ซึ่งเป็นอุปกรณ์ในการวัดค่าสีของวัตถุออกมาเป็นตัวเลขเพื่อใช้แทนสายตามนุษย์โดยจำลองปัจจัยต่าง ๆ ที่ทำให้มนุษย์มองเห็นสี สำหรับหลักการทำงานของเครื่องวัดสีจะอาศัยการวัดปริมาณการสะท้อนแสงของวัตถุเปรียบเทียบกับมาตรฐานอ้างอิง ซึ่งวัตถุที่มีสีแตกต่างกันเมื่อสะท้อนแสงของสีนั้นออกมาจะมีช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน โดยที่สีน้ำเงินจะมีช่วงความยาวคลื่น 430-460 นาโนเมตร สีเขียวจะมีช่วงความยาวคลื่น 500-580 นาโนเมตร และสีแดงจะมีช่วงความยาวคลื่น 620-780 นาโนเมตร สำหรับระบบการวัดสีในเครื่องวัดสีจะมีอยู่หลากหลายระบบได้แก่ ระบบ Munsell ซึ่งจะบอกค่าสีเป็น 3 ตัวแปร คือ hue value และ chroma ระบบ Tristimulus Value ซึ่งจะบอกค่าสีเป็นตัวแปร X, Y, Z และระบบ CIE-LAB ซึ่งจะบอกค่าสีเป็นตัวแปร L^* , a^* และ b^* โดยส่วนใหญ่แล้วในเครื่องมือวัดสีจะมีฟังก์ชันเปลี่ยนหน่วยดังกล่าวรวมอยู่ด้วยขึ้นอยู่กับความต้องการของผู้ทดสอบว่าต้องการวัดสีตามมาตรฐานใด [87] ภาพหลักการทำงานของเครื่องวัดสีแสดงดังรูปที่ 3.16 เครื่องวัดสีแสดงดังรูปที่ 3.17 โดยงานวิจัยนี้ได้ตรวจวัดค่าพิกัดสีของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนตามวิธีมาตรฐาน CIE-LAB L^* , a^* , b^* ในช่วงความยาวคลื่น 380-780 นาโนเมตร และคำนวณค่า ΔE , h° และ C^* ได้ดังสมการที่ 2.1 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.16 หลักการทำงานของเครื่องวัดสี [88]

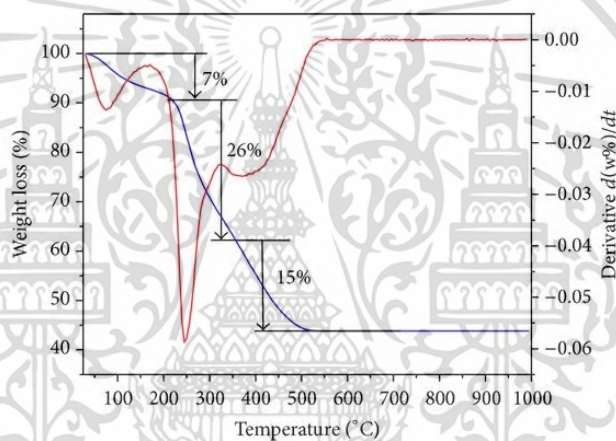


รูปที่ 3.17 เครื่องวัดค่าพิกัดสี [89]

3.4.10 การตรวจวิเคราะห์พฤติกรรมสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analyzer; TGA)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนและยังไม่ผ่านการเผาแคลไซน์มาศึกษาพฤติกรรมสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับก๊าซ การระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากเกิดการเปลี่ยนแปลงวิภูภาค (phase) การสลายตัวของวัสดุ (decomposition) การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) หรือรีดักชัน (reduction) และปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometry) เป็นต้น โดยอาศัยหลักการวิเคราะห์จากน้ำหนักของสารตัวอย่างที่เกิดการเปลี่ยนแปลง ณ อุณหภูมิจำเพาะของสารแต่ละชนิดที่เป็นองค์ประกอบภายในสารตัวอย่างที่ถูกตรวจวิเคราะห์ ซึ่งน้ำหนักที่สูญเสียนั้นอาจเกิดจากการระเหย การสลายตัว หรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ โดยขั้นตอนการนำสารตัวอย่างมาตรวจวิเคราะห์จะเริ่มจากนำสารตัวอย่างมาวางลงบนจานขนาดเล็ก (pan) ซึ่งถูกเชื่อมต่อกับเครื่องซึ่งที่มีความแม่นยำและว่องไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง ซึ่งระบบทั้งหมดจะติดตั้งอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ โดยบรรยากาศที่นิยมใช้ในการตรวจวิเคราะห์ได้แก่ อากาศ (air) ออกซิเจน (O_2) และไนโตรเจน (N_2) เป็นต้น โดยข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิเคราะห์จะได้ออกมาในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละโดยน้ำหนัก (weight loss %) ที่ลดลงของสารตัวอย่างกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้หากต้องการความแม่นยำในการตรวจวิเคราะห์สามารถนำผล TGA มาวิเคราะห์ร่วมกับเทคนิคเดริเวทีฟเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส (derivative thermogravimetric analysis; DTG) ซึ่งเป็นวิธีลากเส้นแบบอนุพันธ์ที่ให้ข้อมูลในการตรวจวิเคราะห์ในแง่ของจลนพลศาสตร์ ณ อุณหภูมิต่าง ๆ ได้เป็นอย่างดี โดย DTG จะให้ข้อมูลออกมาในรูปแบบกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสูญเสียมวล (derivative weight %) เทียบกับเวลา [90] ตัวอย่างลักษณะข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA และ DTG แสดงดังรูปที่ 3.18 เครื่องวิเคราะห์น้ำหนักเชิงความร้อนแสดงดังรูปที่ 3.19 โดยงานวิจัยนี้ได้ศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน



รูปที่ 3.18 ลักษณะข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA และ DTG [91]

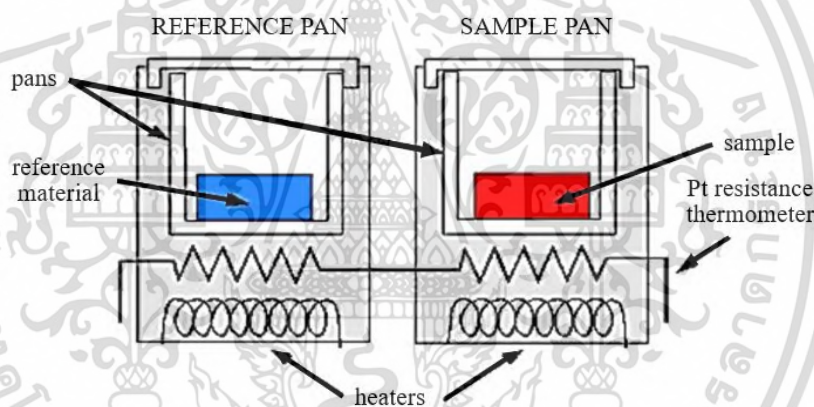


รูปที่ 3.19 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน [92]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

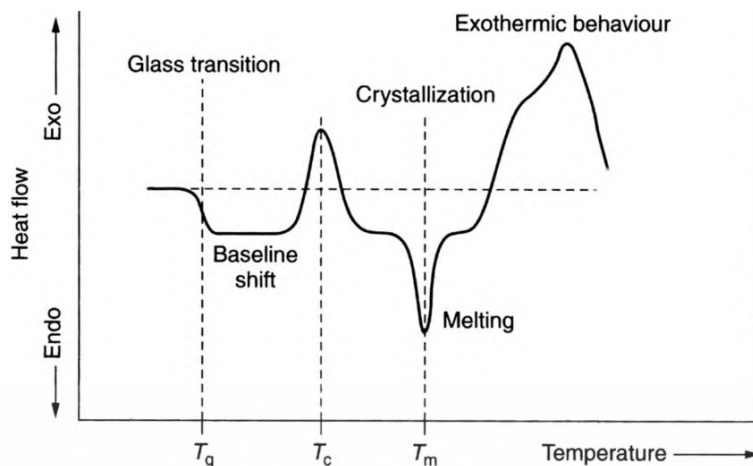
3.4.11 การตรวจวิเคราะห์การหลอมเหลว การเปลี่ยนวิภูภาค และการเปลี่ยนรูปผลึกของวัสดุ ด้วยเครื่องวัดการดูดหรือคายความร้อนของสารตัวอย่าง (differential scanning calorimeter; DSC)

งานวิจัยนี้ได้นำผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่ยังไม่ผ่านการเผาแคลไซน์มาวิเคราะห์หาอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC ซึ่งเป็นเครื่องมือที่สามารถวิเคราะห์การหลอมเหลว (melting) การตกผลึก (crystallization) การบ่มตัว (curing) และอุณหภูมิที่เปลี่ยนจากของแข็งคล้ายแก้วเป็นของแข็งคล้ายยาง (glass transition temperature; T_g) เป็นต้น โดยการทำงานของเครื่อง DSC จะเริ่มจากนำภาชนะใส่สารตัวอย่าง (sample pan) และภาชนะใช้อ้างอิง (reference pan) ซึ่งเป็นภาชนะเปล่ามาวางบนอุปกรณ์ให้ความร้อน (heater) ชนิดเดียวกันแต่มีแหล่งความร้อน (furnace) แยกกัน โดยมีเทอร์โมคัมเบิล (thermocouple) สัมผัสกับภาชนะทั้งสอง ซึ่งทำหน้าที่ควบคุมอัตราการเพิ่มความร้อนให้คงที่แก่ภาชนะทั้งสองตลอดการทดลอง [93] แผนภาพจำลองอุปกรณ์ภายในเครื่อง DSC แสดงดังรูปที่ 3.20



รูปที่ 3.20 แผนภาพแสดงอุปกรณ์ภายในเครื่อง DSC [93]

หลักการวิเคราะห์ของเครื่อง DSC จะอาศัยความแตกต่างระหว่างการถ่ายเทความร้อน (heat flow) ที่ส่งไปยังภาชนะตัวอย่างเปรียบเทียบกับภาชนะอ้างอิง โดยเครื่อง DSC จะให้ข้อมูลออกมาในรูปแบบของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างการถ่ายเทความร้อนต่อเวลา ซึ่งมีหน่วยเป็น mJ/s หรือ mW (แกน Y) กับเวลาหรืออุณหภูมิ (แกน X) และลักษณะกราฟที่ได้จะเป็นได้ทั้งการดูดความร้อน (endothermic) หรือการคายความร้อน (exothermic) ขึ้นอยู่กับพฤติกรรมทางความร้อนของสารตัวอย่งนั้น ๆ [94] ลักษณะกราฟที่ได้จากเครื่อง DSC แสดงดังรูปที่ 3.21 โดยงานวิจัยนี้นำผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ มาวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 25-1,100 องศาเซลเซียส ซึ่งมีอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนโดยมีอัตราการผ่านแก๊สไนโตรเจน 20 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 3.21 ลักษณะข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC [95]

3.4.12 การตรวจวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุในสภาวะภูมิอากาศจำลองด้วยเครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ (weathering tester; QUV)

เนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้หลังจากนำผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนมาผสมเข้ากับสีน้ำขาวอะคริลิกและทาลงบนแผ่นยิปซัมจะถูกนำมาทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงด้วยเครื่อง QUV ซึ่งเป็นเครื่องมือในการทดสอบวัสดุตัวอย่างที่สามารถจำลองสภาวะภูมิอากาศต่าง ๆ ในธรรมชาติได้ใกล้เคียงกับความเป็นจริง และสามารถทำงานภายใต้ระบบอัตโนมัติได้อย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลานาน โดยหลักการทำงานของเครื่อง QUV จะแบ่งออกเป็น 2 ระบบหลัก ได้แก่ 1) ระบบจำลองสภาวะแสง ซึ่งสามารถจำลองสภาวะแสงที่ก่อให้เกิดความเสียหายต่อวัสดุตัวอย่างจากการถูกย่อยสลายด้วยแสง (photodegradation) ได้ โดยอาศัยแหล่งกำเนิดแสงจากหลอดฟลูออเรสเซนต์ชนิด UVA-340 และ UVB-313 ที่สามารถให้แสงในช่วงความยาวคลื่น 280-400 นาโนเมตร และ 2) ระบบจำลองสภาวะความชื้น ซึ่งสามารถควบคุมการปลดปล่อยสภาวะน้ำได้ตามความต้องการ เช่น สภาวะแรงดันน้ำสูงหรือต่ำ ละอองน้ำ น้ำค้าง น้ำร้อน และน้ำเย็น เป็นต้น ด้วยเหตุนี้จึงสามารถประยุกต์ใช้งานเครื่อง QUV ในการทดสอบชิ้นงานวัสดุได้หลากหลายสภาพภูมิอากาศ และสามารถศึกษาความเสียหายต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นกับชิ้นงานวัสดุทดสอบ ได้แก่ ศึกษาการเปลี่ยนสี (color change) ความเงาที่ลดลง (gloss loss) การกลายเป็นฝุ่นผง (chalking) การแตกร้าว (cracking) การแตกลายงา (crazing) ความขุ่นมัว (hazing) การพองตัวของพื้นผิว (blistering) ความเปราะบาง (embrittlement) การสูญเสียความแข็งแรง (strength loss) การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation reaction) การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน (thermal shock) และการกัดเซาะของวัสดุตัวอย่าง เป็นต้น [96] เครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศแสดงดังรูปที่ 3.22 โดยงานวิจัยนี้ได้ทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมภายใต้รังสี UV และความชื้น เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยแบ่งเป็นการฉายรังสี UV ที่ความยาวคลื่น 340 นาโนเมตร ความเข้มแสง 0.89 วัตต์ต่อตาราง-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมตรต่อนาโนเมตร ($W/m^2/nm$) ที่อุณหภูมิตั้งที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง และผ่านไอน้ำควบแน่นที่มีอุณหภูมิตั้งที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตามมาตรฐาน ASTM G154-06 [59]



รูปที่ 3.22 เครื่องจำลองและเร่งสภาวะภูมิอากาศ [97]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

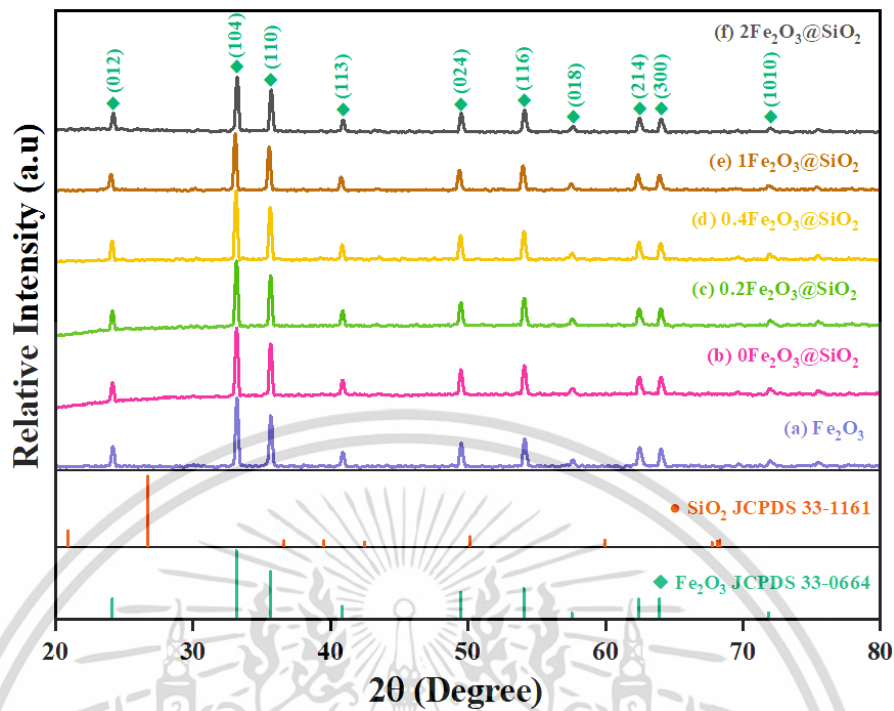
ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการศึกษาการพัฒนาผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน (core-shell structure) ซึ่งมีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (NIR-reflectivity) สูง จากเหล็กออกไซด์ทางการค้า (Fe_2O_3) ที่ผ่านกระบวนการห่อหุ้ม (encapsulation) พื้นผิวอนุภาค ด้วยซิลิกา (SiO_2) และเซอร์คอน (ZrSiO_4) โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) อันประกอบด้วยผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ สันฐานวิทยา การวัดค่าพิกัดสี และการทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ ตลอดจนการนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นสีทาตัวอาคาร

4.1 การสังเคราะห์และการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์

ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนทั้งหมดที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้จะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ 1) ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ซึ่งแสดงในหัวข้อ 4.1.1 และ 2) ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ซึ่งแสดงในหัวข้อที่ 4.1.2

4.1.1 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$) จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล โดยใช้อัตราส่วนโมลาร์ของสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันเป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่ง 2-theta (2θ) เท่ากับ 24.14, 33.15, 35.61, 40.85, 49.48, 54.09, 57.59, 62.45, 63.99 และ 71.94 ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานของเหล็กออกไซด์ (hematite; Fe_2O_3 ; JCPDS หมายเลข 33-0664) ที่มีระบบผลึกแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) และอยู่ในกลุ่มผลึก (space group) R-3c ซึ่งแสดงให้เห็นว่าหลังการห่อหุ้มอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 แล้วยังคงมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 อยู่โดยไม่ส่งผลอย่างมีนัยสำคัญต่อความเข้มและตำแหน่งของพีกที่เป็น Fe_2O_3 และไม่ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาคซิลิกา (SiO_2 ; JCPDS หมายเลข 33-1161) เนื่องจากชั้นเคลือบ SiO_2 ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลมีลักษณะเป็นอนุภาคนาโน SiO_2 ที่เป็นอสัณฐาน [98, 99] เมื่อคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยจากระนาบที่มีความเข้มพีกสูงสุด 9 พีกแรก โดยคำนวณตามสมการของเดออร์บาย-เซอร์เรอร์แสดงดังภาคผนวก ข พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 57 ± 6 นาโนเมตร ในขณะที่ทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์มีขนาดผลึกเฉลี่ยอยู่ในช่วง 52-64 นาโนเมตร

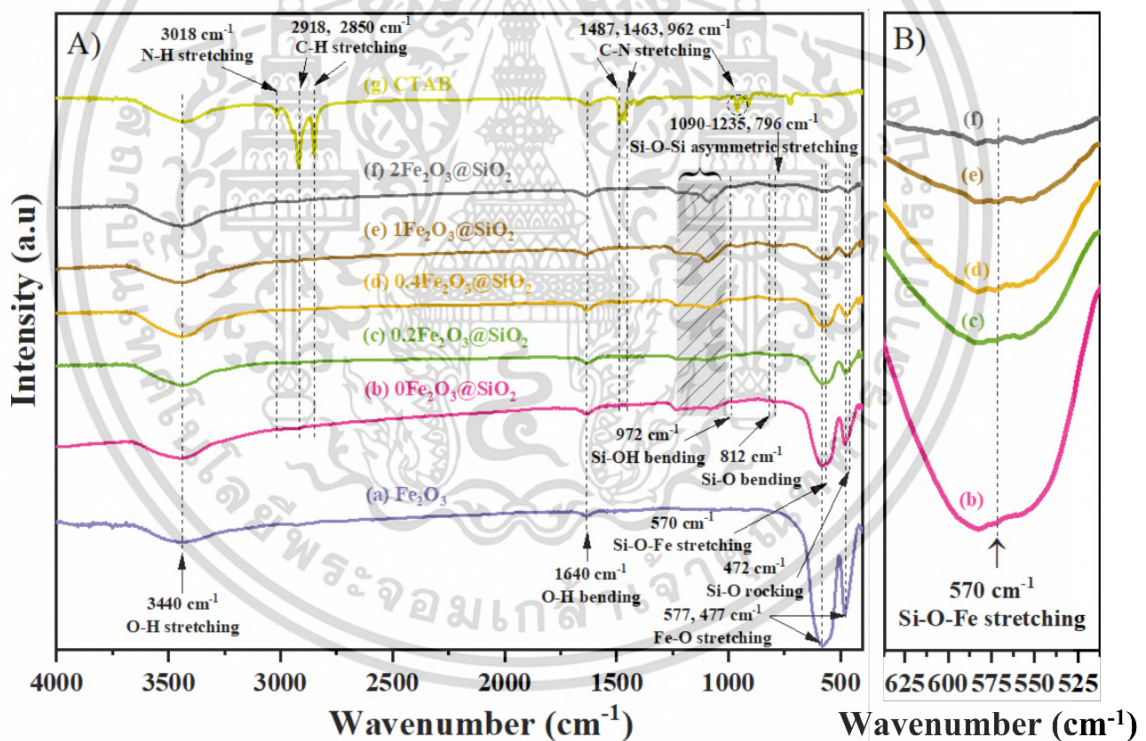
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์

จากผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างโมเลกุลของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์มีช่วงการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเลขคลื่น 577 cm^{-1} และ 477 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบยืดหด (stretching) ของพันธะ Fe-O [100, 101] ที่เกิดจากโมเลกุลของ Fe_2O_3 และมีช่วงการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเลขคลื่น $3,440\text{ cm}^{-1}$ และ $1,640\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นของพันธะแบบยืดหด และบิดงอ (bending) ของหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group; -OH) [102] ที่เกิดจากการดูดซับความชื้นทางกายภาพ (physical absorption) บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าและพื้นผิวอนุภาค $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ เมื่อพิจารณาทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีช่วงการดูดกลืนแสงที่แสดงถึงการมีอยู่ของวัสดุภาค SiO_2 ได้แก่ ที่เลขคลื่น 472 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบบิดงอในลักษณะที่เป็นการโยก (rocking) ของพันธะ Si-O, ที่เลขคลื่น 812 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบบิดงอของพันธะ Si-O, ที่เลขคลื่น 972 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบบิดงอของพันธะ Si-OH และที่ช่วงเลขคลื่น $1,090\text{-}1,235\text{ cm}^{-1}$ กับที่เลขคลื่น 796 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นที่ไม่สมมาตรแบบยืดหดของพันธะ Si-O-Si นอกจากนี้ในทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ยังพบช่วงการดูดกลืนแสงที่มีรูปแบบการสั่นเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์ใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แบบยึดหดของพันธะ Si-O-Fe ที่เลขคลื่น 570 cm^{-1} [103, 104] ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ถูกใช้เป็นแกนสึมีการสร้างพันธะโคเวเลนต์กับชั้นเคลือบ SiO_2 นอกจากนี้หากพิจารณาถึงความสัมพันธ์ที่เป็นผลมาจากความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ พบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 2 มิลลิโมลาร์ ส่งผลให้ช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับวัฏภาค SiO_2 มีแนวโน้มความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น ซึ่งสวนทางกับแนวโน้มความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 ลดลง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสาร CTAB มีส่วนช่วยในเกิดวัฏภาค SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าให้ปริมาณที่มากขึ้น [105, 106] โดยที่หากมีอัตราส่วนโมลาร์ CTAB:TEOS เพิ่มขึ้นยิ่งทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างหมู่แอมโมเนียม (ammonium: NH_3^+) ซึ่งเป็นฝั่งหัวประจุบวก (positive head group) ของสาร CTAB กับโอลิโกเมอร์ซิลิเกต (silicate oligomers) ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดร-เจล ซึ่งมีประจุเป็นลบเกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) กันมากขึ้น [52, 105, 106] ส่งผลให้เกิดเป็นชั้นเคลือบ SiO_2 มากขึ้น

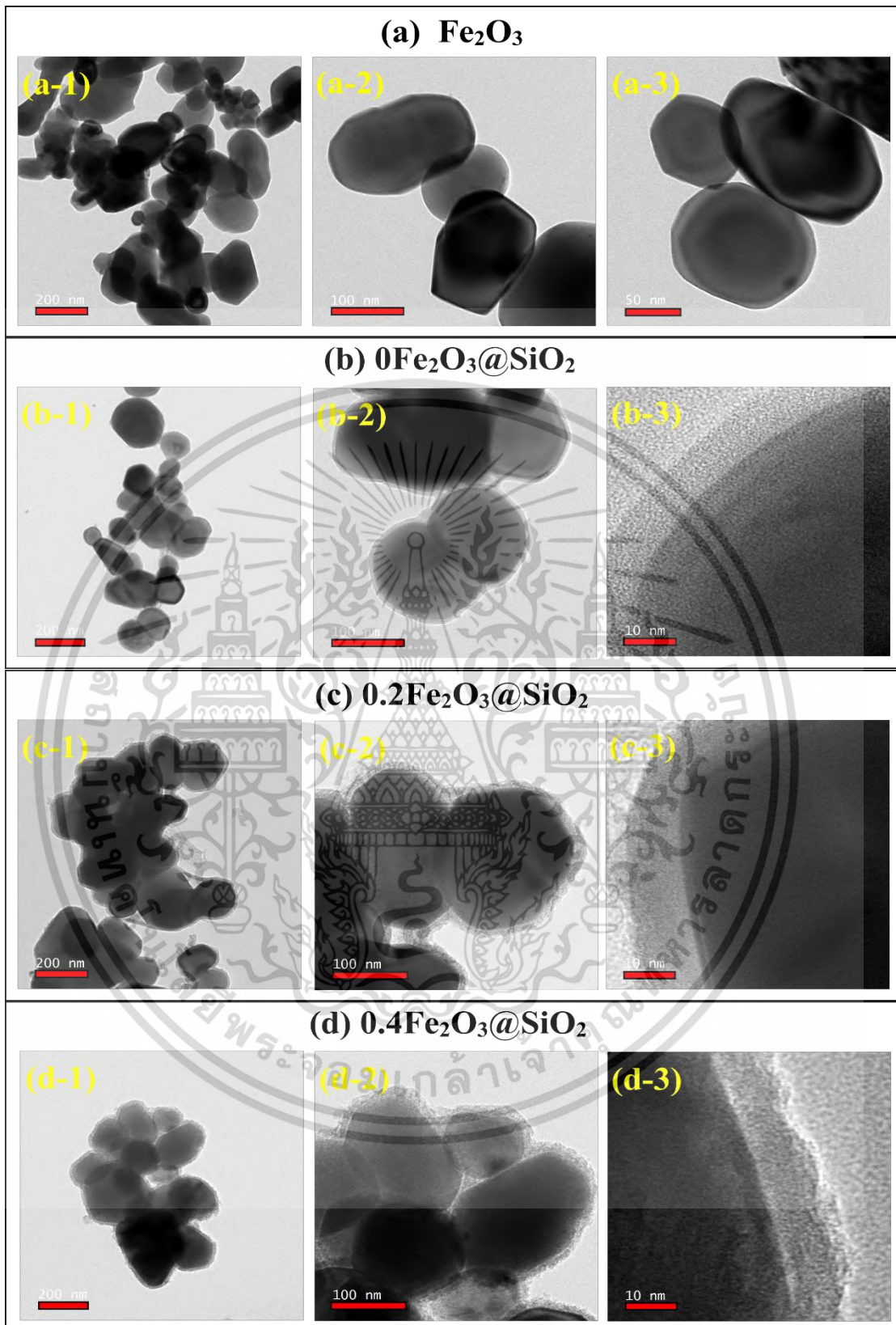


รูปที่ 4.2 A) FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชัน (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1, (f) 2 มิลลิโมลาร์ และ (g) สาร CTAB/ B) ส่วนขยาย FT-IR สเปกตรัมที่เลขคลื่น 570 cm^{-1}

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

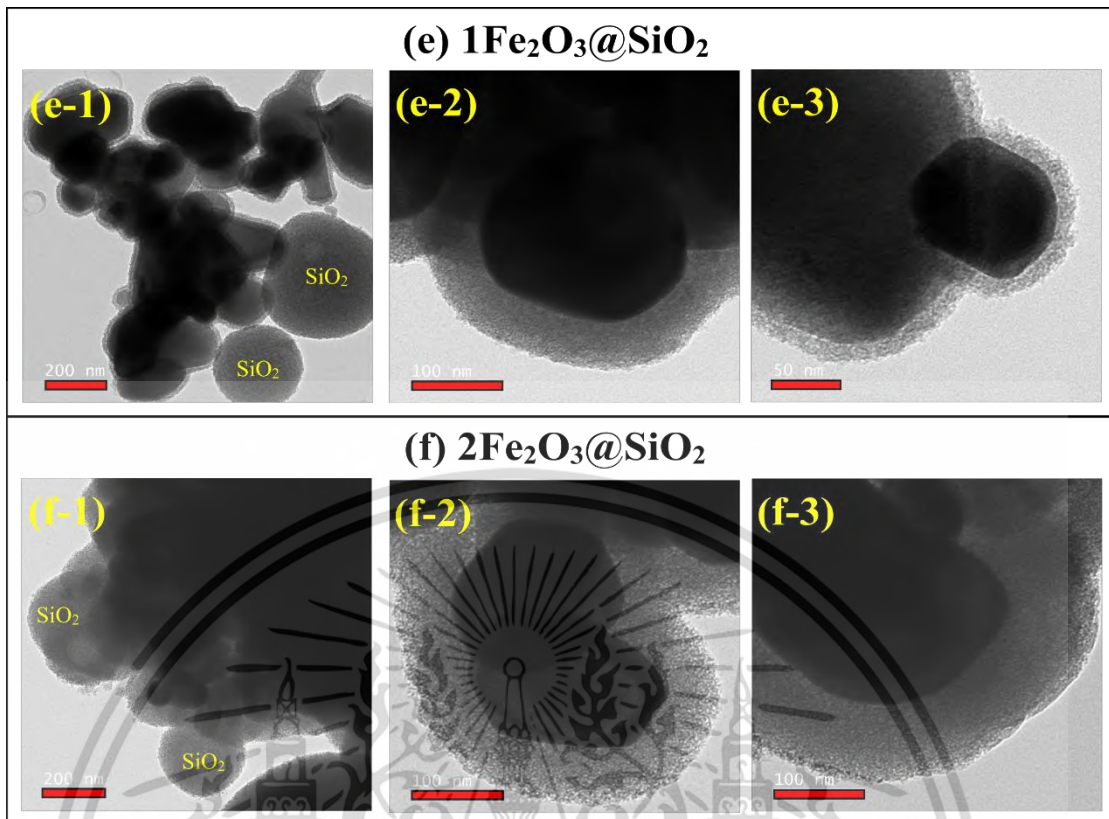
จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยกล้อง TEM แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลมที่บิดเบี้ยวโดยมีขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.15 ± 0.4 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 4.3 (a) ในขณะที่ลักษณะสัณฐานวิทยาของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ แสดงดังรูปที่ 4.3 (b)–(f) พบว่าตรงบริเวณพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 มีการก่อตัวของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่มีความสม่ำเสมอล้อมรอบอยู่ และหากพิจารณาผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ซึ่งเป็นสภาวะที่ไม่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ แสดงดังรูป 4.3 (b) สามารถสังเกตเห็นได้ว่าชั้นเคลือบ SiO_2 มีความหนาแน่นและมีขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 เท่ากับ 8 ± 0.80 นาโนเมตร แต่สำหรับสภาวะที่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ ได้แก่ ที่สภาวะ $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ แสดงดังรูปที่ 4.3 (c)–(f) พบว่าบริเวณพื้นผิวของชั้นเคลือบ SiO_2 มีรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) เกิดขึ้น และมีขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 เพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ถูกใช้ในการสังเคราะห์อย่างเห็นได้ชัด โดยรูพรุนขนาดกลางที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวชั้นเคลือบ SiO_2 เป็นผลมาจากการสลายตัวทางความร้อน (thermal decomposition) ของสาร CTAB ในระหว่างกระบวนการเผาแคลไซน์ (calcination) ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส [107] เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 กับความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ พบว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่เพิ่มขึ้น โดยขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่สภาวะ $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ มีขนาดความหนาเท่ากับ 12, 14, 54 และ 62 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.4 โดยความสัมพันธ์นี้แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ SiO_2 ที่มีขนาดความหนาเพิ่มขึ้นได้รับอิทธิพลมาจากสาร CTAB ซึ่งมีส่วนช่วยให้อนุภาค SiO_2 (SiO_2 species) ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเจลเกิดการก่อตัวจนกลายเป็นชั้นเคลือบ SiO_2 ที่มีความหนาล้อมรอบอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ได้มากขึ้น [105] นอกจากนี้ยังพบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ เกิดการแยกตัวของอนุภาค SiO_2 บางส่วนออกจากชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 แสดงดังรูปที่ 4.3 (e-1) และ 4.3 (f-1) ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลจากการก่อตัวเป็นไมเซลล์ (micelle) ของสาร CTAB เมื่อมีความเข้มข้นมากกว่าหรือเท่ากับค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ (critical micelle concentration; CMC) โดยค่า CMC ของสาร CTAB ในน้ำเท่ากับ 0.9 มิลลิโมลาร์ และในเอทานอลเท่ากับ 240 มิลลิโมลาร์ [108] ดังนั้นสาร CTAB ที่เกิดการรวมตัวกันเป็นไมเซลล์จะสามารถไปสร้างพันธะกับอนุภาค SiO_2 และเกิดเป็นอนุภาค SiO_2 ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมตามลักษณะไมเซลล์ของสาร CTAB ที่แยกตัวออกมา ด้วยเหตุนี้จึงสามารถสังเกตเห็นอนุภาค SiO_2 ทรงกลมที่แยกตัวออกจากชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 มากขึ้นเมื่อใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB เพิ่มขึ้นจาก 1 เป็น 2 มิลลิโมลาร์ ในการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

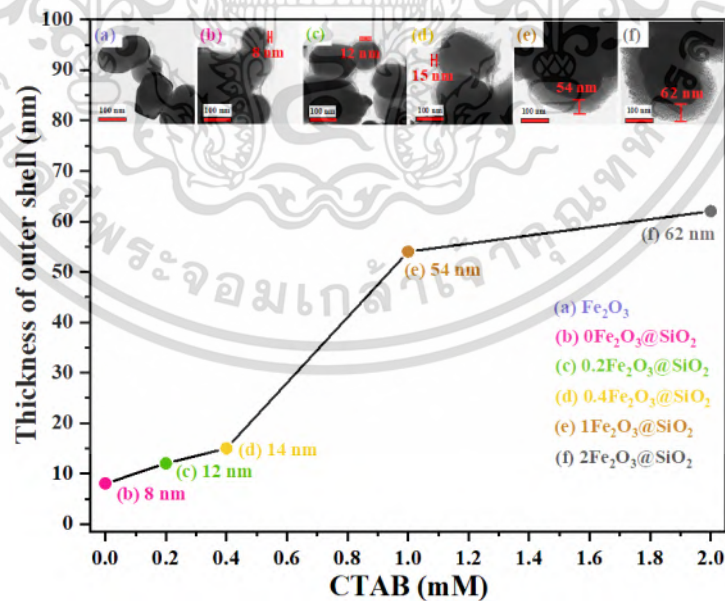


รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย TEM ของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

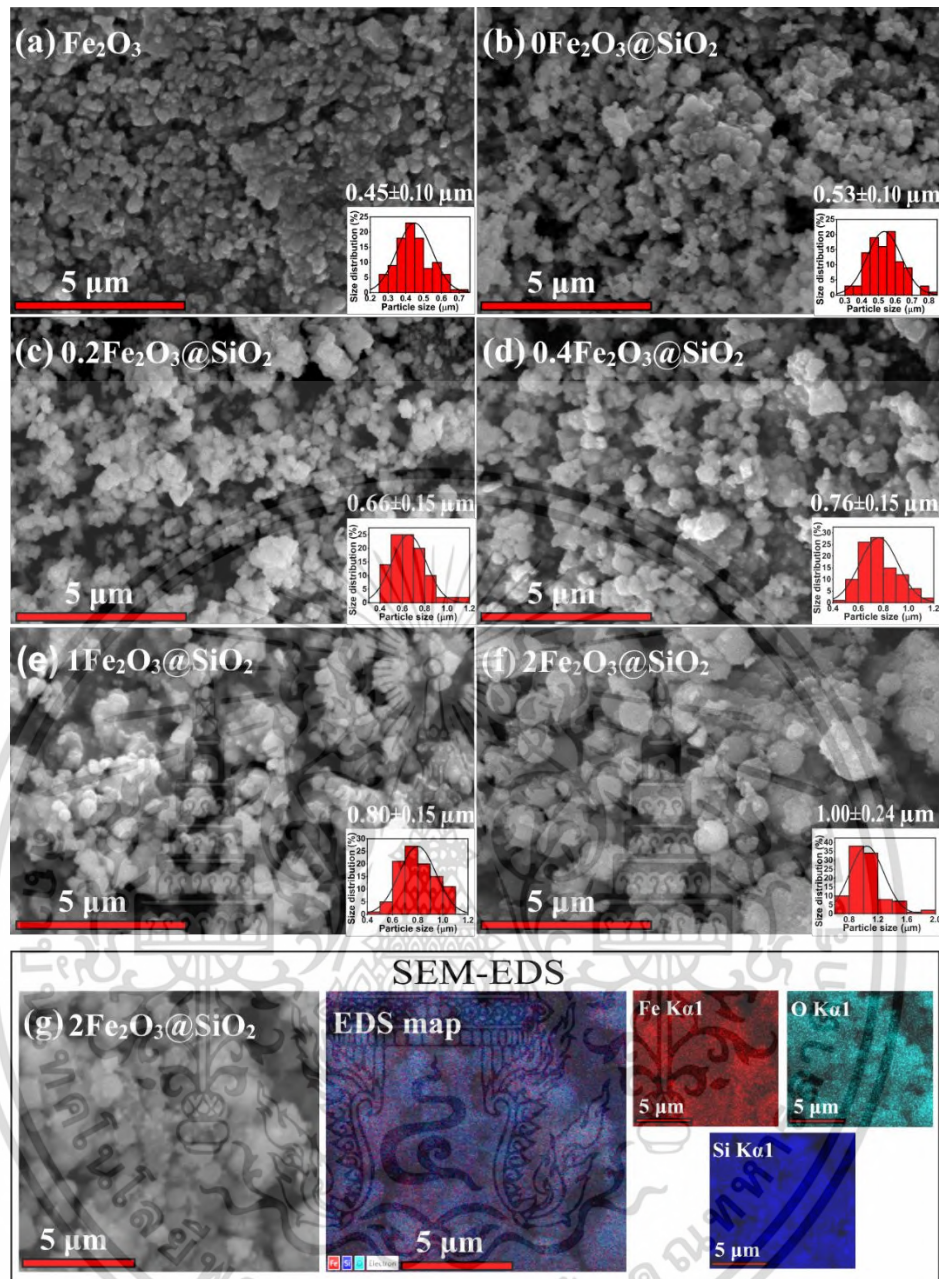


รูปที่ 4.3 (ต่อ) ภาพถ่าย TEM ของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์



รูปที่ 4.4 ขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิว (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์ เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะสัณฐานวิทยาของ Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของ $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยกล้อง SEM แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่า Fe_2O_3 ทางการค้ามีลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลมบิดเบี้ยวโดยมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.26-0.74 ไมโครเมตร และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.45 ± 0.10 ไมโครเมตร แสดงดังรูปที่ 4.5 (a) เมื่อนำ Fe_2O_3 ทางการค้ามาห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 โดยใส่สาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ ในการสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจลแสดงดังรูปที่ 4.5 (b)–(f) พบว่าขนาดและการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยที่ขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ เท่ากับ 0.53 ± 0.10 ไมโครเมตร และขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่สภาวะ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ เท่ากับ 1.00 ± 0.24 ไมโครเมตร ซึ่งผลจากภาพถ่าย SEM สอดคล้องกับผล FT-IR และผลจากภาพถ่าย TEM ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ถูกใช้ในการสังเคราะห์ และผลจากภาพถ่าย SEM-EDS ที่สภาวะ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ แสดงดังรูปที่ 4.5 (g) สามารถสังเกตเห็นว่าอนุภาคทรงกลมที่เกิดขึ้นมีธาตุองค์ประกอบที่เป็นซิลิกอน (silicon; Si) สูงกว่าตำแหน่งอื่น ๆ ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่ใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB สูงเกินค่า CMC ก่อให้เกิดเป็นอนุภาค SiO_2 ทรงกลมแยกตัวออกมาจากชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3

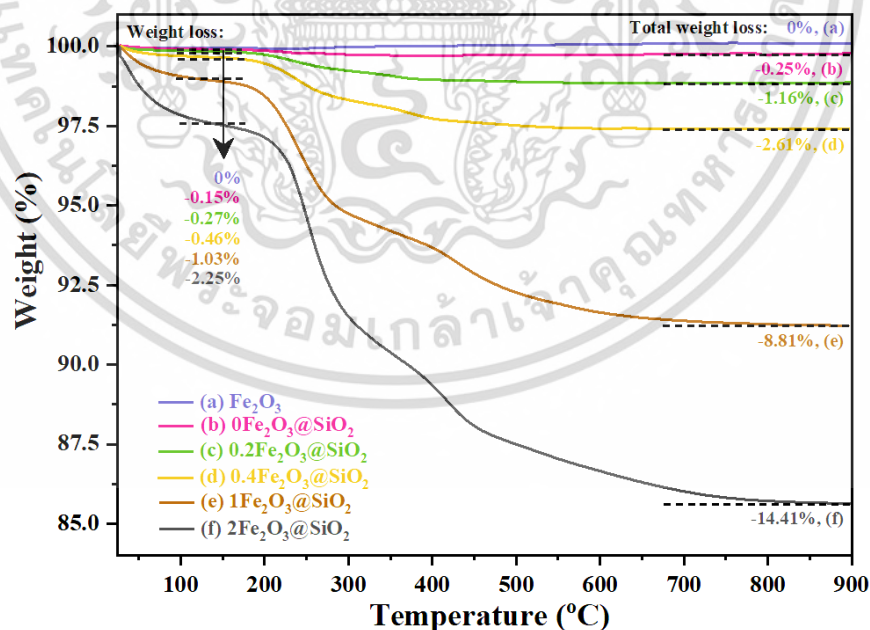


รูปที่ 4.5 ภาพถ่าย SEM แทรกกราฟการกระจายตัวขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์ และภาพถ่าย SEM-EDS ที่สภาวะ (g) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$

จากการศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ก่อนเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง TGA โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้า (กราฟ (a)) ไม่เกิดการสลายตัวทางความร้อน ณ อุณหภูมิใด ๆ ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ (กราฟ (b)) ซึ่งเป็นสภาวะที่สังเคราะห์โดยไม่ใส่สาร CTAB พบว่าเกิดการสลายตัวทาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิอนุญาตให้นำไปเผยแพร่ในสื่ออื่นใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความร้อนสุทธิ (total weight loss) เท่ากับร้อยละ 0.25 ซึ่งเป็นผลมาจากการระเหยของน้ำที่ดูดซับบนพื้นผิวและปฏิกิริยาการกำจัดหมู่ไฮดรอกซิล (dehydroxylation) ในโมเลกุลหมู่อซิลานอล (silanol; Si-OH) บนพื้นผิวอนุภาค $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ [109] เมื่อพิจารณาผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ (กราฟ (c)-(f)) พบว่ามีการสลายตัวทางความร้อนทั้งหมดสองช่วง โดยในช่วงแรกเกิดการสลายตัวทางความร้อนระหว่างอุณหภูมิ 25-200 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลจากการระเหยของน้ำที่ถูกดูดซับบนพื้นผิว การระเหยของน้ำจากปฏิกิริยาการดึงน้ำออกในโมเลกุลหมู่อซิลานอล และการระเหยของน้ำที่อยู่ในโครงสร้างรูพรุนขนาดกลางของชั้นเคลือบ SiO_2 [7, 109] จากช่วงแรกของการสลายตัวทางความร้อนสามารถสังเกตเห็นได้ว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่มีขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 มากยิ่งมีการสูญเสียน้ำหนักจากการสลายตัวทางความร้อนมากขึ้นตามไปด้วย โดยในช่วงที่สองเกิดการสลายตัวทางความร้อนระหว่างอุณหภูมิ 200-550 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากการสลายตัวของหมู่เอมีน (amine group) และสายโซ่แอลคิล (alkyl chain) ของสาร CTAB ที่อยู่ในโครงข่ายสามมิติของชั้นเคลือบ SiO_2 (Si-O-Si framework) [110, 111] จากผล TGA พบว่าปริมาณน้ำหนักสุทธิที่สูญเสียหลังเกิดการสลายตัวทางความร้อน ณ อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ในผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ มีการสูญเสียน้ำหนักสุทธิทางความร้อน ณ อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เท่ากับร้อยละ 1.16, 2.61, 8.81 และ 14.41 ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ถูกใช้ในการสังเคราะห์



รูปที่ 4.6 TGA สเปกตร้าของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น (b) 0, (c) 0.2, (d) 0.4, (e) 1 และ (f) 2 มิลลิโมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบออกไซด์ของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF แสดงดังตารางที่ 4.1 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีสารประกอบออกไซด์ที่เป็น Fe_2O_3 เท่ากับร้อยละ 99.7 โดยมวล และมีสารเจือปนที่เป็นแมงกานีสออกไซด์ (MnO) เท่ากับร้อยละ 0.3 โดยมวล เมื่อนำผง Fe_2O_3 ทางการค้ามาห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 โดยสังเคราะห์จากสาร CTAB ที่มีความเข้มข้นเป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ พบว่ามีปริมาณสารประกอบออกไซด์ที่เป็น Fe_2O_3 ลดลง ซึ่งมีร้อยละโดยมวลอยู่ในช่วง 37.4-96.3 และมีสารประกอบออกไซด์ที่เป็น SiO_2 แทรกเข้ามา ซึ่งมีร้อยละโดยมวลอยู่ในช่วง 3.46-62.6 ทำให้สังเกตเห็นได้ว่าปริมาณสารประกอบออกไซด์ที่เป็น SiO_2 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ซึ่งสวนทางกับปริมาณสารประกอบออกไซด์ที่เป็น Fe_2O_3 และ MnO มีแนวโน้มลดลงเมื่อใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น จากผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบออกไซด์ในทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์แสดงให้เห็นว่าความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่ก่อตัวบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 สามารถควบคุมได้จากการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสาร CTAB ในปฏิกิริยาไฮล-เจล

ตารางที่ 4.1 ปริมาณสารประกอบออกไซด์ในผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

Pigment	Oxide compound (wt%)		
	Fe_2O_3	SiO_2	MnO
Fe_2O_3	99.7	-	0.3
$0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$	96.3	3.5	0.3
$0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$	94.0	5.7	0.3
$0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$	82.2	17.6	0.2
$1\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$	68.9	30.9	0.2
$2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$	37.3	62.6	0.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษากลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ สามารถแบ่งกลไกการสังเคราะห์ที่ได้เป็น 2 กลไก แสดงดังรูปที่ 4.7 ได้แก่

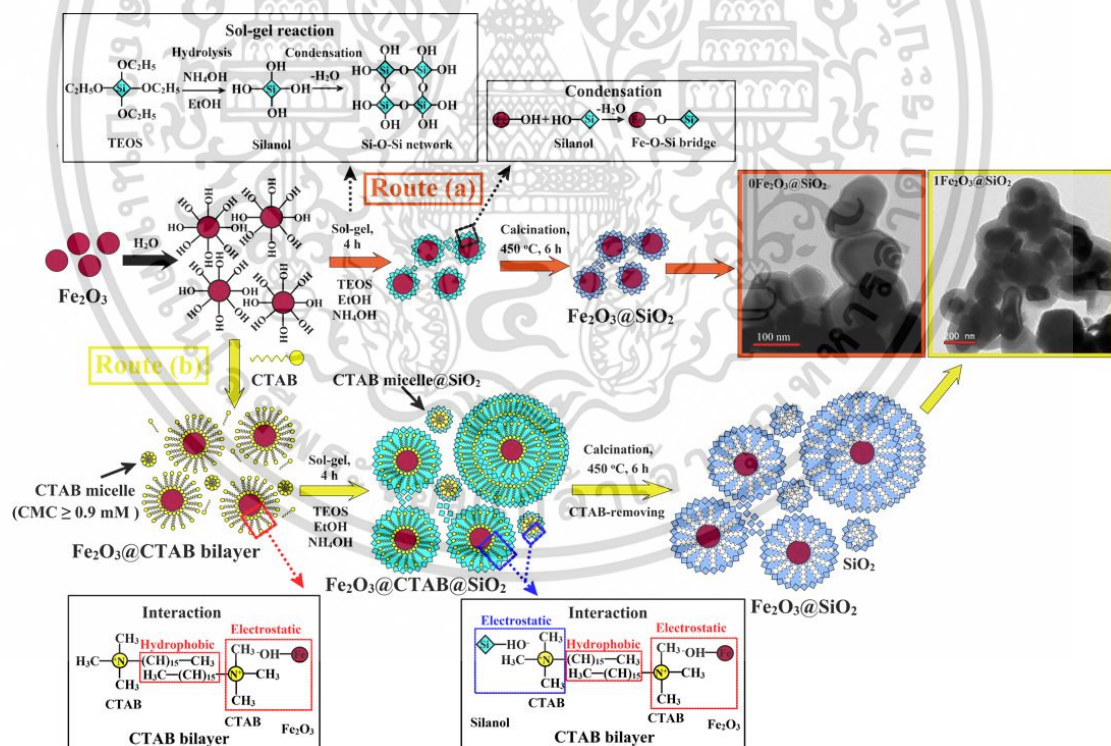
- 1) กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่ไม่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ ได้แก่ สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ซึ่งเป็นไปตาม route (a)
- 2) กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ ได้แก่ สภาวะ $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ซึ่งเป็นไปตาม route (b)

สำหรับกลไกใน route (a) จะเริ่มจากการนำผง Fe_2O_3 ทางการค้ามากระจายตัวในน้ำกลั่น ซึ่งก่อให้เกิดการดูดซับของหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group; -OH) ขึ้นบริเวณพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้า ในขณะที่ซิลิกาโซลจะถูกสังเคราะห์ขึ้นจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสาร TEOS ในสารละลายผสมระหว่างน้ำกลั่นกับเอทานอล ซึ่งมีการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตหมู่ไฮดรอกซิลไอออน (OH) เกิดเป็นสารมัธยันตร์ (intermediate) ของ $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_{4-n}(\text{OH})_n$ ซึ่งสารมัธยันตร์ที่เกิดขึ้นสามารถเกิดปฏิกิริยาควบแน่น (condensation) กันเองจนกลายมาเป็นโครงข่ายสามมิติของสารประกอบซิลอกเซน (siloxane network; Si-O-Si bridges) โดยมีผลพลอยได้ (by product) เป็นเอทานอลและน้ำ [112] เมื่อนำสารผสมที่มีผง Fe_2O_3 ทางการค้ามาผสมเข้ากับสารประกอบซิลอกเซนส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันระหว่างหมู่ฟังก์ชันซิลานอล (silanol; Si-OH) ในโครงข่ายสามมิติของสารประกอบซิลอกเซนกับหมู่ไฮดรอกซิลที่กำลังดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าก่อให้เกิดการเชื่อมต่อกันของพันธะ Fe-O-Si ขึ้นหลังจากที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเสร็จสมบูรณ์จะนำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จึงจะได้ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ซึ่งเป็นสภาวะที่ไม่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์

สำหรับกลไกใน route (b) จะมีความซับซ้อนของกลไกการสังเคราะห์มากยิ่งขึ้น เนื่องจากมีการเกิดปฏิกิริยาร่วมกันระหว่างอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้า สาร CTAB และอนุภาค SiO_2 โดยกลไกการสังเคราะห์เริ่มด้วยการปรับปรุงพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าด้วยสาร CTAB ซึ่งทำหน้าที่เพิ่มความเสถียรภาพ (stabilizing) ให้กับพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้า [113] โดยที่โมเลกุลของสาร CTAB จะหันฝั่งหัวที่มีประจุบวก (NH_3^+) เข้าหาประจุลบของหมู่ไฮดรอกซิลไอออนที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าด้วยแรงทางไฟฟ้าสถิต ในขณะที่ฝั่งหางของโมเลกุลสาร CTAB ที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน และมีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำจะเกิดการรวมตัวเข้ากับฝั่งหางของสาร CTAB อีกโมเลกุลหนึ่ง ส่งผลให้เกิดเป็นผนังของสาร CTAB แบบสองชั้น (CTAB bilayer) [114] ที่กำลังดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้า ในขณะที่อนุภาคซิลิกาเกิด (SiO₄ species) จะถูกสังเคราะห์ขึ้นจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสาร TEOS และเกิดปฏิกิริยาควบแน่นของสายโซ่ซิลอกเซนจนเกิดเป็นไฮโดรไลซิสที่หมู่ไฮดรอกซิลของสาร TEOS และเกิดปฏิกิริยาควบแน่นของสายโซ่ซิลอกเซนจนเกิดเป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานานาชาติ เมื่อผู้ใดเห็น ใบแจ้งประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิลิเกตที่มีประจุลบ (SiO_4^{4-}) เมื่อนำสารผสมที่มีอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่ถูกปรับสภาพพื้นผิวด้วยสาร CTAB แบบสองชั้นมาผสมเข้ากับอนุภาค SiO_4 ที่ได้จากปฏิกิริยาโซล-เจลจะก่อให้เกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิต [115] โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างสาร CTAB แบบสองชั้นกับอนุภาค SiO_4 สามารถเกิดซ้ำต่อไปได้เรื่อย ๆ จนกลายมาเป็นความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ดังนั้นความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าสามารถเพิ่มขึ้นได้ตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ถูกใช้ในการสังเคราะห์ สำหรับกรณีการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่ใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB มากกว่า 0.9 มิลลิโมลาร์ ซึ่งเกินค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดเป็นไมเซลล์ของสาร CTAB ในน้ำ อันได้แก่ ที่สภาวะ $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ จะเกิดการแยกตัวของอนุภาค SiO_2 ทรงกลมออกจากชั้นเคลือบ SiO_2 เนื่องจากไมเซลล์ของสาร CTAB ที่เกิดขึ้นสามารถใช้ผิंहั่วที่มีประจุเป็นบวกสร้างพันธะกับอนุภาค SiO_4 ที่มีประจุเป็นลบจนกลายมาเป็นอนุภาค SiO_2 ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมตามลักษณะไมเซลล์ของสาร CTAB ที่แยกตัวออกมา หลังจากปฏิกิริยาโซล-เจลเสร็จสมบูรณ์สารผสมที่ได้จะถูกนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อเป็นการกำจัดสาร CTAB ออกจากโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนและได้เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ซึ่งเป็นสภาวะที่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์



รูปที่ 4.7 กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์โดย (a) route ไม่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์ และ (b) route ที่ใส่สาร CTAB ในการสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

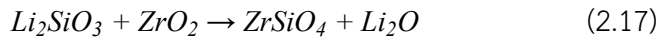
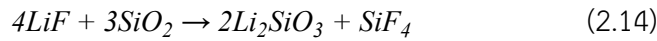
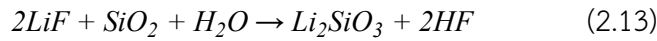
4.1.2 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน

($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$) และเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$)

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนชั้นเคลือบบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าจากชั้นเคลือบ SiO_2 มาเป็นชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ที่ส่งผลต่อโครงสร้างผลึก ลักษณะสัญญาณวิทยา ค่าพิคตส์ ค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ และความเสถียรของอนุภาคผงสี โดยแบ่งการสังเคราะห์ออกเป็น 2 แบบ ได้แก่ 1) แบบที่เคลือบ ZrSiO_4 ลงบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าโดยตรง ซึ่งได้เป็นผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และ 2) แบบที่เคลือบ ZrSiO_4 ทับลงบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ทางการค้าที่มีชั้นเคลือบ SiO_2 อยู่ก่อนแล้ว โดยนำผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ มาใช้เป็นแกนสี ซึ่งเป็นสภาวะที่ใช้ความเข้มข้นสาร CTAB ในการสังเคราะห์ต่ำกว่าค่า CMC ในน้ำและไม่เกิดการแยกตัวของอนุภาค SiO_2 ทรงกลมออกจากชั้นเคลือบ SiO_2 นำมาห่อหุ้มอีกชั้นด้วย ZrSiO_4 เกิดเป็นผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่มีสภาวะดังนี้ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ตามลำดับ

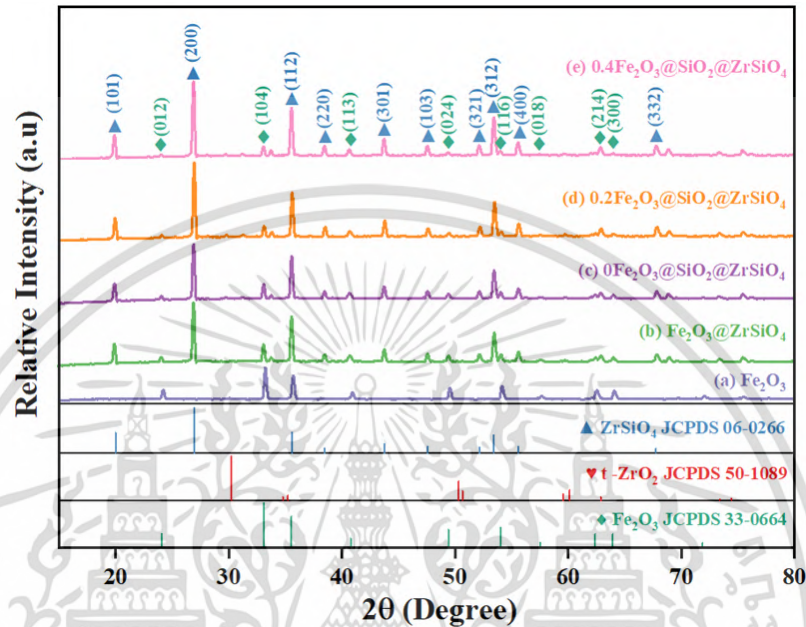
จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าผงสีทั้งสองแบบมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 24.14, 33.15, 40.85, 49.48, 54.09, 57.59, 62.45, และ 63.99 ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานของเหล็กออกไซด์ (hematite; Fe_2O_3 ; JCPDS หมายเลข 33-0664) แสดงให้เห็นว่าผงสีทั้งสองแบบหลังจากถูกห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ ZrSiO_4 แล้วยังคงมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 อยู่ ในขณะที่เดียวกันจะไม่ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับไฟล์มาตรฐานของซิลิกา (SiO_2 ; JCPDS หมายเลข 33-1161) และเตตระโกนอลเซอร์โคเนีย (t- ZrO_2 ; JCPDS หมายเลข 65-1024) แต่ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับไฟล์มาตรฐานของเซอร์คอน (ZrSiO_4 ; JCPDS หมายเลข 06-0266) ที่มีระบบผลึกแบบเตตระโกนอลและอยู่ในกลุ่มผลึก I41/amd ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 20.01, 26.98, 35.63, 38.51, 43.78, 47.62, 52.20, 53.48, 55.62 และ 67.80 แสดงให้เห็นว่าทุกสภาวะการสังเคราะห์ของผงสีทั้งสองแบบมีชั้นเคลือบ ZrSiO_4 เกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาค SiO_2 อัดแน่นที่ได้จากสาร TEOS ในปฏิกิริยาโซล-เจล และ/หรือชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่ถูกใช้เป็นแกนสีทำปฏิกิริยากับสารลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) เกิดเป็นสารมัธยันตร์ลิเทียมซิลิเกต (Li_2SiO_3) และแก๊สซิลิกอนเตตระฟลูออไรด์ (SiF_4) เกิดขึ้นและเข้าทำปฏิกิริยากับอนุภาค ZrO_2 ที่ได้จากสาร ZrCl_4 ในปฏิกิริยาโซล-เจล จึงก่อเกิดเป็นวัฏภาค ZrSiO_4 ที่สมบูรณ์เมื่อถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ 2.13-2.17 [49, 50]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เมื่อพิจารณาความเข้มฟลักของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ (กราฟ (b)) และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ (กราฟ (c)-(e)) พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ มีความเข้มฟลักของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ ซึ่งเป็นผลมาจากขั้นตอนการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณแกนสีจำนวน 2 กรัมเท่ากัน ซึ่งผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ สังเคราะห์โดยใช้แกนสีจากผง Fe_2O_3 ทางการค้าโดยตรง ในขณะที่ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ใช้แกนสีจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ดังนั้นเมื่อใช้แกนสีในน้ำหนักที่เท่าทำให้ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ มีวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ ด้วยเหตุนี้ความเข้มฟลักที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ จึงมีแนวโน้มลดลงตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน เมื่อพิจารณาที่ความเข้มฟลักของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ มีความเข้มฟลักที่ตรงกับวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ต่ำกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ เนื่องจากการสังเคราะห์โครงสร้างผลึก $Zr\text{SiO}_4$ จำเป็นต้องอาศัยสารมัธยันตร์ Li_2SiO_3 และแก๊ส SiF_4 ทำปฏิกิริยากับ ZrO_2 แสดงดังสมการที่ 2.15-2.17 โดยทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีแกนสีที่เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ซึ่งชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิว Fe_2O_3 ทำหน้าที่เป็นชั้นบัฟเฟอร์ (buffer) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสาร LiF แล้วเกิดเป็นสารมัธยันตร์ Li_2SiO_3 และแก๊ส SiF_4 ได้ อีกทั้งชั้นเคลือบ SiO_2 ยังมีส่วนช่วยชะลอแก๊ส SiF_4 ที่เกิดขึ้นไม่ให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนก่อนที่จะแพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับวัฏภาค ZrO_2 แล้วเกิดเป็นวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ด้วยเหตุนี้ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ ซึ่งไม่มีชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 ในแกนสี จึงมีโอกาสเกิดเป็นสารมัธยันตร์ Li_2SiO_3 และแก๊ส SiF_4 ได้น้อย อีกทั้งยังมีโอกาสที่แก๊ส SiF_4 จะเกิดการสลายตัวทางความร้อนก่อนเข้าทำปฏิกิริยากับวัฏภาค ZrO_2 [49, 50] ส่งผลให้มีวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ เกิดขึ้นน้อยกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ในขณะที่เดียวกันผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่มีชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 ที่มีความหนามากขึ้นจะเกิดเป็นวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ได้เยอะขึ้นตามไปด้วย เมื่อคำนวณหาขนาดผลึกตามสมการของเดออบาย-เชอร์เรอร์ ซึ่งวิธีการคำนวณแสดงดังภาคผนวก ข พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ มีขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 63 ± 3 นาโนเมตร โดยมีขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 เท่ากับ 61 ± 3 นาโนเมตร และขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น $Zr\text{SiO}_4$ เท่ากับ 64 ± 3 นาโนเมตร ในเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ผ่านการยินยอมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

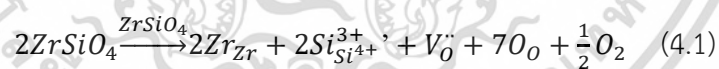
ขณะเดียวกันผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ มีขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 62 ± 3 , 64 ± 3 และ 63 ± 3 นาโนเมตร โดยมีขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 เท่ากับ 61 ± 5 , 60 ± 3 และ 60 ± 0 นาโนเมตร และมีขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น ZrSiO_4 เท่ากับ 62 ± 2 , 64 ± 2 และ 63 ± 3 นาโน-เมตร ตามลำดับ



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ (c) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (d) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (e) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$

เมื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของวัฏภาค ZrSiO_4 ที่ได้จากผล XRD ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ด้วยวิธีเรียทเวลด์ (rietveld refinement) [65] โดยทำการฟิตกราฟ (curve-fitting) ระหว่างไฟล์มาตรฐาน (crystallographic information file; CIF) ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 (ZrSiO_4 ; COD ID หมายเลข 9000684) ที่มีระบบผลึกแบบเตตระโกนอลและอยู่ในกลุ่มผลึก I41/amd [116] และไฟล์มาตรฐานของโครงสร้างผลึก Fe_2O_3 (Fe_2O_3 ; COD ID หมายเลข 2101168) ที่มีระบบผลึกแบบรอมโบอีดริลและอยู่ในกลุ่มผลึก R-3C มาฟิตกราฟกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากผงทั้งสองแบบผ่านโปรแกรม Maud [66] โดยค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ปริมาตรหน่วยเซลล์ (volume) ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 และอัตราส่วนร้อยละโดยมวลของวัฏภาคที่เป็นองค์ประกอบ รวมถึงค่าปัจจัยที่บ่งบอกคุณภาพของการฟิตกราฟ (R_w , R_{exp} และ GOF) แสดงดังตารางที่ 4.2 จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ตามวิธีเรียทเวลด์ พบว่าไฟล์มาตรฐานของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ที่มีระบบผลึกแบบเตตระโกนอล (แกน $a=b\neq c$ และเอกซารี่มุมทุกมุม=90°) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a เท่ากับ b เท่ากับ 6.6027 อังสตรอม และ c เท่ากับ 10.6027 อังสตรอม ซึ่งค่าเหล่านี้ไม่ตรงกับค่าที่รายงานในเอกสารที่นำมาใช้ ซึ่งอาจเกิดจากการที่โครงสร้างผลึกของวัฏภาค ZrSiO_4 ในตัวอย่างที่ศึกษาอาจมีการบิดเบือนหรือมีการเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.9794 อังสตรอม ซึ่งคำนวณหาปริมาตรหน่วยเซลล์ได้เท่ากับ 260.6773 ลูกบาศก์อังสตรอม ในขณะที่โครงสร้าง $ZrSiO_4$ ที่วิเคราะห์ได้จากผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a เท่ากับ b เท่ากับ 6.6031 อังสตรอม และ c เท่ากับ 5.9799 อังสตรอม ซึ่งมีปริมาตรหน่วยเซลล์เท่ากับ 260.7323 ลูกบาศก์อังสตรอม และโครงสร้าง $ZrSiO_4$ ที่วิเคราะห์ได้จากทุกสภาวะของผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ a เท่ากับ b อยู่ในช่วง 6.6039-6.6042 อังสตรอม และ c อยู่ในช่วง 5.9805-5.9811 อังสตรอม ซึ่งมีปริมาตรหน่วยเซลล์อยู่ในช่วง 260.8183-260.8410 ลูกบาศก์อังสตรอม ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่าผลทั้งสองแบบมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์และปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้าง $ZrSiO_4$ สูงกว่าไฟล์มาตรฐานโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ เกิดจุดบกพร่อง (defect) ขึ้น โดยมีไอออน Si^{3+} และช่องว่างออกซิเจน (oxygen vacancy; V_O) เกิดขึ้นภายในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ แสดงดังสมการที่ 4.1 [ดัดแปลงจาก [131]] ด้วยเหตุนี้อนุภาค Fe_2O_3 บางส่วนที่เป็นแกนสีจึงสามารถเกิดการแพร่ของไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ที่อยู่ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ได้ แสดงดังสมการที่ 4.2 [ดัดแปลงจาก [131]] โดยที่ไอออน Fe^{2+} ซึ่งมีเลขโคออร์ดิเนชัน (coordination number) เท่ากับ 4 มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.63 อังสตรอม และไอออน Fe^{3+} ซึ่งมีเลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 6 มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.645 อังสตรอม [118] เมื่อเข้าไปแทนที่ในตำแหน่งไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ซึ่งมีเลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 4 มีรัศมีไอออนเท่ากับ 0.26 อังสตรอม [118] ส่งผลทำให้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์และปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ของผงสีทั้งสองแบบเพิ่มสูงขึ้น แต่ปริมาตรหน่วยเซลล์ที่สูงขึ้นจะสูงขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากการเผาแคลไซน์และการแทนที่ของไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ด้วยไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} จะทำให้เกิดช่องว่างออกซิเจนเกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 4.1 และ 4.2



ซึ่งช่องว่างออกซิเจนที่เกิดขึ้นมีผลทำให้ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ เกิดการหดตัวลงเล็กน้อย ด้วยเหตุนี้การแทนที่ของตำแหน่งไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ด้วยไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ จึงก่อให้เกิดการขยายตัวของปริมาตรหน่วยเซลล์ขึ้นเล็กน้อย [50, 57, 119] ถ้าหากเปรียบเทียบปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ที่ตรวจวิเคราะห์ได้จากผงสีทั้งสองแบบ พบว่าผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ มีปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ต่ำกว่าทุกสภาวะของผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ แสดงให้เห็นว่าภายในผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ เกิดการแทนที่ของตำแหน่งไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ด้วยไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ ได้น้อยกว่า เนื่องจากมีปริมาณวัฏภาคที่เป็น $ZrSiO_4$ (ร้อยละ 68.26 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยมวล) เกิดขึ้นน้อยกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ (ช่วงร้อยละ 68.92-83.52 โดยมวล) ส่งผลให้ไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} มีโอกาสเข้าไปแทนที่และอยู่ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ได้น้อยกว่า ถึงแม้ว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ มีปริมาณวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 (ร้อยละ 31.73 โดยมวล) ซึ่งสูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ (ช่วงร้อยละ 16.48-31.08 โดยมวล) ก็ตาม จากผลอัตราส่วนวัฏภาคองค์ประกอบที่ตรวจวิเคราะห์โดยวิธีเรียทเวลด พบว่ามีความสอดคล้องกับความเข้มฟีกของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ตารางที่ 4.2 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 และปริมาณวัฏภาคองค์ประกอบที่วิเคราะห์ได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ รวมถึงค่าปัจจัยที่บ่งบอกคุณภาพการฟิตกราฟตามวิธีของเรียทเวลด

Pigment	Unit cell parameter of Fe-ZrSiO_4			Compound phase		Rietveld refinement		
	a=b	c	Vol.	Fe_2O_3	ZrSiO_4	R_w	R_{exp}	GOF
	(Å)	(Å)	(Å ³)	(wt%)	(wt%)	(%)	(%)	
ZrSiO_4 (COD ID 9000684)	6.6027	5.9794	260.6773	0	100	-	-	-
$\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$	6.6031	5.9799	260.7323	31.73	68.26	6.11	2.59	2.36
$0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	6.6039	5.9811	260.8410	31.08	68.92	3.86	2.68	1.44
$0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	6.6042	5.9805	260.8403	21.14	78.86	4.79	2.98	1.61
$0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	6.6039	5.9806	260.8183	16.48	83.52	4.67	3.18	1.47

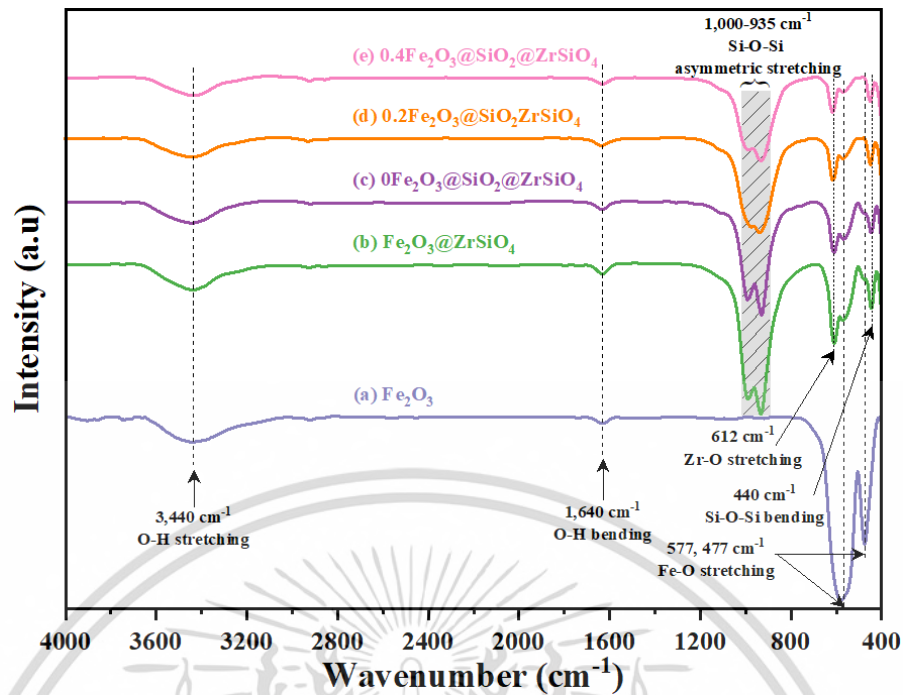
จากผลการตรวจวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างโมเลกุลของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าผงสีทั้งสองแบบมีช่วงการดูดกลืนแสงตรงกันที่ตำแหน่งเลขคลื่น 577 cm^{-1} และ 477 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบยืดหดของพันธะ Fe-O [100, 101] ที่เกิดจากโมเลกุล Fe_2O_3 และมีช่วงการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเลขคลื่น $3,440\text{ cm}^{-1}$ และ $1,640\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นของพันธะแบบยืดหด และบิดงอของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) [102] ที่เกิดจากการดูดซับความชื้นทางกายภาพบนพื้นผิวอนุภาคผงสีทั้งสองแบบ นอกจากนี้ยังพบช่วงการดูดกลืนแสง ณ ตำแหน่งต่าง ๆ ที่แสดงถึงการมีอยู่ของวัฏภาค ZrSiO_4 ได้แก่ การสั่นของโมเลกุล SiO_4 ที่เลขคลื่น $1,000-935\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นที่ไม่สมมาตรแบบยืดหดของพันธะ Si-O-Si, ที่เลขคลื่น 440 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบบิดงอของพันธะ Si-O-Si และการสั่นของโมเลกุล ZrO_8 ที่เลขคลื่น 612 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรูปแบบการสั่นแบบยืดหดของพันธะ Zr-O [119-123] เมื่อพิจารณาและเปรียบเทียบตำแหน่งการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดูดกลืนแสงของพันธะ Si-O-Si ที่เกิดขึ้นในทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์มีการสั่นของพันธะ Si-O-Si ที่ช่วงเลขคลื่น $1,090-1,235 \text{ cm}^{-1}$ แต่สำหรับผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์เกิดการเคลื่อนตำแหน่งของพันธะ Si-O-Si มาที่ช่วงเลขคลื่นต่ำลงเท่ากับ $1,000-935 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่มุมพันธะ Si-O-Si มีขนาดกว้างขึ้น อันเนื่องมาจากแทรกตัวของไอออน Zr^{4+} ในโครงข่ายสามมิติของไซลอกเซน [122] แสดงให้เห็นว่าผงสีทั้งสองแบบมีการก่อตัวของวัฏภาค ZrSiO_4 บนพื้นผิวอนุภาคแกนสี หากเปรียบเทียบความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่ได้จากผงสีทั้งสองแบบ พบว่าความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Si-O-Si, Zr-O และ Fe-O ที่ได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ มีความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ โดยแบ่งการอธิบายได้เป็น 2 กรณี ได้แก่

1) ช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Fe-O ซึ่งแสดงถึงการมีอยู่ของวัฏภาค Fe_2O_3 โดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ มีความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่ช่วงนี้สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ ซึ่งเป็นผลมาจากขั้นตอนการสังเคราะห์ผงสี โดยที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยใช้ผง Fe_2O_3 ทางการค้าเป็นแกนสี ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยใช้ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ เป็นแกนสี ด้วยเหตุนี้เมื่อใช้แกนสีในปริมาณที่เท่ากันจึงทำให้ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ มีวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ และมีแนวโน้มของวัฏภาค Fe_2O_3 ที่ลดลงตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ซึ่งจะสอดคล้องผล XRD

2) ช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Si-O-Si และ Zr-O ซึ่งแสดงถึงการมีอยู่ของวัฏภาค ZrSiO_4 โดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ มีความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงทั้งสองช่วงนี้สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ ซึ่งเป็นผลมาจากการแทรกตัวของไอออน Zr^{4+} ในโครงข่ายสามมิติของพันธะ Si-O-Si ส่งผลให้มุมพันธะของ Si-O-Si มีขนาดกว้างขึ้น โดยขนาดที่กว้างขึ้นของมุมพันธะ Si-O-Si ส่งผลทำให้ความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงลดลง และมีฐานของช่วงการดูดกลืนแสงที่กว้างมากขึ้น [122] ในขณะเดียวกันหากมีการแทรกตัวของไอออน Zr^{4+} ในโครงข่ายสามมิติของพันธะ Si-O-Si เพิ่มมากขึ้น ส่งผลทำให้ความเข้มของช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Zr-O ลดลงตามไปด้วย [122] แสดงให้เห็นว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{ZrSiO}_4$ มีวัฏภาค ZrSiO_4 เกิดขึ้นบนพื้นผิวอนุภาคแกนสีน้อยกว่าในทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ และมีแนวโน้มของวัฏภาค ZrSiO_4 ที่เพิ่มขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่เพิ่มขึ้นบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD และผลการคำนวณปริมาณวัฏภาคองค์ประกอบตามวิธีของเรียทเวลด์

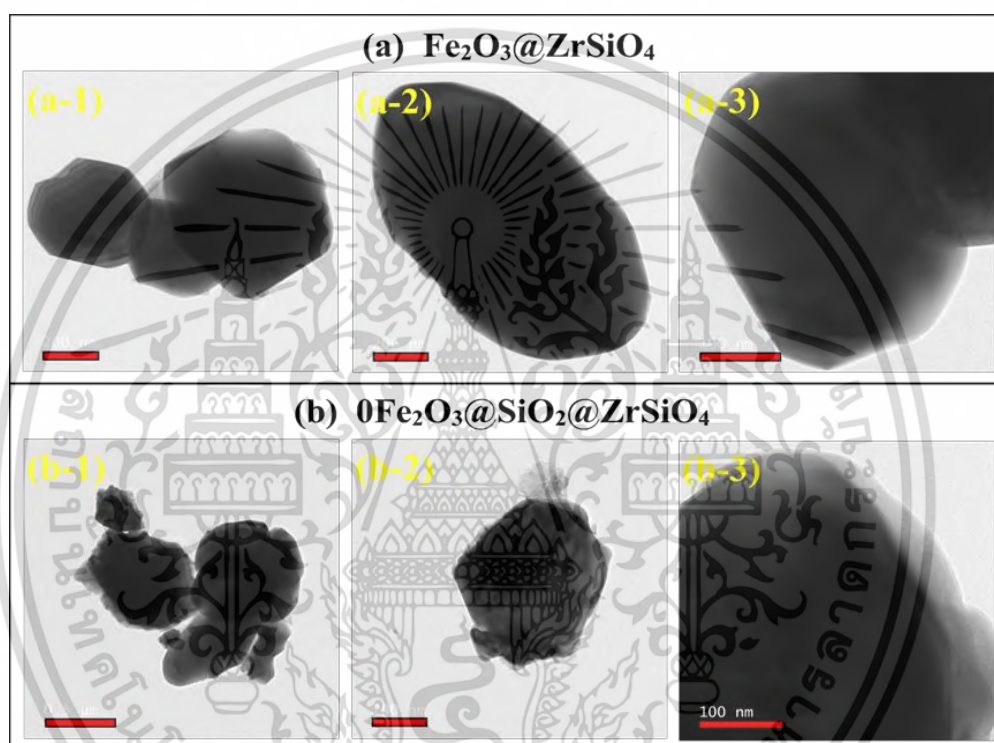


รูปที่ 4.9 FT-IR สเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันที่วิเคราะห์จาก (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ (c) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$, (d) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (e) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$

การศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยกล้อง TEM แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่าผงสีทั้งสองแบบมีลักษณะพื้นฐานวิทยาที่คล้ายคลึงกัน โดยมีลักษณะอนุภาคที่เป็นรูปทรงไม่แน่นอน (irregular shape) ขนาดใหญ่ เนื่องจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคแกนสีอยู่ภายใต้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่หนา ซึ่งเป็นผลมาจากชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบสามารถเกิดการหลอมจนกลายเป็นน้ำแก้ว (glassy phase) เมื่อถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส โดยมีสาร LiF ทำหน้าที่ลดอุณหภูมิการเผาผลาญ [124, 125] ส่งผลให้น้ำแก้ว $ZrSiO_4$ ที่เกิดขึ้นสามารถไหลเข้าไปปกปิดรูพรุนขนาดกลางที่เกิดจากการสลายตัวของสาร CTAB และไหลต่อไปยังช่องว่างระหว่างอนุภาคแกนสี จึงก่อให้เกิดการเชื่อมติดกันระหว่างอนุภาคแกนสีข้างเคียงจนกลายเป็นอนุภาคผงสีขนาดใหญ่ และสูญเสียลักษณะโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนไป ซึ่งหลังจากการเย็นตัวของน้ำแก้ว $ZrSiO_4$ อาจมีทั้งอนุภาค Fe_2O_3 บางส่วนถูกฝังตัวอยู่ในโครงสร้างผลึก $ZrSiO_4$ และอนุภาค Fe_2O_3 ที่เหลืออยู่เกิดการเกาะกลุ่มกันอยู่ภายใต้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ หากพิจารณาถึงขนาดอนุภาคของผงสีทั้งสองแบบ พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ แสดงดังรูปที่ 4.10 (a) มีแนวโน้มของขนาดอนุภาคผงสีที่เล็กกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.10 (b)-(d) อย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ใช้แกนสีที่เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ซึ่งชั้นเคลือบ SiO_2

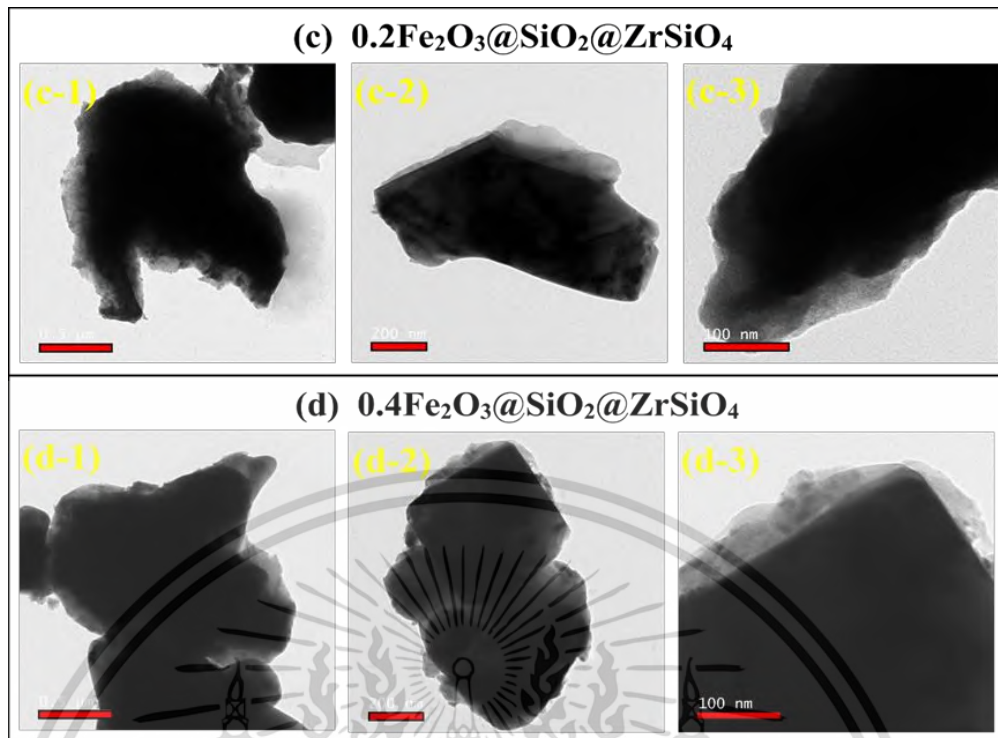
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 สามารถทำหน้าที่เป็นชั้นบัฟเฟอร์ช่วยให้สังเคราะห์วัสดุภาค ZrSiO_4 ได้ขึ้นอีกทั้งไม่สามารถสังเกตเห็นรอยต่อระหว่างชั้นเคลือบ ZrSiO_4 และชั้นเคลือบ SiO_2 ได้ แสดงให้เห็นว่ามีการหลอมรวมกันเป็นน้ำแก้วระหว่างวัสดุภาค SiO_2 กับวัสดุภาค ZrSiO_4 เข้าด้วยกัน ส่งผลให้มีปริมาณน้ำแก้วที่หลอมเหลวเกิดขึ้นเยอะกว่าเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ด้วยเหตุนี้ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์เมื่ออนุภาคผงสีเย็นตัวลงจึงมีขนาดอนุภาคผงสีใหญ่กว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และมีแนวโน้มของขนาดอนุภาคผงสีที่เพิ่มขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงสัณฐานวิทยาของ (a) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$

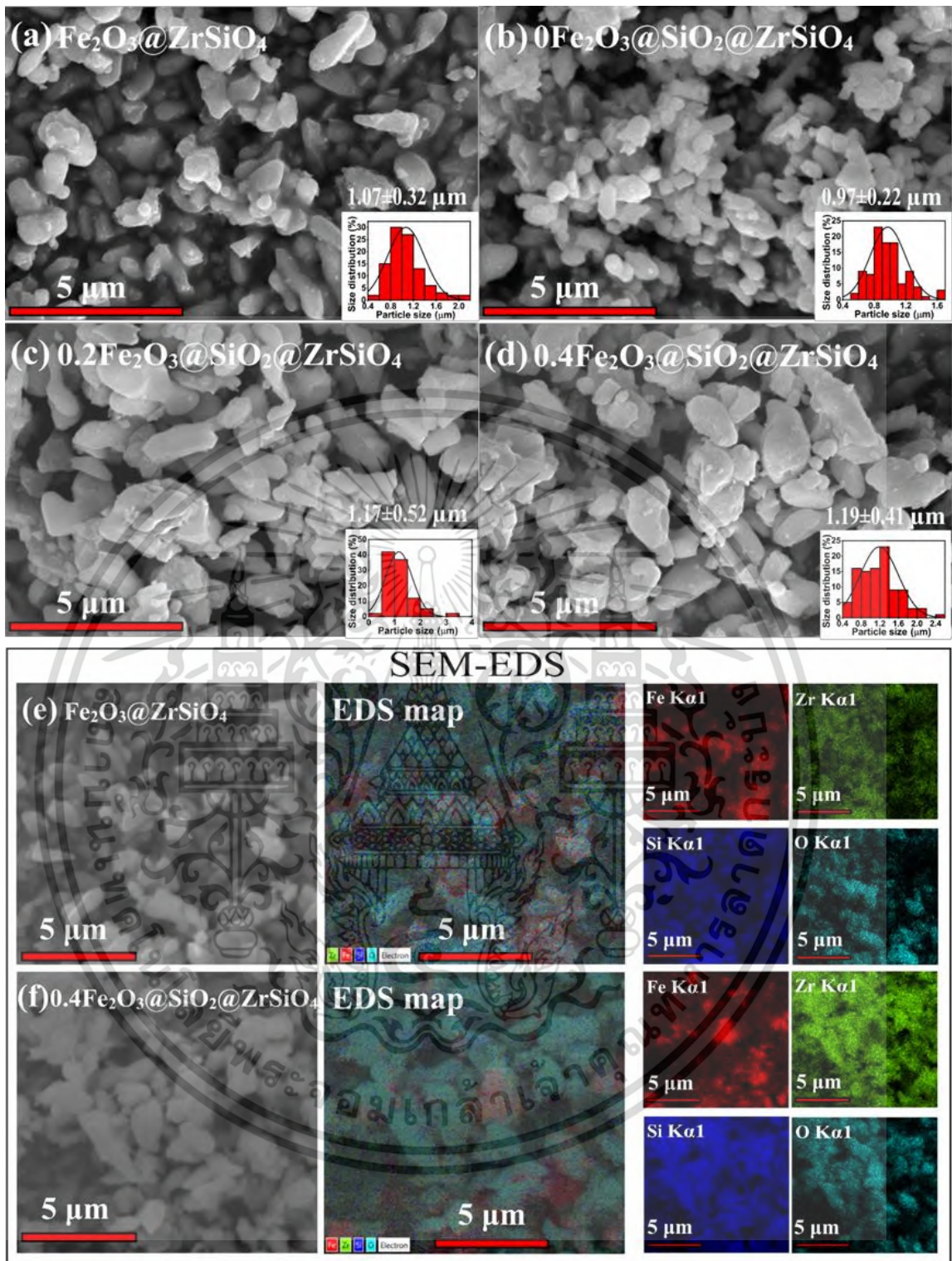
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 (ต่อ) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงสัณฐานวิทยาของ (a) $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ และ (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$

จากการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะสัณฐานวิทยาของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยกล้อง SEM แสดงดังรูปที่ 4.11 พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ แสดงดังรูปที่ 4.11 (a) มีลักษณะอนุภาคไม่แน่นอน โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 1.07 ± 0.32 ไมโครเมตร ในขณะที่ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.11 (b)-(d) มีลักษณะอนุภาคคล้ายคลึงกับผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ แต่มีขนาดอนุภาคผงสีที่ใหญ่กว่าและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี โดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.97 ± 0.22 , 1.17 ± 0.52 และ 1.19 ± 0.41 ไมโครเมตร ตามลำดับ เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM-EDS ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ แสดงดังรูปที่ 4.11 (e) และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ แสดงดังรูปที่ 4.11 (f) พบว่าแผนภาพธาตุ (EDS mapping) ที่ได้จากผงสีทั้งสองแบบสามารถสังเกตเห็นบริเวณที่เป็นธาตุเหล็ก (Fe) เกิดการเกาะกลุ่มกันอย่างชัดเจน นอกจากนี้ในแผนภาพธาตุที่เป็นของเซอร์โคเนียม (Zr) ซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ มีความเข้มของธาตุ Zr, Si และ O สูงกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ ซึ่งแสดงถึงการมีอยู่ของวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ที่

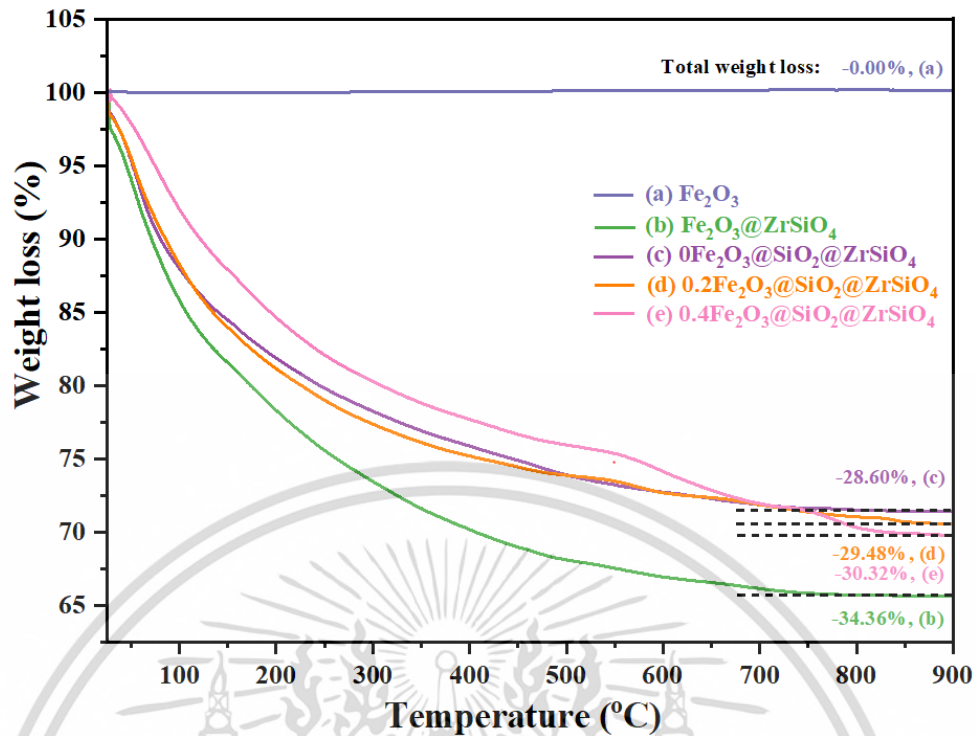
มากกว่าการที่สังวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM แทรกด้วยกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ (a) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ และ (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ / ภาพถ่าย SEM-EDS mapping ของ (e) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ (f) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ก่อนถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง TGA โดยทำการตรวจวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้า (กราฟ (a)) ไม่เกิดการสลายตัวทางความร้อน ณ อุณหภูมิใด ๆ ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ (กราฟ (b)) และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ (กราฟ (c)-(e)) มีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนสามช่วงที่ตรงกัน โดยช่วงแรกมีการสลายตัวทางความร้อนที่อุณหภูมิ 25-240 องศาเซลเซียส เนื่องจากการระเหยของน้ำที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาคผงทั้งสองแบบ และการสลายตัวของเอทานอลที่เป็นตัวทำละลาย [126] จากนั้นเกิดการสลายตัวทางความร้อนครั้งที่สองในช่วงอุณหภูมิ 240-510 องศาเซลเซียส เนื่องจากการสลายตัวของหมู่เอมีน ($-\text{NH}_2$) และสายโซ่แอลคิล ($-\text{CH}_3$) ของสาร CTAB และการระเหยของน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยากำจัดหมู่ไฮดรอกซิล ($-\text{OH}$) ในโมเลกุลซิลานอลและเซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ [110, 126] ต่อมาเกิดการสลายตัวทางความร้อนครั้งสุดท้ายที่อุณหภูมิ 510-870 องศาเซลเซียส เนื่องจากการปลดปล่อยแก๊ส SiF_4 ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างวัสดุภาค SiO_2 และสาร LiF [50, 127] โดยที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ มีร้อยละการสูญเสียน้ำหนักสุทธิเท่ากับ 34.36 โดยมวล ซึ่งสูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ เนื่องจากไม่สามารถชะลอกการระเหยของแก๊ส SiF_4 ที่เกิดขึ้นได้ เพราะไม่มีชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 อยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ส่งผลให้แก๊ส SiF_4 สลายตัวก่อนที่จะแพร่เข้าไปในโครงสร้าง ZrO_2 และเกิดเป็นโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ เกิดการสูญเสียน้ำหนักสุทธิร้อยละ 28.60, 29.48 และ 30.32 โดยมวล ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ถูกใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์ แกนสีที่เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ อาจเป็นเพราะการสลายตัวทางความร้อนของสาร CTAB ที่ถูกกำจัดออกไปได้ไม่หมดและตกค้างอยู่ในแกนสีที่เป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.6 สามารถสังเกตเห็นได้ว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ หลังผ่านอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส แล้วยังคงมีการสลายตัวทางความร้อนต่อไปได้อีก

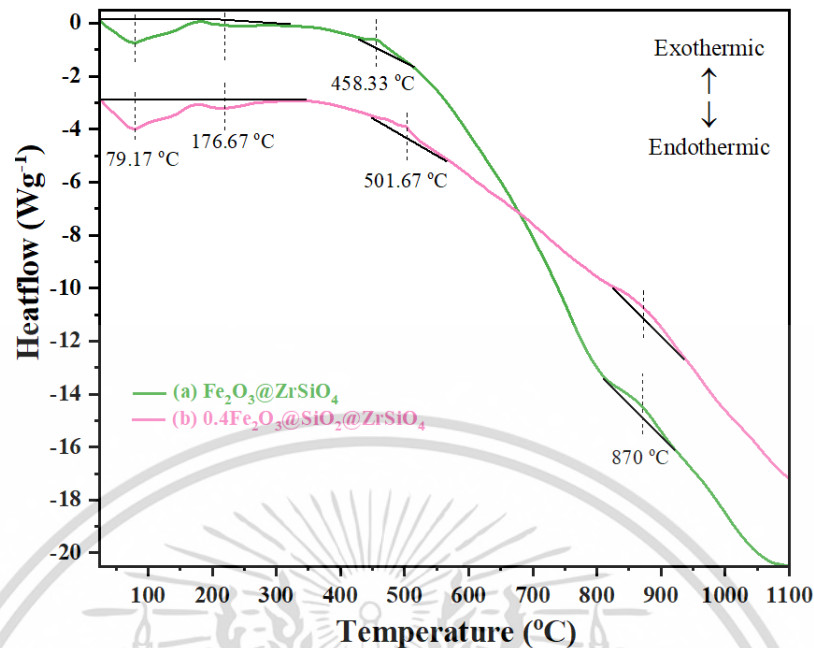
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 TGA สเปกตราแสดงพฤติกรรมสลายตัวทางความร้อน (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ (c) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$, (d) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ และ (e) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$

เพื่อความถูกต้องและแม่นยำในการตรวจวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเพิ่มขึ้น งานวิจัยนี้จึงได้นำตัวอย่างของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ มาศึกษาอุณหภูมิการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC โดยทำการตรวจวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 25-1,100 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ (กราฟ (a)) และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ (กราฟ (b)) ปรากฏช่วงการดูดความร้อน (endothermic) ที่มีลักษณะกว้าง (broad) ที่อุณหภูมิ 25-300 องศาเซลเซียส เนื่องจากการระเหยของน้ำที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาคผงสีทั้งสองแบบ การระเหยของตัวทำละลาย และสลายตัวทางความร้อนของสาร CTAB [110, 126] ต่อมาปรากฏช่วงอุณหภูมิการคายความร้อน (exothermic) ที่อุณหภูมิ 430-540 องศาเซลเซียส เนื่องจากเกิดการระเหยของน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยากำจัดหมู่ไฮดรอกซิลในโมเลกุลเซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ ส่งผลให้ในช่วงอุณหภูมินี้จะเริ่มเกิดผลึกของ ZrO_2 เกิดขึ้น [126, 128] และปรากฏช่วงอุณหภูมิการคายความร้อนที่อุณหภูมิ 800-870 องศาเซลเซียส เนื่องจากการหลอมตัว (melting) ของสาร LiF และเข้าทำปฏิกิริยากับวัฏภาค SiO_2 เกิดเป็นแก๊ส SiF_4 จากนั้นจะแพร่เข้าไปในโครงสร้าง ZrO_2 จึงเกิดเป็นโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ที่ช่วงอุณหภูมินี้ [126, 129]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 DSC สเปกตราแสดงการดูดหรือคายความร้อนของ (a) ผง Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ (c) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$

จากการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบออกไซด์ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF แสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่าผงสีทั้งสองแบบมีสารประกอบออกไซด์ที่เหมือนกันได้แก่ Fe_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 และ MnO ซึ่งเป็นสารเจือปน โดยที่ไม่พบสารประกอบออกไซด์ที่เป็น ZrSiO_4 เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่อง XRF ที่ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์จากโลหะสองชนิด (binary oxide system) ได้ในเวลาเดียว แต่สำหรับงานวิจัยนี้อาจบ่งบอกถึงการมีอยู่ของสารประกอบออกไซด์ที่เป็น ZrSiO_4 ในผงสีทั้งสองแบบได้ทางอ้อม โดยสามารถวิเคราะห์ได้จากปริมาณ ZrO_2 ที่ตรวจพบ เนื่องจากผล XRD ของผงสีทั้งสองแบบแสดงดังรูปที่ 4.8 ไม่มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรงกับวัฏภาค ZrO_2 ที่ตำแหน่ง 2θ ใด ๆ ดังนั้นจึงอนุมานได้ว่าปริมาณ ZrO_2 ที่ถูกตรวจพบด้วยเครื่อง XRF จากผงสีทั้งสองแบบเกิดจากวัฏภาค ZrSiO_4 เพียงอย่างเดียว โดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ มีปริมาณ Fe_2O_3 , SiO_2 และ ZrO_2 เท่ากับร้อยละ 30.1, 43.0 และ 26.8 โดยมวล ตามลำดับ เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ ซึ่งพบปริมาณ Fe_2O_3 อยู่ในช่วงร้อยละ 20.7-30.0 โดยมวล พบ SiO_2 อยู่ในช่วงร้อยละ 26.8-35.1 โดยมวล และพบ ZrO_2 อยู่ในช่วงร้อยละ 43.1-47.5 โดยมวล จะสังเกตเห็นว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ มีปริมาณ Fe_2O_3 และ SiO_2 ที่สูงกว่า แต่มีปริมาณ ZrO_2 น้อยกว่า แสดงให้เห็นว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ประกอบด้วยวัฏภาค ZrSiO_4 ที่น้อยกว่า แต่มีปริมาณของวัฏภาค Fe_2O_3 ที่สูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ ในขณะที่เดียวกันผงเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

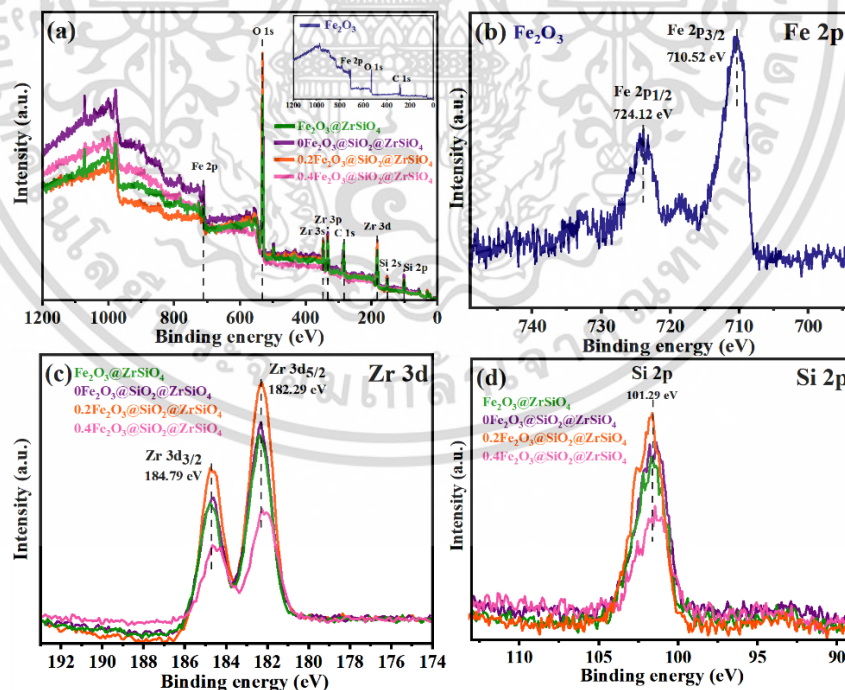
$\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ มีแนวโน้มของวัฏภาค ZrSiO_4 ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี และสวนทางกับวัฏภาค Fe_2O_3 ที่ค่อย ๆ ลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD, FT-IR, TEM, SEM และ TGA ก่อนหน้านี้

ตารางที่ 4.3 ปริมาณสารประกอบออกไซด์จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ โดยตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

Pigment	Oxide compound (wt%)			
	Fe_2O_3	SiO_2	ZrO_2	MnO
$\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$	30.1	43.0	26.8	0.1
$0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	30.0	26.8	43.1	0.1
$0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	24.1	28.3	47.5	0.1
$0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$	20.7	35.1	44.1	0.1

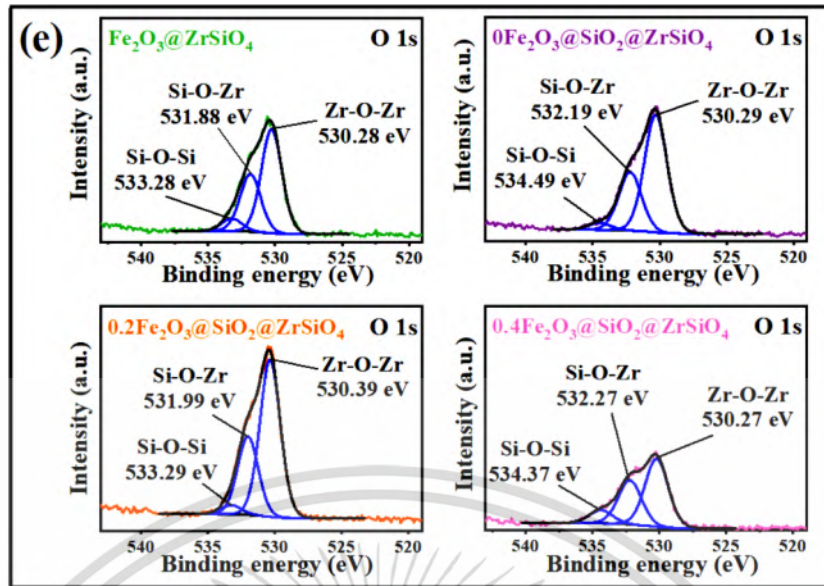
การศึกษาธาตุองค์ประกอบและพันธะบริเวณพื้นผิวอนุภาคของผงสีทั้งสองแบบด้วยเครื่อง XPS แสดงดังรูปที่ 4.14 จากผลการวิเคราะห์แบบสำรวจ (survey scan) ของผง Fe_2O_3 ทางการค้า, ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ แสดงดังรูปที่ 4.14 (a) พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้าปรากฏตำแหน่งสเปกตรัมที่ตรงกับธาตุ Fe และ O ที่เกิดจากวัฏภาค Fe_2O_3 ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ปรากฏตำแหน่งสเปกตรัมที่มีพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) เกือบจะตรงกัน โดยผงสีทั้งสองแบบปรากฏตำแหน่งสเปกตรัมที่ตรงกับธาตุ Zr, Fe, Si และ O ที่เกิดจากวัฏภาค Fe_2O_3 และ ZrSiO_4 ด้วยกันทั้งคู่ เมื่อพิจารณาเฉพาะตำแหน่งสเปกตรัมของธาตุแต่ละชนิดที่ตรวจพบจะสังเกตเห็นว่า สเปกตรัม Fe 2p ที่ได้จากผง Fe_2O_3 ทางการค้าแสดงดังรูปที่ 4.14 (b) ปรากฏพีกที่ตำแหน่งประมาณ 724.12 (Fe 2p_{1/2}) และ 710.52 (Fe 2p_{3/2}) อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเป็นพีกเอกลักษณ์ของไอออน Fe^{3+} ในโครงสร้างผลึก Fe_2O_3 [130] ในขณะที่สเปกตรัม Zr 3d ที่ได้จากผงสีสองทั้งแบบแสดงดังรูปที่ 4.14 (c) ปรากฏพีกที่มีลักษณะเป็นคู่ (doublet) อยู่ที่ตำแหน่งประมาณ 184.79 (Zr 3d_{3/2}) และ 182.29 (Zr 3d_{5/2}) อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งตรงกับ Zr 3d ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 และสเปกตรัม Si 2p ที่ได้จากผงสีทั้งสองแบบแสดงดังรูปที่ 4.14 (d) ปรากฏพีกที่มีลักษณะเป็นพีกเดี่ยว (singlet) อยู่ที่ตำแหน่งประมาณ 101.29 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งตรงกับ Si 2p ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ด้วยเช่นกัน เอกสารนี้จากสเปกตรัม Zr 3d และ Si 2p สามารถยืนยันได้ว่ามีองค์ประกอบของวัฏภาค ZrSiO_4 เกิดขึ้นในไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อนุภาคผงสีทั้งสองแบบ สำหรับสเปกตรัม O 1s ที่ได้จากผงสีทั้งสองแบบแสดงดังรูปที่ 4.14 (e) พบว่ามีเส้นสเปกตรัมที่ประกอบด้วยสามพีกย่อย ซึ่งมีตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวตรงกับพันธะ Si-O-Si, Si-O-Zr และ Zr-O-Zr ตามลำดับ [131] โดยที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ มีตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวที่ตรงกับพันธะ Si-O-Si เท่ากับ 533.28 อิเล็กตรอนโวลต์, ที่พันธะ Si-O-Zr เท่ากับ 531.88 อิเล็กตรอนโวลต์ และที่พันธะ Zr-O-Zr เท่ากับ 530.28 อิเล็กตรอนโวลต์ ในขณะที่ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวที่ตรงกับพันธะ Si-O-Si อยู่ในช่วง 533.29-534.49 อิเล็กตรอนโวลต์, ที่พันธะ Si-O-Zr อยู่ในช่วง 531.99-532.27 อิเล็กตรอนโวลต์ และที่พันธะ Zr-O-Zr อยู่ในช่วง 530.29-530.39 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีแนวโน้มของตำแหน่งสเปกตรัมที่ตรงกับพันธะทั้งสามสูงกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ อยู่เล็กน้อย ซึ่งอาจเป็นผลมาจากไอออน Fe^{3+} จากอนุภาค Fe_2O_3 ที่มีรัศมีไอออน 0.645 อังสตรอม จะเกิดการแพร่เข้าไปแทนที่ในตำแหน่งไอออน Si^{4+} ซึ่งมีรัศมีไอออนเล็กกว่า (0.26 อังสตรอม) ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ส่งผลให้ระยะห่างระหว่างอะตอม (bond length) ในพันธะของ Zr-O-Zr, Si-O-Zr และ Si-O-Si ลดลง ดังนั้นจึงมีค่าพลังงานยึดเหนี่ยวที่เพิ่มขึ้น [117] ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกตามวิธีเรียทเวลด์ ที่แสดงให้เห็นว่าปริมาณหน่วยเซลล์ของโครงสร้าง ZrSiO_4 ที่ได้จากทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้าง ZrSiO_4 ที่สูงกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$



รูปที่ 4.14 XPS สเปกตรัมของ (a) การวิเคราะห์สเปกตรัมแบบสำรวจ, (b) สเปกตรัม Fe 2p จากผง Fe_2O_3 ทางการค้า และ (c) สเปกตรัม Zr 3d, (d) สเปกตรัม Si 2p และ (e) สเปกตรัม O

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 1s จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ไว้ก่อนหน้านี้ ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 (ต่อ) XPS สเปกตรัมของ (a) การวิเคราะห์สเปกตรัมแบบสำรวจ, (b) สเปกตรัม Fe 2p จากผง Fe_2O_3 ทางการค้า และ (c) สเปกตรัม Zr 3d, (d) สเปกตรัม Si 2p และ (e) สเปกตรัม O 1s จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสถานะจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์

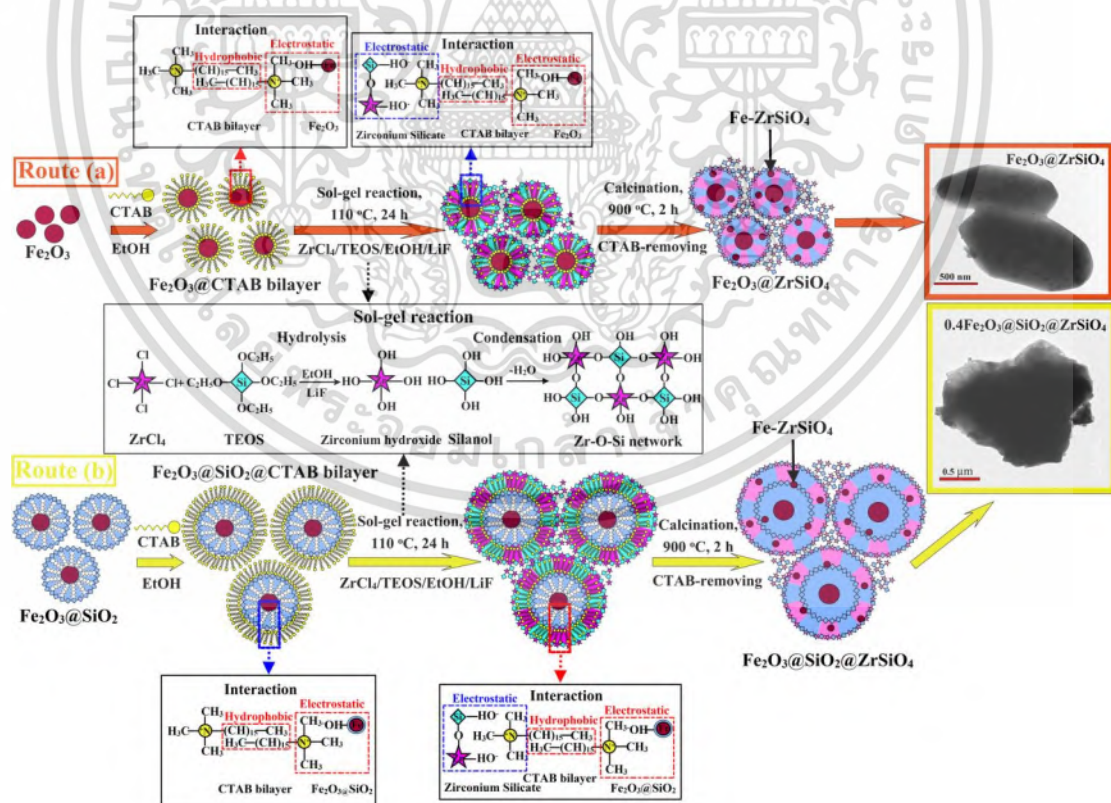
การศึกษากลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ แสดงดังรูปที่ 4.15 สำหรับกลไกการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ จะเป็นไปตาม route (a) และกลไกการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ จะเป็นไปตาม route (b) ซึ่งทั้งสองกลไกมีลักษณะการเกิดปฏิกิริยาที่คล้ายคลึงกัน แต่แตกต่างกันที่ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ กับพื้นผิวอนุภาคแกนสี โดยขั้นตอนการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ใช้แกนสีจากผง Fe_2O_3 ทางการค้า ในขณะที่ขั้นตอนการสังเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ใช้แกนสีจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สถานะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ มาเป็นแกนสีสำหรับกลไกการสังเคราะห์ผงสีทั้งสองแบบ (ทั้ง route (a) และ (b)) เริ่มจากนำอนุภาคแกนสีที่เป็นผง Fe_2O_3 ทางการค้าหรือผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ มากระจายตัวในเอทานอลเพื่อให้เกิดการดูดซับของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบ จากนั้นเติมสาร CTAB เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและปรับสภาพพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบให้มีประจุเป็นบวก โดยสาร CTAB ที่เติมลงไปจะเกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิตระหว่างฝั่งหัวที่มีประจุบวก (NH_3^+) ของสาร CTAB กับหมู่ไฮดรอกซิลไอออนที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบ ในขณะเดียวกันฝั่งหางที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนของสาร CTAB จะเกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ไม่ชอบน้ำกับฝั่งหางของสาร CTAB อีกโมเลกุลหนึ่ง จึงก่อเกิดเป็นสาร CTAB แบบสองชั้นล้อมรอบอยู่บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบ ส่งผลให้บริเวณพื้นผิวของอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบมีสภาพขั้วเป็นบวกที่เกิดจากฝั่งหัวประจุบวกของเอกซอร์นี้ เป็นเอกซอร์ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาร CTAB แบบสองชั้น หลังจากปรับปรุงสภาพพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบให้มีประจุเป็นบวกด้วยสาร CTAB แบบสองชั้นแล้ว จะเริ่มสังเคราะห์ $ZrSiO_4$ sol จากสารผสมระหว่าง $ZrCl_4$, TEOS, เอทานอล และ LiF ผ่านปฏิกิริยาโซล-เจลที่ปราศจากน้ำ (non-hydrolytic sol-gel) และทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งภายในปฏิกิริยาโซล-เจลจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสควบคู่กันระหว่างหมู่คลอไรด์ (-Cl) ของสาร $ZrCl_4$ และหมู่อีทอกซี (-OCH₂CH₃) ของสาร TEOS ได้เป็นเซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ (Zr-OH) และซิลานอล (Si-OH) โดยมีผลพลอยได้เป็นเอทิลคลอไรด์ (CH₃CH₂Cl) จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาควบนั่นแบบผสมระหว่างพันธะ Zr-OH กับ Zr-OH หรือ Si-OH กับ Si-OH หรือ Zr-OH กับ Si-OH ซึ่งได้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีรูปแบบการเชื่อมต่อกันของพันธะ Zr-O-Zr (ZrO_2), Si-O-Si (SiO_2) และ Zr-O-Si ($ZrSiO_4$) ตามลำดับ โดยมีผลพลอยได้เป็นน้ำ ในขณะที่สาร LiF ที่ใส่ลงไปจะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีส่วนช่วยให้พันธะระหว่าง Zr-O-Zr และ Si-O-Si เกิดปฏิกิริยาเป็นพันธะ Zr-O-Si ได้มากยิ่งขึ้น โดยสาร LiF จะเข้าทำปฏิกิริยากับพันธะ Si-O-Si เกิดเป็นสารมัธยันต์ Li_2SiO_3 และปลดปล่อยแก๊ส SiF_4 จากนั้นสารมัธยันต์ Li_2SiO_3 และแก๊ส SiF_4 ที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับพันธะ Zr-O-Zr เกิดเป็นพันธะ Zr-O-Si ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ 2.13-2.17 [49, 50] เมื่อนำแกนสีทั้งสองแบบที่ถูกปรับปรุงสภาพพื้นผิวด้วยสาร CTAB แบบสองชั้นมาผสมกับเข้า $ZrSiO_4$ sol ที่เตรียมขึ้น จะเกิดแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิตระหว่างฝั่งหัวที่มีประจุบวกของสาร CTAB กับพันธะ Zr-O-Si ที่มีประจุลบทำให้เกิดเป็นชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ เคลือบอยู่บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบ แต่สำหรับกลไกการสังเคราะห์ผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ (route (b)) นอกจากจะใช้สาร TEOS เป็นแหล่ง (source) ของอนุภาค SiO_2 ในการสังเคราะห์ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ แล้ว ยังมีชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ซึ่งทำหน้าที่เป็นชั้นบัฟเฟอร์ช่วยในการเกิดปฏิกิริยากับสาร LiF ได้เป็นสารมัธยันต์ Li_2SiO_3 และแก๊ส SiF_4 ได้ด้วยเช่นกัน อีกทั้งชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 ยังมีส่วนช่วยในการชะลอแก๊ส SiF_4 ที่เกิดขึ้นไม่ให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนก่อนที่จะแพร่เข้าไปทำปฏิกิริยากับวัฏภาค ZrO_2 แล้วเกิดเป็นวัฏภาค $ZrSiO_4$ ด้วยเหตุนี้กระบวนการสังเคราะห์ผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ จากอนุภาคแกนสีที่มีชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 ที่หนาจะยิ่งมีส่วนช่วยในการเกิดเป็นวัฏภาค $ZrSiO_4$ บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีได้มากขึ้น ซึ่งขนาดความหนาของชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 จะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของสาร CTAB (เพิ่มจาก 0 เป็น 0.4 มิลลิโมลาร์) ที่ถูกใช้ไปขั้นตอนการสังเคราะห์แกนสีที่เป็นผง $Fe_2O_3@SiO_2$ ในขณะที่กระบวนการสังเคราะห์ผง $Fe_2O_3@ZrSiO_4$ (route (a)) ซึ่งสังเคราะห์จากแกนสีที่ไม่มีชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 อยู่ ดังนั้นจึงมีชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ เกิดขึ้นบนพื้นผิวอนุภาคแกนสีที่เป็น Fe_2O_3 น้อยกว่า

หลังจากปฏิกิริยาโซล-เจลเสร็จสมบูรณ์จะนำสารผสมของผงสีทั้งสองแบบมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ เกิดความแน่นตัวมากขึ้น และกำจัดสาร CTAB ออกจากอนุภาคผงสีทั้งสองแบบ โดยระหว่างกระบวนการเผาแคลไซน์อาจทำให้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ บนพื้นผิวอนุภาคแกนสีทั้งสองแบบเกิดการหลอมตัวจนกลายเป็นน้ำแก้วและไหล

ไปตามช่องว่างระหว่างอนุภาคแกนสีได้ ส่งผลให้เกิดการเชื่อมติดกันระหว่างอนุภาคแกนสีข้างเคียงจน
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นประโยชน์ในการนำ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลายเป็นอนุภาคผงสีขนาดใหญ่ โดยปริมาณน้ำแก้วที่เกิดขึ้นในผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ จะมีปริมาณน้ำแก้วที่มากกว่าในผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ เนื่องจากเกิดการหลอมรวมเป็นน้ำแก้วระหว่างชั้นเคลือบ SiO_2 ที่อยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 และชั้นเคลือบ ZrSiO_4 แต่ในผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ มีการหลอมเป็นน้ำแก้วจากชั้นเคลือบ ZrSiO_4 เพียงเท่านั้น ดังนั้นเมื่ออนุภาคผงสีทั้งสองแบบเย็นตัวลงจึงสังเกตเห็นว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ มีขนาดอนุภาคผงสีที่ใหญ่กว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และมีแนวโน้มของขนาดอนุภาคผงสีใหญ่ขึ้นตามความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ซึ่งหลังจากที่อนุภาคผงสีทั้งสองแบบเกิดการเย็นตัวลงอาจมีอนุภาค Fe_2O_3 บางส่วนที่ถูกฝังตัวอยู่ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ที่เป็นชั้นเคลือบ เนื่องจากเกิดการแพร่ของไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} จากอนุภาค Fe_2O_3 เข้าไปแทนที่ไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 แล้วเกิดเป็นโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 อยู่ในชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้ผงสีทั้งสองแบบเกิดการเปลี่ยนแปลงเฉดสี ในขณะที่อนุภาค Fe_2O_3 ที่เหลืออยู่จะเกาะกลุ่มกันอยู่ภายใต้ชั้นเคลือบ ZrSiO_4 หลังจากกระบวนการเผาแคลไซน์เสร็จสมบูรณ์จะได้ผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่ ส ก ว ะ $0 \text{ Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, $0.2 \text{ Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ $0.4 \text{ Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ซึ่งผงสีทั้งสองแบบที่ได้มีเฉดสีที่แตกต่างไปจากผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยมีเฉดสีเปลี่ยนจากสีแดงกลายเป็นสีชมพูปะการัง



รูปที่ 4.15 กลไกการเกิดโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของ (a) route ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และเอกสารนี้เป็นเอกสาร (b) route ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากผ่านการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้ ซึ่งประกอบด้วยผงสีแดงอนินทรีย์ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และ $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ในหัวข้อต่อไปนี้จะเป็นการศึกษาคุณสมบัติทางแสง ความเสถียร และการประยุกต์ใช้งานเป็นสีทาของผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้น

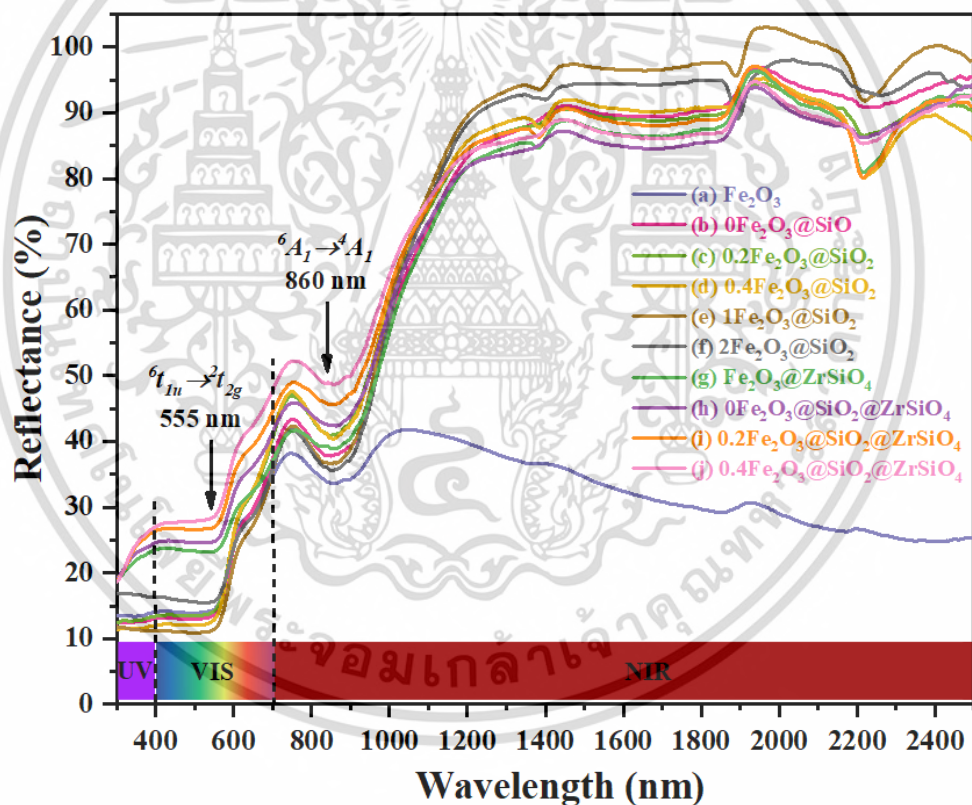
4.2 การศึกษาคุณสมบัติทางแสง (optical properties) ของผงสีแดงอนินทรีย์

4.2.1 การศึกษาคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (NIR-reflectance; %R)

จากผลการตรวจวิเคราะห์ค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ (%TSR) และรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (%R) ของผงสีทั้งหมดในงานวิจัยนี้ด้วยเครื่อง UV-VIS-NIR โดยวิเคราะห์ค่า %TSR ได้จากการคำนวณในช่วงความยาวคลื่น 300-2,500 นาโนเมตร และค่า %R ได้จากการคำนวณในช่วงความยาวคลื่น 700-2,500 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.16 และตารางที่ 4.4 จากผลการตรวจวิเคราะห์พบว่าผงสีทั้งหมดที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้มีพฤติกรรมดูดกลืนแสงที่ตรงกับแร่ฮีมาไทต์ (hematite; $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ดังนั้นสีของอนุภาคผงสีทั้งหมดที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้จึงมีสีแดงอมน้ำตาล (red-brown) เช่นเดียวกับสีของแร่ฮีมาไทต์ ซึ่งเป็นผลมาจากการส่งผ่านอิเล็กตรอนจากออร์บิทัลของลิแกนด์ไปยังออร์บิทัลของโลหะ (ligand-to-metal charge transfer; LMCT) โดยอิเล็กตรอนที่จัดเรียงตัวอยู่ในชั้นพลังงาน t_{2g} ของออกซิเจนไอออน (O^{2-}) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานไปยังชั้น e_g ของเหล็กไอออน (Fe^{3+}) ซึ่งปรากฏพีกเอกลักษณ์การดูดกลืนแสง (characteristic absorption) ที่ความยาวคลื่น 555 นาโนเมตร และผลจากการเปลี่ยนแปลงสนามลิแกนด์ (ligand field transition) จากชั้น 6A_1 ขึ้นไปยังชั้น 4A_1 ซึ่งปรากฏพีกเอกลักษณ์การดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 860 นาโนเมตร [132] โดยตารางที่ 4.4 แสดงผลการตรวจวัดค่า %TSR และค่า %R ของผงสีทั้งหมดที่สังเคราะห์ภายในงานวิจัยนี้ พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีค่า %TSR เท่ากับร้อยละ 29.3 และค่า %R เท่ากับร้อยละ 36.1% ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ และ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ มีค่า %TSR เท่ากับร้อยละ 44.5, 46.2, 46.1, 45.1 และ 45.8 ตามลำดับ และค่า %R เท่ากับร้อยละ 62.7, 65.0, 64.7, 65.3 และ 63.9 ตามลำดับ ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์มีค่า %TSR ที่สูงกว่า และมีค่า %R เป็นสองเท่าของผง Fe_2O_3 ทางการค้า แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ SiO_2 มีส่วนช่วยในการปรับปรุงคุณสมบัติการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ในย่านต่าง ๆ ได้ดี [133] โดยที่มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีสูงที่สุดอยู่ในช่วงของรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ นอกจากนี้ยังพบว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 จะไม่ส่งผลอย่างมีนัยสำคัญต่อความสามารถในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ที่วัดได้จากทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ [134]

หากพิจารณาถึงอิทธิพลของการเปลี่ยนชั้นเคลือบบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 จากชั้นเคลือบ SiO_2 มาเป็นชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ มีค่า %TSR เท่ากับร้อยละ 46.9 และค่า %R เท่ากับร้อยละ 61.5 ในขณะที่ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$,
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้











$0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ มีค่า %TSR เท่ากับร้อยละ 48.9, 51.6 และ 53.1 ตามลำดับ และค่า %R เท่ากับร้อยละ 63.4, 66.3 และ 67.5 ตามลำดับ ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่าผงสีทั้งสองแบบยังคงแสดงค่า %TSR ที่สูงกว่า และค่า %R ยังคงเป็นสองเท่าของผง Fe_2O_3 ทาง-การค้ำอยู่ แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ ZrSiO_4 สามารถปรับปรุงคุณสมบัติการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ในย่านต่าง ๆ ได้ดี [135] อีกทั้งยังมีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีสูงที่สุดในช่วงของรังสีอินฟราเรดย่านใกล้เช่นเดียวกับผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ดังนั้นหากพิจารณาจากค่า %TSR และค่า %R ของผงสีทั้งหมดที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้ อาจกล่าวได้ว่าผงสีทั้งหมดที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้มีความเหมาะสมสำหรับนำไปใช้งานเป็นสีทาอาคารสะท้อนความร้อน เนื่องจากแสดงค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้สูงกว่าร้อยละ 60 ซึ่งมากกว่าหรือใกล้เคียงกับรายงานก่อนหน้าที่ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงสีอินทรีย์สะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (700-2,500 nm) โดยมีเหล็ก-ออกไซด์เป็นสารให้สีแสดงดังตารางที่ 4.5



รูปที่ 4.16 ร้อยละการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 300-2,500 นาโนเมตร ของ (a) Fe_2O_3 , (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$, (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (j) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 ค่า %TSR, %R, CIE $L^*a^*b^*$, C^* , h° , ΔE และภาพถ่ายผงสีของอนุภาคผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัยนี้

Pigment	%TSR	%R	CIE-LAB					ΔE	pigment powders
			L^*	a^*	b^*	C^*	h°		
Fe_2O_3	29.3	36.1	31.98	25.16	15.87	29.75	32.24	-	
$0Fe_2O_3@SiO_2$	44.5	62.7	28.07	25.63	16.21	30.33	32.31	3.95	
$0.2Fe_2O_3@SiO_2$	46.2	64.7	26.34	24.77	16.25	29.62	33.27	5.67	
$0.4Fe_2O_3@SiO_2$	46.1	65.0	26.43	24.96	17.44	30.45	34.94	5.77	
$1Fe_2O_3@SiO_2$	45.1	65.3	26.72	24.28	15.35	28.73	32.30	5.36	
$2Fe_2O_3@SiO_2$	45.8	63.9	31.18	19.72	9.75	22.00	26.31	8.23	
$Fe_2O_3@ZrSiO_4$	46.9	61.5	41.19	9.76	4.07	10.57	22.64	21.48	
$0Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	48.9	63.4	44.96	12.49	5.76	13.75	24.76	20.77	
$0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	51.6	66.3	51.32	10.84	7.56	13.22	34.89	25.46	
$0.4Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	53.1	67.5	51.99	12.29	8.12	14.73	33.45	25.02	

ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบค่า %R ของผงสีอินทรีย์จากเหล็กออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัยก่อนหน้า

Pigment	Method	Color shade	%R	Ref.
$Cr_{0.1}Fe_{1.9}TiO_5$	solid state	reddish	55	[136]
$Ce_{25}Pr_{0.8}FeO_y$	solid state	reddish orange	~65	[137]
Fe_2O_3/TiO_2	precipitation	reddish brown	55.8-68.2	[138]
$Fe_2O_3@TiO_2$	sol-gel	brownish	68.4-73	[139]
$Fe_2O_3@SiO_2@TiO_2$	sol-gel	reddish brown	~60	[140]
$AFeO_3$ (A=La, Pr, Nd, Sm, Gd, Tb, Y, Yb)	precipitation	reddish	21-48	[141]
$Fe_2O_3@SiO_2$	sol-gel	reddish brown	63-65	this work
$Fe_2O_3@ZrSiO_4/ Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$	sol-gel	coral pink	62-68	this work

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 การศึกษาค่าพิกัดสี

จากการตรวจวัดค่าพิกัดสีของผงสีทั้งหมดภายในงานวิจัยนี้ด้วยเครื่องวัดสีแสดงดังตารางที่ 4.4 พบว่าภาพถ่ายจากทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ยังคงแสดงเฉดสีแดงใกล้เคียงกับผง Fe_2O_3 ทางค้าอยู่ ในขณะที่ภาพถ่ายของผงสีที่มีชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ได้แก่ ภาพถ่ายจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีเฉดสีที่เปลี่ยนแปลงไปอย่างเห็นได้ชัด โดยกลายเป็นเฉดสีชมพูปะการัง (coral pink)

หากพิจารณาถึงค่าพิกัดสีที่ตรวจวัดได้จากเครื่องวัดสี พบว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีค่าพิกัดสี $L^*=31.98$, $a^*=25.16$ และ $b^*=15.87$ ในขณะที่ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์มีค่า L^* อยู่ในช่วง 26.34-31.18 ซึ่งลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยเป็นผลมาจากการที่ผงสีมีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น ซึ่งเกิดจากชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 และการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนของอนุภาคผงสีหลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส [142] นอกจากนี้ค่า a^* และ b^* ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ และ $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ยังคงมีค่าใกล้เคียงกับผง Fe_2O_3 ทางการค้าอยู่แสดงดังรูปที่ 4.17 ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่ามีตำแหน่งพิกัดสีใกล้เคียงกับผง Fe_2O_3 ทางการค้า โดยเมื่อนำค่า a^* และ b^* ในทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์มาคำนวณหาค่าความเข้มสี (C^*) และค่าความอิ่มตัวของสี (h°) พบว่ามีค่า C^* อยู่ในช่วง 29.62-30.45 และค่า h° อยู่ในช่วง 32.24-34.94 ซึ่งยังคงตกอยู่ในขอบเขตของเฉดสีแดงในปริภูมิสี (color space) [143, 144] โดยที่มีค่าความแตกต่างของสี (ΔE) ระหว่างผง Fe_2O_3 ทางการค้าและทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์อยู่ในช่วง 3.95-5.77 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าความแตกต่างกันของเฉดสีไม่มากนัก จึงกล่าวได้ว่าเมื่อนำผง Fe_2O_3 ทางการค้ามาห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบ SiO_2 แล้วจะไม่ส่งผลอย่างมีนัยสำคัญต่อค่าพิกัดสี เนื่องจากชั้นเคลือบ SiO_2 ที่ห่อหุ้มอยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 มีความใสสูง [145] อย่างไรก็ตามผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ มีค่า a^* และ b^* แตกต่างจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะอื่น ๆ อย่างเห็นได้ชัด โดยแสดงค่า ΔE สูงถึง 8.23 ซึ่งเป็นผลมาจากการใช้สาร CTAB ที่มีความเข้มข้นสูงเกินกว่าค่า CMC ในน้ำ ส่งผลให้เกิดเป็นไมเซลล์ของสาร CTAB เกิดขึ้นและสามารถดึงดูดอนุภาค SiO_2 ให้เข้ามาล้อมรอบได้ ด้วยเหตุนี้หลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส จึงทำให้สาร CTAB เกิดการสลายตัวทางความร้อนเหลือเพียงอนุภาค SiO_2 ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ดังนั้นจึงสามารถสังเกตเห็นจุดสีขาวของอนุภาค SiO_2 ทรงกลมได้จากภาพถ่ายผงสีที่สภาวะนี้ ซึ่งมีผลทำให้มีค่าพิกัดสีที่ตรวจวัดได้มีความแตกต่างไปจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สภาวะอื่น ๆ

การศึกษาค่าพิกัดสีเมื่อทำการเปลี่ยนชั้นเคลือบบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 จากชั้นเคลือบ SiO_2 มาเป็นชั้นเคลือบ ZrSiO_4 พบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ มีค่าพิกัดสี $L^*=41.19$, $a^*=9.76$ และ $b^*=4.07$ โดยมีค่า $\Delta E=21.48$ ในขณะที่ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีค่า L^* อยู่ในช่วง 44.96-51.99, a^* อยู่ในช่วง 10.84-12.49 และ b^* อยู่ในช่วง 5.76-8.12 โดยมีค่า ΔE อยู่ใน

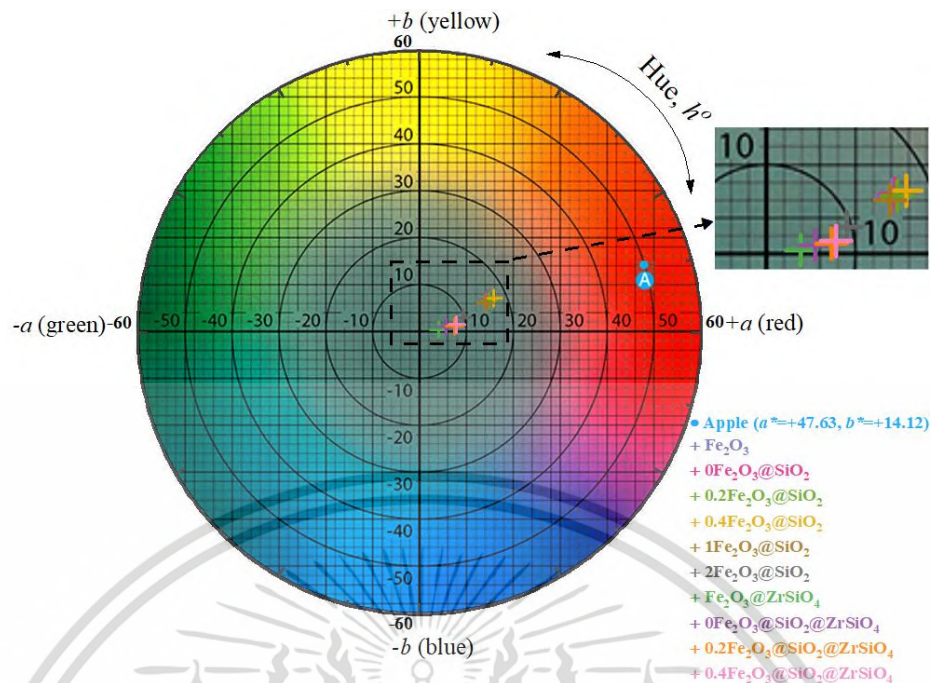
ในช่วง 20.77-25.46 ซึ่งสังเกตเห็นได้ว่าค่า ΔE ของผงสีทั้งสองแบบมีค่าที่สูงกว่าทุกสภาวะของผง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์เกือบสี่เท่า แสดงให้เห็นว่าชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ส่งผลต่อค่าพิกัดสีที่เปลี่ยนแปลงไปมากกว่าชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 อย่างเห็นได้ชัด

เมื่อพิจารณาค่าพิกัดสีในทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีค่า L^* สูงกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ และสูงกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ ตามลำดับ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ที่มีความหนาเพิ่มขึ้น เมื่อถูกเผาแคลไซน์จึงมีโอกาสเกิดจุดบกพร่องภายในชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ได้มากกว่า เช่น เกิดช่องว่างออกซิเจนมากขึ้น จึงส่งผลต่อความเข้มแสงที่เข้ามาตกกระทบกับอนุภาค Fe_2O_3 ได้ลดลง เนื่องจากเกิดการกระเจิงกลับของแสงเมื่อตกกระทบกับจุดบกพร่องเหล่านี้ ดังนั้นทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ จึงมีแนวโน้มของค่า L^* สูงกว่าผงสีแบบอื่น ๆ [8] ถึงแม้จะมีขนาดอนุภาคผงสีที่ใหญ่กว่าผงสีแบบอื่น ๆ ก็ตาม และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างค่า a^* และ b^* ที่ตรวจวัดได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์ พบว่าผงสีทั้งสองแบบมีช่วงของค่า a^* (อยู่ในช่วง 9.76-12.49) และ b^* (อยู่ในช่วง 4.07-8.12) ต่ำกว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ (a^* อยู่ในช่วง 19.72-25.63 และ b^* อยู่ในช่วง 9.75-17.44) ซึ่งแสดงถึงเฉดสีแดงและเฉดสีเหลืองในอนุภาคผงสีทั้งสองแบบลดลง โดยเป็นผลมาจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการแพร่ของไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} จากอนุภาค Fe_2O_3 บางส่วนเข้าไปแทนที่ไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ในโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 ที่ให้เฉดสีชมพูปะการัง [55, 56] ดังนั้นการมีอยู่ของโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 ปะปนอยู่ในชั้นเคลือบ ZrSiO_4 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ของผงสีทั้งสองแบบจึงมีผลทำให้มีค่า a^* และ b^* ลดลงอย่างชัดเจนแสดงดังรูปที่ 4.17

เมื่อเปรียบเทียบภาพถ่ายผงสีระหว่างทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์กับผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ พบว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์แสดงภาพถ่ายผงสีที่มีความสว่างและให้เฉดสีชมพูปะการังที่ตีกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดความหนาของชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ที่มากกว่า รวมถึงแนวโน้มการเกิดโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 ที่สูงกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD แสดงดังรูปที่ 4.8 และผลการวิเคราะห์ปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 และอัตราส่วนปริมาตรธาตุองค์ประกอบตามวิธีรีทเวลด์แสดงดังตารางที่ 4.2 ที่แสดงให้เห็นว่าทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีแนวโน้มของวัฏภาค ZrSiO_4 เกิดขึ้นเยอะกว่าและมีปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างผลึก ZrSiO_4 ที่สูงกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ ด้วยเหตุนี้จึงกล่าวได้ว่าผงสีที่สังเคราะห์โดยใช้แกนสีเป็นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ จะมีค่าความสว่างและเฉดสีชมพูปะการังที่ตีกว่าผงสีที่สังเคราะห์โดยไม่มีชั้นเคลือบ SiO_2 อยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 อย่างไรก็ตามเมื่อนำค่า a^* และ b^* ที่ตรวจวัดได้จากผงสีทั้งสองแบบมาคำนวณหาค่า C^* และค่า h° พบว่ามีค่า C^* อยู่ในช่วง 10.57-14.73 และค่า h° อยู่ในช่วง 22.64-34.89 ซึ่งยังอยู่ในขอบเขตของสีชมพูปะการังในปริภูมิสี [144] อีกทั้งยังแสดงค่า ΔE ที่สูงอยู่ในช่วง 20.77-25.46 แสดงให้เห็นว่ามีความแตกต่างของเฉดสีที่เปลี่ยนจากเฉดสีแดงกลายเป็นเฉดสีชมพูปะการัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 แผนภาพ CIE แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า a^* และ b^* ของผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้

4.3 การทดสอบความเสถียรของผงสีแดงอนินทรีย์

ผลการทดสอบความเสถียรของผงสีแดงอนินทรีย์แต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้สามารถแบ่งได้เป็นสองหัวข้อย่อย ได้แก่ 4.3.1 การทดสอบความเสถียรของผงสีแดงอนินทรีย์ในสภาวะกรดไฮโดรคลอริก (HCl) และ 4.3.2 การทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยับซั่มที่ได้จากผงสีแดงอนินทรีย์

4.3.1 การทดสอบความเสถียรของผงสีแดงอนินทรีย์ในสภาวะกรดไฮโดรคลอริก

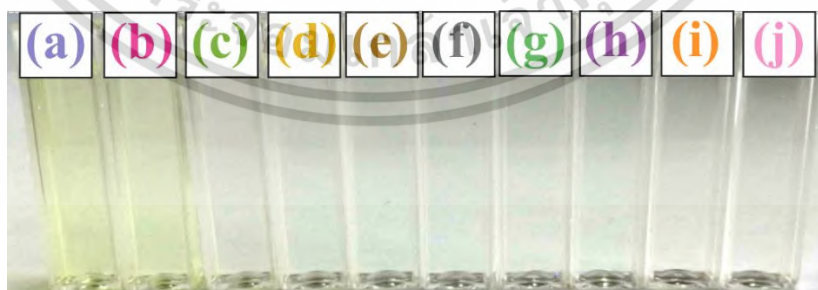
ผงสีแดงอนินทรีย์แต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้ถูกนำมาทดสอบความเสถียรในสภาวะกรด HCl โดยนำผงสีแต่ละแบบจำนวน 3 กรัม มาแช่ในกรด HCl ที่มีความเข้มข้น 3 โมลาร์เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นนำสารแขวนลอยที่ได้มาผ่านกระบวนการกรองแยกตะกอนเพื่อแยกเอาเฉพาะชั้นสารละลายไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-VIS โดยภาพถ่ายสีของสารละลายที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.18 พบว่าสีของสารละลายที่ได้จากผง Fe_2O_3 ทางการค้ามีสีเหลืองใส (clear yellow) ซึ่งเกิดจากไอออน Fe^{3+} ของอนุภาค Fe_2O_3 ถูกชะออกมาโดยกรด HCl ในขณะที่สีของสารละลายที่ได้จากทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์มีสีเหลืองใสที่เจือจางลงตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 ที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่สีของสารละลายที่ได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ ที่สังเคราะห์มีสีของสารละลายที่เจือจางลงไปอีกจนเกือบที่จะไม่เห็นถึงความแตกต่าง อย่างไรก็ตามหากพิจารณาจากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-VIS แสดงรูปที่ 4.19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่าสีเหลืองใสของสารละลายที่ได้จากผงสีแต่ละแบบเป็นผลมาจากอนุภาค Fe_2O_3 ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารให้สีถูกกรด HCl ละไอออน Fe^{3+} ให้หลุดออกมา ซึ่งยืนยันได้จากค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 338 นาโนเมตร ซึ่งตรงกับเหล็ก(III) คลอไรด์ (iron(III) chloride; FeCl_3) [146] โดยสามารถเรียงลำดับความเสถียรในสภาวะกรด HCl ของผงสีทั้งหมดที่สังเคราะห์ขึ้นจากน้อยไปมากได้ดังต่อไปนี้ (a) Fe_2O_3 < (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ < (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ < (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ < (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ < (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$ < (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$ < (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ < (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ < (j) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ จากผลการทดสอบนี้แสดงให้เห็นว่าผงสีที่มีชั้นเคลือบบนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 เป็น ZrSiO_4 จะมีความเสถียรในกรด HCl มากกว่าผงสีที่มีชั้นเคลือบ SiO_2 ซึ่งเป็นผลมาจากปัจจัยต่าง ๆ ได้แก่

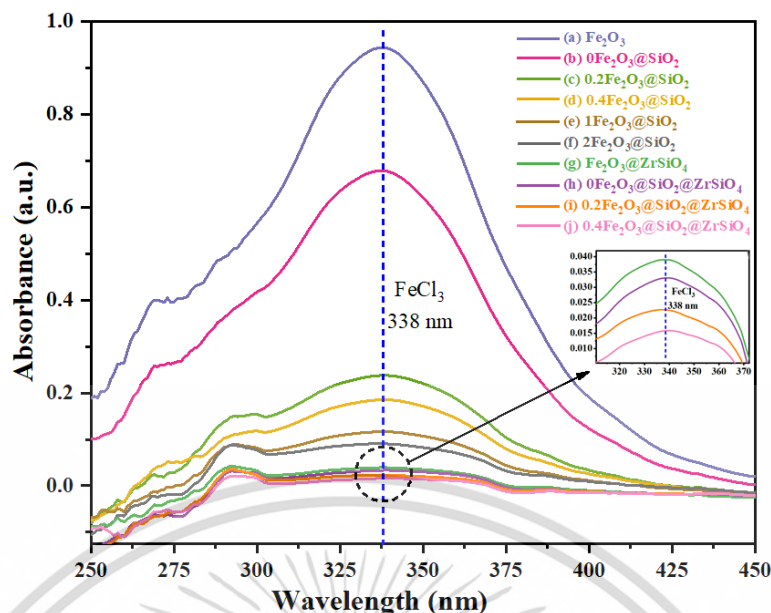
- 1) ธรรมชาติของ ZrSiO_4 ที่มีความเสถียรต่อสภาวะกรดมากกว่า SiO_2
- 2) ขั้นตอนการสังเคราะห์ชั้นเคลือบ ZrSiO_4 จะได้ความหนาของชั้นเคลือบบนพื้นอนุภาค Fe_2O_3 มากกว่าชั้นเคลือบ SiO_2
- 3) ผงสีที่มีชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ไม่เกิดรูพรุนบนผิวเคลือบหลังจากการสลายตัวทางความร้อนของสาร CTAB เนื่องจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงทำให้เกิดการหลอมของชั้นเคลือบจนกลายเป็นน้ำแก้ว ซึ่งสามารถไหลไปเข้าปกปิดรูพรุนที่เกิดขึ้นบนผิวเคลือบได้ ด้วยเหตุนี้จึงสามารถปกป้องอนุภาค Fe_2O_3 การถูกกัดกร่อนด้วยกรด HCl ได้เต็มประสิทธิภาพมากกว่าชั้นเคลือบ SiO_2 ที่มีรูพรุนขนาดกลางเกิดขึ้นบนผิวเคลือบ

อย่างไรก็ตามสามารถสังเกตเห็นได้ว่าทั้งชั้นเคลือบ SiO_2 และชั้นเคลือบ ZrSiO_4 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 มีแนวโน้มของความเสถียรต่อสภาวะกรด HCl เพิ่มขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบแต่ละชนิดที่เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าทั้งชั้นเคลือบ SiO_2 และ ZrSiO_4 สามารถเพิ่มความเสถียรต่อสภาวะกรดให้กับอนุภาค Fe_2O_3 ได้เป็นอย่างดี



รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายสีของสารละลายที่ได้จากผง (a) Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2$, (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{ZrSiO}_4$, (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$, (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ และ (j)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{ZrSiO}_4$ หลังถูกแช่ภายใต้สภาวะกรด HCl เป็นเวลา 48 ชั่วโมง การค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.19 UV-VIS สเปกตรากจากสารละลายของผง (a) Fe_2O_3 ทางการค้า, (b) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, (c) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, (d) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, (e) $1\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, (f) $2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, (g) $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$, (h) $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$, (i) $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ (j) $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ หลังถูกแช่ภายใต้สภาวะกรด HCl เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

4.3.2 การทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงอนินทรีย์

การประยุกต์ใช้งานผงสีแดงอนินทรีย์แต่ละแบบที่สังเคราะห์ภายในงานวิจัยนี้สามารถทำได้โดยนำผงสีแดงแต่ละแบบมาผสมเข้ากับสีน้ำขาวอะคริลิก (white acrylic paint) โดยใช้ผงสีเป็นร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของสีน้ำขาวอะคริลิก จากนั้นทาลงบนแผ่นยิปซัม (gypsum board) แล้วนำไปตรวจวัดค่าฟักตสี ค่าการสะท้อนรังสีจากดวงอาทิตย์ (%TSR) ค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (%R) และทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมด้วยเครื่อง QUV แสดงดังตารางที่ 4.6 เมื่อพิจารณาค่า %TSR และ %R หลังการตรวจวัด พบว่าเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยนี้มีค่า %TSR (อยู่ในช่วง 44.2-63.3) และค่า %R (อยู่ในช่วง 61.3-73.4) เพิ่มขึ้นมากกว่าตอนที่ยังเป็นผงสี (ค่า %TSR อยู่ในช่วง 44.5-53.1 และค่า %R อยู่ในช่วง 61.5-67.5) ซึ่งเป็นผลมาจากสีน้ำขาวอะคริลิกที่นำมาผสมมีส่วนผสมของสารไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) อยู่ก่อนแล้ว [147] ซึ่งเป็นสารที่มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีจากแสงอาทิตย์สูง [148] จึงทำให้เนื้อสีแดงที่ได้หลังการผสมระหว่างผงสีกับสีน้ำขาวอะคริลิกมีค่า %TSR และ %R สูงขึ้น

เมื่อพิจารณาภาพถ่ายเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมสามารถสังเกตเห็นได้ว่าเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมในทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ยังคงแสดงเฉดสีแดงอยู่เช่นเดียวกับตอนที่ยังเป็นผงสี ในขณะที่เนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมจากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสถานะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ก็ยังคงแสดงเฉดสีชมพูปะการังใกล้เคียงกับตอนที่ยังเป็นผงสีด้วย เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์ใดๆ ไม่ว่ากรณใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เช่นกัน โดยเนื้อสีบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ สามารถคำนวณหาค่า C^* ได้ ในช่วง 7.18-21.95 และค่า h^0 อยู่ในช่วง 10.33-20.09 ซึ่งลดลงเมื่อเทียบกับตอนที่ยังเป็นผงสีอยู่ (ค่า C^* อยู่ในช่วง 22.00-30.45 และค่า h^0 อยู่ในช่วง 26.31-34.94) แสดงให้เห็นว่าเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมมีความเข้มและความอึมตัวของสีลดลง ส่งผลให้หลุดออกจากขอบเขตของเฉดสีแดงในปริภูมิสี โดยตกมาอยู่ในขอบเขตของเฉดสีชมพูปะการังในปริภูมิสี [144] ส่วนเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{ZrSiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2@/\text{ZrSiO}_4$ สามารถคำนวณหาค่า C^* ได้ อยู่ในช่วง 3.74-7.10 และค่า h^0 อยู่ในช่วง 2.83-19.19 ซึ่งลดลงเมื่อเทียบกับตอนที่ยังเป็นผงสีเช่นกัน (ค่า C^* อยู่ในช่วง 10.57-14.73 และค่า h^0 อยู่ในช่วง 22.64-34.89) แต่ยังคงอยู่ในขอบเขตของเฉดสีชมพูปะการังในปริภูมิสีเช่นเดิม [144]

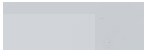








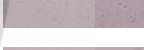

หากสังเกตค่าพิกัดสีที่ตรวจวัดได้จากเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมของผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์พบว่าเนื้อสีแดงที่ได้มีค่า a^* และค่า b^* ลดลงมากกว่าตอนที่ยังเป็นผงสี ซึ่งเป็นผลมาจากการกระจายตัวของอนุภาคผงสีแต่ละแบบในสีน้ำขาวอะคริลิกที่ทำให้เฉดสีมีความจืดจางลง ในขณะที่มีค่า L^* ที่แสดงถึงความสว่างเพิ่มขึ้นมากกว่าตอนที่ยังเป็นผงสี ซึ่งอาจเกิดจากหลายปัจจัยรวมกัน ได้แก่

- 1) ความขาวของเนื้อสีที่เพิ่มขึ้นจากการผสมผงสีแต่ละแบบเข้ากับสีน้ำขาวอะคริลิก ทำให้เนื้อสีบนแผ่นยิปซัมมีความสว่างมากขึ้น
- 2) ปริมาณอนุภาค SiO_2 ทรงกลมที่เกิดขึ้นภายในอนุภาคผงสีของสภาวะที่สังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB เกินกว่าค่า CMC ของการเกิดเป็นไมเซลล์
- 3) ขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 บนพื้นผิว Fe_2O_3 เนื่องจากขนาดความหนาของชั้นเคลือบที่เพิ่มขึ้นจะยังมีแนวโน้มที่จะเกิดจุดบกพร่องภายในชั้นเคลือบเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ได้แก่ ปริมาณรูพรุน และช่องว่างออกซิเจน ซึ่งส่งผลทำให้ชั้นเคลือบ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 เกิดความขรุขระเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นเมื่อมีแสงเข้ามาตกกระทบกับชั้นเคลือบ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 บนพื้นผิว Fe_2O_3 จึงมีโอกาสที่จะเกิดการกระเจิงกลับของแสง ส่งผลให้เหลือแสงที่สามารถทะลุผ่านเข้าไปตกกระทบกับอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสีได้ลดลง ด้วยเหตุนี้ความสว่างที่เพิ่มขึ้นจึงมาจากการกระเจิงกลับของแสงที่ตกกระทบกับจุดบกพร่องต่าง ๆ ภายในชั้นเคลือบ SiO_2 หรือ ZrSiO_4 และหักเหเข้าสู่ตา

โดยทุกปัจจัยดังที่กล่าวมาข้างต้นล้วนส่งผลต่อค่าความสว่าง (L^*) ที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามผลการทดสอบความเสถียรภาพของเนื้อสีแดงภายใต้สภาวะรังสี UV นาน 8 ชั่วโมง และความชื้นนาน 4 ชั่วโมง พบว่าค่าความแตกต่างของเนื้อสี (ΔE) ระหว่างก่อนและหลังทดสอบมีค่าอยู่ในช่วง 0.65-2.67 ซึ่งถือว่ามีความแตกต่างกันเล็กน้อย แสดงให้เห็นว่าเนื้อสีแดงที่ได้จากผงสีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นในภางานวิจัยนี้มีความเสถียรต่อสภาวะรังสี UV และความชื้นเป็นระยะเวลานาน จึงมีความ

เหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้เป็นสีทาตัวอาคารสะท้อนความร้อน

ตารางที่ 4.6 ค่า %TSR, %R, CIE-LAB L^* , a^* , b^* , C^* , h° , ΔE (ระหว่างก่อนและหลังทดสอบด้วยเครื่อง QUV) และภาพถ่ายเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมจากผงสีแต่ละแบบที่ผสมกับสีน้ำขาวอะคริลิก

Sample name	%TSR	%R	CIE-LAB					ΔE	painted surface
			L^*	a^*	b^*	C^*	h°		
White acrylic	79.4	78.9	94.09	-1.41	1.05	1.76	-36.67	0.36	
Fe ₂ O ₃	30.5	37.9	47.37	16.84	4.72	17.49	15.66	0.88	
0Fe ₂ O ₃ @SiO ₂	44.2	61.3	47.11	20.61	7.54	21.95	20.09	1.19	
0.2Fe ₂ O ₃ @SiO ₂	47.5	64.2	51.83	16.95	4.93	17.65	16.22	1.28	
0.4Fe ₂ O ₃ @SiO ₂	49.8	65.3	56.06	14.48	2.64	14.72	10.33	0.92	
1Fe ₂ O ₃ @SiO ₂	53.5	67.4	62.36	10.24	2.03	10.44	11.21	0.76	
2Fe ₂ O ₃ @SiO ₂	56.2	69.1	67.30	7.02	1.52	7.18	12.22	0.65	
Fe ₂ O ₃ @ZrSiO ₄	57.0	67.4	70.98	3.68	0.66	3.74	10.17	2.67	
0Fe ₂ O ₃ @SiO ₂ @ZrSiO ₄	56.2	67.7	68.47	7.09	0.35	7.10	2.83	1.07	
0.2Fe ₂ O ₃ @SiO ₂ @ZrSiO ₄	60.4	70.7	72.67	6.16	0.82	6.21	7.58	1.03	
0.4Fe ₂ O ₃ @SiO ₂ @ZrSiO ₄	63.3	73.4	74.62	6.32	2.20	6.69	19.19	0.78	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากการศึกษาการพัฒนาผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน (core-shell structure) ของเหล็กออกไซด์ทางการค้า (Fe_2O_3) ที่เคลือบด้วยซิลิกา (SiO_2) หรือเซอร์คอน (ZrSiO_4) โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) เพื่อให้ได้มาซึ่งผงสีแดงอนินทรีย์ที่มีคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (NIR-reflective red pigment) สูง และสามารถประยุกต์ใช้เป็นสีทาอาคารสะท้อนความร้อนได้ ซึ่งสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

สำหรับการสังเคราะห์ผงสีแดงอนินทรีย์เหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$) โดยได้ศึกษาอิทธิพลของการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) ตั้งแต่ความเข้มข้น 0 ถึง 2 มิลลิโมลาร์ พบว่าสาร CTAB มีอิทธิพลโดยตรงต่อโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน และคุณสมบัติทางแสงของผงสีแดงอนินทรีย์ โดยสาร CTAB มีบทบาทสำคัญต่อการก่อตัวเป็นชั้นเคลือบซิลิกา (SiO_2) บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 เมื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาจากภาพถ่าย TEM ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ พบว่าขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 เพิ่มขึ้นจาก 8 นาโนเมตร เป็น 62 นาโนเมตร ตามปริมาณความเข้มข้นของสาร CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่เพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 2 มิลลิโมลาร์ เมื่อตรวจสอบคุณสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (%R) ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ พบว่ามีค่า %R อยู่ในช่วง 62.7%–65.3% ซึ่งมีค่าสูงกว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้าประมาณสองเท่า โดยไม่ขึ้นกับขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 นอกจากนี้ทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สังเคราะห์ยังคงแสดงแถบสีแดงที่ใกล้เคียงกับผง Fe_2O_3 ทางการค้า เว้นแต่ที่สภาวะ $2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่ค่าความแตกต่างของสี (ΔE) สูงถึง 8.23 ซึ่งเป็นผลจากการใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB สูงเกินกว่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดเป็นไมเซลล์ (micelle) โดยไมเซลล์ของสาร CTAB ที่เกิดขึ้นสามารถดึงดูดอนุภาคซิลิกา (SiO_2 species) ให้เข้ามาล้อมรอบและเกิดเป็นอนุภาค SiO_2 ทรงกลมที่มีสีขาว ซึ่งส่งผลต่อค่าพิกัดสีที่เปลี่ยนแปลงไปมากกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สภาวะอื่น ๆ

เมื่อวิเคราะห์ผลของเหล็กออกไซด์หุ้มเซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$) และผงเหล็กออกไซด์หุ้มซิลิกา-เซอร์คอน ($\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$) พบว่าลักษณะพื้นฐานวิทยาของผงสีทั้งสองแบบมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน โดยพบการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค Fe_2O_3 อยู่ภายใต้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่มีขนาดความหนาไม่สม่ำเสมอ ซึ่งเป็นผลจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการหลอมตัวเป็นน้ำแก้ว (glassy phase) ของชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ และ/หรือ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 โดยน้ำแก้วที่เกิดขึ้นสามารถไหลไปตามช่องว่างระหว่างอนุภาคแกนสี ส่งผลให้เกิดการเชื่อมติดกันระหว่างอนุภาคแกนสีข้างเคียงจนกลายเป็นอนุภาคผงสีขนาดใหญ่ ดังนั้นเมื่ออนุภาคผงสีทั้งสองแบบเย็นตัวลง

จึงสังเกตเห็นการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค Fe_2O_3 อยู่ภายใต้ชั้นเคลือบ $ZrSiO_4$ ที่มีความหนาสูงและมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นไปใช้ประโยชน์ในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อนุภาค Fe_2O_3 บางส่วนถูกฝังตัวอยู่ในชั้นเคลือบ ZrSiO_4 เนื่องจากเกิดการแพร่ของไอออน Fe^{2+} และ/หรือ Fe^{3+} จากอนุภาค Fe_2O_3 เข้าไปแทนที่ไอออน Si^{3+} และ/หรือ Si^{4+} ในโครงสร้าง ZrSiO_4 แล้วเกิดเป็นโครงสร้าง Fe-ZrSiO_4 ปะปนอยู่ในชั้นเคลือบ ZrSiO_4 โดยพบว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ มีขนาดอนุภาคผงสีที่ใหญ่กว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และมีแนวโน้มที่ขนาดอนุภาคผงสีจะใหญ่ขึ้นตามขนาดความหนาของชั้นเคลือบ SiO_2 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ซึ่งเป็นผลมาจากชั้นเคลือบ SiO_2 สามารถทำหน้าที่เป็นชั้นบัฟเฟอร์ (buffer) ช่วยในการสังเคราะห์วัสดุภาค ZrSiO_4 ได้มากขึ้น นอกจากนี้คุณสมบัติทางแสงของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีค่า %R อยู่ในช่วง 61.5%-67.5% ซึ่งสูงกว่าผง Fe_2O_3 ทางการค้าประมาณสองเท่าเช่นเดียวกับผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ แต่ให้เฉดสีที่แตกต่างไปจากผง Fe_2O_3 ทางการค้าอย่างเห็นได้ชัดโดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์จะมีเฉดสีชมพูปะการัง (coral pink) ซึ่งเป็นผลจากชั้นเคลือบ ZrSiO_4 บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 เกิดปะปนของโครงสร้างผลึก Fe-ZrSiO_4 ที่ให้เฉดสีชมพูปะการัง โดยค่าความแตกต่างของสี (ΔE) ที่คำนวณได้จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สังเคราะห์มีค่าอยู่ในช่วง 20.77-25.46 ซึ่งมากกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ เกือบสี่เท่า ซึ่งแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของเฉดสีจากสีแดงเป็นสีชมพูปะการัง โดยผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ มีเฉดสีชมพูปะการังที่สว่างและสดมากกว่าผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$ ซึ่งเป็นผลจากการมีอยู่ของชั้นบัฟเฟอร์ SiO_2 อยู่บนพื้นผิวอนุภาค Fe_2O_3 ที่เป็นแกนสี ทำให้มีแนวโน้มของการเกิดเป็นชั้นเคลือบ ZrSiO_4 ที่หนากว่า จึงมีโอกาสที่จะเกิดโครงสร้างผลึก Fe-ZrSiO_4 ได้มากกว่า

เมื่อนำผงสีแดงอนินทรีย์แต่ละแบบที่สังเคราะห์ภายในงานวิจัยนี้ อันได้แก่ ผงสีที่มีสภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $1\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$, $\text{Fe}_2\text{O}_3@ZrSiO_4$, $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$, $0.2\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ และ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@ZrSiO_4$ มาทดสอบความเสถียรภายใต้สภาวะกรดไฮโดรคลอริก (HCl) พบว่าชั้นเคลือบ SiO_2 และชั้นเคลือบ ZrSiO_4 สามารถเพิ่มความเสถียรให้กับอนุภาค Fe_2O_3 ได้ โดยที่ชั้นเคลือบ ZrSiO_4 มีความเสถียรมากกว่าชั้นเคลือบ SiO_2 ซึ่งเป็นผลจากคุณสมบัติเฉพาะตัวของชั้นเคลือบ ขนาดความหนา และปริมาณรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) ที่เกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของสาร CTAB เป็นต้น สำหรับผลการทดสอบความเสถียรของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมภายใต้สภาวะรังสี UV และความชื้น พบว่าเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงแต่ละแบบมีค่าความแตกต่างของสี (ΔE) ระหว่างก่อนและหลังการทดสอบเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อยอยู่ในช่วง 0.65-2.67 ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าผงสีแดงอนินทรีย์แต่ละแบบที่สังเคราะห์ขึ้นภายในงานวิจัยมีความเหมาะสมสำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นสีทาตัวอาคารสะท้อนความร้อน

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1 ศึกษาระยะเวลา อุณหภูมิ ค่า pH และอัตราส่วนสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์ซิลิกาหรือเซอร์คอนผ่านกระบวนการโซล-เจล ซึ่งอาจส่งผลต่อลักษณะสัญญาณวิทยาของชั้นเคลือบบนพื้นผิวเหล็กออกไซด์
- 5.2.2 ศึกษาและเปรียบเทียบอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวชนิดอื่น เช่น 3-อะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (APTES) ที่ส่งผลต่อโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนของผงสื่อนินทรี
- 5.2.3 ศึกษาอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่อาจส่งผลต่อค่าพิกัดสปีที่เปลี่ยนแปลงไปของผงสื่อนินทรีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกน
- 5.2.4 ศึกษาคุณสมบัติทางแสงของซิลิกาและเซอร์คอนที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการโซล-เจล ได้แก่ ค่าความใส ความหนาแน่น และดัชนีการหักเหของแสงที่อาจส่งผลต่อการตกกระทบของแสงบนพื้นผิวอนุภาคเหล็กออกไซด์ที่เป็นแกนสี
- 5.2.5 ศึกษาและหาข้อมูลเพิ่มเติมเพื่อยืนยันวัฏภาคที่ยังไม่สามารถระบุได้ที่พบในผล XRD ที่ตำแหน่ง 2-theta ประมาณ 33.84 ในผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์
- 5.2.6 ศึกษาพันธะเคมีของผงสีแดงอนินทรีแต่ละแบบในงานวิจัยนี้ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (raman spectrophotometer) เนื่องจากเครื่อง FT-IR ไม่สามารถบอกพันธะเคมีในผงสีแดงอนินทรีแต่ละแบบที่สังเคราะห์ได้อย่างชัดเจน
- 5.2.7 ตรวจสอบวิเคราะห์ขนาดอนุภาคผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2$ ที่สภาวะใช้ความเข้มข้นของสาร CTAB เกินค่า CMC ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของแสง (laser diffraction) เพื่อเพิ่มความแม่นยำในการแยกแยะระหว่างขนาดอนุภาคผงสีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนกับขนาดอนุภาค SiO_2 ทรงกลมที่แยกตัวออกมาจากชั้นเคลือบซิลิกาได้อย่างถูกต้อง
- 5.2.8 ศึกษาปัจจัยอื่น ๆ ที่อาจส่งผลต่อค่าพิกัดสปี ได้แก่ ความสามารถในการกระจายตัวของผงสีในสีน้ำขาวอะคริลิก และอัตราส่วนที่ทำให้ได้เนื้อสีที่เหมาะสมระหว่างผงสีกับสีน้ำขาวอะคริลิก เป็นต้น
- 5.2.9 ตรวจสอบวัฏภาคของเนื้อสีแดงบนแผ่นยิปซัมที่ได้จากผงสีแดงอนินทรีแต่ละแบบ โดยฉายรังสีอินฟราเรดจากหลอดรังสีอินฟราเรด (IR lamp) ไปยังเนื้อสีบนแผ่นยิปซัมที่สัมผัสกับเครื่องวัดอุณหภูมิ และบันทึกอุณหภูมิที่ตรวจวัดได้ ณ ช่วงเวลาต่าง ๆ ซึ่งอุปกรณ์ทั้งหมดจะถูกติดตั้งอยู่ในกล่องที่บดแสง
- 5.2.10 ตรวจสอบวิเคราะห์และติดตามผลในระยะยาวหลังจากประยุกต์ใช้ผงสื่อนินทรีที่มีโครงสร้างแบบเปลือกหุ้มแกนเป็นสีทาตัวอาคาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] WALL TECH. 2564. **ฉนวนกันความร้อน ช่วยลดค่าใช้จ่ายด้านพลังงานได้อย่างไร?** [Online]. Available : <https://wtg.co.th/th/news/knowledge-insulated-sandwich-panel/253-insulation-helps-reduce-the-cost-of-energy>.
- [2] ReviewYourLiving. 2561. **เครื่องใช้ไฟฟ้าที่ดูเงินในกระเป๋าคุณ แบบร้องไห้หนักมาก.** [Online]. Available : <https://www.reviewyourliving.com/infographic/electrical-appliances-bill-expensive-042018/>.
- [3] บ้านไอเดีย. 2559. **เพราะเหตุใด สี Beger Cool จึงกันความร้อนได้.** [Online]. Available : <https://www.banidea.com/beger-cool-uv-shield/>.
- [4] Encyclopedia. 2562. **ฉนวนกันความร้อน (Sound insulation) กับคุณสมบัติที่น่ารู้ก่อนจะนำเอาไปใช้งาน.** [Online]. Available : <https://www.wazzadu.com/article/1367>.
- [5] Decor Report. 2564. **สีทาภายนอกอาคาร ป้องกันความร้อน.** [Online]. Available : <https://decorreport.com/th/ส-ก-นความร้อน>.
- [6] Dusu Wen, Atsunori Shiraishi, Naoki Takeuchi, Toshiyuki Masui and Nobuhito Imanaka. 2015. “Novel Environment Friendly Inorganic Red Pigments Based on $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$.” *RSC Adv.* 5 : 44886–44894.
- [7] Shahid Sultan, Khalida Kareem and Ling He. 2016. “Synthesis, characterization and resistant performance of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ composite as pigment protective coatings.” *Surface and Coatings Technology.* 300 : 42-49.
- [8] Xiao Zhang, Ting Chen, Wei Jiang, Jian Liu and Tong Zhou. 2015. “Preparation and Chromatic Properties of Encapsulated Carbon Black Pigment via Layer-by-Layer Self-Assembly Method.” *Advanced Materials Research.* 1104 : 15-20.
- [9] กรมพัฒนาพลังงานทดแทน และอนุรักษ์พลังงาน กระทรวงพลังงาน. 2560. **แนวทางการออกแบบอาคารเพื่อการอนุรักษ์พลังงาน.** [Online]. Available : <http://webkc.dede.go.th/testmax/sites/default/files/guidelinrBEC2017.pdf>.
- [10] ภัคณีย์ ทองที่อัมพร. 2544. “ฉนวนกันความร้อนภายนอกอาคาร.” *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ.* 157 : 21-22.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] Paul Dorian. 2018. **Earth's Upper Atmosphere Cooling Dramatically, Cosmic Rays Continue To Increase As Deep Solar Minimum Approaches.** [Online]. Available : <https://www.thegwpc.com/earths-upper-atmosphere-cooling-dramatically-cosmic-rays-continue-to-increase-as-deep-solar-minimum-approaches/>.
- [12] Ruby 360. 2018. **The Visible Spectrum.** [Online]. Available : <https://ruby360.ca/about/knowledge-bank/white-papers/paper.php?ID=8>.
- [13] फिल्मกรองแสง Hi-Kool. 2558. **รู้เรื่องรังสี ULTRAVIOLET (UV).** [Online]. Available : <https://www.hikoolfilm.com/1887-infomation/pages.html?tabs=1887>.
- [14] Artur Malinowski and Malwina Gnat Krzysztof Biernat. 2013. "The Possibility of Future Biofuels Production Using Waste Carbon Dioxide and Solar Energy." *Biofuels - Economy, Environment and Sustainability*. Chapter 5 : 123-172.
- [15] Siamchemi. 2564. **รังสีอินฟราเรด (Infrared Radiation : IR) ประโยชน์ และอันตรายจากรังสีอินฟราเรด.** [Online]. Available: <https://www.siamchemi.com>.
- [16] American WeatherStar. 2004. **Why Are Roof Coatings Energy Efficient?.** [Online]. Available : <https://www.americanweatherstar.com/roof-coatings-energy-efficient/>.
- [17] Pongkung. 2557. **งานไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ คุณสมบัติของแสง.** [Online]. Available : http://know2learning.blogspot.com/2014/07/blog-post_1377.html.
- [18] Toppr answer. 2021. **Regular and Diffused Reflection.** [Online]. Available : <https://www.toppr.com/ask/content/concept/regular-and-diffused-reflection-210160/>.
- [19] วิกิพีเดีย สารานุกรมเสรี. 2564. **การสะท้อน (ฟิสิกส์).** [Online]. Available : [https://th.wikipedia.org/wiki/การสะท้อน_\(ฟิสิกส์\)](https://th.wikipedia.org/wiki/การสะท้อน_(ฟิสิกส์)).
- [20] Matthewmurascience. 2021. **THE LAW OF REFLECTION.** [Online]. Available : <https://matthewmurascience.weebly.com/the-law-of-reflection.html>.
- [21] Chegg Study. 2003. **The index of refraction for violet light in silica flint glass.** [Online]. Available : <https://www.chegg.com/homework-help/questions-and-answers/c22p32-index-refraction-violet-light-silica-flint-glass-169-red-light-161-angular-dispers-q12043121>.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [22] PHYSICS. 2020. **Comprehensive nature of light: transverse vs longitudinal waves and ray optics.** [Online]. Available : <https://physics.stackexchange.com/questions/461766/comprehensive-nature-of-light-transverse-vs-longitudinal-waves-and-ray-optics>.
- [23] V. Zolotarev. 1970. “The optical constants of amorphous SiO₂ and GeO₂ in the valence band region.” *Opt. Spectrosc.* 29 : 34-37.
- [24] G. Elsandika, A. Putri, M. Musyarofah and S. Pratapa. 2019. “Synthesis of ZrSiO₄ powders by a sol-gel method with varied calcination temperatures.” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 496 : 012047.
- [25] Pradyot Patnaik. 2002. **Handbook of Inorganic Chemicals.** McGraw-Hill.
- [26] กรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2526. “การทดสอบโครงสร้างจักรยาน.” *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ.* 101: 24-34.
- [27] เขมชาติ ชนาภิชาตเจริญ นงนารถ เมฆรังสีมันต์ และ สุรัชย์ ศิลามณีโชติ. 2551. “ประโยชน์และความเป็นพิษของโลหะหนักแคดเมียม.” *โครงการเคมี กรมวิทยาศาสตร์บริการ.* 1 : 1-5.
- [28] กองส่งเสริมเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อมโรงงาน กรมโรงงานอุตสาหกรรม. 2561. กฎหมายด้านความรับผิดชอบต่อสังคม และการประยุกต์ใช้. [Online]. Available : http://greenindustry.diw.go.th/images/content/4.Documentation/Envi%20Law%20Handout_2561.pdf.
- [29] คชินท์ สายอินทวงศ์. 2551. **สีเซรามิก (Color Stain).** [Online]. Available : http://www.thaiceramicsociety.com/rm_paint_ceramiccolor.php.
- [30] เจ้าของร้าน. 2564. **หลักการวัดสี (Color Measuring).** [Online]. Available : <https://www.aballtechno.com/article/18/หลักการวัดสี-color-measuring>.
- [31] Photoscreenprint. 2564. **YRGBK 3 – Color density and saturation.** [Online]. Available : <https://www.photoscreenprint.com/color-separation-blog/>.
- [32] วลัยกร นิตยพัฒน์ เรียบเรียง. 2557. “วิทยาศาสตร์ของสี.” *คหกรรมศาสตร์ มคอ.* 1 : 3-11.
- [33] Aaron Fehir. 2016. “Taphonomy’s Rainbow: The Introduction and Application of Chromophoric Variance Analysis.” MSc, BA, Archaeology The University of Sheffield.
- [34] เจริญชัย เหลืองอ่อน. 2553. “การวัดสีด้วยเทคนิค UV-VIS-NIR SPECTROPHOTOMETRY.” *ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ.* 8-13.
- [35] Rlight. 2019. **ความแตกต่างระหว่าง D50 กับ D65** [Online]. Available : <https://ra-light.com/th/ความแตกต่างระหว่าง-d50-กับ-d65/>.

- [36] WIKIPEDIA. 2021. **ILLUMINANT (D65)**. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Illuminant_D65.
- [37] WIKIPEDIA. **DCI-P3**. [Online]. Available : <https://en.wikipedia.org/wiki/DCI-P3>.
- [38] WIKIPEDIA. 2021. **Iron(III) oxide**. [Online]. Available : [https://en.wikipedia.org/wiki/Iron\(III\)_oxide](https://en.wikipedia.org/wiki/Iron(III)_oxide).
- [39] Stjepko Krehula, Mira Ristić, Michael Reissner, Shiro Kubuki and Svetozar Musić. 2017. “Synthesis and properties of indium-doped hematite.” *Journal of Alloys and Compounds*. 695 : 1900-1907.
- [40] WIKIPEDIA. 2021. **Silicon dioxide**. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_dioxide.
- [41] Siamchemi. 2564. **ซิลิกา (silica/SiO₂) และประโยชน์ซิลิกา**. [Online]. Available : <https://www.siamchemi.com/ซิลิกา/>.
- [42] Theodor Schmidt. 2014. **GEOTECHNICS AND STATICS OF DRYSTONE WALLS**. [Online]. Available : <https://data.umwelteinsatz.ch/T/Soil-Mechanics.html>.
- [43] Rajkrishna Dutta and Nibir Mandal. 2012. “Structure, elasticity and stability of reidite (ZrSiO₄) under hydrostatic pressure: A density functional study.” *Materials Chemistry and Physics*. 135 : 322–329.
- [44] WIKIPEDIA. 2021. **Zirconium(IV) silicate**. [Online]. Available : [https://en.wikipedia.org/wiki/Zirconium\(IV\)_silicate](https://en.wikipedia.org/wiki/Zirconium(IV)_silicate).
- [45] Arno Kaiser, Markus Lobert and Rainer Telle. 2008. “Thermal Stability of Zircon (ZrSiO₄).” *Journal of the European Ceramic Society*. 28 : 2199-2211.
- [46] วิกิพีเดีย. 2564. **เพทาย**. [Online]. Available: <https://th.wikipedia.org/wiki/เพทาย>.
- [47] เพ็ญวิสาข์ พิสิฐฐศักดิ์. 2558. “การใช้กระบวนการโซลเจลเพื่อเพิ่มสมบัติของสิ่งทอ : ฝ้ายสะท้อนน้ำและน้ำมัน.” *Thai Journal of Science and Technology*. 1 : 46-63.
- [48] Kayo Vieira, T. Panzera, Jefferson Ferrari and Marco Schiavon. 2018. “Nanocomposites Based on Polyelectrolytes-Multiwalled Carbon Nanotubes Coated with a Silica Shell.” *Materials Research*. 21.
- [49] H. Liu, W. Dai, Haihui Wang, L. Zeng and Yingjun Wang. 2015. “Study on the preparation of the CdS_xSeS_x@ZrSiO₄ red ceramic pigments and its properties.” *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 75 : 198-205.
- [50] E. C. Cortés, Fuente, J. A. M., Moreno, J. M., Pérez, C. P., Cordoncillo, E. C., & Castelló, J. B. C. 2004. “Solid-Solution Formation in the Synthesis of Fe-Zircon.” *Journal of the American Ceramic Society*. 84(4) : 612-16.”

- [51] Zhaoqi Zhan and Hua C. Zeng. 1999. "The self-catalytic role of zirconium n-propoxide in sol-gel syntheses of ZrO_2-SiO_2 mixed oxides." *Journal of Materials Chemistry*. 9(10) : 2647-2652.
- [52] Naiara Vazquez, Zoilo González, Begona Ferrari and Y. Castro. 2017. "Synthesis of mesoporous silica nanoparticles by sol-gel as nanocontainer for future drug delivery applications." *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. 56.
- [53] YooJin Kim, Geun Cho, Jae-Hwan Pee and Eui-Seok Choi. 2010. "One-Step Silica Coating of Cetyltrimethyl Ammonium Bromide-Stabilized $\alpha-Fe_2O_3$." *Journal of nanoscience and nanotechnology*. 10 : 380-2.
- [54] Feng Zhao, Yanfeng Gao and Hongjie Luo. 2009. "Reactive Formation of Zircon Inclusion Pigments by Deposition and Subsequent Annealing of a Zirconia and Silica Double Shell." *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids*. 25 : 13295-7.
- [55] Kyu-Ri Pyon and Byung-Ha Lee. 2009. "Effect of iron content and annealing temperature on the color characteristics of $Fe-ZrSiO_4$ coral pink pigments synthesized by Sol-gel method." *Journal of The Ceramic Society of Japan*. 117 : 258-263.
- [56] Wei Jiang, Yan Yang, Qing Zhu and Jian Liu. 2011. "Iron-Zircon Pigments Prepared by Non-Hydrolytic Sol-Gel Method at Low Temperature." *Advanced Materials Research*. 412 : 223-226.
- [57] Guillermo Herrera Pérez. 2015. "Iron Doped- $ZrSiO_4$: Structural, Microstructural and Vibrational Characterization." *Materials Research*. 18.
- [58] ASTM E903-20. 2020. "Standard Test Method for Solar Absorptance, Reflectance, and Transmittance of Materials Using Integrating Spheres." *ASTM International, West Conshohocken, PA*.
- [59] ASTM G154-06. 2006. "Standard Practice for Operating Fluorescent Light Apparatus for UV Exposure of Nonmetallic Materials." *ASTM International, West Conshohocken, PA*.
- [60] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2557. "เอกสารประกอบการสอน บทที่ 2-เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์." *สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง*. 17-37.
- [61] ศุภฤกษ์ เห็นประเสริฐแท้. 2555. "ทำไมต้องมีเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction)." *ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ*. 12-18.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้ในเชิงงานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [62] Physics. 2017. **Bragg's diffraction-Huygens' principle**. [Online]. Available : <https://physics.stackexchange.com/questions/297554/braggs-diffraction-huygens-principle>.
- [63] SHIMADZU. 2021. **LabX XRD-6100**. [Online]. Available : <https://www.shimadzu.com/an/products/elemental-analysis/x-ray-diffraction/labx-xrd-6100/index.html>.
- [64] อ่อนลมี กมลอินทร์. 2552. “การศึกษาการเติมสารเจือใน PTCR BaTiO₃ โดยใช้เทคนิคสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์.” ปรินญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- [65] Brian Toby. 2006. “R Factors in Rietveld Analysis: How Good is Good Enough.” *Powder Diffraction*. 21 : 67-70.
- [66] Luca Lutterotti. 2020. **MAUD-Materials Analysis Using Diffraction**. [Online]. Available : <http://maud.radiographema.eu/>.
- [67] Peter Murray-Rust. **Crystallography Open Database**. [Online]. Available : <http://www.crystallography.net/cod/>.
- [68] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2557. “เอกสารประกอบการสอน บทที่ 3-เครื่องวิเคราะห์การคายรังสีเอกซ์.” สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 38-53.
- [69] AMPYEK. 2021. **What is XRF?** [Online]. Available : <https://www.amptek.com/resources/xrf>.
- [70] AZOMATERIALS. 2021. **MESA-500W EDXRF Element Analyzer from HORIBA**. [Online]. Available : <https://www.azom.com/equipment-details.aspx?EquipID=1364>.
- [71] TheP CENTER. 2555. “เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ XPS ” *ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์*. 1-4.
- [72] ประยูร ส่งสิริฤทธิกุล. 2548. “แสงซินโครตรอนกับงานวิจัยและการตรวจวิเคราะห์วัสดุ : เทคนิคโฟโตอิมิชชัน (ตอนที่ 2).” *ศูนย์ปฏิบัติการวิจัยเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ*. 47-50.
- [73] THAI SYNCHROTRON NATIONAL LAB. 2561. **ระบบลำเลียงแสงที่ 5.3: XPS**. [Online]. Available : <https://www.slri.or.th/th/bl5-3-xps.html>.
- [74] IT-LEARNING. 2019. **X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)**. [Online]. Available : <https://it-learning.tistory.com/169>.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [75] SHIMADZU. 2021. **AXIS Supra — Surface Analysis Instrument.** [Online]. Available : <http://www.barascientific.com/product/scientific-equipments/surface-analyzer/x-ray-photoelectron-spectroscopy/axis-supra-surface-analysis-instrument>.
- [76] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้ มหาวิทยาลัยมหิดล. 2564. **เทคโนโลยีการสร้างระดับนาโน.** [Online]. Available : <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>.
- [77] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2557. “เอกสารประกอบการสอน บทที่ 6-กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.” *สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง*. 82-100.
- [78] HITACHI. 2021. **Analysis microscope SU5000.** [Online]. Available: <https://www.directindustry.com/prod/hitachi-high-tech-europe-gmbh/product-30506-1583462.html>.
- [79] พิกุล ราชพลแสน. 2557. “กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.” *มหาวิทยาลัยขอนแก่น*. 2 : 1-8.
- [80] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2557. “เอกสารประกอบการสอน บทที่ 6-กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.” *สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง*. 101-108.
- [81] JEOL. 2021. **JEM-2100Plus Transmission Electron Microscope.** [Online]. Available : <https://www.jeolusa.com/PRODUCTS/Transmission-Electron-Microscopes-TEM/200-kV/JEM-2100Plus>.
- [82] STDB. 2562. **เครื่อง FTIR-Raman Spectrometer.** [Online]. Available: http://stdb.most.go.th/equipment_detail.aspx?id=13624.
- [83] วรางคณา อุนุชิตโอฬาร. 2546. “FT-IR Imaging.” *ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ*. 67-70.
- [84] WOTOL. 2020. **Perkin Elmer PE Spectrum-GX Research-Grade Near-Infrared(NIR) FT-IR Spectrometer.** [Online]. Available : <https://www.wotol.com/product/perkin-elmer-pe-spectrum-gx-research-grade-near-infrared-nir-ft-ir-spectrometer/1669163>.
- [85] Materials Innovation Center. 2555. **UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETER.** [Online]. Available : http://mic.eng.ku.ac.th/facilities-detail.php?id_sub=41&id=46.
- [86] CROMTEK. 2021. **ESPECTROFOTÓMETRO UV-VIS-NIR SHIMADZU SOLIDSPEC 3700/3700DUV.** [Online]. Available : <https://www.cromtek.cl/producto/espectrofotometro-uv-vis-nir-shimadzu-solidspec-3700-3700duv/>.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [87] คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. 2556. “สี (Color).” *มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ*. 1-5.
- [88] พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์. 2564. **colorimeter / เครื่องวัดสี**. [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0736/colorimeter-เครื่องวัดสี>.
- [89] QZ-online. 2005. **MiniScan XE Plus**. [Online]. Available: <https://www.qz-online.de/produkte/uebersicht/beitrag/miniscan-xe-plus-sichere-und-vergleichbare-ergebnisse-356466.html>.
- [90] สุภัตตรา วงศ์แสนใหม่. 2556. “การพัฒนาวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์จากผงแบเรียมออกไซด์-ไทเทเนต.” *มหาวิทยาลัยแม่โจ้*. 1-57.
- [91] Donya Ramimoghadam, Samira Bagheri and Sharifah Bee Abd Hamid. 2014. “Biotemplated Synthesis of Anatase Titanium Dioxide Nanoparticles via Lignocellulosic Waste Material.” *BioMed Research International*. 2014 : 205636.
- [92] ARTISAN. 2021. **Perkin Elmer Pyris 1 TGA Thermogravimetric Analyzer**. [Online]. Available : <https://www.artisan-tg.com/PLC/63254-1/Perkin-Elmer-Pyris-1-TGA-Thermogravimetric-Analyzer>.
- [93] พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์ และ นิธิยา รัตนานพนธ์. 2564. **Differential scanning calorimeter**. [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/2606/differential-scanning-calorimeter-ดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอรีมิเตอร์>.
- [94] วชิราพรรณ บุญญาพุทธิพงศ์. 2555. “บทปฏิบัติการ Differential Scanning Calorimetry (DSC).” *Food Analysis (Ubon Ratchathani University)*. 1-7.
- [95] Simon Bengtsson, Alan Werker, Cindy Visser and Leon Korving. 2017. **PHARIO- stepping stone to a sustainable value chain for PHA bioplastic using municipal activated sludge**.
- [96] TRUMP SPECIALITY. 2564. **QUV accelerated weathering tester (เครื่องเร่งสภาวะอากาศ)**. [Online]. Available: <http://www.trumpspeciality.com/product/quv-accelerated-weathering-tester/>.
- [97] Utai Thaicharoen. 2564. **เครื่องจำลองสภาวะอากาศเพื่อการเร่งปฏิกิริยาสำหรับทดสอบตัวอย่าง**. [Online]. Available : <http://portal.psu.ac.th/blog/utai1/42727>.

- [98] L. P. Singh, Sriman Bhattacharyya, Geetika Mishra and Saurabh Ahalawat. 2011. "Functional role of cationic surfactant to control the nano size of silica powder." *Appl. Nanosci.* 1 : 117-122.
- [99] Yun Hin Taufiq-Yap, Siow Hwa Teo, Aminul Islam, Eng Chan, S. Choong, Nabeel Alharthi and Md Awual. 2019. "Efficient biodiesel production from *Jatropha curcus* using CaSO₄/Fe₂O₃-SiO₂ core-shell magnetic nanoparticles." *Journal of Cleaner Production.* 208 : 816–826.
- [100] Sakthisabarimoorthi Athiruban, Martin Dhas and Micheal Jose. 2018. "Fabrication of monodispersed α -Fe₂O₃@SiO₂ core-shell nanospheres and investigation of their dielectric behavior." *Journal of Alloys and Compounds.* 771.
- [101] Majid Farahmandjou. 2015. "Synthesis and characterization of α -Fe₂O₃ nanoparticles by simple co-precipitation method." *Physical Chemistry Research.* 3 : 193.
- [102] Isaac Ramalla, Rajeev Gupta and Kamal Bansal. 2015. "Effect on superhydrophobic surfaces on electrical porcelain insulator, improved technique at polluted areas for longer life and reliability." *International Journal of Engineering & Technology.* 4 : 509.
- [103] Gérald Lelong, Sanjib Bhattacharyya, Steve Kline, Thomas Cacciaguerra, Miguel Gonzalez and Marie-Louise Saboungi. 2008. "Effect of Surfactant Concentration on the Morphology and Texture of MCM-41 Materials." *The Journal of Physical Chemistry C.* 112.
- [104] Reyhaneh Pourhasan-Kisomi, Farhad Shirini and Mostafa Golshekan. 2018. "Introduction of organic/inorganic Fe₃O₄@MCM-41@Zr-piperazine magnetite nanocatalyst for the promotion of the synthesis of tetrahydro-4 H-chromene and pyrano[2,3-d]pyrimidinone derivatives: Use of Fe₃O₄@MCM-41@Zr-piperazine in multi-component reactions." *Applied Organometallic Chemistry.* 32 : e4371.
- [105] N. Venkatathri. 2007. "Synthesis of silica nanosphere from homogeneous and heterogeneous systems." *Bulletin of Materials Science - BULL MATER SCI.* 30 : 615-617.
- [106] Kunlun Ding, Baoji Hu, Yun Xie, Guimin An, Ranting Tao, Hongye Zhang and Zhimin Liu. 2009. "A simple route to coat mesoporous SiO₂ layer on carbon nanotubes." *Journal of Materials Chemistry - J MATER CHEM.* 19.

- [107] Yanhua Li, Na Li, Wei Pan, Zhengze Yu, Limin Yang and Bo Tang. 2016. "Hollow Mesoporous Silica Nanoparticles with Tunable Structures for Controlled Drug Delivery." *ACS applied materials & interfaces*. 9.
- [108] Winson li, Ming Zhang, Jinli Zhang and Yongcai Han. 2006. "Self-assembly of cetyl trimethylammonium bromide in ethanol-water mixtures." *Frontiers of Chemistry in China*. 1 : 438-442.
- [109] L. T. Zhuravlev. 2000. "The Surface Chemistry of Amorphous Silica. Zhuravlev Model." *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 173 : 1-38.
- [110] Dongdong Xu, Ji Feng and Shunai Che. 2014. "An insight into the role of the surfactant CTAB in the formation of microporous molecular sieves." *Dalton transactions (Cambridge, England : 2003)*. 43.
- [111] Masoumeh Zargar, Yusak Hartanto, Bo Jin and Sheng Dai. 2016. "Hollow Mesoporous Silica Nanoparticles: A Peculiar Structure for Thin Film Nanocomposite Membranes." *Journal of Membrane Science*. 519.
- [112] M. A. Sharaf. 2010. "Preparation of spherical nanoparticles: Stober silica." *Journal of American Science*. 6 : 985-989.
- [113] Wenbo Wei, Feng Bai and Hongyou Fan. 2018. "Surfactant-Assisted Cooperative Self-Assembly of Nanoparticles into Active Nanostructures." *iScience*. 11.
- [114] Ziba Hedayatnasab, Ali Dabbagh, Faisal Abnisa and Wan Daud. 2020. "Polycaprolactone-Coated Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles for In Vitro Magnetic Hyperthermia Therapy of Cancer." *European Polymer Journal*. 133 : 109789.
- [115] Si-Han Wu, Chung-Yuan Mou and Hong-Ping Lin. 2013. "Synthesis of Mesoporous Silica Nanoparticles." *Chemical Society reviews*. 42.
- [116] Robert Hazen and L. Finger. 1979. "Crystal structure and compressibility of zircon at high pressure." *Am. Mineral*. 64 : 196-201.
- [117] S. Karamat, R. S. Rawat, P. Lee, T. L. Tan and R. V. Ramanujan. 2014. "Structural, elemental, optical and magnetic study of Fe doped ZnO and impurity phase formation." *Progress in Natural Science: Materials International*. 24(2) : 142-149.
- [118] R.D. Shannon. 1976. **Database of Ionic Radii**. [Online]. Available : <http://abulafia.mt.ic.ac.uk/shannon/>.

- [119] Guillermo Herrera Pérez, Noemí Montoya and Javier Alarcón. 2012. "Synthesis and Characterization of Iron Doped $ZrSiO_4$ Solid Solutions from Gels." *Journal of the American Ceramic Society*. 37 : 3609.
- [120] M. Ocaña, A. Gonzalez-Elipe, V. M. Orera, P. Tarta jand C. Serna. 2005. "Spectroscopic Studies on the Localization of Vanadium(IV) in Vanadium-Doped Zircon Pigments." *Journal of the American Ceramic Society*. 81 : 395-400.
- [121] Roopavath Udaykiran, S. Vasanthavel and S. Kannan. 2015. "Coordinative Crystallization of $ZrSiO_4$ and $\alpha-Fe_2O_3$ Composites and Their Resultant Structural, Morphological, and Mechanical Characteristics." *Crystal Growth & Design*. 15 : 4075-4086.
- [122] Stéphanie Ricol, Etienne Vernaz and Philippe Barboux. 1997. "Synthesis of Gels in the System $Na_2O-ZrO_2-SiO_2$." *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 8(1) : 229-233.
- [123] Jobin Varghese, Tony Joseph and Mailadil Sebastian. 2012. " $ZrSiO_4$ Ceramics for Microwave Integrated Circuit Applications." *Materials Letters*. 65 : 1092–1094.
- [124] Weihui Jiang, Xiayi Xu, Ting Chen, Jianmin Liu and Xiaojun Zhang. 2015. "Preparation and chromatic properties of $C@ZrSiO_4$ inclusion pigment via non-hydrolytic sol gel method." *Dyes and Pigments*. 114 : 55-59.
- [125] Wang Sanhai, Jiang Wei-hui, Feng Guo, L. Jianmin, Miao Lifeng and Wang Hongda. 2014. "Preparation of Zircon Whisker Using Carbon Black as Reducing Agent." *Journal of Inorganic Materials*. 29 : 835.
- [126] D. Aguilar, L. Torres-Gonzalez, Leticia Torres-Martínez, Tessy Lopez Goerne and Patricia Quintana. 2001. "A Study of the Crystallization of ZrO_2 in the Sol-Gel System: ZrO_2-SiO_2 ." *Journal of Solid State Chemistry*. 158 : 349-357.
- [127] E. Carreto, C. Piña, H. Arriola, A. Barahona, N. Nava and Victor Castaño. 2001. "Mössbauer Study of the Structure of Fe - Zircon System." *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 250 : 453-458.
- [128] Hsueh-Liang Chu, Cheng-Li Wang, Weng-Sing Hwang, Kuen-Chan Lee, Xuedong Zhou and Moo-Chin Wang. 2014. "Kinetics of phase transformation and optical property of pink coral zirconia powders." *Journal of Alloys and Compounds*. 601 : 307-318.

- [129] Mario Llusar, J. Calbo, J. Badenes, M. Tena and G. Monros. 2001. "Synthesis of Iron Zircon Coral by Coprecipitation Routes." *Journal of Materials Science*. 36 : 153-163.
- [130] Siqi He, Tongjiang Peng, Hongjuan Sun, Dongshan Luo, Qing Xiao and Qian Geng. 2019. "Kinetics of Iron Removal From Ti-Extraction Blast Furnace Slag by Chlorination Calcination." *Open Chemistry*. 17 : 1146-1156.
- [131] Meihua Wu, Siyuan Liu, Yichao Sun, Wen Chen, Lingfeng Huang, Guoliang Chen and Zishan Zheng. 2020. "Energy transfer of wide band long persistent phosphors of Sm³⁺-Doped ZrSiO₄." *Materials Chemistry and Physics*. 251 : 123086.
- [132] M. Fouda, M. El-Kholy, S. Moustafa, A. Hussien, Mohammed Wahba and M. El-Shahat. 2012. "Synthesis and Characterization of Nanosized Fe₂O₃ Pigments." *International Journal of Inorganic Chemistry*. 2012.
- [133] T. Thongkanluang, N. Chirakanphaisarn and P. Limsuwan. 2012. "Preparation of NIR Reflective Brown Pigment." *Procedia Engineering*. 32 : 895-901.
- [134] Zina Abd, Zina Al Shadidi, Ahmad Falih, Alameer Al and Ahmad Kadhum. 2019. "Analysis of Optical Properties of SiO₂ Thin Films for Various Thicknesses and Substrate Material Using Matlab Code." *American Journal of Materials Synthesis and Processing*. 4 : 75-80.
- [135] Chiara Ferrari, Alberto Muscio and Cristina Siligardi. 2016. "Development of a Solar-reflective Ceramic Tile Ready for Industrialization." *Procedia Engineering*. 169 : 400-407.
- [136] S. Cerro, C. Gargori, M. Llusar and G. Monros. 2018. "Orthorhombic (Fe₂TiO₅)-monoclinic (Cr₂TiO₅) solid solution series: Synthesis by gel routes, coloring and NIR reflectivity evaluation." *Ceramics International*. 44(11) : 13349-13359.
- [137] Kalarical Janardhanan Sreeram, Aby Cheruvathor Poulouse, Balachandran Nair and Thirumalachari Ramasami. 2008. "Colored cool colorants based on rare earth metal ions." *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 92 : 1462-1467.
- [138] Hyeon Ju Lee, Kyeong Youl Jung and Young-Seok Kim. 2021. "Nanostructured Fe₂O₃/TiO₂ composite particles with enhanced NIR reflectance for application to LiDAR detectable cool pigments." *RSC Advances*. 11(28) : 16834-16840.

- [139] Somayeh Niaraki, Behrooz Ghasemi, Ali Habibolahzadeh, Ebrahim Ghasemi and Mehdi Ghahari. 2019. “Nanostructured $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{TiO}_2$ pigments with improved NIR reflectance and photocatalytic ability.” *Materials Chemistry and Physics*. 235 : 121769.
- [140] Somayeh Sadeghi-Niaraki, Behrooz Ghasemi, Ali Habibolahzadeh, Ebrahim Ghasemi and Mehdi Ghahari. 2020. “Cool and photocatalytic reddish-brown nanostructured $\text{Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2@\text{TiO}_2$ pigments.” *Materials Science and Engineering: B*. 262 : 114752.
- [141] Maria Fortuño-Morte, Pablo Serna-Gallén, Héctor Beltrán-Mir and Eloisa Cordoncillo. 2021. “A new series of environment-friendly reddish inorganic pigments based on AFeO_3 (A = Ln, Y) with high NIR solar reflectance.” *Journal of Materiomics*.
- [142] A. Kamel, A. Abdallah and H. El-Baradie. 2007. “The effect of temperature on the properties of calcined red iron oxide pigments.” *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology*. 22 : 1209-1215.
- [143] Sheethu Jose, Deepak Joshy, Soumya B N and Pradeepan Periyat. 2019. “Recent advances in infrared reflective inorganic pigments.” *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 194 : 7-27.
- [144] GitHub. 2021. **LCh Color Wheel**. [Online]. Available: <https://luncheon.github.io/reinvented-color-wheel/>.
- [145] Ri Yu, Jae-Hwan Pee, Kyung Kim and YooJin Kim. 2011. “Color Evolution and Thermal Behavior of Silica(SiO_2)- and Zircon (ZrSiO_4)-coated Nano alpha Fe_2O_3 Pigments.” *Chemistry Letters*. 40 : 1400.
- [146] Houyem Abderrazak, Mohamed Dachraoui and Bernhard Lendl. 2000. “A novel flow injection procedure for determination of phosphate in industrial raw phosphoric acid.” *Analyst*. 125 : 1211-1213.
- [147] Captaincoating. **LONGLIFE COOLMAX**. [Online]. Available: http://captaincoating.com/productdetail/longlife_coolmax_ex?lang=en.
- [148] Shichao Wang and Jun Zhang. 2014. “Effect of titanium dioxide (TiO_2) on largely improving solar reflectance and cooling property of high density polyethylene (HDPE) by influencing its crystallization behavior.” *Journal of Alloys and Compounds*. 617 : 163-169.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณสารเคมีสำหรับสังเคราะห์ชั้นเคลือบ

1.1 สารเคมี และสูตร สำหรับการสังเคราะห์ซิลิกาโซล (SiO_2 sol) และเซอร์คอนโซล (ZrSiO_4 sol)

1.1.1 สารเคมีที่เกี่ยวข้อง ได้แก่

- 1) เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$; TEOS) น้ำหนักโมเลกุล 208.33 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิห้อง 0.94 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- 2) เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$; EtOH) น้ำหนักโมเลกุล 46.07 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิห้อง 0.789 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- 3) น้ำกลั่น (H_2O) น้ำหนักโมเลกุล 18.02 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิห้อง 1.00 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- 4) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) น้ำหนักโมเลกุล 35.04 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น ณ อุณหภูมิห้อง 0.88 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- 5) ซิลิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$; CTAB) น้ำหนักโมเลกุล 364.45 กรัมต่อโมล
- 6) เซอร์โคเนียมคลอไรด์ (ZrCl_4) น้ำหนักโมเลกุล 233.04 กรัมต่อโมล
- 7) ลิเทียมฟลูออไรด์ (LiF) น้ำหนักโมเลกุล 25.94 กรัมต่อโมล

1.1.2 สูตรที่ใช้ในการคำนวณปริมาณสาร ได้แก่

- 1) สูตรหาจำนวนโมลของสาร

$$mol = \frac{g}{Mw}$$

โดยที่ mol คือ จำนวนโมลของสาร โมล (mol)

g คือ น้ำหนักของสาร กรัม (g)

Mw คือ มวลโมเลกุลของสาร กรัมต่อโมล (g/mol)

- 2) สูตรหาความเข้มข้นของสารในหน่วยโมลาร์

$$M = \frac{mol}{L}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ M คือ โมลาร์ โมลต่อลิตร (mol/L)

mol คือ จำนวนโมล โมล (mol)

L คือ สารละลาย 1 ลิตร ลิตร (L)

3) สูตรหาจำนวนโมลของตัวถูกละลายในสารละลาย

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

โดยที่ n คือ จำนวนโมล โมล (mol)

C คือ ความเข้มข้นของสารละลาย โมลต่อลิตร (mol/L)

V คือ ปริมาณของสารละลาย มิลลิลิตร (mL)

4) สูตรหาความหนาแน่นของสาร

$$D = \frac{m}{V}$$

โดยที่ D คือ ความหนาแน่นของสาร ณ อุณหภูมิห้อง กรัมต่อมิลลิลิตร (g/mL)

m คือ มวลของสาร กรัม (g)

V คือ ปริมาตรของสาร มิลลิลิตร (mL)

1.2 วิธีการคำนวณ

1.2.1 การคำนวณการสังเคราะห์ SiO_2 sol โดยมีอัตราส่วนโมลาร์ของสารตั้งต้นดังต่อไปนี้
 $\times \text{CTAB}:15.48\text{H}_2\text{O}:0.18\text{NH}_4\text{OH}:0.03\text{TEOS}:12.05\text{EtOH}$ เมื่อ x เป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ
 2 มิลลิโมลาร์ (mM)

การคำนวณหาปริมาตรของตัวทำละลายแต่ละชนิดที่ต้องใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 sol ได้แก่
 H_2O , NH_4OH , EtOH และ TEOS เมื่อต้องการเตรียมสารละลายของตัวทำละลายทั้งหมด 710
 มิลลิลิตร และหาปริมาณสารที่ต้องเตรียมของสาร CTAB ที่มีความเข้มข้น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิ
 โมลาร์ ได้ดังนี้

1) หาปริมาณของ H_2O ที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 sol (ต้องการความเข้มข้นของ
 H_2O เป็น 15.48 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 710 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{H_2O} = \frac{15.48 \times 710}{1,000}$$

$$\therefore n_{H_2O} = 10.9908 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$10.9908 = \frac{g_{H_2O}}{18.02}$$

$$\therefore g_{H_2O} = 198.0542 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

โดยที่ $D_{H_2O} = 1$ กรัมต่อมิลลิลิตร

แทนค่า

$$1 = \frac{198.0542}{V_{H_2O}}$$

$$\therefore V_{H_2O} = 198.0542 \text{ มิลลิลิตร}$$

ตวง $H_2O = 198.0542$ มิลลิลิตร (≈ 200 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) หาปริมาณของ NH_4OH ที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 sol (ต้องการความเข้มข้นของ NH_4OH เป็น 0.18 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 710 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{\text{NH}_4\text{OH}} = \frac{0.18 \times 710}{1,000}$$

$$\therefore n_{\text{NH}_4\text{OH}} = 0.1278 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$\text{mol} = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.1278 = \frac{g_{\text{NH}_4\text{OH}}}{35.04}$$

$$\therefore g_{\text{NH}_4\text{OH}} = 4.4781 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

$$\text{โดยที่ } D_{\text{NH}_4\text{OH}} = 0.88 \text{ กรัมต่อมิลลิลิตร}$$

แทนค่า

$$0.88 = \frac{4.4781}{V_{\text{NH}_4\text{OH}}}$$

$$\therefore V_{\text{NH}_4\text{OH}} = 5.0888 \text{ กรัม}$$

ปิเปต $\text{NH}_4\text{OH} = 5.0888$ มิลลิลิตร (≈ 5 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) หาปริมาณของ EtOH ที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO₂ sol (ต้องการความเข้มข้นของ EtOH เป็น 12.05 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 710 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{EtOH} = \frac{12.05 \times 710}{1,000}$$

$$\therefore n_{EtOH} = 8.5555 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$8.5555 = \frac{g_{EtOH}}{46.07}$$

$$\therefore g_{EtOH} = 394.1519 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

โดยที่ $D_{EtOH} = 0.789$ กรัมต่อมิลลิลิตร

แทนค่า

$$0.789 = \frac{394.1519}{V_{EtOH}}$$

$$\therefore V_{EtOH} = 499.5588 \text{ มิลลิลิตร}$$

ตวง EtOH = 499.5588 มิลลิลิตร (≈ 500 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) หาปริมาณของ TEOS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 sol (ต้องการความเข้มข้นของ TEOS เป็น 0.03 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 710 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{\text{TEOS}} = \frac{0.03 \times 710}{1,000}$$

$$\therefore n_{\text{TEOS}} = 0.0213 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$\text{mol} = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.0213 = \frac{g_{\text{TEOS}}}{208.33}$$

$$\therefore g_{\text{TEOS}} = 4.4374 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

$$\text{โดยที่ } D_{\text{TEOS}} = 0.94 \text{ กรัมต่อมิลลิลิตร}$$

แทนค่า

$$0.94 = \frac{4.4374}{V_{\text{TEOS}}}$$

$$\therefore V_{\text{TEOS}} = 4.7206 \text{ มิลลิลิตร}$$

ปิเปต TEOS = 4.7206 มิลลิลิตร (≈ 5 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 5) หาปริมาณของ CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ SiO_2 sol โดยต้องการ CTAB เป็น 0, 0.2, 0.4, 1 และ 2 มิลลิโมลาร์ ในตัวทำละลาย 710 มิลลิลิตร

ตัวอย่างการคำนวณ กรณีใช้สาร CTAB ความเข้มข้น 0.4 มิลลิโมลาร์ (0.0004 โมลาร์)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{CTAB} = \frac{0.0004 \times 710}{1,000}$$

$$\therefore n_{CTAB} = 0.000284 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.000284 = \frac{g_{CTAB}}{364.45}$$

$$\therefore g_{CTAB} = 0.1035 \text{ กรัม}$$

ซึ่ง CTAB = 0.1035 กรัม (≈ 0.1 กรัม)

- 1.2.2 การคำนวณการสังเคราะห์เซอร์คอนโซล (ZrSiO_4 sol) โดยมีอัตราส่วนโมลาร์ของสารตั้งต้นดังต่อไปนี้ xCTAB:0.12ZrCl₄:0.03LiF:0.14TEOS:16.59EtOH เมื่อ x เป็น 2 มิลลิโมลาร์

การคำนวณหาปริมาณของตัวทำละลายแต่ละชนิดที่ใช้ในการสังเคราะห์ ZrSiO_4 sol ได้แก่ EtOH และ TEOS เมื่อต้องการเตรียมสารละลายของตัวทำละลายทั้งหมด 215 มิลลิลิตร และหาปริมาณสารที่ต้องเตรียมของสาร ZrCl₄, LiF และ CTAB ได้ดังนี้

- 1) หาปริมาณของ EtOH ที่ใช้ในการสังเคราะห์ ZrSiO_4 sol (ต้องการความเข้มข้นของ EtOH เป็น 16.59 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 215 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{EtOH} = \frac{16.59 \times 215}{1,000}$$

$$\therefore n_{EtOH} = 3.5669 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$3.5669 = \frac{g_{EtOH}}{46.07}$$

$$\therefore g_{EtOH} = 164.3271 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

โดยที่ $D_{EtOH} = 0.789$ กรัมต่อมิลลิลิตร

แทนค่า

$$0.789 = \frac{164.3271}{V_{EtOH}}$$

$$\therefore V_{EtOH} = 208.2726 \text{ มิลลิลิตร}$$

ตวง EtOH = 208.2726 มิลลิลิตร (\approx 208 มิลลิลิตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) หาปริมาณของ TEOS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ $ZrSiO_4$ sol (ต้องการความเข้มข้นของ TEOS เป็น 0.14 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 215 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{TEOS} = \frac{0.14 \times 215}{1,000}$$

$$\therefore n_{TEOS} = 0.0301 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.0301 = \frac{g_{TEOS}}{208.33}$$

$$\therefore g_{TEOS} = 6.2707 \text{ กรัม}$$

จากสูตร

$$D = \frac{m}{V}$$

$$\text{โดยที่ } D_{TEOS} = 0.94 \text{ กรัมต่อมิลลิลิตร}$$

แทนค่า

$$0.94 = \frac{6.2707}{V_{TEOS}}$$

$$\therefore V_{TEOS} = 6.6710 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$\text{ปิเปต TEOS} = 6.6710 \text{ มิลลิลิตร } (\approx 6.7 \text{ มิลลิลิตร})$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) หาปริมาณของ $ZrCl_4$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ $ZrSiO_4$ sol (ต้องการความเข้มข้นของ $ZrCl_4$ เป็น 0.12 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 215 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{ZrCl_4} = \frac{0.12 \times 215}{1,000}$$

$$\therefore n_{ZrCl_4} = 0.0258 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.0258 = \frac{g_{ZrCl_4}}{233.04}$$

$$\therefore g_{ZrCl_4} = 6.0124 \text{ กรัม}$$

$$\text{ซึ่ง } ZrCl_4 = 6.0124 \text{ กรัม } (\approx 6 \text{ กรัม})$$

- 4) หาปริมาณของ LiF ที่ใช้ในการสังเคราะห์ $ZrSiO_4$ sol (ต้องการความเข้มข้นของ LiF เป็น 0.03 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 215 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{LiF} = \frac{0.03 \times 215}{1,000}$$

$$\therefore n_{LiF} = 0.0065 \text{ โมล}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.0065 = \frac{g_{LiF}}{25.94}$$

$$\therefore g_{LiF} = 0.1686 \text{ กรัม}$$

ชั่ง LiF = 0.1686 กรัม (\approx 0.17 กรัม)

- 5) หาปริมาณของ CTAB ที่ใช้ในการสังเคราะห์ $ZrSiO_4$ sol (ต้องการความเข้มข้นของ CTAB เป็น 2 มิลลิโมลาร์ หรือ 0.002 โมลาร์ ในตัวทำละลาย 215 มิลลิลิตร)

จากสูตร

$$n = \frac{CV}{1,000}$$

แทนค่า

$$n_{CTAB} = \frac{0.002 \times 215}{1,000}$$

$$\therefore n_{CTAB} = 0.00043 \text{ โมล}$$

จากสูตร

$$mol = \frac{g}{MW}$$

แทนค่า

$$0.00043 = \frac{g_{CTAB}}{364.45}$$

$$\therefore g_{CTAB} = 0.1567 \text{ กรัม}$$

ชั่ง CTAB = 0.1567 กรัม (\approx 0.16 กรัม)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณหาขนาดผลึกตามวิธีของเดอบาย-เซอร์เรอร์

2.1 สูตรที่เกี่ยวข้องกับการคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ย

2.1.1 สูตรสำหรับการคำนวณหาขนาดผลึก ได้แก่

1) สูตรหาขนาดผลึกของเดบาย-เซอร์เรอร์

$$D = \frac{k\lambda}{\beta_{hkl} \cos\theta}$$

โดยที่ D คือ ขนาดผลึก

k คือ ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์มีค่าเท่ากับ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (ถ้าใช้ Cu $K\alpha=1.5406$ อังสตรอม หรือ 0.1546 นาโนเมตร)

β คือ ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของพีค (full width half maximum; FWHM) ในหน่วยเรเดียน (radian; rad)

θ คือ มุมของแบรกก์ในหน่วยเรเดียน

2) สูตรแปลงมุมจากหน่วยองศาเป็นเรเดียน

$$\text{radian} = \text{degree} \times \frac{\pi}{180}$$

โดยที่ π คือ ค่าคงที่มีค่าประมาณ 3.1415

degree คือ มุมในระบบองศา

radian คือ มุมในระบบเรเดียน

2.1.2 สูตรสำหรับการคำนวณทางสถิติที่เกี่ยวข้อง ได้แก่

1) สูตรหาค่าเฉลี่ย

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ \bar{x} คือ ค่าเฉลี่ยเลขคณิต

$\sum x$ คือ ผลบวกของข้อมูลทุกค่า

n คือ จำนวนข้อมูลทั้งหมด

2) สูตรหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$S.D. = \sqrt{\frac{n\sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

โดยที่ x คือ ข้อมูล

\bar{x} คือ ค่าเฉลี่ยเลขคณิต

n คือ จำนวนชุดข้อมูลทั้งหมด

2.2 วิธีการคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ย

2.2.1 การคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ยของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์

จากผล XRD ของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 เพียงอย่างเดียว ดังนั้นการคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของผง Fe_2O_3 ทางการค้า และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สังเคราะห์ จะเป็นการคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 เพียงอย่างเดียว โดยจะขอยกตัวอย่างวิธีการคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ยของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$ ได้ดังนี้

1) คัดกรองตำแหน่ง 2θ และ FWHM จากผล XRD ที่แสดงความเข้มฟีก (intensity) สูงที่สุด ซึ่งพบว่ามีฟีกหลักทั้งหมด 9 ฟีก แสดงดังตารางที่ ข-1

ตารางที่ ข-1 ผล XRD ที่มีความเข้มฟีกสูงสุด 9 อันดับแรก จากสภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@/\text{SiO}_2$

peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)	peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)
1	24.1425	0.1533	6	54.0506	0.1409
2	33.1456	0.1467	7	57.5652	0.2034
3	35.6171	0.1492	8	62.4098	0.1382
4	40.8414	0.1478	9	63.9835	0.1448
5	49.4442	0.1493			

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 2) แปลงหน่วยของตำแหน่ง 2θ และ FWHM จากมุมในระบบองศาเป็นมุมในระบบเรเดียนให้ครบทุกพิก โดยจะยกตัวอย่างการแปลงหน่วยของพิกที่ 1 (peak no.1 มีตำแหน่ง $2\theta = 24.1425$ องศา และ FWHM = 0.1533 องศา)

จากสูตร

$$\text{radian} = \text{degree} \times \frac{\pi}{180}$$

แทนค่า 2θ

$$\text{radian} = \frac{24.1425}{2} \times \frac{3.1415}{180}$$

\therefore มุม θ ของพิกที่ 1 = 0.2107 เรเดียน

แทนค่า FWHM

$$\text{radian} = 0.1533 \times \frac{3.1415}{180}$$

\therefore FWHM ของพิกที่ 1 = 0.0027 เรเดียน

- 3) หลังจากได้มุม θ และ FWHM ในหน่วยเรเดียน ครบทุกพิกแล้ว จากนั้นให้นำมาแทนค่าในสูตรหาขนาดผลึกของเดบาย-เซอร์เรอร์ โดยจะยกตัวอย่างการหาขนาดผลึกของพิกที่ 1

จากสูตร

$$D = \frac{k\lambda}{\beta_{hkl} \cos\theta}$$

แทนค่า θ และ FWHM ในหน่วยเรเดียน ของพิกที่ 1

$$D = \frac{0.9 \times 0.154 \text{ nm}}{0.0027 \cos(0.2107)}$$

\therefore ขนาดผลึกของพิกที่ 1 = 52.97299 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับพีคที่ 2-9 หลังจากการคำนวณจะได้ขนาดผลึกของแต่ละพีคดังนี้

พีคที่ 2 = 56.47843 นาโนเมตร

พีคที่ 3 = 55.90387 นาโนเมตร

พีคที่ 4 = 57.33232 นาโนเมตร

พีคที่ 5 = 58.55639 นาโนเมตร

พีคที่ 6 = 63.26911 นาโนเมตร

พีคที่ 7 = 44.54575 นาโนเมตร

พีคที่ 8 = 67.18143 นาโนเมตร

พีคที่ 9 = 64.66328 นาโนเมตร

4) การหาขนาดผลึกเฉลี่ยของพีคที่ 1-9

จากสูตร

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

แทนค่า

$$\bar{x} = \frac{52.97+56.48+55.90+57.33+58.56+63.27+44.55+67.18+64.66}{9}$$

∴ ขนาดผลึกเฉลี่ยของพีคที่ 1-9 = 57.88 นาโนเมตร

5) การหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดผลึกเฉลี่ย

จากสูตร

$$S.D. = \sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

แทนค่า

$$S.D. = \sqrt{\frac{9(30519.03) - (520.90)^2}{9(9-1)}}$$

∴ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของขนาดผลึกเฉลี่ยของพีคที่ 1-9 = 6.80

ดังนั้นผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2$ จะมีขนาดผลึกเฉลี่ย 57.88 ± 6.80 นาโนเมตร เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2 การคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ยของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์

จากผล XRD ของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@Zr\text{SiO}_4$ และทุกสภาวะของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สังเคราะห์ พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 และวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ดังนั้นการคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยจะสามารถหาได้ทั้งหมด 3 แบบ ได้แก่ ขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 ขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น $Zr\text{SiO}_4$ และขนาดผลึกเฉลี่ยที่รวมทั้งสองวัฏภาคเข้าด้วยกัน โดยจะขอยกตัวอย่างการคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ยของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ได้ดังนี้

- 1) คัดกรองตำแหน่ง 2θ และ FWHM จากผล XRD ที่แสดงความเข้มพีกสูงสุด ซึ่งพบว่ามีพีกหลักทั้งหมด 14 พีก แสดงดังตารางที่ ข-2 โดยทั้ง 14 พีก จะมีพีกที่ตรงกับวัฏภาค Fe_2O_3 ได้แก่ พีกที่ 3, 8, 11 และ 13 แสดงดังตารางที่ ข-3 และพีกที่ตรงกับวัฏภาค $Zr\text{SiO}_4$ ได้แก่ พีกที่ 1, 2, 4, 5, 6, 7, 9, 10, 12 และ 14 แสดงดังตารางที่ ข-4

ตารางที่ ข-2 ผล XRD ที่ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ที่มีความเข้มพีกสูงสุด 14 อันดับแรก จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@SiO_2@Zr\text{SiO}_4$

peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)	peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)
1	20.0183	0.1314	8	49.4388	0.1325
2	26.9758	0.1294	9	52.1677	0.1422
3	33.1409	0.1274	10	53.4514	0.136
4	35.6086	0.1322	11	54.0388	0.1502
5	38.5147	0.1485	12	55.5974	0.1436
6	43.771	0.1322	13	62.8521	0.1682
7	47.5866	0.1358	14	67.7992	0.1566

ตารางที่ ข-3 ผล XRD ที่ ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ที่ ตรงกับ วัฏภาค Fe_2O_3 จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$

peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)
3	33.1409	0.1274
8	49.4388	0.1325
11	54.0388	0.1502
13	62.8521	0.1682

ตารางที่ ข-4 ผล XRD ที่ ตำแหน่ง 2θ และ FWHM ซึ่ง ตรงกับ วัฏภาค ZrSiO_4 จากผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$

peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)	peak no.	2theta (2θ)	FWHM (β)
1	20.0183	0.1314	7	47.5866	0.1358
2	26.9758	0.1294	9	52.1677	0.1422
4	35.6086	0.1322	10	53.4514	0.136
5	38.5147	0.1485	12	55.5974	0.1436
6	43.771	0.1322	14	67.7992	0.1566

2) จากข้อมูลในตารางที่ ข-2, ข-3 และ ข-4 สามารถคำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 , ขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น ZrSiO_4 และขนาดผลึกเฉลี่ยรวมทั้งสองวัฏภาค รวมถึงส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานได้โดยใช้สูตร และวิธีการคำนวณเดียวกันกับภาคผนวก ข หัวข้อ 2.2.1

3) หลังจากการคำนวณขนาดผลึกเฉลี่ยของผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ $0\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ จะได้ขนาดผลึกเฉลี่ยรวมทั้งสองวัฏภาค เท่ากับ 62.12 ± 3.18 นาโนเมตร โดยมีขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น Fe_2O_3 เท่ากับ 61.42 ± 5.01 นาโนเมตร และขนาดผลึกเฉลี่ยของวัฏภาคที่เป็น ZrSiO_4 เท่ากับ

62.40 ± 2.44 นาโนเมตร

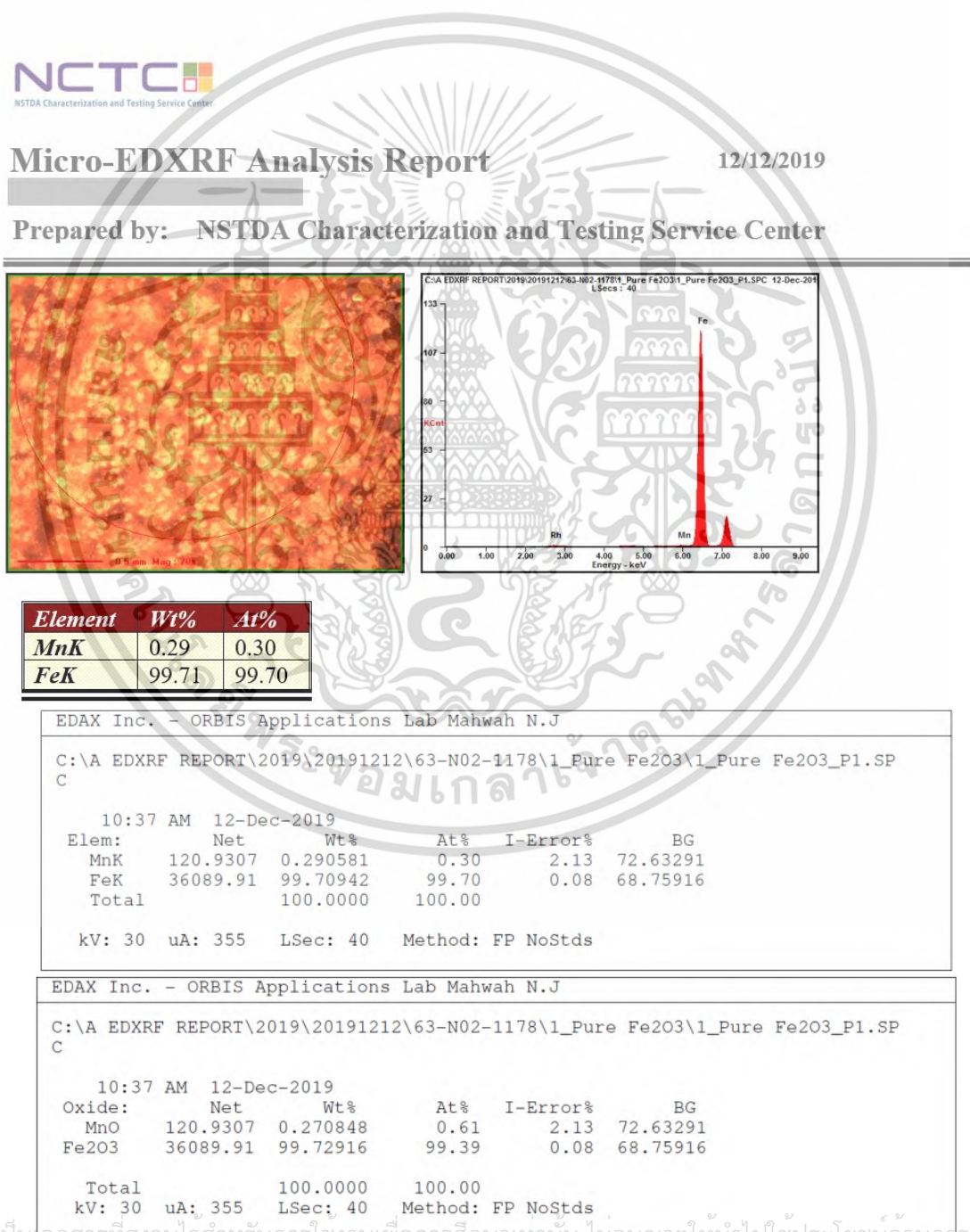
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

ผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

3.1 ผล XRF ของผง Fe₂O₃ ทางการค้า, ทุกสภาวะของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สังเคราะห์, ผง Fe₂O₃@ZrSiO₄ และทุกสภาวะของผง Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄ ที่สังเคราะห์

3.1.1 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃ ทางการค้า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

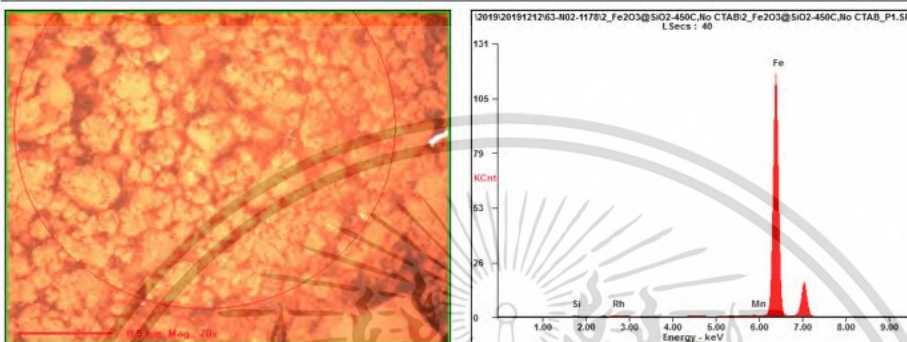
3.1.2 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สภาวะ 0Fe₂O₃@SiO₂



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	3.46	8.67
MnO	0.26	0.54
Fe ₂ O ₃	96.28	90.78

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\2_Fe2O3@SiO2-450C,No CTAB\2_Fe2O3@SiO2-450C,No CTAB_P1.SPC

10:48 AM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	71.04968	2.089405	4.07	1.98	4.10908
MnK	115.8262	0.278016	0.28	2.21	74.08791
FeK	35684.57	97.63258	95.65	0.08	70.60143
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 40 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\2_Fe2O3@SiO2-450C,No CTAB\2_Fe2O3@SiO2-450C,No CTAB_P1.SPC

10:48 AM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	71.04968	3.460965	8.67	1.98	4.10908
MnO	115.8262	0.255751	0.54	2.21	74.08791
Fe ₂ O ₃	35684.57	96.28329	90.78	0.08	70.60143
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 40 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

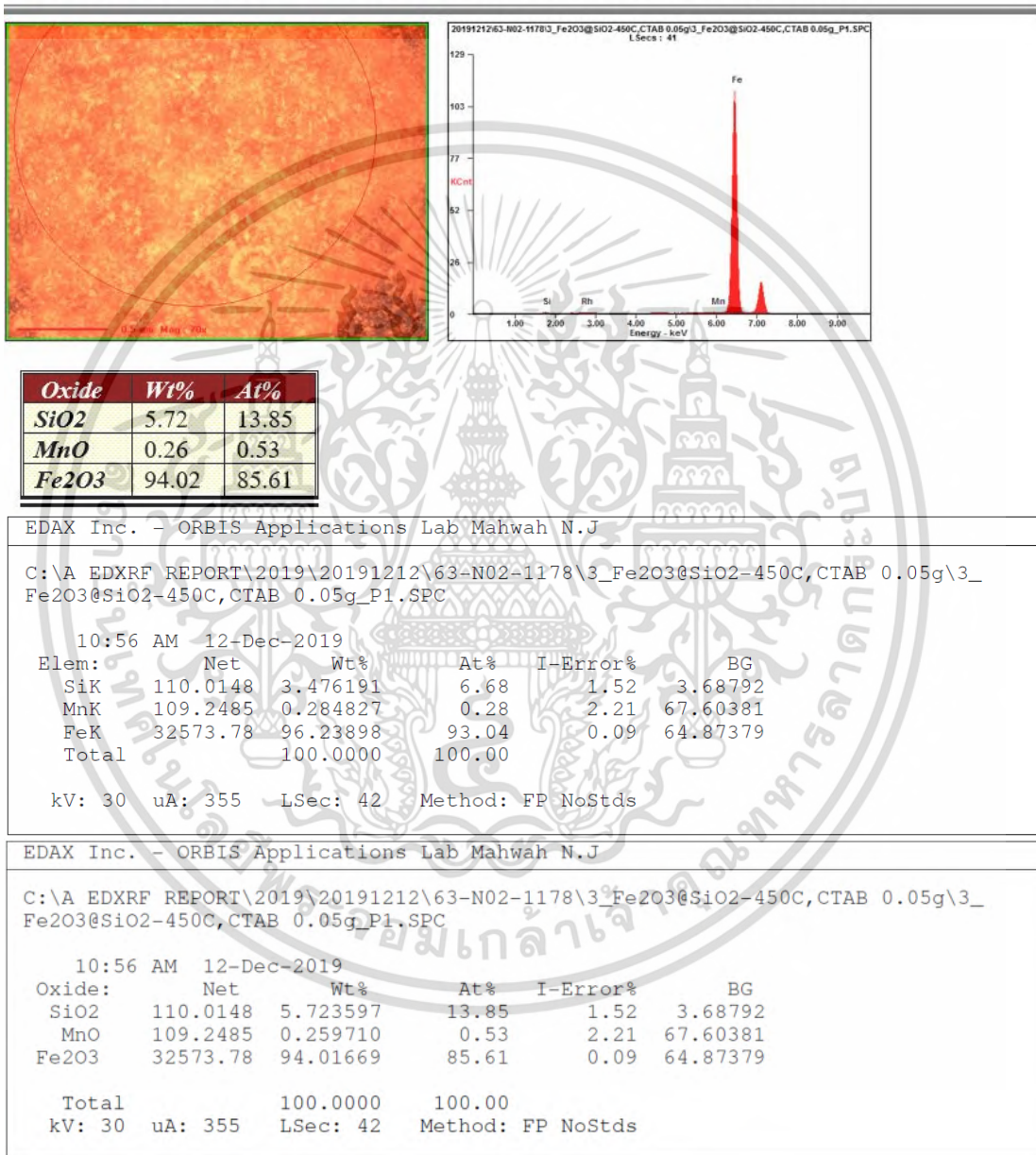
3.1.3 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สภาวะ 0.2Fe₂O₃@SiO₂



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

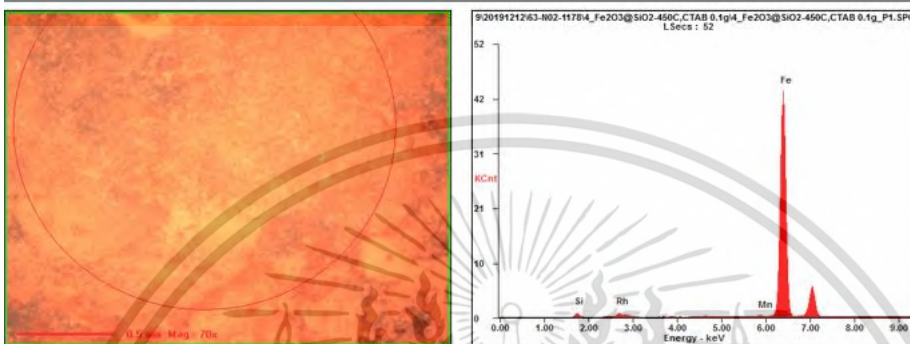
3.1.4 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สภาวะ 0.4Fe₂O₃@SiO₂



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	17.60	36.13
MnO	0.21	0.37
Fe ₂ O ₃	82.19	63.50

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\4_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g\4_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g_P1.SPC

11:05 AM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	120.4361	11.04677	19.80	1.29	2.73068
MnK	30.74397	0.246604	0.23	4.72	39.87168
FeK	10059.10	88.70663	79.97	0.14	43.44256
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 52 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\4_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g\4_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g_P1.SPC

11:05 AM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	120.4361	17.59608	36.13	1.29	2.73068
MnO	30.74397	0.213943	0.37	4.72	39.87168
Fe ₂ O ₃	10059.10	82.18998	63.50	0.14	43.44256
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 52 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

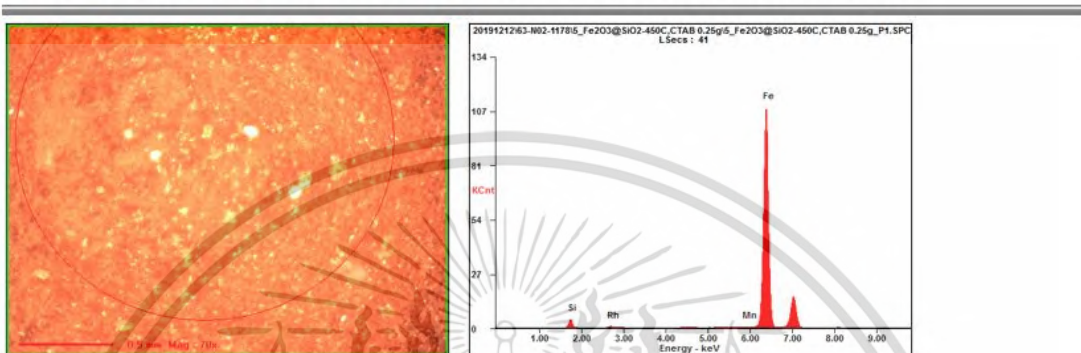
3.1.5 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สภาวะ 1Fe₂O₃@SiO₂



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	30.92	54.25
MnO	0.18	0.27
Fe ₂ O ₃	68.90	45.48

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\5_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.25g\5_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.25g_P1.SPC

11:16 AM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	817.2239	20.22271	33.51	0.55	4.11354
MnK	96.77652	0.224580	0.19	2.44	67.69305
FeK	32294.23	79.55271	66.30	0.09	65.76859
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 42 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\5_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.25g\5_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.25g_P1.SPC

11:16 AM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	817.2239	30.91751	54.25	0.55	4.11354
MnO	96.77652	0.182748	0.27	2.44	67.69305
Fe ₂ O ₃	32294.23	68.89974	45.48	0.09	65.76859
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 42 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

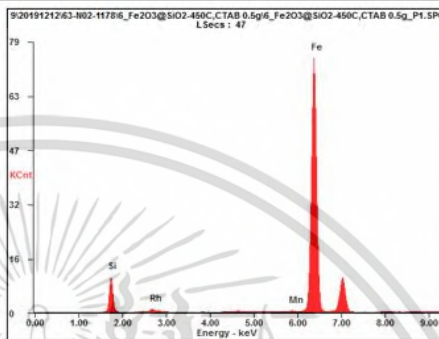
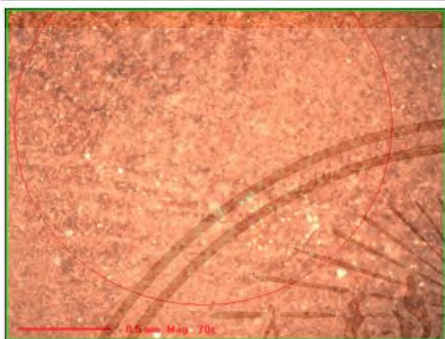
3.1.6 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂ ที่สภาวะ 2Fe₂O₃@SiO₂



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	62.57	81.58
MnO	0.11	0.12
Fe ₂ O ₃	37.32	18.31

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\6_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.5g\6_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.5g_P1.SPC

1:41 PM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	1817.007	46.25438	63.12	0.34	3.82989
MnK	55.93317	0.163507	0.11	3.31	53.66049
FeK	18946.30	53.58212	36.77	0.11	52.25058
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 48 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\6_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.5g\6_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.5g_P1.SPC

1:41 PM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	1817.007	62.57318	81.58	0.34	3.82989
MnO	55.93317	0.107483	0.12	3.31	53.66049
Fe ₂ O ₃	18946.30	37.31934	18.31	0.11	52.25058
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 48 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

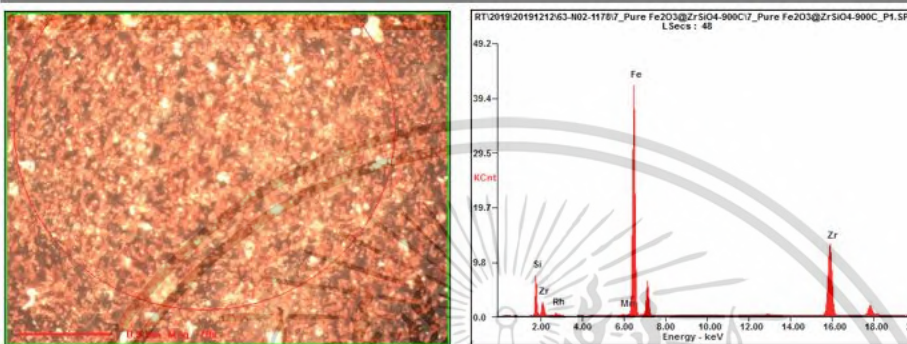
3.1.7 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@ZrSiO₄



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	48.88	69.07
MnO	0.10	0.12
Fe ₂ O ₃	27.57	14.66
ZrO ₂	23.44	16.15

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\7_Pure Fe2O3@ZrSiO4-900C\7_Pure Fe2O3@ZrSiO4-900C_P1.SPC

1:52 PM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	1264.341	31.65649	53.28	0.40	8.65048
MnK	36.58562	0.135510	0.12	3.97	33.39537
FeK	10506.45	34.28957	29.02	0.14	40.94153
ZrK	5509.581	33.91843	17.58	0.20	85.66637
Total		99.99999	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 49 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\7_Pure Fe2O3@ZrSiO4-900C\7_Pure Fe2O3@ZrSiO4-900C_P1.SPC

1:52 PM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	1264.341	48.88335	69.07	0.40	8.65048
MnO	36.58562	0.099468	0.12	3.97	33.39537
Fe ₂ O ₃	10506.45	27.57412	14.66	0.14	40.94153
ZrO ₂	5509.581	23.44305	16.15	0.20	85.66637
Total		99.99999	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 49 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

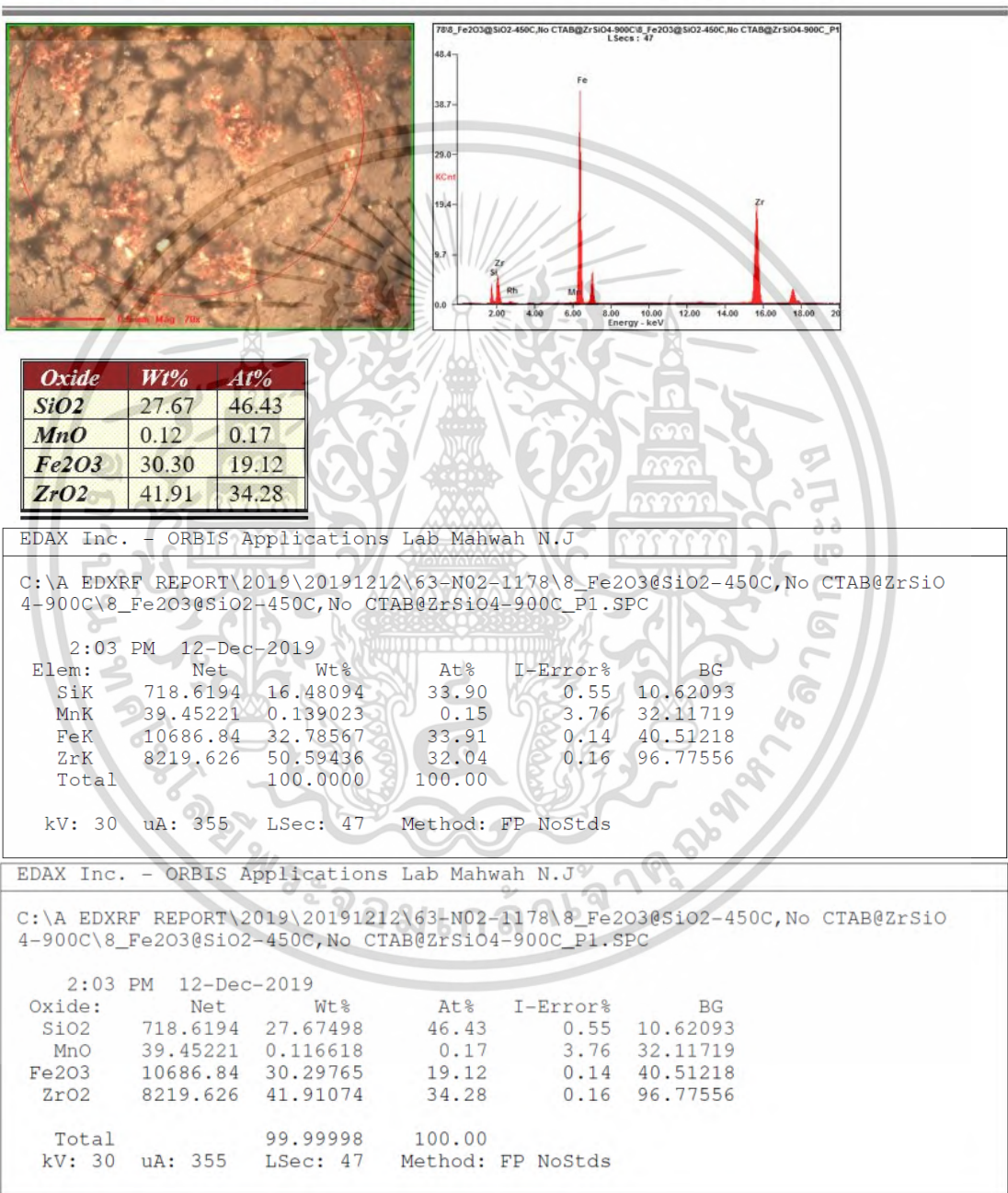
3.1.8 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄ ที่สภาวะ 0Fe₂O₃@SiO₂@ZrSiO₄



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

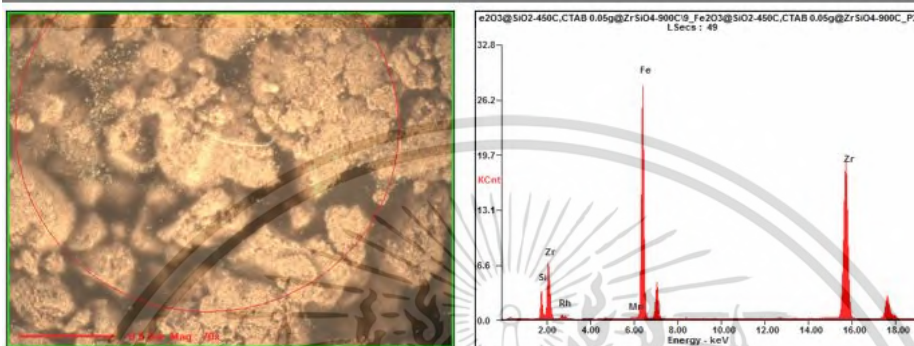
3.1.9 ผลการตรวจวิเคราะห์ของผง $Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$ ที่สภาวะ $0.2Fe_2O_3@SiO_2@ZrSiO_4$



Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO2	28.32	46.71
MnO	0.10	0.14
Fe2O3	24.08	14.94
ZrO2	47.51	38.21

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\9_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.05g@ZrSiO4-900C\9_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.05g@ZrSiO4-900C_P2.SPC

2:19 PM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	623.9171	16.73107	35.25	0.58	10.03967
MnK	26.53631	0.115187	0.12	4.82	27.16379
FeK	6997.167	25.99169	27.54	0.17	34.53162
ZrK	7811.797	57.16206	37.08	0.16	80.98534
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 49 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\9_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.05g@ZrSiO4-900C\9_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.05g@ZrSiO4-900C_P2.SPC

2:19 PM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO2	623.9171	28.31755	46.71	0.58	10.03967
MnO	26.53631	0.096756	0.14	4.82	27.16379
Fe2O3	6997.167	24.07916	14.94	0.17	34.53162
ZrO2	7811.797	47.50653	38.21	0.16	80.98534
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 49 Method: FP NoStds

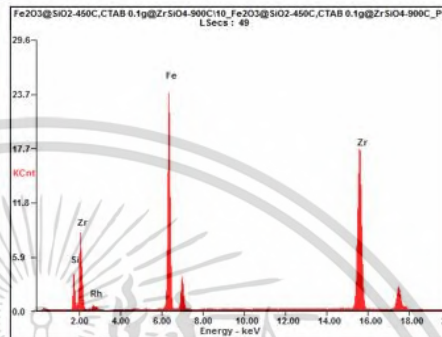
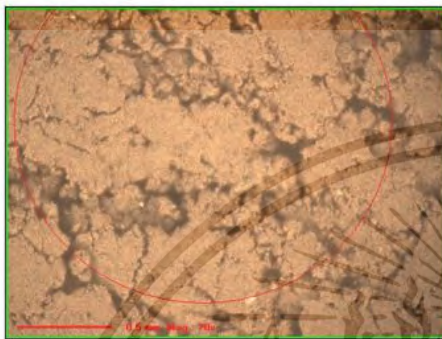
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.10 ผลการตรวจวิเคราะห์ผง $\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ ที่สภาวะ $0.4\text{Fe}_2\text{O}_3@ \text{SiO}_2@ \text{ZrSiO}_4$ 

Micro-EDXRF Analysis Report

12/12/2019

Prepared by: NSTDA Characterization and Testing Service Center



Oxide	Wt%	At%
SiO ₂	35.13	54.50
Fe ₂ O ₃	20.73	12.10
ZrO ₂	44.14	33.40

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\10_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g@ZrSiO4-900C\10_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g@ZrSiO4-900C_P1.SPC

2:25 PM 12-Dec-2019

Elem:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiK	755.7227	21.13606	42.32	0.52	10.72133
FeK	5935.692	23.22762	23.39	0.19	37.37378
ZrK	7400.128	55.63632	34.30	0.17	94.21893
Total		100.0000	100.00		

kV: 30 uA: 355 LSec: 50 Method: FP NoStds

EDAX Inc. - ORBIS Applications Lab Mahwah N.J

C:\A EDXRF REPORT\2019\20191212\63-N02-1178\10_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g@ZrSiO4-900C\10_Fe2O3@SiO2-450C,CTAB 0.1g@ZrSiO4-900C_P1.SPC

2:25 PM 12-Dec-2019

Oxide:	Net	Wt%	At%	I-Error%	BG
SiO ₂	755.7227	35.12680	54.50	0.52	10.72133
Fe ₂ O ₃	5935.692	20.73275	12.10	0.19	37.37378
ZrO ₂	7400.128	44.14045	33.40	0.17	94.21893

Total 100.0000 100.00

kV: 30 uA: 355 LSec: 50 Method: FP NoStds

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายปิยะ สรณาคมน์
วัน เดือน ปีเกิด	23 ตุลาคม พ.ศ. 2537
ที่อยู่ปัจจุบัน	บ้านเลขที่ 362/4 หมู่ 1 ตำบลโชคชัย อำเภอโชคชัย จังหวัดนครราชสีมา
ประวัติการศึกษา	(2560) วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม เกردเฉลี่ย 3.00 (สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง) (2564) วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีประยุกต์ เกردเฉลี่ย 3.81 (สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง)
ทุนการศึกษาที่ได้รับ	ทุนสนับสนุนการศึกษาระดับปริญญาโท ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ
ผลงานทางวิชาการ	1). [Publication] P. Soranakom, N. Vittayakorn, P. Rakkwamsuk, S. Supothina, P. Seeharaj (2021) “Effect of surfactant concentration on the formation of Fe ₂ O ₃ @SiO ₂ NIR-reflective red pigments.” Ceram. Int. 47(9) : 13147-13155. 2). [Poster] P. Soranakom, N. Vittayakorn, P. Rakkwamsuk, S. Supothina, P. Seeharaj. “Preparation of core-shell NIR-reflective red pigments.” Dec. 1 st -4 th , 2020. SmartMat@2020. Nongnooch Garden. Pattaya, Thailand. 3). [Poster] P. Seeharaj, K. Sinmongkolkul, K. Kalanyu, A. Malakeaw, P. Soranakom, P. Rakkwamsuk, S. Supothina. “Preparation of Fe ₂ O ₃ -Based Nir-Reflective Red Pigments by Solid-State Reaction.” Dec. 7 th -8 th , 2018. ASMP2018. Swissotel Le Concorde. Bangkok, Thailand. 4). [Poster] P. Seeharaj, P. Soranakom, P. Keadsomboon, M. Saengsawang, N. Vittayakorn. “Effect of Basic Hydrothermal Treatment Time on Morphology of Aroxide P25 TiO ₂ Nanostructures.” Aug. 31 th - Sep. 1 st , 2017. ICTA2017. BITEC. Bangkok, Thailand.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้