

การประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เป็นสารตั้งต้น
ในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์

Application of calcium carbonate from egg shells as a substrate
for preparation of electronic ceramics

นางสาว ปิยะดา ทาวรเศษ
นางสาว ปิยะรัตน์ จิ่งสวรรค์ศุภชัย
นาย สุเทพ กิตติโสภณกิจ

โครงการพิเศษเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

การประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เป็นสารตั้งต้น
ในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์
Application of calcium carbonate from egg shells as a substrate
for preparation of electronic ceramics

นางสาว ปิยะดา	ถาวรเศษ
นางสาว ปิยะรัตน์	จิ่งสรรคส์ศุภชัย
นาย สุเทพ	กิตติโสภณกิจ

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

**APPLICATION OF CALCIUM CARBONATE FROM EGG SHELLS
AS A SUBSTRATE FOR PREPARATION OF ELECTRONIC
CERAMICS**

**MISS PIYADA TAWORNSD
MISS PIYARAT JUENGSANSUPACHAI
MR. SUTHEP KITTISOPONKIT**

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2013**

หัวข้อโครงการพิเศษ การประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เป็นสารตั้งต้น
ในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์
Application of calcium carbonate from egg shells as a substrate
for preparation of electronic ceramics




ชื่อนักศึกษา นางสาวปิยะดา ถาวรเศษ
 นางสาวปิยะรัตน์ จึงสรรค์สุขชัย
 นายสุเทพ กิตติโสภณกิจ

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. นราธิป วิทยากร

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
อุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2556

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ปานไพลิน สีหาราช	
รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย	
ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

(Scanning Electron Microscope ; SEM) พบว่าสารทั้ง 6 ระบบ มีลักษณะอนุภาคเป็นก้อนกลมขนาดเล็ก จากที่กล่าวมานั้นขั้นต้นนั้นจึงสามารถยืนยันได้ว่าสารที่เตรียมได้นั้นเป็น CaCO_3 ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบได้

Title	Application of calcium carbonate from egg shells as a substrate for preparation of electronic ceramics
Students	Miss Piyada Tawornsed Miss Piyarat Juengsansupachai Mr. Suthep Kittisophonkit
Degree	Bachelor of Science
Major Program	Industrial Chemistry
Academic Year	2013
Advisor	Asst. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn

ABSTRACT

This special project studied on preparation and characterization of calcium carbonate that found as waste or garbage. Most of them were using as fertilizer or animal feed. In prior studies show egg shell has 96% of calcium carbonate. In this research choose egg shell to apply as a substrate for preparation of electronic ceramics which high impurities of calcium carbonate approximate to commercial grade of calcium carbonate. In prior studies found the compound which had calcium carbonate as mainly composition in 6 systems including CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, and $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO). Calcium carbonate from egg shells were used as substrate in solid state reaction then the product was analyzed by Thermogravimetric Analysis (TGA). The TGA result showed the appropriate temperature for calcination was 1000°C for CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, and CaZrO_3 . For CaWO_4 and $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ had appropriate temperature was 800°C and 900°C for $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$. Then the product was analyzed by the X-ray diffraction technique (XRD), Fourier Transform – Infrared Spectrometer (FT-IR) and Raman Spectroscopy. XRD revealed the peaks of sample according to JCPDS data base. The results of FT-IR and Raman Spectroscopy showed the occurred peaks related to crystalline structure which obtained by XRD, the calcination temperature phase change in the same way and the vibrating bonds of compounds showed the corrected functions group in all systems. The morphological results obtained from Scanning Electron Microscope (SEM) indicated the products of all systems had the small round particle. According to the result it can verify the products were

calcium carbonate and can be applied as a substrate for preparation of electronic ceramics which high impurities of calcium carbonate.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาวิชา โคร่งงานพิเศษในหัวข้อเรื่องการประยุกต์ใช้ แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ โคร่งงานพิเศษนี้จะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีหากไม่ได้รับการช่วยเหลือจากบุคคลดังต่อไปนี้

ทางผู้จัดทำขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร ที่ได้ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆ เกี่ยวกับงานวิจัย ตอบข้อซักถาม และช่วยปรับปรุงข้อบกพร่องที่เกิดขึ้น ตลอดจนให้ความหวังใจ จนกระทั่งโคร่งงานพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย และ ดร.ปานไพลิน สีหาราช ในการเป็นคณะกรรมการตรวจสอบงานวิจัย ให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะต่างๆ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ทุกท่าน ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเบิกเครื่องมือ อุปกรณ์ รวมทั้งอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการต่างๆ

ขอบคุณพี่ ป.เอก และ พี่ ป.โท ที่ให้คำปรึกษา แนะนำ และคอยช่วยเหลือ ตลอดจนกำลังใจที่ทำให้โคร่งงานพิเศษนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

ขอบใจเพื่อนๆ เคมีอุตสาหกรรมรุ่นที่ 29 ทุกคน ที่คอยช่วยเหลือ และอยู่ร่วมกันมาโดยตลอด

ขอขอบคุณพ่อและแม่ของผู้จัดทำที่เป็นกำลังใจและคอยห่วงใยอยู่เสมอ

ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้เป็นประโยชน์ต่อผู้ที่มีความสนใจในงานที่เกี่ยวข้องทางด้านนี้หรือผู้ที่ต้องการศึกษาหาความรู้เกี่ยวกับโคร่งงานพิเศษนี้ หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำต้องขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

นางสาว ปิยะดา ฉาวรเศษ

นางสาว ปิยะรัตน์ จึงสรรค์สุภชัย

นาย สุเทพ กิตติโสภณกิจ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	III
กิตติกรรมประกาศ	V
สารบัญ	VI
สารบัญตาราง	XII
สารบัญรูป	XIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 เซรามิก (Ceramic)	4
2.2 สารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ	8
2.2.1 แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)	8
2.2.1.1 การเตรียม CaNb_2O_6 โดยวิธีการตกตะกอนร่วม	8
2.2.1.2 การเตรียม CaNb_2O_6 โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	9
2.2.2 แคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$)	10
2.2.2.1 การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีการสันดาป	10
2.2.2.2 การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีโซลเจล	10
2.2.2.3 การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	11
2.2.3 แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)	12
2.2.3.1 การเตรียม CaWO_3 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	12
2.2.3.2 การเตรียม $\text{CaWO}_4 : \text{Eu}^{3+}$ โดยวิธีการสันดาป	12
2.2.3.3 การเตรียม $\text{CaWO}_4 : \text{Tb}^{3+}$ โดยวิธีการเผาสารละลายที่ อุณหภูมิและความดันสูง	13

สารบัญ (ต่อ)

2.2.4. แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)	13
2.2.4.1. การเตรียม $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	14
2.2.4.2. การเตรียม $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ โดยวิธีโซลเจล	14
2.2.5. แคลเซียมคอปเปอร์ไททานेट ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$)	14
2.2.5.1. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	15
2.2.5.2. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีการตกตะกอนร่วม	15
2.2.5.3. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีโซลเจล	15
2.3. แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3)	16
2.3.1. ปฏิกิริยาการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนต	16
2.3.2. การใช้ประโยชน์แคลเซียมคาร์บอเนต	17
2.4. เปลือกหอย	18
2.5. เปลือกไข่	18
2.5.1. อุตสาหกรรมไข่โลก	18
2.5.2. ลักษณะสำคัญของเปลือกไข่	19
2.5.3. องค์ประกอบของเปลือกไข่	20
2.6 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์อิเล็กทรอนิกส์โทรเซรามิกที่มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียม	22
2.6.1. CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ CaZrO_3	22
2.6.2. CaWO_4	23
2.6.3. $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$	24
2.6.4. $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO)	24
2.7. การนำเปลือกไข่มาใช้เพิ่มมูลค่า	25
2.7.1. แคลเซียมสำหรับผลิตภัณฑ์เสริมอาหารของมนุษย์	25
2.7.2. ผงเปลือกไข่สำหรับการเกษตร ปุ๋ยพืชสวน อาหารสัตว์ หรือใช้ในการกำจัดโลหะหนัก	25
2.8. กระบวนการประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid-state reaction)	25
2.8.1 กระบวนการบดผสมด้วยลูกบด (ball-milling)	26
2.8.2 การเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid-state reaction)	27

สารบัญ (ต่อ)

2.9. การเผาแคลไซน์ (Calcination)	28
2.10. กระบวนการเผาซินเตอร์ (sintering)	29
2.11. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	30
2.11.1 เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)	30
2.11.2. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ X-ray Diffractometer (XRD)	30
2.11.3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)	32
2.11.4 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectrometer)	33
2.11.4.1. ทฤษฎีว่าด้วยรามาน สเปกโตรสโคปี	34
2.11.4.2. ประโยชน์ของการใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี	34
2.11.5. FTIR สเปกโตรมิเตอร์	34
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	36
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	36
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	37
3.3 กระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทริกส์	37
3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทริกส์	37
3.4 การตรวจสอบสมบัติ	40
3.4.1 การทดสอบสมบัติทางกายภาพ	40
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	42
4.1 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ (CaCO_3)	42
4.1.1 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ	42
4.1.2 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	43
4.1.3 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	44

สารบัญ (ต่อ)

4.1.4 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	46
4.2 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)	47
4.2.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	47
4.2.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	48
4.2.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)	51
4.2.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)	52
4.2.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	54
4.3 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$)	55
4.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	55
4.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	56
4.3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)	58
4.3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)	59
4.3.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	60
4.4 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3)	61
4.4.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	61
4.4.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	62
4.4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)	64

สารบัญ (ต่อ)

4.4.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)	65
4.4.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	66
4.5 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)	67
4.5.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	67
4.5.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	68
4.5.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	70
4.5.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)	71
4.5.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	72
4.6 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)	73
4.6.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	73
4.6.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	74
4.6.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	76
4.6.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)	77
4.6.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	78
4.7 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$)	79
4.7.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA	79
4.7.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)	80

สารบัญ (ต่อ)

4.7.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	82
4.7.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)	83
4.7.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยา โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)	84
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	88
5.1 สรุปผลวิจัย	88
5.1.1 แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)	88
5.1.2 แคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$)	89
5.1.3 แคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3)	90
5.1.4 แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)	91
5.1.5 แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)	92
5.1.6 แคลเซียมคอปเปอร์ไททานเนต ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$)	93
5.2 ข้อเสนอแนะ	95
เอกสารอ้างอิง	96
ภาคผนวก	101

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.6 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, และ CaZrO_3	85
4.7 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	86
4.8 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaCO_3	87

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ยานกระสวยอวกาศ	6
2.2 ท่อไอเสียดยนต์จรวดที่มีเซรามิกแคตาไลติกคอนเวอร์เตอร์	7
2.3 ฟันปลอม	7
2.4 แสดงโครงสร้างของแคลเซียมไนโอเบต	8
2.5 โครงสร้างของแคลเซียมเซอร์โคเนต	10
2.6 โครงสร้างของแคลเซียมทังสเตต	12
2.7 โครงสร้างของแคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์	13
2.8 แบบจำลองโครงสร้างผลึก (a) และโครงสร้างผลึก (b) ของ $\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	14
2.9 ปริมาณไข่ไก่ทั่วโลกแบ่งตามทวีป (ล้านฟอง)	19
2.10 เปลือกไข่ผ่าตามหน้าตัดด้านข้าง ขยายใหญ่จากของจริง	19
2.11 องค์ประกอบของไข่	21
2.12 วัสดุไดอิเล็กทริก เรโซเนเตอร์	23
2.13 ภาพตัดขวางของ X-ray intensifying Screen	23
2.14 ตู้เย็นในรถยนต์	24
2.15 ตัวเก็บประจุและแรม	24
2.16 แสดงการบดผสมด้วยลูกบด	27
2.17 การเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เมื่อ (ก) ผงผสมกันอยู่ก่อนการเกิดปฏิกิริยา (ข) มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นบางส่วนและ (ค) เมื่อปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์	28
2.18 การพัฒนาการของโครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง (ก) อนุภาคผงยึดกันอยู่แบบหลวมๆ (ข) การเผาผนึกช่วงเริ่มต้น (ค) การเผาผนึกช่วงกลาง (ง) การเผาผนึกช่วงสุดท้าย	30
2.19 การเลี้ยวเบนในสมการ Bragg's law	31
2.20 การทำงานของ SEM	32
2.21 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์	35
4.1 CaCO_3 ทางการค้า	42
4.2 CaCO_3 จากเปลือกไข่	42
4.3 การสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 ทางการค้า	43

สารบัญญรูป (ต่อ)

4.4 การสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 จากเปลือกไข่	43
4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaCO_3 ทางการค้าเปรียบเทียบกับ CaCO_3 จากเปลือกไข่	45
4.6 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ทางการค้าที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	46
4.7 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) จากเปลือกไข่ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	46
4.8 การสลายตัวทางความร้อนของ CaNb_2O_6	47
4.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaNb_2O_6 ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	50
4.10 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส	51
4.11 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส	53
4.12 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	54
4.13 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$	55
4.14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	57
4.15 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200 องศาเซลเซียส	58
4.16 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200 องศาเซลเซียส	59
4.17 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	60
4.18 การสลายตัวทางความร้อนของ CaZrO_3	61
4.19 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaZrO_3 ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	63

สารบัญรูป (ต่อ)

4.20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaZrO_3 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส	64
4.21 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaZrO_3 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส	65
4.22 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3) ที่กำลังขยาย a.) 10,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	66
4.23 การสลายตัวทางความร้อนของ CaWO_4	67
4.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaWO_4 ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	69
4.25 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaWO_4 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 300- 800 องศาเซลเซียส	70
4.26 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaWO_4 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 300- 800 องศาเซลเซียส	71
4.27 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมทังสเตต (CaWO_4) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	72
4.28 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$	73
4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	75
4.30 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส	76
4.31 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส	77
4.32 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$) ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า	78
4.33 การสลายตัวทางความร้อน $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	79
4.34 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	81
4.35 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส	82

สารบัญรูป (ต่อ)

4.36 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส	83
4.37 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคอปเปอร์ไททานเตด ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า	84

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุเซรามิกแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ เซรามิกแบบดั้งเดิม (Traditional ceramics) และ เซรามิก สมัยใหม่ (Advanced ceramics) โดยเซรามิกสมัยใหม่เป็นวัสดุถูกพัฒนาให้มีสมบัติเฉพาะทาง ผลิตจากวัตถุดิบที่มีความบริสุทธิ์สูง ได้รับการควบคุมองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างทางจุลภาคเพื่อให้ได้สมบัติตามที่ต้องการ ในอุตสาหกรรมได้มีการผลิตอิเล็กทรอนิกส์โทรเซรามิกส์จำนวนมาก เนื่องจากอิเล็กทรอนิกส์นั้นครอบคลุมสมบัติด้านต่างๆ หลายอย่าง ได้แก่ ไฟฟ้าแม่เหล็ก แสง และความร้อน เป็นต้น ซึ่งเซรามิกสมัยใหม่มีสารประกอบต่างๆ มากมาย แต่งานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาเซรามิกสมัยใหม่ที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ ซึ่งในเซรามิกสมัยใหม่ที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบจากที่ได้ศึกษามาทพบว่ามีอยู่ 6 ระบบด้วยกันที่นิยมใช้งานกันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_{12}$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO) เป็นต้น ซึ่งในแต่ละตัวก็นำมาใช้งานในด้านที่แตกต่างกันออกไป อาทิเช่น CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, และ CaZrO_3 ใช้เป็นไดอิเล็กทริก เรโซเนเตอร์ CaWO_4 ใช้ในหน้าจอฉายภาพของเครื่องเอกซเรย์ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_{12}$ ใช้เป็นเทอร์โมอิเล็กทริกในตู้เย็น และ CCTO ใช้เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า (Capacitor) และสิ่งประดิษฐ์ความจำบางประเภท (Memory devices) เช่น แรม เป็นต้น โดยการเตรียมเซรามิกสมัยใหม่ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) จะมีการใช้วัตถุดิบหรือสารตั้งต้นในการเตรียมอิเล็กทรอนิกส์ที่มีมูลค่าสูง จึงได้มีนักวิจัยหลายกลุ่มพยายามที่จะลดต้นทุนของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมอิเล็กทรอนิกส์ให้มีมูลค่าลดลงและมีสมบัติที่ใกล้เคียงกับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้ามากที่สุด นักวิจัยจึงได้พยายามสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตที่มีอยู่ตามธรรมชาติหรือจากวัสดุเหลือทิ้ง เช่น เปลือกหอย ปูทะเล กุ้งขาว แมงดาทะเล หมึกกระดอง และ เปลือกไข่ เป็นต้น โดยขยะเหลือทิ้งเหล่านี้ส่วนใหญ่จะนำมาทำเป็นปุ๋ยหรือทำเป็นอาหารสัตว์ซึ่งจะเพิ่มมูลค่าให้แก่ขยะเหลือทิ้งได้น้อย จากการศึกษาจึงพบว่าในเปลือกไข่จะมีปริมาณของแคลเซียมคาร์บอเนตมากถึง 96 % และมีความบริสุทธิ์ที่สูงกว่า

แคลเซียมคาร์บอเนตจากแหล่งอื่นๆ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกที่จะนำแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่มาประยุกต์ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมอิเล็กโทรมิกซ์ที่มีความบริสุทธิ์ของแคลเซียมคาร์บอเนตใกล้เคียงกับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้าแต่มีราคาของวัตถุดิบที่ใช้เป็นสารตั้งต้นลดลงและเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับขยะเปลือกไข่ได้มากยิ่งขึ้น

ในกลุ่มของเซรามิกอิเล็กโทรนิกส์ที่มีสารประกอบของแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักที่สามารถใช้งานได้อย่างหลากหลายมีอยู่ 6 ระบบที่สนใจ คือ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ทำการประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกที่มีองค์ประกอบของแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักโดยใช้แหล่งของแคลเซียมคาร์บอเนตที่มาจากเปลือกไข่ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) โดยการบดย่อยเป็นเวลา 18 ชั่วโมงและทำการเผาแคลไซน์เพื่อให้สารตั้งต้นมีความบริสุทธิ์สูง จากนั้นทำการศึกษาการสั่นของโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปคโตรสโคปีและเทคนิครามาน ศึกษาการฟอร์มเฟสของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวของสารออกแกนิคและอุณหภูมิของแคลเซียมคาร์บอเนตด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนเพื่อให้แคลเซียมคาร์บอเนตที่สังเคราะห์ได้จากเปลือกไข่มีสมบัติที่ใกล้เคียงกับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้า ดังนั้นการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กโทรนิกส์จะสามารถช่วยลดต้นทุนในการผลิตเซรามิกอิเล็กโทรนิกส์ในกลุ่มที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักได้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้เปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กโทรนิกส์ที่มีองค์ประกอบของแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction)
1. ศึกษาการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของสารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบ คือ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$
2. ศึกษาอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่มีผลต่อการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของสารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบ

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ทำการศึกษาสารประกอบแคลเซียมทั้ง 6 ระบบ ได้แก่ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$
2. ศึกษาอุณหภูมิแคลไซน์ของสารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบ ดังนี้

CaNb_2O_6 , CaZrO_3 และ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$,	เผาที่อุณหภูมิ 600 – 1200 องศาเซลเซียส
$\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	เผาที่อุณหภูมิ 500 – 1200 องศาเซลเซียส
CaWO_4	เผาที่อุณหภูมิ 300 – 800 องศาเซลเซียส
3. ศึกษาการสั่นของโมเลกุลด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี และเทคนิครามาน
4. ศึกษาการฟอร์มเฟสของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์
5. ศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวของสารออกแกนิกและอุณหภูมิของแคลเซียมคาร์บอเนตด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเข้าใจถึงหลักการและวิธีการในการประยุกต์ใช้เปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์
2. สามารถทราบถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์เพื่อให้ได้สารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักที่บริสุทธิ์ทั้ง 6 ระบบ
3. สามารถประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตที่ได้จากเปลือกไข่เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ที่มีสมบัติใกล้เคียงกับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้า

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1. เซรามิก (Ceramic)

คำว่า “เซรามิก (Ceramic)” มีรากศัพท์มาจากภาษากรีกว่า Keramos มีความหมายว่า ความร้อน คำจำกัดความของคำว่าเซรามิกคือ วัสดุที่เกิดจากการรวมกันของสารอนินทรีย์ (Inorganic) ที่อุณหภูมิสูง และสำหรับคำจำกัดความตาม ASTM คือ วัสดุที่เริ่มต้นจาก สารอนินทรีย์ มาประกอบกันเกิดปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิสูง เกิดการเผาผลาญและทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนไปจากเดิม (การเผาผลาญ หมายถึง การที่อนุภาคของวัสดุเกิดการรวมตัวติดกันจนเกิดเป็นอนุภาคนาโนเปลี่ยนไปหรือเกิดเฟสใหม่ขึ้น)

เมื่อกล่าวถึงคำว่าเซรามิก คนทั่วไปมักจะนึกถึงผลิตภัณฑ์ประเภทต่าง ๆ ที่ใช้ในชีวิตประจำวัน เช่น ผลิตภัณฑ์บนโต๊ะอาหารได้แก่ถ้วยกาแฟ จานชาม เขยือก พวงกุญแจ อ่างล้างหน้า ที่ใส่สบู่ แก้วน้ำ กระเบื้องปูพื้นและบุผนัง กระเบื้องหลังคาเซรามิก โถง กระจ่าง และของตกแต่งต่างๆ แต่ในความเป็นจริงแล้วจากนิยามของคำว่าเซรามิกเราจะพบว่าผลิตภัณฑ์เซรามิกนั้นมีมากกว่าที่กล่าวมาแล้วข้างต้น หลายคนคงไม่นึกว่าสิ่งของที่เรารู้จักในชีวิตประจำวัน เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ เช่น โทรศัพท์มือถือ โทรทัศน์ วิทยุ รถยนต์ อุปกรณ์ในเครื่องจักรต่างๆ อุปกรณ์ทางการแพทย์ กระดุกเทียม ฟันปลอมจะมีส่วนที่เป็น เซรามิกประกอบอยู่ด้วย เกือบทั้งสิ้น เซรามิกแบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ คือ

1. เซรามิกแบบดั้งเดิม (Traditional ceramics) ได้แก่ ถ้วย จานชาม สุขภัณฑ์ กระเบื้องปูพื้นและบุผนัง กระเบื้องหลังคา วัสดุทนไฟ แผ่นรองเผาในเตา อิฐก่อสร้าง กระจ่างดินไม้ โถง กระจกและแก้ว ปูนซีเมนต์ ยิปซั่ม ปูนปลาสเตอร์ เป็นต้นซึ่งทำมาจากวัสดุหลักคือดินดำ ดินขาว ดินแดง หิน ฟันม้า ทราย หินปูน หินฝู ควอตซ์ และแร่อื่นๆ

การแบ่งชนิดของเนื้อดินสำหรับเซรามิกแบบดั้งเดิม

1.1) พอร์ซเลนเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องเผาที่อุณหภูมิสูง $>1250\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีความแข็งแรงสูงมาก มีการดูดซึมน้ำต่ำมาก (ใกล้เคียงศูนย์) ยกตัวอย่างเช่น ลูกถ้วยไฟฟ้า กระเบื้องแกรนิต ผลิตภัณฑ์บนโต๊ะอาหาร (ราคาแพง) สุขภัณฑ์ มีคำเรียกอีกอย่างว่า Vitreous china

1.2) สโตนแวร์เป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้อุณหภูมิเผาปานกลาง $\sim 1150\text{-}1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีความแข็งแรงต่ำกว่าพวก porcelain มีการดูดซึมน้ำอยู่ในช่วง 3-5 % ตัวอย่างเช่น กระเบื้องปูพื้น ผลิตภัณฑ์บนโต๊ะอาหาร

1.3) โบนไชนาเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนผสมของเถ้ากระดูก ทำให้ผลิตภัณฑ์มีความโปร่งแสง ความแข็งแรงปานกลาง การดูดซึมน้ำต่ำ

1.4) เอิร์ทเทนแวร์เป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้อุณหภูมิในการเผาไม่สูงมาก อยู่ในช่วง $900\text{-}1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีความแข็งแรงต่ำ การดูดซึมน้ำสูง $\sim 10\text{-}20\%$ ตัวอย่างเช่น กระเบื้องบุผนัง กระเบื้องหลังคา ตุ๊กตาและของตกแต่ง

2. เซรามิกสมัยใหม่ (Fine ceramics/ New ceramics/ Advanced ceramics) คือเซรามิกที่ต้องใช้วัตถุดิบที่ผ่านกระบวนการมาแล้วเพื่อให้มีความบริสุทธิ์สูงได้รับการควบคุมองค์ประกอบทางเคมีและโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) อย่างแม่นยำ โดยเซรามิกสมัยใหม่อาจแบ่งได้เป็น 3 กลุ่มใหญ่ๆ ได้แก่ เซรามิกสำหรับงานโครงสร้าง อิเล็กโทรเซรามิก เซรามิกสำหรับงานทางด้านการแพทย์

2.1) เซรามิกสำหรับงานโครงสร้าง (Structural ceramics) ซึ่งเป็นกลุ่มที่ใช้ในงานที่ต้องการสมบัติทางกลที่ดีที่อุณหภูมิสูง ทนต่อการสึกหรอและการกัดกร่อนได้ดี ทนต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี เป็นฉนวนความร้อน ตัวอย่างเซรามิกสำหรับงานโครงสร้าง เช่น ซิลิคอนคาร์ไบด์ (Silicon carbide : SiC) สำหรับใช้ทำวัสดุสำหรับตัดแต่ง หัวพ่นไฟ (Burner) ชิ้นส่วนเครื่องยนต์ เช่น ซีลที่ทนแรงดันสูง (Mechanical seal) ซิลิคอนไนไตรด์ (Silicon nitride : Si_3N_4) สำหรับใช้ทำชิ้นส่วนเครื่องยนต์กลไก เช่น ลูกปืน (bearing ball) วาล์ว (Valve) สลักลูกสูบ (Piston pin) เบริลสำหรับรถยนต์ที่เป็น Exotic car และใบพัดของเทอร์โบชาร์จเจอร์ (Turbocharger rotor blade) และอะลูมิเนียมไนไตรด์ (Aluminum nitride : AlN) สำหรับใช้ทำแผ่นรองวงจรสำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น กรรไกรและมีดเซรามิกที่ทำด้วยเซอร์โคเนียซึ่งเป็นมีดเซรามิกที่มีความคมมากและไม่ต้องลับเนื่องจากเซอร์โคเนียมีความแข็งแรงสูงและไม่สึกกร่อนง่ายจึงไม่ทำให้มีดที่

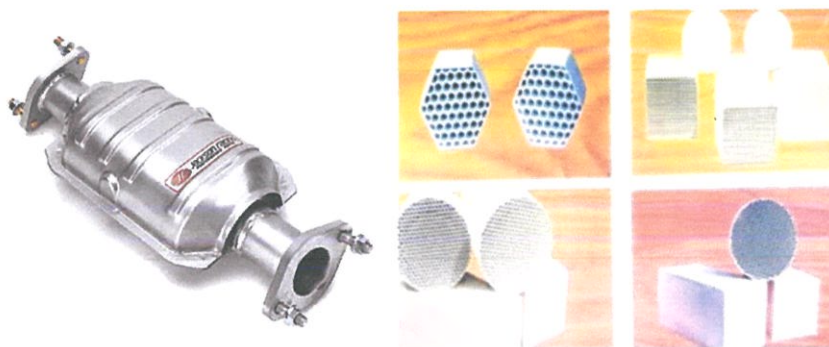
เซรามิกสำหรับงาน โครงสร้างอีกตัวอย่างหนึ่งคือผิวของยานกระสวยอวกาศ (Space shuttle) ในตอนที่ยานเข้ามาจากอวกาศเข้าสู่บรรยากาศของโลกนั้นจะเกิดการเสียดสีกับบรรยากาศของโลกทำให้มีอุณหภูมิสูงมากซึ่งมากกว่า $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$ โครงสร้างลำตัวของยานภายในนั้นจริง ๆ แล้วทำจากโลหะผสมซึ่งทนความร้อนได้ไม่เกิน $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ แต่ผิวของยานนั้นปูด้วยแผ่นกระเบื้องเซรามิกเล็กๆ ซึ่งทนความร้อนสูงจำนวนมาก ตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทำแผ่นเซรามิกดังกล่าว เช่น เส้นใยซิลิกาอะมอร์ฟัสความบริสุทธิ์สูงมาก (Very-high-purity amorphous silica fibers) และ แผ่นกระเบื้องเล็กๆ ที่ทำด้วยเซอร์โคเนียทำให้ทนอุณหภูมิสูงได้



รูปที่ 2.1 ยานกระสวยอวกาศ [1]

และอีกตัวอย่างหนึ่งที่อยู่ใกล้ตัวสำหรับผู้ที่ใช้รถยนต์คือ ที่ท่อไอเสียรถยนต์จะมีเซรามิกชนิดหนึ่งที่เรียกว่า แคตาไลติกคอนเวอร์เตอร์ (Catalytic converter) ช่วยทำหน้าที่เปลี่ยนก๊าซต่างๆ ที่เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ของเครื่องยนต์ที่เป็นพิษต่อมนุษย์ให้เป็นสารที่ไม่เป็นพิษ เช่น เปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ให้อยู่ในรูปของคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) เป็นต้น

วัสดุที่ใช้ทำแคตาไลติกคอนเวอร์เตอร์จะต้องมีคุณสมบัติที่สามารถทนการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยเฉียบพลันได้เป็นอย่างดี ซึ่งหมายถึงจะต้องมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนอยู่ในเกณฑ์ที่ต่ำมาก ซึ่งวัสดุที่นิยมนำมาใช้ก็คือคอร์เดียไรท์โดยแคตาไลติกคอนเวอร์เตอร์นั้นจะใช้คอร์เดียไรท์มาขึ้นรูปโดยการ Extrude เป็นรังผึ้ง (Honey comb) เพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการแลกเปลี่ยนก๊าซได้ดี



รูปที่ 2.2 ท่อไอเสียบรรณค้งที่มีเซรามิกแคตาไลติกคอนเวอร์เตอร์ [2]

2.2) อิเล็กโทรเซรามิก (Electroceramics) ซึ่งเป็นกลุ่มที่ใช้สมบัติทางไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์แม่เหล็ก แสง เป็นหลัก อิเล็กโทรเซรามิกนั้นเป็นกลุ่มเซรามิกที่มีมากมายหลายชนิด และครอบคลุมสมบัติด้านต่าง ๆ หลายอย่างได้แก่ ไฟฟ้า แม่เหล็ก แสง และ ความร้อน เป็นต้น ตัวอย่างเช่น ไดอิเล็กทริกเซรามิก (Dielectric ceramics) เช่น แบเรียมไททาเนต (Barium titanate : $BaTiO_3$) สำหรับใช้ทำตัวเก็บประจุไฟฟ้า เพียโซอิเล็กทริกเซรามิก (Piezoelectric ceramics) ซึ่งเป็นเซรามิกที่สามารถเปลี่ยนรูปพลังงานกล-พลังงานไฟฟ้ากลับไปได้ (“Piezo” มาจากภาษากรีก แปลว่า กด (press)) วัสดุนี้เมื่อให้แรงกลเข้าไปจะสามารถเปลี่ยนแรงกลเป็นพลังงานไฟฟ้าได้หรือในทางกลับกันสามารถเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าให้เป็นพลังงานกลได้ ตัวอย่างเช่น เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (lead zirconate titanate : $Pb(Zr,Ti)O_3$) สำหรับใช้ทำทรานสดิวเซอร์ (Transducer) ชุดโพลีเซลล์สำหรับเครื่องขังขนาดใหญ่ ตัวจุดเตาแก๊ส (Gas ignitor) หรือที่ใกล้ตัวเราก็คือการควั่นเกิดที่เมื่อเปิดแล้วมีเสียงเพลงดังขึ้นก็อาศัยหลักการของเพียโซอิเล็กทริกนั่นเอง นอกจากนี้อิเล็กโทรเซรามิกยังมีเซรามิกแม่เหล็ก (Magnetic ceramics) เช่น เฟอร์ไรต์ (Ferrite : Fe_3O_4) ซึ่งใช้เป็นวัสดุบันทึกข้อมูล เป็นต้น

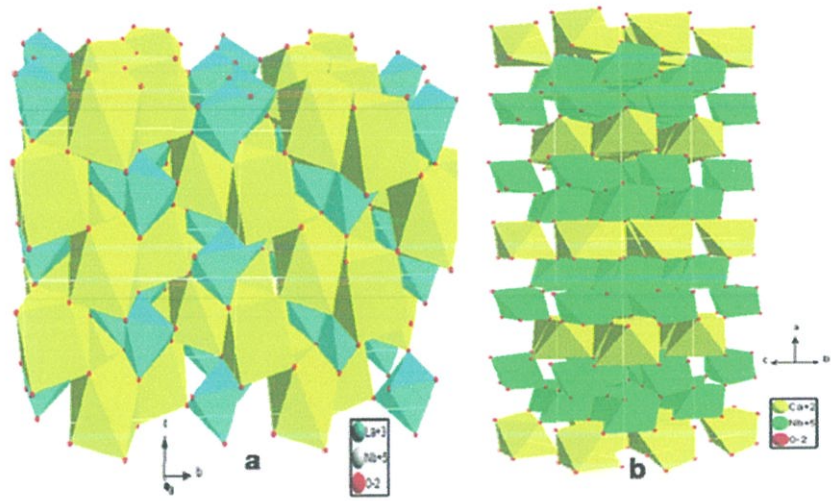
2.3) เซรามิกสำหรับงานทางด้านทันตกรรม พวกกระดูกเทียม ฟันปลอม ข้อต่อเทียม ตัวอย่างเช่น วัสดุที่เรียกว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์ซึ่งทำมาจากกระดูกวัว กระดูกควายที่ผ่านการเผาแคลไซน์ เพื่อไล่สารอินทรีย์ภายในและนำมาขึ้นรูปเป็นชิ้นกระดูกและนำไปเผาผนึกอีกครั้งหนึ่ง



รูปที่ 2.3 ฟันปลอม [3]

2.2. สารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบ

2.2.1. แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)



รูปที่ 2.4 แสดง โครงสร้างของแคลเซียมไนโอเบต [4]

2.2.1.1 การเตรียม CaNb_2O_6 โดยวิธีการตกตะกอนร่วม [5]

ส่วนผสมของแอมโมเนียมออกซาลาเลตและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ถูกใช้ในการตกตะกอนร่วมของแคลเซียมและไนโอเบียมไอออนกับแคลเซียมออกซาลาเลตและไนโอเบียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะพื้นฐาน เพลเซอร์มิก CaNb_2O_6 อุณหภูมิแคลไซน์ 750°C ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์อุณหภูมิต่ำกว่า 900°C มีการฟอร์มตัวของ CaNb_2O_6 โดยการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งและใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่าน ในการตรวจสอบขนาดอนุภาคเฉลี่ย 100 นาโนเมตร สำหรับการเผาผลาญ ที่อุณหภูมิห้องค่าคงที่ไดอิเล็กทริกที่ 1 เฮิร์ตซ์ จะพบ 100 พารามิเตอร์ Ferroelectric hysteresis loop ของกลุ่มตัวอย่างที่ถูกศึกษา ซึ่งสารประกอบ ANb_2O_6 ($\text{A}=\text{Ba}/\text{Sr}$ และ Ca) มีการประยุกต์ใช้ใน โยแก้วนำแสง ไพ-โรอิเล็กทริก โครงสร้างทางจุลภาคของโลหะอัลคาไลเออร์ธ ไนโอเบียมจะส่งผลต่อสมบัติทางแสง วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีความเหมือนกันขององค์ประกอบที่ไม่สม่ำเสมอและมีอุณหภูมิในการเผาผนึกสูง ส่วนวิธีทางเคมี เช่น การตกตะกอนร่วม โชลเจล การเผาสารละลายที่อุณหภูมิและความดันสูง และคอลลอยด์อิมพัชชัน จะเกิดขึ้นอย่างมีประสิทธิภาพ สามารถควบคุมสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีของการเตรียมผงได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำสำหรับการเตรียมผง BaNb_2O_6 การตกตะกอนร่วมเพื่อ

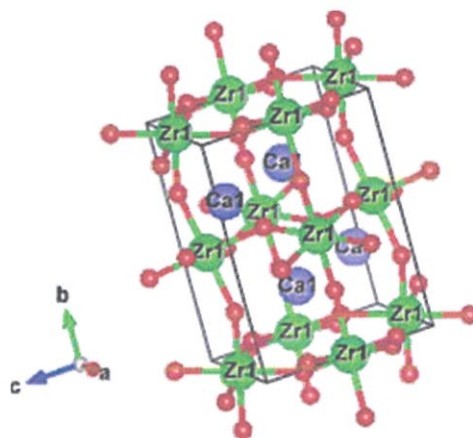
เตรียมเซรามิก CaNb_2O_6 ที่อุณหภูมิต่ำ การตกตะกอนร่วมเป็นเทคนิคหนึ่งที่เหมาะสมความสำเร็จสำหรับการสังเคราะห์ผงเซรามิกที่มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคบ กระบวนการนี้สามารถหลีกเลี่ยงขั้นตอนที่ซับซ้อน เช่น การรีฟลักซ์ของ Alkoxides จะใช้เวลาน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่น ๆ ข้อจำกัดของ กระบวนการ นี้ก็คือ ประจุบวกควรจะเหมือนกันในสารละลาย

สำหรับการเตรียม CaNb_2O_6 ในโอเบียมออกไซด์และแคลเซียมคลอไรด์ ที่นำมาใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้น โดย Nb_2O_5 ปริมาณเล็กน้อยถูกละลายใน HF หลังจากให้ความร้อนในอ่างน้ำร้อนเป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อให้ NbF_5 ละลาย ต้องการปริมาณของ $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เพิ่มเข้ามาและผสมอย่างถูกต้อง ซึ่งส่วนผสมของแอมโมเนียมออกซาลेटและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จะเพิ่มการตกตะกอนในโอเบียมและแคลเซียม ด้วยการหยดไฮดรอกไซด์และออกซาลेट ตามลำดับ จน pH ประมาณ 9 ทำให้แน่ใจว่าสิ้นสุดปฏิกิริยา จากนั้นผงที่เกิดการตกตะกอนเอามากรองและอบให้แห้งที่อุณหภูมิต่างกันตั้งแต่ 400 – 1000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และนำไปตรวจ ลักษณะเฉพาะของผลด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

2.2.1.2. การเตรียม CaNb_2O_6 โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [6]

ในกระบวนการโดยทั่วไป (วิธีไฮโดรเทอร์มอล) 15 มิลลิโมล ของ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ 30 มิลลิโมล ของ NbCl_5 ถูกละลายแยกกันในเอทานอลบริสุทธิ์ 100 มิลลิลิตร ภายใต้การปั่นกววนของแม่เหล็กอย่างต่อเนื่อง หลังจากปั่นกววนเป็นเวลา 30 นาที เติมสารละลายในโอเบียมคลอไรด์เข้าไปในสารละลายแคลเซียมไนเตรท จากนั้นค่า pH ของสารละลายจะถูกปรับโดยการใส่สารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH 28%) และส่วนผสมจะถูกเทลงไปในเครื่องออโต้เคลฟที่เคลือบด้วยเทฟลอน (350 ลิลลิตร) ปิดผนึกเครื่องออโต้เคลฟและให้ความร้อน 150-200 องศาเซลเซียสและทิ้งไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2-24 ชั่วโมง จากนั้นระบายความร้อนโดยการปั่นกววนให้เย็นลงที่อุณหภูมิต่ำ ตะกอนสีขาวเกิดขึ้นถูกเก็บรวบรวมโดยการหมุนเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลบริสุทธิ์ตามลำดับ นำผงสีขาวที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 90 °C ในเตาอบ ในกรณีของวิธีสถานะของแข็ง การผสมส่วนผสมที่พอดีของ CaCO_3 และ Nb_2O_5 ถูกทำให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยการบดผสมด้วยเม็ดบอลเซอร์โคเนียเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการอบแห้ง บด และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในอากาศ

2.2.2. แคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3)



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของแคลเซียมเซอร์โคเนต [7]

2.2.2.1. การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีการสันดาป [8]

สารละลายของเบต้าอะลานีนเตรียมโดยละลาย 0.24 โมล ของ $\beta\text{-C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$ ในน้ำกลั่น 30.0 โมล เดิม $\text{Zr}(\text{NO}_3)_2$ 0.18 โมล และ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.18 โมล ลงในเบต้าอะลานีนภายใต้การปั่นกวอย่างต่อเนื่องสารละลายที่บรรจุบนจานฟอร์ซเลนระเหยหายไปอย่างชัดเจนถูกนำไปวางบนเตาให้ความร้อนแบบหลุมโดยให้ความร้อนที่ $300\text{ }^\circ\text{C}$ ในช่วงที่สารละลายเริ่มเดือดและอยู่ภายใต้การเผาไหม้อย่างรุนแรงและได้ผลผลิตผงสีขาวขนาดใหญ่มาก ผงทำให้เกิดการถูกกดอัดแบบแกนเดี่ยวที่ 200 เมกะปาสกาล เป็นเม็ดที่มีความสูง 2 มิลลิเมตร และขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร เพื่อตรวจสอบพฤติกรรมกรรมการเผาผนึกของ CaZrO_3 และเติมโพลีเอทิลีนไกลคอลร้อยละ 2 โดยมวล เป็นพลาสติกไซเซอร์ เพื่อให้การกระจายตัวที่ดีขึ้นของพลาสติกไซเซอร์ ช่วงแรกปริมาณของโพลีเอทิลีนไกลคอลจะหายไปไนอะซิโตนและอะซิโตนจะระเหยออกไปภายหลัง ได้เป็นเม็ดที่ถูกเผาผนึกที่ $1400\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และหาความหนาแน่นโดยใช้หลักการของอาร์คิมิดีส

2.2.2.2. การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีโซลเจล [9]

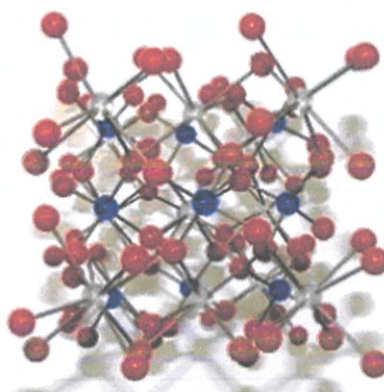
การใช้วิธี โซลเจลเพื่อเตรียมแคลเซียมเซอร์โคเนตที่มีอนุภาคขนาดเล็กจากแคลเซียมคาร์บอเนตและเซอร์โคเนียมออกไซด์คลอไรด์ออกตะไฮเดรตในสารละลายต่างเจือจางแอมโมเนียมออกซาลेटกับน้ำ $((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$ กับ ไคแอมโนเนียมออกซาลेटโมโนไฮเดรตที่เป็นสารประกอบเชิงซ้อน วิธีการนี้จะขึ้นกับการเตรียมสารละลายอะซิเตดของสารประกอบ

แคลเซียมและเซอร์โคเนียมในปริมาณสารสัมพันธ์ในกรดอะซิติกและเผาแคลไซน์ภายหลังเฟสออกซิติกเพรอฟสไกต์ จากกระบวนการนี้ค่าการผสมแคลเซียมและเซอร์โคเนียมให้เป็นเนื้อเดียวกันในระดับอะตอมสามารถทำได้ เซอร์โคเนียมบิวทอกไซด์และแคลเซียมอะซิเตตถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ เซอร์โคเนียมบิวทอกไซด์ถูกละลายกับกรดอะซิติกเย็นโดยปั่นกววนและให้ความร้อนที่ $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ แคลเซียมอะซิเตตถูกผสมกับกรดอะซิติกเย็นที่เจือจางกับน้ำ สารละลายทั้งสองถูกผสมและปั่นกววนได้เป็นสารละลายตั้งต้นแคลเซียมเซอร์โคเนต 0.2 โมล สารละลายตั้งต้นถูกสปินเคลือบลงบนแพลทินัม ไทเทเนียม ซิลิกอนไดออกไซด์หรือซิลิกอนที่พื้นผิว 4000 รอบต่อนาที และอบที่ $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ เป็นเวลา 5 นาที ในอากาศเพื่อเอาสารอินทรีย์ออกจากฟิล์มให้ได้มากที่สุด กระบวนการนี้ถูกทำซ้ำหลายครั้งเพื่อให้ได้ฟิล์มที่มีความหนาตามที่ต้องการฟิล์มแห้งจะถูกอบอ่อนภายหลังในเตาไฟฟ้าในช่วงอุณหภูมิ $500\text{-}700\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศที่เป็นออกซิเจน

2.2.2.3. การเตรียม CaZrO_3 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [10]

ตัวอย่างเซรามิกที่ถูกเผาผนึกเตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง วัสดุเริ่มต้นคือ เซอร์โคเนียมออกไซด์จากร้อยละ 98 โดยมวล กับ แสฟเนียมออกไซด์ร้อยละ 1 โดยมวล (99 mass% for $\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2$) และแคลเซียมคาร์บอเนตร้อยละ 99.995 โดยมวล และอินเดียมออกไซด์ร้อยละ 99.999 โดยมวล สิ่งสกปรกที่สำคัญของเซอร์โคเนียมออกไซด์ถูกนำมาวิเคราะห์ เช่น แคลเซียม (800 mass ppm) แมกนีเซียม (200 mass ppm) ซิลิกอน (100 mass ppm) อลูมิเนียม (60 mass ppm) และ ไทเทเนียม (50 mass ppm) ตัวอย่างถูกเตรียมโดยการอัดด้วยความดันเท่ากันทุกทิศทางของผสมที่มีองค์ประกอบเล็กน้อยของ $\text{CaZr}_{0.99}\text{In}_{0.01}\text{O}_{2.995}$ ถูกเผาแคลไซน์ที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ในอากาศ ในโปรตอนเจ็ลลงใน CZI และอบอ่อนที่ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมงในบรรยากาศที่มีไฮโดรเจนและออกซิเจน มีความหนาแน่นมากกว่า 98% ของความหนาแน่นทางทฤษฎีคำนวณได้จากแลตทิซพารามิเตอร์ตัวอย่างได้รับการยืนยันว่าเป็นเฟสเดียวกับเพรอฟสไกต์

2.2.3. แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของแคลเซียมทังสเตต [11]

2.2.3.1. การเตรียม CaWO_3 โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [12]

WO_3 และ CaWO_4 ที่ถูกอัดให้เป็นเม็ดจะถูกนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิที่ 900°C ในอากาศที่อยู่ภายใต้แรงดันเชิงกลเพียงเล็กน้อย ($P = 1 \text{ g/cm}^2$) เม็ดที่ถูกขึ้นรูปนี้จะถูกทำการอบอ่อนในสองลักษณะ คือ 1. ใน เบ้าหลอมมาตรฐานเปิด และ 2. เตาที่ไปด้วยไออิมตัวของ WO_3 โดย CaWO_4 และ WO_3 ที่อัดเม็ดจะถูกนำไปเผาซินเทอร์ที่ 1050°C เป็นเวลา 9 ชั่วโมงและ 1100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงตามลำดับ

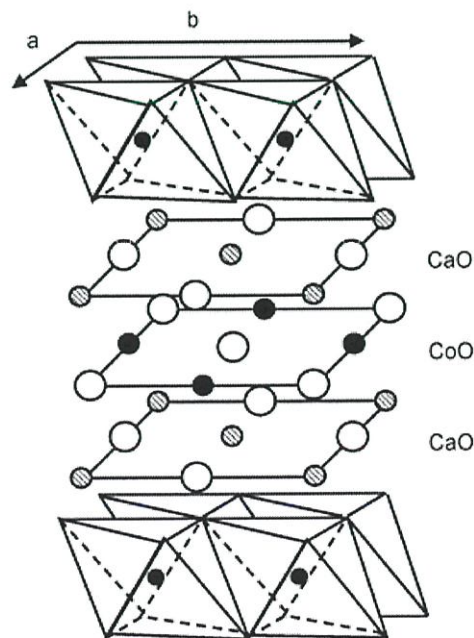
2.2.3.2. การเตรียม $\text{CaWO}_4 : \text{Eu}^{3+}$ โดยวิธีการสันดาป [13]

ตามองค์ประกอบทางเคมีของ $\text{CaWO}_4 : \text{Eu}^{3+}$ จำนวนปริมาณสารสัมพัทธ์ของวัสดุเริ่มต้น $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}$, NH_4NO_3 และ H_3BO_3 ถูกละลายในน้ำกลั่นจะได้สารละลายที่ใส Eu^{3+} ถูกนำมาใช้ในรูปแบบของ $\text{Eu}(\text{NO}_3)_3$ โดยละลาย Eu_2O_3 (99.9%) ลงในสารละลาย HNO_3 ละลาย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และกรดซัลฟิวริกในน้ำกลั่น หลังจากผสมสารละลายและปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80°C แล้วนำสารตั้งต้นไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิที่ $400\text{--}900^\circ\text{C}$ ในชั้นต้นแก๊สจะสลายตัวเป็นจำนวนมากจากสารละลายที่เดือดและการทำดีไฮเดรชัน จากนั้นจะมีการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นได้เองเกิดขึ้นและเปลี่ยนไปเป็นการสันดาปที่มีการพองตัวเป็นอย่างมากจะได้ผลผลิตที่เต็มไปด้วยฟองสีขาวและมีขนาดใหญ่ กระบวนการทั้งหมดจะจบลงภายในเวลาน้อยกว่า 10 นาที ขนาดที่ใหญ่และเต็มไปด้วยฟองสามารถบดได้อย่างง่ายดายเพื่อให้ได้ $\text{CaWO}_4 : \text{Eu}^{3+}$ เป็นสารเรืองแสงที่มีฟองสีขาว

2.2.3.3. การเตรียม $\text{CaWO}_4 : \text{Tb}^{3+}$ โดยวิธีการเผาสารละลายที่อุณหภูมิและความดันสูง[14]

สารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเคมีรวมทั้ง $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (99.5%) $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (99.5%) HNO_3 (65%) NaOH (98%) ที่ซื้อมาจากเชียงใหม่ เคมีอุตสาหกรรม จำกัด และนำมาใช้เป็นวัสดุที่เริ่มต้นโดยไม่ต้องนำไปผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์เพิ่มเติม ขั้นตอนทั่วไปสำหรับการสังเคราะห์ตัวอย่างอธิบายไว้ดังนี้ 0.1122 กรัม (0.6 mmol) Tb_4O_7 (99.99% วิทยาศาสตร์และบริษัทแม่ของเทคโนโลยีนางชวนสถาบันเคมี) ถูกละลายครั้งแรกในกรดไนตริกเจือจางภายใต้ความร้อนและปั่นกวนด้วยแม่เหล็กอย่างต่อเนื่อง หลังจาก Tb_4O_7 ถูกละลายอย่างสมบูรณ์แล้ว กรดไนตริกเข้มข้นจะระเหยออกไป เติมน้ำกลั่นเข้าไปเพื่อให้ได้เป็นสารละลาย ในขณะที่ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 1.1808 กรัม (3.8 mmol) และ กรดซิตริก 0.5254 กรัม (2.5 mmol) ถูกเติมเข้าไปในขณะที่ปั่นกวนสารละลาย $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3$ ประการที่สอง $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 1.6492 กรัม (5 mmol) ถูกเติมเข้าไปอย่างช้าๆ ในสารละลายผสมจนกระทั่งเกิดตะกอนสีขาวเล็กๆขึ้น การควบคุมที่ดีจะต้องเติมปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้มี $\text{pH} = 9$ เพื่อให้เกิดการตกตะกอน นำตะกอนที่ได้เข้าไปในตู้อบและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ตะกอนถูกเก็บรวบรวมโดยการหมุนเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลสามครั้ง หลังจากที่ถูกทำให้แห้งในอากาศที่ 80°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงสีขาว

2.2.4. แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)



รูปที่ 2.7 โครงสร้างของแคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ [15]

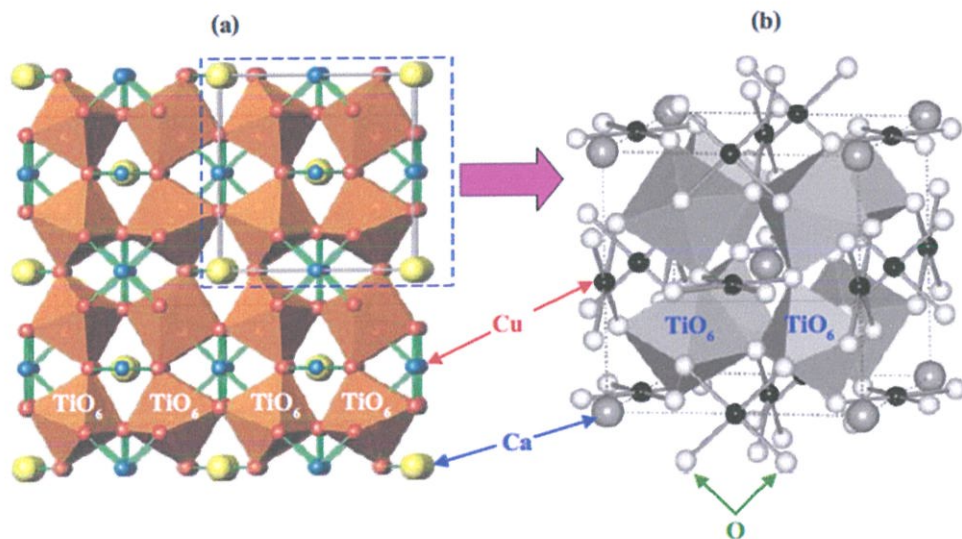
2.2.4.1. การเตรียม $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [16]

ผง $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เตรียมจากปฏิกิริยาสถานะของแข็งจะใช้ส่วนผสมของ Co_3O_4 ความบริสุทธิ์ 99.9% และ CaCO_3 ความบริสุทธิ์ 99.5% ในอัตราส่วนของ Ca:Co เท่ากับ 3:4 และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงในอากาศ จากนั้นทำการอัดเม็ดโดยใช้แรงดันแล้วนำไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 880°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมงในบรรยากาศที่มีการไหลของก๊าซออกซิเจนตลอดเวลาและบดเป็นผงละเอียดจะได้ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ออกมา

2.2.4.2. การเตรียม $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ โดยวิธีโซลเจล [17]

ผสมไนเตรตของแคลเซียมและโคบอลต์ตามสัดส่วนที่คำนวณได้ละลายในสารละลายกรดซิตริก 2% และเอทิลีน ไกลคอล (PEG) 400 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80°C เพื่อให้ได้เจล จากนั้นทำเจลให้แห้งโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมงและให้ความร้อนเพิ่มขึ้นในอากาศที่อุณหภูมิระหว่าง 350 และ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทดสอบทางความร้อนที่แตกต่างกันของเจล

2.2.5. แคลเซียมคอปเปอร์ไททานต ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$)



รูปที่ 2.8 แบบจำลองโครงสร้างผลึก (a) และ โครงสร้างผลึก (b) ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ [18]

2.2.5.1. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [19]

สารที่มีความบริสุทธิ์สูง CaCO_3 (99.99%) CuO (99.99%) และ TiO_2 (99.99%) ถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผงออกไซด์ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ผสมสารตามปริมาณสารสัมพันธ์และนำไปบดผสมด้วยลูกบดในเอทิลแอลกอฮอล์ในขวดไนลอนและเม็ดบอลลเซอร์โคเนียเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำสารละลายให้แห้งในเบ้าหลอมอลูมินาและนำไปเผาแคลไซน์ในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำผงที่ได้จากการเผาแคลไซน์มาทำให้ละเอียดด้วยครกหินโมราและสาก และนำไปเผาแคลไซน์อีกครั้งที่ 1000 °C ในอากาศเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

2.2.5.2. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีการตกตะกอนร่วม [20]

CCTO เป็นผงสารตั้งต้นที่มีการใช้และรู้จักกันเป็นอย่างดีในวิธีการตกตะกอนร่วม โลหะคลอไรด์ (CaCl_2 , TiCl_3 และ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จะถูกละลายในน้ำ หลังจากนั้นเทลงในเอทานอลที่มีกรดออกซาลิกที่ถูกนำมาใช้เป็นสารตกตะกอนร่วม และนำไปเผาในอากาศที่ 950°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อให้ได้ผงออกไซด์ออกมาแล้วทำการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกโดยเครื่อง XRD นอกจากนี้ยังมีการดำเนินการเผาผนึกโดยวิธีรีฟเฟลด์ และโปรแกรม Fullprof ซึ่งถูกนำมาใช้สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ เซรามิกที่มีขนาดใหญ่และตัวประสานจะถูกทำให้อยู่ในรูปของผง และทำการผสมอัดเม็ดมีความหนา 1.5 มิลลิเมตรและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 มิลลิเมตร ที่ความดันจาก 620 MPa ซึ่งเม็ดจะถูกเผาในอากาศที่ 1100°C นาน 24 ชั่วโมง

2.2.5.3. การเตรียม $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โดยวิธีโซลเจล [21]

วิธีโซลเจลมีวิธีการเตรียมผงดังนี้ ชั่งน้ำหนัก $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ตามองค์ประกอบที่คำนวณได้ ทำการผสมและในน้ำกลั่นที่มีกรดไนตริกเจือจางอยู่ จากนั้นทำการปั่นกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 20 ชั่วโมง แล้วนำสารตั้งต้นส่วนที่เป็นโซลทำให้แห้งโดยอบที่เตาอบอุณหภูมิ 150°C ต่อจากนั้นนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และบดผงที่ได้ให้ละเอียด นำผงที่ได้อัดเม็ดโดยเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 มิลลิเมตร ความหนา 1.5 มิลลิเมตร ที่ความดัน 12 MPa แล้วนำที่อัดเม็ดได้ไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1050 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ในอากาศ

2.3. แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) [22]

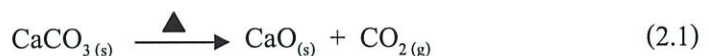
แคลเซียมคาร์บอเนต (Calcium Carbonate) มีสูตรเคมี CaCO₃ ส่วนประกอบทางเคมีประกอบด้วย CaO ร้อยละ 56 และ CO₂ ร้อยละ 44 มีความแข็ง 3 ความถ่วงจำเพาะ 2.71 สลายตัวเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 825 °C ลักษณะทางกายภาพแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นผงสีขาวไม่ละลายน้ำ แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นสารประกอบที่มีลักษณะต่างกันหลายอย่างแต่ละ ลักษณะจะมีชื่อเรียก โดยเฉพาะชื่อของแร่ที่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต เรียกว่า แร่แคลไซต์ (Calcite) หรือ แคลสปาร์ (Calspar) เป็นต้น

แคลเซียมคาร์บอเนต เป็นวัตถุดิบชั้นกลางที่ผลิตจากหินปูนในอุตสาหกรรมกลั่นน้ำ และนำไปใช้เป็นวัตถุดิบสำเร็จรูปในอุตสาหกรรมปลายน้ำ ด้วยคุณสมบัติเฉพาะของแคลเซียมคาร์บอเนตที่ไม่เป็นพิษมีความขาวและความสว่างสูง จึงนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น ใช้เป็นตัวเติมเต็ม (Filler) และตัวเพิ่มปริมาณ (Extender) ในอุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมพลาสติก พีวีซี และอุตสาหกรรมยาง นอกจากนี้ยังใช้ในการผลิตชิ้นส่วนและอุปกรณ์ต่างๆ เช่น คอมพิวเตอร์ โทรศัพท์ สายหุ้มโทรศัพท์ ฉนวนหุ้มสายไฟ และแว่นตา เป็นต้น

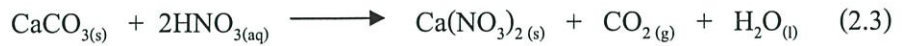
2.3.1. ปฏิกิริยาการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO₃) [23]

ปฏิกิริยาการสลายตัวของหินปูน (CaCO₃) ด้วยความร้อน ให้แก๊ส CO₂ และปูนขาว (CaO) นำมาใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตปูนซีเมนต์ ซึ่งมีปูนขาวเป็นส่วนผสมหลัก ปฏิกิริยาระหว่างหินปูนหรือแคลเซียมคาร์บอเนตกับกรดกำมะถันหรือกรดดินประสิว ซึ่งมีอยู่ในฝนกรด เกิดเป็นแคลเซียมซัลเฟต (CaSO₄) หรือแคลเซียมไนเตรต Ca(NO₃)₂ และแก๊ส CO₂ ดังสมการ ปฏิกิริยานี้เป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้รูปร่าง รูปแกะสลัก ตึกอาคาร บ้านเรือน และสิ่งก่อสร้างที่ทำด้วยหินปูนหรือหินอ่อนเกิดการสึกกร่อน

ปฏิกิริยาการสลายตัวของหินปูนด้วยความร้อน



ปฏิกิริยาระหว่างกรดกับคาร์บอเนต



2.3.2. การใช้ประโยชน์แคลเซียมคาร์บอเนต [24]

แคลเซียมคาร์บอเนต มีการนำไปใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมหลาย ๆ ประเภท เนื่องจากมีคุณสมบัติที่บดให้ละเอียดได้ง่าย โดยผลละเอียดของแคลเซียมคาร์บอเนต มีความเสถียรทางเคมีและไม่เป็นพิษ นอกจากนี้คุณสมบัติพิเศษอื่น ๆ เช่น ความขาว (Brightness) การดูดซับน้ำมัน (Oil absorption) ที่เอื้อประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมบางประเภท เช่น อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมพลาสติกและยาง อุตสาหกรรมสี เป็นต้น

การนำแคลเซียมคาร์บอเนตไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ได้แก่

- อุตสาหกรรมกระดาษและเยื่อกระดาษ สำหรับกระดาษพิมพ์เขียน กระดาษอาร์ตมันและด้าน กระดาษที่ใช้ในสำนักงาน กระดาษถ่ายเอกสาร กระดาษโรเนียว กระดาษสิ่งพิมพ์ทุกชนิด รวมทั้งกระดาษกล่องบรรจุภัณฑ์ชนิดต่าง ๆ
- อุตสาหกรรมสี สำหรับสีอุตสาหกรรม สีที่ใช้ในงานก่อสร้างอาคารและสีที่ใช้ในงานตกแต่ง
- อุตสาหกรรมพลาสติก เช่น หนังกี๊ยม พลาสติกหุ้มสายไฟและสายโทรศัพท์ ท่อพีวีซี พีอีและพีบี ประดู่พีวีซี เม็ดพลาสติก พลาสติกวิศวกรรมในรถยนต์ งานปิดคลุมล้อรถยนต์ งานไมโครเวฟและภาชนะใส่อาหาร รวมทั้งแผ่นฟิล์มพลาสติกที่ใช้ในทางการแพทย์ เช่น ผ้าอ้อมสำเร็จรูป ผู้อนามัย
- อุตสาหกรรมยาง เช่น ยางโนและยางนอกรถยนต์ และรถจักรยานยนต์ รองเท้า รวมทั้งสายพาน สำหรับลำเลียงขนถ่ายสินค้า
- อุตสาหกรรมอื่น ๆ เช่น อาหารสัตว์ ปุ๋ย ยาสีฟัน ผงซักฟอก ปรับปรุงคุณภาพของดินและบำบัดน้ำ

2.4. เปลือกหอย [25]

เปลือกหอยประกอบด้วยสารจำพวกแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นส่วนใหญ่ ส่วนที่เหลือเป็นสารอื่น ๆ เช่น แคลเซียมฟอสเฟต แมกนีเซียมคาร์บอเนต แมกนีเซียมฟอสเฟต แมกนีเซียมซิลิเกต โพรตีนประเภทคอนไคโอลิน (Conchinolin) เปลือกหอยแบ่งออกเป็น 3 ชั้น คือ

1. ชั้นนอกสุด เรียก ชั้นผิวนอก (Periostracum layer) ประกอบด้วยสารส่วนใหญ่เป็นโพรตีนประเภทคอนไคโอลิน เป็นชั้นที่บางและหลุดง่าย ซึ่งจะสังเกตได้จากหอยที่ตายแล้วและเปลือกที่ถูกทิ้งอยู่ตามชายหาด หรือหอยที่ยังมีชีวิตแต่เปลือกถูกคลื่นซัดหรือทรายขัดสี เปลือกชั้นนี้อาจหลุดหายไปจนไม่เหลือให้เห็น

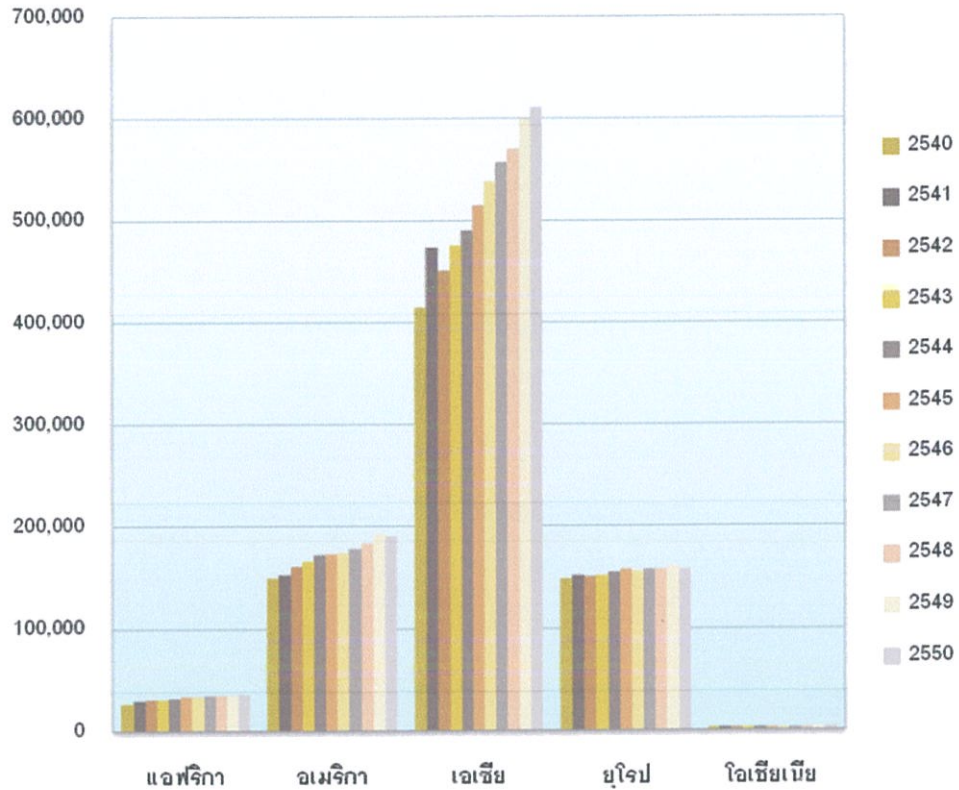
2. ชั้นกลาง เรียก ชั้นผนังแคลเซียม (Prismatic layer) ประกอบด้วยผลึกรูปต่าง ๆ กันของสารประกอบแคลเซียมซึ่งส่วนใหญ่อยู่ในรูปของแคลไซต์ (Calcite) เป็นชั้นที่หนาและแข็งแรงที่สุด

3. ชั้นในสุด เรียก ชั้นนุก (Nacreous layer) ประกอบด้วยผลึกรูปต่าง ๆ กันของสารประกอบแคลเซียมซึ่งส่วนใหญ่อยู่ในรูปของอะราโกไนต์ (Aragonite) เป็นชั้นที่เรียบมีความหนาบางแตกต่างกันไปตามแต่ชนิดของหอย ทำให้เปลือกมีสีขาวขุ่นและเป็นมันแวววาวแตกต่างกัน

2.5. เปลือกไข่

2.5.1. อุตสาหกรรมไข่โลก

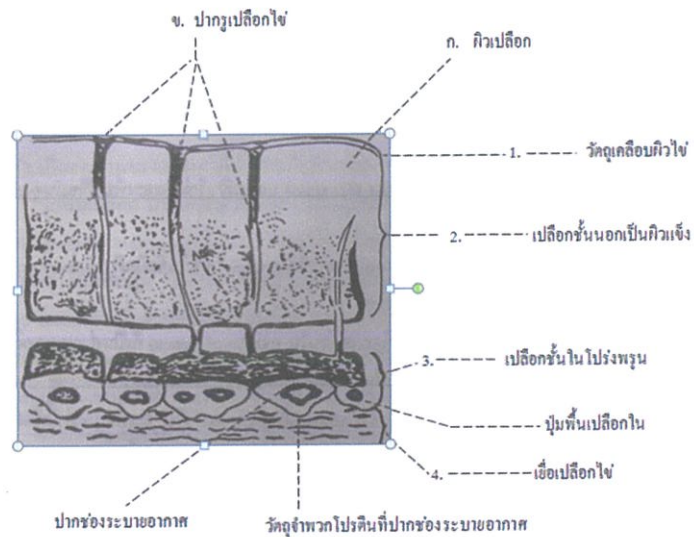
มนุษย์ทุกคนจำเป็นต้องรับประทานอาหารทุกวันเพื่อการดำรงชีวิต ซึ่งในที่นี่จะกล่าวถึงอาหารยอดฮิตที่ทำมาจากไข่ ซึ่งสามารถนำไข่มาทำเมนูอาหารได้หลากหลายเนื่องจากไข่นั้นเป็นอาหารที่มีราคาถูกและมีคุณค่าทางโภชนาการสูงทั้งคาร์โบไฮเดรต โพรตีน ไขมัน และวิตามิน จากผลสำรวจปริมาณไข่ในแต่ละทวีป (รูปที่ 2.9) พบว่ามีปริมาณขยะเปลือกไข่ที่ถูกทิ้งเป็นจำนวนมาก หากขยะเปลือกไข่เหล่านี้ได้รับการกำจัดอย่างไม่ถูกวิธีจะทำให้เกิดปัญหามลพิษต่อสภาพแวดล้อมอย่างมาก ดังนั้นถ้าหากนำเปลือกไข่ที่เป็นของเหลือทิ้งนำกลับมาใช้ใหม่ให้เกิดประโยชน์จะช่วยลดปัญหาสิ่งแวดล้อมและยังช่วยลดการใช้ทรัพยากรธรรมชาติของโลก



รูปที่ 2.9 ปริมาณไม้ไ้ทั่วโลกแบ่งตามทวีป (ล้านฟอง) [26]

2.5.2. ลักษณะสำคัญของเปลือกไม้

เปลือกธรรมชาติมีลักษณะเป็นเปลือกไม้ที่ทำการลอกเนื้อเยื่อชั้นในออก ดังนั้นองค์ประกอบหลักของเปลือกไม้ชนิดนี้ประกอบด้วย ผลิตภัณฑ์คาร์บอนและเส้นใยโปรตีนชนิดต่างๆ จากเยื่อชั้นนอกที่ยังติดเปลือกไม้อยู่



รูปที่ 2.10 เปลือกไม้ผ่าตามหน้าตัดด้านข้าง ขยายใหญ่จากของจริง [27]

เปลือกไข่ประกอบด้วยชั้นสำคัญๆ 2 ชั้น คือ เปลือกชั้นนอกเรียกว่า Spongy layer กับเปลือกชั้นในเรียกว่า Mammillary layer ชั้นนอกเป็นแคลเซียมในรูปผลึกของหินปูน (Calcite) ตั้งตรงทางแกนยาวของผลึกกับผิวเปลือก เป็นชั้นที่แข็งแรงที่สุดและแน่นที่สุด ชั้นในนั้นเป็นสารประกอบของแมกนีเซียมกับฟอสเฟต แร่ธาตุต่างๆเหล่านี้ไม่อยู่ในรูปผลึก เวลาไข่ร้าวก็จะร้าวถึงภายในด้วย

2.5.3. องค์ประกอบของเปลือกไข่

เปลือกไข่ทั่วไปจะประกอบด้วยแคลเซียม ซึ่งถือเป็นองค์ประกอบหลักที่มีอยู่ในเปลือกไข่ โดยเปลือกไข่จะรูเล็กกว่า 17000 รู ซึ่งจะช่วยระบายความชื้นและรับอากาศเข้า สารเคลือบผิวจะช่วยป้องกันเชื้อแบคทีเรียไม่ให้เข้าไปในฟองไข่ จะมีลักษณะเป็นผลึกธาตุปูนที่ประกอบด้วย 2 กลุ่มใหญ่ โดยกลุ่มแรกเป็นสารอินทรีย์ (4%ของน้ำหนักเปลือกแห้ง) ซึ่งทำหน้าที่เชื่อมระหว่างโครงสร้างตาข่ายโปรตีนหรือเมทริกซ์อินทรีย์ (Organic matrix) ส่วนกลุ่มสองประกอบด้วยอนินทรีย์สารต่างๆ คือ แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) 94% แคลเซียมฟอสเฟต $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 1% และแมกนีเซียมคาร์บอเนต (MgCO_3) 1% ของน้ำหนักเปลือกแห้ง

2.5.3.1. เคลือบผิวไข่ (Cuticle) และรงควัตถุ (Pigment)

เป็นส่วนที่อยู่บนสุด มีลักษณะบางใส โดยเคลือบอยู่ที่ผิวนอกสุดของเปลือกไข่ องค์ประกอบโดยน้ำหนักประกอบด้วย โปรตีน 58-87% คาร์โบไฮเดรต 3.5-4.4% ไขมัน 2.5-3.5% และเถ้า 3.5% ส่วนเคลือบผิวนี้จะทำหน้าที่อุดรูเปลือกไข่ ทำให้เปลือกไข่สามารถป้องกันเชื้อจุลินทรีย์ได้

2.5.3.2. เปลือกชั้นนอก (Spongy layer)

เปลือกชั้นนี้เป็นชั้นนอกที่ฉาบติดกับเปลือกชั้นในแทนที่จะมีโครงสร้างแบบฟองน้ำตามความหมายของชื่อนี้ ตรงกันข้ามมันกลับเป็นชั้นที่ฉีกกันแน่นและมีรูเล็กๆจำนวนมากเชื่อมโยงจากชั้นในมาเปิดที่ชั้นนี้เป็นเป็นรูพรุนแบบฟองน้ำแต่แข็งแรงมาก ชั้นเปลือกนี้จะอ่อนนุ่มแบบฟองน้ำสมชื่อที่ต่อเมื่อถูกรวดละลายแคลเซียมออกไปเท่านั้น เปลือกชั้นนอกนี้ให้ความเป็นรูปทรงและความแข็งแรงแก่เปลือกไข่

2.5.3.3. เปลือกชั้นใน (Mammillary layer)

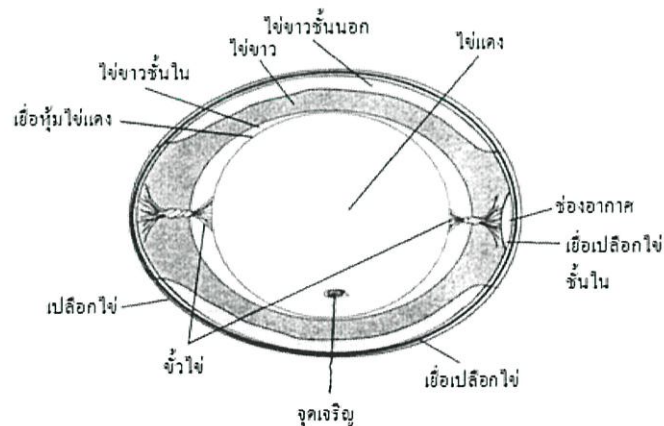
เป็นชั้นที่บางของเปลือก ติดอยู่กับเยื่อหุ้มไขชั้นนอก ประกอบด้วย ปุ่มพื้นเปลือกลักษณะหยาบๆ(Mammilla) ที่มีรูปร่างต่างๆตั้งแต่ทรงรูปไข่ถึงทรงกลม ปุ่มเหล่านี้ผิวกเป็นชั้นเดียวอยู่ชิดกับเยื่อหุ้มไข ปลายปุ่มผายออกไปเปิดที่เยื่อหุ้มไขชั้นในเป็นทางผ่านของอากาศให้กระจายไปทั่วเปลือกชั้นนี้ ไปสู่บริเวณปลายปุ่มพื้นเปลือก

2.5.3.4. เยื่อเปลือกไข (Membranes)

เยื่อหุ้มไขแบ่งออกเป็น 2 ชั้นกระชับติดกับเปลือกไขจนเป็นรูปทรงเช่นเดียวกัน

1.เยื่อชั้นใน (Inner membrane)

เป็นชั้นบางเรียบหนาประมาณ 2.7 μm ทำหน้าที่ล้อมรอบไขขาว โดยทั่วไปเยื่อชั้นในและชั้นนอกจะเชื่อมติดกัน ยกเว้นเมื่อไขมีอายุมากขึ้นส่วนที่ป้านของเปลือกไขจะเกิดเป็นช่องอากาศของไขหรือ โพรงอากาศ (Air cell) เมื่อไขออกมาใหม่ๆ อุณหภูมิของไขยังสูงจึงไม่มีช่องว่าง เมื่อไขเย็นลงของเหลวภายในไขจะหดตัว ทำให้เกิดเป็น โพรงอากาศขึ้น และถ้าหากมีน้ำระเหยออกไปมากก็จะทำให้โพรงอากาศใหญ่ขึ้น ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 องค์ประกอบของไข่ [28]

2. เยื่อชั้นนอก (Out membrane)

เป็นชั้นที่อยู่ระหว่างเยื่อชั้นในกับเปลือก เยื่อชั้นนี้จะติดแน่นกับเปลือกชั้นในและขนานไปกับเปลือกไข่ เยื่อชั้นนอกนี้แบ่งออกเป็น 3 ชั้น ซึ่งแต่ละชั้นประสานกันด้วยร่างแหโปรตีน ชั้นนอกสุดเป็นเส้นใยโปรตีนพวกเคราติน มีลักษณะเป็นเส้นแบนขนาด 0.002-0.015 มิลลิเมตร เส้นใยชั้นกลางส่วนใหญ่เป็นมิวซินประสาน ขนานกับเปลือกไข่ขนาด 0.008 มิลลิเมตร มีลักษณะเป็น 2 ชั้นย่อยที่ติดกันแนบสนิทจนเกือบเป็นเนื้อเดียวกันและแยกออกจากกันได้ยาก ส่วนชั้นในจะเป็นกิ่งก้านสาขาของเส้นเคราตินเล็กๆประสานกันเป็นร่างแห ขนานกับผิวไข่บ้าง ตั้งฉากบ้าง ทำให้ชั้นนี้เหนียวขึ้นและมีความหนาประมาณ 0.0148 มิลลิเมตร

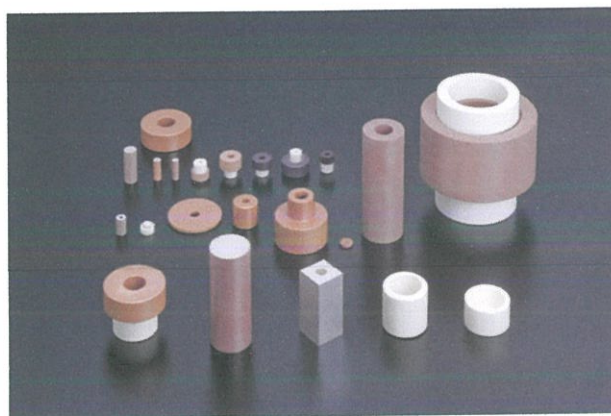
2.5.3.5. รูเปลือกไข่ (Pores)

เป็นตัวเชื่อมโยงจากภายนอกเข้าไปถึงเยื่อเปลือกไข่ สำหรับรูที่ผ่านเปลือกชั้นในออกมา นั้นจะมีขนาดเล็กที่สุด และเปิดกว้างเป็นแฉกผายออกที่ผิวเปลือกชั้นใน บางรูจะถูกอุดตันหรือถูกปิดด้วยเส้นใยโปรตีน ทำให้รูกระจัดเป็นรูปทรงอยู่ได้ โดยรูขนาดใหญ่สุดมีขนาด 0.022-0.029 มิลลิเมตร ส่วนรูขนาดเล็กสุดจะมีขนาด 0.0038-0.0054 มิลลิเมตร สำหรับไข่เป็ดจะมีจำนวนรูต่อตารางเซนติเมตรมากกว่าไข่ไก่ ซึ่งไข่ไก่จะมีจำนวนรูประมาณ 7000-17000 รูต่อฟอง ในแต่ละพื้นที่ของเปลือกไข่จะมีจำนวนรูไม่เท่ากัน

2.6. ตัวอย่างผลิตภัณฑ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีองค์ประกอบหลักเป็นแคลเซียม

2.6.1. CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, และ CaZrO_3

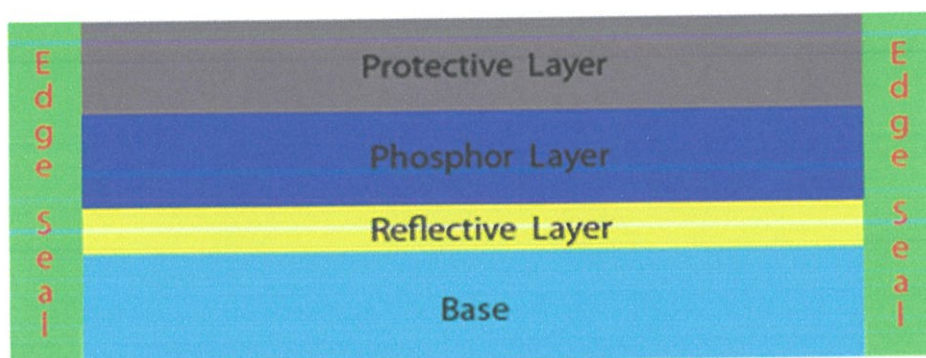
เรโซเนเตอร์เป็นอุปกรณ์หรือระบบที่แสดงการสะท้อนหรือพฤติกรรมเรโซแนนซ์ มันคือธรรมชาติของการแกว่งที่บางความถี่ เรียกว่า ความถี่เรโซแนนซ์ ที่มีแอมพลิจูดมากกว่าที่อื่นๆ การแกว่งในเรโซเนเตอร์มีความสามารถทางแม่เหล็กไฟฟ้าหรือทางกล เรโซเนเตอร์จะใช้สร้างคลื่นความถี่ที่เฉพาะเจาะจงหรือเพื่อเลือกความถี่ที่ต้องการจากสัญญาณ



รูปที่ 2.12 วัสดุไดอิเล็กทริก เรโซเนเตอร์ [29]

2.6.2. CaWO_4

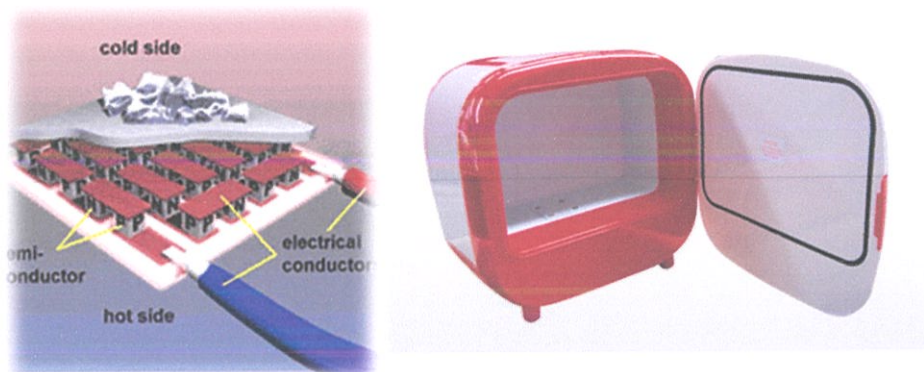
หน้าจอลายภาพของเครื่องเอกซเรย์ (X-ray intensified screens) ทำหน้าที่เปลี่ยนโฟตอนจากรังสีเอกซ์ให้เป็นแสงในช่วงที่สามารถมองเห็นได้ ในช่วงความยาวคลื่นของแสงสีฟ้าหรือเขียว หน้าจอลายภาพของเครื่องเอกซเรย์ ประกอบด้วย 1. ชั้นฐาน (Base) ทำจากพลาสติกหรือโพลีเอสเตอร์ (Polyester) 2. ชั้นกาว (Substratum) ทำจากโพลียูรีเทน (Polyurethane) เพื่อยึดฟอสฟอรัสให้ติดกับชั้นฐาน อาจผสมสีที่สะท้อนหรือมีเงาจึงเรียกว่าชั้นหักเห (Reflective layer) ช่วยให้แสงสะท้อนกลับไปยังฟิล์ม เช่นแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide) หรือไททาเนียมออกไซด์ (Titanium dioxide) 3. ชั้นที่มีสารเรืองแสง (Phosphor layer) เช่น แคลเซียมฟอสเฟตหรือสารที่มีธาตุโลหะหายาก (Rare-earth) เช่น แกโดลิเนียม (Gadolinium) แลนทานัม (Lanthanum) อิตเทรียม (Yttrium) ทำเป็นสาร ประกอบของออกซีสัลไฟด์ (Oxysulfide) หรือออกซีโบรไมด์ (Oxybromide) 4. ชั้นป้องกัน (Protective layer) ชั้นเคลือบบางๆ ป้องกันความชื้น การขีดขีด เสียหายของชั้นฟอสฟอรัส และช่วยลดการเกิดไฟฟ้าสถิต



รูปที่ 2.13 ภาพตัดขวางของ X-ray intensifying Screen [30]

2.6.3. $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$

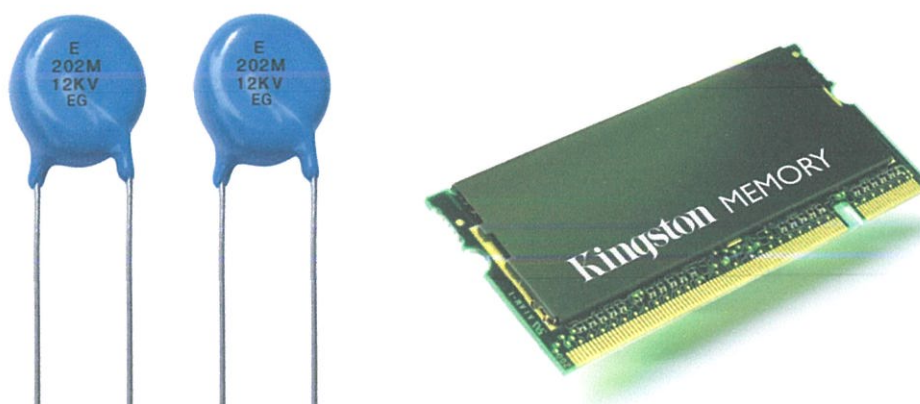
Thermoelectric เป็นวัสดุที่สามารถสร้างกระแสไฟฟ้าได้จากความแตกต่างกันของอุณหภูมิ และในทางตรงกันข้ามถ้าเราให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปในวัสดุชนิดนี้ มันก็จะเกิดความแตกต่างกันของอุณหภูมิขึ้นในตัววัสดุนี้ด้วยเช่นกัน เช่น วัสดุสำหรับตู้เย็นที่ใช้ในรถยนต์



รูปที่ 2.14 ตู้เย็นในรถยนต์ [31]

2.6.4. $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (CCTO)

วัสดุไดอิเล็กทริก (Dielectric materials) ถูกนำมาประดิษฐ์เป็นชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ที่สำคัญต่าง ๆ เช่น ตัวเก็บประจุไฟฟ้า (Capacitor) และสิ่งประดิษฐ์ความจำบางประเภท (Memory devices) เช่น แรม (RAM)



รูปที่ 2.15 ตัวเก็บประจุและแรม [32],[33]

2.7. การนำเปลือกไข่มาใช้เพิ่มมูลค่า

2.7.1. แคลเซียมสำหรับผลิตภัณฑ์เสริมอาหารของมนุษย์ [34]

เปลือกไข่ดิบที่อยู่ในรูปของแคลเซียมคาร์บอเนตของ โดยไม่ต้องใช้กรดในการกัด จะมีความสามารถในการละลายต่ำ แต่จะสามารถนำมาใช้เป็นแหล่งแคลเซียมในการสังเคราะห์เกลือแคลเซียมอื่น ๆ เช่น ซิเตรต, ฟอสเฟต, แลคเตท และ กลูโคเนต แคลเซียมซิเตรตที่ได้จากเปลือกไข่สามารถนำมาใช้โดยการละลายน้ำได้และใช้แคลเซียมในอัตราของชีวประสิทธิผลสูงเพื่อใช้เป็นผลิตภัณฑ์เสริมอาหารของมนุษย์

2.7.2. ผงเปลือกไข่สำหรับการเกษตร ปุ๋ยพืชสวน อาหารสัตว์หรือใช้ในการกำจัดโลหะหนัก [35]

ประโยชน์ของเปลือกไข่เมื่อเปรียบเทียบกับแคลเซียมที่ได้จากแหล่งธรรมชาติอื่นๆ คือจะมีระดับสารพิษอยู่ในเกณฑ์ที่ต่ำ บางครั้งจะมีการนำของเสียจากเปลือกไข่นี้มาใช้เป็นปุ๋ยเนื่องจากมีปริมาณของแคลเซียมและไนโตรเจนที่สูง แต่เปลือกไข่ที่ได้มาจากของเสียอุตสาหกรรมอาจก่อให้เกิดมลพิษเมื่อมีการจัดการอย่างไม่ถูกต้องเพราะได้รับการสนับสนุนการกระทำทางจุลชีววิทยา การศึกษานี้มุ่งเน้นไปที่การนำเปลือกไข่ไปเพื่อใช้เป็นอาหารสัตว์ (โดยเฉพาะสำหรับสัตว์ปีก) โดยเริ่มศึกษาที่ประมาณ 80 องศาเซลเซียส จะช่วยลดการปนเปื้อนทางจุลชีววิทยาของผงเปลือกไข่ นอกจากนี้จะเป็นแหล่งแคลเซียมแล้ว ยังมีโปรตีนเยื่อจากไข่ขาว และเปลือกไข่อีกด้วย

มีกระบวนการที่คล้ายกัน แต่ใช้การอบเปลือกไข่ที่ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 72 ชั่วโมง สำหรับการใช้กำจัดแคดเมียมและตะกั่วที่ปนเปื้อนในดิน

2.8. กระบวนการประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

ในกระบวนการประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์โดยใช้วัสดุดิบที่เป็นผง (Powder) ซึ่งวิธีเตรียมผงเซรามิกมีวิธีการเตรียมอยู่หลายวิธี เช่น การตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid

state reaction) ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) โซลเจล (Sol-gel) เป็นต้น ซึ่งในกระบวนการนี้จะเตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction หรือ Mixed oxide) เนื่องจากเป็นวิธีที่เตรียมได้ง่าย มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างน้อย

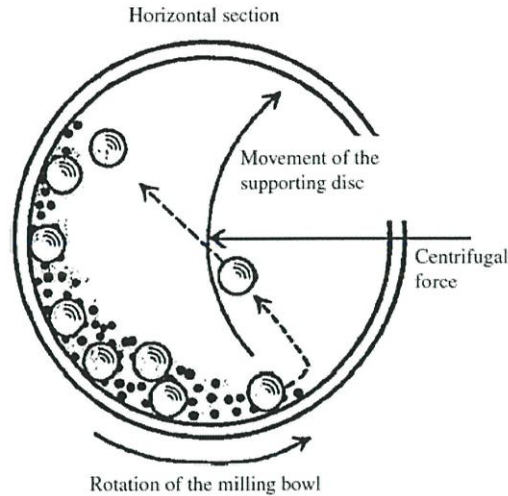
ในการเตรียมด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ กระบวนการบดผสมด้วยลูกบด (Ball-milling) และการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

2.8.1 กระบวนการบดผสมด้วยลูกบด (Ball-milling)

การบดผสมด้วยลูกบด (Ball-milling) เป็นเครื่องมือลดขนาด โดยใช้แรงเชิงกลในการบดผสม จะมีเพียงการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพเท่านั้น ไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางเคมี กระบวนการบดผสมด้วยลูกบดได้รับความนิยมสูงที่จะนำมาใช้เพื่อลดขนาดอนุภาคผงเคลือบ ซึ่งสามารถบดได้ละเอียดถึง 200-325 เมช (Mesh) และอาจทำได้ถึง 5 ไมครอน (Micron) นำมาใช้ในการผสมอนุภาคผงต่างชนิดกันให้เป็นเนื้อเดียวกันไปพร้อมกับการลดขนาดของอนุภาค

หลักการในการบดของกระบวนการบดผสมด้วยลูกบด (Ball-milling) เมื่อหม้อบดเริ่มมีการหมุนตัวลูกบดก็จะเคลื่อนที่ขึ้นไปตามผนังของหม้อบดจนถึงจุดจุดหนึ่งแล้วก็จะตกลงมาโดยปกติแล้วในการบดจะเกิดจากแรง 2 แรงด้วยกัน คือ แรงเหวี่ยง (Centrifugal force) ซึ่งจะทำให้สารที่อยู่ภายใน รวมถึงลูกบด จะกิ้งตัวเกาะติดกับผนัง แต่เนื่องจากแรงดึงดูดของโลกจะทำให้ตกลงมาตรงส่วนล่างสุด และอีกแรงหนึ่งเกิดจากแรงเสียดสีของลูกบดภายในหม้อบด ทำให้เกิดการบดขึ้น ซึ่งจะควบคุมแรงทั้งสองนี้ได้โดยการปรับความเร็วรอบในการหมุนแกนของหม้อบด ความเร็วรอบในการหมุนแกนของหม้อบดมีความสำคัญต่อขนาดของวัสดุที่บดได้ รวมไปถึงการสึกหรอของหม้อบดด้วย ถ้าหมุนเร็วจะทำให้เกิดการบดได้ในอัตราสูงจากแรงกระแทก โดยการตกของลูกบดที่อยู่ภายใน แต่ถ้าช้าเกินไปจะเกิดเฉพาะ การขัดถู ความเร็วที่เหมาะสม คือความเร็วที่เป็นแรงเหวี่ยงและแรงดึงดูดกระทำต่อสารอยู่ในภาวะ ซึ่งในหม้อบดนี้จะใส่สารที่ต้องการบดผสม ลูกบด และสารช่วยในการหล่อลื่น ในที่นี้จะใส่เอทานอลเป็นสารหล่อลื่น จะใช้ปริมาณที่

เหมาะสมกับขนาดของหม้อบด โดยในขณะที่หม้อบดหมุน ลูกบดที่บรรจุอยู่ด้านในจะต้องมีการเคลื่อนที่คล้ายกับตัวอักษร D ดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 แสดงการบดผสมด้วยลูกบด [36]

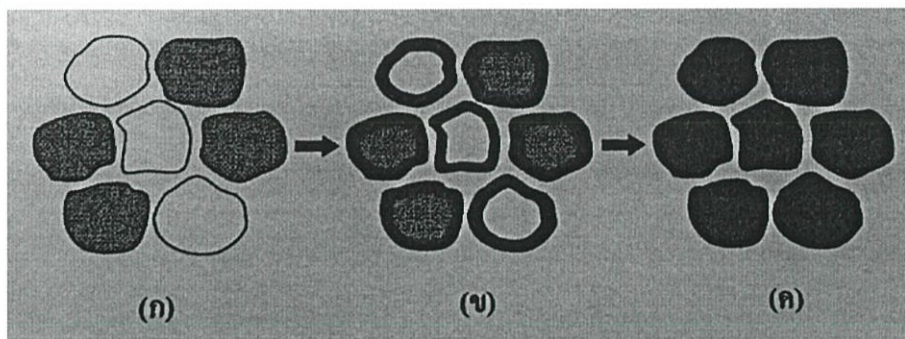
ซึ่งจะเกิดการเคลื่อนเช่นนี้ไปเรื่อยๆ ทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง แต่ก็อาจทำให้เกิดสิ่งเจือปนได้ เช่น ชั้นส่วนของลูกบดหรือผนังของหม้อบดที่เกิดการสึกกร่อนหลุดออกมา ซึ่งสามารถป้องกันได้ โดยการเลือกใช้ลูกบดที่มีคุณภาพสูง และใช้หม้อบดที่ทำจากวัสดุที่สามารถกำจัดออกได้ที่อุณหภูมิต่ำ เช่น หม้อบดพลาสติก เป็นต้น

2.8.2 การเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction)

ในกระบวนการประยุกต์ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมวัสดุไดอิเล็กทริกด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เป็นวิธีที่นิยมใช้เนื่องจากเตรียมได้ง่ายและใช้ค่าใช้จ่ายน้อย โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะของแข็งตามปริมาณที่ต้องการมาบดคลุกเคล้าจนเป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องเขย่าหรือเครื่องบด (Ball mill) จากนั้นนำไปอบแห้ง แล้วเผาที่อุณหภูมิและเวลาตามที่ต้องการ แต่วิธีนี้ยังมีข้อเสีย คือ ผงที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างต่ำเนื่องจากเศษของลูกบดหรือผนังของหม้อบดปะปนออกมา ซึ่งสิ่งเจือปนเหล่านี้มีผลต่อสมบัติต่างๆของสารที่ต้องการเตรียม โดยเฉพาะสมบัติทางไฟฟ้าและขนาดของอนุภาคมีขนาดใหญ่ มีการกระจายตัวของขนาดของอนุภาคกว้าง ไม่สามารถควบคุมขนาดอนุภาคได้ เมื่อเทียบกับวิธีการตกตะกอน

2.9. การเผาแคลไซน์ (Calcination)

คือทำให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นที่มีสถานะเป็นของแข็ง เพื่อทำให้เกิดการสลายตัว หรือเกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกันแล้วเกิดเป็นของแข็งชนิดใหม่ขึ้น โดยอาศัยการแพร่ระหว่างกันของไอออน ซึ่งช่วยลดขอบเขตของการแพร่ในขั้นตอนการซินเตอร์ได้ โดยการสลายตัวนั้นจะถูกควบคุมด้วยปัจจัยทางจลนพลศาสตร์ต่างๆซึ่งปัจจัยทางจลนพลศาสตร์ของการสลายตัวนั้นอาจถูกควบคุมจากหนึ่งในสามของกระบวนการต่อไปนี้คือ (1) ปฏิกิริยาพื้นผิว (2) การถ่ายเทความร้อนไปยังพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาและ (3) การแพร่ของแก๊สหรือการซึมผ่านจากพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาเข้าไปตามช่องรูพรุนในชั้นต่างๆของผง นอกจากนี้ยังขึ้นกับลักษณะธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาคือ ปัจจัยสำคัญที่มีอิทธิพลต่อการเกิดปฏิกิริยาการเกิดของแข็งระหว่างอนุภาคผงของตัวทำปฏิกิริยานั้นมีหลายอย่าง เช่น ธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาระหว่างสารที่เกิดขึ้นใหม่ ขนาดของอนุภาค ลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ความแตกต่างของขนาดอนุภาคในผงผสม ความเป็นเนื้อเดียวกันของผงผสม สภาพวะของบรรยากาศ อุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 2.17 การเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) เมื่อ (ก) ผงผสมกันอยู่ก่อนการเกิดปฏิกิริยา (ข) มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้นบางส่วนและ (ค) เมื่อปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์

2.10. กระบวนการเผาซินเตอร์ (sintering) [37]

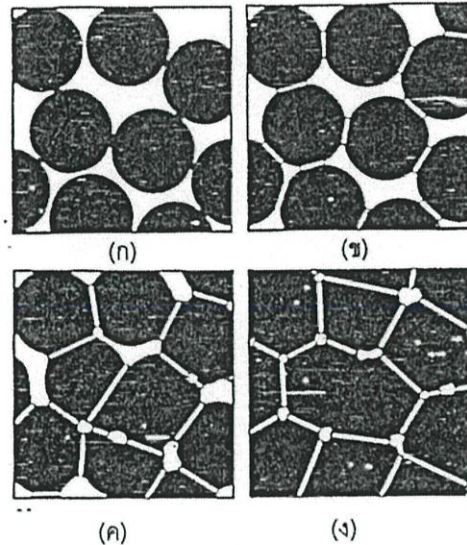
การเผาผนึก (Sintering) คือกระบวนการทางความร้อนที่ทำให้อนุภาคเกิดการสร้างพันธะกันอย่างสมดุล ที่มักจะเกิดขึ้นในระดับอะตอม การเกิดพันธะเชื่อมต่อกันดังกล่าวทำให้ระบบมีความแข็งแรงสูงขึ้นและมีพลังงานลดลง นอกจากนี้ยังอาจจะกล่าวได้ว่าการเผาผนึกนั้นหมายถึงการกำจัดรูพรุนที่อยู่ระหว่างอนุภาคผงเริ่มต้นและมีความหนาแน่นมากขึ้น โดยอาศัยการหดตัวขององค์ประกอบที่เชื่อมอยู่ติดกันแล้วเกิดการเติบโตไปด้วยกัน โดยมีการสร้างพันธะที่แข็งแรงระหว่างอนุภาคที่อยู่ติดกันขึ้นมาทุกขั้นตอนที่อยู่ระหว่างการเปลี่ยนสภาพชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูป ไปเป็นโครงสร้างจุลภาคที่ประกอบด้วยการยึดเกาะกันของเกรนต่างๆ ส่วนแต่เป็นส่วนหนึ่งของขั้นตอนการเผาผนึกทั้งสิ้น

1) การเผาผนึกช่วงเริ่มต้น (Initial sintering) จะเกี่ยวข้องกับ การจัดเรียงตัวกันใหม่อีกครั้งหนึ่งของอนุภาคผงภายในชิ้นงานและการเกิดพันธะที่แข็งแรง หรือคอ (Neck) ขึ้นมาที่บริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาคผง ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานในช่วงนี้อาจจะเพิ่มขึ้นจาก 0.5 ไปถึง 0.6 ได้ ส่วนใหญ่ก็เนื่องมาจากการที่อนุภาคผงมีการแตกตัวกันมากยิ่งขึ้นนั่นเอง รูปที่ 2.18 (ข)

2) การเผาผนึกช่วงกลาง (Intermediate sintering) เป็นช่วงที่ขนาดของคอเริ่มโตขึ้นและปริมาณของความพรุนในชิ้นงานจะเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากอนุภาคเริ่มเข้ามาใกล้ชิดติดกันมากยิ่งขึ้น ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัวอย่างชัดเจน เริ่มมีเกรนและขอบเกรนเกิดขึ้นพร้อมกับมีการเคลื่อนที่ของสิ่งเหล่านี้ ทำให้เกิดมีการเติบโตของเกรนบางเกรนขึ้น ขั้นตอนนี้จะดำเนินไปเรื่อยๆอย่างต่อเนื่องในขณะที่ช่องว่างของรูพรุนจะเริ่มเกิดการเชื่อมต่อกัน (พวกรูพรุนปิด) และจะสิ้นสุดพฤติกรรมนี้ในทันทีเมื่อรูพรุนเกิดการ

แยกตัวหลุดออกไปอยู่ต่างหาก (พวกรูพรุนเปิด) การหดตัวของชิ้นงานจะเกิดขึ้นมากสุดในการเผาผนึกช่วงกลางนี้ และอาจจะทำให้ความหนาแน่นสัมพัทธ์ของชิ้นงานมีค่าสูงถึงประมาณ 0.9 ได้ดังรูปที่ 2.18 (ค)

3) การเผาผนึกช่วงสุดท้าย (Final state sintering) เป็นช่วงที่รูพรุนในชิ้นงานเริ่มปิดตัวเองและค่อยๆ ถูกกำจัดให้หมดไปจากชิ้นงานอย่างช้าๆ โดยอาศัยกลไกการแพร่ของอากาศจากรูพรุนออกมาตามแนวขอบเกรน แล้วหลุดออกไปจากผิวของชิ้นงาน ซึ่งจะทำให้เกิดการแน่นตัวเพิ่มขึ้นจากเดิมอีกเพียงเล็กน้อย ขนาดของเกรนจะเพิ่มขึ้นในการเผาผนึกช่วงสุดท้ายนี้ดังรูปที่ 2.18 (ง)



รูปที่ 2.18 การพัฒนาการของ โครงสร้างจุลภาคที่เกิดจากการเผาผนึกแบบสถานะของแข็ง (ก) อนุภาคผงยึดกันอยู่แบบหลวมๆ (ข) การเผาผนึกช่วงเริ่มต้น (ค) การเผาผนึกช่วงกลาง (ง) การเผาผนึกช่วงสุดท้าย

2.11. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

2.11.1 เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) or Thermogravimetry [38]

เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนทาง เป็นเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสารเมื่อสาร ตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัวเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์มีประโยชน์ ต่อการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณของตัวอย่าง เช่น เซรามิกส์ เป็นต้น ใช้ศึกษาวิเคราะห์หา ปริมาณองค์ประกอบของสาร เช่น ปริมาณตัวทำละลาย ความชื้น สารเติมแต่งและคาร์บอนแบล็ก การศึกษาความเสถียรภาพทางความร้อน ของตัวอย่างพอลิเมอร์ ยาง วิเคราะห์ตัวอย่าง ได้ทั้งสถานะ ของแข็งของเหลว ผง แผ่นฟิล์ม และเส้นใย

2.11.2. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ X-ray Diffractometer (XRD) [39]

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสี เอกซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษา รายละเอียดเกี่ยวกับ โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมี ขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้ เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะ

ทำให้ทราบว่าในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะสามารถหาลักษณะของตัวอย่างได้แล้วนั้น ยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่าง ได้อีกด้วย

เครื่อง XRD เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของ Bragg's law ดังสมการที่ 1

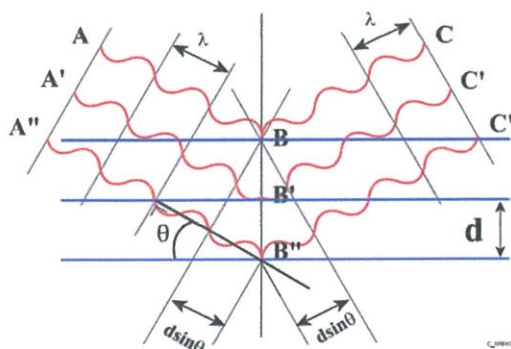
$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (2.4)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก hkl

θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

n คือ เลขจำนวนเต็มใดๆ ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ มีค่า 1.54056 \AA



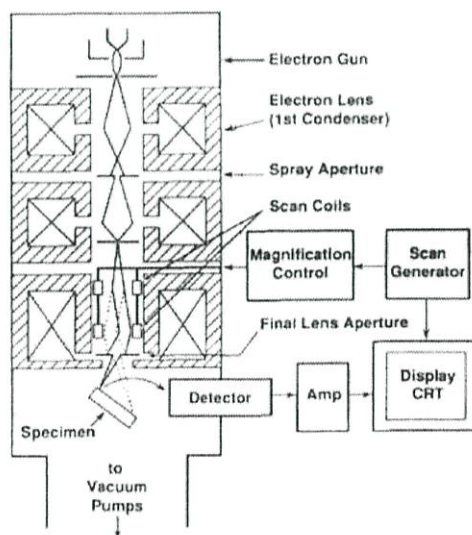
รูปที่ 2.19 การเลี้ยวเบนในสมการ Bragg's law

ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิงผ่านชั้นผลึก ที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ Detector รับความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการทดสอบ โดยเครื่อง XRD ของ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง Bragg เป็นเครื่องที่ติดตั้ง Detector ที่สามารถทำการทดสอบตัวอย่างได้รวดเร็ว และให้ความแม่นยำในการวิเคราะห์ที่สูง

ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ก็คือ ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง เพื่อหาปริมาณ หรือ หาลักษณะประกอบตัวอย่าง ที่เป็น Amorphous ได้ เนื่องจากตัวอย่างกลุ่มนี้ จะไม่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แต่เราอาจสามารถให้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ คำนวณหา ปริมาณของส่วนที่เป็น Amorphous ในตัวอย่าง ว่ามีสัดส่วนที่ % ได้ โดยการใช้การเปรียบเทียบกับปริมาณของสารมาตรฐานที่ทราบค่าแน่นอน

2.11.3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) [40]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร) การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้ไม่จำเป็นต้องที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาดบางเท่ากับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านก็ได้ (เพราะไม่ได้ตรวจวัดจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง) การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของ ตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าที่คดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น



รูปที่ 2.20 การทำงานของ SEM [41]

เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าชุดแรก เรียกว่า เลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) นับว่าเป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมทัศนศาสตร์อิเล็กตรอน (Electron optics) เพราะเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่บีบอิเล็กตรอนที่วิ่งลงมาจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำที่มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลง ส่วนเลนส์วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ชุดสุดท้าย จะทำหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอน (Electron beam) ให้ไปตกบนผิวของตัวอย่าง โดยมีสแกนคอยล์ (Scan coil) ทำหน้าที่ที่กราดลำอิเล็กตรอนให้ไปบนผิวของตัวอย่างภายในกรอบพื้นที่สี่เหลี่ยมเล็กๆซึ่งพื้นที่ผิวของตัวอย่างบริเวณที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนนี้ จะเกิดสัญญาณ (Signal) ต่างๆขึ้นหลายชนิดในเวลาเดียวกัน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะมีอุปกรณ์สำหรับตรวจจับสัญญาณ (Detector) ชนิดต่างๆเหล่านั้นแล้วส่งไปประมวลผลเป็นภาพแสดงบนจอภาพต่อไป ตัวอย่างสัญญาณที่เกิดขึ้นนั้น ได้แก่

อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron : SE) สัญญาณชนิดนี้ จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เป็นสัญญาณที่ถูกนำมาใช้ในการสร้างภาพมากที่สุดภาพที่ได้จากสัญญาณชนิดนี้ เรียกว่า ภาพอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image : SEI)

อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Back Scattered Electrons : BSE) ให้ข้อมูลเกี่ยวกับส่วนประกอบทางเคมีบนผิวของตัวอย่าง และแสดงให้เห็นลักษณะความสูงต่ำของพื้นผิว

ซึ่งนอกเหนือจากสัญญาณเหล่านี้แล้ว ยังมีสัญญาณอีกหลายชนิดที่เกิดขึ้น เช่น เอ็กซ์เรย์ (X-Ray) คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic wave) โอลิโกอิเล็กตรอน (Auger electron) เป็นต้น ซึ่งสัญญาณแต่ละชนิดจะให้ข้อมูลของตัวอย่างแตกต่างกันไป

2.11.4 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectrometer) [42]

องค์ประกอบของเครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์นั้น ส่วนที่สำคัญก็คือ ต้อง มีเครื่องที่จะสามารถวัดแสงที่กระเจิงได้ ซึ่งโดยปกติแล้วเป็นแสงที่มีน้อย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องหาแหล่งกำเนิดแสงที่ให้ความเข้มสูงๆ ใดๆก็ตาม เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ก็ประกอบด้วยอุปกรณ์หลัก 3 ส่วน คือ

1. แหล่งกำเนิดแสงที่ให้ความเข้มสูง
2. ระบบใส่สารตัวอย่าง (Sample illumination system)
3. เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ที่เหมาะสม

2.11.4.1. ทฤษฎีว่าด้วยรามาน สเปกโตรสโคปี (Theory of Raman Spectroscopy)

Raman scattering เกิดขึ้นได้โดยใช้ลำแสงโมโนโครมาติกที่มีความเข้มสูง เช่น ลำแสงเลเซอร์ (laser beam) ผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งแสง แสงส่วนใหญ่จะผ่านทะลุไปได้ แต่จะมีแสงส่วนน้อยบางส่วนเกิดการกระเจิงไปทุกทิศทางด้วยการชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) แต่มีการชนส่วนน้อยอีกส่วนหนึ่งคือ การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงความถี่ไปเล็กน้อย เรียกว่า การกระเจิงแบบรามาน (Raman scattering)

เมื่อก้าวถึงปรากฏการณ์ของการเกิดกระเจิง ในกระบวนการกระเจิงนั้น สิ่งที่สำคัญที่จะต้องเน้น คือ การดูดกลืนแสงหรือโฟตอนเริ่มต้น และการให้อิมพัลส์ของการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น เป็นกระบวนการเกิดอย่างต่อเนื่อง ประสิทธิภาพของการเกิดอันตรกิริยานี้ขึ้นอยู่กับอิเล็กตรอนในโมเลกุลถูกรบกวนหรือ Distorted ได้ง่ายเพียงใด คุณสมบัติอันนี้เรียกว่า Polarizability ถ้า Polarizability ของโมเลกุลเปลี่ยนไปในระหว่างการสั่นของโมเลกุล จะมีผลต่อการเกิด Raman shifted ของโฟตอนจากการเกิดอันตรกิริยาหรือโฟตอนเริ่มต้นด้วยพลังงาน $h\nu_L$

ดังนั้น โมเลกุลที่ทำให้แสงโมโนโครมาติกเกิดการกระเจิงแล้วเกิด Raman shifted lines ได้ โมเลกุลนั้นจะต้องเกิดการสั่นแล้วทำให้ Polarizability ของสารนั้นเปลี่ยนไป

2.11.4.2. ประโยชน์ของการใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

ประโยชน์ของการนำเทคนิคนี้ไปใช้ทางเคมีคือ ใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์สารต่างๆ ทั้งสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และชีวสาร (Biological substances) ซึ่งการวิเคราะห์นี้จะได้ออกมาคล้ายกับเทคนิคทางอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ดังนั้น เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์จึงสามารถทำได้ในทำนองเดียวกัน คือ ใช้หลักการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเพื่อการพิสูจน์ตรวจสอบชนิดของสาร โดยสเปกตรัมจะต้องเหมือนกันถ้าเป็นสารเดียวกัน แต่ถ้าลักษณะของสเปกตรัมไม่เหมือนกัน ก็อาจใช้หาพวกฟังก์ชันนัลกรุปของโมเลกุลได้โดยเทียบตำแหน่งของแบนด์ในสารตัวอย่างกับ correlation chart หรือตำแหน่งของฟังก์ชันนัลกรุป

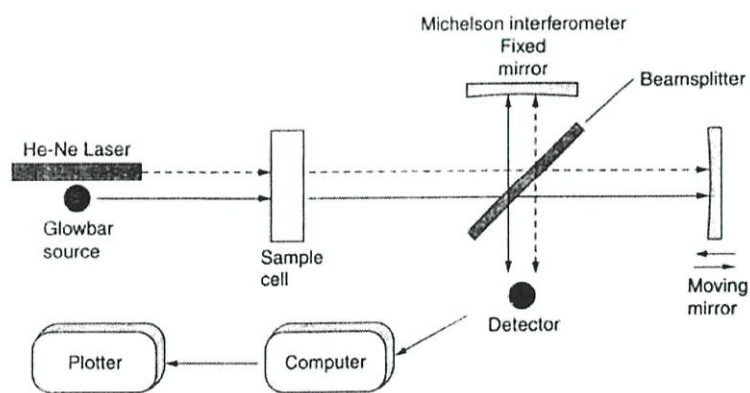
2.11.5. FTIR สเปกโตรมิเตอร์

หัวใจของ FTIR สเปกโตรมิเตอร์เป็น Michelson interferometer ดังแสดงในรูปที่ 2.21 ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์ รังสี IR จากแหล่งกำเนิด Globar ผ่านสารตัวอย่างและต่อไปยัง Beam splitter

(อุปกรณ์แยกลำรังสี) ซึ่งจะแยกลำรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างแล้วกึ่งหนึ่งไปยังกระจกที่หมุนได้ (Moving mirror) และสะท้อนลำรังสีอีกกึ่งหนึ่งไปยังกระจกที่ยึดกับที่ ทั้งลำรังสีที่สะท้อนและที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted beam) จะถูกสะท้อนกลับไปที่ Beam splitter

IR สเปกโตรมิเตอร์แบบเดิมบันทึกทีละเลขคลื่นในแต่ละครั้ง แต่ FTIR สเปกโตรมิเตอร์เก็บข้อมูลเลขคลื่นทั้งหมดในครั้งเดียวและเนื่องจากมีจุดข้อมูล (data points) มาก จึงต้องมีคอมพิวเตอร์เป็นส่วนประกอบสำคัญใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์เพื่อวิเคราะห์ข้อมูล He-Ne laser เป็นตัวเปล่งแสงสีแดง(6328 nm)ซึ่งเป็นความยาวคลื่น (ความถี่) มาตรฐานอ้างอิงสำหรับความถี่ที่บันทึกใน IR สเปกตรัม

FTIR มีข้อดีหลายข้อ ข้อแรกคือ มีค่าสัญญาณต่อคลื่นรบกวน (Signal-to-noise) สูง ช่วยให้สัญญาณชัดเจนและเนื่องจากสเปกตรัมทั้งหมดถูกส่องกราด (Scan) ภายในช่วงเวลาสั้น (ไม่เกิน 1 วินาที) การส่องกราดหลายครั้งจึงสามารถทำได้รวดเร็วและนำข้อมูลมารวมกัน สัญญาณจากพิกต่างๆเป็นบวก และมักเกิดที่ความถี่เดียวกันเวลาส่องกราด ส่วนพิกของสัญญาณรบกวนเป็นทั้งบวกและลบและเกิดที่เลขคลื่นแบบสุ่ม ทำให้สัญญาณของพิกต่างๆถูกย่ำหลายๆครั้งแต่สัญญาณของคลื่นรบกวนถูกหักล้างออกไป ดังนั้น เราจึงได้ IR สเปกตรัมที่ชัดเจนและใช้สารตัวอย่างเพียงเล็กน้อย (1 มิลลิกรัมหรือน้อยกว่า) ได้ และได้สเปกตรัมที่มีคุณภาพดีพอๆ กับใช้สารตัวอย่างขนาด 10 มิลลิกรัม ข้อได้เปรียบอีกข้อหนึ่งคือจะให้ความถี่ที่ถูกต้องแม่นยำเพราะเทียบมาตรฐานจากพิกของ He-Ne laser รูปที่ 2.21 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์



รูป 2.21 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1. ขวดพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 3.1.2. ยาง
- 3.1.3. กระจบอกเอทานอล
- 3.1.4. ลูกบิดเซอร์โคเนีย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 5 และ 10 มิลลิเมตร
- 3.1.5. ซ้อนตักสารพลาสติก
- 3.1.6. ซ้อนตักสารสแตนเลส (Spatula)
- 3.1.7. คีมหนีบ (forceps)
- 3.1.8. ปีกเกอร์ ขนาด 1000 มิลลิลิตร 5 ใบ
ขนาด 600 มิลลิลิตร 5 ใบ
- 3.1.9. ถุงซิปปลาสติกสำหรับใส่สาร ขนาด 5 x 7 8 x 12 และ 10 x 15
- 3.1.10. แท่งแม่เหล็กสำหรับปั่นกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.1.11. แผ่นอลูมิเนียม (Aluminum foil)
- 3.1.12. ตะแกรงกรอง
- 3.1.13. ถ้วยอลูมินาสำหรับเผาสาร (Alumina crucible) พร้อมฝาปิด
- 3.1.14. โกร่งบดสาร
- 3.1.15. แผ่นให้ความร้อน (Hot plate)
- 3.1.16. ตู้อบสารอุณหภูมิประมาณ 85 °C ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific
- 3.1.17. เตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูง 1200 °C ผลิตโดยบริษัท Nabertherm
- 3.1.18. เครื่องบดย่อยผสมสารแบบลูกบอล
- 3.1.19. เครื่องตรวจการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD) ผลิตโดยบริษัท Siemens รุ่น D8 Advance ประเทศเยอรมัน
- 3.1.20. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ผลิตโดยบริษัท LEO รุ่น LEO 1455 VP ประเทศอังกฤษ

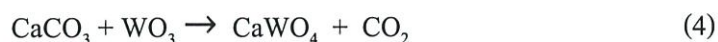
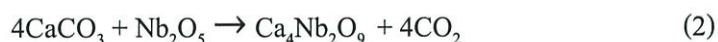
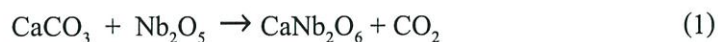
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1. ไนโอเบียม ออกไซด์ (Nb_2O_5) ความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Advanced Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.2. เซอร์โคเนียม ออกไซด์ (ZrO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Advanced Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.3. ทังสเตน ออกไซด์ (WO_3) ความบริสุทธิ์ 99.98 % ผลิตโดยบริษัท Advanced Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.4. โคบอลต์ ออกไซด์ (Co_3O_4) ความบริสุทธิ์ 99.9 % ผลิตโดยบริษัท Advanced Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.5. คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ความบริสุทธิ์ ≥ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich ประเทศ ญี่ปุ่น
- 3.2.6. ไทเทเนียม ไดออกไซด์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Advanced Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.7. เอทานอล ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 95% ประเทศไทย

3.3 กระบวนการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์

3.3.1 การสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์

การสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) โดยการบดย่อยเป็นเวลา 18 ชั่วโมง และทำการเผาแคลไซน์ จากสมการเคมีทั้ง 6 ระบบ มีขั้นตอนดังต่อไปนี้





1. ทำความสะอาดเปลือกไข่และนำเข้าสู่อบเพื่ออบให้แห้ง
2. บดเปลือกไข่ด้วยครกหยก
3. ชั่งเปลือกไข่จำนวน 50 กรัม บนแผ่นอลูมิเนียม
4. ใส่เปลือกไข่ลงในขวดพลาสติกที่มีลูกบดเซอร์โคเนียบรรจุอยู่ เทตัวทำละลายเอทานอล ลงไปจนท่วม เพื่อช่วยให้สารตั้งต้นผสมกันได้ดีและช่วยลดความร้อนที่เกิดจากการเสียดสีของลูกบด
5. นำขวดพลาสติกไปทำการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball-milling) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. นำขวดพลาสติกที่ทำการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball-milling) เรียบร้อยแล้ว มากรองด้วยตะแกรงกรองโดยกรองใส่บีกเกอร์ ขนาด 1000 มิลลิลิตรและใช้เอทานอลล้างจนลูกบดสะอาด ไม่มีสารหลงเหลืออยู่
7. นำแท่งแม่เหล็กใส่ลงในบีกเกอร์เพื่อระเหยตัวทำละลายออกไปบนแผ่นให้ความร้อน โดยต้องทำการปั่นกววนตลอดเวลา รอจนตัวทำละลายระเหยออกไป เหลือประมาณ 200 มิลลิลิตร นำไปอบในตู้อบ ที่มีอุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส จนสารแห้ง
8. นำสารที่ได้มาบดด้วยครกหยกและเก็บใส่ถุงซิปลาสติกเพื่อนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบ
9. ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนตที่สังเคราะห์ได้จากเปลือกไข่และสารตั้งต้นที่คำนวณได้ในระบบที่ 1 บนแผ่นอลูมิเนียมที่วางบนเครื่องชั่งดิจิตอล
10. นำสารที่ชั่งเทลงขวดพลาสติกที่มีลูกบดเซอร์โคเนียบรรจุอยู่ เทตัวทำละลายเอทานอล ลงไปจนท่วม เพื่อช่วยให้สารตั้งต้นผสมกันได้ดีและช่วยลดความร้อนที่เกิดจากการเสียดสีของลูกบด
11. นำขวดพลาสติกที่ทำการบดย่อยด้วยลูกบด (Ball-milling) เรียบร้อยแล้ว มากรองด้วยตะแกรงกรองโดยกรองใส่บีกเกอร์ ขนาด 1000 มิลลิลิตรและใช้เอทานอลล้างจนลูกบดสะอาด ไม่มีสารหลงเหลืออยู่

12. นำแท่งแม่เหล็กใส่ลงในบีกเกอร์เพื่อระเหยตัวทำละลายออกไปบนแผ่นให้ความร้อน โดยต้องทำการปั่นกวนตลอดเวลา รอจนตัวทำละลายระเหยออกไป เหลือประมาณ 200 มิลลิลิตร นำไปอบในตู้อบ ที่มีอุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส จนสารแห้ง
13. นำสารที่ได้มาบดด้วยครกหยกแล้วนำไปเผาแคลไซน์โดยนำสารที่บดแล้วใส่ครุชชีเบล และนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิดังนี้

CaNb_2O_6 , CaZrO_3 และ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$	เผาที่อุณหภูมิ 600 – 1200 องศาเซลเซียส
$\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}$ และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	เผาที่อุณหภูมิ 500 – 1200 องศาเซลเซียส
CaWO_4	เผาที่อุณหภูมิ 300 – 800 องศาเซลเซียส
14. นำสารที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วมาบดเก็บในถุงซิปล
15. นำสารตัวอย่างแต่ละสัดส่วนไปทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis: XRD) ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy) ตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)
16. ในระบบที่ 2 – 6 ทำดังที่แสดงในระบบที่ 1

3.4 การตรวจสอบสมบัติ

3.4.1 การทดสอบสมบัติทางกายภาพ

3.4.1.1 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction analysis)

เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน คือ เทคนิคที่นำรังสีเอกซ์ มาใช้วิเคราะห์สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างทั้ง 6 ระบบซึ่งมีลักษณะเป็นผงและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ ที่ทราบความยาวคลื่นไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารตัวอย่างทั้ง 6 ระบบ ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้น

3.4.1.2 เครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

FT-IR spectrometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ ตรวจสอบโครงสร้างของสาร โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด ที่อยู่ในช่วงเลขคลื่นประมาณ $12800-10\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ ซึ่งข้อมูลที่ได้รับสามารถบ่งบอกถึงการสั่นแบบไม่สมมาตรของสารตัวอย่างทั้ง 6 ระบบ

3.4.1.3 เครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)

Raman scattering เกิดขึ้นได้โดยใช้ลำแสงโมโนโครมาติกที่มีความเข้มสูง เช่น ลำแสงเลเซอร์ (Laser beam) ผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งแสง แสงส่วนใหญ่จะผ่านทะลุไปได้ แต่จะมีแสงส่วนน้อยบางส่วนเกิดการกระเจิงไปทุกทิศทางด้วยการชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) แต่มีการชนส่วนน้อยอีกส่วนหนึ่งคือ การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงความถี่ไปเล็กน้อย เรียกว่า การกระเจิงแบบรามาน (Raman scattering) ซึ่งข้อมูลที่ได้รับสามารถบ่งบอกถึงการสั่นแบบสมมาตรของสารตัวอย่างทั้ง 6 ระบบ

3.4.1.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอน เป็นแหล่งกำเนิดแสง เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษา ลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาคหรือบริเวณพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งรูปร่าง สัณฐานวิทยาที่ได้สามารถนำไปคำนวณหาขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างทั้ง 6 ระบบ

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ (CaCO_3)

การนำเปลือกไข่มาทำการสังเคราะห์ CaCO_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) โดยการบดย่อยเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาระเหยและอบให้แห้ง เพื่อให้ได้ผง CaCO_3 ออกมา

4.1.1 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ



รูปที่ 4.1 CaCO_3 ทางการค้า

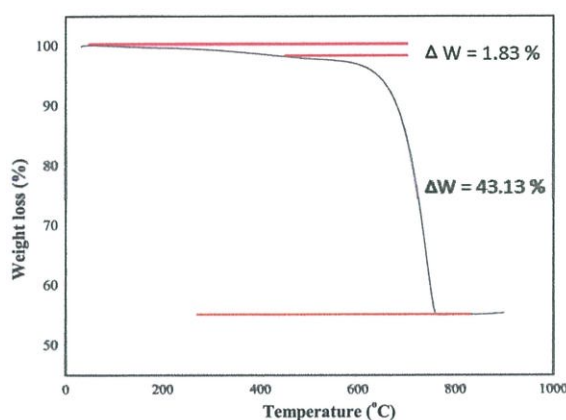


รูปที่ 4.2 CaCO_3 จากเปลือกไข่

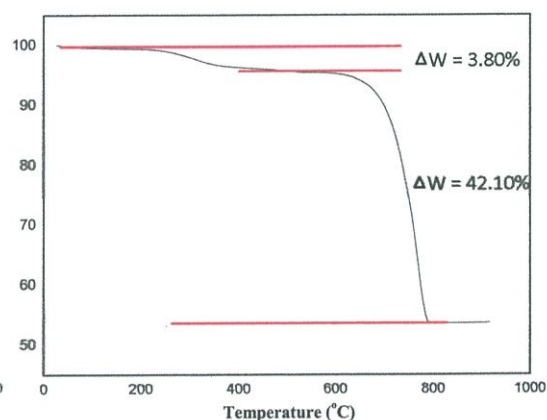
จากรูปที่ 4.1 และรูปที่ 4.2 แสดงสมบัติทางกายภาพของ CaCO_3 ทางการค้าและ CaCO_3 ที่ได้จากเปลือกไข่ ซึ่งมีลักษณะเฉพาะที่สามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า โดย CaCO_3 ทั้ง 2 จะมีลักษณะที่คล้ายกัน คือ มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขนาดเล็ก มีความสว่าง แต่ CaCO_3 ทางการค้าจะมีความขาวสว่างมากกว่า CaCO_3 ที่ได้จากเปลือกไข่

4.1.2 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA

การวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric Analysis: TGA) ซึ่งจะวัดน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทุกช่วงอุณหภูมิ การทดลองจะทำในระบบปิด โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักโดยใช้ความร้อน (Thermogravimetric Analyzer) ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบสามารถนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่างที่ทดสอบ เช่น การสลายขององค์ประกอบ (Decomposition) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารใหม่ (Formation)



รูปที่ 4.3 การสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 ทางการค้า



รูปที่ 4.4 การสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 จากเปลือกไข่

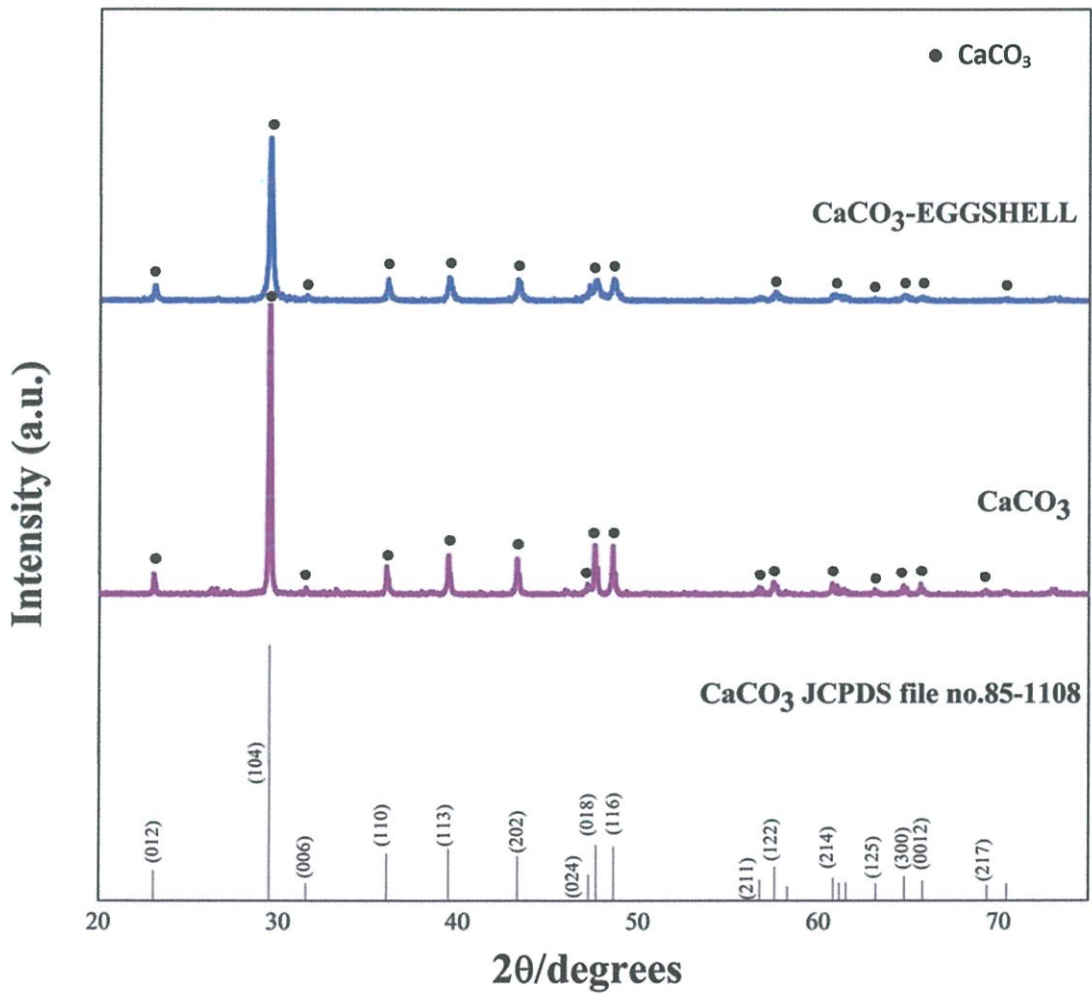
จากรูปที่ 4.3 และ รูปที่ 4.4 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 ทางการค้า และ CaCO_3 จากเปลือกไข่ โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งจะเห็นได้ว่ารูปแบบการสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 ทางการค้า และ CaCO_3 จากเปลือกไข่มีรูปแบบการสลายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกัน โดยรูปที่ 4.3 แสดงกราฟการสลายตัวทางความร้อนของ CaCO_3 ทางการค้า พบว่า CaCO_3 ทางการค้ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 1.83 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ที่เป็นส่วนประกอบในเปลือกไข่ และที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 43.13 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3 และรูปที่ 4.4 แสดงกราฟการสลายตัวทางความร้อนของเปลือกไข่ พบว่า เปลือกไข่นั้นมีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 3.80 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ที่เป็นส่วนประกอบในเปลือกไข่ และที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-800

องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 42.1 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.1.3 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

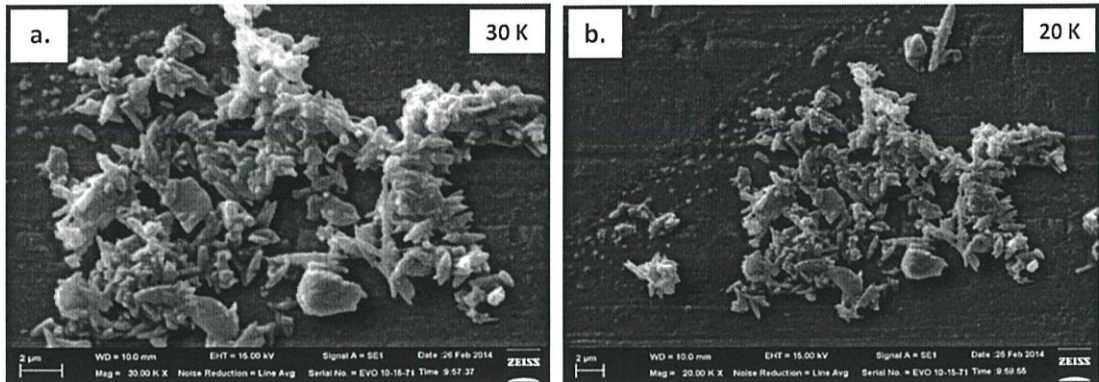
(X-ray diffraction ; XRD)

หลังจากที่ทำการสังเคราะห์ CaCO_3 ที่ได้จากเปลือกไข่แล้ว จะนำผง CaCO_3 ที่ได้มาทำการตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นและลักษณะโครงสร้างของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่า CaCO_3 ทางการค้าและ CaCO_3 จากเปลือกไข่มีพีคที่ปรากฏขึ้นตรงกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.85-1108) ซึ่ง CaCO_3 ทางการค้ามีโครงสร้างแบบบรอมโบฮีดรัล (Rhombohedral) มีค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ที่ $a=4.989\text{\AA}$ $c=17.061\text{\AA}$ โดยเมื่อนำ CaCO_3 ที่ได้จากเปลือกไข่มาเทียบ จะพบว่าพบรูปแบบการเลี้ยวเบนมีลักษณะที่คล้ายกัน สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ได้ $a=4.9937\pm 1.9582\text{\AA}$ $c=17.2142\pm 2.8101\text{\AA}$ ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับฐานข้อมูลเป็นอย่างมาก จึงเชื่อได้ว่าสารที่ทำการสังเคราะห์เป็น CaCO_3 ดังรูปที่ 4.5



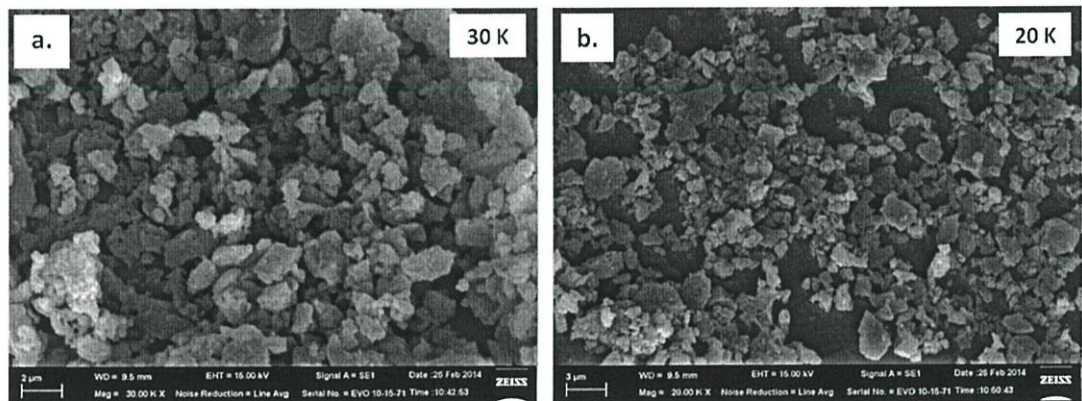
รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaCO₃ ทางการค้าเปรียบเทียบกับ CaCO₃ จากเปลือกไข่

4.1.4 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)



รูปที่ 4.6 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ทางการค้า
ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.6 แสดงสัณฐานวิทยาของ CaCO_3 ทางการค้าที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นแท่งและแผ่นจับกันเป็นก้อน กระจายอยู่เป็นกลุ่มๆ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.76 \pm 0.55 \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.62 \pm 0.22 \mu\text{m}$



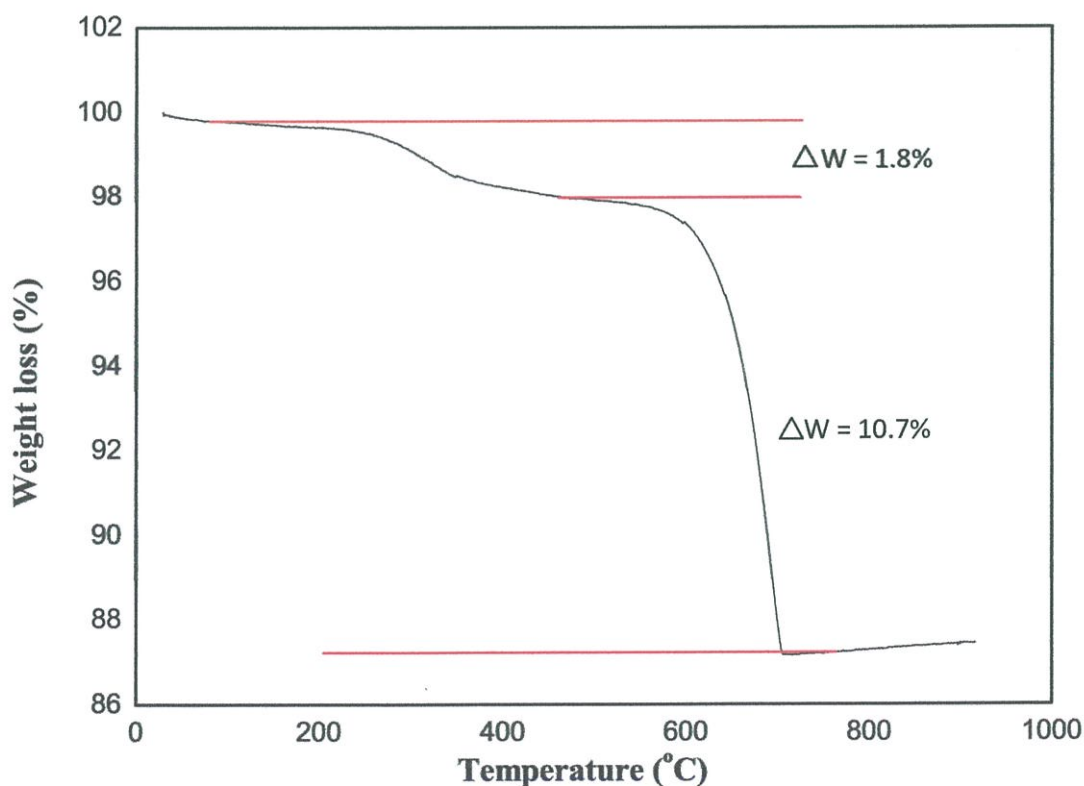
รูปที่ 4.7 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) จากเปลือกไข่
ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.7 แสดงลักษณะพื้นฐานวิทยาของ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นแผ่นเหลี่ยมๆ โดยมีพื้นผิวที่ขรุขระไม่เป็นระเบียบ มีความแตกต่างกันของขนาดอนุภาค กระจายตัวซ้อนทับกันอยู่ทั่วบริเวณ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.93 \pm 0.45 \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.92 \pm 0.49 \mu\text{m}$

4.2 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)

โดยการใช้ CaCO_3 และ Nb_2O_5 เป็นสารตั้งต้นในการเตรียม CaNb_2O_6 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) โดยการบดย่อยเป็นเวลา 18 ชั่วโมง จากนั้นนำมาระเหยและอบให้แห้งและทำการเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้สารประกอบที่บริสุทธิ์

4.2.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.8 การสลายตัวทางความร้อนของ CaNb_2O_6

จากรูปที่ 4.8 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ CaNb_2O_6 พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 1.8 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บดขยี้ หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น และในช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 10.7 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.2.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray diffraction ; XRD)

นำผงแคลเซียมคาร์บอเนตที่เตรียมได้จากเปลือกไข่ ที่เตรียมโดยกระบวนการบดขยี้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วระเหยด้วยเอทานอลให้สารแห้ง เพื่อนำมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ CaNb_2O_6 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state reaction) โดยทำการเผาไล่อุณหภูมิเพื่อหาเฟสบริสุทธิ์ของ CaNb_2O_6

ในการสังเคราะห์ CaNb_2O_6 ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ Nb_2O_5 ดังสมการ $\text{CaCO}_3 + \text{Nb}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{CaNb}_2\text{O}_6 + \text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 600-1200 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ CaNb_2O_6 พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสมีปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ คือเจอ CaCO_3 มีความเข้มฟีกอยู่ที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 31.66 และ 47.54 ซึ่งฟีกที่ปรากฏขึ้นตรงกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.85-1108) และพบ Nb_2O_5 มีความเข้มฟีกอยู่ที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 24.46 , 25.52 และ 26.56 และเมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.72-1101) ฟีกที่ปรากฏขึ้นก็ขึ้นในตำแหน่งเดียวกัน แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นเป็น 700-900 องศาเซลเซียส ความเข้มของฟีก CaCO_3 และ Nb_2O_5 ก็จะลดลงและเริ่มพบผลึกของ CaNb_2O_6 เพิ่มมากขึ้นแต่ยังไม่บริสุทธิ์ จนเมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึงประมาณ 1000 องศาเซลเซียสจะไม่พบฟีก CaCO_3 และ Nb_2O_5 เหลืออยู่อีก และขณะเดียวกันก็จะเกิดการฟอร์มเฟสบริสุทธิ์ของ CaNb_2O_6 ขึ้น ดังรูปที่ 4.9 โดยดูได้จากตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 29.26 จะมีระนาบเป็น (3 1 1) เป็นฟีกที่ยืนยันได้ว่าสารนี้เป็น CaNb_2O_6

และเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส จะพบว่าตำแหน่งฟิคนั้นยังคงปรากฏเป็นผลึกของ CaNb_2O_6 ดังรูปที่ 4.9

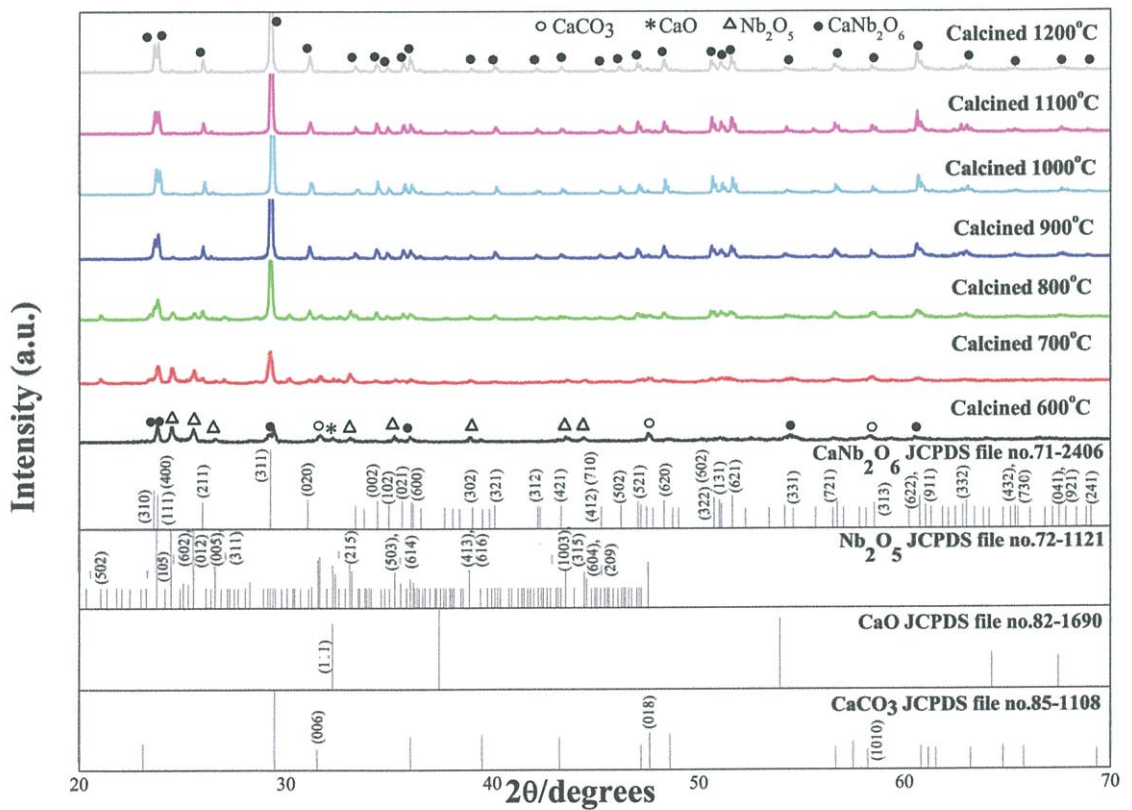
เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่าตำแหน่งฟิคนั้นมีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaNb_2O_6 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.71-2406) ซึ่งมีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) มีค่าแลตทิซ พารามิเตอร์ที่ $a=14.92 \text{ \AA}$ $b=5.752 \text{ \AA}$ $c=5.304 \text{ \AA}$ โดยเมื่อนำ CaNb_2O_6 ที่สังเคราะห์ได้มาเทียบ จะพบว่าพบรูปแบบการเลี้ยวเบนมีลักษณะที่คล้ายกัน สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ได้ $a=15.2047\pm 0.8133 \text{ \AA}$ $b=5.7503\pm 0.0252 \text{ \AA}$ $c=5.2304\pm 0.0462 \text{ \AA}$ ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับฐานข้อมูลเป็นอย่างมาก จึงเชื่อได้ว่าสารที่ทำการสังเคราะห์เป็น CaNb_2O_6

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและเลตทิซพารามิเตอร์ของ CaNb_2O_6

สารประกอบ	JCPDS No.	โครงสร้าง	a (Å)	b (Å)	c (Å)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
CaNb_2O_6	PDF no 71-2406	ออร์โธรมบิก	14.92	5.752	5.304	-
	This study	ออร์โธรมบิก	15.2047±0.8133	5.7503±0.0252	5.2304±0.0462	1.34±0.26

ตารางที่ 4.2 ความแตกต่างเลตทิซพารามิเตอร์ของ CaNb_2O_6

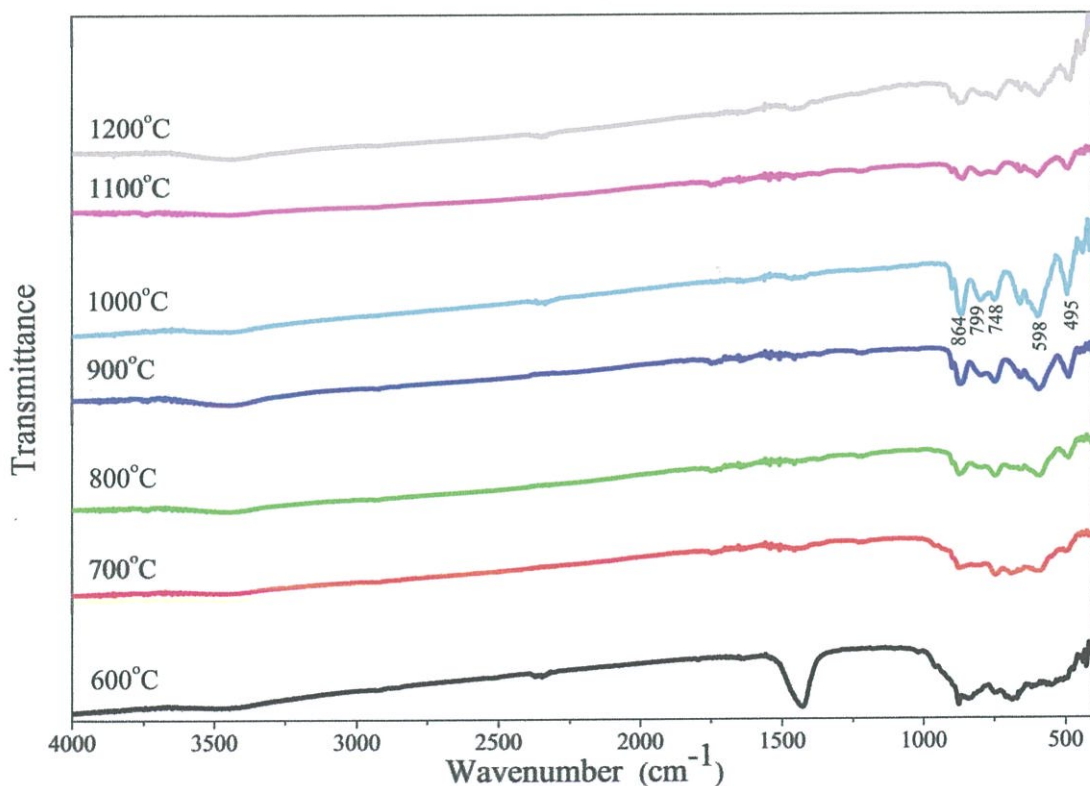
สารประกอบ	a (Å)	b (Å)	c (Å)
CaNb_2O_6	1.91%	0.03%	1.39%



รูปที่ 4.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaNb_2O_6 ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.2.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์ (FT-IR)

เมื่อทำการสังเคราะห์ผงผลึก CaNb_2O_6 ด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จากนั้นนำสารที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส แล้วนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์เพื่อเป็นการยืนยันผลการตรวจสอบเอกลักษณ์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยเริ่มจากนำสารตัวอย่างมาอัดเป็นเม็ดบางๆร่วมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide, KBr) ซึ่งโพแทสเซียมโบรไมด์จัดเป็นสารเฉื่อยที่ยอมให้คลื่นรังสีอินฟราเรดส่องผ่านได้และมีช่วงคลื่นรังสีอินฟราเรดที่กว้างกว่าสารอื่นๆที่มีสมบัติเดียวกัน

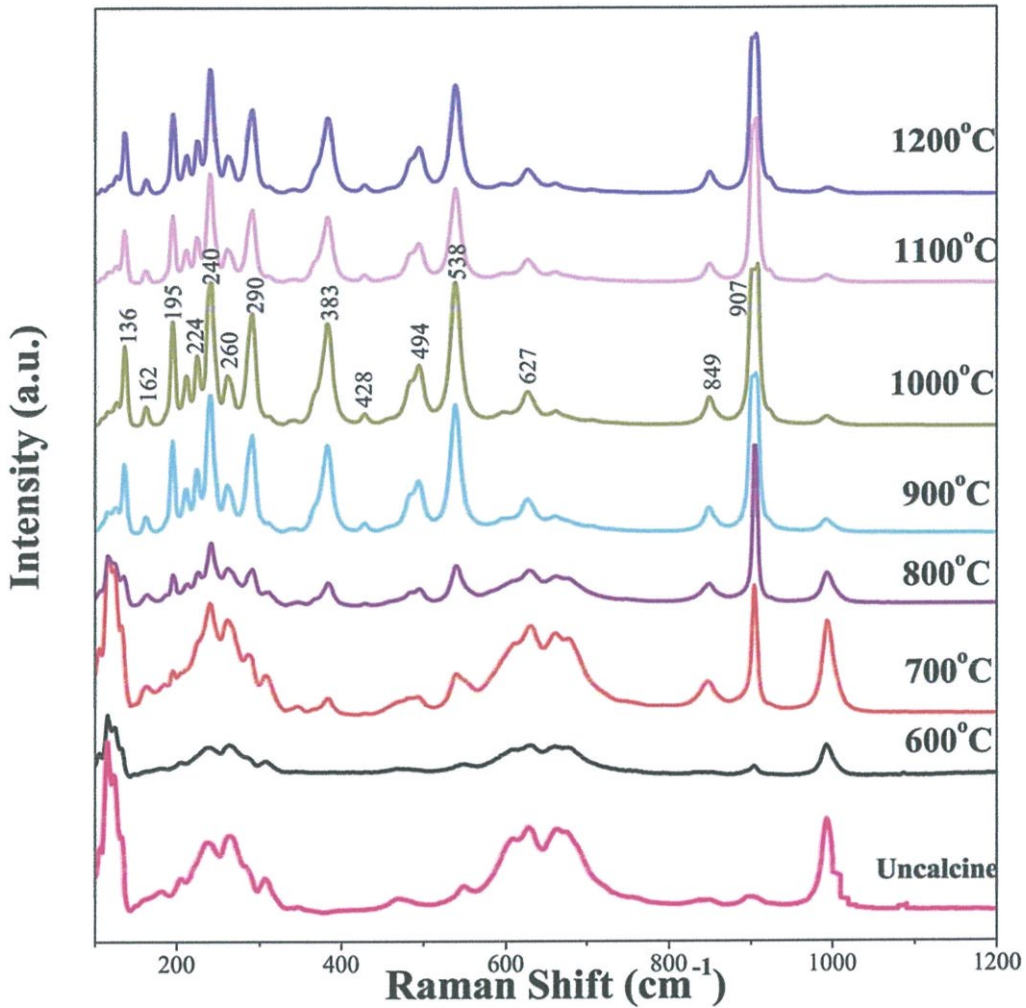


รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.10 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซต์ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียสจะเห็นได้ว่าความเข้มของทุกพีคจะสูงขึ้นเรื่อยๆ ซึ่งสังเกตเห็นความเข้มของพีคในช่วงที่ $900\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการสั่นแบบคิงยัดของ Nb-O ในแถบที่ 864 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_1(B_{2u})$ และที่ 748 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_2(B_{2u})$ ความเข้มของแถบที่ 598 cm^{-1} จะกว้างกว่าข้างๆ การที่พีคมีกว้างนั้นเกิดจากการทับซ้อนกันของโหมด V_3 เป็นการสั่นสะเทือนแบบ B_{1u} , B_{2u} และ B_{3u} ที่สมมาตรกัน โหมด $V_4(B_{1u})$ และ $V_{4u}(B_{3u})$ จะสังเกตเห็นในความเข้มของพีคที่ 495 cm^{-1} ในแถบที่ 799 cm^{-1} อาจเกิดจากการรวมกันของ $V_3(B_{1u})+V_7(B_{1u})$ ซึ่งสอดคล้องกับผลวิจัยของ K.C. Mathai และคณะ [45] ส่วนที่เลขคลื่น 2348 cm^{-1} เป็นการสั่นของ CO_2 และที่เลขคลื่น 1428 cm^{-1} เป็นการสั่นของ CO_3^{2-} นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบคิงยัดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของ โมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1646 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความชื้นก็จะลดลงเรื่อยๆ

4.2.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)

เมื่อทำการสังเคราะห์ผงผลึก CaNb_2O_6 ด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จากนั้นนำสารที่ได้ไปเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส แล้วนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี



รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส

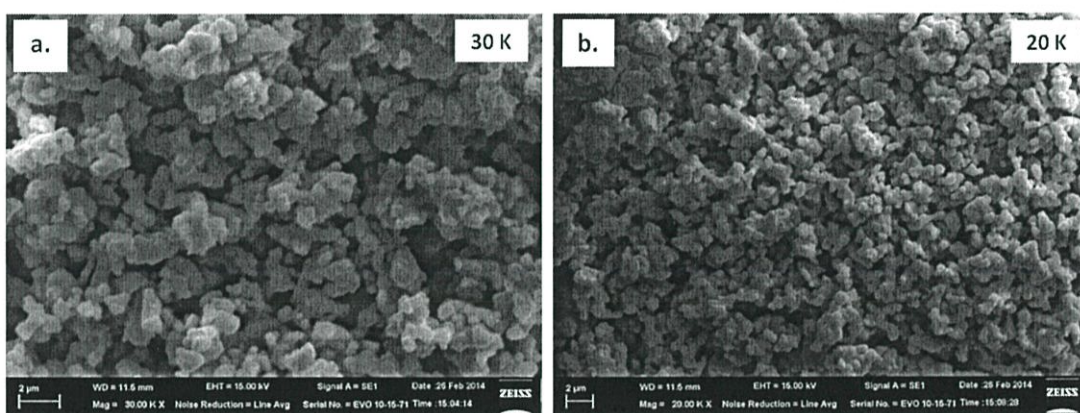
จากรูปที่ 4.11 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปีของผงผลึก CaNb_2O_6 ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิที่ 600-1200 องศาเซลเซียสพบว่าความเข้มของพีคจะเพิ่มสูงขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น สังเกตได้จากในช่วง $1000-100 \text{ cm}^{-1}$ จะบอกลักษณะการสั่นแบบคิงยัดของ Nb-O ได้ คาดว่าโหมด $\text{V}_1(\text{A}_g)$ เกิดจากการสั่นแบบคิงยัดของ Nb-O ซึ่งสังเกตได้จากแถบความเข้มของพีคที่แหลมมากที่สุด 907 cm^{-1} [46][47]

บริดจ์การสั่นแบบคิงยัดของ Nb-O จะเกิดขึ้นที่ช่วง $700-500 \text{ cm}^{-1}$ และช่วงที่ต่ำกว่า 500 cm^{-1} แถบโหมดการสั่นแบบสมมาตร V_2 ของ A_g , B_{1g} , B_{2g} และ B_{3g} จะปรากฏขึ้นและจะสังเกตพบแถบความเข้มกว้างขึ้นออกมาที่ $700-610 \text{ cm}^{-1}$ เกิดเป็นพีคที่ 627 cm^{-1} ส่วนแถบความเข้มที่ 538 cm^{-1} อาจจะเกิดการรวมกัน เช่น $\text{V}_6(\text{A}_g)+\text{V}_7(\text{A}_g)$ หรือ $\text{V}_6(\text{B}_{2g})+\text{V}_7(\text{B}_{2g})$ การสั่นแบบงอของ O-Nb-O จะ

เกิดขึ้นในช่วง $450-100\text{ cm}^{-1}$ การสั่นแบบดิ่งยัดของ Ca-O การสั่นที่เกี่ยวกับพันธะแบบลูกโซ่และพันธะ Nb-Nb ที่เกิดต่อกันจะมีเลขคลื่นต่ำกว่าช่วง $450-100\text{ cm}^{-1}$ และแถบความถี่ที่ต่ำกว่า 75 cm^{-1} จะเป็นความเข้การสั่นของแลตทิซ ซึ่งสอดคล้องกับผลงานวิจัยของ K. C. Mathai และคณะ [45]

4.2.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)

เมื่อทำการสังเคราะห์ CaNb_2O_6 จากการนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ Nb_2O_5 ดังสมการ $\text{CaCO}_3 + \text{Nb}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{CaNb}_2\text{O}_6 + \text{CO}_2$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) จากนั้นนำสารที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ และนำไปตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในการตรวจรูปร่างและการกระจายตัว ดังแสดงในรูปที่ 4.12

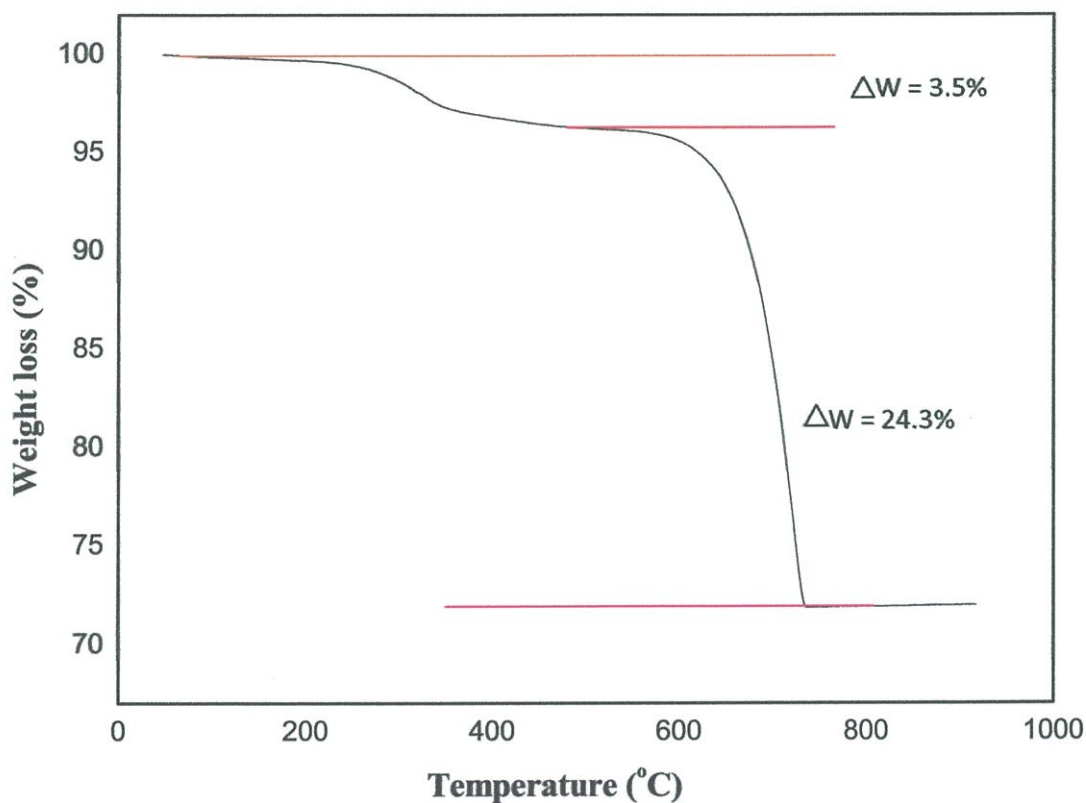


รูปที่ 4.12 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.12 แสดงสัณฐานวิทยาของ CaNb_2O_6 ที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นก้อนกลมเล็กๆ ที่จับตัวกันแน่นกลายเป็นก้อนใหญ่ โดยมีพื้นผิวที่ขรุขระไม่เป็นระเบียบ มีความแตกต่างกันของขนาดอนุภาคที่ซ้อนทับกันอยู่ทั่วบริเวณ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.02 \pm 0.16\ \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.66 \pm 0.35\ \mu\text{m}$

4.3 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$)

4.3.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.13 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$

จากรูปที่ 4.13 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 3.5 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บดย่อย หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น และในช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 24.3 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray diffraction ; XRD)

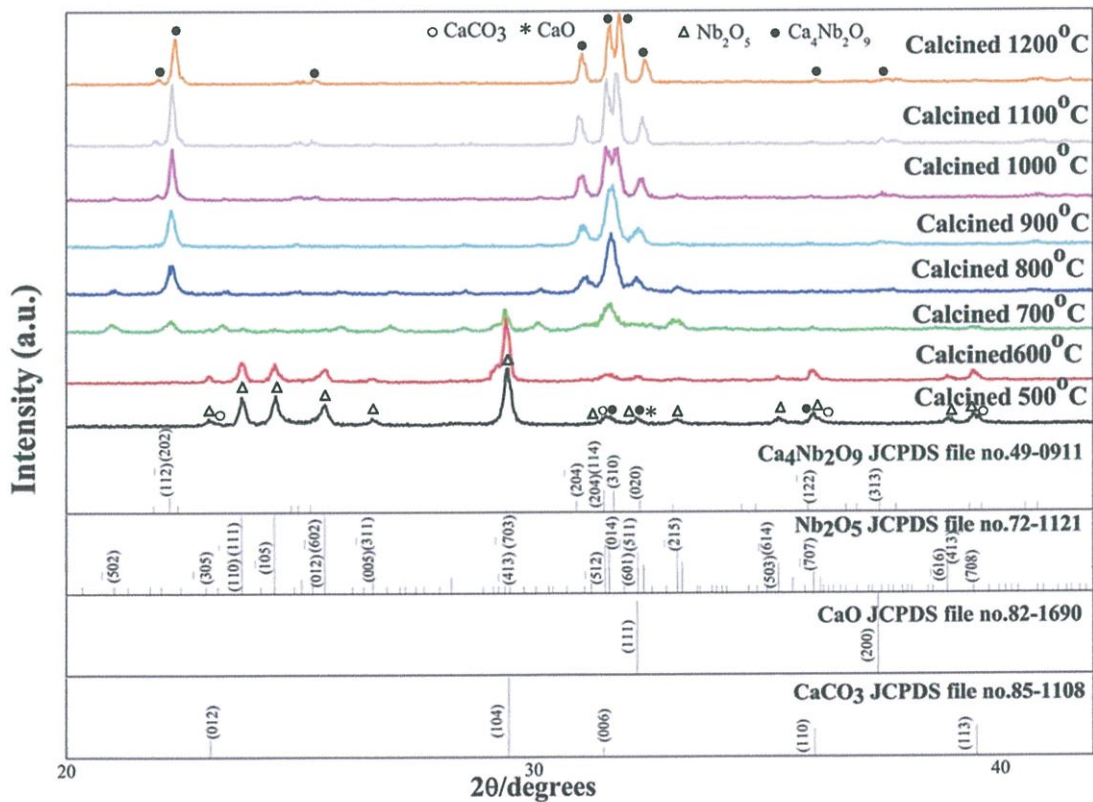
ในการสังเคราะห์ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ Nb_2O_5 , ดังสมการ $4\text{CaCO}_3 + \text{Nb}_2\text{O}_5 \rightarrow \text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9 + 4\text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 500-1200 องศาเซลเซียสเพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 500-600 องศาเซลเซียสยังพบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ ได้แก่ Nb_2O_5 ซึ่งมีความเข้มฟลักซ์ที่ตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 23.76 24.447 25.532 และ 29.4 และเมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.72-1121) และพบ CaCO_3 ที่ตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 23.06 ซึ่งตรงกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.85-1108) แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 700-900 องศาเซลเซียส ฟลักซ์ของ CaCO_3 , CaO และ Nb_2O_5 จะค่อยๆลดลงจนไม่พบฟลักซ์ปรากฏ และเริ่มพบความเป็นผลึกของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, มากขึ้นแต่ยังไม่ใช่เฟสบริสุทธิ์ จนอุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นเป็น 1000-1200 องศาเซลเซียสเกิดการฟอร์มเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, อย่างสมบูรณ์ขึ้น โดยดูได้จากตำแหน่งค่า 2θ ที่ 22.22 31.73 และ 32.30 ซึ่งสามารถยืนยันยืนยันความเป็นผลึกของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, ดังรูปที่ 4.14 เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.49-0911) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ $a = 9.816 \text{ \AA}$ $b = 5.538 \text{ \AA}$ $c = 14.115 \text{ \AA}$ โดย $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, ที่สังเคราะห์ได้เมื่อนำไปตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์เป็น $a = 10.5870 \text{ \AA}$ $b = 6.1497 \text{ \AA}$ $c = 16.0678 \text{ \AA}$ เนื่องจากค่าที่ได้มีความใกล้เคียงกัน จึงสามารถสรุปได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$

สารประกอบ	JCPDS No.	โครงสร้าง	a (Å)	b (Å)	c (Å)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
$\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$	PDF no 49-0911	โมโนคลินิก	9.816	5.538	14.115	-
	This study	โมโนคลินิก	10.5870	6.1497	16.0678	1.37±0.17

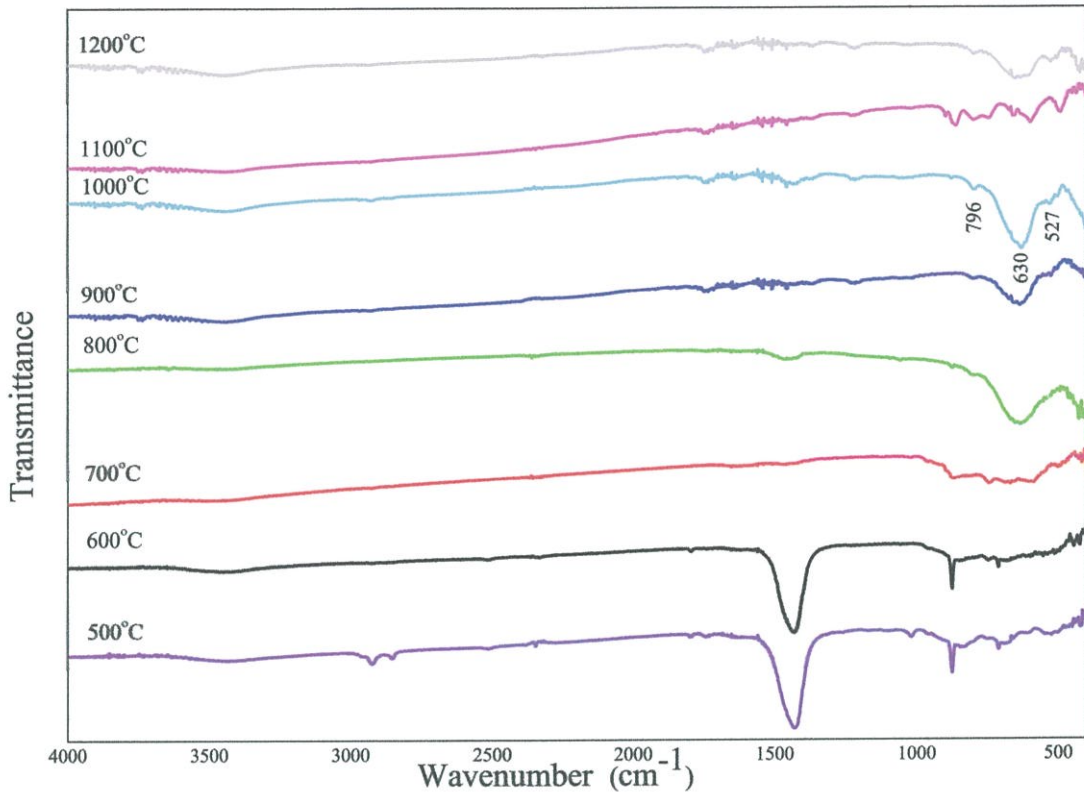
ตารางที่ 4.4 ความแตกต่างแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$

สารประกอบ	a (Å)	b (Å)	c (Å)
$\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$	7.85%	11.05%	13.83%



รูปที่ 4.14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

4.3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)

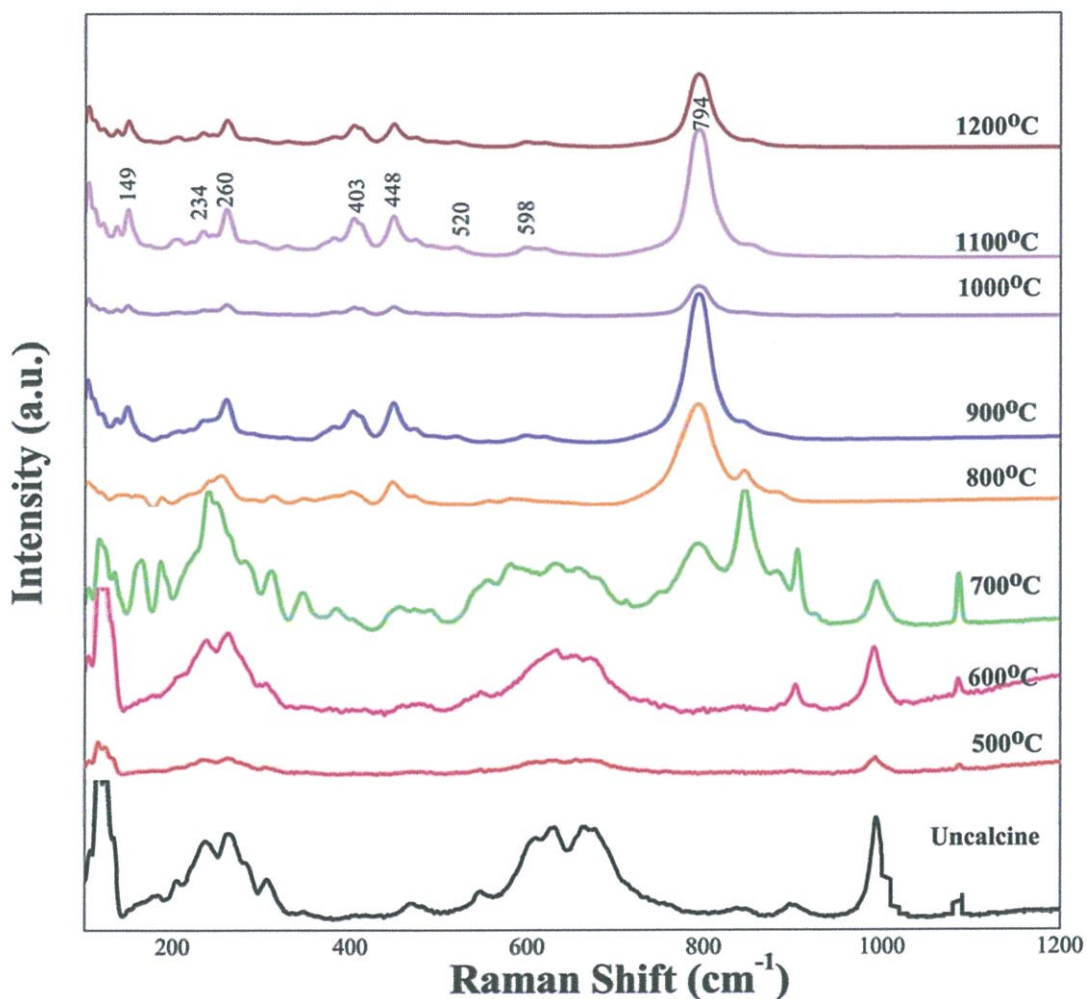


รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.15 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200 องศาเซลเซียสจะเห็นความเข้มของพีกในช่วงที่ 900-400 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบคิงซิดของ Nb-O ในแถบที่ 864 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_1(B_{2u})$ และที่ 796 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_2(B_{2u})$ ความเข้มของแถบที่ 630 cm^{-1} จะกว้างกว่าข้างๆ การที่พีกมีกว้างนั้นเกิดจากการทับซ้อนกันของโหมด V_3 เป็นการสั่นสะเทือนแบบ B_{1u} , B_{2u} และ B_{3u} ที่สมมาตรกัน โหมด $V_4(B_{1u})$ และ $V_4(B_{3u})$ จะสังเกตเห็นในความเข้มของพีกที่ 527 cm^{-1} ในแถบที่ 796 cm^{-1} อาจจะมีเกิดจากการรวมกันของ $V_3(B_{1u})+V_7(B_{1u})$ ซึ่งสอดคล้องกับผลวิจัยของ K.C. Mathai และคณะ[45] ส่วนที่เลขคลื่น 2348 cm^{-1} เป็นการสั่นของ CO_2 และที่เลขคลื่น 1428 cm^{-1} เป็นการสั่นของ CO_3^{2-}

นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบคิงยัดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของ โมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1646 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความชื้นก็จะลดลงเรื่อยๆ

4.3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)



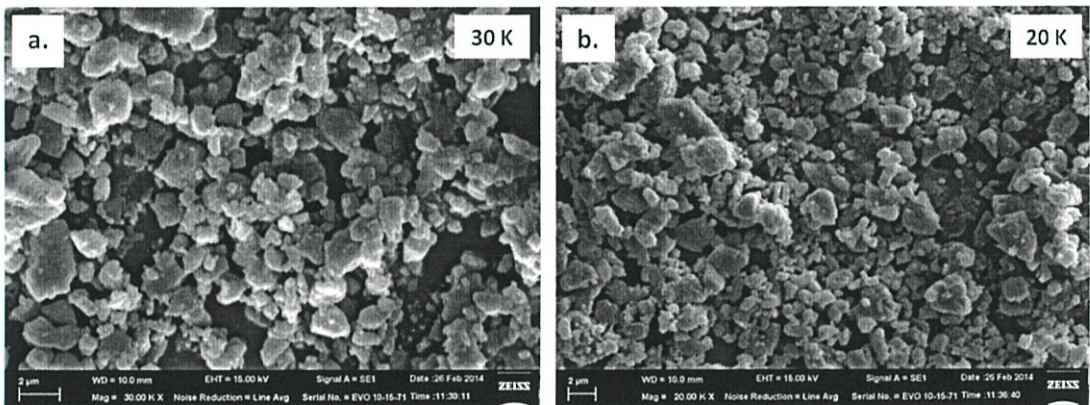
รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.16 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปีของผงผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิที่ 800-1200 องศาเซลเซียส พบว่าในช่วง $1000-100\text{ cm}^{-1}$ จะบอก

ลักษณะการสั่นแบบดิ่งยัดของ Nb-O ได้ คาดว่าโหมด $V_1(A_g)$ เกิดจากการสั่นแบบดิ่งยัดของ Nb-O ซึ่งสังเกตได้จากแถบความเข้มของพีคที่แหลมมากที่สุดที่ 794 cm^{-1} [46][47]

ปรีดิคัลการสั่นแบบดิ่งยัดของ Nb-O จะเกิดขึ้นในช่วง $700\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ และช่วงที่ต่ำกว่า 500 cm^{-1} แถบโหมดการสั่นแบบสมมาตร V_2 ของ A_g , B_{1g} , B_{2g} และ B_{3g} จะปรากฏขึ้นและจะสังเกตพบแถบความเข้มกว้างขึ้นออกมาที่ $560\text{-}630\text{ cm}^{-1}$ เกิดเป็นพีคที่ 598 cm^{-1} ส่วนแถบความเข้มที่ 520 cm^{-1} อาจเกิดการรวมกัน เช่น $V_6(A_g)+V_7(A_g)$ หรือ $V_6(B_{2g})+V_7(B_{2g})$ การสั่นแบบงอของ O-Nb-O จะเกิดขึ้นในช่วง $450\text{-}100\text{ cm}^{-1}$ การสั่นแบบดิ่งยัดของ Ca-O การสั่นที่เกี่ยวกับพันธะแบบลูกโซ่และพันธะ Nb-Nb ที่เกิดต่อกันจะมีเลขคลื่นต่ำกว่าช่วง $450\text{-}100\text{ cm}^{-1}$ และแถบความถี่ที่ต่ำกว่า 75 cm^{-1} จะเป็นความเข้มการสั่นของแลตทิซ ซึ่งสอดคล้องกับผลงานวิจัยของ K. C. Mathai และคณะ [45]

4.3.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)

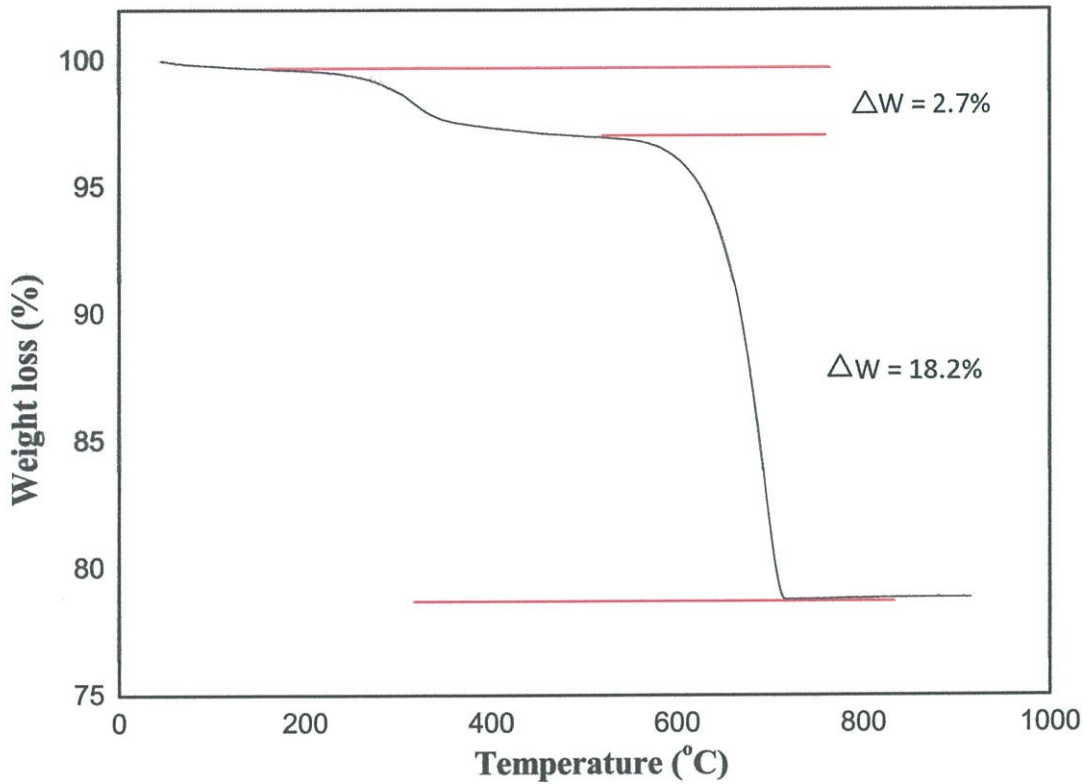


รูปที่ 4.17 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.17 แสดงสัณฐานวิทยาของ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นแผ่นเหลี่ยมๆ มีความแตกต่างกันของขนาดอนุภาคที่กระจายอยู่ทั่วบริเวณ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.29 \pm 0.14\ \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.44 \pm 0.20\ \mu\text{m}$

4.4 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3)

4.4.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.18 การสลายตัวทางความร้อนของ CaZrO_3

จากรูปที่ 4.18 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ CaZrO_3 พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 2.7 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บ่อยๆ หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น และที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 18.2 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.4.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction ; XRD)

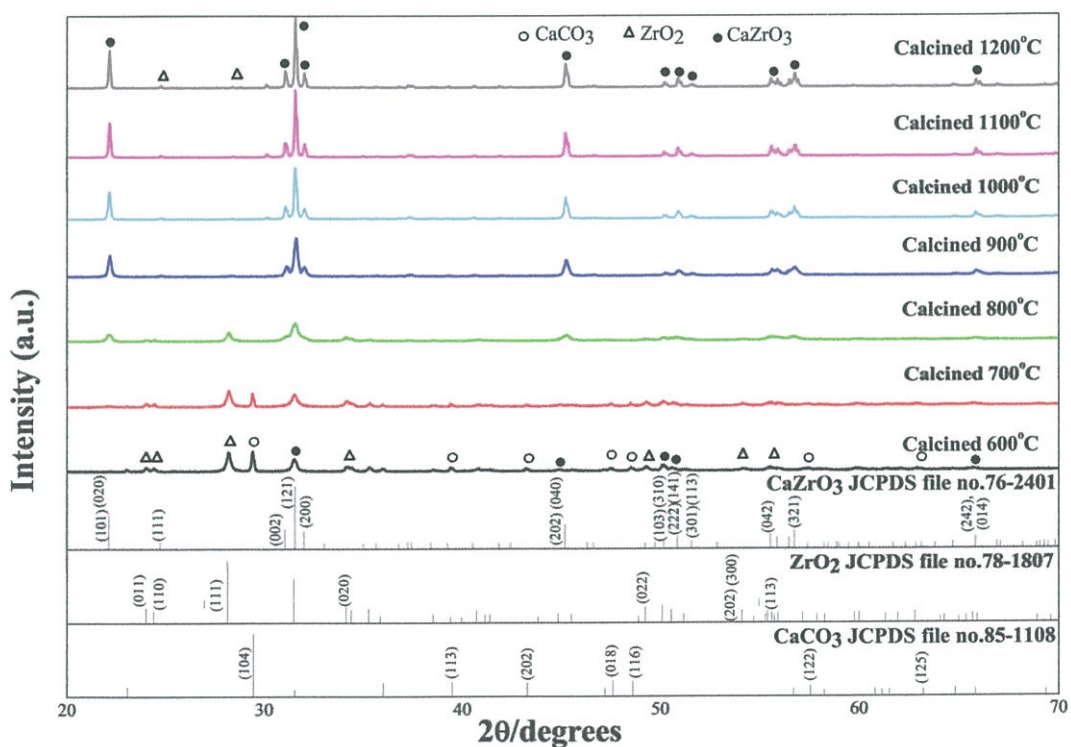
ในการสังเคราะห์ CaZrO_3 ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ ZrO_2 ดังสมการ $\text{CaCO}_3 + \text{ZrO}_2 \rightarrow \text{CaZrO}_3 + \text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 600-1200 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ CaZrO_3 พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสยังพบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ ได้แก่ CaCO_3 ซึ่งพบความเข้มฟีกอยู่ที่ตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 29.42 และ 39.46 ตรงกับข้อมูล JCPDS ของ CaCO_3 ที่ (file No.85-1108) และ ZrO_2 ในตำแหน่ง 2θ ที่ 28.2 และ 34.24 เมื่อนำไปเทียบกับ JCPDS ของ ZrO_2 ที่ (file No.78-1807) พบว่ามีตำแหน่งฟีกที่ขึ้นตรงกัน และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ความเข้มของฟีก CaCO_3 และ ZrO_2 จะลดลงแต่ความเข้มของฟีก CaZrO_3 จะเริ่มปรากฏและมีความเข้มฟีกที่สูงขึ้นตามอุณหภูมิ จนที่ประมาณ 1000 องศาเซลเซียส จะไม่พบฟีกของ CaCO_3 และ ZrO_2 ในขณะเดียวกัน CaZrO_3 จะเกิดการฟอร์มเฟสบริสุทธิ์ขึ้น ดูได้จากตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 31.5 และ 45.2 ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าเป็นโครงสร้างผลึกของ CaZrO_3 ดังรูปที่ 4.19 เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaZrO_3 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.76-2401) ซึ่งมีโครงสร้างแบบอโรธโรมบิก (Orthorhombic) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ $a = 5.591 \text{ \AA}$ $b = 8.017 \text{ \AA}$ $c = 5.761 \text{ \AA}$ และ CaZrO_3 ที่ทำการสังเคราะห์ขึ้นมาสามารถคำนวณมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ $a = 5.5823 \pm 0.0076 \text{ \AA}$ $b = 8.0253 \pm 0.0462 \text{ \AA}$ $c = 5.7463 \pm 0.0266 \text{ \AA}$ หรืออาจสรุปได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้คือ CaZrO_3 ที่มีโครงสร้างแบบอโรธโรมบิก

ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ CaZrO_3

สารประกอบ	JCPDS No.	โครงสร้าง	a (Å)	b (Å)	c (Å)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
CaZrO_3	PDF no 76-2401	ออร์โธโรมบิก	5.591	8.017	5.761	-
	This study	ออร์โธโรมบิก	5.5823 ± 0.0076	8.0253 ± 0.0462	5.7463 ± 0.0266	0.39 ± 0.02

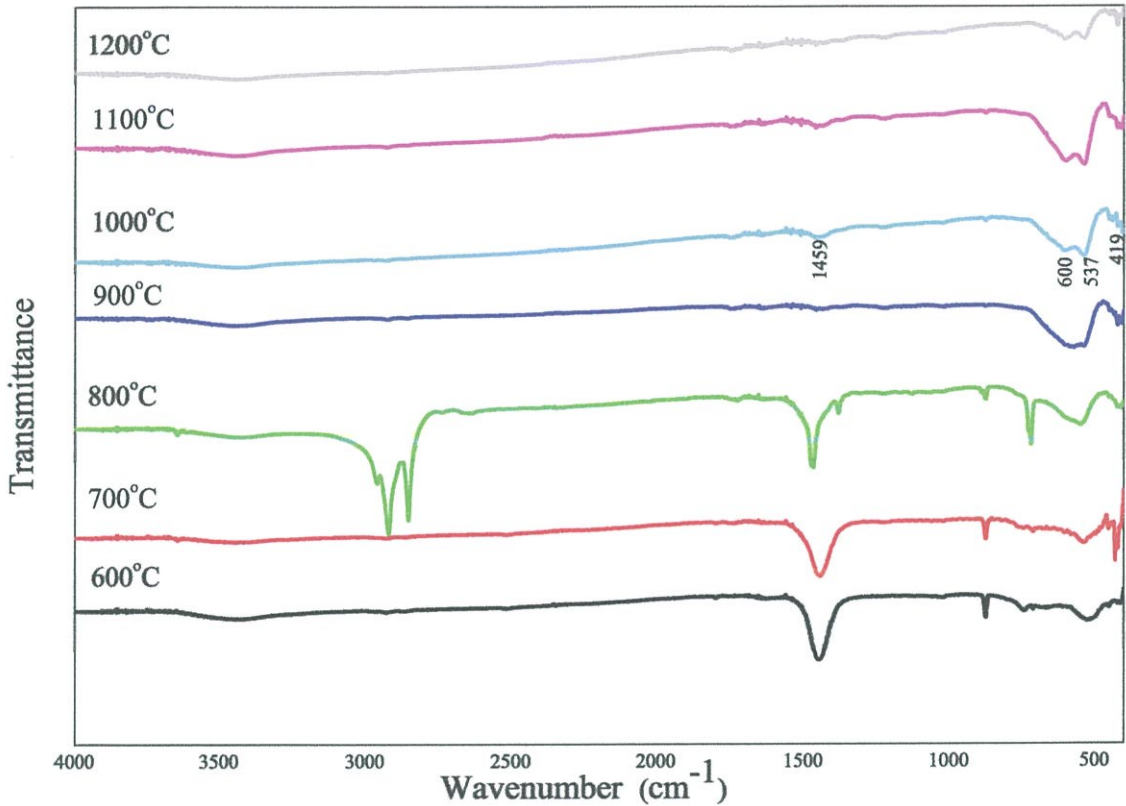
ตารางที่ 4.6 ความแตกต่างแลตทิซพารามิเตอร์ของ CaZrO_3

สารประกอบ	a (Å)	b (Å)	c (Å)
CaZrO_3	0.16%	0.10%	0.26%



รูปที่ 4.19 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaZrO_3 ที่ทำการเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

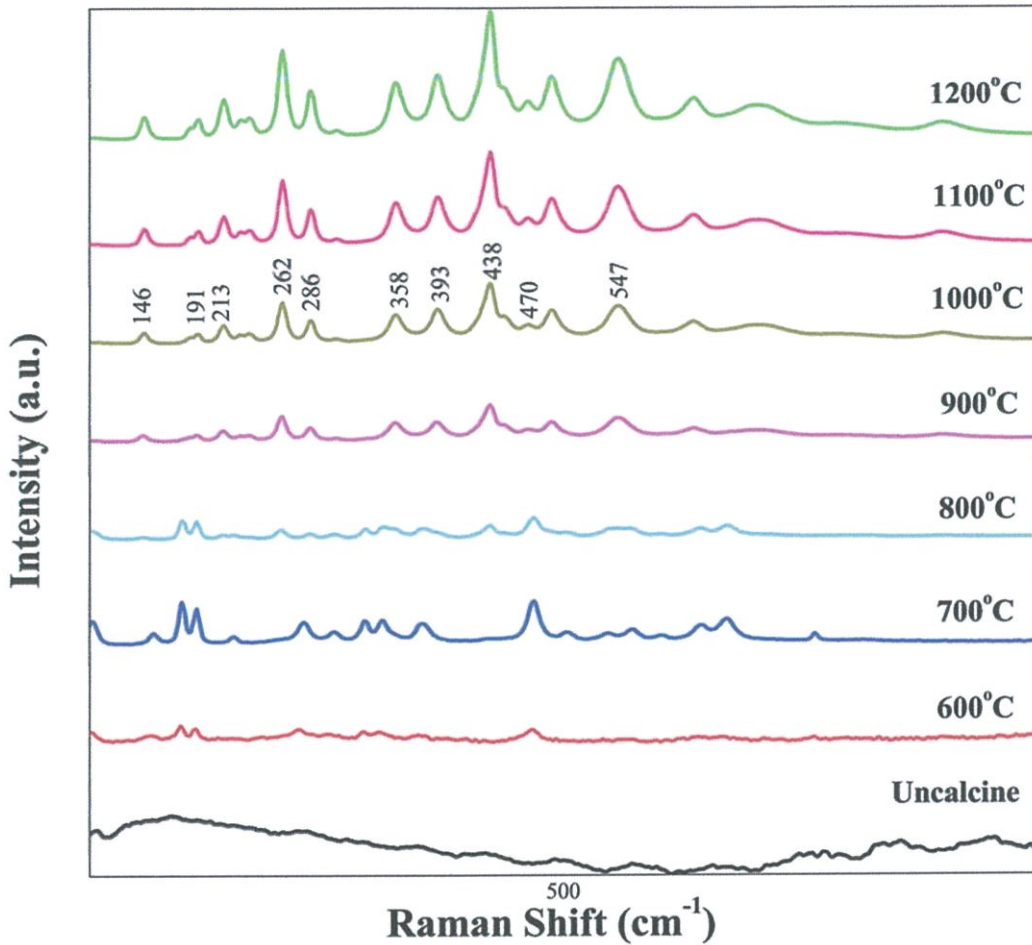
4.4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)



รูปที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaZrO₃ ที่เผาแคลไซน์ในช่วง อุณหภูมิ 600- 1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.20 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก CaZrO₃ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วง อุณหภูมิ 1000-1200 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นแถบพีคที่ 1459 cm⁻¹ เป็นการสั่นของ CO₃²⁻ แถบ พีคแหลมที่ 746 cm⁻¹ และ พีคที่มีลักษณะคล้ายหัวไหล่ที่ 600 cm⁻¹ กำหนดให้ Zr-O คือการสั่นของ t-ZrO₂ อย่างไรก็ตาม พีคที่มีความเข้มต่ำในช่วง 460-690 cm⁻¹ มีความสอดคล้องกับ m-ZrO₂ จะ ไม่ได้เกิด Dilution effect นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นการสั่นพันธะแบบดึง ยึดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H จะลดลง ซึ่งเป็นของ โมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่ หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3439 และ 1646 cm⁻¹ ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัย S.Jayakumar และคณะ [48]

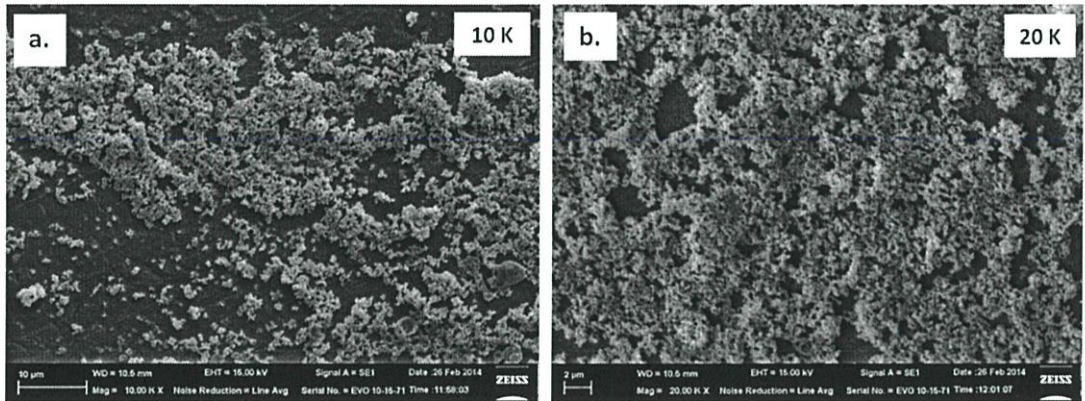
4.4.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี (Raman Spectroscopy)



รูปที่ 4.21 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaZrO_3 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.21 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปีของผงผลึก CaZrO_3 ที่เผาแคลไซน์ จะสังเกตเห็นการสั่นแบบคิงยัดที่ 547 และ 470 cm^{-1} ของ Zr-O พบการสั่นแบบบิดตัวที่เลขคลื่น 438, 390 และ 358 cm^{-1} พบการสั่นแบบงอที่ 286, 262 และ 213 cm^{-1} ของ Zr-O พบการสั่นของแลตทิซที่ 191 และ 146 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับผลงานวิจัยของ Martine Tarrida และคณะ [49] จะสังเกตได้ว่าเมื่อเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิที่ 900-1200 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความเข้มของพีคแต่ละตำแหน่งจะมีความเข้มเพิ่มขึ้น

4.4.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)

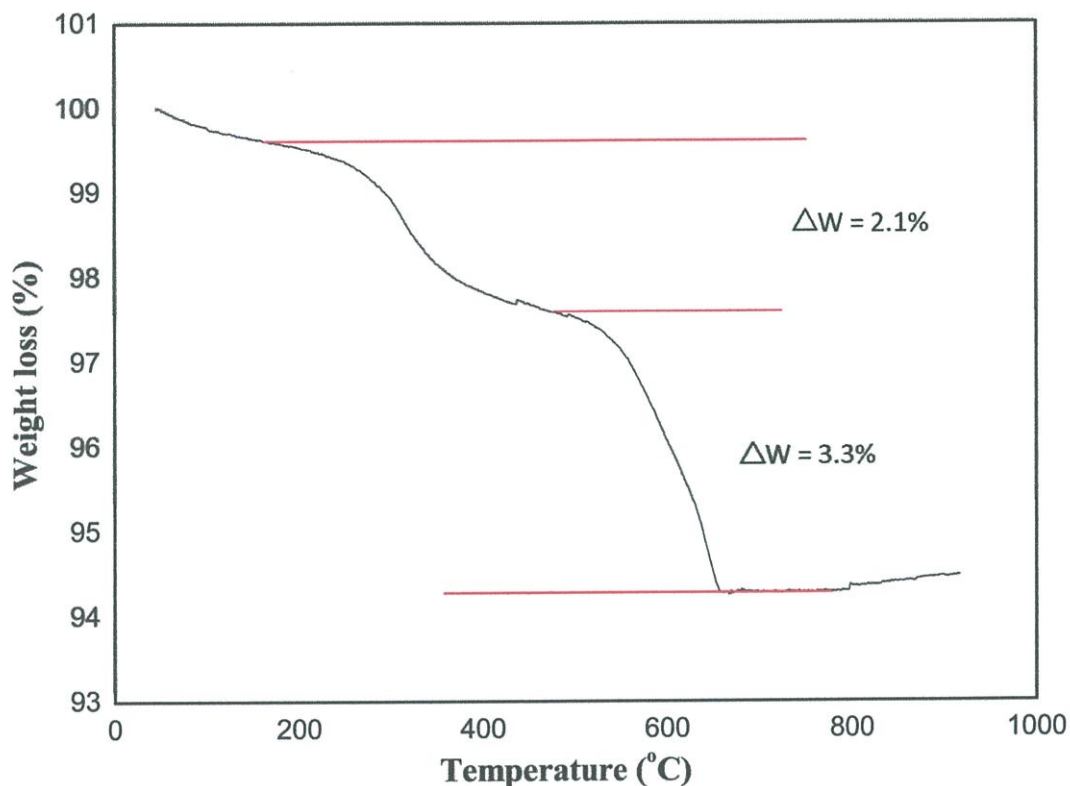


รูปที่ 4.22 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3) ที่กำลังขยาย a.) 10,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.22 แสดงสัณฐานวิทยาของ CaZrO_3 ที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นเม็ดเล็กๆ ซ้อนประสานกันจนเป็นแผ่นอยู่ทั่วบริเวณ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.52 \pm 0.01 \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.25 \pm 0.02 \mu\text{m}$

4.5 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)

4.5.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.23 การสลายตัวทางความร้อนของ CaWO_4

จากรูปที่ 4.23 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ CaWO_4 พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 150-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 2.1 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บดย่อย หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น และในช่วงอุณหภูมิประมาณ 550-700 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 3.3 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.5.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray diffraction ; XRD)

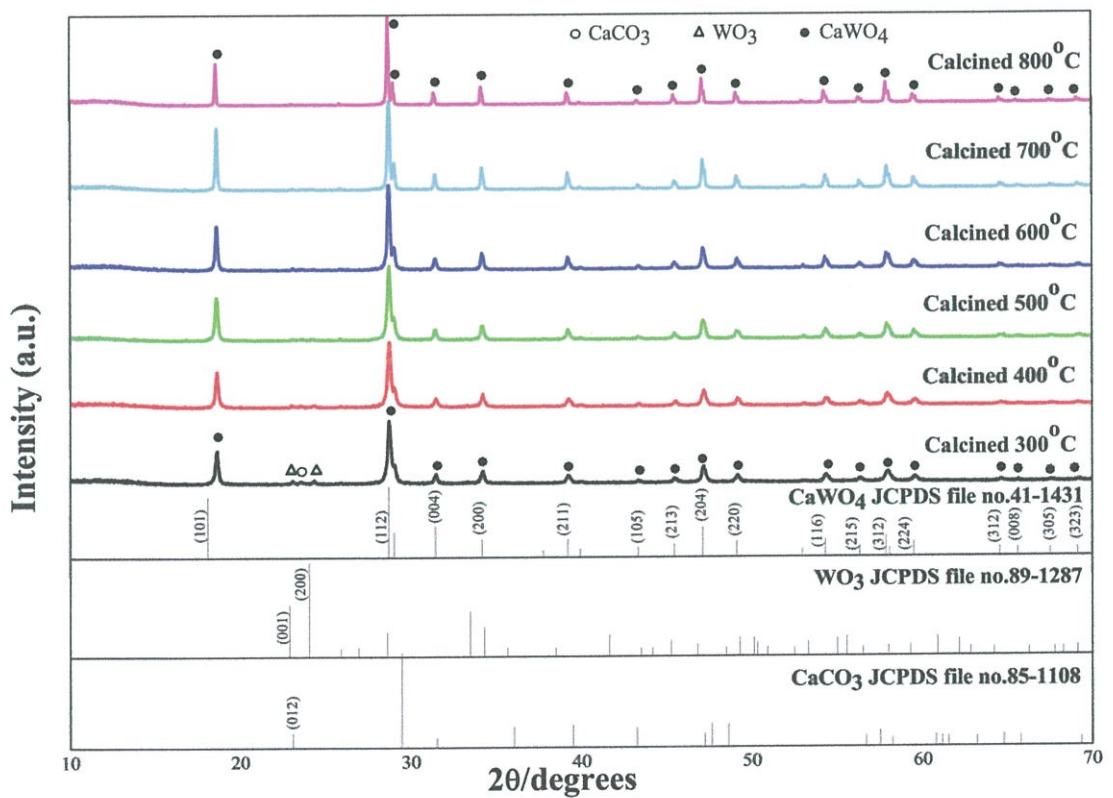
ในการสังเคราะห์ CaWO_4 ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ WO_3 ดังสมการ $\text{CaCO}_3 + \text{WO}_3 \rightarrow \text{CaWO}_4 + \text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 300-800 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ CaWO_4 พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสยังพบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ คือพบ CaCO_3 โดยมีความเข้มฟีกอยู่ที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 23.6 ขึ้นตรงกับ JCPDS (file No.85-1108) และ WO_3 พบที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 22.98 และ 24.36 ซึ่งเป็นฟีกที่ขึ้นตรงกับ JCPDS (file No.89-1287) และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นตั้งแต่ 400 องศาเซลเซียสขึ้นไป ฟีกของ CaCO_3 กับ WO_3 จะค่อยๆ ลดลงจนไม่ปรากฏให้เห็น และขณะเดียวกันก็จะเริ่มเกิดการฟอร์มเฟสบริสุทธิ์ของ CaWO_4 ขึ้นเช่นกัน และเกิดความเข้มฟีกตำแหน่ง 2θ ที่ 18.64 และ 28.72 ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าเป็นผลึกของ CaWO_4 ดังรูปที่ 4.24 เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaWO_4 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.41-1431) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ $a = 5.242 \text{ \AA}$ $c = 11.373 \text{ \AA}$ ในส่วนของ CaWO_4 ที่สังเคราะห์ได้คำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ได้ $a = 5.2414 \pm 0.0006 \text{ \AA}$ $c = 11.3791 \pm 0.0090 \text{ \AA}$ จึงสรุปได้ว่า สารที่ทำการสังเคราะห์นั้นเป็น CaWO_4 ที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล

ตารางที่ 4.7 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ CaWO_4

สารประกอบ	JCPDS No.	โครงสร้าง	a (Å)	c (Å)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (µm)
CaWO_4	PDF no 76-2401	เตตระโกนอล	5.242	11.373	-
	This study	เตตระโกนอล	5.2414 ± 0.0006	11.3791 ± 0.0090	1.90 ± 0.25

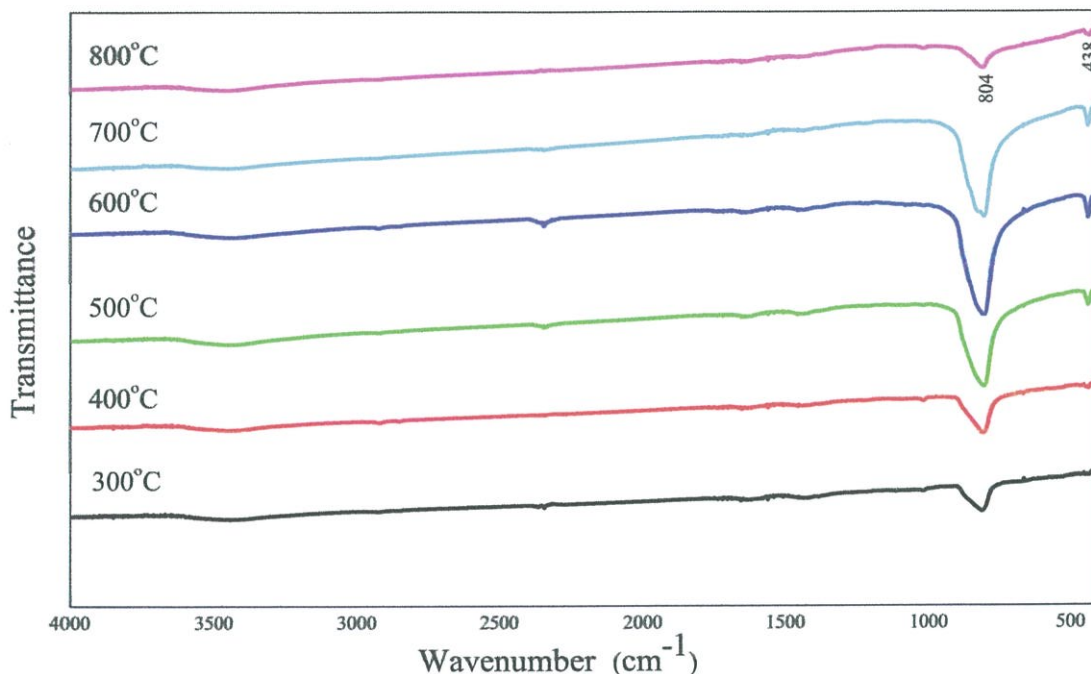
ตารางที่ 4.8 ความแตกต่างแลตทิซพารามิเตอร์ของ CaWO_4

สารประกอบ	a (Å)	c (Å)
CaWO_4	0.01%	0.05%



รูปที่ 4.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ CaWO_4 ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

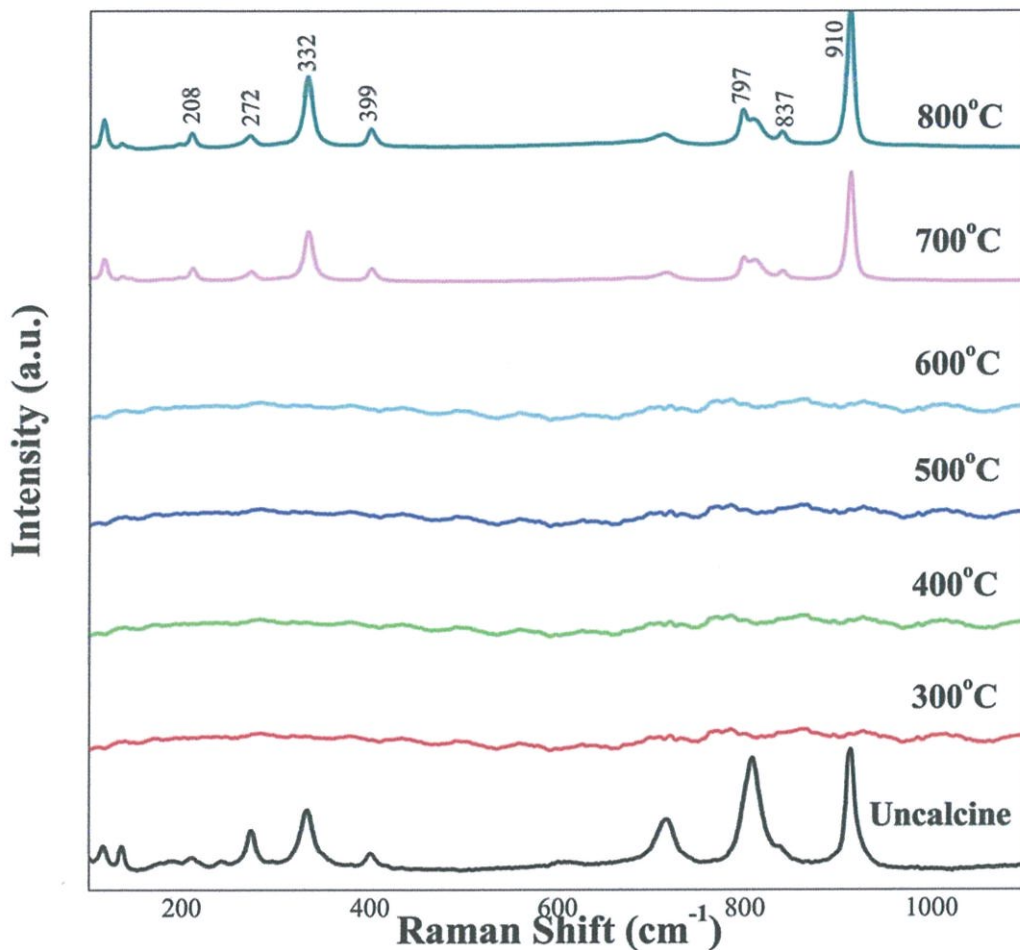
4.5.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)



รูปที่ 4.25 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก CaWO₄ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 300- 800 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.25 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก CaWO₄ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 300-800 องศาเซลเซียส พบว่าพีคที่มีการดูดกลืนอย่างเห็นได้ชัดที่ 438 cm⁻¹ กำหนดให้เป็นโหมดการสั่นของ F₂(V₄) ซึ่งหมายถึงการสั่นแบบดึงยืดของ W-O การสั่นแบบดึงยืดที่ไม่สมมาตรของ F₂(V₃) มาจาก W-O ใน [WO₄]²⁻ เตตระฮีดรอน สอดคล้องกับความเข้มของพีคกว้างที่ 804 cm⁻¹ นอกจากนี้แถบที่มีความเข้มสูงแล้ว ยังมี 2 แถบที่มีความเข้มต่ำมากๆ จะพบที่ 634 และ 444 cm⁻¹ ซึ่งสามารถนำมากำหนดการสั่นแบบดึงยืดที่ไม่สมมาตรของ W-O นี้ อาจจะมาจากการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิก่อนข้างสูง ซึ่งส่งผลให้ในโครงสร้างมีความเป็นผลึกสูงกับมีแถบที่ดีในการกำหนดพันธะ W-O การวิเคราะห์การสั่นยืนยันผล XRD สำหรับเฟสของ CaWO₄ ที่มีความบริสุทธิ์ได้ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย S. Vidya และคณะ [50] นอกจากนี้ยังพบการลดลงของพีคการสั่นพันธะแบบดึงยืดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของโมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3445 และ 1642 cm⁻¹ ตามลำดับ

4.5.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)

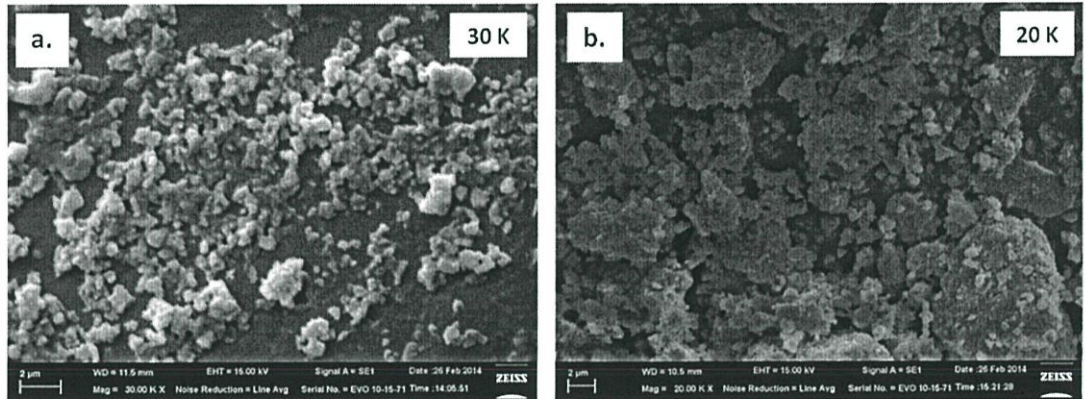


รูปที่ 4.26 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก CaWO_4 ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 300- 800 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.26 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปีของผงผลึก CaWO_4 ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 300-800 องศาเซลเซียสจะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นความเข้มของพีคการสั่นจะเพิ่มขึ้น พบโหมดการสั่นภายใน (Internal mode) $V_1(A_g)$, $V_2(E_g)$, $V_3(E_g)$ and $V_4(B_g)$ ที่ 910, 837, 797, 399, 332 and 272 cm^{-1} พบการหมุนแบบอิสระ (Free rotation) ที่ 208 cm^{-1} และพบโหมดการสั่นภายนอก (External mode) ที่ช่วง 97-137 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบแถบที่ 800 cm^{-1} ถูกแบ่งออกเป็นสองแถบความเข้มตรงกลางที่ 797 และ 778 cm^{-1} ซึ่งสามารถนำมารวมกับโหมดการ

สิ้นภายใน $V_3(F_2)$ จะเกิดภายในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$ ที่มีความสมมาตรแบบ T_d (Tetrahedral shape) สอดคล้องกับผลงานวิจัยของ S. Vidya และคณะ [50]

4.5.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)

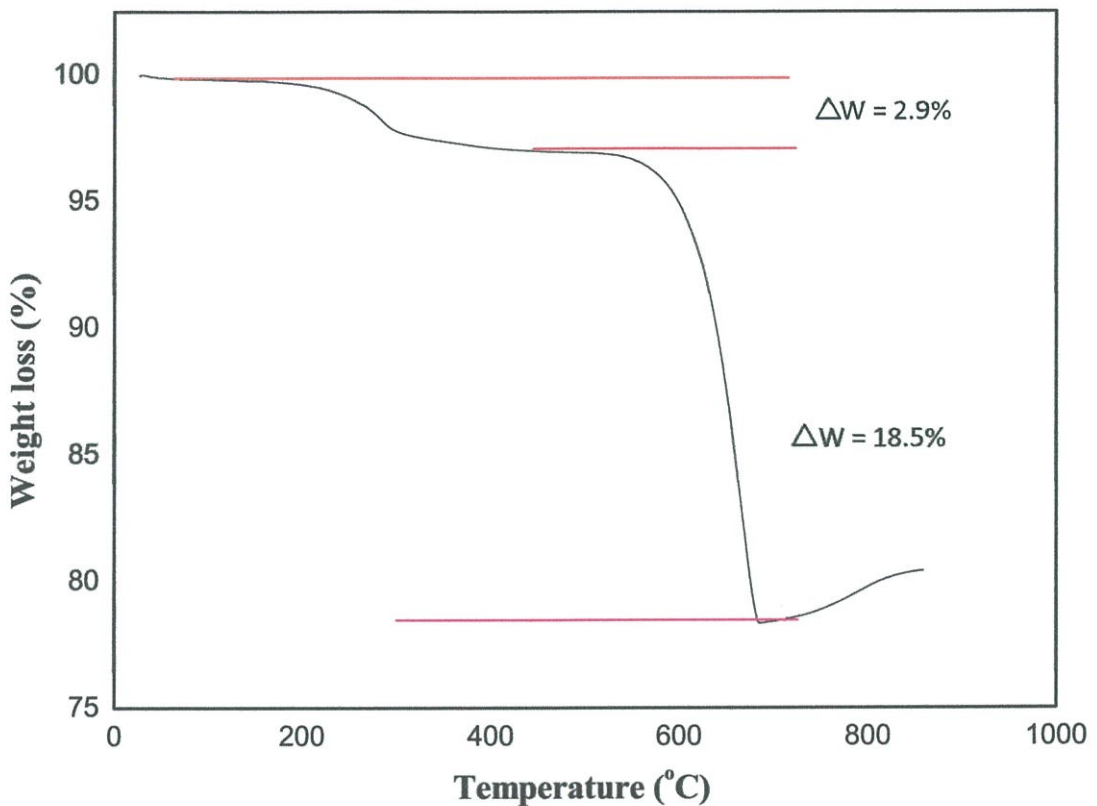


รูปที่ 4.27 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมทังสเตต ($CaWO_4$) ที่กำลังขยาย a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.27 แสดงสัณฐานวิทยาของ $CaWO_4$ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกัน โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า ลักษณะของอนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นก้อนกลมที่มีขนาดแตกต่างกันทั้งเล็กและใหญ่กระจายอยู่ทั่วพื้นผิว ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.72 \pm 0.06 \mu m$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า ลักษณะของอนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นก้อนขนาดใหญ่มีพื้นผิวขรุขระซ้อนทับกันทั่วบริเวณ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $3.08 \pm 0.44 \mu m$

4.6 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)

4.6.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



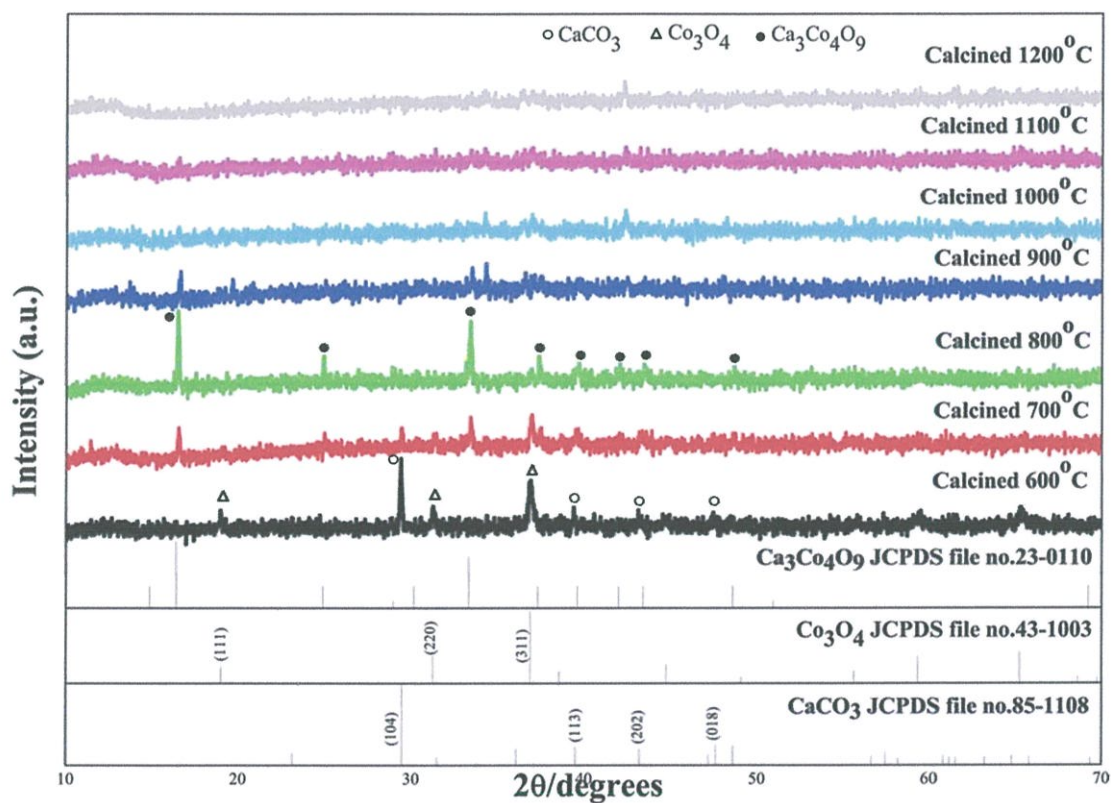
รูปที่ 4.28 การสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$

จากรูปที่ 4.28 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 100-500 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 2.9 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารประกอบอินทรีย์ต่าง ๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บ่อย หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น และในช่วงอุณหภูมิประมาณ 600-700 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 18.5 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของ CaCO_3

4.6.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

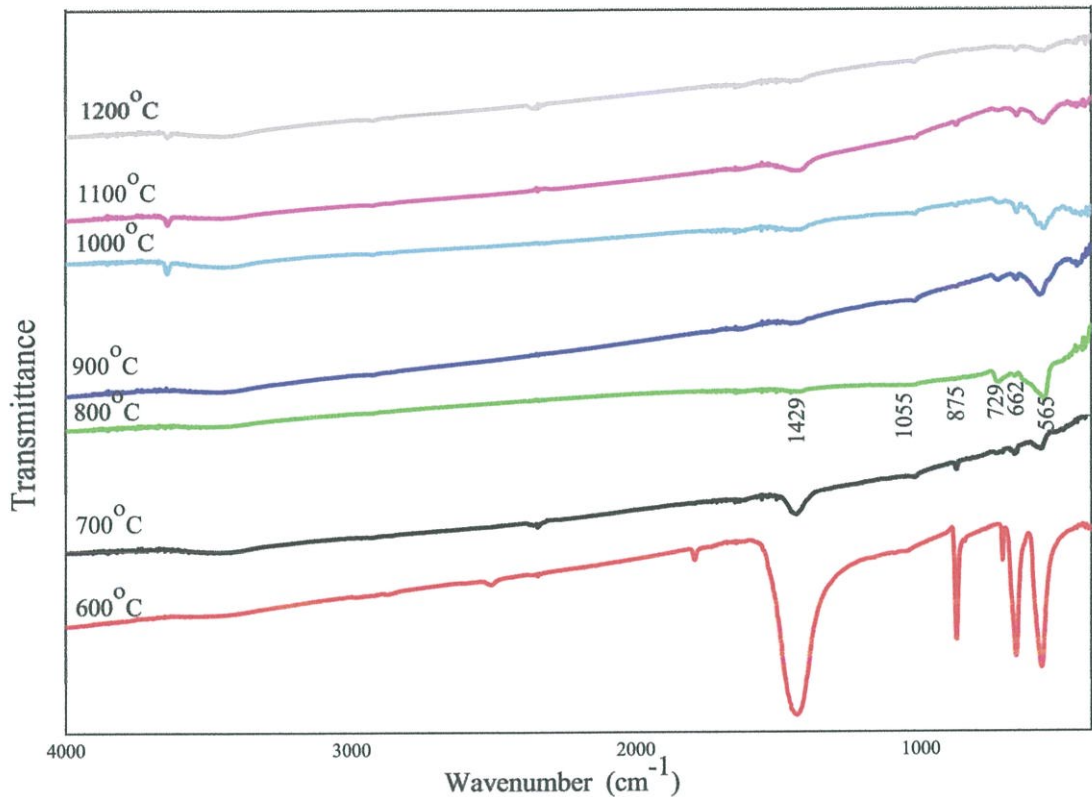
(X-ray diffraction ; XRD)

ในการสังเคราะห์ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ Ca_3O_4 ดังสมการ $9\text{CaCO}_3 + 4\text{Co}_3\text{O}_4 + \text{O}_2 \rightarrow 3\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9 + 9\text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 600-1200 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสยังพบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ คือ CaCO_3 ความเข้มพิกที่อยู่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 29.4 และ 39.38 ตรงกับ JCPDS (file No.85-1108) และ พบพิกของ Ca_3O_4 ที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 18.98 และ 36.88 ตรงกับ JCPDS (file No.43-1003) แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 700 องศาเซลเซียสความเข้มของพิก CaCO_3 กับ Ca_3O_4 จะลดลงและเริ่มเกิดผลึก ของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ อย่างสมบูรณ์ ซึ่งมีความเข้มพิกที่อยู่ตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 16.52 และ 33.4 ดังรูปที่ 4.29 เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.230110)



รูปที่ 4.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่ทำการเผาเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

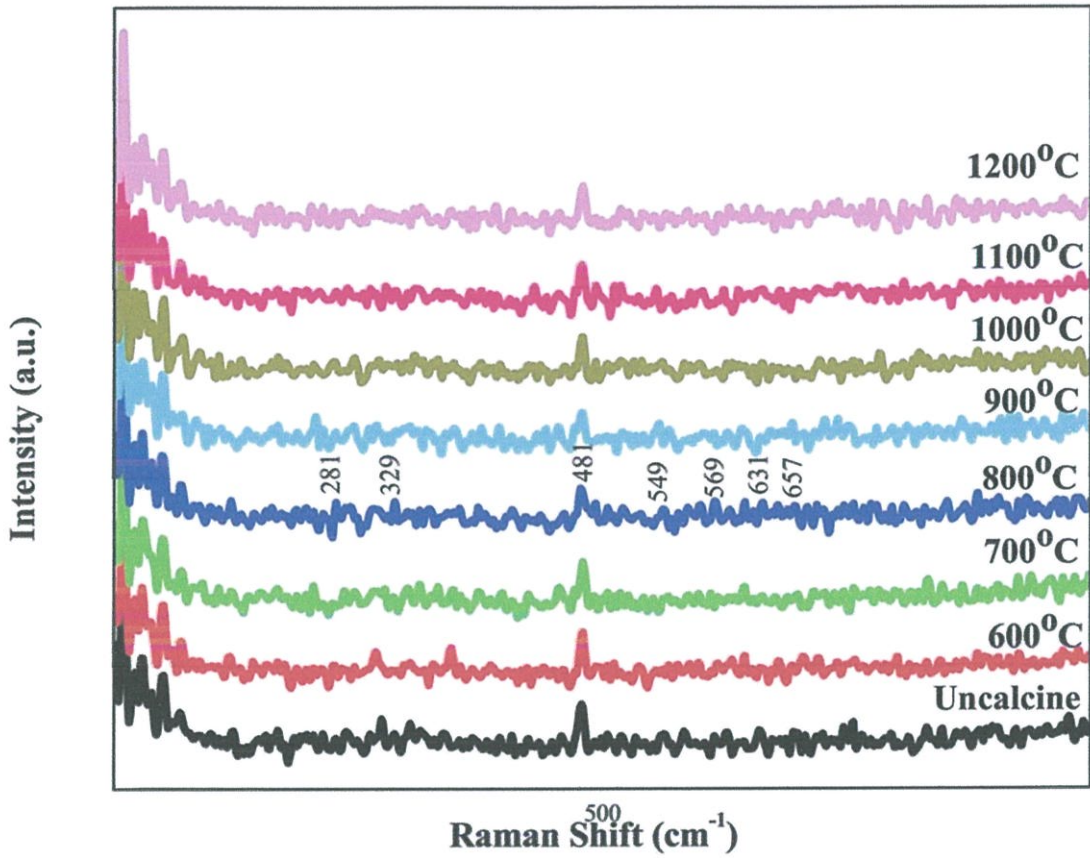
4.6.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)



รูปที่ 4.30 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_{10}$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วง อุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.30 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_{10}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะพบพีคที่ 1055 และ 875 cm^{-1} เป็นการสั่นของกลุ่มคาร์บอกซิติก และในแถบ ที่ 1429 และ 875 cm^{-1} คือพวกคาร์บอกซิเลตและคาร์บอนेट และพบพีคสองแถบปรากฏอยู่ที่ 662 และ 565 cm^{-1} เป็นการสั่นของกลุ่ม M-O และ Co-O ส่วนพีคที่เผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสขึ้นไป จะพบแถบใหม่ที่ 729 cm^{-1} ซึ่งเป็นโหมดการสั่นแบบดิ่งยึดของกลุ่ม Ca-O ใน $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_{10}$ และสอดคล้องกับ Yan Feng Zhang และคณะ [51] นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบดิ่ง ยึดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของ โมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลือ อยู่ทีเลขคลื่นประมาณ 3454 และ 1652 cm^{-1} ตามลำดับ

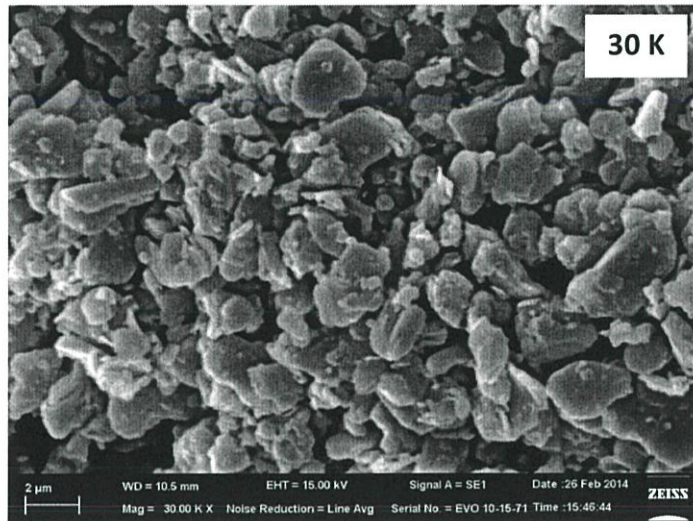
4.6.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)



รูปที่ 4.31 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.31 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปีของผงผลึก $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 600-1200 องศาเซลเซียส จะพบพีคของผงผลึกที่ 281, 329, 481, 549, 569, 631 และ 657 cm^{-1} ตามลำดับซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ M. An และคณะ [52]

4.6.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
(Scanning Electron Microscope ; SEM)

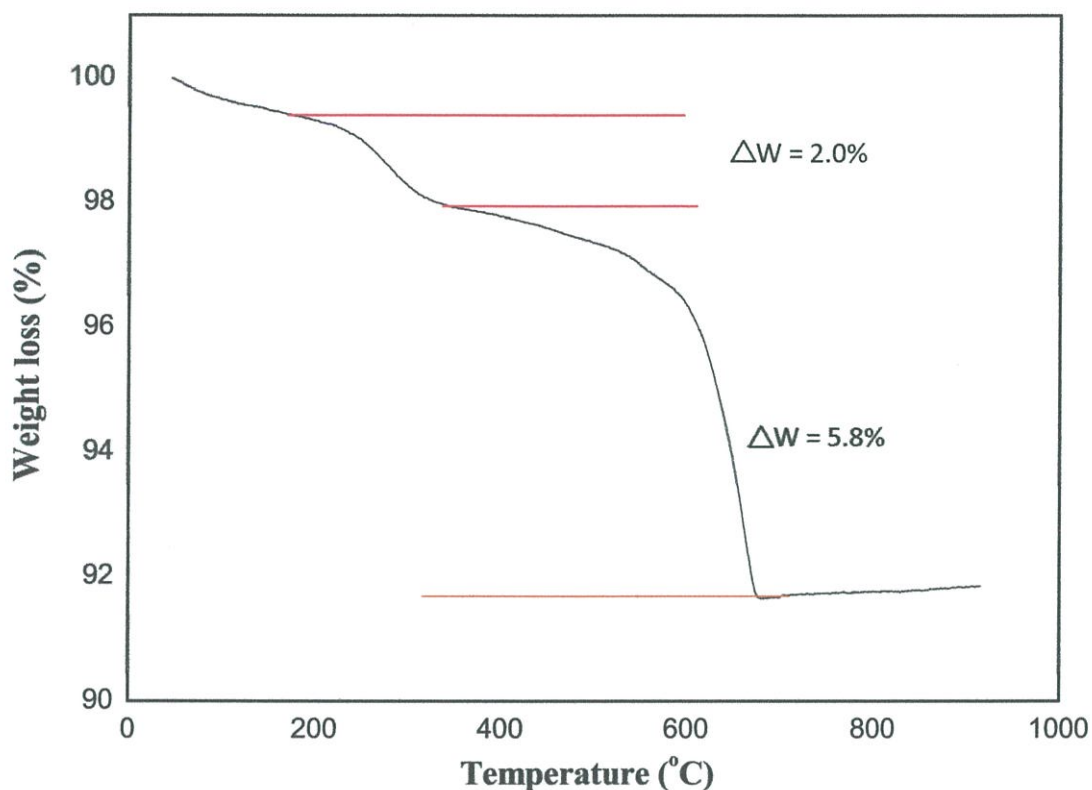


รูปที่ 4.32 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$)
ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

จากรูปที่ 4.32 แสดงสัณฐานวิทยาของ $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ใ้กำลังขยาย 30,000 เท่า ลักษณะของอนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นที่จับตัวกันเป็นก้อนที่มีขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันซ้อนทับกันทั่วบริเวณ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.3 \pm 0.18 \mu\text{m}$

4.7 ความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$)

4.7.1 การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนโดยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.33 การสลายตัวทางความร้อน $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$

จากรูปที่ 4.33 แสดงกราฟของการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ พบว่ามีช่วงอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วงอุณหภูมิ คืออุณหภูมิในช่วง 200-400 องศาเซลเซียส โดยมีการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ โดยสารอินทรีย์เหล่านี้มีที่มาจากหลายสาเหตุ เช่น เศษพลาสติกจากขวดที่ใช้บดย่อย หรือชิ้นส่วนถุงมือ เป็นต้น [53] และในช่วงอุณหภูมิประมาณ 500-800 องศาเซลเซียส พบการลดลงของน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 5.8 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนตที่สลายออกมาในรูปของ CaCO_3

4.7.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray diffraction ; XRD)

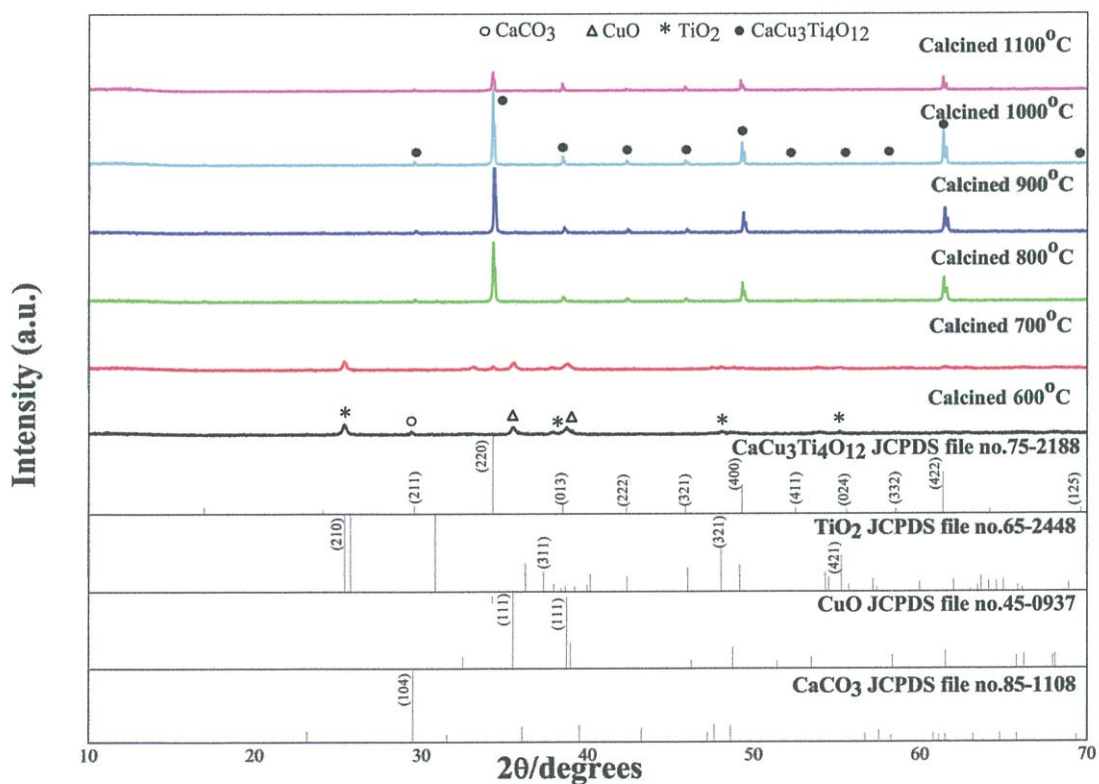
ในการสังเคราะห์ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ต้องนำ CaCO_3 จากเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาผสมกับ CuO และ TiO_2 ดังสมการ $\text{CaCO}_3 + 3\text{CuO} + 4\text{TiO}_2 \rightarrow \text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12} + \text{CO}_2$ แล้วนำไปเผาไล่อุณหภูมิตั้งแต่ 500-1200 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่จะเกิดเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ พบว่าผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสยังพบปริมาณของสารตั้งต้นเหลืออยู่ ได้แก่ CaCO_3 จะเกิดพีคที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 29.36 ตรงกับ JCPDS (file No.85-1108) CuO จะเกิดพีคที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 35.5 ตรงกับ JCPDS (file No.45-0937) และ TiO_2 จะเกิดพีคที่ตำแหน่งของค่า 2θ ที่ 25.32 ตรงกับ JCPDS (file No.65-2448) แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเฟสของสารตั้งต้นก็จะลดลงจนไม่เห็นและเริ่มเกิดผลึกของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ จนอุณหภูมิสูงขึ้นถึง 900 องศาเซลเซียสความเข้มของพีค CaCO_3 , CuO และ TiO_2 จะลดลงจนไม่ปรากฏพีค และเกิดการฟอร์มเฟสบริสุทธิ์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ เกิดขึ้นซึ่งดูได้จากพีคที่ตำแหน่งของค่า 2θ เป็น 34.28 49.26 และ 61.4 สามารถยืนยันว่าเป็นผลึกของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ดังรูปที่ 4.34 เมื่อนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS พบว่ามีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.75-2188) ซึ่งมีโครงสร้างแบบคิวบิก (cubic) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ $a = 7.391 \text{ \AA}$ เมื่อนำ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่สังเคราะห์ได้มาคำนวณค่าแลตทิซ พารามิเตอร์จะได้ค่า $a = 7.3913 \pm 0.0015 \text{ \AA}$ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับฐานข้อมูลมาตรฐานมาก จึงสรุปได้ว่าเป็น $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ โครงสร้างแบบคิวบิก

ตารางที่ 4.9 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$

สารประกอบ	JCPDS No.	โครงสร้าง	a (Å)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
$\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	PDF no 75-2188	คิวบิก	7.391	-
	This study	คิวบิก	7.3913 ± 0.0015	1.22 ± 0.23

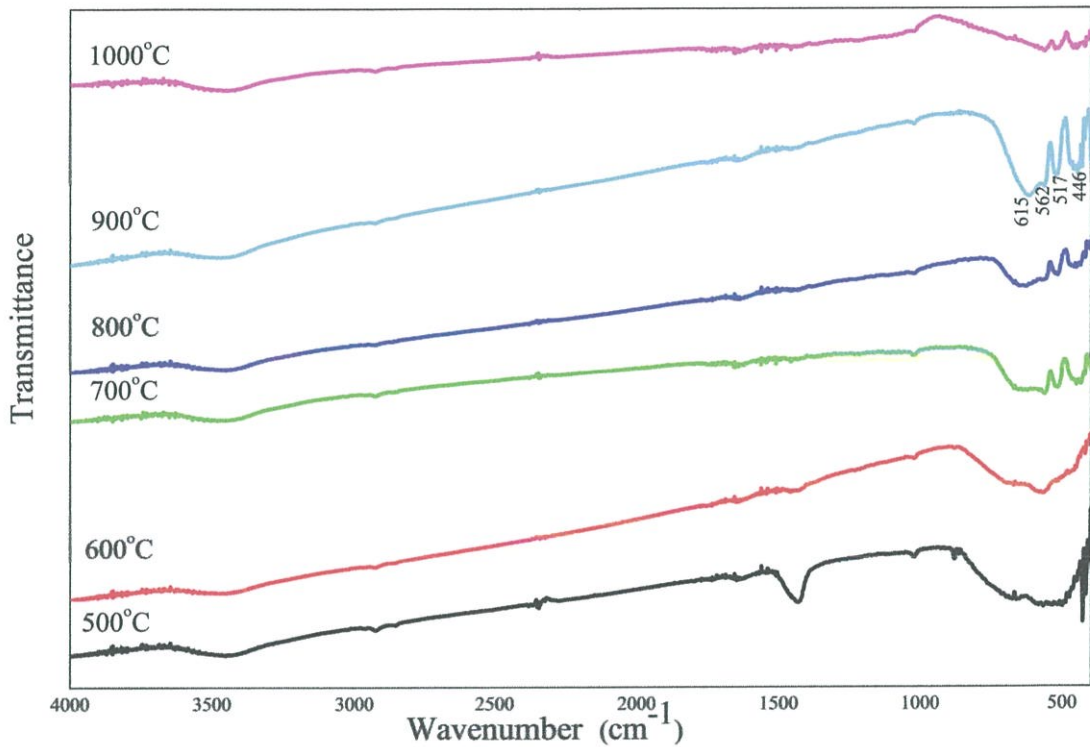
ตารางที่ 4.10 ความแตกต่างแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$

สารประกอบ	a (Å)
$\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	0.00%



รูปที่ 4.34 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆกันเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

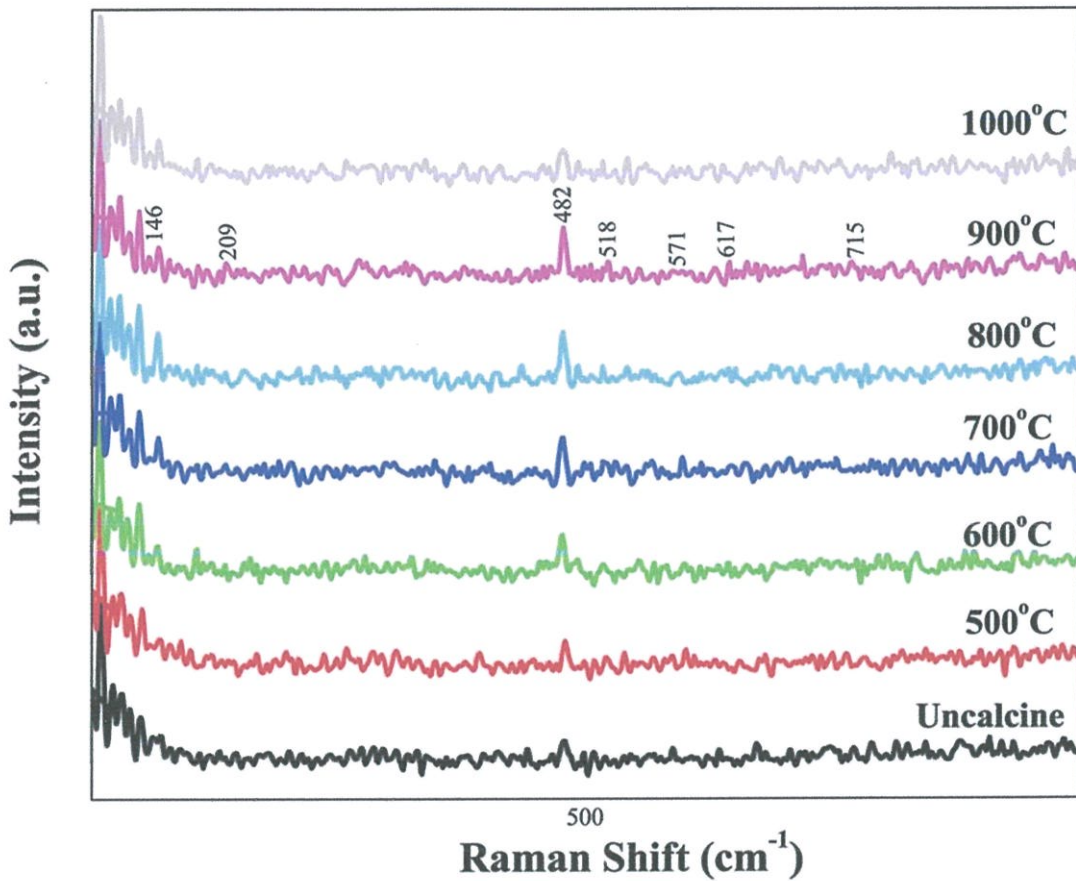
4.7.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR)



รูปที่ 4.35 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.35 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์จะพบว่า อุณหภูมิ 500-600 องศาเซลเซียสยังไม่พบพีคที่ 562, 516 และ 446 cm^{-1} ส่วนแถบพลังงานที่ถูกกำหนดคือ $\nu_{\text{Ti-O}} = 653-550 \text{ cm}^{-1}$ และ $\nu_{\text{Ti-O-Ti}} = 495-436 \text{ cm}^{-1}$ เมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700-900 องศาเซลเซียส จะพบพีคที่ 562, 517 และ 446 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับ A.F.L. Almeida และคณะ [54] และเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสพบว่าความเข้มของพีคที่เกิดขึ้นนั้นลดลง นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบคิงยัดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H ซึ่งเป็นของโมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1642 cm^{-1} ตามลำดับ

4.7.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปี (Raman Spectroscopy)



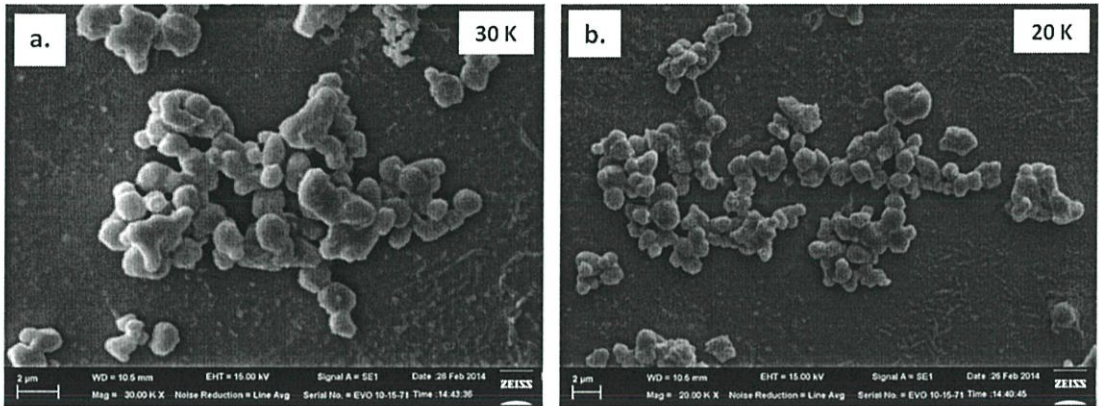
รูปที่ 4.36 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-Raman ของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ ในช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.36 แสดงผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรสโกปีของผงผลึก $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 500-1000 องศาเซลเซียส โดยจะมี 3 พีคหลักที่เห็นได้อย่างชัดเจนคือ 482, 518 และ 571 cm^{-1} ซึ่งทำให้ง่ายต่อการระบุ คุณสมบัติของสเปกตรัมรามานของผลึกแคลเซียมคอปเปอร์ไททานเตจะพบพีคกระจายอยู่ที่ 482, 518 และ 571 cm^{-1}

จากบทความที่เขียนไว้ [55] ทุกโหมดที่เกี่ยวกับ TiO แสดงในแถบความเข้มที่ 715, 617, 518, 209 และ 146 cm^{-1} ซึ่งตรงกับรามานที่พบในโหมดปกติ คือ $A_{1g}, 2B_{1g}, 3E_g$ ของกลุ่มในที่ว่า D_{4h} ¹⁹ โหมด 617, 209 และ 146 cm^{-1} ของผงผลึกสามารถเคลื่อนโหมดในเฟสได้ เพราะปรากฏ

เฟส CaTiO_3 , CuO , Cu_2O และ TiO_2 สอดคล้องกับผลงานวิจัยของ A.F.L. Almeida และคณะ [54] แสดงให้เห็นว่าผลที่ได้นั้นสอดคล้องกับผลที่ได้จาก XRD และ FTIR

4.7.5 การตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)



รูปที่ 4.37 สัณฐานวิทยาของแคลเซียมคอปเปอร์ไททานेट ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$) ที่กำลังขยาย
a.) 30,000 เท่า และ b.) 20,000 เท่า

จากรูปที่ 4.37 แสดงสัณฐานวิทยาของ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่มีลักษณะของอนุภาคเป็นทรงกลมจับตัวกันแน่น กระจายอยู่เป็นกลุ่มๆ ซึ่งทั้ง 2 ภาพมีความแตกต่างกันที่กำลังขยาย โดยภาพ a.) ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.29 \pm 0.28 \mu\text{m}$ และภาพ b.) ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.14 \pm 0.17 \mu\text{m}$

ตารางที่ 4.6 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ และ CaZrO_3

	CaNb_2O_6		$\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$		CaZrO_3	
	เปลือกไข่	ทางการค้า	เปลือกไข่	ทางการค้า	เปลือกไข่	ทางการค้า
โครงสร้าง	ออโรรมบิก	ออโรรมบิก	โมนอคลินิก	โมนอคลินิก	ออโรรมบิก	ออโรรมบิก
แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)	a=15.2047±0.8133 b=5.7503±0.0252 c=5.2304±0.0462	a = 14.92 b = 5.752 c = 5.34	a=10.5870 b=6.1497 c=16.0678	a = 9.816 b = 5.538 c = 14.115	a=5.5823 ± 0.0076 b=8.0253±0.0462 c=5.7463±0.0266	a = 5.591 b = 8.017 c = 5.761
ปริมาตรของหน่วย เซลล์ (Å ³)	457.3022	458.2779	1046.1242	767.3056	257.4321	258.2256
อุณหภูมิแคลไซน์	1000°C /R10/4h	1250°C/2h	1000°C/R10/4h	1000°C	1000°C/R10/4h	1350°C/4h
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย	1.34 ±0.26 μm	-	1.37 ±0.17 μm	-	0.39 ±0.02 μm	-

ตารางที่ 4.7 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$

	CaWO_4		$\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$		$\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$	
	เปลือกไข่	ทางการค้า	เปลือกไข่	ทางการค้า	เปลือกไข่	ทางการค้า
โครงสร้าง	เตตระโกนอล	เตตระโกนอล	-	-	คิวบิก	คิวบิก
แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)	a=5.2414±0.0006 c=11.3791±0.0090	a = 5.242 c = 11.373	-	-	a=7.3913±0.0015	a = 7.391
ปริมาตรของหน่วย เซลล์ (Å ³)	312.6098	312.5137	-	-	403.7964	403.7472
อุณหภูมิแคลไซน์	800°C/R10/4h	950°C/10h	800°C/R10/4h	900°C/4h	900°C/R10/4h	1000°C/6h
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย	1.90 ±0.25 μm	-	1.3±0.18 μm	-	1.22 ±0.23 μm	-

ตารางที่ 4.8 ตารางเปรียบเทียบสารประกอบ CaCO_3

	CaCO_3	
	เปลือกไข่	ทางการค้า
ความบริสุทธิ์	96.5%	99.0%
โครงสร้าง	รวม โปไซด์รต์	รวม โปไซด์รต์
แลตทิซพารามิเตอร์ (Å)	a = 4.9937±1.9582 c = 17.2142±2.8101	a = 4.989 c = 17.061
ราคา	56 บาท/kg	9,750 บาท/kg

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบ คือ CaNb_2O_6 , $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$, CaZrO_3 , CaWO_4 , $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$, และ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) โดยการเปลี่ยนแปลงสถานะของอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา สามารถสรุปผลได้ดังนี้

5.1.1 แคลเซียมไนโอเบต (CaNb_2O_6)

1. จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า
 - 1.1 สามารถสังเคราะห์ผลึก CaNb_2O_6 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ที่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ มีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaNb_2O_6 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.71-2406) ซึ่งมีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก และมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 15.2047 \pm 0.8133 \text{ \AA}$ $b = 5.7503 \pm 0.0252 \text{ \AA}$ $c = 5.2304 \pm 0.0462 \text{ \AA}$
2. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ พบว่า
 - 2.1 ความเข้มของพีกอยู่ในช่วงที่ $900\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งในแถบที่ 864 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_1(B_{2u})$ และที่ 748 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_2(B_{2u})$ ความเข้มของแถบที่ 598 cm^{-1} เกิดจากการทับซ้อนกันของโหมด v_3 เป็นการสั่นสะเทือนแบบ B_{1u} , B_{2u} และ B_{3u} ที่สมมาตรกัน ส่วนโหมด $V_4(B_{1u})$ และ $V_{4u}(B_{3u})$ จะสังเกตเห็นในความเข้มของพีกที่ 495 cm^{-1} และในแถบที่ 799 cm^{-1} อาจเกิดจากการรวมกันของ $V_3(B_{1u}) + V_7(B_{1u})$ นอกจากนี้ยังพบการสั่นพ้องแบบดัดงอและพบการสั่นพ้อง

แบบงของ O-H อยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1646 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่

3. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า
 - 3.1 การสั่นแบบดิ่งยัดของ Nb-O จะเกิดขึ้นในช่วง 700-500 cm^{-1} และช่วงที่ต่ำกว่า 500 cm^{-1} ที่ความเข้มพีก 627 cm^{-1} จะเป็นการสั่นแบบสมมาตร V_2 ของ A_g , B_{1g} , B_{2g} และ B_{3g} การสั่นแบบงของ O-Nb-O จะเกิดขึ้นในช่วง 450-100 cm^{-1} และการสั่นแบบดิ่งยัดของ Ca-O เป็นการสั่นที่เกี่ยวกับพันธะแบบลูกโซ่และพันธะ Nb-Nb ที่เกิดต่อกันจะมีเลขคลื่นต่ำกว่าช่วง 450-100 cm^{-1}
4. จากผลการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า
 - 4.1 การสังเคราะห์ CaNb_2O_6 ที่เตรียมโดยการเคาะสารลงบนคาร์บอน เทป ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ย $1.02 \pm 0.16 \mu\text{m}$
 - 4.2 การสังเคราะห์ CaNb_2O_6 ที่เตรียมโดยการเคาะสารลงบนคาร์บอน เทป ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.66 \pm 0.35 \mu\text{m}$

5.1.2 แคลเซียมไนโอเบต ($\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$)

1. จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า
 - 1.1 สามารถสังเคราะห์ผลึก $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ที่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ มีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.49-0911) ซึ่งมีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก และมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 10.5870 \text{ \AA}$ $b = 6.1497 \text{ \AA}$ $c = 16.0678 \text{ \AA}$
2. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์ พบว่า
 - 2.1 ความเข้มของพีกอยู่ในช่วงที่ 900-400 cm^{-1} ซึ่งในแถบที่ 864 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_1(B_{2u})$ และที่ 796 cm^{-1} เป็นการสั่นของโหมด $V_2(B_{2u})$ ความเข้มของแถบที่ 630 cm^{-1} เกิดจากการทับซ้อนกันของโหมด V_3 เป็นการสั่นสะเทือนแบบ B_{1u} ,

B_{2u} และ B_{3u} ที่สมมาตรกัน ส่วนโหมด $V_4(B_{1u})$ และ $V_{4u}(B_{3u})$ จะสังเกตเห็นในความเข้มของพีคที่ 527 cm^{-1} และในแถบที่ 796 cm^{-1} อาจเกิดจากการรวมกันของ $V_3(B_{1u})+V_7(B_{1u})$ นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบดิ่งยึดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H อยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1646 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่

3. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า
 - 3.1 การสั่นแบบดิ่งยึดของ Nb-O จะเกิดขึ้นที่ช่วง $700-500\text{ cm}^{-1}$ และช่วงที่ต่ำกว่า 500 cm^{-1} โหมดการสั่นแบบสมมาตร V_2 ของ A_g, B_{1g}, B_{2g} และ B_{3g} จะสังเกตพบแถบความเข้มกว้างยื่นออกมาที่ $560-630\text{ cm}^{-1}$ เกิดเป็นพีคที่ 598 cm^{-1} ส่วนแถบความเข้มที่ 520 cm^{-1} อาจเกิดการรวมกัน เช่น $V_6(A_g)+V_7(A_g)$ หรือ $V_6(B_{2g})+V_7(B_{2g})$ การสั่นแบบงอของ O-Nb-O จะเกิดขึ้นที่ช่วง $450-100\text{ cm}^{-1}$ การสั่นแบบดิ่งยึดของ Ca-O การสั่นที่เกี่ยวกับพันธะแบบลูกโซ่และพันธะ Nb-Nb ที่เกิดต่อกันจะมีเลขคลื่นต่ำกว่าช่วง $450-100\text{ cm}^{-1}$
4. จากผลการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า
 - 4.1 การสังเคราะห์ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เตรียมโดยวิธีการวบบนฮอตเพลท ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.29\pm 0.14\ \mu\text{m}$
 - 4.2 การสังเคราะห์ $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$ ที่เตรียมโดยวิธีการวบบนฮอตเพลท ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ประมาณ $1.44\pm 0.20\ \mu\text{m}$

5.1.3 แคลเซียมเซอร์โคเนต (CaZrO_3)

1. จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
 - 1.1 สามารถสังเคราะห์ผงผลึก CaZrO_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ที่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ มีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaZrO_3 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.76-2401) ซึ่งมีโครงสร้างแบบอโรโรรมบิก และมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ $a=5.5823\pm 0.0076\ \text{\AA}$ $b=8.0253\pm 0.0462\ \text{\AA}$ $c=5.7463\pm 0.0266\ \text{\AA}$

2. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์ พบว่า
 - 2.1 การสั่นที่เลขคลื่น 1459 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ CO_3^{2-} และที่เลขคลื่น 746 cm^{-1} จะพบพีกแหลม ส่วนที่เลขคลื่น 600 cm^{-1} จะเห็นพีกที่มี ลักษณะคล้ายหัวไหล่ และที่ความเข้มต่ำในช่วง $460\text{-}690\text{ cm}^{-1}$ เป็นการสั่นของ $m\text{-ZrO}_2$ นอกจากนี้ยังพบการสั่นพันธะแบบดิ่งยึดและพบการสั่นพันธะแบบงอของ O-H อยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3439 และ 1646 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่
3. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า
 - 3.1 การสั่นที่เลขคลื่น 547 และ 470 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบดิ่งยึดของ Zr-O ส่วนการสั่นที่เลขคลื่น $438,390$ และ 358 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบบิดตัวของ Zr-O การสั่นที่เลขคลื่น $286,262$ และ 213 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอของ Zr-O และการสั่นที่เลขคลื่น 191 และ 146 cm^{-1} เป็นการสั่นของแลตทิซ
4. จากผลการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า
 - 4.1 การสังเคราะห์ CaZrO_3 ที่เตรียมโดยการวบบนฮอตเพลท ใช้กำลังขยาย $10,000$ เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.52\pm 0.01\text{ }\mu\text{m}$
 - 4.2 การสังเคราะห์ CaZrO_3 ที่เตรียมโดยการวบบนฮอตเพลท ใช้กำลังขยาย $20,000$ เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.25\pm 0.02\text{ }\mu\text{m}$

5.1.4 แคลเซียมทังสเตต (CaWO_4)

1. จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า
 - 1.1 สามารถสังเคราะห์ผลึก CaWO_4 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ได้ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ มีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง CaWO_4 ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.41-1431) ซึ่งมีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลและมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 5.2414\pm 0.0006\text{ \AA}$ $c = 11.3791\pm 0.0090\text{ \AA}$

2. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์ พบว่า

2.1 สังเกตเห็นพีกที่มีการดูดกลืนอย่างชัดเจนได้ที่ 438 cm^{-1} ซึ่งเป็นโหมดการสั่นของ $F_2(V_4)$ คือ การสั่นแบบดึงยืดของ W-O และเห็นพีกกว้างที่ 804 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบดึงยืดที่ไม่สมมาตรของ $F_2(V_3)$ ที่มาจาก W-O ใน $[WO_4]^{2-}$ เตตระฮีดรอน นอกจากนี้ยังพบพีกที่ความเข้มต่ำมากๆที่ 634 cm^{-1} และ 444 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบดึงยืดที่ไม่สมมาตรของ W-O ซึ่งอาจจะมาจากการเผาไหม้ที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิค่อนข้างสูง

3. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า

3.1 สังเกตเห็นพีกการสั่นเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น โดยพบโหมดการสั่นภายในที่ $910, 837, 797, 399, 332$ และ 272 cm^{-1} พบการหมุนแบบอิสระที่ 208 cm^{-1} และพบโหมดการสั่นภายนอกในช่วง $97-137\text{ cm}^{-1}$ นอกจากนี้ยังพบแถบที่ 800 cm^{-1} ถูกแบ่งออกเป็นสองแถบความเข้มตรงกลางที่ 797 และ 778 cm^{-1} ซึ่งสามารถนำมารวมกับโหมดการสั่นภายใน $V_3(F_2)$ จะเกิดภายในโมเลกุล $[WO_4]^{2-}$

4. จากผลการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า

4.1 การสังเคราะห์ $CaWO_4$ ที่เตรียมโดยการรวบบนสอตเพลท ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $0.72 \pm 0.06\ \mu\text{m}$

4.2 การสังเคราะห์ $CaWO_4$ ที่เตรียมโดยการเคาะสารลงบนคาร์บอน เทป ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $3.08 \pm 0.44\ \mu\text{m}$

5.1.5 แคลเซียมโคบอลต์ออกไซด์ ($Ca_3Co_4O_9$)

1. จากผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า

1.1 สามารถสังเคราะห์ผงผลึก $Ca_3Co_4O_9$ ด้วยวิธีปฏิบัติวิธานสถานะของแข็ง ได้ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่ทำให้เกิดเฟสบริสุทธิ์ มีความสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง $Ca_3Co_4O_9$ ที่เป็นฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (file No.23-0110)

สัณฐานแบบดิ่งยึดและพบการสัณฐานแบบงอของ O-H อยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 3450 และ 1642 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่

3. จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโดยเครื่องรามานสเปกโตรสโกปี พบว่า
 - 3.1 จะพบพีคหลักที่เห็นได้อย่างชัดเจน 3 พีค คือ 482, 518 และ 571 cm^{-1} โดยตำแหน่งรามานที่ 482 และ 518 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับ Ag symmetry (TiO_6) และที่ 571 cm^{-1} เป็น Fg symmetry (O-Ti-O) ซึ่งที่โหมดที่เกี่ยวกับ TiO จะพบความเข้มของพีคที่ 715, 617, 518, 209 และ 146 cm^{-1}
4. จากผลการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า
 - 4.1 การสังเคราะห์ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมโดยวิธีการวบบนสอดเพลท ใช้กำลังขยาย 30,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.29 \pm 0.28 \mu\text{m}$
 - 4.2 การสังเคราะห์ $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมโดยวิธีการวบบนสอดเพลท ใช้กำลังขยาย 20,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ $1.14 \pm 0.17 \mu\text{m}$

จากการสังเคราะห์แคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ที่ทำการเตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง โดยการเตรียมเปลือกไข่เริ่มตั้งแต่การเก็บเปลือกไข่มาล้างทำความสะอาดด้วยผงซักฟอก แล้วล้างด้วยน้ำเปล่าและเอทานอลจนสะอาด นำมาอบให้แห้งและทำการบดย่อยเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อลดขนาด และเมื่อนำไปตรวจสอบสมบัติทางความร้อน พบว่าผลที่ได้จากการทดลองมีการสลายตัวในช่วงเดียวกับแคลเซียมคาร์บอเนตทางการค้าที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน และเมื่อตรวจสอบโครงสร้างโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าพีคที่เกิดขึ้นตรงกับตำแหน่งของแคลเซียมคาร์บอเนต JCPDS (No.85-1108) ที่เป็นโครงสร้างผลึกแบบรอมโบฮีดรอลจึงสามารถยืนยันได้ว่าสารที่เตรียมได้นั้นเป็นแคลเซียมคาร์บอเนตที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์ที่มีแคลเซียมเป็นองค์ประกอบหลักทั้ง 6 ระบบได้ ซึ่งสามารถช่วยลดต้นทุนในการผลิตเซรามิกอิเล็กทรอนิกส์และเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับขยะเปลือกไข่ได้มากกว่าที่จะนำไปทำเป็นปุ๋ย หรือพอกอาหารสัตว์ และจากการประเมินราคาของ CaCO_3 ที่ได้จากเปลือกไข่ พบว่า มีต้นทุนเพียง 56 บาทต่อกิโลกรัม มีความบริสุทธิ์ 96.5% ส่วนราคาของ CaCO_3 ทางการค้า

นั้นราคาอยู่ที่ 9,750 บาทต่อกิโลกรัม ที่ความบริสุทธิ์ 99.0% เมื่อนำราคามาเปรียบเทียบกันพบว่า CaCO_3 จากเปลือกไข่มีราคา ถูกกว่าถึง 99.4%

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเก็บเปลือกไข่มาใช้ควรเก็บภายในครั้งเดียวกัน
2. ตอนล้างสารหลังการทำ Ball-milling ถ้าล้างไม่สะอาดสารที่ทำอาจไปติดที่ข้างบีกเกอร์ ทำให้ปริมาณสารที่ได้อาจไม่ได้ตามปริมาณที่ต้องการ
3. ในขั้นตอนการระเหยสาร ควรระวังเรื่องความร้อนหากมากเกินไปจะทำให้สารระเบิดกระเด็น ออกมานอกบีกเกอร์
4. ในขั้นตอนการอัดเม็ด ควรทำด้วยความระมัดระวัง อย่าให้เม็ดหล่นลงจากแท่นอัด
5. ขณะขัดเม็ด ควรสวมถุงมือ เพื่อป้องกันกระดาษทรายบาดมือและควรขัดเม็ดเป็นเลข 8 เพื่อให้เม็ดมีความหนาที่สม่ำเสมอทั่วกันทั้งเม็ด

เอกสารอ้างอิง

- [1] <http://www.mne.eng.psu.ac.th/knowledge/student/ceramic49/index1.html>
- [2] http://www.thaiceramicsociety.com/ab_cer.php
- [3] <http://www.phyathai.com/medicalarticledetail/1/18/234/th>
- [4] S. Asiri Naidu, Sophie Boudin, U. V. Varadaraju and Bernard Raveau. "A crystal chemical approach to tuning of emission properties in rare earth doped ternary niobates". *Journal of Materials Chemistry* 22 (2012) 1088-1093.
- [5] V. Ravi and S.C. Navale. "A co-precipitation technique to prepare CaNb_2O_6 ". *Ceramics International* 32 (2006) 475-477.
- [6] In-Sun Cho, Dong Wook Kim, Chin Moo Cho, Jae-Sul An, Hee-Suk Roh and Kug Sun Hong. "Synthesis, characterization and photocatalytic properties of CaNb_2O_6 with ellipsoid-like plate morphology". *Solid State Sciences* 12 (2010) 982-988.
- [7] Mikhail G. Brik and Alok M. Srivastava. "Electronic Energy Levels of the Mn^{4+} Ion in the Perovskite, CaZrO_3 ". *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 2 (7) (2013) R148-R152.
- [8] Robert Ianosca and Paul Barvinschi. "Solution combustion synthesis of calcium zirconate, CaZrO_3 , powders". *Journal of Solid State Chemistry* 183 (2010) 491-496.
- [9] T. Yu, W.G. Zhu, C.H. Chen, X.F. Chen and R. Gopal Krishnan. "Preparation and characterization of sol-gel derived CaZrO_3 dielectric thin films for high-k applications". *Physica B* 348 (2004) 440-445.
- [10] T. Higuchi, S. Yamaguchi, K. Kobayashi, S. Shin and T. Tsukamoto. "Electronic structures in the bulk and surface states of protonic conductor CaZrO_3 by soft-X-ray spectroscopy". *Solid State Ionics* 162 - 163 (2003) 121 - 125.
- [11] http://www.surfacenet.de/html/calcium_tungstate.html

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [12] Elena Konisheva, Arkady Neiman and Elisaveta Gorbunova. "Transport processes and surface transformation at the $\text{CaWO}_4/\text{WO}_3$ interface". *Solid State Ionics* 157 (2003) 45–49.
- [13] Xiaoming Lou and Donghua Chen. "Synthesis of $\text{CaWO}_4:\text{Eu}^{3+}$ phosphor powders via a combustion process and its optical properties". *Materials Letters* 62 (2008) 1681–1684.
- [14] Jinsheng Liao, Bao Qiu, Herui Wen and Weixiong You. "Photoluminescence green in microspheres of $\text{CaWO}_4:\text{Tb}^{3+}$ processed in conventional hydrothermal". *Optical Materials* 31 (2009) 1513–1516.
- [15] H. Fukutomi, Y. Konno, K. Okayasu, M. Hasegawa and H. Nakatsugawa. Texture development of $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ thermoelectric oxide by high temperature plastic deformation and its contribution to the improvement in electric conductivity
- [16] M. Mikamia, N. Ando and R. Funahashia, "The effect of Ag addition on electrical properties of the thermoelectric compound $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ ". *Journal of Solid State Chemistry* 178 (2005) 2186–2190
- [17] Yan Feng Zhang, Jiu Xing Zhang, Qing Mei Lu and Qing Yun Zhang. "Synthesis and characterization of $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$ nanoparticles by citrate sol-gel method". *Materials Letters* 60 (2006) 2443–2446
- [18] http://202.28.94.204/Dean/sci_journal/web/book/41_1/67.pdf
- [19] Guoping Du, Wang Li, Yao Fu, Nan Chen, Chuanqiang Yin and Mingming Yan. "An investigation on the solid-state reactions in $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}\text{-ZnNb}_2\text{O}_6$ system". *Materials Research Bulletin* 43 (2008) 2504–2508.
- [20] B. Barbier, C. Combettes, S. Guillemet-Fritsch, T. Chartier, F. Rossignol, A. Rumeau, T. Lebey and E. Dutarde. " $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramics from co-precipitation method: Dielectric properties of pellets and thick films". *Journal of the European Ceramic Society* 29 (2009) 731–735.
- [21] Dong Xu, Chen Zhang, Yuanhua Lin, Lei Jiao, Hongming Yuan, Guoping Zhao and Xiaonong Cheng. "Influence of zinc on electrical and microstructural properties of $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ ceramics prepared by sol-gel process". *Journal of Alloys and Compounds* 522 (2012) 157–161.

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [22] <http://www.rocksworldindustry.com/product/view.php?id=38>
- [23] [http://www.tpa.or.th/writer/read_this_book_topic.php?pageid=3&bookID=213&read=true
&count=true](http://www.tpa.or.th/writer/read_this_book_topic.php?pageid=3&bookID=213&read=true&count=true)
- [24] <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=124&articleid=255>
- [25] <http://www.royin.go.th/th/knowledge/detail.php?ID=1016>
- [26] [http://www.egg-thailand.com/upload/images/Document/สถานการณ์ไข่ไก่โลกและต่างประเทศ/
สถานการณ์ไข่ไก่โลก_2550.pdf](http://www.egg-thailand.com/upload/images/Document/สถานการณ์ไข่ไก่โลกและต่างประเทศ/สถานการณ์ไข่ไก่โลก_2550.pdf)
- [27] สุวรรณ เกษตรสุวรรณธิ.2529.ไข่และเนื้อไก่.หน้า114-144.พิมพ์ครั้งที่ 2.กรุงเทพฯ:อมรการพิมพ์
- [28] http://elearning.nsruc.ac.th/e-learning/animals/lesson10_3.php
- [29] http://www.ntktech.com/product_detail.asp?productid=91
- [30] [http://www.mt.mahidol.ac.th/e-learning.../MTRD310/web/intensifying%20screen /
5_3construction.htm](http://www.mt.mahidol.ac.th/e-learning.../MTRD310/web/intensifying%20screen/5_3construction.htm)
- [31] <http://thaicitydeals.com/deal/portable-mini-refrigerator>
- [32] http://www.eeweb.com/blog/andrew_carter/types-of-capacitorv
- [33] <https://sites.google.com/site/oldshpp/rm-ram>
- [34] D.A. Oliveira, P. Benelli and E.R. Amante. “A literature review on adding value to solid residues : egg shells”. Journal of Cleaner Production 46 (2013) 42e47.
- [35] FAO, 2009. Food and Agriculture Organization of the United Nations (2011).Retrieved July 15, 2011, from (2009).

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [36] G. Zhang a, A.K. Schlarb , S. Tria and O. Elkedim. “Tensile and tribological behaviors of PEEK/nano-SiO₂ composites compounded using a ball milling technique”. *Composites Science and Technology* 68 (2008) 3073–3080
- [37] http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2552/ichem0952as_ch2.pdf
- [38] <http://www.sec.psu.ac.th/tga.html>
- [39] <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87-8C-xrd.html>
- [40] <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [41] http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2554/aphys21054dp_ch2.pdf
- [42] Raman spectroscopy offers great potential for the nondestructive confirmatory identification of body fluids. *ตีพิมพ์ในวารสาร Forensic Science International* 181 (2008) e1–e5 โดย Kelly Virkler, Igor K. Lednev
- [43] <http://www.nst.or.th/article/article494/article49418.htm>
- [44] Zahra Mirghiasi, Fereshteh Bakhtiari, Esmaeel Darezereshki and Esmat Esmaeilzadeh. “Preparation and characterization of CaO nanoparticles from Ca(OH)₂ by direct thermal decomposition method”. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20 (2014) 113–117.
- [45] K. C. Mathai, S. Vidya, Annamma John, Sam Solomon and J. K. Thomas. “Structural, Optical, and Compactness Characteristics of Nanocrystalline CaNb₂O₆ Synthesized through an Autoigniting Combustion Method”. Received 31 May 2013; Revised 5 October 2013; Accepted 5 October 2013; Published 9 January 2014.
- [46] E. Husson, Y. Repelin, N. Q. Dao, and H. Brusset. “Normal coordinate analysis for CaNb₂O₆ of columbite structure”. *The Journal of Chemical Physics*, vol. 66, no. 11, pp. 5173–5180, 1977.
- [47] F. D. Hardcastle and I. E. Wachs, “Determination of niobiumoxygen bond distances and bond orders by Raman spectroscopy”. *Solid State Ionics*, vol. 45, no. 3-4, pp. 201–213, 1991.

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [48] S. Jayakumar, P.V. Ananthapadmanabhan, K. Perumal, T.K. Thiyagarajan, S.C. Mishra, L.T. Su, A.I.Y. Tok and J Guo. "Characterization of nano-crystalline ZrO_2 synthesized via reactive plasma processing".
- [49] Martine Tarrida, H. Larguem and M. Madon. "Structural investigations of $(Ca,Sr)ZrO_3$ and $Ca(Sn,Zr)O_3$ perovskite compounds". *Phys Chem Minerals* (2009) 36:403–413.
- [50] S. Vidya, Sam Solomon and J.K. Thomas. "Synthesis of Nanocrystalline $CaWO_4$ as Low-Temperature Co-fired Ceramic Material: Processing, Structural and Physical Properties". *Journal of Elec Materi* (2013) 42:129-137.
- [51] Yan Feng Zhang, Jiu Xing Zhang, Qing Mei Lu and Qing Yun Zhang. "Synthesis and characterization of $Ca_3Co_4O_9$ nanoparticles by citrate sol-gel method". *Materials Letters* 60 (2006) 2443–2446.
- [52] M. An, S. K. Yuan, Y. Wu, Q. M. Zhang, X. G. Luo and X. H. Chen. "Raman spectra of a misfit layered $Ca_3Co_4O_9$ single crystal". *PHYSICAL REVIEW B* 76, 024305 2007
- [53] C. Kumar. "Dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ prepared by sol-gel self combustion technique". *J Mater Electron* (2011) 22:579-582.
- [54] A. F. L. Almeida, P. B. A. Fechine, M. P. F. Graca, M. A. Valente and A. S. B. Sombra. "Structural and electrical study of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ (CCTO) obtained in a new ceramic procedure". *J Mater Sci: Mater Electron* (2009) 20:163–170.
- [55] M. Pineda, J.L.G. Fierro, J.M. Palacios, C. Silleruelo, E. Garcia, J.V. Ibarra, *Appl. Surf. Sci.* 119,1(1997)

ภาคผนวก

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของ แคลเซียมไนโอเบต CaNb_2O_6

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

โดยที่ h, k, l คือ ระนาบของผลึก

a, b, c คือ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg's Law

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n\lambda ; d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

ภาคผนวก (ต่อ)

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของแคลเซียมไนโอเบต $\text{Ca}_4\text{Nb}_2\text{O}_9$,

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2 \sin^2 \gamma} + \frac{k^2}{b^2 \sin^2 \gamma} - \frac{2hkc \cos \gamma}{ab \sin^2 \gamma} + \frac{l^2}{c^2}$$

โดยที่ h, k, l คือ ระนาบของผลึก

a, b, c คือ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบโมโนคลินิก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg's Law

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n\lambda ; d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

ภาคผนวก (ต่อ)

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของแคลเซียมเซอร์โคเนต
 CaZrO_3

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

โดยที่

h, k, l คือ ระนาบของผลึก

a, b, c คือ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg's Law

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n\lambda ; d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

ภาคผนวก (ต่อ)

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของแคลเซียมทังสเตต CaWO_4

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = [h^2 + k^2 + l^2 \left(\frac{a}{c}\right)^2] \frac{1}{a^2} \quad (1)$$

โดยที่ h, k, l คือ ระนาบของผลึก

a, b, c คือ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg's Law

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n\lambda ; d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

ภาคผนวก (ต่อ)

การคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททานเตต $\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = [h^2 + k^2 + l^2] \frac{1}{a^2} \quad (1)$$

โดยที่

h, k, l คือ ระนาบของผลึก

a, b, c คือ ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบคิวบิก

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg's Law

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

ค่า d คำนวณได้จาก

$$2d \sin \theta = n\lambda ; d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

ภาคผนวก (ต่อ)

การคำนวณการใช้ค่าไฟฟ้า

$$\frac{\text{กำลังไฟฟ้า (วัตต์)} \times \text{จำนวนเครื่องใช้ไฟฟ้า}}{1000} \times \text{จำนวนชั่วโมงที่ใช้ใน 1 วัน}$$

เครื่อง ball-milling

$$\frac{1100}{1000} \times 24 = 26.4$$

ราคาต่อหน่วย 1.1516

$$26.4 \times 1.1516 = 30.4022 \text{ บาท}$$

เตาอบสาร

$$\frac{1500}{1000} \times 6 = 9$$

ราคาต่อหน่วย 1.1516

$$9 \times 1.1516 = 10.3644 \text{ บาท}$$