

รายการอ้างอิง

- 1) Sugihara, H., and Imaoka, Y. Technical Trends in Tapes Recording Fine Partice
Ind.Eng.Chem.Prod.Res.Dev 23 (1984) : 330 - 333.
- 2) Manllison, J. C. The foundations of magnetic recording. 2nd ed. USA : Academic Press, INC.,1993 : 29 - 34.
- 3) Imaoka, Y., Takada, T., Hamabata, T., and Maruta, F. Advance in magnetic recording media.
Proceedings of the International Conference (1980) : 516 - 520.
- 4) Bate, G. Particulate recording materials. Proceedings of the IEEE 74 (November - 1986) : 1513 - 1525.
- 5) Shackelford, J.F. Introduction to materials science for engineers. Macmillan Publishing (1985): 498 - 501
- 6) สุนทร พงศ์พันธ์. คุณภาพของสีน้ำเงิน. คอมพิวเตอร์อิเลคทรอนิกส์เวิลด์ 88 (2527) :181 - 188.
- 7) คณาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. ฟิสิกส์ 2 พิมพ์ครั้งที่ 3. กรุงเทพมหานคร สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. (2534) : 96 - 118
- 8) Itoh, F. On the coercivity and chemical structure in nonstoichiometric iron oxide particle.
Proceeding of the Internation Conference, (1980) : 573 - 540
- 9) Wohlfarth, E.P. Ferromagnetic materials. Vol 2, North-Holland Publishing company, 1980 : 381 - 507
- 10) Monteil, J. B., and Dougier, P.A mew prepatation process of cobalt modified iron oxide particle. Proceeding of the International Conference, (1980) : 532 - 536
- 11) Kiyama, M., and Takada, T. Iron compounds formed by the aerial oxidation of ferrous salt solutions. Bulletin of The Chemical Soceity of Japan 45(1972):1923-1924.
- 12) Sohn, J.G., etc. Fabrication of iron oxides as magnetic recording materials from waste pickling acid of iron works. The 2nd Int. Sym. on East Asian Resource Recycling Tech 2
- 13) Mccurrie, R.A. Ferromagnetic materials structure and properties. San Diego : Academic Press Inc, 1994 : 171 - 187

- 14) Naono, H., and Nakai, K. Thermal decomposition of γ - FeOOH fine particles. Journal of Colloid and Interface Science 128 (March 1989) : 146 - 156.
- 15) Mackay, A. L. β - ferric Oxyhydroxide. Mineral Mag 32 (1960) : 545 - 556.
- 16) Okamoto, S. Structure of δ - FeOOH. Journal of The American Ceramic Society 51 (October 1968) : 594 - 599
- 17) Kuo, P.C., Chang, C.Y., and Wu, T.S. Preparation and some magnetic properties of acicular γ - FeOOH, Fe_3O_4 and γ - Fe_2O_3 powders. Journal of Materials Science Letter 1 (1982) : 137 - 140
- 18) Camras, M. Magnetic impulse record member, magnetic material and method of making magnetic material. US Patent 2,694,656.
- 19) Leitner, L. Production of finely divided acicular magnetic iron oxides. US Patent 3,947,502.
- 20) Hsu, J.H. Recent development of γ - Fe_2O_3 magnetic recording particles. Proceedings of the Fifth Symposium on Magnetism and Magnetic Material (1989) : 130 - 153.
- 21) Derie, R., Ghogsi, M., and Calvo-Roche, C. DTA study of the dehydration of synthetic goethite α - FeOOH. Journal of Thermal Analysis 9 (1974) : 435 - 440.
- 22) Kiyama, M. Conditions for the formation of Fe_3O_4 by the air oxidation of $Fe(OH)_2$ suspensions. Bulletin of The Chemical Society of Japan 47 (1974) : 1646 - 1650.
- 23) Feitknecht, W. Z. Elektrochem 63 (1959) : 34.
- 24) Solcova, A., etc. Oxidation of ferrous sulphate in neutral and weakly alkaline solutions. Collection Czechoslovak Chem. Commun 46 (1981) : 3049 - 3056.
- 25) Mayne, J.E.O. The oxidation of ferrous hydroxide. Journal of Chemical Society (1953) : 129 - 132.
- 26) Deiss and Schikorr. Z. Anorg. Chem 32 (1928) : 172.
- 27) Girard and Chandron. Compt. rend 127 (1935) : 200.
- 28) Krause. Z. Anorg. Chem 145 (1928) : 174.
- 29) ผศ.ดร. ฉัตรชัย สมศิริ และ ดร. เล็ก อุตมะศิล. การสังเคราะห์เหล็กออกไซด์ (γ - Fe_2O_3) เพื่อใช้ในอุตสาหกรรมบันทึกเสียง. สถาบันวิจัยโลหะ และวัสดุปั๊บลงกรณ์มหาวิทยาลัย (2538) : D-2

- 30) Herbst, J.A. and Sepulveda, J.L. Particle size analysis. Mineral Processing Handbook (1979) : 41
- 31) Rollason, E.C., Metallurgy for Engineers. Great Britain : Richard Clay (The Chancer Press) Ltd.,(1973) : 57.
- 32) Sigma Chemical Company., Biochemicals Organic Compounds for Research and Diagnostic Reagents. (1993) : 1951.





ภาคผนวก

ศูนย์วิทยบรังษยการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

อุปกรณ์ และ วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

1) สารเฟอร์รัสซัลเฟต ที่มีความบริสุทธิ์ เท่ากับ 99.5% min

ซึ่งมีส่วนประกอบทางเคมีอื่น ๆ (% โดยน้ำหนัก) ดังต่อไปนี้

สูตรทางเคมี $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ มวลไม่เลกุล เท่ากับ 278.05

- H_2SO_4	เท่ากับ 0.005	- Cl	เท่ากับ 0.0005
- PO_4	เท่ากับ 0.0005	- N	เท่ากับ 0.005
- As	เท่ากับ 0.00004	- Fe	เท่ากับ 0.02
- Mg	เท่ากับ 0.005	- Ca	เท่ากับ 0.01
- K	เท่ากับ 0.05	- Na	เท่ากับ 0.03
- Mn	เท่ากับ 0.05	- Cu	เท่ากับ 0.001
- Pb	เท่ากับ 0.002	- Cr	เท่ากับ 0.008
- Zn	เท่ากับ 0.002		

2) สารโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความบริสุทธิ์ เท่ากับ 98% min

ซึ่งมีส่วนประกอบทางเคมีอื่น ๆ (% โดยน้ำหนัก) ดังต่อไปนี้

สูตรทางเคมี NaOH มวลไม่เลกุล เท่ากับ 39.997

- Na_2CO_3	เท่ากับ 0.8	- Cl	เท่ากับ 0.0005
- PO_4	เท่ากับ 0.0005	- N	เท่ากับ 0.003
- As	เท่ากับ 0.00004	- Fe	เท่ากับ 0.0005
- Mg	เท่ากับ 0.005	- Ca	เท่ากับ 0.001
- K	เท่ากับ 0.01	- Na	เท่ากับ 0.03
- Mn	เท่ากับ 0.05	- Cu	เท่ากับ 0.0005
- Pb	เท่ากับ 0.0005	- Cr	เท่ากับ 0.008
- Zn	เท่ากับ 0.0005	- Ni	เท่ากับ 0.0005
- SiO_2	เท่ากับ 0.005	- Hg	เท่ากับ 0.00001
- SO_4	เท่ากับ 0.0005	- Al	เท่ากับ 0.001

- 3) ก้าชท่อ จากบริษัท ทีไอทีจี จำกัด ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้
- 3.1) ก้าชในต่อเจน มีความบริสุทธิ์ 99.999% (โดยปริมาตร)
 - 3.2) ก้าชไฮโดรเจนประกอบด้วย ไฮโดรเจน 99.5% (โดยปริมาตร)
ออกซิเจน น้อยกว่า 1,000 ppm
ความชื้น น้อยกว่า 100 ppm
 - 3.3) อากาศประกอบด้วย ออกซิเจน 21% (โดยปริมาตร)
ในต่อเจน Bal.
ความชื้น น้อยกว่า 25 ppm
มีเทน น้อยกว่า 1 ppm
- 4) เครื่องควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ LUADA รุ่น WK 230
- 5) เครื่องวัดความเป็นกรด - ด่าง ยี่ห้อ EUTECH CYBERNETICS รุ่น Cyberscan 1000
- 6) เครื่องวัดอัตราการไหลของก้าช ยี่ห้อ Dwyer
- 7) เครื่องกวนสารละลาย ยี่ห้อ JANKE & KUNKEL IKA-LABORTECHNITE รุ่น RE 16
- 8) เตาอบสารให้แห้ง ยี่ห้อ MEMMERT
- 9) เครื่องซั่งน้ำหนักสาร ยี่ห้อ SARTORIUS รุ่น BA 2100S
- 10) เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟคชัน (X-Ray Diffraction) ยี่ห้อ PHILIP รุ่น TW 3710
- 11) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ TEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM - 200CX
- 12) เตาห่อ ยี่ห้อ STUART SCIENTIFIC รุ่น S1207 PID
- 13) เครื่องวัดอุณหภูมิ ยี่ห้อ METRIC 1 รุ่น ST - 430 - 109
- 14) บิกเกอร์
- 15) ถ้วยบดสาร
- 16) โน๊ตไสสาร
- 17) กระดาษกรองสาร

ภาคผนวก ข

กรรมวิธีการเตรียมสาร และการวิเคราะห์สาร

1) กรรมวิธีการเตรียมสารสำหรับการศึกษาในขั้นตอนกรรมวิธีทางเคมี

1.1) กรรมวิธีในการเตรียมสารที่มีอัตราส่วนโดยไม่ระบุว่างสารละลายนี้เดี่ยมไฮดรอกไซด์กับสารละลายนีโพร์สซัลเฟต (R) โดยกำหนดค่า R ที่จะศึกษา 4 ค่า คือ

ก) ค่า R เท่ากับ 2

โดยเตรียมจากสารละลายนี้เดี่ยมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 มอลต่อลิตรผสมกับสารละลายนีโพร์สซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 1 มอลต่อลิตร ในปริมาตรเท่ากัน สารละลายนี้เดี่ยมไฮดรอกไซด์เตรียมได้จากการนำสารไฮดรอกไซด์จำนวนเท่ากับ 16 กรัมมาละลายนในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายนีโพร์สซัลเฟตจำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากันส่วนสารละลายนีโพร์สซัลเฟตนั้นเตรียมได้จากการนำสารเนื้อเยื่อสัตว์ที่มีปริมาตรเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากันในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายนีโพร์สซัลเฟตจำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากัน.

ข) ค่า R เท่ากับ 3

โดยเตรียมจากสารละลายนี้เดี่ยมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 มอลต่อลิตรผสมกับสารละลายนีโพร์สซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 1 มอลต่อลิตร ในปริมาตรเท่ากัน สารละลายนี้เดี่ยมไฮดรอกไซด์เตรียมได้จากการนำสารไฮดรอกไซด์จำนวนเท่ากับ 24 กรัมมาละลายนในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายนีโพร์สซัลเฟตจำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากันส่วนสารละลายนีโพร์สซัลเฟตจำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากันในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายนีโพร์สซัลเฟตจำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวนให้เข้ากัน.

ค) ค่า R เท่ากับ 6

โดยเตรียมจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 มอลต่อลิตรผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0.5 มอลต่อลิตร ในปริมาตรเท่ากัน สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เดียวได้จากการนำสารโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวนเท่ากับ 24 กรัมมาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายดังกล่าวจนมีปริมาตรเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้เข้ากัน ส่วนสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตนั้นเตรียมได้จากการนำสารเฟอร์รัสซัลเฟต จำนวน 27.8 กรัม มาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายดังกล่าวจนมีปริมาตรเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้เข้ากัน.

ง) ค่า R เท่ากับ 8

โดยเตรียมจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 3 มอลต่อลิตรผสมกับสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 0.375 มอลต่อลิตรในปริมาตรเท่ากัน สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เดียวได้จากการนำสารโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวนเท่ากับ 24 กรัมมาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายดังกล่าวจนมีปริมาตรเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้เข้ากัน ส่วนสารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตนั้นเตรียมได้จากการนำสารเฟอร์รัสซัลเฟตจำนวน 20.85 กรัม มาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ ที่มีปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้ละลายจนหมด หลังจากนั้นเติมน้ำกลั่นบริสุทธิ์ลงไปในสารละลายดังกล่าวจนมีปริมาตรเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกว้างให้เข้ากัน.

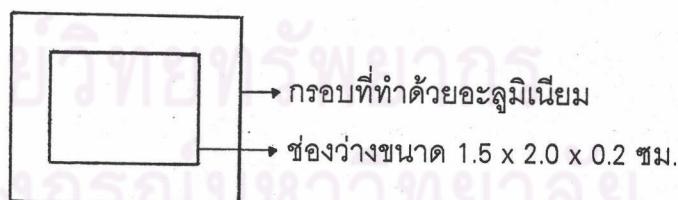
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2) การศึกษาการวิเคราะห์สารด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟคชัน (X-Ray Diffraction)

การวิเคราะห์สารด้วยวิธีนี้ สามารถบ่งบอกประเภทของสารประกอบต่าง ๆ โดยอาศัยหลักการที่ว่า เมื่อรังสีเอ็กซ์ชนผลึกที่ผิวนมุน θ อะตอนที่ผิวจะเลี้ยวเบนรังสีนี้ ส่วนรังสีที่ไม่ถูกเลี้ยวเบนจะผ่านเข้าไปสู่อะตอนที่อยู่ข้างที่สอง และเกิดการเลี้ยวเบน และรังสีส่วนที่เหลือจะผ่านเข้าอะตอนข้างล้วนอีกครั้ง ผลของการเลี้ยวเบนตามกฎของแบร็อก (Bragg's Law) ซึ่งมีสมการดังนี้คือ $\lambda = 2d \sin\theta$ โดยที่ λ คือ ความยาวคลื่น d คือ ระยะระหว่างขั้นของอะตอน และ θ คือมุมที่หักเหไป สำหรับลักษณะการเลี้ยวเบนของผลึกของสารแต่ละชนิดจะแตกต่างกันไปเกิดเป็นรูปแบบของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Pattern) และได้มีการรวมข้อมูลของสารประกอบต่าง ๆ โดย Joint Committee on Powder Diffraction Standard ซึ่งได้ทำการสรุปแบบของรังสีเอ็กซ์ของสารต่างๆ ให้มากมาย โดยในที่นี้จะกล่าวถึงเฉพาะสารที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาในครั้งนี้เท่านั้น ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางที่ ข-1 ถึง ข-10

กรุณาวิธีในการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟคชัน มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 1) บดสารให้ละเอียด
- 2) นำสารที่ผ่านการบดละเอียดเรียบร้อยแล้วมาทำการคัดขนาดโดยใช้ตะแกรงคัดขนาด เพื่อคัดขนาดให้มีอนุภาคเล็กกว่า 45 ไมครอน
- 3) นำสารที่มีผ่านการคัดขนาดเรียบร้อยแล้วมาอัดลงบนแผ่นอะลูมิเนียมที่มีซองว่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดความกว้าง และความยาว เท่ากับ 1.5 และ 2.0 เซนติเมตร ตามลำดับ และมีความลึกเท่ากับ 2 มิลลิเมตร สำหรับบรรจุสาร ซึ่งมีรูปร่างดังรูปที่ ข-1



รูปที่ ข-1 แผ่นอะลูมิเนียมสำหรับบรรจุสาร

- 4) นำแผ่นอะลูมิเนียมที่บรรจุสารที่ต้องการวิเคราะห์เข้าเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟคชัน

ตารางที่ ข-1 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารอัลฟ้าเฟอร์ริกออกไซด์ (α -FeOOH)

d value	Angle	Rel. Int.
4.9800	17.796	12
4.1830	21.223	100
3.3830	26.323	10
2.6930	33.242	35
2.5830	34.701	12
2.5270	35.496	4
2.4890	36.056	10
2.4500	36.650	50
2.3030	39.081	1
2.2530	39.985	14
2.1900	41.187	18
2.0890	43.276	1
2.0110	45.045	2
1.9200	47.306	5
1.8020	50.614	6
1.7728	51.508	1
1.7192	53.238	20
1.6906	54.212	6
1.6593	55.321	3
1.6037	57.413	4
1.5637	59.025	10
1.5614	59.121	8
1.5091	61.386	8
1.4675	63.324	2
1.4541	63.976	5
1.4207	65.667	2
1.3936	67.111	3
1.3694	68.459	2
1.3590	69.057	3
1.3459	69.826	1
1.3173	71.572	3
1.2921	73.191	1
1.2654	74.997	1
1.2437	76.539	1
1.1994	79.918	1
1.1506	84.053	1
1.1445	84.605	1
1.1263	86.302	1

ตารางที่ ข-2 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารเบต้าเฟอริโกออกไซด์ (β - FeOOH)

d value	Angle	Rel. Int.
7.4670	11.842	40
5.2760	16.790	30
3.7280	23.849	5
3.3330	26.725	100
2.6344	34.003	25
2.5502	35.162	55
2.4830	36.146	2
2.3559	38.169	9
2.2952	39.220	35
2.1038	42.956	7
2.0666	43.769	7
1.9540	46.434	20
1.8624	48.863	4
1.8072	50.458	1
1.7557	52.047	15
1.7299	52.883	3
1.6658	55.087	1
1.6434	55.903	35
1.5155	61.099	9
1.5034	61.644	5
1.4896	62.278	3
1.4852	62.484	3
1.4577	63.800	1
1.4456	64.398	15

ศูนย์วิทยบรังษยการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-3 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารแกรมมาเพอร์ริกออกไซด์ (γ - FeOOH)

d value	Angle	Rel. Int.
6.2600	14.136	100
3.2900	27.081	90
2.9700	30.064	10
2.4700	36.343	80
2.3600	38.101	20
2.0900	43.254	20
1.9370	46.866	70
1.8480	49.269	20
1.7320	52.814	40
1.5660	58.930	20
1.5350	60.242	20
1.5240	60.722	40
1.4960	61.982	10
1.4490	64.228	10
1.4330	65.033	20
1.4180	65.808	10
1.3890	67.362	10
1.3670	68.596	30
1.2610	75.304	10
1.2130	78.845	10
1.1960	80.191	20
1.1890	80.760	20
1.1000	88.898	20
1.0750	91.542	40

ศูนย์วิทยบริพาร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-4 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารเดลต้าเฟอริโกอิกไซด์ (δ -FeOOH)

d value	Angle	Rel. Int.
4.6100	19.238	20
2.5450	35.236	100
2.2550	39.948	100
1.6850	54.407	100
1.4710	63.156	100
1.2710	74.610	20
1.2230	78.077	20
1.1040	88.491	20
0.9650	105.924	20
0.9430	109.544	20

ศูนย์วิทยบริพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-5 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารแม่เหล็ก (α - Fe_2O_3)

d value	Angle	Rel. Int.
3.6840	24.138	30
2.7000	33.153	100
2.5190	35.612	70
2.2920	39.277	3
2.2070	40.855	20
2.0779	43.519	3
1.8406	49.480	40
1.6941	54.091	45
1.6367	56.152	1
1.6033	57.429	5
1.5992	57.590	10
1.4859	62.451	30
1.4538	63.991	30
1.4138	66.028	1
1.3497	69.601	3
1.3115	71.937	10
1.3064	72.262	6
1.2592	75.430	8
1.2276	77.730	4
1.2141	78.760	2
1.1896	80.711	5
1.1632	82.940	5
1.1411	84.916	7
1.1035	88.542	7
1.0768	91.345	2
1.0557	93.715	7
1.0428	95.239	1
1.0393	95.663	3
0.9892	102.285	4
0.9715	104.914	1
0.9606	106.623	5
0.9581	107.025	4
0.9516	108.090	5
0.9318	111.518	2
0.9206	113.594	2
0.9081	116.045	5
0.8998	117.758	1
0.8954	118.697	3
0.8789	122.431	6
0.8648	125.929	1
0.8543	128.758	3

ตารางที่ ข-6 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารแมกนีเทต์ (Fe_3O_4)

d value	Angle	Rel. Int.
4.8520	18.270	8
2.9670	30.095	30
2.5320	35.423	100
2.4243	37.053	8
2.0993	43.053	20
1.7146	53.392	10
1.6158	56.944	30
1.4845	62.516	40
1.4192	65.745	2
1.3277	70.926	4
1.2807	73.950	10
1.2659	74.962	4
1.2119	78.931	2
1.1221	86.704	4
1.0930	89.620	12
1.0496	94.428	6
0.9896	102.228	2
0.9695	105.222	6
0.9632	106.209	4
0.9388	110.273	4
0.8952	118.741	2
0.8802	122.124	6
0.8569	128.038	8
0.8233	138.659	4
0.8117	143.244	6
0.8080	144.857	4

ศูนย์วิทยบรังษยการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ช-7 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารแมกนีเตอร์ (γ - Fe_2O_3)

d value	Angle	Rel. Int.
5.9180	14.958	5
4.8220	18.384	4
3.7400	23.772	5
3.4110	26.103	5
2.9530	30.241	35
2.7840	32.125	2
2.6435	33.883	2
2.5177	35.631	100
2.4119	37.250	3
2.3163	38.848	1
2.2320	40.378	1
2.0886	43.285	16
2.0255	44.705	1
1.9685	46.072	1
1.8224	50.008	2
1.7045	53.734	10
1.6703	54.926	1
1.6379	56.107	1
1.6073	57.273	24
1.5507	59.570	1
1.5248	60.687	2
1.4758	62.927	34
1.4537	63.996	1
1.4322	65.074	1
1.3919	67.203	1
1.3730	68.255	1
1.3547	69.307	1
1.3204	71.378	3
1.3042	72.403	1
1.2730	74.473	5
1.2590	75.445	2
1.2450	76.445	1
1.2314	77.445	1
1.2053	79.449	1
1.1931	80.426	1
1.1810	81.422	1
1.1365	85.341	1
1.1159	87.307	2
1.0966	89.247	1
1.0872	90.229	7
1.0439	95.107	3

ตารางที่ ข-8 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของสารอุฟส์ไทร์ (FeO)

d value	Angle	Rel. Int.
2.4900	36.041	80
2.1530	41.928	100
1.5230	60.766	60
1.2990	72.740	25
1.2430	76.590	15
1.0770	91.324	15
0.9880	102.458	10
0.9631	106.225	15

ศูนย์วิทยบริพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-9 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของโลหะเหล็ก (Fe)

d value	Angle	Rel. Int.
2.0268	44.674	100
1.4332	65.023	20
1.1702	82.335	30
1.0134	98.949	10
0.9064	116.390	12
0.8275	137.144	6

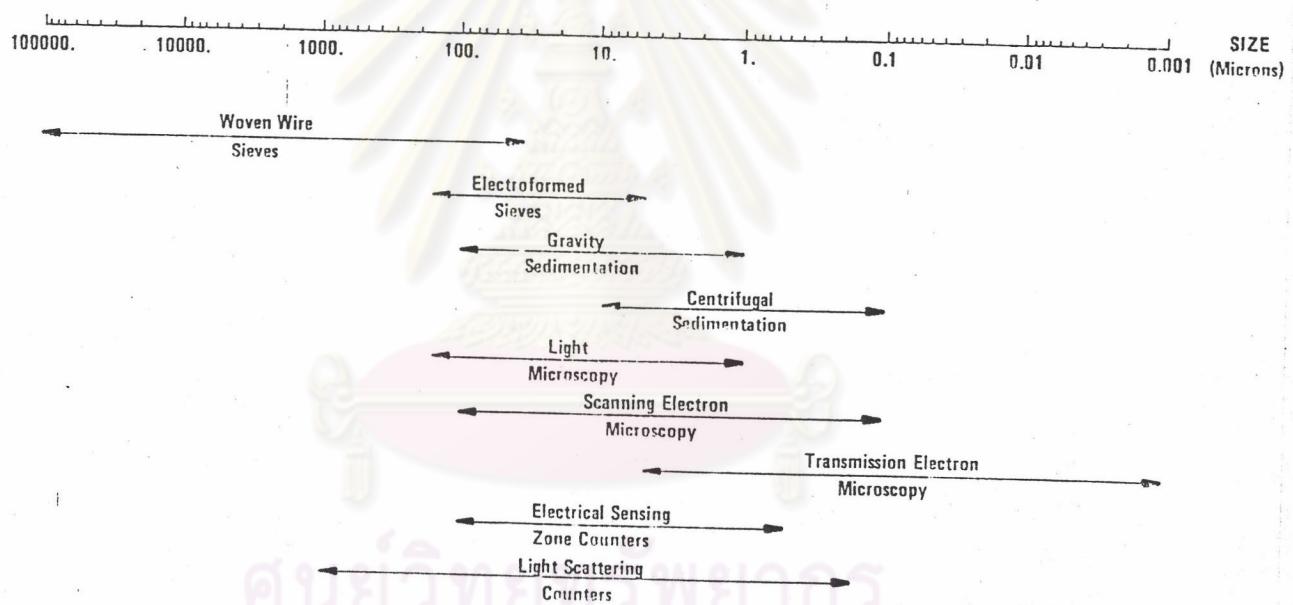
ศูนย์วิทยบริพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-10 แสดงมุมที่เกิดการหักเหของลำแสงรูมิเนียม (Al)

d value	Angle	Rel. Int.
8.0400	11.023	75
7.8000	11.363	45
7.2100	12.296	55
6.8200	13.003	10
6.3800	13.904	10
4.7500	18.712	45
4.3500	20.450	35
4.2400	20.987	100
4.0800	21.820	35
3.9100	22.781	10
3.6400	24.496	30
3.5700	24.984	40
3.5100	25.418	20
3.4700	25.716	20
3.4100	26.176	35
3.3900	26.334	15
3.2800	27.233	20
3.1900	28.017	40
2.9870	29.964	4
2.9080	30.798	5
2.7990	32.029	9
2.7300	32.861	10
2.6910	33.351	4
2.5540	35.197	4
2.3960	37.602	15
2.2950	39.324	20
2.2270	40.576	15
2.2040	41.019	10
2.1800	41.491	10
2.0330	44.646	6
1.9590	46.429	8
1.9400	46.911	10
1.8170	50.299	8

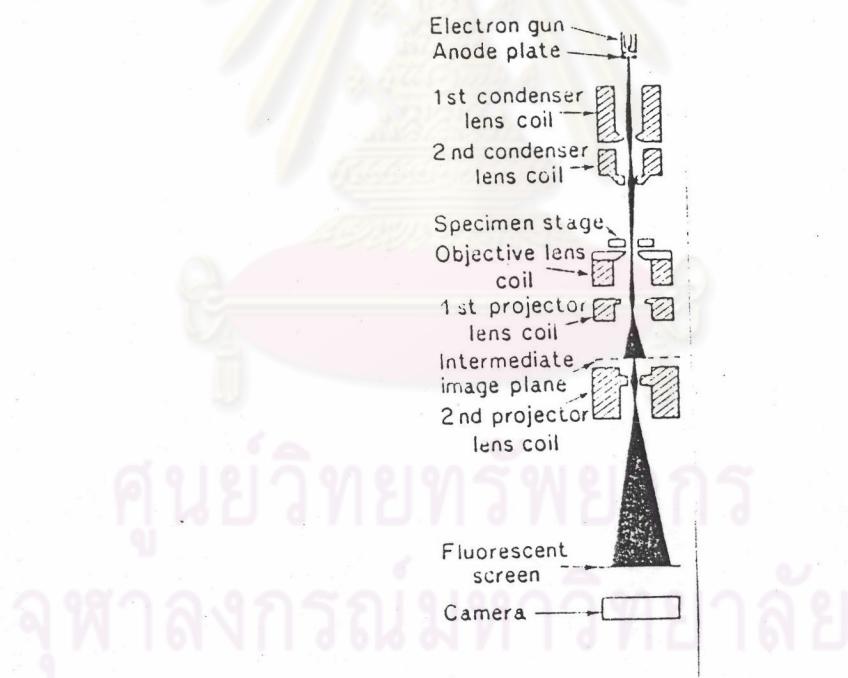
3. การศึกษาการวิเคราะห์สารด้วยกล้องทรานสมิสชันอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Transmission electron microscope)

การใช้กล้องทรานมิสชันอิเล็กตรอนไมโครสโคป (TEM) ใน การศึกษาครั้นี้ มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาอุปกรณ์ และขนาดของอนุภาคที่มีขนาดเล็ก เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยอุปกรณ์ชนิดนี้ มีประสิทธิภาพในการศึกษาอนุภาคที่มีขนาดเล็กได้ดี เมื่อเทียบกับอุปกรณ์ชนิดอื่นดังรูปที่ ข-2



รูปที่ ข-2 อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาอุปกรณ์ และขนาดอนุภาคของสาร (30)

กล้องทรายมิสชั่นอิเล็กตรอนไมโครสโคป (TEM) มีหลักการทำงานดังต่อไปนี้คือ เริ่มจาก ลำแสงอิเล็กตรอน (Electron beam) ซึ่งมีแหล่งกำเนิดมาจากปืนอิเล็กตรอน (Electron gun) จะผ่านคอนเดนเซอร์เลนส์ (Condenser lens) เพื่อที่จะบีบลำแสงอิเล็กตรอนให้มาผ่านชิ้นงานที่จะวิเคราะห์มากที่สุด หลังจากที่อิเล็กตรอนผ่านชิ้นงานเรียบร้อย ก็จะผ่านเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งได้แก่ ออปเจกท์เลนส์ (Objective lens) อินเตอร์มีเดียเลนส์ (Intermediate lens) และ โปรเจกเตอร์เลนส์ (Projector lens) ตามลำดับ หลังจากที่คลื่นอิเล็กตรอนถูกขยายโดยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าแล้ว ก็จะตกลงบนจากฟลูออเรสเซนส์ (Fluorescent screen) ซึ่งทำหน้าที่เปลี่ยนคลื่นอิเล็กตรอนที่มาตกรอบให้กลายเป็นคลื่นที่ตามนุษย์สามารถมองเห็นได้ตามลำดับ รูปที่ ข-3 แสดงส่วนประกอบของกล้องทรายมิสชั่นอิเล็กตรอนไมโครสโคป



รูปที่ ข-3 แสดงส่วนประกอบของกล้องทรายมิสชั่นอิเล็กตรอนไมโครสโคป (31)

กรรมวิธีการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ด้วยกล้องทรานมิสชันอิเล็กตรอนไมโครสโคป
นิขั้นตอนดังต่อไปนี้คือ

- 1) นำสารที่ต้องการวิเคราะห์จำนวน 1 กรัม มาผสานในน้ำกลันที่มีปริมาตร 1 ลิตร
- 2) นำสารผสานดังกล่าวมาแยกอนุภาคให้หลุดออกจากกันเป็นอนุภาคเดียว ๆ โดยใช้เครื่องสั่นแบบคลื่นเสียงอัลตราโซนิก (Ultrasonic vibration) เป็นเวลา 30 นาที
- 3) นำกริดทองแดง (Copper grid) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.05 มิลลิเมตรและมีจำนวนช่องภายในกริดทองแดง เท่ากับ 300 ช่อง ดังรูปที่ ข-4 มาติดด้วยแผ่นฟอร์มวาร์ (Form var)



รูปที่ ข-4 แสดงถึงลักษณะของกริดทองแดง (32)

- 4) นำกริดทองแดงที่ผ่านขั้นตอนที่ 3 มาทำการเคลือบด้วยคาร์บอนโดยเครื่องเคลือบคาร์บอน (Carbon coater) เพื่อให้นำไฟฟ้า
- 5) หยดสารผสานที่เตรียมไว้ลงบนกริดทองแดง โดยจะต้องระดูระวังอย่าให้แห่นฟอร์มวาร์ที่ติดอยู่บนกริดทองแดงนั้นหลุดออกจากกริดทองแดง
- 6) นำกริดทองแดงที่ได้จากขั้นตอนที่ 5 มาใส่ในเดซิคเคเตอร์ (Desiccator) เพื่อที่จะทำให้สารแห้ง และ ป้องกันฝุ่นละอองซึ่งอาจจะตกหล่นมาปนกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้ ซึ่งจะทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาดได้ โดยทิ้งกริดทองแดงไว้ในเดซิคเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 7) นำกริดทองแดงที่แห้งเรียบร้อยแล้วมาทำการวิเคราะห์ โดยใช้กล้องทรานมิสชันอิเล็กตรอนไมโครสโคป



ประวัติผู้เขียน

นายวิโรจน์ กมลเดชาเดชา เกิดเมื่อวันที่ 1 พฤษภาคม พ.ศ.2513 ที่อำเภอบางซื่อ จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาปฐมญาติวิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต สาขา วิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2535 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิศวกรรมศาสตร์ มหาบัณฑิต ที่จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตั้งแต่ พ.ศ. 2536 จนถึงปัจจุบัน.

ศูนย์วิทยบรังษยการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย