

## บทที่ 2

### วิธีการวิจัย

#### 2.1 สารเคมีและวัสดุ

- 2.1.1 อลูมิเนียมออกไซด์,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ; Purum p.a., code no.06285, Fluka :  
ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ทับทิม
- 2.1.2 โครเมียมออกไซด์,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  ; code no.2483, E. Merck.,Germany :  
ใช้เป็นสารสี (เพื่อทำให้เกิดสีแดง) ซึ่งเป็นองค์ประกอบของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ทับทิม
- 2.1.3 แอมโมเนียมไดโครเมต,  $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ; code no.27238, May & Baker Ltd.,England : ใช้เป็นสารสี (เพื่อทำให้เกิดสีแดง) ซึ่งเป็นองค์ประกอบของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ทับทิมในอีกรูปแบบหนึ่ง
- 2.1.4 แอมโมเนียมอลูมินัมซัลเฟต,  $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  ; Purum p.a., code no.09694, Fluka : ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ทับทิมในอีกรูปแบบหนึ่ง
- 2.1.5 สารละลายกรดไนตริก, 69.0-71.0%  $\text{HNO}_3$  ; A.R., code no.9601-06, J.T. Baker : ใช้สำหรับทำความสะอาดผิวตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์หลังจากผ่านขั้นตอนการขัดฐานพลอยให้เรียบ เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดอยู่บริเวณผิวหน้า โดยใช้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.5 M
- 2.1.6 สารละลายเอทานอล, EtOH ; A.R., code no.K27172783 , E. Merck.,Germany : ใช้สำหรับทำความสะอาดผิวตัวอย่างก่อนนำไปตรวจวัดด้วยเครื่อง EDXRF
- 2.1.7 แป้งข้าวโพด 100% ; ไมชิโน่, บ.ซีพีซี /อายุ (ประเทศไทย) จำกัด :  
ใช้เป็นสารยึดเหนี่ยว (binding agent)

- 2.1.8 เทปพาราฟิล์ม ; Laboratory film "M", code 06836 : ใช้ปิดปากขวดรูปกรวยเพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายของสารก่อนนำเข้าสู่เครื่องเขย่า
- 2.1.9 ซิลิโคน , Heat transfer compound , Unick : ใช้ทาขอบเกลียวทองแดง ซึ่งเป็นชิ้นส่วนอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ที่บ่มเพื่อลดความร้อนและช่วยยืดอายุการใช้งานของอุปกรณ์
- 2.1.10 ผงแซแลค : ใช้เป็นตัวยึดติดพลอยบนแท่งทวน (ในขั้นตอนการขัดฐานพลอย)
- 2.1.11 กระจกพลาสติกใส : ใช้ปิดปากถ้วยบรรจุสาร XRF

## 2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 2.2.1 อุปกรณ์ประจำห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไป เช่น ขวดรูปกรวย, ขวดวัดปริมาตร, ปีกเกอร์, ช้อนตักสาร, Spatula, Petri dish เป็นต้น
- 2.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่บ่ม เช่น เบบ้าแกรไฟต์, แท่งแกรไฟต์และแท่งทังสเตน เป็นต้น
- 2.2.3 อุปกรณ์ในการขัดฐานพลอย เช่น เครื่องตัด, เครื่องเจียรไน, เครื่องขัดผิว, ตะเกียงแอลกอฮอล์, แท่งไม้ เป็นต้น
- 2.2.4 ถ้วยบรรจุสารสำหรับ XRF ; cat. No.1430, Chemplex Inds. Inc., U.S.A.
- 2.2.5 เม็ดพลาสติกและเม็ดคาร์โบไลท์ (เม็ดเขย่า)
- 2.2.6 เครื่องเขย่าสาร ; Infors AG Rittergasse 27 CH-4103 Bottmingen
- 2.2.7 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ; AE 200S, SNR N10802, Mettler Toledo A.G., Switzerland.
- 2.2.8 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก ; 25 ton Ring Press 00-25, Reserch and Industrial Instruments Co.
- 2.2.9 ตู้อบ ; National a Heinicke Company, U.S.A.

- 2.2.10 เต้าเผา ; RHF 1600, Carbolite, England.
- 2.2.11 Electron Probe Microanalyzer, EPMA ; JXA-8800R, JEOL Ltd., Tokyo, Japan.
- 2.2.12 Energy Dispersive X-Ray Fluorescence spectrometer, EDXRF ; ISIS300, Oxford Instruments (UK) Ltd., England. : เป็นเครื่องที่ต่อกับเครื่อง EPMA
- 2.2.13 Energy Dispersive X-Ray Fluorescence spectrometer, EDXRF ; Spectrace 5000, Spectrace Instruments, Inc., Mountainview, California, U.S.A. : เป็นเครื่องมือหลักในงานวิจัยนี้ ใช้หัววัดประเภทสารกึ่งตัวนำ Si(Li) รักษาความเย็นตลอดเวลาด้วยไนโตรเจนเหลว (-196 °C) และควบคุมการทำงานโดยไมโครคอมพิวเตอร์ด้วยโปรแกรม EDXRF รุ่น 1.35
- 2.2.14 UV-Vis spectrophotometer, UV-Vis ; Specord S100, Analytik Jena AG.
- 2.2.15 Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence spectrometer, WDXRF ; PW2400, Philips Analytical x-ray B.V., Eindhoven, Netherlands.
- 2.2.16 X-Ray Diffractometer, XRD ; PW3710 mpd control, Ni-filtered Cu  $K\alpha$  radiation, Philips Analytical x-ray B.V., Eindhoven, Netherlands. : เป็นเครื่องของหน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์
- 2.2.17 X-ray Generator (PW1720) และ Debye-Scherrer Camera , Ni-filtered Cu  $K\alpha$  radiation, Philips Analytical x-ray B.V., Eindhoven, Netherlands. : เป็นเครื่องของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ (ผศ.ดร.เชวง ภควัตชัย)

- 2.2.18 เบ้าอัด : ทำจากทองเหลือง มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1.9 ซม. ไว้สำหรับอัดสารให้เป็นเม็ดเพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายขณะสังเคราะห์
- 2.2.19 เตาหลอมสำหรับสังเคราะห์ทับทิมแบบที่ 1 : เป็นเตาหลอมในระบบปิด ทำในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน ใช้วิธีการนำความร้อนของแกรไฟต์ โดยใช้แท่งแกรไฟต์หรือแท่งทังสเตนเป็นอิเล็กโทรด เตาหลอมแบบนี้ใช้ในครั้งแรกๆที่ทำการทดลอง
- 2.2.20 เตาหลอมสำหรับสังเคราะห์ทับทิมแบบที่ 2 : เป็นเตาหลอมในระบบเปิด ใช้วิธีการนำความร้อนของเปลวพลาสมา (จากการแตกตัวเป็นอิออนของก๊าซอาร์กอนและไนโตรเจน) โดยใช้แท่งทังสเตนเป็นอิเล็กโทรด เตาหลอมแบบนี้ใช้ในการศึกษางานวิจัยนี้
- 2.2.21 เครื่องวัดความถ่วงจำเพาะ : ประยุกต์ใช้เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง วัดค่าความถ่วงจำเพาะแบบการชั่งน้ำหนัก โดยวางเครื่องชั่งให้สูงจากพื้นประมาณ 9 นิ้ว ใช้ลวดทองแดงดัดเป็นรูปตะกร้า (สำหรับใส่ตัวอย่างที่ต้องการชั่ง) ส่วนปลายทำเป็นขอเกี่ยวเพื่อแขวนกับห่วงของตัวเครื่องทางด้านล่าง อ่านค่าน้ำหนักที่ได้จากตัวเลขทางหน้าปัดเครื่อง

## 2.3 วิธีดำเนินการ

### 2.3.1 การสังเคราะห์ทับทิม

#### 2.3.1.1 การเตรียมสารตั้งต้นสำหรับใช้สังเคราะห์ทับทิม

ในระยะเริ่มแรกเตรียมจากของผสมระหว่างแอมโมเนียมอลูมิเนียมซัลเฟต ( $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) กับ แอมโมเนียมไดโครเมต ( $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้น โดยบรรจุสารทั้งสองลงในถ้วยกระเบื้องเคลือบ คนจนเนื้อสารกระจายตัวสม่ำเสมอแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผงสารสีเขียว ลักษณะเนื้อมีความร่วนและมีน้ำหนักเบามาก (เมื่อลองนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นพบว่าสารมีการฟุ้งกระจายมากขณะทำการสังเคราะห์อีกทั้งยังต้องผ่านขั้นตอนการเผา จึงเปลี่ยนไปใช้วิธีการเตรียมสารแบบที่สอง)

วิธีการอันหลังนี้เตรียมได้ง่ายกว่าวิธีแรกมากเพียงใช้ของผสมระหว่าง อลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) กับโครเมียมออกไซด์ ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) ผสมกันโดยตรง ซึ่งมีการแปรปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่เติมเข้าไป ของผสมถูกทำให้เป็นเนื้อเดียวโดยการเขย่าด้วยเครื่อง (ใช้ความเร็ว 280 รอบต่อนาที) เป็นเวลา 2 วัน จะได้ผงสารสีเขียว ลักษณะเนื้อ มีน้ำหนักมากกว่าแบบแรก ดังนั้นจึงเลือกใช้วิธีการนี้เตรียมสารในการสังเคราะห์ทับทิม

#### 2.3.1.2 การเตรียมในรูปผงอัดเม็ด

เมื่อผ่านจากขั้นตอนการเตรียมสารก็จะต้องนำสารตั้งต้นที่ได้ไปอัดให้เป็นเม็ด เพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายขณะสังเคราะห์จากเปลวพลาสมา โดยตักแบ่งสารมาประมาณ 4 กรัม เกลงไปในบ้าอัดแล้วใช้แรงอัด 2 ตัน/ตร.นิ้ว จะได้เม็ดสารตั้งต้นที่มีความหนาประมาณ 0.7 ซม. และมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.9 ซม.

ในส่วนของตัวบ้าอัดทำจากทองเหลือง มีส่วนประกอบทั้งหมด 4 ส่วนด้วยกัน แสดงในภาพประกอบที่ 12 มีขั้นตอนดำเนินการ ดังนี้

### วิธีประกอบเบ้าและการอัดเม็ดสาร

-นำส่วนที่ 1 ไปวางให้แนบสนิทลงบนส่วนที่ 4

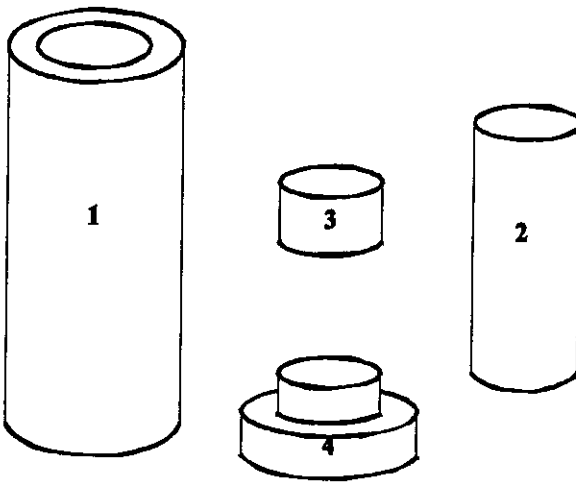
-นำส่วนที่ 3 ใส่ลงในช่องของส่วนที่ 1 จากนั้นใช้ส่วนที่ 2 ช่วยดันให้ส่วนที่ 3

ลงไปอยู่ที่ด้านล่างสุด

-ตักสารใส่ลงในส่วนที่ 1 ตามด้วยการนำส่วนที่ 2 ใส่ดันเข้าไปในช่องของส่วนที่ 1

-นำไปวางลงบนเครื่องอัดไฮดรอลิก แล้วใช้แรงอัด 2 ตัน จะได้เม็ดสารตาม

ต้องการ



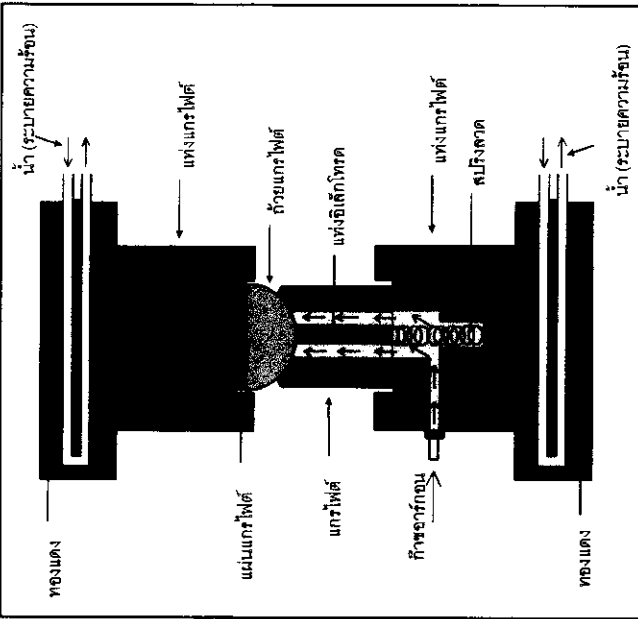
ภาพประกอบที่ 12 แสดงเบ้าอัดทองเหลืองที่ใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นในรูปเม็ด

### 2.3.1.3 การให้ความร้อนโดยใช้เตาเผาอุณหภูมิสูง

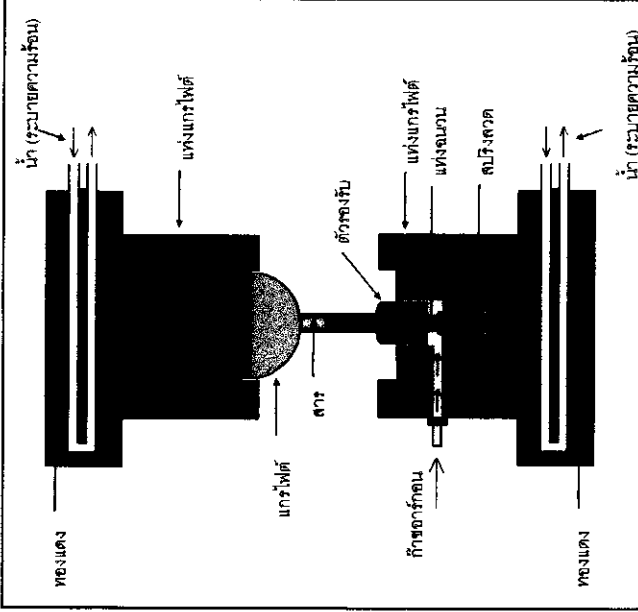
**เตาเผาแบบที่ 1** เป็นเตาเผาเครื่องแรกที่สูงขึ้น (โดย ผศ.ผดุง บุญสิน) เป็นเตาเผาแบบปิด ก่อนทดลองต้องมีการดูอากาศทิ้งและผ่านก๊าซอาร์กอนเข้าไปแทนที่ ใช้เข้าแกรไฟต์และใช้แท่งแกรไฟต์หรือแท่งทังสเทนเป็นอิเล็กโทรด แสดงในภาพประกอบที่ 13

การให้ความร้อนใช้ “ วิธีการนำความร้อนของแกรไฟต์ ” ซึ่งความร้อนเกิดจากการไหลของกระแสที่ไหลผ่านตัวเข้าแกรไฟต์และอิเล็กโทรด สารที่บรรจุอยู่ภายในเข้าจะเป็นตัวรับความร้อนที่ถูกถ่ายเทจากเข้าแกรไฟต์เข้ามาแทน วิธีนี้ปริมาณความร้อนที่สารได้รับค่อนข้างน้อยเพราะส่วนหนึ่งมีการสูญเสียไป จากที่ทำการทดลองพบว่าส่วนใหญ่สารไม่ค่อยเกิดการหลอม มีเพียงการหลอมบริเวณผิวขนาดเล็กน้อยหรือแค่ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีสารจากสีเขียวเป็นสีชมพู-แดงแกมม่วงเท่านั้น อีกทั้งปริมาณความร้อนที่ให้ออกมาน้อยกว่าเตาเผาแบบที่ 2 และยังใช้เวลาในการหลอมนานกว่า (ใช้เวลาหลายชั่วโมง)

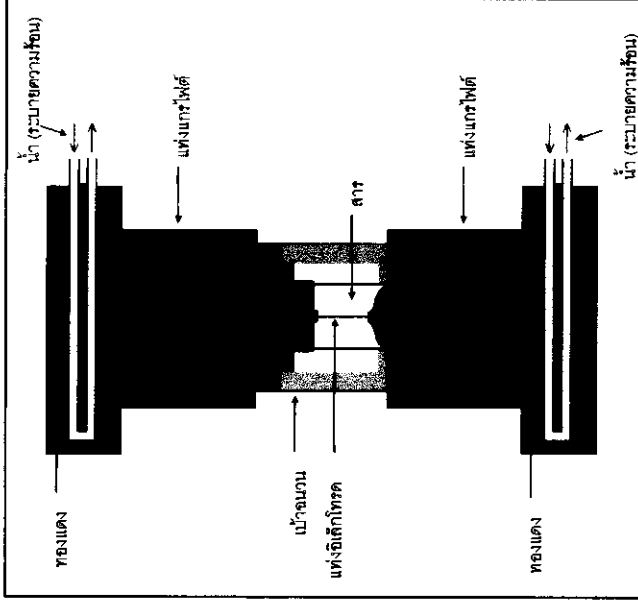
- กระแสไฟฟ้าใช้ทั้งไฟฟ้ากระแสตรงในช่วง 80-170 แอมแปร์และไฟฟ้ากระแสสลับในช่วง 115-300 แอมแปร์
- ลักษณะของเข้าที่ใช้มีหลายแบบด้วยกัน แต่ในที่นี้ขอยกมาแสดงไว้เพียงบางส่วน เพราะผลการทดลองมีแนวโน้มเหมือนกัน คือ ไม่สามารถใช้สังเคราะห์ทับทิมได้ ดังนั้น จึงยุติการทดลองและเปลี่ยนไปใช้เตาเผาแบบที่ 2



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพประกอบที่ 13 แสดงเตาเผาแบบที่ 1 ในรูปแบบต่างๆ ; (ก) เตาเผารูปทรงถ้วยแบบที่ (1) , (ข) เตาเผารูปทรงถ้วยแบบที่ (2) , (ค) เตาเผารูปทรงดัมเบล



รูปแบบที่ 1 เป็นทรงถ้วย (1) ใช้แท่งแกรไฟต์เป็นอิเล็กโทรด สารตั้งต้นถูกบรรจุไว้ในถ้วย เมื่อให้ความร้อนสารไม่เกิดการหลอมทำได้เพียงแค่เปลี่ยนสีสารตั้งต้นจากสีเขียวอ่อนเป็นสีม่วงอ่อน

รูปแบบที่ 2 เป็นทรงถ้วย (2) คล้ายกับรูปแบบแรก ต่างกันตรงที่ใส่สารไว้ในแท่งอิเล็กโทรด วิธีนี้ทำให้สารตั้งต้นเพียงแค่เปลี่ยนสีโดยสารที่อยู่บริเวณผิวด้านบนมีสีขาวแต่ที่อยู่ภายในมีสีม่วงอ่อน

รูปแบบที่ 3 เป็นรูปทรงดัมเบล แกนกลางของอิเล็กโทรดเป็นแท่งทังสเตน ส่วนหัวและท้ายทำจากแกรไฟต์และสารถูกบรรจุไว้ในเบ้า รูปแบบนี้สามารถทำให้สารเกิดการหลอมขึ้นเล็กน้อยเฉพาะบริเวณที่ติดกับแท่งอิเล็กโทรด โดยส่วนที่หลอมจะซึมแพร่ขยายไปยังส่วนที่อยู่ถัดมาภายนอก ทำให้สารมีการเกาะตัวกันลักษณะเหมือนลูกปัด ด้านนอกมีสีม่วงอ่อนส่วนด้านในมีสีม่วง

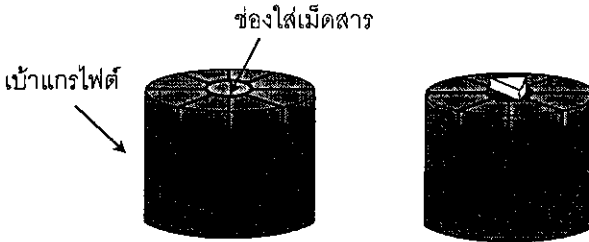
เตาเผาแบบที่ 2 เป็นเตาเผาในระบบเปิด (สร้างขึ้นโดย ผศ.ผดุง บุญสิน เช่นเดียวกัน) มีการผ่านก๊าซอาร์กอนเข้าไปเพื่อใช้ผลิตเป็นพลาสติก (หรือใช้ก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนกับไนโตรเจน) ใช้เบ้าแกรไฟต์และใช้แท่งทังสเตนเป็นอิเล็กโทรด เตาเผาเครื่องนี้ถูกนำมาใช้สังเคราะห์ทับทิมในงานวิจัยนี้

การให้ความร้อนจะใช้ " วิธีการนำความร้อนของพลาสติก " เริ่มต้นจากการใช้ high voltage ที่มีศักย์เป็นลบสูงๆใช้เป็นตัวจุดประกายให้ผลิตอิเล็กตรอนขึ้น อิเล็กตรอนพวกนี้ก็จะวิ่งไปหาขั้วบวกระหว่างนั้นก็วิ่งไปชนโมเลกุลของก๊าซ (ที่ปล่อยผ่านเข้าไปในเครื่อง) ทำให้โมเลกุลของก๊าซแตกตัวเป็นอิออนซึ่งสามารถนำไฟฟ้าได้ กระบวนการแตกตัวจะเกิดมากขึ้นเรื่อยๆเพราะโมเลกุลของก๊าซมีการชนกันระหว่างกันเองและเมื่ออยู่ภายใต้สนามไฟฟ้า (ที่ให้เข้าไป) อิออนพวกนี้ก็ถูกเหนี่ยวนำเกิดเป็น

พลาสติกขึ้น ซึ่งเรียกวิธีนี้ว่าเป็น แบบอาร์คพลาสติก รูปแบบนี้ปริมาณความร้อนที่ให้ ออกมาจะมากกว่าแบบแรก

- กระแสไฟฟ้าใช้เป็นไฟฟ้ากระแสตรง 140 แอมแปร์
- ลักษณะของเบ้าแสดงในภาพประกอบที่ 14 ตรงกลางของเบ้า

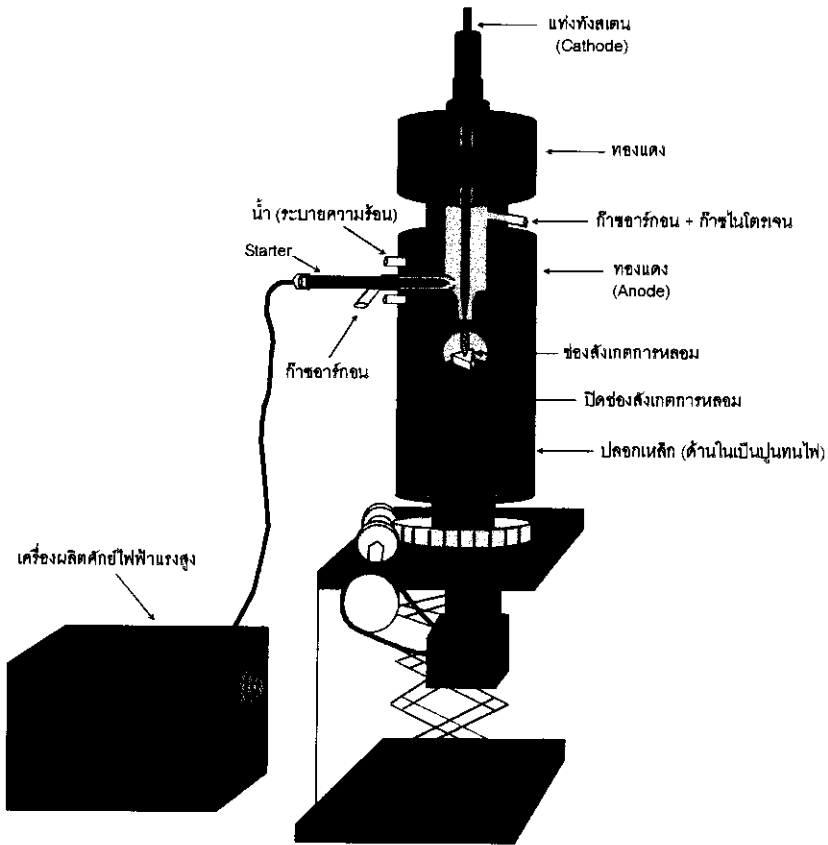
เจาะทำเป็นหลุมตื้นๆไว้สำหรับวางตัวอย่างและด้านบนมีการทำเป็นร่องเพื่อให้ระหว่าง การหลอมเปลวพลาสติกจะได้กระจายออกไปตามแนวร่อง ในขณะที่สังเคราะห์จะมีการ หมุนเบ้าด้วยเฟืองที่ต่อกับตัวมอเตอร์เป็นระยะๆ สำหรับก๊าซอาร์กอนถูกใช้เป็นตัวเชื้อเพลิงในการผลิตพลาสติกและใช้ในการจุดประกายในการผลิตอิเล็กทรอนิกส์ โดยก่อนเริ่ม ทำการสังเคราะห์จะเปิดระบบน้ำหล่อเย็นไว้เพื่อลดความร้อนของทองแดงในระหว่าง การสังเคราะห์



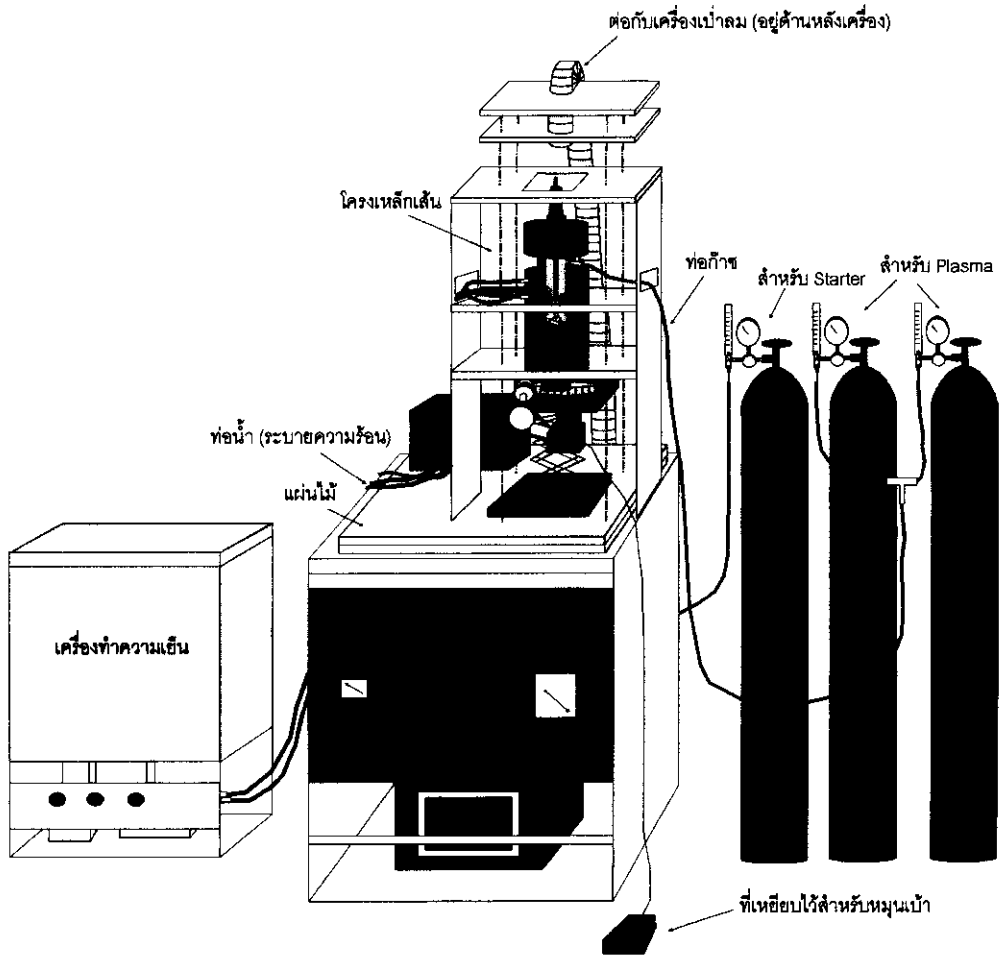
ภาพประกอบที่ 14 แสดงเบ้าที่ใช้ในการสังเคราะห์ทับทิม

### วิธีดำเนินการ

นำสารตั้งต้นที่อยู่ในรูปผงอัดเม็ดมาตัดแบ่งเป็นชิ้น (ได้ประมาณ 4-5 ชิ้นย่อย) เอาหนึ่งชิ้นย่อยไปวางลงบนเบ้าและจัดอุปกรณ์ดังภาพประกอบที่ 15 แล้วเริ่ม ดำเนินการสังเคราะห์ ขณะทำการสังเคราะห์จะหมุนเบ้าเป็นระยะๆเพื่อให้ชิ้นสารโดน ความร้อนในทุกส่วนและใช้การสังเคราะห์ทีละด้าน นั่นคือ เมื่อหลอมด้านหนึ่งจนชิ้นเนื้อ ส่วนที่หลอมมีความหนาพอแล้วก็จะพลิกเอาอีกด้านหนึ่งขึ้นไปสังเคราะห์แทน การ หลอมแต่ละครั้งใช้เวลาประมาณ 15-20 นาที และในหนึ่งตัวอย่างต้องให้ความร้อน ประมาณ 3-4 ครั้ง จึงจะได้เม็ดทับทิมสังเคราะห์ตามต้องการ



ภาพประกอบที่ 15 แสดงเตาเผาแบบที่ 2 ในขณะที่เปิดเครื่องทำการสังเคราะห์  
ทับทิม



ภาพประกอบที่ 16 แสดงโครงสร้างของเตาเผาแบบที่ 2

หมายเหตุ จุดด้อยของเตาเผาแบบที่ 2

-ปริมาณก๊าซที่ใช้ทดลองไม่สามารถบอกปริมาตรได้ เนื่องจากเปิดใช้ในระดับที่ต่ำกว่าขีดบอกปริมาตรมากๆ (เพียงให้ลูกเหล็กสั้นเท่านั้น) ยิ่งในกรณีการใช้ก๊าซไนโตรเจนด้วยแล้ว อาจสังเกตไม่เห็นว่าลูกเหล็กมีการเคลื่อนไหวเลยเพราะใช้ปริมาณน้อยกว่าก๊าซอาร์กอนมาก

-ปริมาณความร้อนที่ใช้ไม่สามารถควบคุมให้สม่ำเสมอได้ เนื่องจากมีอุปกรณ์ชิ้นหนึ่ง คือ เกลียวทองแดงที่เจาะรูไว้สำหรับใส่แท่งอิเล็กโทรดมักเกิดการหลอม เมื่อใช้งานหลายครั้งขนาดของรูก็ยิ่งกว้างขึ้นทำให้เปลวพลาสมามีขนาดใหญ่ขึ้นตาม ดังนั้นความร้อนที่ตัวอย่างได้รับในแต่ละครั้งจึงไม่เท่ากัน

-ระยะห่างของสารกับเปลวพลาสมาถูกจำกัดจากโครงสร้างของเครื่อง ในที่นี่ได้ใช้ระยะที่สูงสุดเท่าที่จะให้สารสัมผัสกับเปลวพลาสมามากที่สุด

## 2.3.2 การศึกษาคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ของโครเมียมในทับทิมสังเคราะห์

### 2.3.2.1 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรีแบบกระจายพลังงาน (EDXRF)

เครื่องเอกซเรย์สเปกโทรมิเตอร์แบบกระจายพลังงานสามารถตรวจสอบธาตุต่างๆได้อย่างรวดเร็ว สำหรับสารอนินทรีย์เครื่องชนิดนี้ให้ข้อมูลด้านองค์ประกอบได้มากในการตรวจวัดเพียงครั้งเดียว ตำแหน่งของพีคในสเปกตรัมให้ข้อมูลเชิงคุณภาพและปริมาณ นอกจากนี้เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ยังเป็นหนึ่งในจำนวนเครื่องมือชนิดที่สามารถใช้งานกับสารตัวอย่างในสถานะของแข็งที่เป็นรูปร่างใดๆก็ได้ ซึ่งรายละเอียดได้อธิบายไว้ในภาคผนวก ข

งานวิจัยเรื่องนี้ได้นำเทคนิคดังกล่าวมาใช้วิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ มีข้อได้เปรียบกว่าเทคนิคอื่น คือ สามารถตรวจวัดในรูปของแข็งได้เพียงแค่นำตัวอย่างไปผ่านการขัดผิวให้เรียบแบนเท่านั้นในกรณีที่ตัวอย่างเป็นเม็ดหรือก้อน

ถ้าตัวอย่างเป็นผงจะต้องนำไปบดให้ละเอียดเพื่อให้มีขนาดสม่ำเสมอก่อนทำการตรวจวัด จะเห็นว่าเทคนิคนี้มีประโยชน์อย่างมากสำหรับการตรวจวัดทับทิมสังเคราะห์ เพราะสามารถตรวจวัดได้ในสภาพที่เป็นเม็ดได้เลยและไม่ทำลายตัวอย่าง ทำให้สามารถนำไปตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างอัญมณีและเครื่องประดับได้

สำหรับการทดลองได้วิเคราะห์ปริมาณโครเมียมเพียงธาตุเดียว เนื่องจากเครื่อง EDXRF ที่ใช้งานไม่สามารถตรวจวัดอะลูมิเนียมได้โดยตรง (เพราะต้องทำในระบบสุญญากาศ) แต่สามารถทำการหาปริมาณอะลูมิเนียมได้โดยวิธีทางอ้อม คือ ใช้การวิเคราะห์โดยวิธีการคำนวณ ซึ่งมีคำสั่งให้เครื่องประมวลผลรวมขององค์ประกอบสารมาตรฐานเป็น 100 ถ้าทราบปริมาณโครเมียมในตัวอย่างก็สามารถหาปริมาณอะลูมิเนียมได้จากการหักลบออกจาก 100 (ซึ่งในที่นี้ใช้สารมาตรฐานที่มีองค์ประกอบเพียง 2 สาร)

### 2.3.2.1.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการทดลอง

การเลือกใช้พารามิเตอร์ต่างๆของเครื่อง เช่น พลังงานกระตุ้นของหลอดรังสีเอกซ์, กระแสไฟฟ้า, การใช้แผ่นกรองรังสี จำเป็นต้องมีการทดสอบเพื่อเลือกสภาวะที่เหมาะสม โดยทำทั้งในสารมาตรฐานและตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์เพื่อหาจุดที่ให้สัญญาณการนับภายใต้พื้นที่ฟลักของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มากที่สุด

### 2.3.2.1.2 การเตรียมสารมาตรฐาน

สารมาตรฐานอยู่ในรูปสารประกอบออกไซด์ ซึ่งเตรียมขึ้นจากของผสมระหว่างอลูมินากับโครเมียมออกไซด์ มีการแปรปริมาณโครเมียมออกไซด์ในช่วง 0.1-0.5 เปอร์เซ็นต์ (เพราะทราบปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่มีอยู่ในตัวอย่างคร่าวๆแล้ว) คำนวณและชั่งน้ำหนักของผสมแล้วเทลงในขวดรูปกรวย ใส่เม็ดพลาสติก (เม็ดเขย่า) ลงไป 3-4 เม็ด แล้วปิดปากขวดด้วยพาราฟิล์ม นำไปวางบนเครื่องเขย่าใช้อัตราหมุน 280 รอบ / นาที ทิ้งไว้ประมาณ 2 วัน เพื่อให้ของผสมเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจาก

นั้นตัดแบ่งของผสมบรรจุลงในถ้วยบรรจุสารสำหรับ XRF จนเต็ม (โดยใช้แท่งสแตนเลสวางทาบลงไป) แล้วปิดด้วยพลาสติกใส ซึ่งจะนำไปศึกษาต่อด้วย EDXRF

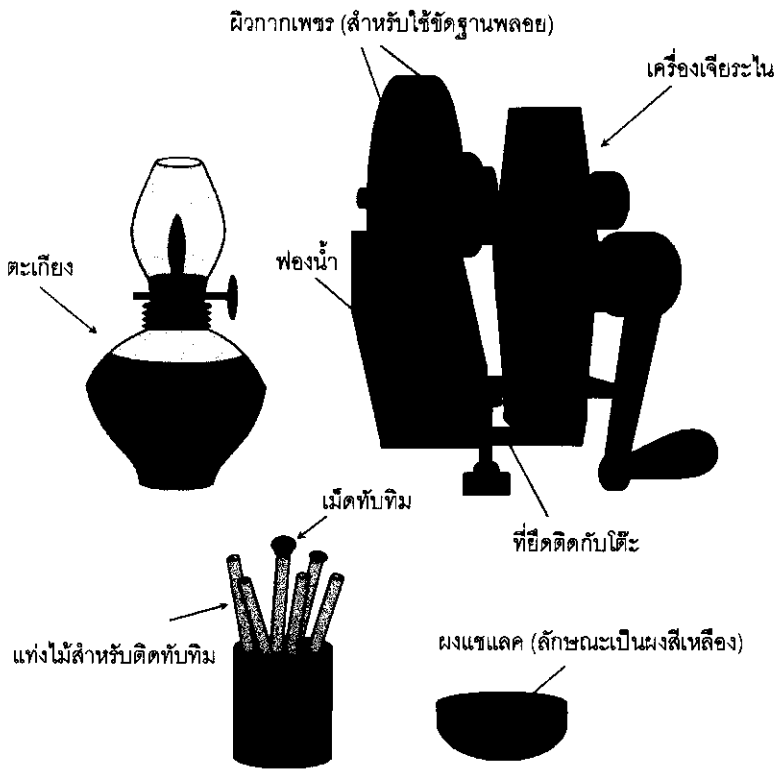
### 2.3.2.1.3 การเตรียมตัวอย่าง

ก่อนที่จะนำตัวอย่างหับทิมสังเคราะห์ไปหาปริมาณวิเคราะห์ต้องนำตัวอย่างไปขีดฐานให้เรียบ เพื่อป้องกันการเกิดฟีกจากการเลี้ยวเบน (diffraction peak) ซึ่งไม่ใช่ฟีกของธาตุใดๆ แต่เป็นฟีกที่เกิดจากรังสีเอกซ์ที่ใช้กระตุ้นตัวอย่างถูกทำให้เลี้ยวเบนที่ระนาบผลึกจากมุมต่างๆ กันและเข้าสู่หัววัดโดยเฉพาะตัวอย่างที่มีผิวโค้งหรือเหลี่ยมผิวที่ถูกเจียรระไนแล้ว จากนั้นจึงนำไปแช่ในสารละลายกรดไนตริก 0.5 โมลาร์ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและทิ้งไว้ให้แห้งในอากาศ (เพื่อล้างทำความสะอาดผิวหน้าที่สกปรกของหับทิมสังเคราะห์)

#### วิธีการขีดฐานพลอย

การขีดฐานพลอยเริ่มต้นจากการติดตัวอย่างพลอยบนแท่งไม้หรือ ที่เรียกกันว่า การปั้นทวน (ทวน คือ แท่งไม้ใช้สำหรับติดชิ้นพลอย) โดยใช้ปลายทวนด้านหนึ่งเผาไฟจากตะเกียงจนทวนร้อนแล้วนำไปจุ่มกับผงแซแลค จากนั้นนำไปฉลไฟให้แซแลคละลายเป็นเนื้อนุ่มแล้วใช้คีมหนีบตะกั่วกับแซแลคที่หลอมเหลวพร้อมทั้งหมุนทวน ทำเช่นนี้ซ้ำไปมาจนได้รูปร่างของแซแลคที่ติดปลายทวนเป็นดอกบัวตูม ก็เสร็จสิ้นขั้นตอนการปั้นทวน

ต่อมาต้องทำการติดพลอยกับทวนโดยใช้คีมหนีบพลอยไปเผาไฟให้ร้อนแล้วนำพลอยที่ร้อนมากดให้ติดกับแซแลคที่ปลายทวนที่ปั้นจนติดแน่น นำไปขีดฐานบนผิวกากเพชรของเครื่องเจียรระไน ซึ่งสามารถขีดได้ทั้งสองหน้า คือ หน้าด้านบนและด้านข้าง นอกจากนี้ได้มีการรองฟองน้ำที่ชุ่มน้ำไว้ให้สัมผัสกับผิวกากเพชรเพื่อลดความร้อนที่เกิดจากการเสียดสี ขณะที่ทำการขีดสามารถปรับความเร็วในการเจียรระไนได้จากการหมุนด้ามหมุนที่เจียรระไน เมื่อตัวอย่างถูกขีดฐานจนเรียบแบนแล้วต้องนำไปแช่ในสารละลายกรดไนตริกเจือจางเพื่อทำความสะอาดผิวด้านนอก



ภาพประกอบที่ 17 แสดงเครื่องและอุปกรณ์การขัดฐานพลอย

#### 2.3.2.1.4 การวางสารมาตรฐานและตัวอย่าง

การวางวัตถุบนเครื่อง EDXRF ต้องจัดวางให้อยู่ในตำแหน่งที่รังสีเอกซ์ส่องผ่าน แต่เนื่องจากขนาดตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์มีขนาดเล็กกว่าลำรังสีเอกซ์ที่ใช้กระตุ้นจึงอาจเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นได้ เพราะลำรังสีเอกซ์อาจจะโดนส่วนโค้งของตัวอย่าง ดังนั้นจึงต้องใส่ Collimator เพื่อลดขนาดของลำรังสีเอกซ์ทั้งหมดให้เล็กลงโดยมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3 มม. แล้วจัดวางตัวอย่างบริเวณที่รังสีเอกซ์ส่องผ่าน (พิจารณาจากแผ่นฟิล์ม) สำหรับสารมาตรฐานใช้การตรวจในถ้วยจึงไม่มีปัญหาเรื่องการเลี้ยวเบนและสามารถวางได้เต็มพื้นที่ตรวจวัดที่มีขนาดพื้นที่วิเคราะห์ใหญ่กว่าบริเวณที่รังสีเอกซ์ส่องผ่าน



### 2.3.2.1.5 การทดสอบความหนา

เนื่องจากทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้นมีขนาดเล็กจึงจำเป็นต้องมีการทดสอบความหนา เพราะตัวอย่างชนิดเดียวกันแต่มีความหนาไม่เท่ากันก็ให้ค่าความเข้มต่างกันและถ้าเป็นตัวอย่างคนละชนิดกันแล้วระดับความหนาที่เหมาะสมในการตรวจวัดก็จะแตกต่างกันด้วยซึ่งขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของตัวอย่าง ดังนั้นความหนาของตัวอย่างจึงมีความสำคัญต่อการวิเคราะห์ในเชิงปริมาณ

วิธีการทดสอบ คือ นำแผ่นทองแดงพับติดไว้บนทับทิมสังเคราะห์ด้วยเทปกาวสองหน้าแบบบาง นำไปตรวจวัดแล้วอ่านค่าความเข้มของฟลักทองแดง โดยเทียบค่าความเข้มก่อนและหลังติดแผ่นทองแดงว่าให้ค่าเท่ากันหรือไม่ ถ้าให้ค่าเท่ากันแสดงว่าตัวอย่างมีความหนาพอแล้ว นอกจากนี้ยังได้ทดสอบความหนาที่เหมาะสมในตัวอย่างผงสารตั้งต้นที่ต้องการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย

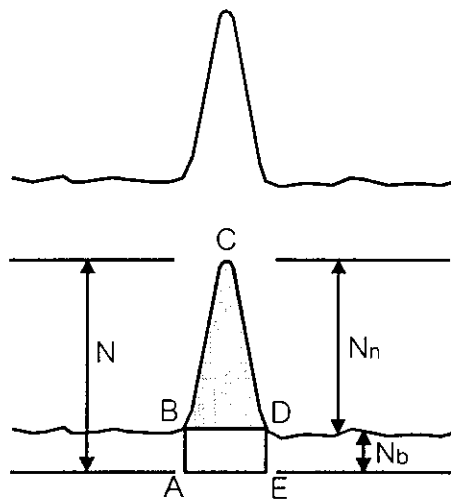
### 2.3.2.1.6 การวิเคราะห์ทางคุณภาพ

การหาค่าประกอบของธาตุในตัวอย่างด้วยเทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ธาตุ เบอริลเลียม (Be) - ยูเรเนียม (U) แต่เนื่องจากขีดจำกัดของเครื่อง EDXRF ที่ใช้วิเคราะห์ไม่สามารถตรวจหาธาตุบางตัวได้ อย่างเช่น Al, C, Si, Mg เป็นต้น (เนื่องจากไม่มีระบบสุญญากาศ) ซึ่งแก้ปัญหาโดยใช้เทคนิคอื่นร่วมทำการศึกษาและข้อจำกัดนี้เกิดเพียงกับธาตุที่มีเลขอะตอมต่ำเท่านั้น ส่วนธาตุที่มีเลขอะตอมสูงกว่าโพแทสเซียม (K) สามารถตรวจหาได้ตามปกติ

สำหรับทับทิมสังเคราะห์เมื่อทำความสะอาดสิ่งสกปรกที่ผิวด้านนอกในขั้นตอนการขัดฐานพลอยแล้ว ก่อนนำไปตรวจวัดตัวอย่างจะถูกล้างด้วยเอทานอลอีกครั้งหนึ่งเพื่อขจัดคราบต่างๆบริเวณผิวด้านนอก ส่วนตัวอย่างอื่นๆสามารถนำมาตรวจวัดได้โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการล้าง

### 2.3.2.1.7 การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมโดยใช้การคำนวณ

ในการทดลองนี้ใช้โปรแกรม EDXRF รุ่นเวอร์ชัน 1.35 คำนวณหาปริมาณโครเมียมซึ่งจะแสดงออกมาในรูปแบบเปอร์เซ็นต์โครเมียมออกไซด์ โดยอาศัยวิธีทางสถิติและพารามิเตอร์มูลฐาน (Fundamental Parameters) เข้ามาช่วย เพียงใช้เครื่อง EDXRF ตรวจวัดสเปกตรัม ซึ่งต้องกำหนดบริเวณที่อ่านพื้นที่ใต้พีก หรือ ย่านที่สนใจ (ใช้อักษรย่อว่า ROI ) ไว้ในช่วง Cr  $K\alpha$  - Net ROI 5140 - 5680 eV เป็นตำแหน่งการเกิดพีกของโครเมียมจากเส้น  $K\alpha$  แล้วเครื่องจะดำเนินการอ่านสัญญาณสุทธิของธาตุโครเมียมและทำการประมวลผลแสดงในรูปแบบเปอร์เซ็นต์โครเมียมออกไซด์ออกมาให้



ภาพประกอบที่ 18 แสดงการอ่านข้อมูลจากสเปกตรัม (สัมพันธ์, 2541 : 202)

โดย	$N_b$	คือ	สัญญาณพื้นหลัง (Background)
	$N_n$	คือ	สัญญาณสุทธิ (Net)
	$N$	คือ	สัญญาณนับรวม (Gross)

การอ่านค่าสัญญาณสุทธิ ใช้วิธีคำนวณเฉลี่ยโดยถือว่าถ้าลากเส้นตรง BD แล้วจะได้แนวของเส้นฐานซึ่งสัญญาณที่อยู่ภายในกรอบสี่เหลี่ยม ABDE นี้ก็คือ  $N_0$  ส่วนสัญญาณภายในพื้นที่ BCD เป็นสัญญาณสุทธิ (โดย สัญญาณสุทธิ = สัญญาณนับรวม - สัญญาณพื้นหลัง) ปัจจุบันสิ่งเหล่านี้เป็นส่วนหนึ่งของโปรแกรมเมื่อได้สเปกตรัมก็สามารถใช้โปรแกรมทำงานต่อตั้งแต่กำหนด ROI จนได้ตัวเลข  $N$ ,  $N_0$  และ  $N_n$  ทั้งหมด

### 2.3.2.1.8 การหาค่าขีดจำกัดการตรวจหาและสภาพไวของโครเมียม

▪ ขีดจำกัดในการตรวจหา หมายถึง ปริมาณหรือความเข้มข้นต่ำสุดของธาตุใดๆที่จะสามารถตรวจวัดได้โดยเครื่องมือและวิธีการที่เลือกมาใช้ในการวิเคราะห์

การหาค่าขีดจำกัดการตรวจหาของธาตุโครเมียม ได้ทำทั้งในตัวอย่างผงสารตั้งต้นและเม็ดทับทิมสังเคราะห์ ซึ่งแสดงอยู่ในรูปเปอร์เซ็นต์โครเมียมออกไซด์ โดยกำหนดให้เครื่องอ่านรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุโครเมียม จากนั้นนำตัวอย่างมาตรวจวัด เครื่องจะอ่านค่าสัญญาณนับรวม (Gross) และสัญญาณสุทธิ (Net) ของโครเมียมออกมาให้ เราสามารถหาสัญญาณพื้นหลัง (Background) ได้ โดยใช้ความสัมพันธ์ คือ สัญญาณนับรวม - สัญญาณสุทธิ = สัญญาณพื้นหลัง แล้วนำมาคำนวณตามสูตรข้างล่าง สำหรับวิธีการนั้นจะใช้ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถให้สัญญาณเท่ากับสามเท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสัญญาณพื้นหลังในบริเวณเดียวกัน สาเหตุที่ใช้สามเท่า (ซึ่งทำให้เลข 3 ปรากฏในสมการ) เป็นเพราะใช้ระดับความเชื่อมั่น 99% ซึ่งครอบคลุมช่วงกว้าง  $\pm 3$  (ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน) นั่นเอง (สัมพันธ์, 2541 : 211)

$$C_{DL} = \frac{3\sqrt{I_b}}{M\sqrt{t}}$$

$C_{DL}$  เป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถจะตรวจวัดได้

$I_b$  เป็นความเข้มของสัญญาณพื้นหลัง มีหน่วยเป็น cps

$M$  เป็นความเข้มข้นของรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุต่อความเข้มข้น มีหน่วยเป็น cps/% หรือ cps/ppm (ถ้าใช้เป็น %หรือ ppm ตามลำดับ)

$t$  เป็นเวลาที่ใช้ในการตรวจวัด

- สภาพไว หมายถึง อัตราส่วนการเปลี่ยนแปลงสัญญาณสุทธิต่อการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น

การหาสภาพไวของธาตุโครเมียม ได้ทดสอบทั้งในตัวอย่างผงสารตั้งต้นและเม็ดทับทิมสังเคราะห์เช่นเดียวกับขีดจำกัดการตรวจหา คำนวณได้จากการนำค่าความเข้มหารด้วยความเข้มข้น ซึ่งค่าความเข้มได้จากการนำค่าสัญญาณสุทธิหารด้วยเวลาวิเคราะห์นั่นเอง ดังนั้น หน่วยของสภาพไวจึงเป็น cps/% (Kaelble, 1967 : 32-1)

### 2.3.2.2 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรีแบบกระจายคลื่น (WDXRF)

WDXRF เป็นเทคนิคกลุ่มเดียวกับ EDXRF ที่ศึกษาทางสเปกโทรสโกปีเกี่ยวกับการปล่อยพลังงาน ใช้การตรวจวัดพลังงานในรูปรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุในตัวอย่าง ใช้การกระตุ้นจากหลอดรังสีเอกซ์ที่มีกำลังสูงแล้วให้ผลึกแยกหรือกระจายรังสีเอกซ์ โดยช่วงที่รังสีเอกซ์ตกกระทบที่หน้าผลึกก็มีการสูญเสียไปส่วนหนึ่งเนื่องจากเกิดการสะท้อนกลับด้วยทำให้มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดต่ำ เป็นผลให้ต้องใช้หลอด

รังสีเอกซ์ที่มีกำลังไฟฟ้าสูงและยังต้องมีระบบน้ำเย็นระบายความร้อนจากหลอด รวมถึงอันตรายจากรังสีมีมากกว่า, มีขนาดใหญ่และราคาแพง แต่มีข้อได้เปรียบเรื่องการแยกดีกว่าทำให้มีขีดจำกัดการตรวจหาดีกว่าด้วย ถ้าใช้วิเคราะห์ในเชิงคุณภาพก็ยังไม่ค่อยสะดวกนักเนื่องจากต้องค่อยๆกวาด (scan) เป็นมุมกว้างให้ทั่วถึงและช้าๆ

เทคนิคนี้ถูกนำมาใช้ศึกษาองค์ประกอบของสารตั้งต้นและหาปริมาณโครเมียมในผงสารตั้งต้น (ของผสมระหว่างอลูมินาและโครเมียมออกไซด์) เท่านั้น ไม่ได้นำไปศึกษาในเม็ดทับทิมสังเคราะห์เพราะว่าการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (จากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์) ใช้วิธีเติมสารมาตรฐาน (Standard addition) ซึ่งตัวอย่างต้องอยู่ในรูปผง

### 2.3.2.3 การศึกษาด้วยเทคนิคอิเล็กตรอนโพรบไมโครแอนาไลซิส (EPMA)

เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการตรวจหาองค์ประกอบของสารตัวอย่างทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ และยังเป็นเทคนิคที่นิยมใช้วิเคราะห์ในทางอัญมณี มีข้อได้เปรียบเรื่องการไม่ทำลายตัวอย่าง อีกทั้งยังวิเคราะห์พวกตำหนักที่มีความกว้างขนาดไมโครเมตรได้อย่างสมบูรณ์ รวมถึงยังเลือกบริเวณหรือจุดที่ต้องการได้ เช่น บริเวณตำหนักภายใน หรือ บริเวณแถบสี (Dunn, 1977) ใช้การกระตุ้นตัวอย่างด้วยลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงและตรวจวัดรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุที่ปล่อยออกมาในรูปร่างเอกซ์เฉพาะ ซึ่งรูปภาพองค์ประกอบของเครื่องแสดงไว้ในภาคผนวก จ

ตัวอย่างเม็ดทับทิมสังเคราะห์ที่ต้องการวิเคราะห์จะผ่านการทำความสะอาดผิวด้วยสารละลายกรดไนตริกเจือจางเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เช่นเดียวกับในเทคนิค EDXRF โดยศึกษาทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์โครเมียมในตัวอย่างผงสารตั้งต้นและทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น ขอรับการบริการจากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ ซึ่งการวิเคราะห์เชิงปริมาณใช้วิธีแบบ SEM Quant, Analysed all elements normalized

### 2.3.3 การศึกษาคุณลักษณะของทับทิม

#### 2.3.3.1 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เป็นการศึกษาปรากฏการณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัตถุใดๆ ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการหาโครงสร้างผลึกซึ่งสามารถบอกรายละเอียดของขนาดหน่วยเซลล์, รูปร่าง และข้อมูลอื่นๆของผลึกที่เป็นประโยชน์ รังสีเอกซ์ที่นิยมมากที่สุด คือ รังสีเอกซ์ที่เกิดจากแหล่งกำเนิดที่ทำด้วยโลหะทองแดง (Cu) หรือ โมลิบดีนัม (Mo) โดยปกติมักเลือกใช้เฉพาะ  $K\alpha$  ส่วนความเข้มของ  $K\beta$  และ รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นอื่นๆจะถูกกำจัดออกไปด้วยตัวกรอง (Selective filter) ที่เหมาะสม เช่น การใช้ निकเกิล (Ni) ความหนา 0.015 มม. เป็นตัวกรองเพื่อเลือกเฉพาะ รังสีเอกซ์  $K\alpha$  จากทองแดง (ความยาวคลื่น 1.542 Å) เป็นต้น

สำหรับงานวิจัยนี้ได้ใช้ศึกษาโครงสร้างของตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์ (ที่ผ่านการบดจนเป็นผงละเอียดเรียบร้อยแล้ว) ทั้งวิธีการถ่ายรูปสำหรับผงด้วยกล้องเดอบาย-เชอร์เรอร์และจากเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์ ซึ่งรายละเอียดของวิธีการแสดงไว้ในภาคผนวก จ นอกจากนี้ยังได้ศึกษาในทับทิมสังเคราะห์ (จากวิธีเฟลมฟิวชั่น) ด้วยการหาโครงสร้างด้วยวิธีถ่ายรูป ได้รับความอนุเคราะห์จาก ผศ.ดร. เซวง ภควัตชัย, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตหาดใหญ่ และคุณสาวิตรี ชาญด้วยกิจ ส่วนวิธีวัดจากเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์ขอรับบริการจากหน่วยเครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์

### 2.3.3.2 การศึกษาด้วยเทคนิคอัลตราไวโอเลตและวิซิเบิลสเปกโทรสโกปี

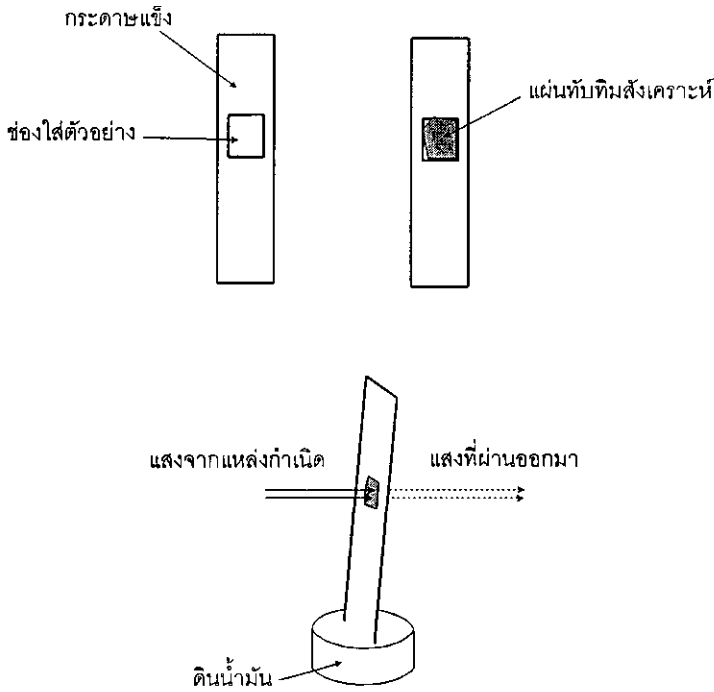
(UV-Vis)

เทคนิคนี้ถูกนำมาศึกษาการดูดกลืนแสงของทับทิมสังเคราะห์ (เป็นสารประกอบของอลูมินาที่มีโครเมียมเป็นธาตุมลทินและเป็นสารสี) ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ชนิดหนึ่งที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงวิซิเบิล ผลจากการดูดกลืนแสงทำให้อิเล็กตรอนเดี่ยวภายในออร์บิทัล d ของไอออนโครเมียมเกิดการแทนที่ชั้นปรากฏเป็นแถบการดูดกลืนขึ้น 2 แถบด้วยกัน ซึ่งตำแหน่งของยอดแถบดูดกลืนจะมีผลต่อสีที่ปรากฏในทับทิมความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบของสีที่ถูกดูดกลืนและสีที่มองเห็นในวัตถุจะเป็นตัวช่วยอธิบายว่า "ทำไมทับทิมจึงมีสีแดง?" ซึ่งแสดงไว้ในไว้ภาคผนวก ง รวมทั้งยังได้ศึกษาสารละลายของโครเมียมออกซาลेटร่วมด้วย

#### วิธีการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์มีการดัดแปลงวิธีการเตรียมตัวอย่างเล็กน้อย เพราะว่าตัวอย่างที่นำมาตรวจวัดเป็นของแข็ง ดังนั้น ตัวอย่างจะต้องถูกนำมาฝนให้เป็นแผ่นบางและเรียบเพื่อที่จะให้แสงสามารถทะลุผ่านได้ ในที่นี้ศึกษาทั้งตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์ (จากวิธีเฟลมฟิวชั่น) และทับทิมสังเคราะห์ (ที่ทำขึ้นเอง) มีความหนาประมาณ 0.12 และ 0.18 ซม. ตามลำดับ

นำกระดาษแข็งขนาดยาวประมาณ 5 ซม. กว้าง 1 ซม. มาตัดให้เป็นช่องที่ตรงกลางของแผ่นกระดาษ กะขนาดของช่องให้พอเหมาะกับขนาดแผ่นทับทิมแล้วเอาแผ่นทับทิมมาใส่ไว้ในช่องจะได้แผ่นตัวอย่างที่พร้อมวิเคราะห์ เวลาตั้งแผ่นตัวอย่างในเครื่องจะใช้ดินน้ำมันติดยึดเป็นฐาน ดังภาพประกอบที่ 19 ส่วนในกรณีของสารละลายใช้การบรรจุลงในคิวเวทท์ (Cuvettes)



ภาพประกอบที่ 19 แสดงการจัดวางทับทิมสังเคราะห์ในเครื่องยูวีวิชิเบิล

### 2.3.3.3 การหาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity)

ความถ่วงจำเพาะเป็นสมบัติทางกายภาพอย่างหนึ่งที่นิยามรายงานควบคู่กับทับทิมสังเคราะห์ที่ผลิตได้ วิธีการหาสามารถทำได้ 2 วิธี คือ วิธีไฮโดรสแตติก (Hydrostatic Weighing) เป็นการหาค่าความถ่วงจำเพาะอย่างละเอียด ใช้การชั่งน้ำหนักพลอยในอากาศและในน้ำ อีกวิธีเป็นการใช้น้ำยา (Heavy liquids) เป็นการหาค่าความถ่วงจำเพาะโดยประมาณ ซึ่งใช้น้ำยาที่ทราบค่าความถ่วงจำเพาะแล้ว โดยดูจากอัตราการจมหรือลอย (สุมาลี, 2541 : 44-47)

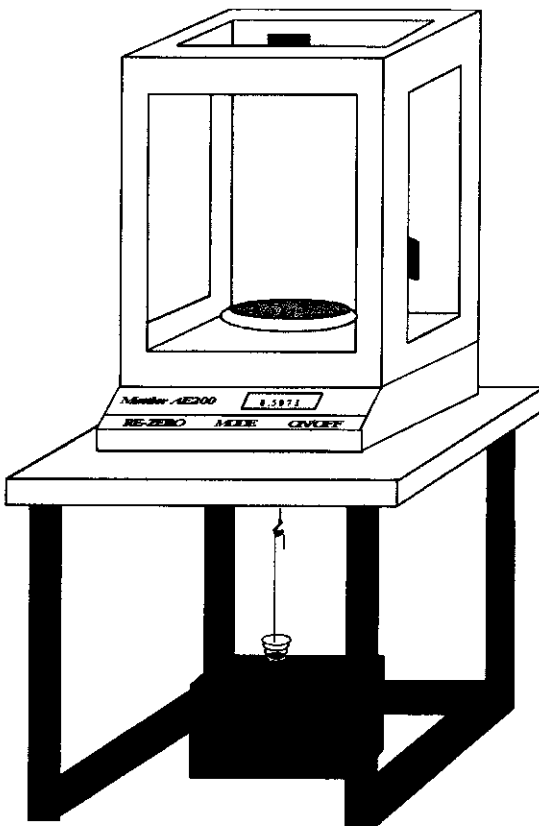
ในการทดลองที่นี้ได้ประยุกต์เครื่องชั่งตัวเลขทศนิยม 4 ตำแหน่งมาทำการหาความถ่วงจำเพาะของทับทิมสังเคราะห์ โดยใช้วิธีวัดแบบชั่งน้ำหนัก



## วิธีการวัดความถ่วงจำเพาะ

### ■ ชั่งน้ำหนักในอากาศ ดูภาพประกอบที่ 20

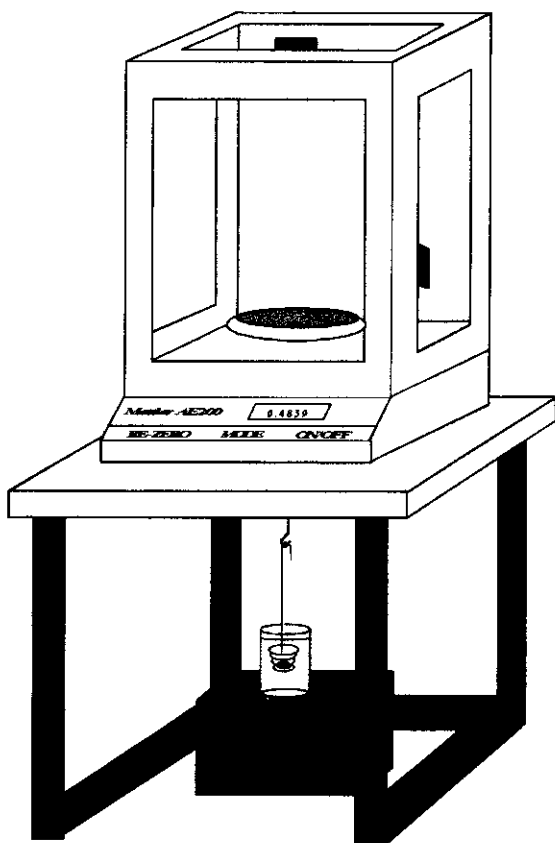
1. แขนงปลายของของลวดที่ติดเป็นรูปตะกร้า (ไว้สำหรับใส่ตัวอย่างที่ต้องการชั่ง) เกี่ยวกับห่วงของตัวเครื่องทางด้านล่าง
2. กดปุ่ม Re-Zero ที่หน้าปัดเครื่องเพื่อปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์
3. ใส่ตัวอย่างที่ต้องการชั่งในตะกร้า แล้วอ่านและบันทึกน้ำหนักของตัวอย่างในอากาศ



ภาพประกอบที่ 20 แสดงการชั่งน้ำหนักทับทิมสังเคราะห์ในอากาศ

■ ชั่งน้ำหนักในน้ำ ดูภาพประกอบที่ 21

1. เติมน้ำกลั่น (ในการทดลองนี้ใช้ปริมาตรน้ำ 50 มิลลิลิตร) ลงในปิกเกอร์ขนาดเล็ก แล้วแขวนปลายขอของลวดที่ตัดเป็นรูปตะกร้าเกี่ยวกับห่วงของตัวเครื่องทางด้านล่าง จัดอุปกรณ์ดังรูป
2. กดปุ่ม Re-Zero ที่หน้าปัดเครื่องเพื่อปรับน้ำหนักให้เป็นศูนย์
3. ใส่ตัวอย่างที่ต้องการชั่งในตะกร้า แล้วอ่านและบันทึกน้ำหนักของตัวอย่างในน้ำ



ภาพประกอบที่ 21 แสดงการชั่งน้ำหนักทับทิมสังเคราะห์ในน้ำ

เมื่อชั่งน้ำหนักตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว นำไปคำนวณตามสูตรข้างล่าง  
ก็จะทราบค่าความถ่วงจำเพาะ

$$\text{ความถ่วงจำเพาะ} = \frac{\text{น้ำหนักพลอยในอากาศ}}{\text{น้ำหนักพลอยในอากาศ} - \text{น้ำหนักพลอยในน้ำ}}$$

ขีดจำกัดของวิธีนี้ คือ ตัวอย่างควรมีน้ำหนักอย่างน้อย 1 กะรัต (น้ำหนัก 1 กะรัต เท่ากับ 0.2 กรัมหรือ 200 มิลลิกรัม) ถ้ามีน้ำหนักน้อยกว่านี้การหาค่าความถ่วงจำเพาะต้องมีความระมัดระวังมาก (วิลาว์ธีย์, 2530)

นอกจากการวัดความถ่วงจำเพาะของทับทิมสังเคราะห์ที่ได้แล้ว ยังตรวจวัดกับทับทิมสังเคราะห์ที่ขายในท้องตลาด รวมถึงการหาค่าความหนาแน่นของผงสารตั้งต้นอัดเม็ดที่ใช้ในการสังเคราะห์ทับทิม ซึ่งสามารถคำนวณได้จาก

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{มวล}}{\text{ปริมาตร}}$$

โดยผงสารตั้งต้นอัดเม็ดเตรียมขึ้นจากการแตกแบ่งสารตั้งต้นประมาณ 4 กรัม นำไปอัดเม็ดด้วยแรงประมาณ 2 ตัน/ตร.นิ้ว จะได้เม็ดสารออกมาเป็นรูปทรงกระบอก ดังนั้น ปริมาตรที่ใช้แทนในสมการจึงเป็นปริมาตรของทรงกระบอกและมวลที่ใช้เป็นน้ำหนักที่ได้จากการชั่งในอากาศ