

บทที่ 3

ผลการวิจัย

3.1 การสังเคราะห์ทับทิม

เมื่อใช้เตาเผาแบบที่ 2 สังเคราะห์ทับทิมโดยใช้สารตั้งต้นในรูปผงอัดเม็ด (ของผสมระหว่างอลูมินากับโครเมียมออกไซด์) ในสภาวะที่ใช้ก๊าซอาร์กอนอย่างเดียว พบว่าสารเกิดการหลอมเฉพาะที่บริเวณผิวหน้าแต่ไม่สามารถหลอมเนื้อสารที่อยู่ด้านในได้ จึงใช้ก๊าซไนโตรเจนปริมาณเล็กน้อยผสมเข้าไปปรากฏว่าการหลอมของเนื้อสารสามารถเกิดได้มากขึ้น (แต่เมื่อหากปรับเพิ่มก๊าซไนโตรเจนเข้าไปอีกจะเกิดการอาร์คทำให้อิเล็กโทรดหลอมหยดลงมาบนสารซึ่งเป็นข้อจำกัดอย่างหนึ่งในการสังเคราะห์)

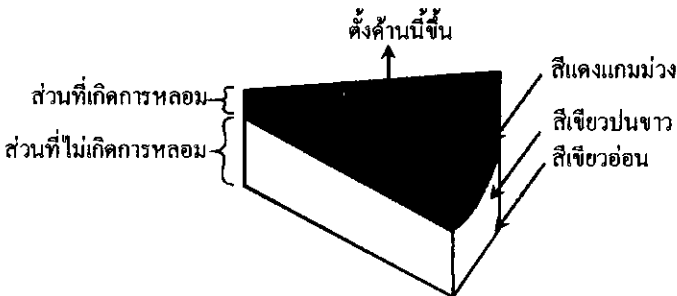


หลอมด้านเดียว



หลอมทั้งสองด้าน

ลักษณะตัวอย่างที่ผ่านการหลอม



ความแตกต่างของสีในแต่ละส่วนของเม็ดทับทิม

ภาพประกอบที่ 22 แสดงสีของชิ้นทับทิมสังเคราะห์เมื่อรับความร้อน

การให้ความร้อนครั้งแรกในแต่ละเม็ด เนื้อสารส่วนที่สัมผัสกับเปลวพลาสมา (ส่วนบนสุด) เกิดการหลอมและเปลี่ยนจากสีเขียวอ่อนของสารตั้งต้นเป็นสีม่วงแกมแดงของทับทิม เนื้อสารชั้นถัดลงมา (ยังไม่เกิดการหลอม) เกาะตัวกันแน่นขึ้นและสีของเนื้อสารจะจางลงเป็นสีเขียวปนขาว ส่วนเนื้อสารด้านล่างที่เป็นส่วนฐานสียังคงไม่มีการเปลี่ยนแปลง หลังจากนั้นนำไปให้ความร้อนซ้ำที่หน้าเดิมจนชั้นของเนื้อส่วนที่หลอมมีความหนาขนาดพอที่จะพลิกหน้าตัวอย่างอีกด้านหนึ่งขึ้นสังเคราะห์แทนจะได้ลักษณะตัวอย่างที่ผ่านการหลอม ดังภาพประกอบที่ 22 เมื่อถึงขั้นตอนนี้ พบว่า เนื้อของเม็ดทับทิมที่อยู่ชั้นกลางระหว่างด้านบนและด้านล่างยังหลอมไม่หมด (สังเกตจากช่วงขนะสังเคราะห์) ดังนั้น จึงนำไปให้ความร้อนต่อไปอีก 1-2 ครั้ง (ทั้งนี้ขึ้นกับเวลาที่ใช้สังเคราะห์และขนาดตัวอย่างด้วย) จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นทับทิมสังเคราะห์สีแดงแกมม่วงผิวโค้งมนเป็นมัน เนื้อทับทิมค่อนข้างทึบต่อแสง โดยสีของทับทิมสังเคราะห์ขึ้นอยู่กับปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่เติมลงไปในสารตั้งต้น ถ้าเติมโครเมียมออกไซด์ประมาณ 0.5% จะมีสีแดงแกมม่วงเข้ม และถ้าโครเมียมออกไซด์ประมาณ 0.3% จะมีสีแดงแกมม่วงอ่อน ดังภาพประกอบที่ 23-24



ภาพประกอบที่ 23 แสดงทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น (เติมโครเมียมออกไซด์ 0.3007%)



ภาพประกอบที่ 24 แสดงทั้งปริมสังเคราะห์ที่เพิ่มขึ้น (เคมีโครเมียมออกไซด์ 0.5007%)

3.2 การศึกษาคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ของโครเมียมในทับทิมสังเคราะห์

3.2.1 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรีแบบกระจาย

พลังงาน (EDXRF)

3.2.1.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการทดลอง

เมื่อทดสอบการเลือกใช้ค่าพลังงานกระตุ้นตัวอย่าง โดยทำการแปรปริมาณกระแสและศักย์ไฟฟ้าทั้งในตัวอย่างผงและเม็ดทับทิมสังเคราะห์ พบว่า ค่าสัญญาณเพิ่มขึ้นตามปริมาณกระแสไฟฟ้าและศักย์ไฟฟ้า ดังแสดงในตารางที่ 11-12

ตารางที่ 11 แสดงค่าสัญญาณภายใต้สภาวะต่างๆในตัวอย่างผง

ศักย์ไฟฟ้า (kV)	กระแสไฟฟ้า (mA)	สัญญาณนับรวม (count)	สัญญาณสุทธิ (count)	Dead time (%)
20	0.10	1013	145	13
25	0.10	1565	333	23
25	0.20	3073	889	35
25	0.25	3816	1156	41
25	0.30	4623	1193	45
25	0.35	5168	1668	48

หมายเหตุ

-ตัวอย่างที่นำมาทดสอบในสภาพผงและเม็ด เป็นสารตัวเดียวกัน (มีความเข้มข้น 0.5007% ใช้เวลาตรวจวัด 30 วินาที) แต่มีความต่างกัน คือ สารในรูปเม็ดจะผ่านขั้นตอนการสังเคราะห์แล้ว แต่ในรูปผงยังไม่ผ่านการสังเคราะห์

-ค่า Dead time ควรมีค่าประมาณ 50% หรือใกล้เคียงกับ 50% จึงถือว่าอยู่ในระดับที่ดี

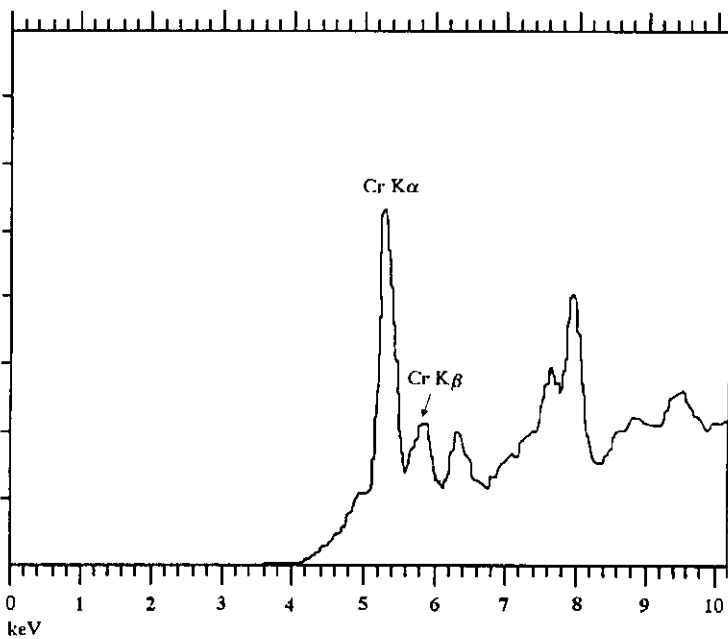
ตารางที่ 12 แสดงค่าสัญญาณภายใต้สภาวะต่างๆในตัวอย่างเม็ด

ศักย์ไฟฟ้า (kV)	กระแสไฟฟ้า (mA)	สัญญาณนับรวม (count)	สัญญาณสุทธิ (count)	Dead time
20	0.35	899	255	16
25	0.10	416	66	15
25	0.20	809	235	19
25	0.25	1043	273	23-25
25	0.30	1311	569	27
25	0.35	1487	591	29
30	0.20	1281	343	35
30	0.30	1880	508	43
30	0.35	2245	551	45-48

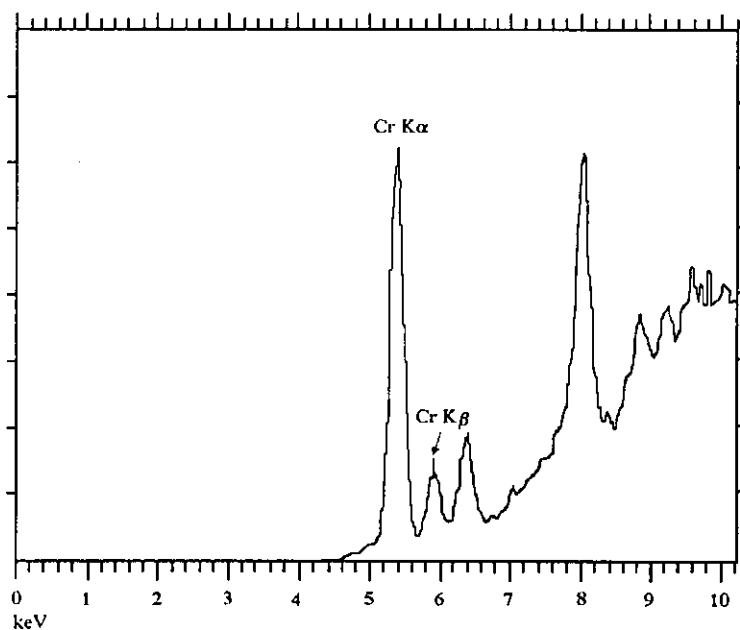
เมื่อเปรียบเทียบค่าสัญญาณในรูปผงกับเม็ด เห็นได้ว่า แม้จะใช้ค่าพลังงานกระตุ้นเท่ากันแต่ค่าสัญญาณมีค่าไม่เท่ากัน ในรูปผงให้ค่าสัญญาณมากกว่าในรูปเม็ด ทั้งนี้ในการทดลองต้องเลือกค่าพารามิเตอร์ในจุดที่สามารถทำการตรวจวัดได้ทั้งในรูปผงและเม็ด นั่นคือ ใช้ที่สภาวะกระแส 0.25 mA และศักย์ไฟฟ้า 25 kV

เหตุผลประการแรก คือ สภาวะนี้ Dead time มีค่าเท่ากับ 41 ไกล์เดียวกับ 50 ถ้าใช้ที่กระแส 0.30 mA และศักย์ไฟฟ้า 25 mV ค่า Dead time มีค่าเท่ากับ 45 ไกล์เพียงมากขึ้นก็จริง แต่บางขณะตรวจวัดค่านี้สามารถเปลี่ยนแปลงได้ คือ ค่ามีการเพิ่มขึ้นเกินกว่า 50 และที่สำคัญในบางครั้งที่ใช้สภาวะนี้เครื่องตรวจวัดไม่ครบตามเวลาที่กำหนด เหตุผลประการที่สอง คือ การเลือกต้องพิจารณาตัวอย่างในรูปผงก่อนเป็นหลักเพราะว่าให้ค่าสัญญาณออกมาสูง ถ้าสภาวะที่เลือกใช้สามารถตรวจวัดกับตัวอย่างผงแล้วครบตามกำหนดเวลา ก็สามารถใช้ตรวจวัดกับตัวอย่างเม็ดได้อย่างไม่มีปัญหา

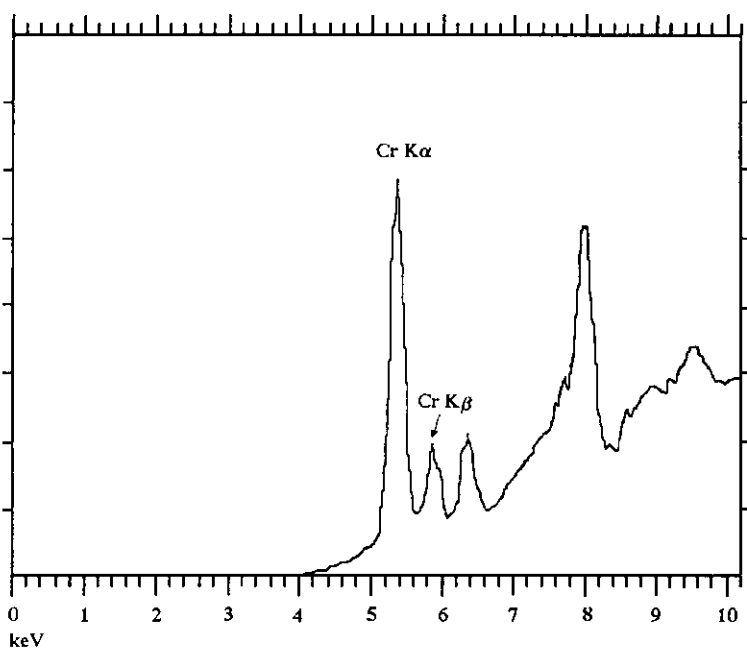
ส่วนการใช้แผ่นกรองรังสีได้ทำการทดสอบ พบว่าตัวกรองรังสีที่เป็นอะลูมิเนียมจะช่วยตัดสัญญาณรบกวนบางส่วนออกไปให้ผลที่ดีกว่าการไม่ใช้ตัวกรองรังสี และเมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมที่ใช้ตัวกรองรังสีเป็นพวกเซลลูโลสหรือโรเดียมแล้วอะลูมิเนียมก็ให้ผลที่ดีกว่าเช่นกัน ดังแสดงในภาพประกอบที่ 25-28



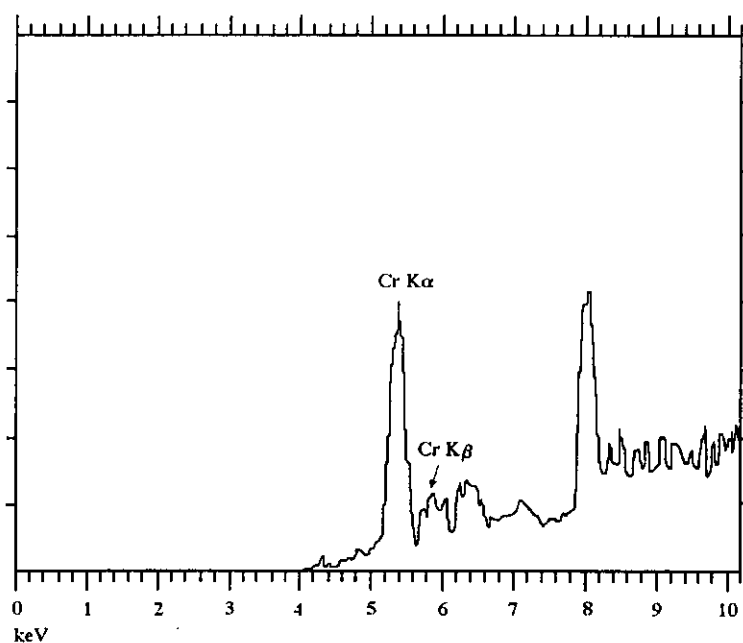
ภาพประกอบที่ 25 แสดงสเปกตรัมแท่งทังสเตมเมื่อไม่ใช้แผ่นกรองรังสี



ภาพประกอบที่ 26 แสดงสเปกตรัมทึบหิมสังเคราะห์เมื่อใช้แผ่นอะลูมิเนียมเป็นตัวกรอง



ภาพประกอบที่ 27 แสดงสเปกตรัมทึบหิมสังเคราะห์เมื่อใช้แผ่นเซลลูโลสเป็นตัวกรอง
รังสี



ภาพประกอบที่ 28 แสดงสเปกตรัมทันทิมสังเคราะห์เมื่อใช้แผ่นโรเดียมเป็นตัวกรองรังสี

จากสเปกตรัมจะเห็นได้ว่า สัญญาณพื้นหลัง (ซึ่งเกิดจากสัญญาณรบกวนที่สะสมและก่อตัวเป็นเส้นฐาน) ของทันทิมสังเคราะห์ ในกรณีไม่ใช้ตัวกรองรังสี กับใช้ตัวกรองรังสีเป็นเซลล์โลสให้ผลเหมือนกัน คือ มีสัญญาณรบกวนสูงและการแยกของเส้น $K\alpha$ และ เส้น $K\beta$ ของโครเมียมไม่ดีเท่ากับการใช้อะลูมิเนียม ยิ่งกรณีใช้โรเดียมเป็นตัวกรองรังสี พบว่า นอกจากจะให้สเปกตรัมที่มีสัญญาณรบกวนสูงและการแยกไม่ดีแล้วพีกที่ปรากฏยังไม่ราบเรียบด้วย ได้สเปกตรัมที่ไม่เหมาะสมในการกำหนดบริเวณเพื่ออ่านค่าความเข้ม ดังนั้นจึงเลือกใช้แผ่นอะลูมิเนียมเป็นตัวกรองรังสีในงานวิจัยนี้ และใช้เวลาวิเคราะห์ในเชิงปริมาณ 200 วินาที

ผลการทดลอง สรุปว่าสภาวะที่เหมาะสมที่ให้ค่าสัญญาณภายใต้พื้นที่ได้พีกของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มากที่สุด เป็นดังนี้

ค่าพารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดลอง

Tube voltage	25	kV
Tube current	0.25	mA
Filter used	Aluminum (thickness 0.034 g/cm ²)	
Livetime	200	Sec
Max energy	10	keV
Atmosphere	Air	
Warmup	0	Sec

3.2.1.2 การเตรียมสารมาตรฐาน

สารมาตรฐานที่เตรียมขึ้น ใช้การแปรปริมาณโครเมียมออกไซด์ในช่วงความเข้มข้น 0.1-0.5% ซึ่งครอบคลุมช่วงความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ในทับทิมสังเคราะห์ (ทราบปริมาณเบื้องต้นแล้วจากสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์) โดยเตรียมขึ้นทั้งหมด 6 สารมาตรฐาน (รวมทั้งแบลงค์) ด้วยกัน

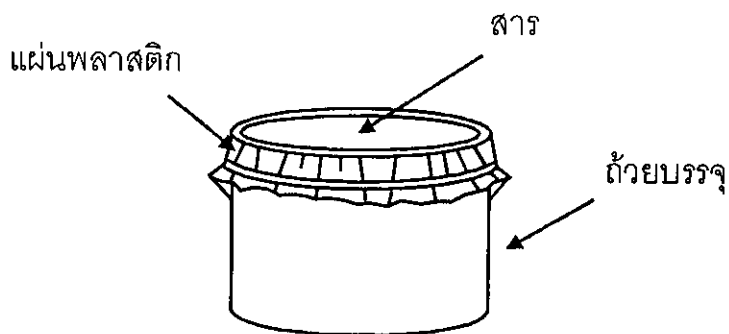
ตารางที่ 13 แสดงน้ำหนักจริงของสารมาตรฐานที่ชั่งได้

น้ำหนัก(g)	BLANK	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cr ₂ O ₃	-	0.0503	0.1004	0.1507	0.2011	0.2516
Al ₂ O ₃	-	50.0001	50.0002	50.0002	50.0001	50.0002
Total	-	50.0504	50.1006	50.1509	50.2012	50.2518

ตารางที่ 14 แสดงความเข้มข้นจริงของสารมาตรฐาน

Actual(%)	BLANK	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cr ₂ O ₃	0	0.1005	0.2004	0.3005	0.4006	0.5007
Al ₂ O ₃	100	99.8995	99.7996	99.6995	99.5994	99.4993

เมื่อได้ของผสมเป็นผงสีขาว (มีความเป็นเนื้อเดียว) แล้วก็นำมาบรรจุลงในถ้วยบรรจุสำหรับ XRF จนเต็ม (โดยใช้แท่งสแตนเลสวางทาบลงไป) แสดงดังภาพประกอบทางด้านล่าง



ภาพประกอบที่ 29 แสดงถ้วยสารมาตรฐานที่พร้อมในการตรวจวิเคราะห์

3.2.1.3 การเตรียมตัวอย่าง

เมื่ได้แท็บทิมสังเคราะห์ที่ผ่านการขัดฐานพลอยแล้ว ส่วนฐานมี

ลักษณะเรียบและแบนเหมาะสำหรับการตรวจวิเคราะห์ด้วย EDXRF (รวมถึงเทคนิคที่ใช้หาปริมาณวิเคราะห์อื่นๆ) ดังภาพประกอบทางด้านล่าง

แท็บทิมที่ไม่ขัดฐานพลอย



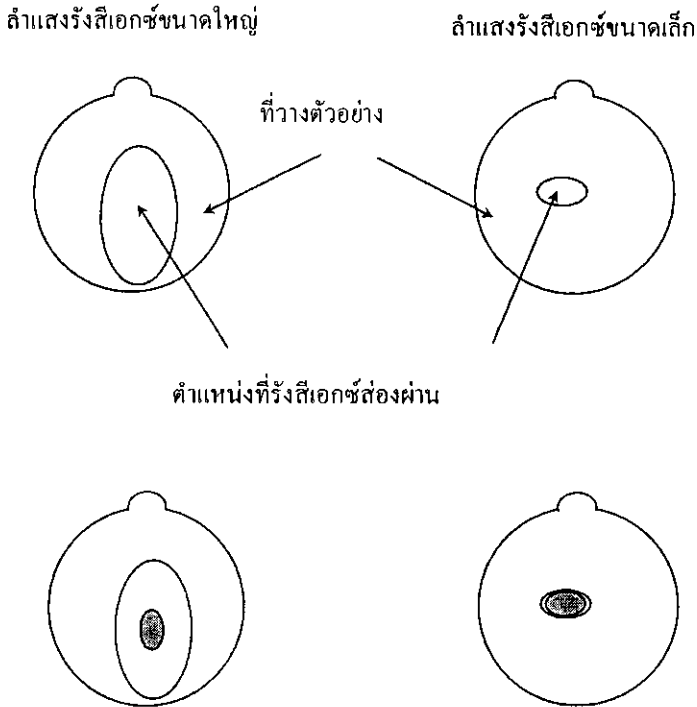
แท็บทิมที่ขัดฐานพลอย



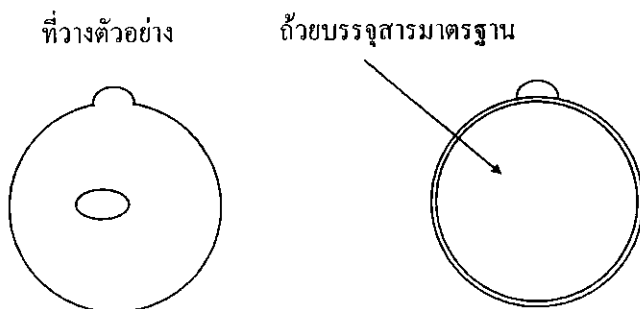
ภาพประกอบที่ 30 แสดงเม็ดแท็บทิมสังเคราะห์ในก่อนและหลังการขัดฐานพลอย

3.2.1.4 การวางสารมาตรฐานและตัวอย่าง

ในการทดลองนี้ใช้ Collimator ลดขนาดของลำแสงรังสีเอกซ์ที่ผ่านออกมาจากเครื่อง เพื่อให้เหมาะสมกับตัวอย่างแท็บทิมสังเคราะห์ที่มีขนาดค่อนข้างเล็ก ดังนั้นบริเวณพื้นที่ตรวจวัดจึงมีขนาดเล็ก วิธีที่ใช้เพื่อให้เกิดความแม่นยำในการจัดวางแท็บทิมสังเคราะห์ คือ ใช้การวาดกรอบพื้นที่ตรวจวัดบนแผ่นพลาสติกใส (วางทาบบนแผ่นฟิล์มเอกซเรย์) ซึ่งทำให้เห็นบริเวณพื้นที่สำหรับวางแท็บทิมสังเคราะห์ โดยใช้ด้านที่เรียบแบนของตัวอย่างวางลงบนแผ่นพลาสติก ดังภาพประกอบที่ 31 ส่วนถ้วยสารมาตรฐานนั้นมีพื้นที่ขนาดใหญ่จึงไม่มีปัญหาในการจัดวาง แต่ต้องใช้ Collimator ด้วยเช่นกันเพื่อให้มีสภาวะการตรวจวิเคราะห์เหมือนกับสารมาตรฐาน เวลาทำการตรวจวัดก็เพียงเอาด้านที่ปิดด้วยแผ่นพลาสติกใสดำลงมา ดังภาพประกอบที่ 32



ภาพประกอบที่ 31 แสดงการวางเม็ดแท็บทิมสังเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์



ภาพประกอบที่ 32 แสดงการวางด้วยสารมาตรฐานในการตรวจวิเคราะห์

ขนาดพื้นที่ของลำแสงรังสีเอกซ์ขนาดเล็กมีขนาดพื้นที่ 0.1885 ตารางเซนติเมตร คำนวณได้ตามสูตรข้างล่าง

ขนาดพื้นที่ของลำแสงเอกซ์เรย์ (รูปวงรี)

$$\frac{\pi}{4} \times \text{ผลคูณของความยาวของแกนทั้งสอง} = \frac{\pi}{4} \times a \times b$$

- ลำแสงรังสีเอกซ์ขนาดใหญ่ = $(3.142 \times 2.2 \times 1.5) / 4 = 2.5922 \text{ ซม}^2$
- ลำแสงรังสีเอกซ์ขนาดเล็ก = $(3.142 \times 0.6 \times 0.4) / 4 = 0.1885 \text{ ซม}^2$

3.2.1.5 การทดสอบความหนา

การทดสอบความหนาในแท็บทิมสังเคราะห์ (ซึ่งใช้แผ่นทองแดงติดทับด้านบน) ว่ามีความเหมาะสมสำหรับการตรวจวิเคราะห์ในเชิงปริมาณหรือไม่ จำเป็นต้องทดสอบในทุกตัวอย่างโดยพิจารณาจากค่าความเข้มของฟลักทองแดง ดังผลการทดลองในตารางที่ 15

ตารางที่ 15 แสดงการทดสอบความหนาในตัวอย่างเม็ดทับทิมสังเคราะห์

ตัวอย่าง	ความเข้มของทองแดง		
	วัดครั้งที่ 1	วัดครั้งที่ 2	เฉลี่ย
R9 +Cu	2.5634	2.6350	2.5992
R9	2.5462	2.5678	2.5570
R10 +Cu	10.7856	10.7900	10.7878
R10	11.1000	10.3050	10.7025
R11 +Cu	3.7559	3.4800	3.6180
R11	3.6548	3.8100	3.7324
R12 +Cu	16.2600	15.4450	15.8525
R12	16.0750	15.2250	15.6500
R13 +Cu	0.7250	0.7550	0.7400
R13	0.7650	0.7280	0.7465
R14 +Cu	4.5100	4.0100	4.2600
R14	3.7750	4.7800	4.2775
R15+Cu	4.0900	3.4600	3.7750
R15	3.1400	3.8700	3.5050

จากผลการทดสอบ พบว่า ในภาพรวมแล้วความเข้มของรังสีเอกซ์จากทองแดงในตัวอย่างที่มีและไม่มีแผ่นทองแดงทับอยู่ด้านบนถือว่าไม่มีความแตกต่างกัน เนื่องจากโดยปกติถ้านำพวกแผ่นโลหะบางมาตรวจวัดจะปรากฏสัญญาณของแผ่นโลหะสูงมาก (เห็นความแตกต่างได้อย่างชัดเจน) ถึงแม้ว่าใช้แผ่นทองแดงทับบนตัวอย่างก็ตามคาดว่าสัญญาณที่ตรวจวัดควรมีค่าแตกต่างกันมากกว่านี้ ดังนั้น จึงถือว่าทุกตัวอย่างทับทิมสังเคราะห์ที่นำมาวิเคราะห์มีความหนาพอที่ทำให้รังสีเอกซ์ของแผ่นทองแดงไม่สามารถผ่านทะลุผ่านเนื้อสารออกมาได้

สำหรับการทดสอบความหนาในตัวอย่างผงสารตั้งต้น (ไม่ผ่านการสังเคราะห์) ใช้วิธีทดสอบต่างจากแบบเม็ดเพราะตัวอย่างถูกบรรจุในถ้วยและตัวอย่างอาจไม่จำเป็นต้องบรรจุเต็มถ้วยเหมือนสารมาตรฐาน ดังนั้นจึงใช้การพิจารณาจากความเข้มฟลักโครเมียมแทน โดยใช้หลักการว่า ความเข้มของรังสีเอกซ์จะมีค่าคงที่เมื่อสารมีความหนาที่สุด (infinite thickness)

ตารางที่ 16 แสดงการทดสอบความหนาในตัวอย่างผง

ตัวอย่าง	ความเข้มของโครเมียม (cps)			
	วัดครั้งที่ 1	วัดครั้งที่ 2	วัดครั้งที่ 3	เฉลี่ย
3G0.2	48.2500	47.2500	48.8250	48.1083
3G0.3	62.2750	62.4700	62.7800	62.5083
3G0.4	89.7150	89.6200	89.2700	89.5350
4G0.2	48.0100	47.0400	47.3100	47.4533
4G0.3	62.2050	62.2200	62.2600	62.5617
4G0.4	89.4550	89.6150	90.8950	89.9883

หมายเหตุ

-ยกผลการทดลองของสาร 3 ตัวอย่าง มาแสดงการทดสอบความหนา

-3G และ 4G หมายถึง น้ำหนักเนื้อสาร (ผง) 3 กรัม และ 4 กรัม ตามลำดับ ส่วน 0.2, 0.3, 0.4 แทนความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ที่ 0.2004%, 0.3007% และ 0.4006% ตามลำดับ

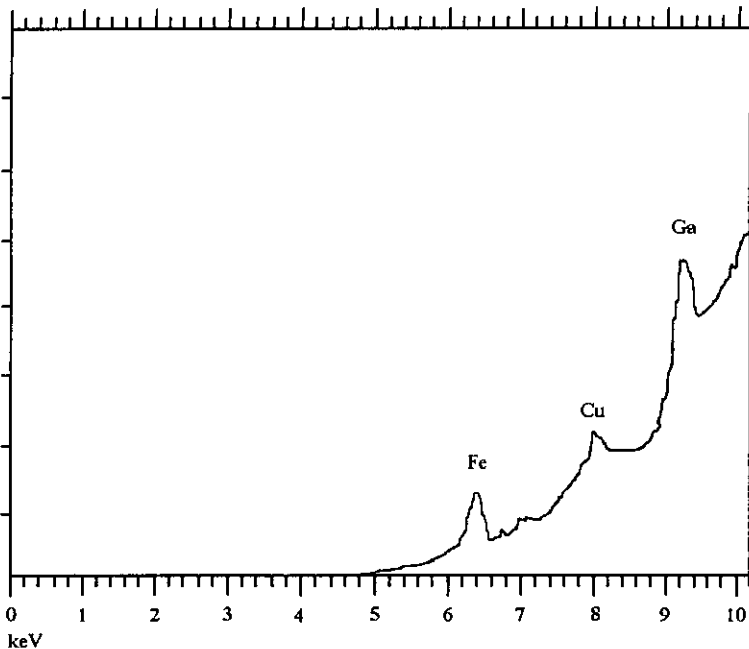
ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มปริมาณตัวอย่างจาก 3 กรัม ไปเป็น 4 กรัม ค่าความเข้มของโครเมียมมีค่าเกือบคงที่ นั่นคือ ในการวิเคราะห์ตัวอย่างผงสารตั้งต้นต้องใช้น้ำหนักตัวอย่าง 3 กรัม เป็นต้นไป จึงมีความหนาพอที่จะจัดเป็นประเภทหนาที่สุดได้ (ซึ่งปริมาณน้ำหนักที่เหมาะสมค่านี้ ใช้สำหรับการทดลองนี้เท่านั้น)

3.2.1.6 การวิเคราะห์ทางคุณภาพ

การตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF สามารถแสดงธาตุตั้งแต่ K เป็นต้นไป (ภายใต้บรรยากาศของอากาศปกติ) ดังนั้นผลการทดลองที่ปรากฏจะแสดงธาตุเพียงบางส่วนเท่านั้นที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง ซึ่งข้อสรุปจากทางคุณภาพต้องใช้ผลการวิเคราะห์จากเครื่องมืออื่นๆประกอบด้วย

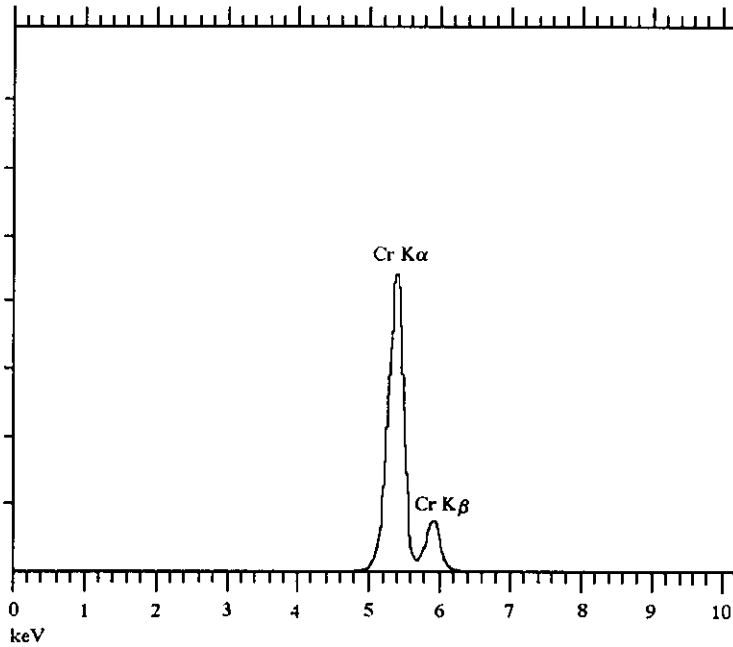
- สารตั้งต้น ดังภาพประกอบที่ 33 และ 34

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
Al ₂ O ₃ (จากขวด)	Fe, Cu, Ga
Cr ₂ O ₃ (จากขวด)	Cr



ภาพประกอบที่ 33 แสดงสเปกตรัมของสารปนเปื้อนในอลูมินา (สารตั้งต้น)

โดย EDXRF



ภาพประกอบที่ 34 แสดงสเปกตรัมของโครเมียมออกไซด์ (สารตั้งต้น) โดย EDXRF

นอกจากสารตั้งต้นแล้วยังตรวจหาองค์ประกอบของเกลียวทองแดง (ใช้สำหรับใส่แท่งอิเล็กโทรด) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ชิ้นหนึ่งของเตาเผาที่เกิดการหลอมในขณะสังเคราะห์ โดยมีความเป็นไปได้ว่าธาตุจากอุปกรณ์นี้อาจไปปนเปื้อนอยู่ในเนื้อแท็บทิมสังเคราะห์ รวมถึงการตรวจวิเคราะห์สำลี (ถูกซบด้วยแอลกอฮอล์ให้พอชื้น) ที่นำไปเช็ดในบริเวณที่ทำการสังเคราะห์ ผิดตัวเบา แทนรองรับและภายในปลอกเหล็ก เพื่อต้องการยืนยันว่าค่าความเข้มของโครเมียมที่ลดลงอย่างมากนั้น ไม่ได้เกิดจากการหายไปของโครเมียมออกไซด์ในแท็บทิมสังเคราะห์แต่เป็นผลจากปัจจัยอื่น ซึ่งจะกล่าวถึงใน ส่วนการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

- อื่นๆ ดังภาพประกอบที่ 35 (แสดงเฉพาะ C4)

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
C4 ^a	Cu , Zn , Fe , Cr
เกลียวทองแดง ^b	Cu

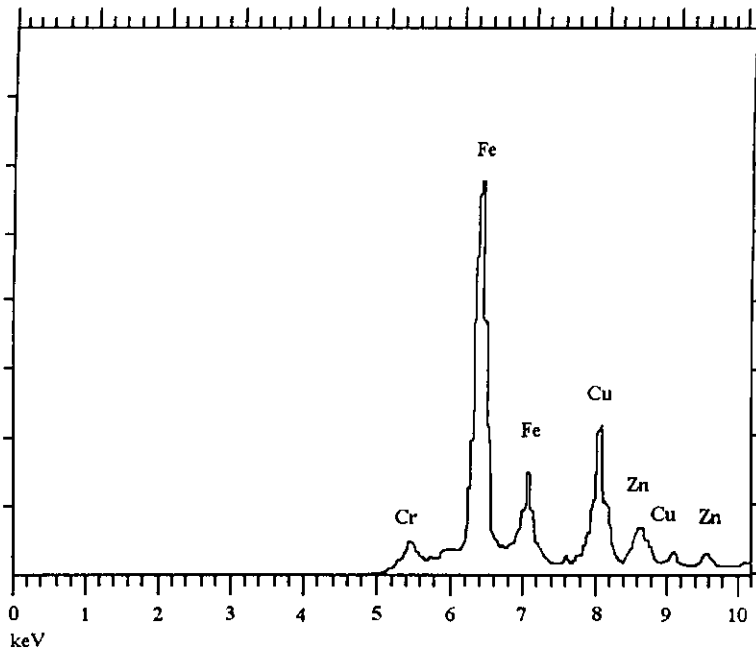
^a ส้มที่ได้จากการขีดเตาเผาบริเวณที่ทำการสังเคราะห์ รวมถึง ผิวตัวเบา แทนรองรับ และภายในปลอกเหล็ก ; ^b ใช้สำหรับใส่แท่งอิเล็กโทรด

- ทับทิมสังเคราะห์ ดังภาพประกอบที่ 36-40 (แสดงเพียงบางตัวอย่าง)

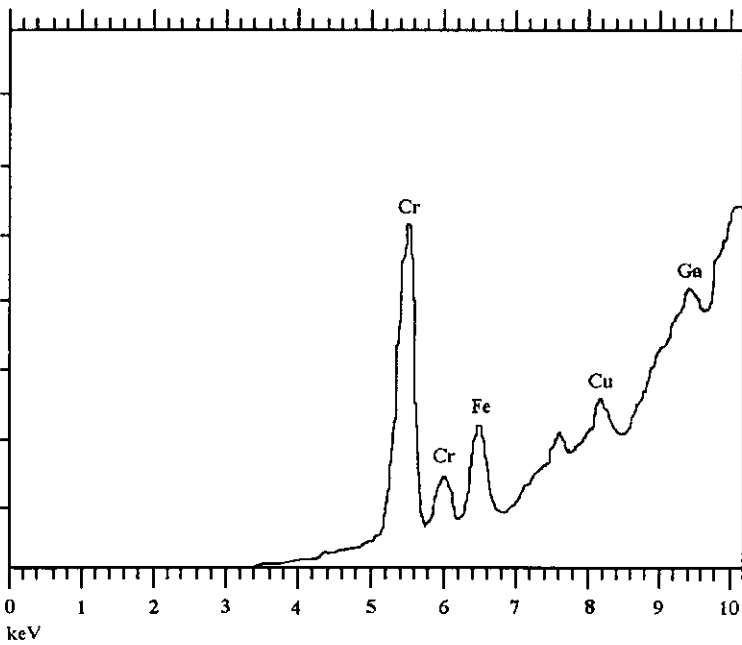
ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
R9 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R10 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R11 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R12 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R13 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R14 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R15 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R1 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R2 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R3 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R4 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R5 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R6 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
R7 ^a	Cr , Fe , Cu , Ga
SRFL ^b	Cr
SRFX ^c	Cr

^a ทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น ; ^b ทับทิมสังเคราะห์จากวิธีเฟลมฟิวชั่น ; ^c ทับทิม

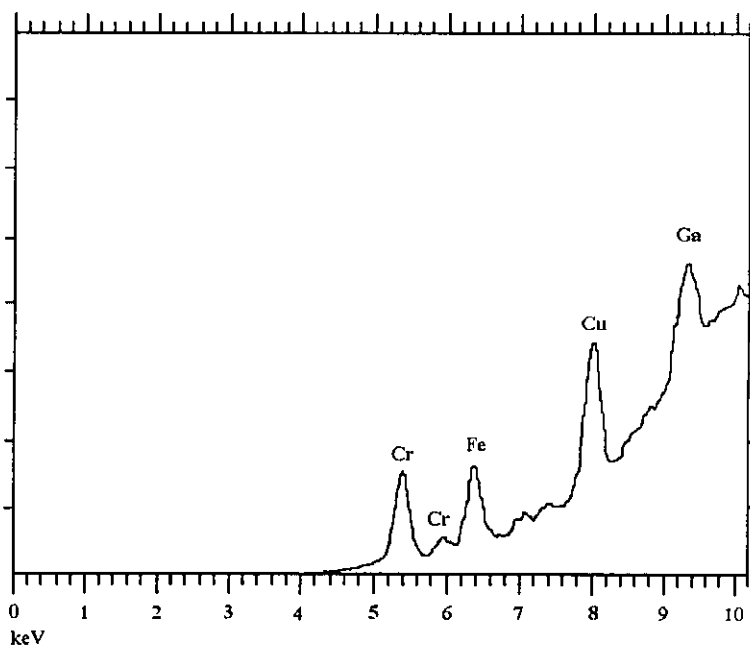
สังเคราะห์จากวิธีฟลักซ์ของบริษัทซัท



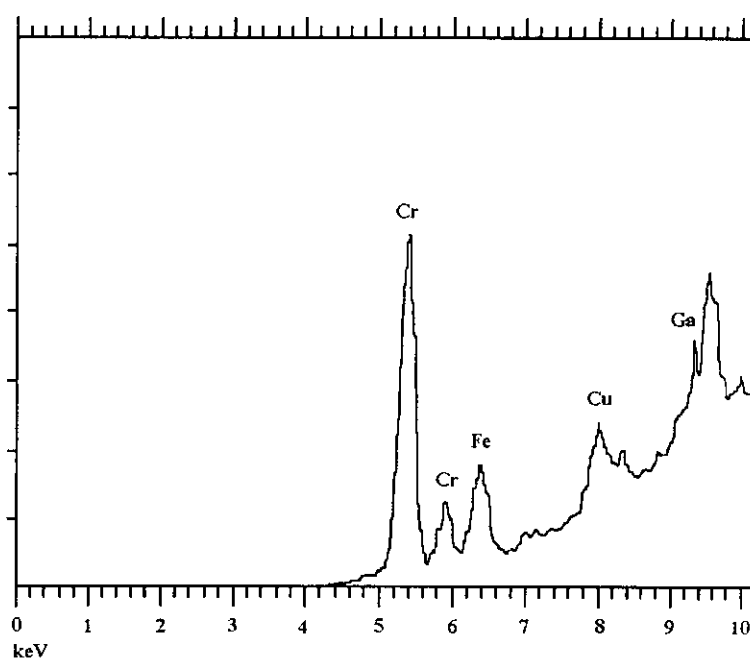
ภาพประกอบที่ 35 แสดงสเปกตรัมของสำลี (จากการเข็ดเตาเผา) โดย EDXRF



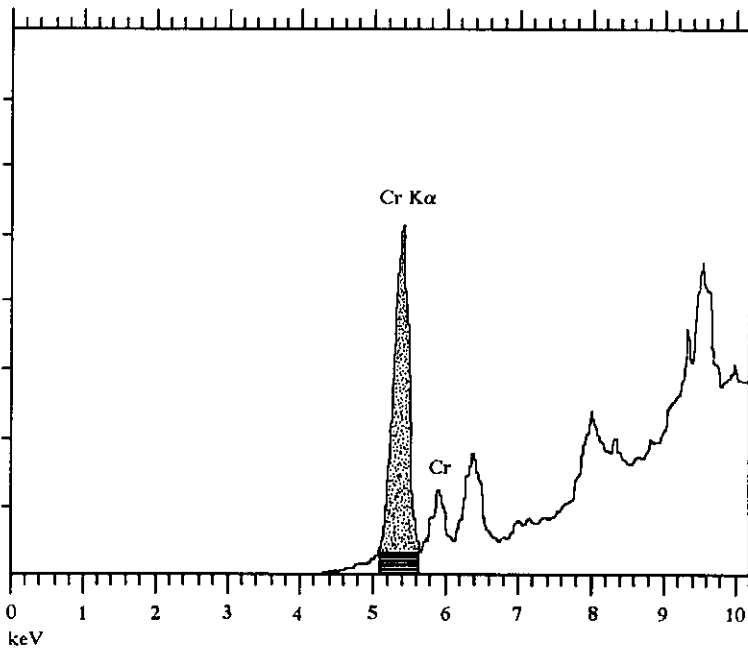
ภาพประกอบที่ 36 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R9)
โดย EDXRF



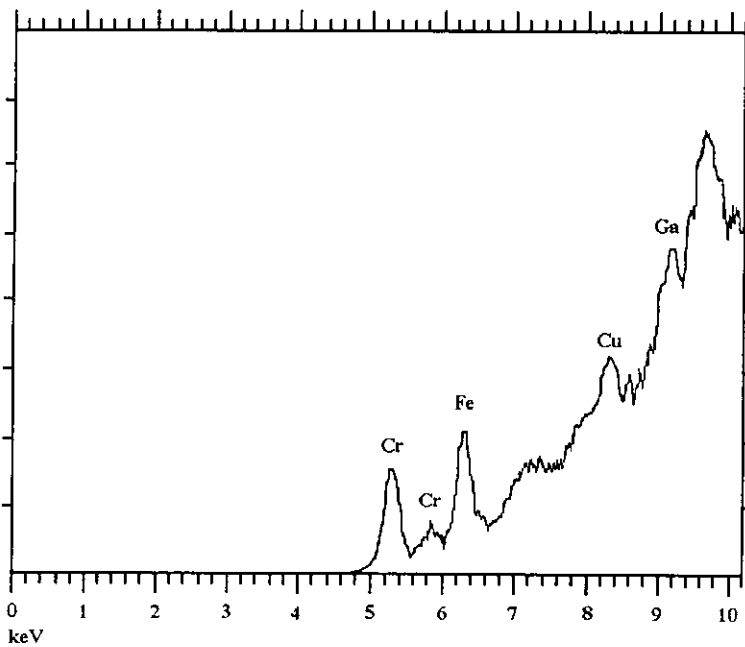
ภาพประกอบที่ 37 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R10)
โดย EDXRF



ภาพประกอบที่ 38 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R11)
โดย EDXRF



ภาพประกอบที่ 39 แสดงสเปกตรัมการกำหนดพื้นที่ใต้พีคของธาตุโครเมียม
ในทับทิมสังเคราะห์ (R11) โดย EDXRF



ภาพประกอบที่ 40 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R14)
โดย EDXRF

3.2.1.7 การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมโดยใช้การคำนวณ

ผลการหาปริมาณโครเมียมแสดงอยู่ในรูปเปอร์เซ็นต์โครเมียมออกไซด์ โดยใช้วิธีทางสถิติและพารามิเตอร์มูลฐานในการคำนวณความเข้มข้น จากการทดลอง พบว่า ในตัวอย่างผงสารตั้งต้นปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่ตรวจพบมีค่าใกล้เคียงกับปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่เติมลงไป ดังแสดงตารางที่ 17 แต่ในตัวอย่างที่บดหิมสังเคราะห์นั้นปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่ตรวจพบมีค่าน้อยกว่าปริมาณโครเมียมออกไซด์ที่เติมลงไปมาก ดังแสดงในตารางที่ 18

ตารางที่ 17 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ของผงสารตั้งต้น

ตัวอย่างผง	ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป
P1	0.2104 (± 0.0063)	0.2004
P2	0.2822 (± 0.0047)	0.3007
P3	0.4038 (± 0.0049)	0.4006
P4	0.0982 (± 0.0008)	0.1032
P5	0.6864 (± 0.0023)	0.7006

* ใช้ปริมาณสาร 4 กรัม เท่ากันบรรจุลงในถ้วยสำหรับการวิเคราะห์ด้วย XRF ;

n = 5 (จำนวนการทดลอง) โดยแต่ละการทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

ตารางที่ 18 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ของทับทิมสังเคราะห์

ตัวอย่างเม็ด	ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป
R9	0.1668 (±0.0057)	0.5007
R10	0.0848 (±0.0064)	0.3005
R11	0.1677 (±0.0054)	0.5007
R12	0.0761 (±0.0041)	0.3005
R13	0.0381 (±0.0038)	0.3007
R14	0.0396 (±0.0053)	0.3007
R15	0.0428 (±0.0038)	0.3007

* n = 10 , โดยแต่ละการทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

ดังนั้น การหาปริมาณในเม็ดทับทิมสังเคราะห์จึงต้องพิจารณาถึงคุณสมบัติของความหนาแน่นประกอบด้วย ซึ่งอาจส่งผลต่อการลดลงของค่าสัญญาณการนับของฟีกโครเมียมทำให้ความเข้มข้นที่ตรวจวัดได้มีค่าต่ำกว่าความเข้มข้นที่เติมลงไปมาก โดยทำการศึกษาผลของความหนาแน่นในรูปแบบต่างๆ ดังนี้

- 1. ความแตกต่างระหว่างเนื้อส่วนที่หลอมกับเนื้อส่วนที่ไม่หลอม
โดยใช้ตัวอย่างเม็ดทับทิมที่มีผิวหลอมเพียงหน้าเดียวอีกด้านหนึ่งไม่ได้หลอม (ด้านที่หลอมเป็นผิวบางสีแดงแกมม่วงอ่อนและส่วนด้านไม่ได้หลอมมีสีเขียวปนขาว

ตารางที่ 19 แสดงความแตกต่างระหว่างเนื้อส่วนที่หลอมกับเนื้อส่วนที่ไม่หลอม

ตัวอย่าง	ลักษณะ	ความเข้มข้นเฉลี่ยของ โครเมียม (cps)	ความเข้มข้นเฉลี่ยของ โครเมียมออกไซด์ (%)	
			ตรวจพบ	เติมลงไป
R0.2(UM)	ด้านที่เป็นผง	23.3167	0.1060	0.2004
R0.2(M)	ด้านที่หลอม	11.1500	0.0500	0.2004
R0.4(UM)	ด้านที่เป็นผง	76.6500	0.3480	0.4006
R0.4(M)	ด้านที่หลอม	61.5567	0.2790	0.4006

เวลาวิเคราะห์ 200 วินาที, การทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

- 2. ความแตกต่างของสารอัดเม็ดที่แรงอัดต่างๆกัน โดยใช้ตัวอย่างสารผสมของแป้งข้าวโพด + Cr_2O_3 ที่ความเข้มข้นเดียวกัน ประมาณ 4 กรัม (ใช้แป้งทดสอบเนื่องจากแป้งจะช่วยยึดจับให้คงรูปเป็นเม็ด) นำไปอัดโดยใช้แรงต่างๆกันด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก รวมถึงได้เปรียบเทียบกับสารที่บรรจุลงในถ้วยจนเต็มโดยไม่ผ่านการอัดด้วย

ตารางที่ 20 แสดงความแตกต่างของสารอัดเม็ดที่แรงอัดต่างๆกัน

ตัวอย่าง	แรงอัด (ตัน/ตร.นิ้ว)	ความเข้มข้นเฉลี่ยของโครเมียม (cps)
NT ^a	0	163.135
T1	4	155.767
T2	8	154.572
T3	13	152.575

^a บรรจุลงไปเต็มถ้วย XRF ; เวลาวิเคราะห์ 200 วินาที, การทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

■ 3. ความแตกต่างระหว่างเนื้อหยกที่หลอมกับเนื้อที่อัดเป็นเม็ด

โดยใช้ตัวอย่างหยกสังเคราะห์ (มีส่วนผสมของ Al_2O_3 , Cr_2O_3 , SiO_2 และ Na_2O) ลักษณะหยกสังเคราะห์เป็นเม็ดเนื้อใส สีเขียว ส่วนที่อัดเม็ดเป็นสารตั้งต้นของหยก มีสีเขียวผสมขาว

ตารางที่ 21 แสดงความแตกต่างระหว่างเนื้อหยกที่หลอมกับเนื้อที่อัดเป็นเม็ด

ตัวอย่าง	ลักษณะ	ความเข้มเฉลี่ยของโครเมียม (cps)
J0.05(M)	หลอม	19.3250
J0.05(UM)	ผงอัด	114.382

เวลาวิเคราะห์ 200 วินาที, การทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

จากผลการทดลองในทั้งสามหัวข้อจะเห็นได้ว่า ผลของความหนาแน่นมีผลอย่างมากต่อค่าสัญญาณการนับ (หรือความเข้ม) ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงต่อความเข้มข้น ดังนั้น วิธีการปรับแก้ผลต่างระหว่างค่าสัญญาณการนับของสารมาตรฐาน (ในรูปผง) และทับทิมสังเคราะห์ (ในรูปเม็ด ที่ผ่านการหลอม) คือ การหาค่าคงที่ค่าหนึ่งมาคูณค่าความเข้มของตัวอย่างเม็ดทับทิมสังเคราะห์ เพื่อให้ผลความเข้มชั้นมีความถูกต้องยิ่งขึ้น ในงานวิจัยนี้ขอเรียกค่าคงที่ตัวนี้ว่า Correction Factor สำหรับการหาค่า Correction Factor ทำได้โดยการนำค่าสัญญาณนับสุทธิของตัวอย่างสารตั้งต้นหารด้วยค่าสัญญาณนับสุทธิของตัวอย่างเม็ดทับทิมสังเคราะห์ (ทั้งนี้ต้องใช้ตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์เท่ากัน) เมื่อคำนวณค่าได้แล้วนำค่านี้ไปคูณค่าความเข้มของทับทิมสังเคราะห์แล้วป้อนกลับเข้าสู่โปรแกรม หลังจากนั้นโปรแกรมจะคำนวณความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ให้ใหม่ ซึ่งก็คือความเข้มชั้นจริงของทับทิมสังเคราะห์

ตารางที่ 22 แสดงค่า Correction Factor ของทับทิมสังเคราะห์

การทดลอง	R9	R11	R10	R12	R13	R14	R15
ครั้งที่ 1	2.80	3.01	3.67	3.48	6.57	7.73	6.10
ครั้งที่ 2	3.02	2.89	3.99	3.42	8.32	6.65	6.38
ครั้งที่ 3	2.93	3.04	3.80	3.95	7.31	6.20	5.99
ครั้งที่ 4	2.92	2.96	3.84	3.98	8.54	7.37	6.3
ครั้งที่ 5	3.1	2.89	3.93	3.97	8.15	8.72	6.31
ครั้งที่ 6	2.96	3.25	4.03	3.42	7.43	6.86	6.95
ครั้งที่ 7	3.07	2.92	4.05	3.97	8.84	6.67	7.96
ครั้งที่ 8	3.08	2.85	3.28	4.07	6.13	8.22	8.29
ครั้งที่ 9	2.98	2.96	3.49	3.55	7.46	6.01	6.12
ครั้งที่ 10	2.91	3.00	3.28	4.14	6.92	7.30	6.75
ครั้งที่ 11	2.82	2.82	3.27	4.15	5.55	8.24	7.91
ครั้งที่ 12	3.05	3.04	3.56	3.82	6.71	7.23	6.27
ครั้งที่ 13	3.12	2.79	3.66	3.94	6.49	6.24	6.90
ครั้งที่ 14	2.98	3.02	3.91	3.62	6.57	6.47	6.42
ครั้งที่ 15	2.91	3.40	3.92	3.66	7.36	8.01	6.5
ครั้งที่ 16	2.85	3.03	3.59	3.80	7.76	8.72	6.31
ครั้งที่ 17	3.04	2.94	4.02	4.15	8.23	7.47	6.72
ครั้งที่ 18	3.15	2.89	3.83	4.10	7.60	6.68	6.31
ครั้งที่ 19	2.98	3.12	3.91	3.66	6.32	7.49	7.17
ครั้งที่ 20	2.99	3.09	4.01	4.08	6.80	8.60	7.51
ค่าเฉลี่ย	2.9830	2.9775	3.7520	3.8465	7.2530	7.3440	6.7585
Stdev ^a	0.0979	0.1099	0.2628	0.2531	0.8795	0.8664	0.6773

โดยแต่ละการทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง, ^a Stdev แทนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

เมื่อคำนวณค่า Correction Factor ของเม็ดทับทิมสังเคราะห์ได้แล้ว นำมาจัดกลุ่มตามความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ที่เติมลงไปในการตั้งต้น โดยแยกเป็นกลุ่มที่เติม Cr_2O_3 0.5% กับ 0.3% แต่ในกลุ่มที่เติม Cr_2O_3 0.3% นั้น ได้แสดงแนวโน้มออกเป็น 2 ค่า เป็นผลเนื่องจาก หลังจากที่ผ่านมาการสังเคราะห์ชุด Cr_2O_3 0.3005% เสร็จ ต้องเปลี่ยนชิ้นส่วนของเกลียวทองแดงใหม่ (สำหรับใส่แท่งอิเล็กโทรด) เพราะถูกหลอมจนไม่สามารถใช้งานได้อีกต่อไป แล้วถึงจะทำการสังเคราะห์ชุด Cr_2O_3 0.3007% ต่อจนเสร็จสิ้น ทำให้ปริมาณความร้อนที่ให้กับทับทิมสังเคราะห์ทั้งสองชุดนี้ไม่เท่ากัน เนื้อของทับทิมสังเคราะห์ก็จะต่างกันด้วย จะเห็นได้จากค่า Correction Factor ที่คำนวณได้มีค่าต่างกัน ดังนั้น จึงต้องจัดแบ่งกลุ่มที่เติม 0.3% ออกเป็นชุดที่ Cr_2O_3 0.3007% และ Cr_2O_3 0.3005% ทำให้ค่า Correction Factor มีด้วยกันทั้งหมดเป็น 3 ชุด ทำการทดลองซ้ำๆ หลายครั้งเพื่อให้แน่ใจว่าได้ค่าที่ถูกต้องและหาเป็นค่าเฉลี่ยออกมาซึ่งใช้เป็นค่ากลางเพื่อนำไปคูณค่าความเข้มข้นในแต่ละเม็ดของทับทิมสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 23 ผลการปรับแก้ไขโดยใช้ Correction Factor พบว่าความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ที่ตรวจพบมีค่าใกล้เคียงกับความเข้มข้นจริง (ที่เติมลงไป) ดังแสดงในตารางที่ 25

ตารางที่ 23 แสดงค่าเฉลี่ยของ Correction Factor ในแต่ละชุดของทับทิมสังเคราะห์

ตัวอย่าง	R9 และ R11	R10 และ R12	R13, R14 และ R15
ค่าเฉลี่ย Cor. Fac. ^a	2.9803	3.7993	7.1185
Cr_2O_3 (%) ^b	0.5007	0.3005	0.3007

^a แทนค่า Correction Factor, ^b แทนความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ที่เติมในการตั้งต้น

ตารางที่ 24 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์เมื่อไม่ได้คูณ Correction Factor

ตัวอย่างเม็ด	ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป
R9	0.1668 (±0.0057)	0.5007
R10	0.0848 (±0.0064)	0.3005
R11	0.1677 (±0.0054)	0.5007
R12	0.0761 (±0.0041)	0.3005
R13	0.0381 (±0.0038)	0.3007
R14	0.0396 (±0.0053)	0.3007
R15	0.0428 (±0.0038)	0.3007

* n = 10 , โดยแต่ละการทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

ตารางที่ 25 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์เมื่อคูณ Correction Factor

ตัวอย่างเม็ด	ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เดิมลงไป
R9	0.4991 (± 0.0165)	0.5007
R10	0.3226 (± 0.0250)	0.3005
R11	0.5000 (± 0.0157)	0.5007
R12	0.2909 (± 0.0148)	0.3005
R13	0.2719 (± 0.0278)	0.3007
R14	0.2840 (± 0.0392)	0.3007
R15	0.3053 (± 0.0256)	0.3007

* n = 10 , โดยแต่ละการทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

3.2.1.8 การหาค่าขีดจำกัดการตรวจหาและสภาพไวของโครเมียม

▪ ขีดจำกัดการตรวจหา (Detection limit)

ผลการตรวจวัด พบว่าขีดจำกัดการตรวจหาในรูปผงสารตั้งต้นมีค่าต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจหาในเม็ดหีบหิมสังเคราะห์ โดยตัวอย่างผงสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของโครเมียมในช่วง 0.1-0.7% ให้ค่าเฉลี่ยของขีดจำกัดการตรวจหาเท่ากับ 0.0045% ดังแสดงในตารางที่ 26 ตัวอย่างเม็ดหีบหิมสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ในช่วง 0.3-0.5% ให้ค่าเฉลี่ยของขีดจำกัดการตรวจหาเท่ากับ 0.0112% ดังแสดงในตารางที่ 27

ตารางที่ 26 แสดงขีดจำกัดการตรวจหาในรูปผงทับทิม (สารตั้งต้น)

ตัวอย่าง	Net ^a (c)	Background ^b (c)	I _b ^c (cps)	M ^d (cps/%)	Cr ₂ O ₃ (%)	C _{DL} ^e (%)
DP1	8,457.67	3,210.67	16.05	211.02	0.2004	0.0040
DP2	12,758.33	3,663.33	18.32	212.14	0.3007	0.0043
DP3	16,705.33	4,564.00	22.82	208.50	0.4006	0.0049
DP4	4,135.33	2,356.67	11.78	200.36	0.1032	0.0036
DP5	28,699.00	5,777.33	28.89	204.82	0.7006	0.0056
					เฉลี่ย	0.0045

^a สัญญาณสุทธิโดยเฉลี่ย, ^b สัญญาณพื้นหลังโดยเฉลี่ย, ^c ความเข้มของสัญญาณพื้นหลัง, ^d ความเข้มข้นของรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุต่อความเข้มข้น และ ^e ขีดจำกัดการตรวจหา ; เวลาวิเคราะห์ 200 วินาที, การทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

ตารางที่ 27 แสดงขีดจำกัดการตรวจหาในเม็ดทับทิมสังเคราะห์

ตัวอย่าง	Net ^a (c)	Background ^b (c)	I _b ^c (cps)	M ^d (cps/%)	Cr ₂ O ₃ (%)	C _{DL} ^e (%)
DR9	7,722.33	2,856.00	14.28	77.12	0.5007	0.0104
DR10	3,504.67	2,286.67	11.43	58.31	0.3005	0.0123
DR11	7,500.67	2,552.67	12.76	74.90	0.5007	0.0101
DR12	3,355.33	1,292.67	6.46	55.83	0.3005	0.0097
DR13	2,351.67	975.33	4.88	39.10	0.3007	0.0120
DR14	2,495.33	1,008.00	5.04	41.49	0.3007	0.0115
DR15	2,482.00	1,222.67	6.11	41.27	0.3007	0.0127
					เฉลี่ย	0.0112

^a สัญญาณสุทธิโดยเฉลี่ย, ^b สัญญาณพื้นหลังโดยเฉลี่ย, ^c ความเข้มของสัญญาณพื้นหลัง, ^d ความเข้มข้นของรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุต่อความเข้มข้น และ ^e ขีดจำกัดการตรวจหา ; เวลาวิเคราะห์ 200 วินาที, การทดลองได้วัดซ้ำ 3 ครั้ง

- สภาพไว (Sensitivity)

สภาพไวในเทคนิค EDXRF นี้ก็คือ ความเข้มข้นของรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุต่อความเข้มข้น (M) ซึ่งผลที่ได้ พบว่า สภาพไวของการตรวจวัดในรูปแบบสารตั้งต้นมีค่าสูงกว่าในเม็ดทับทิมสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางข้างล่าง

ตารางที่ 28 แสดงสภาพไวของตัวอย่างผงและเม็ดทับทิมสังเคราะห์

ตัวอย่างผง	สภาพไว (cps/%) ^a	ตัวอย่างเม็ด	สภาพไว (cps/%) ^b
DP1	211.02	DR9	77.12
DP2	212.14	DR10	58.31
DP3	208.50	DR11	74.90
DP4	200.36	DR12	55.83
DP5	204.82	DR13	39.10
		DR14	41.49
		DR15	41.27

^{a,b} ใช้ข้อมูลร่วมกันระหว่างขีดจำกัดการตรวจหาและสภาพไว

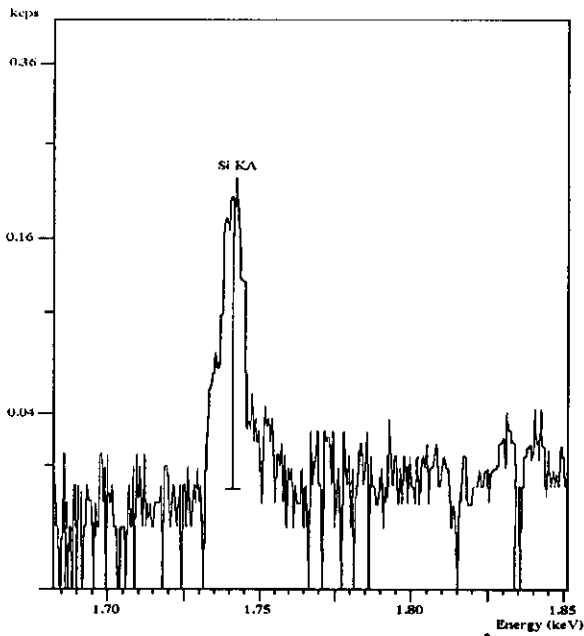
3.2.2 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรเมตรีแบบกระจายคลื่น (WDXRF)

3.2.2.1 การวิเคราะห์ทางคุณภาพ

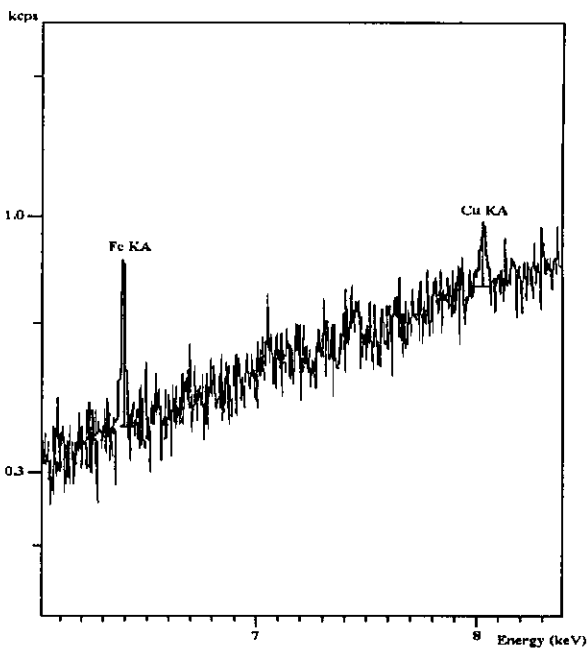
- สารตั้งต้น ดังภาพประกอบที่ 41-45 (แสดงเพียงบางธาตุ)

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
Al ₂ O ₃ (จากขวด)	Al ^a , Si, Ca ^b , Fe, Cu, Ga
Cr ₂ O ₃ (จากขวด)	Cr ^a , Si, K ^b , Ca ^b , Fe

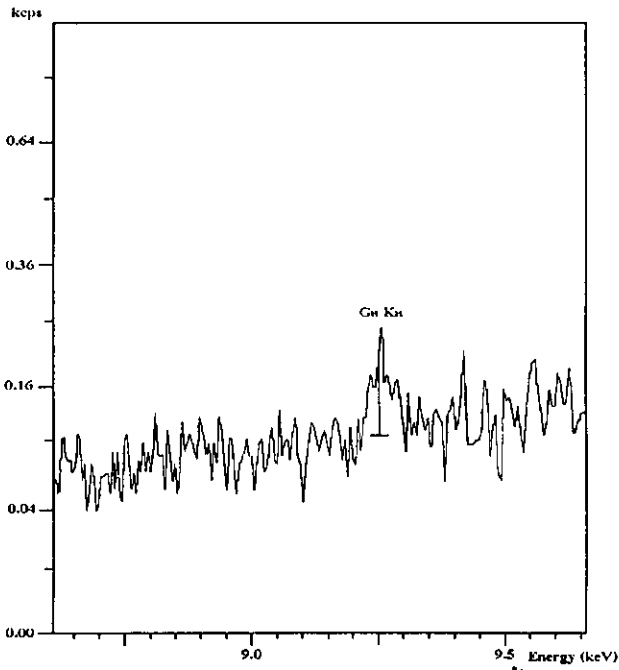
ในตารางแสดงธาตุทุกตัวที่ตรวจพบ แต่ในภาพประกอบแสดงเพียงบางธาตุ ; ^a ธาตุหลักที่พบแน่นอนในสาร, ^b ธาตุมลทินที่พบในสารแต่มีปริมาณน้อยมาก



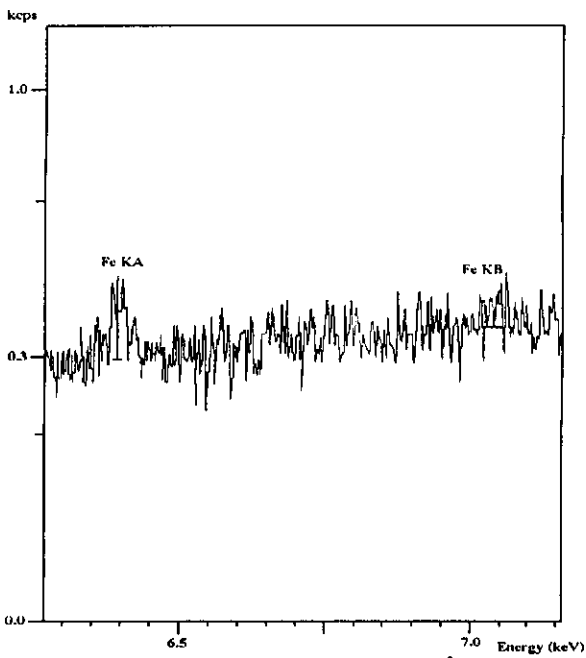
ภาพประกอบที่ 41 แสดงสเปกตรัมของซิลิคอน (สารปนเปื้อน) ในอลูมินา (สารตั้งต้น) โดย WDXRF



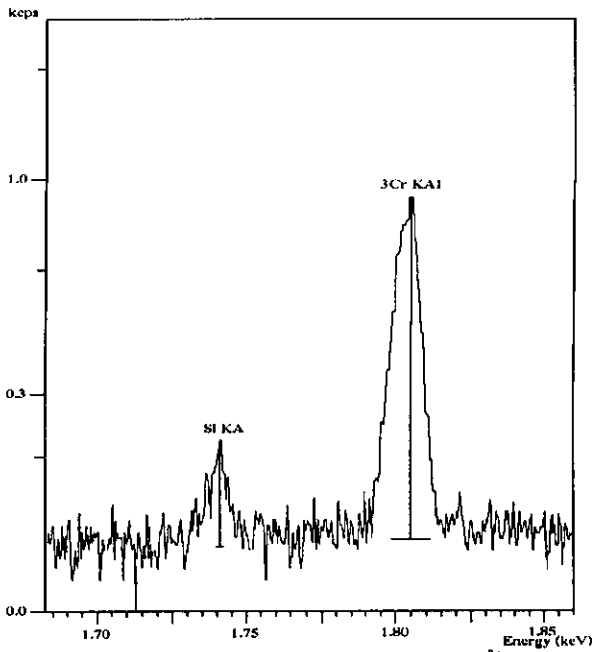
ภาพประกอบที่ 42 แสดงสเปกตรัมของเหล็กและทองแดง (สารปนเปื้อน) ในอลูมินา (สารตั้งต้น) โดย WDXRF



ภาพประกอบที่ 43 แสดงสเปกตรัมของแกดเลียม (สารปนเปื้อน) ในอลูมินา (สารตั้งต้น) โดย WDXRF



ภาพประกอบที่ 44 แสดงสเปกตรัมของเหล็ก (สารปนเปื้อน) ในโครเมียมออกไซด์ (สารตั้งต้น) โดย WDXRF



ภาพประกอบที่ 45 แสดงสเปกตรัมของซิลิคอน (สารปนเปื้อน) ในโครเมียมออกไซด์ (สารตั้งต้น) โดย WDXRF

3.2.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม

การหาปริมาณวิเคราะห์ของธาตุโครเมียมในสารตั้งต้นด้วยเทคนิค WDXRF โดยใช้วิธีเติมสารมาตรฐาน (เติมผงโลหะโครเมียมบริสุทธิ์) พบว่าความเข้มข้นที่ตรวจวัดได้จากทั้งสองตัวอย่างมีค่าสูงกว่าความเข้มข้นที่เติมลงไปมาก ดังแสดงตารางที่ 29

ตารางที่ 29 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมและโครเมียมออกไซด์ในผงสารตั้งต้น ด้วยเทคนิค WDXRF

ตัวอย่างผง	ความเข้มข้นของโครเมียม (%)		ความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป	ตรวจพบ	เติมลงไป
W1	1.1200	0.2068	1.6272	0.3005
W2	2.0500	0.3446	2.9784	0.5007

3.2.3 การศึกษาด้วยเทคนิคอิเล็กตรอนโพรบไมโครแอนาไลซิส (EPMA)

3.2.3.1 การวิเคราะห์ทางคุณภาพ

การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของทุกตัวอย่างด้วยเทคนิค EPMA ใช้ค่าพารามิเตอร์ในการกระตุ้นตัวอย่างเดียวกัน คือ ที่สภาวะ 20 kV , 0.01 mA , 50 Sec. สำหรับเม็ดแท็บทิมสังเคราะห์นั้นหลังจากผ่านการล้างทำความสะอาดผิวที่สกปรกด้วยสารละลายกรดไนตริกเจือจาง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่าสามารถกำจัดธาตุบางตัวออกได้หมด อย่างเช่น Na , Cl , K , Ca , Mg ทั้งนี้ยังคงมีธาตุบางส่วนที่ยังคงเหลืออยู่แต่มีปริมาณลดลง คือ Si และ C (พบในบางตัวอย่าง) ดังนั้นผลวิเคราะห์ที่แสดงในตารางจึงเป็นผลวิเคราะห์ของตัวอย่างที่ได้ผ่านการกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดมาบนผิวออกไปแล้ว

- สารตั้งต้น ดูภาพประกอบที่ 46-47

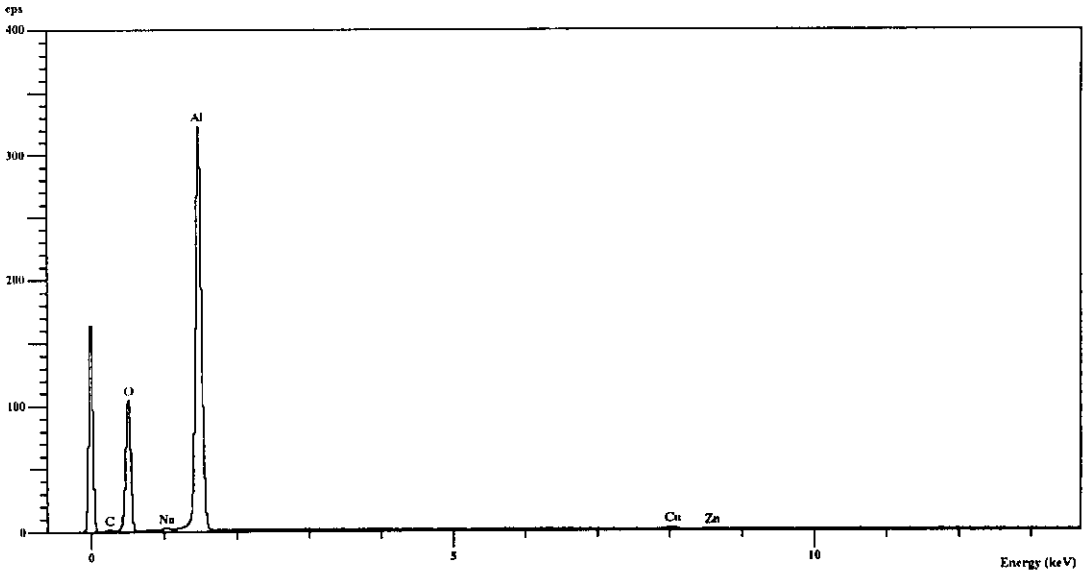
ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
Al ₂ O ₃ (จากขวด)	C ^a , O , Na , Al , Cu , Zn
Cr ₂ O ₃ (จากขวด)	C ^a , O , Si , Ca , Cr

^aC มาจากเทปการคาร์บอนสองหน้าที่ใช้ติดตัวอย่างบน Stub (เป็นที่วางตัวอย่าง)

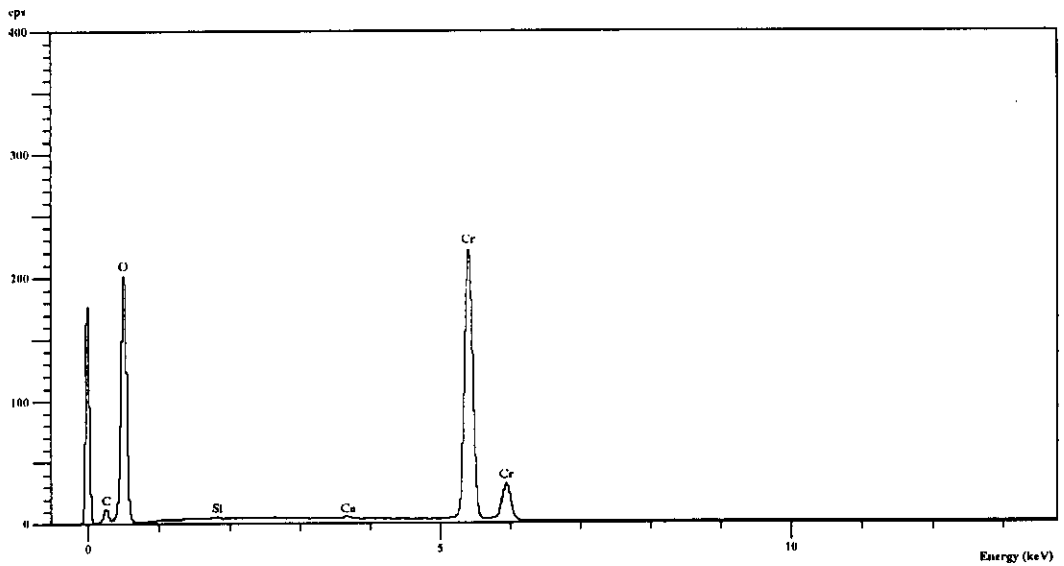
- แท็บทิมสังเคราะห์ ดูภาพประกอบที่ 50-53 (แสดงเพียงบางตัวอย่าง)

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
R9 ^a	C , O , Al , Si , Cr
R10 ^a	C , O , Al , Si , Cr
R11 ^a	O , Al , Cr
R12 ^a	O , Al , Cr
R13 ^a	O , Al , Si
R14 ^a	O , Al
R15 ^a	O , Al
RSFL ^b	C , O , Al , Cr

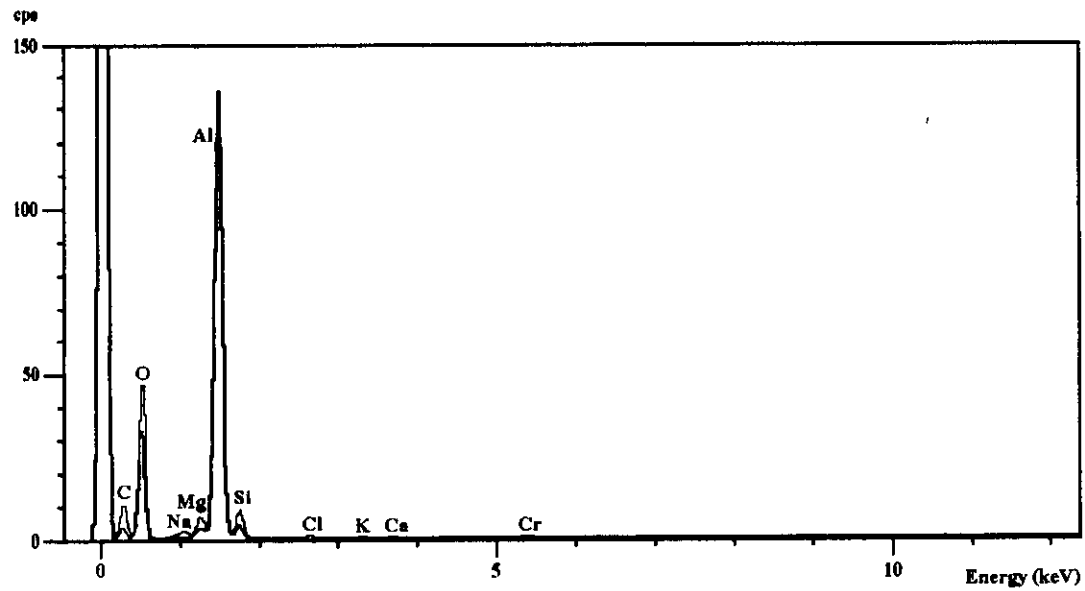
^aแท็บทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น ; ^bแท็บทิมสังเคราะห์จากวิธีเฟลมพีวชั่น



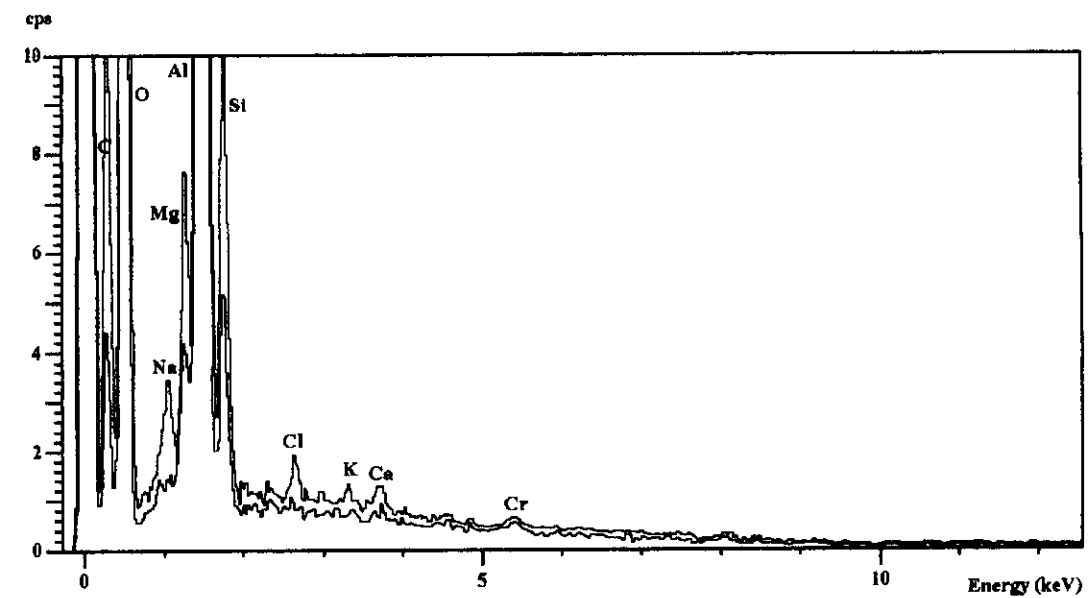
ภาพประกอบที่ 46 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของอลูมินา (สารตั้งต้น) โดย EPMA



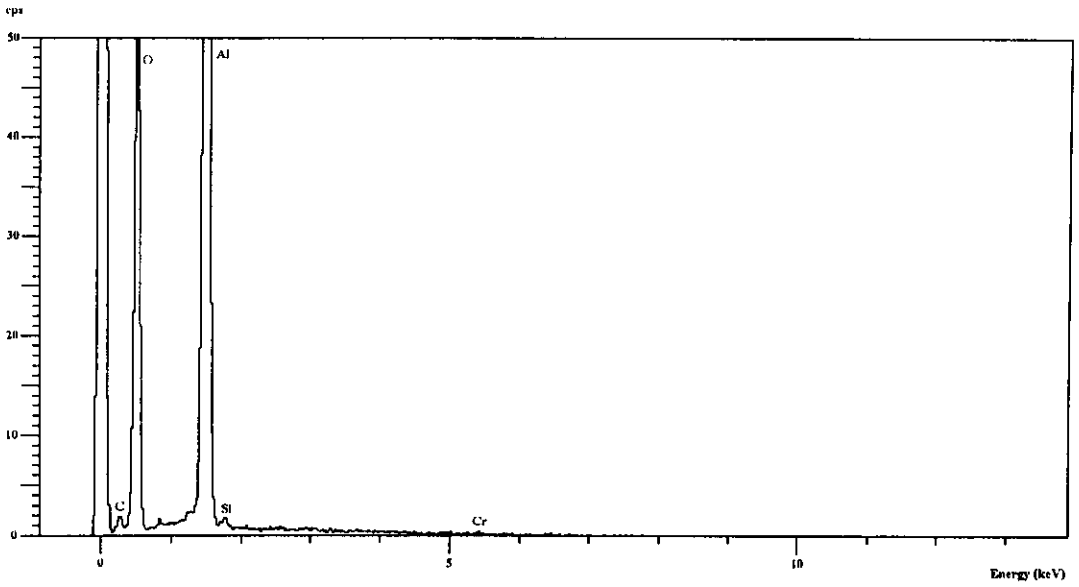
ภาพประกอบที่ 47 แสดงสเปกตรัมองค์ประกอบของโครเมียมออกไซด์ (สารตั้งต้น)
โดย EPMA



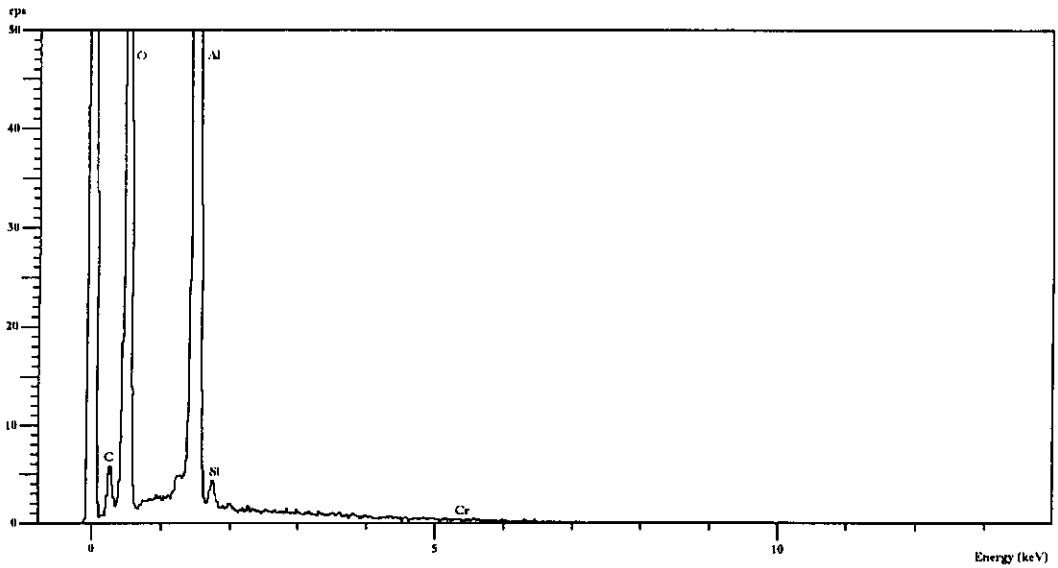
ภาพประกอบที่ 48 แสดงการเปรียบเทียบองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R5) ; — แทนการล้างด้วยสารละลายกรดไนตริก 0.5 โมลาร์ 5 ชม., — แทนการไม่ได้ล้าง.



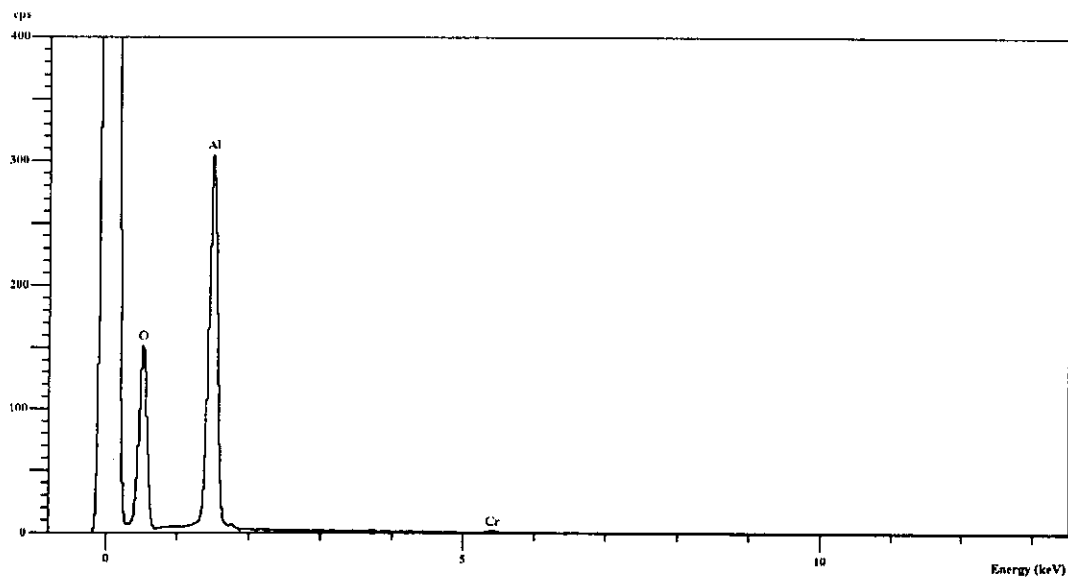
ภาพประกอบที่ 49 แสดงการเปรียบเทียบองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R5), ในภาพขยาย ; — แทนการล้างด้วยสารละลายกรดไนตริก 0.5 โมลาร์ 5 ชม., — แทนการไม่ได้ล้าง



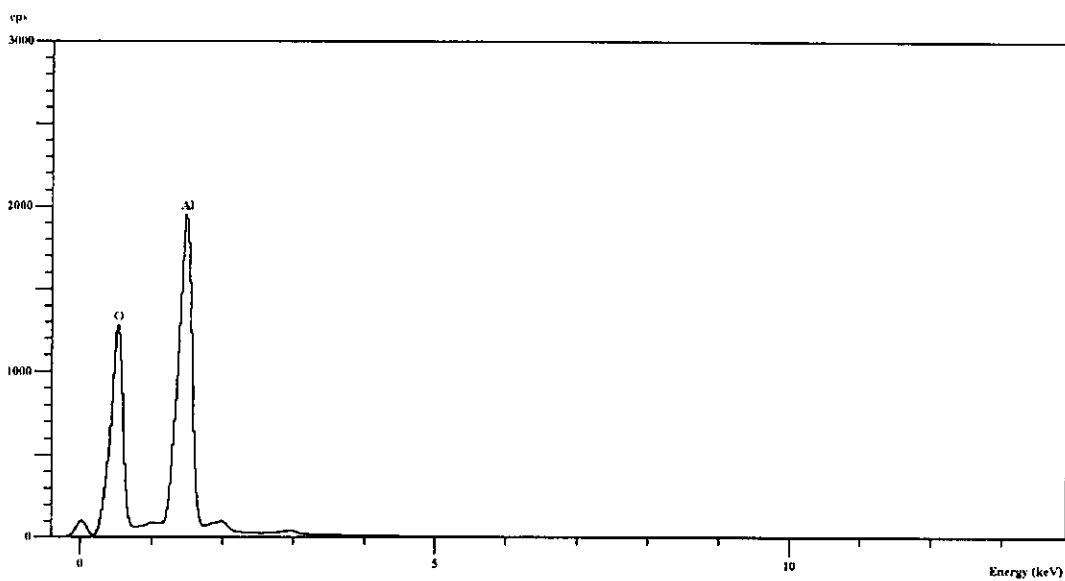
ภาพประกอบที่ 50 แสดงองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R9) โดย EPMA



ภาพประกอบที่ 51 แสดงองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R10) โดย EPMA



ภาพประกอบที่ 52 แสดงองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R11) โดย EPMA

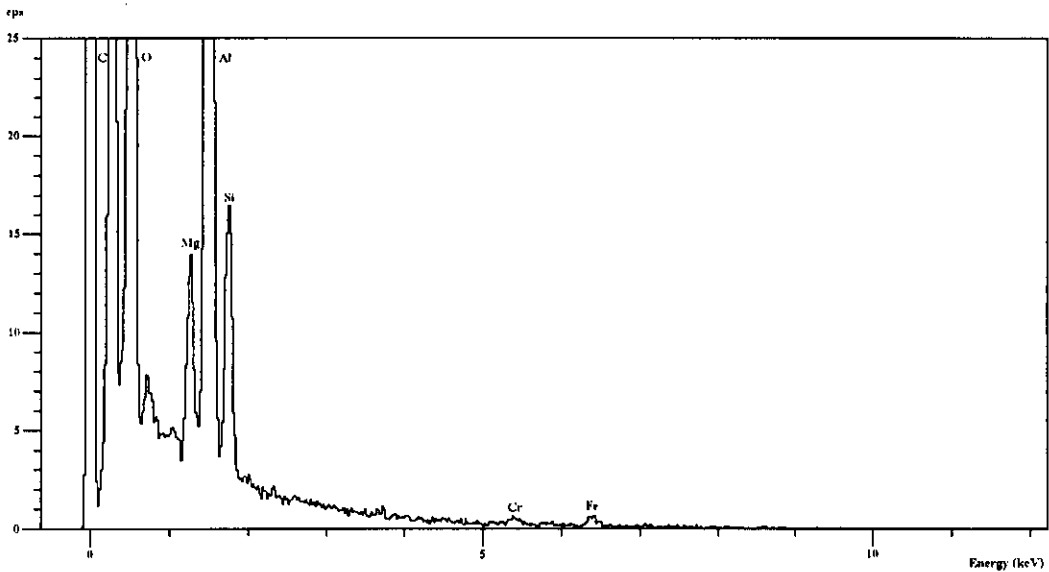


ภาพประกอบที่ 53 แสดงองค์ประกอบของทับทิมสังเคราะห์ (R15) โดย EPMA

- ทับทิมธรรมชาติ ดูภาพประกอบที่ 54 (แสดงเพียงตัวอย่าง N1 หลังล้าง)

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
N1 ^a (ก่อนล้าง)	C , O , Na , Mg , Al , Si , P , S , Cl , K , Cr , Fe
N1 ^a (หลังล้าง)	C , O , Mg , Al , Si , Cr , Fe
N2 ^b (ก่อนล้าง)	C , O , Na , Mg , Al , Si , P , S , Cl , K , Cr , Fe , Cu , Zn
N2 ^b (หลังล้าง)	C , O , Mg , Al , Si , Cr

^a ทับทิมที่เจียรระไน ; ^b ทับทิมที่ไม่ได้เจียรระไน

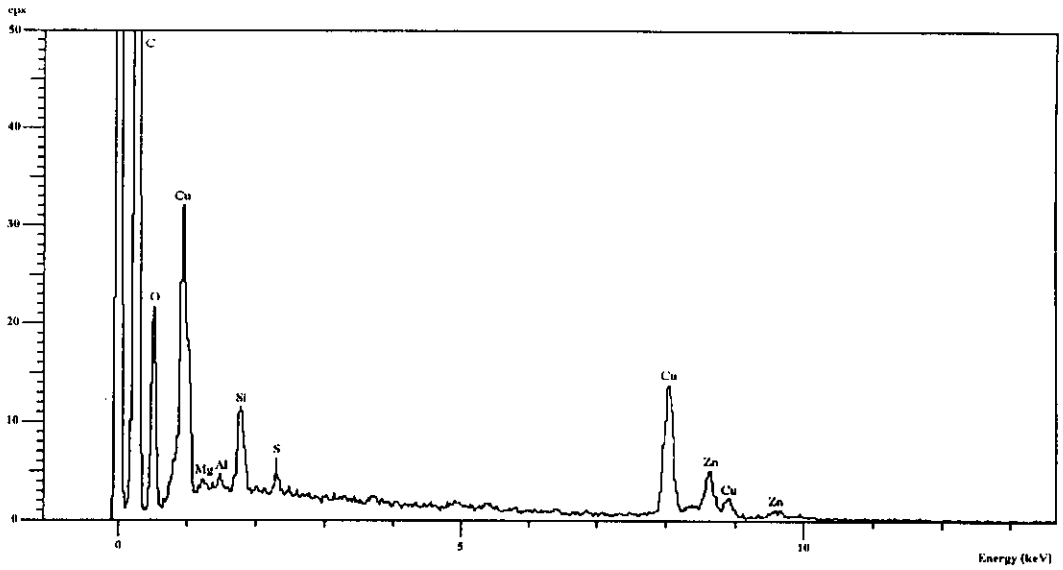


ภาพประกอบที่ 54 แสดงองค์ประกอบของทับทิมธรรมชาติ (N1) ที่ผ่านการล้าง
โดย EPMA

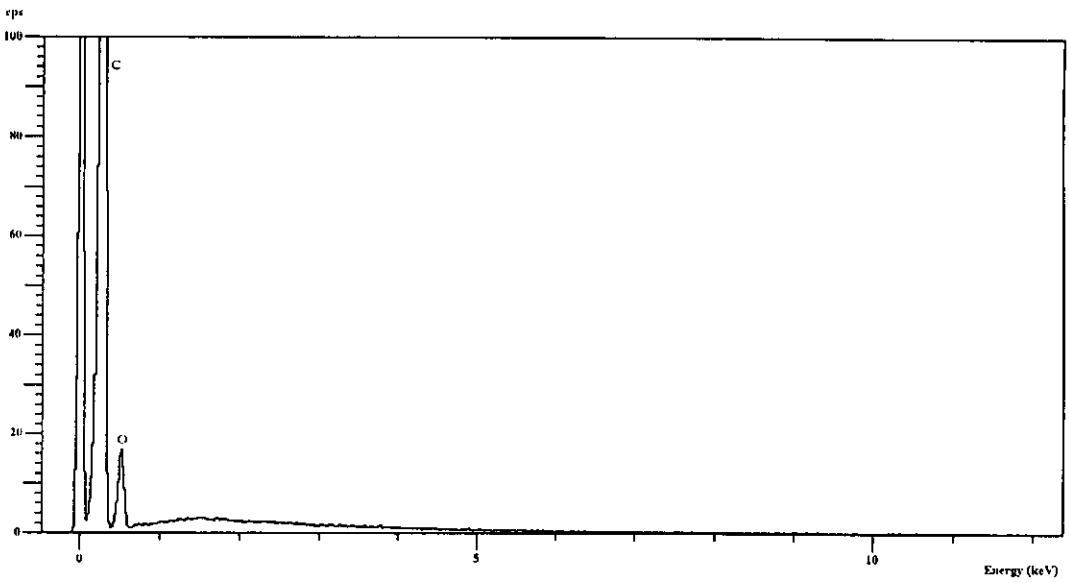
- อื่นๆ ดูภาพประกอบที่ 55-56

ตัวอย่าง	ธาตุที่ตรวจพบ
Furnace	C , O , Mg , Al , Si , S , Cu , Zn
Crucible	C , O

Furnace แทนเศษผงของเตาหลอมที่ขูดด้านในบริเวณปลอกเหล็ก (ภายในเป็นปูนทนไฟ) ; Crucible แทนเบ้าแกรไฟต์



ภาพประกอบที่ 55 แสดงองค์ประกอบของเศษผงเตาหลอม โดย EPMA



ภาพประกอบที่ 56 แสดงองค์ประกอบของบอร์ดไฟต์ โดย EPMA

3.2.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม

จากการหาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิค EPMA พบว่า ความเข้มข้นของโครเมียมที่ตรวจวัดได้ในผงสารตั้งต้นมีค่าต่ำกว่าความเข้มข้นจริงที่เติมลงไป ดังแสดงในตารางที่ 30 ซึ่งให้ผลการวิเคราะห์เหมือนกันกับในหัตถ์พิมพ์สังเคราะห์ เพียงแต่ความเข้มข้นของโครเมียมในหัตถ์พิมพ์สังเคราะห์ที่ตรวจพบมีค่าแตกต่างไปจากความเข้มข้นจริงมากกว่า ดังแสดงในตารางที่ 31

ตารางที่ 30 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมและโครเมียมออกไซด์ในผงสารตั้งต้นด้วยเทคนิค EPMA

ตัวอย่างผง	ความเข้มข้นของโครเมียม (%)		ความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป	ตรวจพบ	เติมลงไป
E1	0.062	0.1379	0.0901	0.2004
E2	0.107	0.2759	0.1555	0.4008

ตารางที่ 31 แสดงความเข้มข้นของโครเมียมและโครเมียมออกไซด์ในหัตถ์พิมพ์สังเคราะห์ด้วยเทคนิค EPMA

ตัวอย่างผง	ความเข้มข้นของโครเมียม (%)		ความเข้มข้นของโครเมียมออกไซด์ (%)	
	ตรวจพบ	เติมลงไป	ตรวจพบ	เติมลงไป
R9	0.010	0.3446	0.0145	0.5007
R10	0.008	0.2068	0.0116	0.3005
R11	0.006	0.3446	0.0087	0.5007
R12	0.001	0.2068	0.0015	0.3005
R13	bdl	0.2070	bdl	0.3007
R14	bdl	0.2070	bdl	0.3007
R15	bdl	0.2070	bdl	0.3007

*bdl แทนค่าที่ต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่อง, โดยทำการวัดซ้ำ 10 ครั้ง

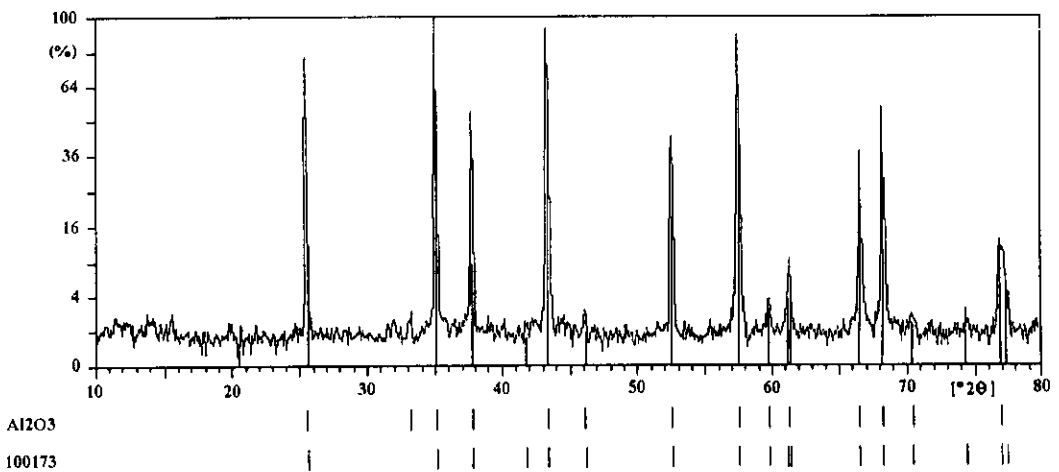
3.3 การศึกษาคุณลักษณะของทับทิม

3.3.1 การศึกษาด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

■ จากเครื่องดิฟแฟรกโทมิเตอร์

-อลูมินา (Al_2O_3) รูปภาพประกอบที่ 57

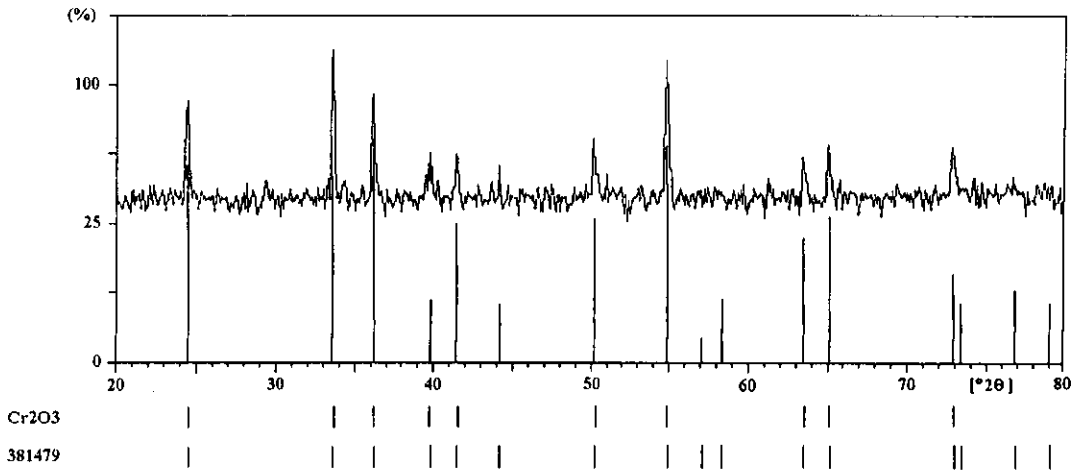
พิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.540 , 35.125 , 37.760 , 43.330 , 52.540 และ 57.490 ที่ระนาบผลึก 012 , 104 , 110 , 113 , 024 และ 116 ตามลำดับ ตรงกับชุดและหมายเลขไฟล์มาตรฐาน 10-0173 ของอลูมินา (คอร์ันดัม) ในฐานข้อมูล PDF จัดอยู่ในระบบผลึกแบบเฮกซะโกนอล



ภาพประกอบที่ 57 แสดงพิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในอลูมินา

-โครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) รูปภาพประกอบที่ 58

พิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 24.435 , 35.030 , 37.665 , 43.250 52.460 และ 57.415 ที่ระนาบผลึก 012 , 104 , 110 , 024 และ 116 ตามลำดับ ตรงกับชุดและหมายเลขไฟล์มาตรฐาน 38-1479 ของโครเมียมออกไซด์ ในฐานข้อมูล PDF จัดอยู่ในระบบผลึกแบบเฮกซะโกนอล

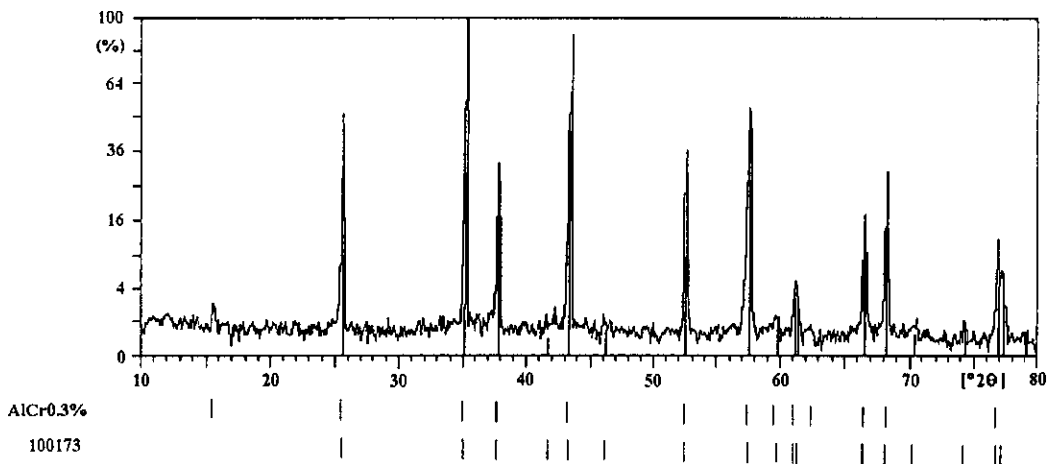


ภาพประกอบที่ 58 แสดงฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครเมียมออกไซด์

-ผงสารตั้งต้นของทับทิม (Cr₂O₃ 0.3007%) ดูภาพประกอบที่ 59

ฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏเฉพาะฟิสิกของอลูมินา โดยแสดงที่

ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.465 , 35.060 , 37.695 , 43.275 , 52.485 และ 57.445 ที่ระนาบผลึก 012 , 104 , 110 , 113 , 024 และ 116 ตามลำดับ แต่ไม่ปรากฏฟิสิกการเลี้ยวเบนของโครเมียมออกไซด์

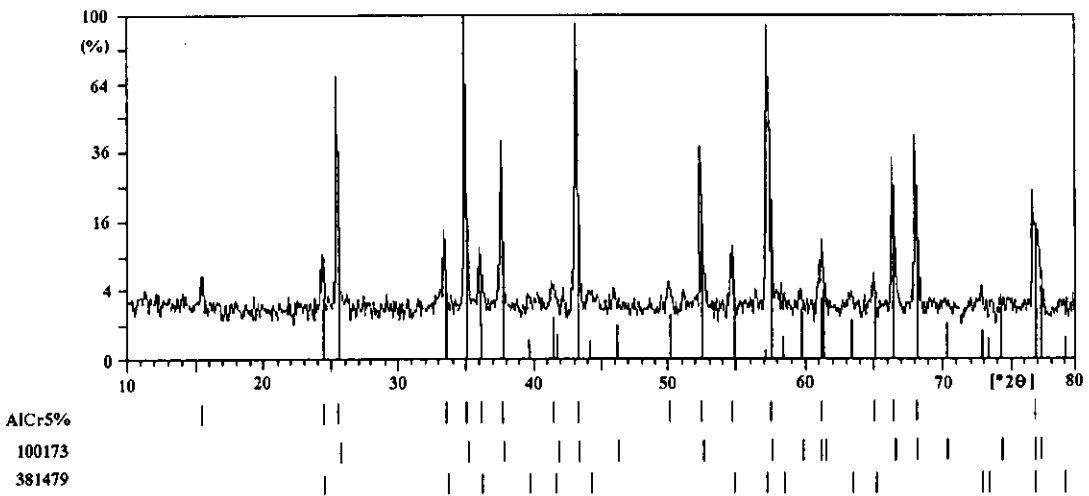


ภาพประกอบที่ 59 แสดงฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผงสารตั้งต้นของทับทิม

(Cr₂O₃ 0.3007%)

-ผงสารตั้งต้นของทับทิม (Cr_2O_3 5.0011%) รูปภาพประกอบที่ 60

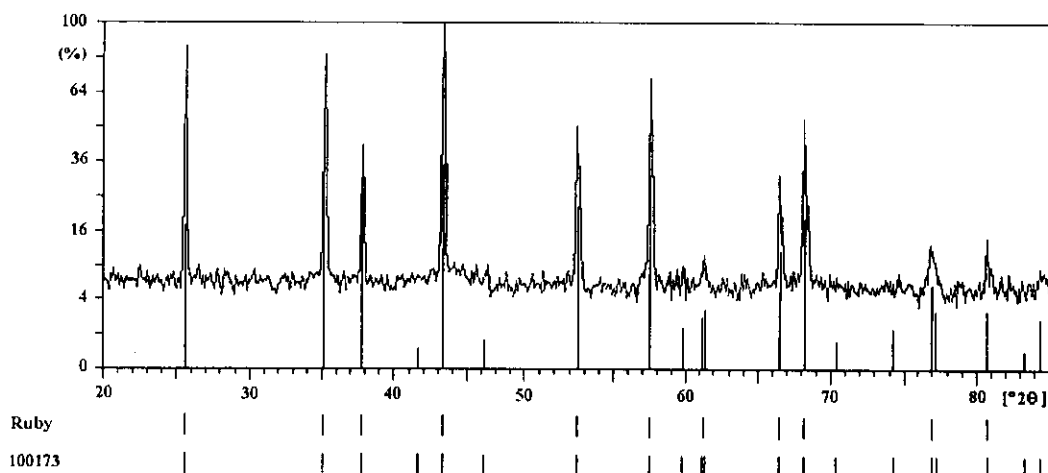
ฟีกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏเป็นฟีกรวมของอลูมินาและโครเมียมออกไซด์ โดยตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.435 , 35.030 , 37.665 , 43.250 , 52.460 , 57.415 เป็นฟีกของอลูมินา และที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 24.350 , 33.510 , 36.100 , 50.105 และ 54.700 เป็นฟีกของโครเมียมออกไซด์



ภาพประกอบที่ 60 แสดงฟีกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผงสารตั้งต้นของทับทิม (Cr_2O_3 5.0011%)

-ทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น (Cr_2O_3 0.3007% ในสารตั้งต้น) รูปภาพประกอบที่ 61

ฟีกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.540 , 35.125 , 37.745 , 43.345 , 52.530 และ 57.505 ที่ระนาบผลึก 012 , 104 , 110 , 113 , 024 และ 116 ตามลำดับ ตรงกับชุดและหมายเลขไฟล์มาตรฐาน 10-0173 ซึ่งเป็นของอลูมินา แต่ไม่พบฟีกการเลี้ยวเบนของโครเมียมออกไซด์ (แสดงผลเหมือนกับผงสารตั้งต้นที่มี Cr_2O_3 0.3007%)



ภาพประกอบที่ 61 แสดงฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น

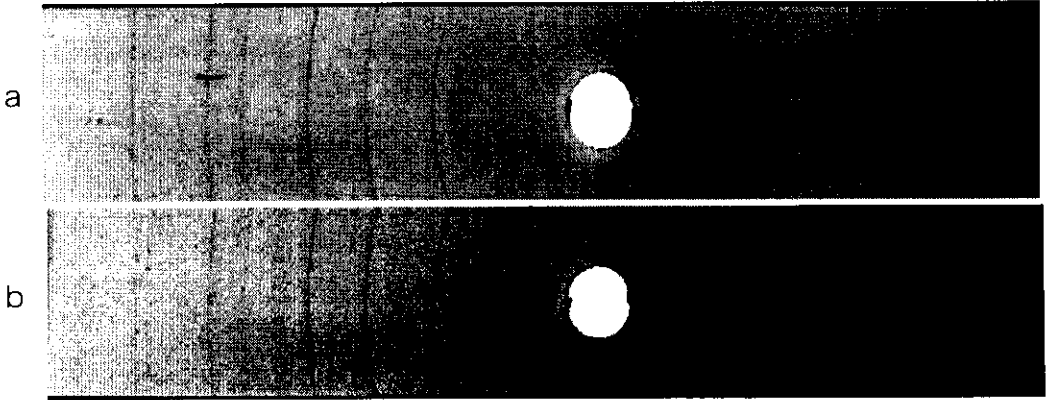
■ จากการถ่ายรูปสำหรับผงด้วยกล้องเดอบาย-เซอร์เรอร์

-ทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น (Cr_2O_3 0.3007% ในสารตั้งต้น)

ฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.45 , 35.00 , 37.65 , 43.35 , และ 52.55 มีค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d) เท่ากับ 3.498 , 2.564 , 2.388 , 2.087 และ 1.741 ตรงกับชุดและหมายเลขไฟล์มาตรฐาน 10-0173 ของออลูมินา

-ทับทิมสังเคราะห์จากต่างประเทศด้วยวิธีเฟลมฟิวชั่น

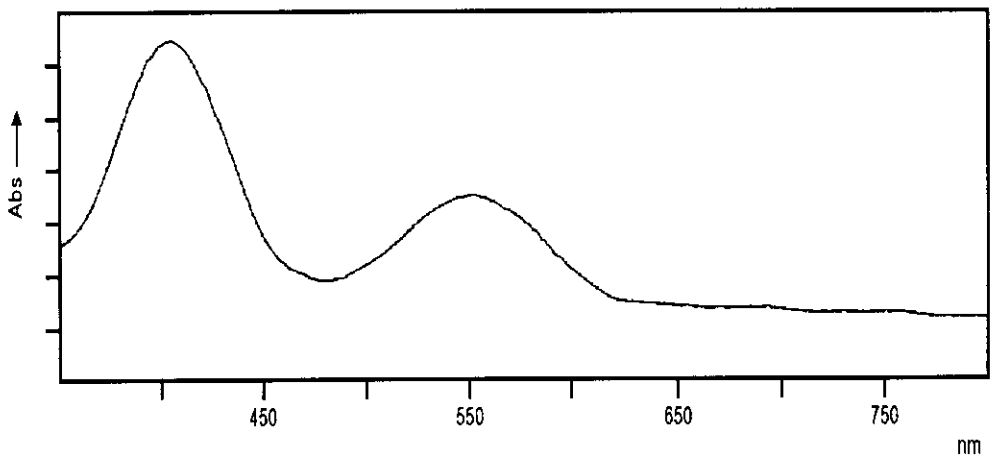
ฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ปรากฏที่ตำแหน่งค่ามุม 2θ เท่ากับ 25.70 , 35.15 , 37.80 , 43.40 , และ 52.65 มีค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d) เท่ากับ 3.467 , 2.553 , 2.380 , 2.085 , และ 1.738 ตรงกับชุดและหมายเลขไฟล์มาตรฐาน 10-0173 ของออลูมินา



ภาพประกอบที่ 62 แสดงฟิล์มออกไซด์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น (a) และทับทิมสังเคราะห์จากต่างประเทศด้วยวิธีเฟลมพิวชั่น (b)

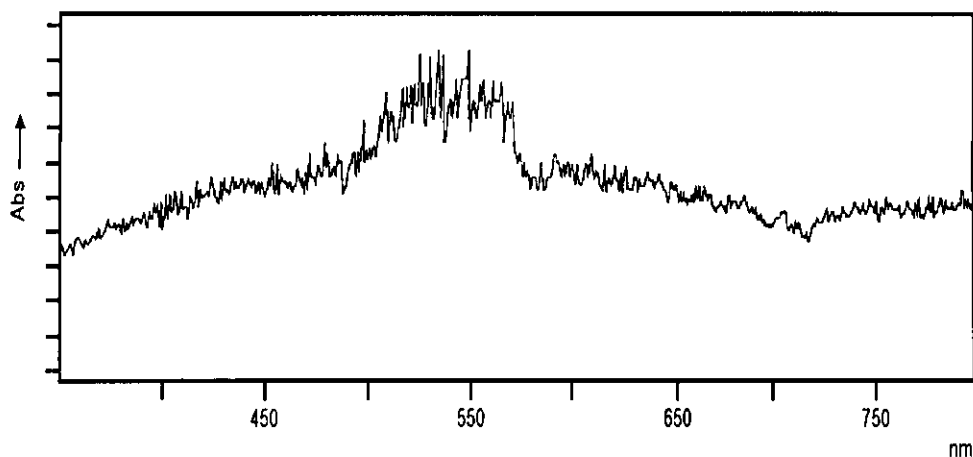
3.3.2 การศึกษาด้วยเทคนิคอัลตราไวโอเล็ตและวิชิเบิลสเปกโทรสโกปี(UV-Vis)

-ทับทิมสังเคราะห์จากต่างประเทศด้วยวิธีเฟลมพิวชั่น แสดงแถบการดูดกลืนสองแถบที่ความยาวคลื่น 404.61 และ 549.89 นาโนเมตร



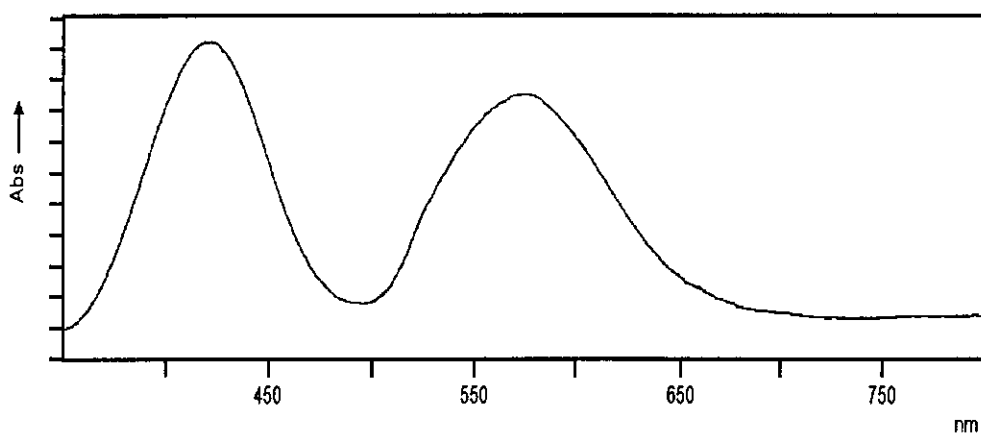
ภาพประกอบที่ 63 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของทับทิมสังเคราะห์จากต่างประเทศด้วยวิธีเฟลมพิวชั่น

-ทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น แสดงแถบการดูดกลืนแสงเพียงแถบเดียวที่ความยาวคลื่น 534.77 นาโนเมตร แต่สเปกตรัมที่ได้มีลักษณะเส้นไม่เรียบ (แม้ผ่านการขัดให้เรียบมัน) .



ภาพประกอบที่ 64 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น

-สารละลายโครเมียมออกซาลेट ($K_3[Cr(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O_{aq}$ 5.17×10^{-4} M) แสดงแถบการดูดกลืนสองแถบเช่นเดียวกับทับทิมสังเคราะห์ แต่ตำแหน่งแถบการดูดกลืนปรากฏที่ความยาวคลื่น 420.39 และ 572.90 นาโนเมตร



ภาพประกอบที่ 65 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายโครเมียมออกซาลेट

3.3.3 การหาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity)

ทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้นมีค่าความถ่วงจำเพาะอยู่ในช่วงประมาณ 3.54-3.84 ส่วนทับทิมสังเคราะห์ที่ซื้อมามีความถ่วงจำเพาะสูงกว่าและมีค่าอยู่ในช่วงประมาณ 3.98-4.00 ดังแสดงในตารางที่ 32 และ 33 ตามลำดับ สำหรับความหนาแน่นของผงสารตั้งต้นอัดเม็ดมีค่าประมาณ 0.96 g/cm^3 ดังแสดงในตารางที่ 34

ตารางที่ 32 แสดงความถ่วงจำเพาะของทับทิมสังเคราะห์ที่ทำขึ้น

ตัวอย่าง	ความถ่วงจำเพาะ	น้ำหนัก (กรัม)
R9 ^a	3.6703 ± 0.0192	4.018
R10 ^a	3.8395 ± 0.0106	5.864
R11 ^a	3.5889 ± 0.0159	4.679
R12 ^a	3.5429 ± 0.0254	3.562
R13 ^a	3.6134 ± 0.0233	2.451
R14 ^a	3.5473 ± 0.0169	2.753
R15 ^a	3.5421 ± 0.0102	3.169
R1 ^b	3.6763 ± 0.0253	4.243
R2 ^b	3.6542 ± 0.0202	5.193
R3 ^b	3.7962 ± 0.0064	3.447
R4 ^b	3.7242 ± 0.0241	2.678

^a ทับทิมสังเคราะห์ที่ทราบปริมาณ Cr_2O_3 , $n = 10$; ทับทิมสังเคราะห์ที่ไม่ทราบ

ปริมาณ Cr_2O_3 , $n = 5$

ตารางที่ 33 แสดงความถ่วงจำเพาะของทับทิมสังเคราะห์ที่ซื้อมา

ตัวอย่าง	ความถ่วงจำเพาะ	น้ำหนัก (กะรัต)
SR1 ^a	3.9982 ± 0.0027	8.030
SR2 ^a	4.0030 ± 0.0044	7.718
SR3 ^a	3.9955 ± 0.0061	4.303
SR4 ^a	3.9896 ± 0.0061	2.880
SR5 ^a	4.0032 ± 0.0065	2.481
SR6 ^b	3.9892 ± 0.0179	7.395

^a ทับทิมสังเคราะห์จากวิธีเฟลมฟิวชัน, n = 10 ; ^b ทับทิมสังเคราะห์จากวิธีฟลักซ์
ของบริษัทซาทัม, n = 5

ตารางที่ 34 แสดงความหนาแน่นของผงสารตั้งต้นอัดเม็ด

ตัวอย่าง	ความหนาแน่น (g/cm ³)
Tb1	0.9605
Tb2	0.9593

ทั้งสองเม็ดใช้ตัวอย่างผงทับทิมสังเคราะห์ (Cr₂O₃ 0.5 %) เดียวกัน ; น้ำหนัก
สาร 4.0138 และ 4.0089 กรัม ในตัวอย่าง Tb1 และ Tb2 ตามลำดับ, มีความหนา 0.7 ซม เท่ากัน