

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ขบวนการโซล-เจล (Sol-Gel Chemistry)

กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการทางเคมีที่อาศัยการเกิดพันธะทางเคมีหรือการเกาะตัวกันของสารตั้งต้นในระดับโมโนเมอร์ เทคนิคนี้เป็นที่รู้จักครั้งแรกในปี 1800[8] เทคโนโลยีโซล-เจลเริ่มใช้สารอัลคอกไซด์ในปี 1846 เป็นเวลาร้อยกว่าปีแล้วที่ได้มีความสนใจการเคลือบชั้นออกไซด์และการเตรียมสารแขวนลอยในรูปของโซล-เจลอย่างไรก็ตามการพัฒนาเทคนิคโซล-เจลก็เพิ่งเริ่มสนใจพัฒนาอย่างรวดเร็วไม่กี่สิบปีมานี้ โดยเฉพาะการเตรียมสารละลายไอออนโลหะเช่นอัลคอกไซด์, เกลือในรูปของสารอนินทรีย์(Inorganic salts), เกลือของโลหะอินทรีย์(Metallo-organic salts) ในแอลกอฮอล์ที่เป็นตัวทำละลายที่เหมาะสม ที่กล่าวมานี้เพื่อทำให้ได้สารตั้งต้นที่เรียกว่า “โซล”(Sol) ตามมาด้วยขั้นตอนของการเกิดเจล(Gellation step) โดยโซลจะถูกกำจัดของเหลวออกไปทำให้ได้ของแข็งที่มีของเหลวภายในที่เรียกว่า “เจล”(Gel)

แต่เดิมนั้น คำนิยามของโซล (Solution , Sol) คือของผสมหรือคอลลอยด์ (Colloids) ที่มีเฟสรวมกันของสารที่กระจายตัว (Dispersed Phase) อยู่ในสารที่เป็นตัวกลาง (Medium) ส่วนที่เป็นอนุภาคซึ่งกระจายอยู่ในตัวกลาง มักเป็นอนุภาคของคอลลอยด์ (Colloidal particles) หรือกลุ่มของโอลิโกเมอร์ (Oligomer cluster) ซึ่งมีขนาดอยู่ระหว่างโมโนเมอร์ (Monomer) และโมเลกุลขนาดใหญ่ (Macro molecule) ส่วนเจล (Gel) เป็นสารที่มีโครงสร้างที่เป็นโมเลกุลของแข็งต่อเรียงกัน โดยปลายทั้งสองด้านเป็นเฟสของของเหลวซึ่งมีลักษณะเป็นเฟสแบบต่อเนื่อง (Continuous phase)

ต่อมา มีการสร้างเซรามิกส์ขึ้นจากสารละลายในระบบของโซล-เจล โดยรวมไปถึงการตกตะกอนของอนุภาคโลหะออกไซด์จากสารละลาย เริ่มต้นโดยโซลซึ่งไม่มีความเสถียรเกิดการรวมตัวกันในลักษณะเป็นเครือข่ายเชื่อมโยงต่อเนื่องไปเรื่อย ๆ จนได้โครงสร้างที่แน่นอรรวมตัวกันซึ่งเป็นการเกิดเป็นเจลนั่นเอง

แสดงความหลากหลายของกระบวนการแบบโซล-เจล ซึ่งสารละลายเริ่มต้นสามารถเตรียมจากลักษณะทางเคมีได้หลายรูปแบบ เช่นสารละลายของสารประกอบระหว่างสารอินทรีย์กับโลหะ (metallo-organic) สารละลายพอลิเมอร์ (Polymeric) และสารละลายพวกไอออนิก เป็นต้นซึ่งรูปแบบทางเคมีของสารตั้งต้นที่เลือกใช้จะเป็นตัวแปรสำคัญที่คอยกำหนด

ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของเจลที่จะเกิดขึ้นมา เช่น ลักษณะโครงสร้าง การแจกแจงของความหนาแน่นภายในโครงข่ายของตัวเจล

2.2 การเกิดโครงสร้างลักษณะต่าง ๆ กันตามรูป อธิบายได้ดังนี้

1. โครงข่ายอนุภาค (particle networks)

เป็นโครงข่ายที่มีการแจกแจงของความหนาแน่นสูง และไม่สม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้นจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค โดยมีลักษณะทางเคมีของพื้นที่อนุภาคเป็นต้นกำหนดสมบัติการแขวนลอย และลักษณะโครงสร้างของการเกาะกันของอนุภาคด้วยเช่นกัน เนื่องจากจะส่งผลโดยตรงต่ออัตราเกาะกลุ่มกันของอนุภาค และขนาดของแต่ละกลุ่มอนุภาคที่เกิดขึ้น

2. โครงข่ายกลุ่มก้อน (aggregate networks)

เป็นโครงข่ายที่มีการแจกแจงของความหนาแน่นต่ำ และมีความไม่สม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้นจากการรวมตัวกันของกระจุกอนุภาคเป็นหย่อม ๆ เป็นกรณีที่เกิดขึ้นในการเตรียมสารละลายภายใต้สภาวะที่มีของแข็งตกตะกอนออกมาเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กมาก ๆ (เนื่องจากมีความอึดด้วยวดยิ่งสูง) ทำให้อนุภาคเกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขึ้นในระหว่างที่กำลังมีการตกตะกอนและจะได้โครงข่ายที่มีความแข็งแรงสูงเกิดขึ้น

3. โครงข่ายพอลิเมอร์ (polymer networks)

เป็นโครงข่ายที่มีการแจกแจงของความหนาแน่นต่ำ และมีความสม่ำเสมอตลอดแนวเกิดขึ้นจากการต่อเชื่อมข้ามสาย (crosslinking polymers) ของพวกพอลิเมอร์ ที่มีไอออนของโลหะที่ต้องการป้อนอยู่ ในบางกรณีจะมีการใช้พวกพอลิเมอร์อินทรีย์ที่ประกอบด้วยชุดของพันธะโลหะกับออกซิเจนเป็นแกนกลาง

สารตั้งต้นที่ใช้เตรียมโซล ประกอบไปด้วยอะตอมของโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ (Ligand) ชนิดต่าง ๆ ทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ กลุ่มที่นิยมใช้งานมากที่สุด คือ กลุ่มอัลค็อกไซด์ของโลหะ (Metal alkoxide , $M(RO)_x$) เมื่อ M เป็นไอออนบวกของโลหะ และ R คือกลุ่มของอัลคิล (Alkyl group) พอลิเมอร์ในขบวนการโซล-เจล เริ่มด้วยการละลายสารตั้งต้นในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ซึ่งมักใช้สารอินทรีย์ (Organic solvent) ซึ่งพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้น ต้องอาศัย 2 ขั้นตอนสำคัญ คือ ปฏิกริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction) และปฏิกริยา คอนเดนเซชัน (Condensation reaction) เขียนสูตรขั้นตอนทั้งสองได้ดังนี้

1. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction)



2. ปฏิกิริยา คอนเดนเซชัน (Condensation reaction)



ในช่วงของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ภายในโซล จะมีการสร้างกลุ่มของอัลค็อกไซด์โอลิโกเมอร์ ขึ้นต่อเนื่องกันเป็นสาย และจับตัวเป็นกลุ่มก้อน สุดท้ายหลังปฏิกิริยาคอนเดนเซชันสิ้นสุด กลุ่มของโมเลกุลที่จับตัวกันนี้ จะมีการเชื่อมต่อกันจนกลายเป็นกลุ่มของโมเลกุลขนาดใหญ่ และกลายเป็นพอลิเมอร์ในที่สุด

โครงสร้างของเจลพอลิเมอร์จะเป็นแบบใด ขึ้นอยู่กับค่าฟังก์ชันนอลลิตี (Functionality , f) ของสารตั้งต้นที่ใช้ ความหมายของฟังก์ชันนอลลิตี คือ เป็นจำนวนพันธะทั้งหมดที่โมโนเมอร์สามารถสร้างขึ้นได้ เพราะตัวโมโนเมอร์เองสามารถสร้างพันธะให้เกิดขึ้นอย่างน้อยที่สุด 2 พันธะในหน่วยพื้นฐานของพอลิเมอร์

จำแนกชนิดของพอลิเมอร์ตามค่าฟังก์ชันนอลลิตีของอัลค็อกไซด์ไอโอะไดโอะได้คือ

กรณี $f = 2$ พอลิเมอร์มีรูปร่างเป็นสายตรง (Linear chain) หรือ วงแหวน (Ring)
 กรณี $f > 2$ พอลิเมอร์มีลักษณะการจับตัวในลักษณะแบบห่วงโซ่ คือสามารถต่อเชื่อมโยงข้ามกันได้ ในลักษณะไขว้ (Cross-link) ทำให้มีโครงสร้างในลักษณะที่เป็นสามมิติได้

2.3 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิจาาระบบโครงสร้างผลึก

รังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจการทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1 – 100 อังสตรอม การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิดซึ่งหลักการดังกล่าวเหล่านี้เราจึงสามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

1. ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสีและที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอม ทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่างๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะเข้าสู่ปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกิน ในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์” ซึ่งแบ่งได้ 2 ชนิด ตามกระบวนการของการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินจากอะตอมบริเวณชั้นโคจรอิเล็กตรอน คือ

(1) รังสีเอกซ์เฉพาะตัว มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic X-ray) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอน ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่น ๆ หรือโฟตอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชั้นในวงโคจรได้รับพลังงานเพิ่มสูงขึ้นกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวงโคจร ทำให้หลุดจากวงโคจรเกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรชั้นใน ทำให้อะตอมอยู่ในภาวะที่ถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรในชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นในด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์

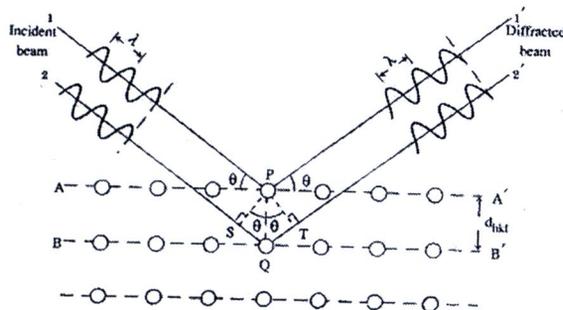
แล้วเข้ามาแทนที่ช่องว่างของวงโคจรชั้นใน พลังงานส่วนเกินนี้จะมีค่าเท่ากับความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะวงโคจรของอิเล็กตรอน และชนิดของธาตุนั้น ๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่า

(2) รังสีแบบต่อเนื่อง มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงสูงสุด ปฏิกิริยาการเกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามคูลอมบ์ (Coulomb field) บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตบริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา

ก่อนที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ดังนั้นพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ถ้าอิเล็กตรอนปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมหลุดออกได้ก็จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะค่าปะปนซ้อนอยู่กับสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องด้วยเสมอ

การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาที่ความยาวคลื่นใดๆ ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมา ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดเกิดจากการที่อิเล็กตรอนคายพลังงานที่ได้รับมาทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าหมายที่ใช้

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมภาพ 1



ภาพ 1 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์



ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่า ๆ กันลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
 2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
- เมื่อปี ค.ศ. 1912 แบริกก็ได้ยิงลำรังสีเอกซ์แคบๆ กระแทกผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอม O, P และ R ถ้า

$$SQ + QT = n\lambda \quad (1)$$

เมื่อ n คือ จำนวนเต็ม รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในเฟสที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ จะเห็นว่า

$$SQ = QT = d \sin \theta \quad (2)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก เขียนสมการใหม่ได้ว่า

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3)$$

เรียกสมการนี้ว่า สมการของแบริก (Bragg's equation) ซึ่งมีประโยชน์มาก สำหรับการศึกษามีโครงสร้างเป็นระเบียบ เช่น สารที่มีโครงสร้างเป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) และผลึกเชิงซ้อน (polycrystalline) เพราะในสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเรียงตัวของอะตอมเป็นลักษณะเฉพาะ เมื่อเราทราบถึงค่ามุมที่เกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอกซ์เมื่อชนกับอะตอมของสาร เราจะทราบถึงระยะห่างระหว่างแต่ละอะตอมของสารนั้น ๆ จึงเป็นประโยชน์อย่างมากในการวิเคราะห์หาชนิดของสาร (qualitative analysis) รวมไปถึงสมบัติทางกายภาพของสารนั้น ๆ อีกด้วย

การคำนวณค่าคงที่แลตทิซ c , a และค่าอัตราส่วน c/a สามารถกระทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน และจากสมการที่ (4)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4)$$

ในระบบเทระโกอลนั้น ค่าแลตทิซ a มีค่าเท่ากับแลตทิซ b แต่ไม่เท่ากับแลตทิซ c ($a = b \neq c$) ดังนั้น จากสมการที่ (2.4) เขียนใหม่ได้เป็น

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (5)$$

หรือ

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{(c/a)^2} \quad (6)$$

สำหรับเลดโททานิตสามารถคำนวณหาค่าอัตราส่วน c/a ได้โดยนำค่า d-spacing d_{002} และ d_{200} มาคำนวณตามสมการ (2.7)

$$c/a = \frac{d_{002}}{d_{200}} \quad (7)$$

2.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบทั้งแบบใช้แสงธรรมดาและใช้รังสีแบบอื่นๆ มีข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกนอกจากจะขึ้นกับลักษณะของเลนส์แล้ว ยังขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นของแสงที่ใช้อีกด้วย กล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบสามารถมีกำลังแยกขณะส่องดูวัตถุขนาดเล็กสุดได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังมองเห็นวัตถุภายในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้ว่าส่วนนั้นเป็นอะไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์กระจก เรียกกล้องดังกล่าวว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบพื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุได้ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุให้มีความเข้มของเงาแตกต่างกัน

2.5 หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลต์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบี่ยงล่างโดยแผ่นแอโนด (anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ $10^{-5} - 10^{-7}$ ทอร์ และมีชุดคอนเดนเซอร์เลนส์ที่จะปรับลำอิเล็กตรอน (electro beam) ให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบี่ยงล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุ หรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal) ชนิดต่าง ๆ ออกมา ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น คือ

(1) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับไม่ลึก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

(2) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

(3) สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้น (excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสถิติของ

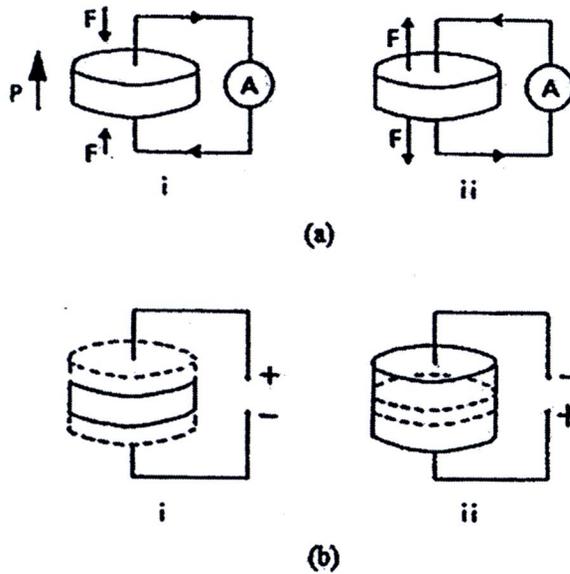
โครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่แทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์เหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์จะแจ้งกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดรอยต่อพีเอ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิคอนลิเทียม (lithium drifted silicon Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์นั้นก็มีทั้งแบบช่องเดี่ยว (Single Channel Analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)

2.6 สมบัติพิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric property)

คำว่า “พิโซ” มาจากภาษากรีก แปลว่า “กด” ดังนั้นพิโซอิเล็กทริก จึงหมายความว่าความสามารถของวัสดุในการเปลี่ยนแรงกดที่ได้รับให้เป็นกระแสไฟฟ้า ซึ่งแรงกดที่ได้รับเป็นแรงทางกลทำให้เกิดความเครียดในผลึกขึ้น จึงเกิดการเรียงตัวไปทางเดียวกันเรียกว่าการโพลาไรเซชัน และการให้กระแสออกมา โดยสภาพพิโซอิเล็กทริกถูกค้นพบครั้งแรก โดย Jacques และ Pierre เมื่อประมาณ ค.ศ. 1880 ในสารประกอบผลึกเชิงเดี่ยว เช่น ควอตซ์ (quartz) และ Rochelle salt ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

สภาพพิโซอิเล็กทริกสามารถเกิดขึ้นได้ 2 แบบ คือ แบบตรง (Direct piezoelectric effect) และแบบผกผันได้ (converse piezoelectric effect) กล่าวคือ สภาพพิโซอิเล็กทริกแบบตรงสามารถเปลี่ยนแรงทางกลให้เป็นไดโพลได้ ดังภาพ 2 (a) ในทำนองกลับกันสภาพพิโซอิเล็กทริกแบบผกผันสามารถเปลี่ยนแรงไฟฟ้าให้เป็นแรงกลได้ ดังภาพ 2 (b) ซึ่งระดับการเกิดโพลาไรเซชันจะขึ้นกับความเครียดที่เกิดจากแรงที่ได้รับ นอกจากนี้ทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้แก่วัสดุชนิดนี้จะเป็นตัวกำหนดว่าวัสดุจะขยายหรือหดลง



ภาพ 2 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (a) แบบตรง (b) แบบผกผันกลับ

หน่วยเซลล์ (Unit cell) ของโครงสร้างผลึกในวัสดุมีความสำคัญมากต่อสภาพพิโซอิเล็กทริก กล่าวคือ สภาพพิโซอิเล็กทริกจะเกิดขึ้นได้ในวัสดุที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์เท่านั้น ดังนั้น จึงสามารถแบ่งกลุ่มผลึก 32 กลุ่ม เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือประเภทแรกเป็นสารที่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์มีทั้งหมด 11 กลุ่ม อีกประเภทหนึ่งเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ มีทั้งหมด 21 กลุ่ม

ใน 21 กลุ่ม เป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ดังกล่าวนี้ มี 20 กลุ่ม ที่มีสมบัติเป็นสารพิโซอิเล็กทริก และในสาร 20 กลุ่มนี้มีกลุ่มย่อยที่เป็นสารเพโรอิเล็กทริกซึ่งข้อแตกต่างของวัสดุทั้ง 2 ชนิดนี้คือความสามารถในการเกิดโพลาไรเซชัน โดยสารพิโซอิเล็กทริกไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้ แต่จะเกิดเมื่อให้แรงกลต่อผลึกเท่านั้น ในขณะที่สารเพโรอิเล็กทริกสามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้แม้จะไม่มีแรงกลมากระทำ

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
 ห้องสมุดงานวิจัย
 วันที่..... - 7 ส.ค. 2555
 เลขทะเบียน..... 190958
 เลขเรียกหนังสือ.....

2.7 เฟร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric)

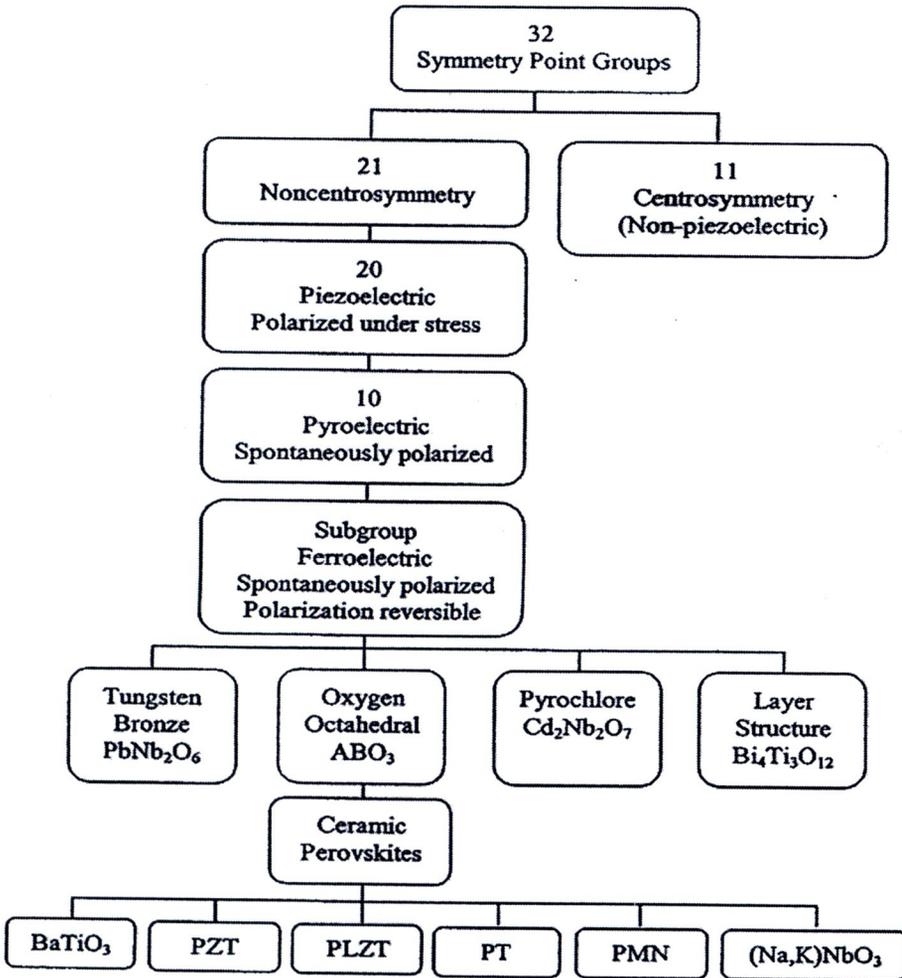
สารเฟร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ทำให้ผลรวมของการเคลื่อนตัวของประจุบวกและลบ จึงทำให้สามารถสร้างไดโพลขึ้นมาได้โดยไม่ต้องได้รับแรงกล ซึ่งสามารถแยกสารเฟร์โรอิเล็กทริกออกจากวัสดุไดอิเล็กทริก ด้วยการตกค้างหรือรีมานนท์โพลาริเซชัน (remanent polarization: P_R) เมื่อสนามไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปมีค่าเป็นศูนย์

โดยปกตินั้นโพลาริเซชัน (P) เป็นผลมาจากสนามไฟฟ้าซึ่งจัดเรียงขั้วคู่อะตอม (atomic dipole) หรือขั้วโมเลกุล (molecular dipole) อย่างเป็นระเบียบ ในสารหลายชนิดโพลาริเซชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้า เมื่อสนามไฟฟ้า \bar{E} มีความเข้มข้น

$$= \bar{P} \epsilon_0 \chi_e \bar{E} \quad (8)$$

เมื่อ χ_e เป็นค่าคงที่เรียกว่าสภาพรับได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) ของตัวกลาง ค่าของ χ_e ขึ้นกับโครงสร้างทางจุลภาค (microscopic structure) ของสารที่พิจารณาและ ϵ_0 เป็นสภาพยอมของสุญญากาศ (permittivity of a vacuum) มีค่าคงที่ประมาณ 8.854×10^{-12} F/m โปรดสังเกตว่าสนามไฟฟ้า E ในสมการ (8) นี้เป็นสนามไฟฟ้าทั้งหมด ซึ่งอาจเกิดจากส่วนของประจุอิสระและส่วนของโพลาริเซชันที่สนาม \bar{E} ผลิตขึ้นเอง





ภาพ 3 แสดงการแบ่งกลุ่มพิโซอิเล็กทริกและกลุ่มย่อย

χ_e ไม่มีทิศทาง และการกระจัดไฟฟ้า (electric displacement: D) มาจากการกระจายประจุอิสระเท่านั้น ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการ (9)

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + P \tag{9}$$

จากสมการ (2.1) และ (2.2) จะได้ความสัมพันธ์เป็น

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + \epsilon_0 \chi_e \bar{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \bar{E} \tag{10}$$

ดังนั้นไม่เพียงแต่ P เท่านั้นที่ขึ้นกับ \bar{E} แต่ \bar{D} ก็ขึ้นกับ \bar{E} ด้วยเช่นกัน

$$\bar{D} = \epsilon \bar{E} \quad (11)$$

$$\epsilon = \epsilon_0(1 + \chi_e) \quad (12)$$

เรียก ϵ ว่าสภาพยอม (Permittivity) ของวัสดุ

ในสุญญากาศ ไม่มีสารใดก่อให้เกิดโพลาไรซ์ ดังนั้นสภาพรับไว้ได้ทางไฟฟ้าจึงเป็นศูนย์ และสภาพยอม (ϵ) จะมีค่าเท่ากับ ϵ_0 และจากสมการ (2.12) จะได้

$$\epsilon_r = 1 + \chi_e = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (13)$$

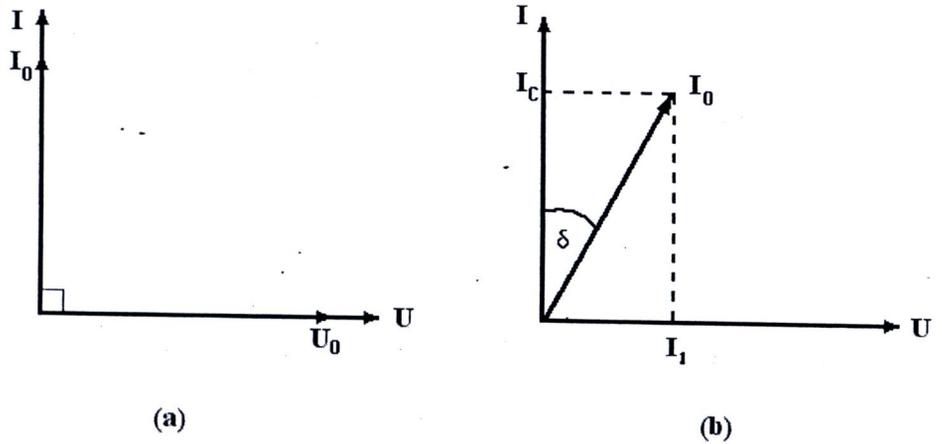
เมื่อ ϵ_r คือสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริก ส่วนใหญ่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ_r จะมีค่าสูง

ดังนั้น

$$\bar{P} \gg \epsilon_0 \bar{E} \text{ และ } D \approx P$$

เมื่อป้อนไฟฟ้ากระแสสลับให้กับวัสดุไดอิเล็กทริก สนามไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดเป็นเหตุให้เกิดไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริก ในกรณีอุดมคติ ไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริกสามารถสลับทิศทางได้ตามความถี่ของแหล่งกำเนิด กรณีกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) มีความต่างเฟสกันอยู่ 90 องศา ดังรูป 2.5 (a) ทำให้ผลคูณสเกลาร์ (scalar product) ของ I และ V เท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงไม่มีการสูญเสียพลังงานของวัสดุไดอิเล็กทริก (dielectric loss: $\tan \delta$) เกิดขึ้น แต่ในความเป็นจริงการสลับทิศทางของไดโพลจะก่อให้เกิดความต้านทานภายในเนื้อวัสดุเอง ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานขึ้น ซึ่งกรณีนี้กระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้ามีความต่างเฟสกันน้อยกว่า 90 องศา ดังรูป 5 (b) โดยการสูญเสียพลังงานที่เกิดขึ้นนั้น สามารถวัดได้จากการทดลองและเป็นอัตราส่วนของสภาพยอมจินตภาพ (imaginary permittivity: ϵ'') และสภาพยอมจริง (real permittivity: ϵ') ดังสมการที่ (14)

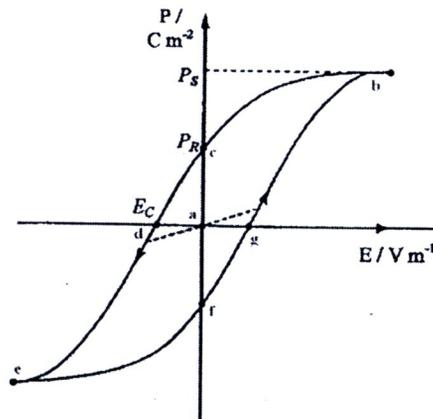
$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad (14)$$



ภาพ 4 ความต่างเฟสระหว่างกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) ของวัสดุไดอิเล็กทริก
(a) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงาน (b) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน

ในวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกการสลับทิศทางของไดโพลตามความถี่ของแหล่งกำเนิด ได้ความสัมพันธ์ระหว่างการโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้า (polarization versus field) ซึ่งความสัมพันธ์จะพบในรูปของวงรอบฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ภาพ 4 เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปครั้งแรกการเกิดโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว (saturation polarization) คือจุด b ซึ่งการเกิดโพลาไรเซชันมีค่ามากที่สุด ไดโพลทั้งหมดจะเรียงตัวขนานกัน และหากเพิ่มสนามไฟฟ้าไปมากกว่านั้น ก็ไม่มีผลต่อการเกิดโพลาไรเซชัน เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงแทนที่การโพลาไรเซชันจะถอยกลับไปตามเส้นทางเดิมเหมือนตอนเริ่มต้น ($P = 0$) แต่กลับไปสู่ทิศทางที่แตกต่างกัน แม้ว่าไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ($E = 0$) แก่วัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริกก็ตาม แต่ยังคงมีโพลาไรซ์หลงเหลืออยู่ หรือรีมานนท์ โพลาไรเซชัน (remanent value: P_r) ที่จุด C

ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาไรเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับทิศทางเดิม (นั่นคือ $-E$) โพลาไรเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกจุดนี้ว่าสนามโคเออร์ซีฟ (coercive field: E_c) ถ้าเราพยายามให้สนามไฟฟ้าในทิศทางลบนี้สูงขึ้นอีก ในที่สุดก็จะถึงจุดอิ่มตัว ที่จุด C ขั้วไดโพลทั้งหมดชี้ไปทางขวา เมื่อถึงขั้นตอนนี้ ถ้าไม่ป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาไรเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวายังจุด f เพื่อให้ครบวงจร ต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในทิศทางบวก โพลาไรเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิ่มตัวที่จุด b



ภาพ 5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก

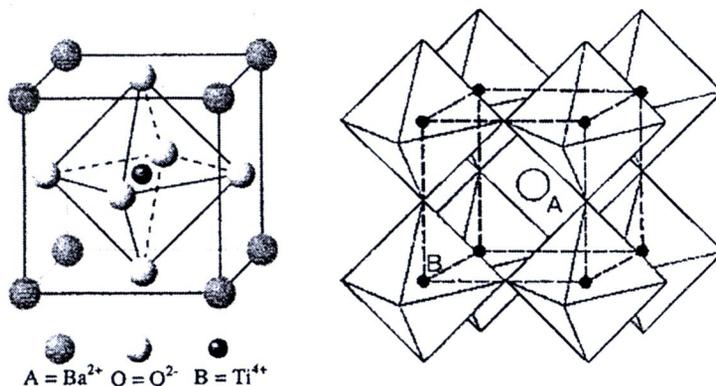
ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาริเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับทิศทางเดิม (นั่นคือ $-E$) โพลาริเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกจุดนี้ว่าสนามโคเออร์ซีฟ (Coercive field: E_c) ถ้าเราพยายามให้สนามไฟฟ้าในทิศทางลบนี้สูงขึ้นอีก ในที่สุดก็จะถึงจุดอิ่มตัว ที่จุด c ขั้วใดโพลทั้งหมดชี้ไปทางขวา เมื่อถึงขั้นตอนนี้ ถ้าไม่ป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาริเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวายังจุด f เพื่อให้ครบวงจร ต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในทิศทางบวก โพลาริเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิ่มตัวที่จุด b

2.8 เพอโรฟสไกต์เฟอร์โรอิเล็กทริก (Perovskite ferroelectric)

เพอโรฟสไกต์เฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นกลุ่มใหญ่ที่สุดในบรรดาเฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยกันและมีโครงสร้างพื้นฐานเป็นเพอโรฟสไกต์ ซึ่งมีสูตรโครงสร้างว่า “ ABO_3 ” ซึ่งโครงสร้างนี้สามารถอธิบายด้วยโครงสร้างคิวบิกอย่างง่ายได้ โดยธาตุ A ซึ่งเป็นแคตไอออน (cation) ที่มีขนาดใหญ่ที่สุด จะอยู่ที่ตั้งอยู่ที่มุมของ 8 ของรูปทรงคิวบิก ตัวอย่างเช่น Pb, Ca, Ba, Sr, Na และ K เป็นต้น ส่วนธาตุ B อยู่ที่ใจกลางของรูปออกตะฮีดรอล (octahedral) เป็นแคตไอออนที่มีขนาดเล็กที่สุด ได้แก่ Ti, Zr, Nb, Ta, W ฯลฯ และสุดท้ายแอนไอออน (anions) ออกซิเจนทั้ง 6 ตัวจะอยู่ที่บริเวณกลางผิวหน้า (face center) ของด้านรูปทรงคิวบิกทั้ง 6 ด้าน ตัวอย่างสารประกอบที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ เช่น $BaTiO_3$, $PbTiO_3$, $PbZrO_3$, $NaNbO_3$ และ $SrTiO_3$

ในแบบเรียบมโททานเนต ซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิดแรก มี Ba^{2+} เป็นแคตไอออนขนาดใหญ่ ตั้งอยู่ที่มุมทั้ง 8 ของกล่อง ส่วนแคตไอออน B เป็น Ti^{2+} มีขนาดเล็กที่สุด อยู่ที่

ศูนย์กลางของกล่อง และถูกล้อมรอบด้วยแอนไอออนทั้ง 6 ที่อยู่ในตำแหน่งกลางผิวหน้าและถูกเชื่อมโยงเป็นทรงออกตะฮีดรอลภายในกล่อง ภาพ 6

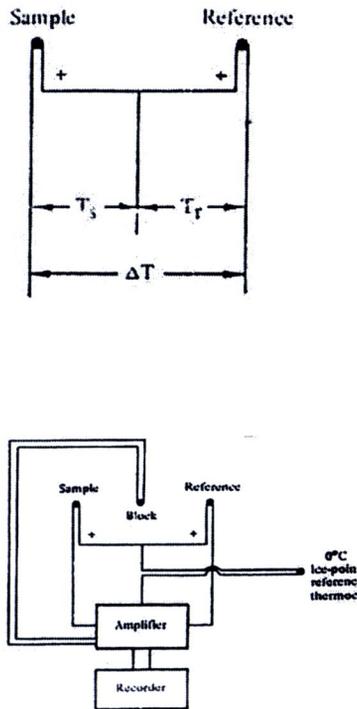


ภาพ 6 หน่วยเซลล์แบบเพอโรฟสไกต์ (ABO_3) ของแบเรียมไททานेट

เป็นที่ทราบกันแล้วว่า หากสารเฟอร์โรอิเล็กทริกได้รับอุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรีของสารนั้นแล้ว สารดังกล่าวจะกลายเป็นพาราอิเล็กทริก โดยผลึกมีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ ผลที่ตามมาคือสารจะไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้ และเมื่อลดอุณหภูมิดังกล่าวลงให้ต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี สารดังกล่าวจะมีการเปลี่ยนสภาพจากพาราอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเช่นเดิม ทำให้ที่ตำแหน่งศูนย์กลางมีการเปลี่ยนตำแหน่ง และโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกจะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกที่ไม่มีความสมมาตรกับศูนย์กลาง ตัวอย่างโครงสร้างดังกล่าว เช่น เทตระโกนอล (Tetragonal) รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) หรือโมนอคลีนิก (monoclinic)

2.9 การวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเครื่อง Differential Thermal Analysis (DTA)

DTA เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เชิงความร้อน โดยวัดออกมาในรูปของอุณหภูมิที่ต่างกัน ระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงในระหว่างให้ความร้อนอุณหภูมิของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงในลักษณะการดูด (Endothermic) หรือการคายความร้อน(Exothermic)เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายใน (Enthalpic transition) เช่นจากการเปลี่ยนเฟส การละลาย การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก การเดือด การเผาไหม้ การระเหย การคายน้ำ การแตกตัว กระบวนการ Oxidation Reduction และปฏิกิริยาเคมีต่าง ๆ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะถูกตรวจวัด ค่าความแตกต่างของอุณหภูมิของตัวอย่าง (T_s) และวัสดุอ้างอิง (T_r) จะถูกบันทึกเป็นกราฟดังตัวอย่างแสดงในภาพ 7



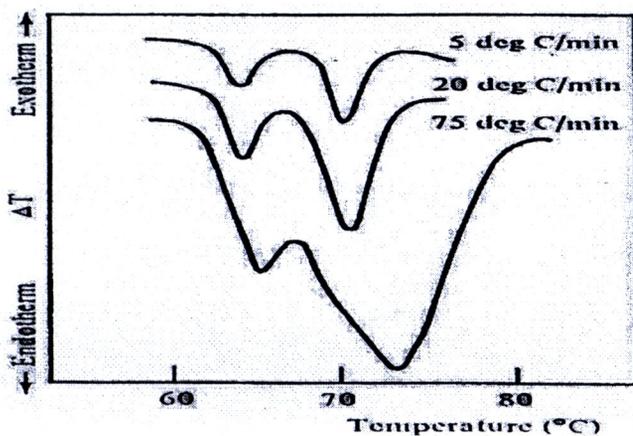
ภาพ 7 แสดงวงจรของเครื่อง DTA

2.10 DTA ประกอบด้วย

1. เครื่องวัดอุณหภูมิ (Thermocouple) นิยมใช้ Pt – Pt / Rh หรือ Ni – Ni / Cr เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.1 – 0.3 mm.
2. ถ้วยใส่ตัวอย่าง และสารอ้างอิง ทำจากวัสดุที่มีสมบัติเฉื่อยต่อการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิที่ทดลอง และมีค่า Thermal Conductivity สูงเพื่อให้สามารถนำความร้อนสู่ตัวอย่างหรือสารอ้างอิงได้ดี
3. ห้องควบคุมบรรยากาศในการทดลอง

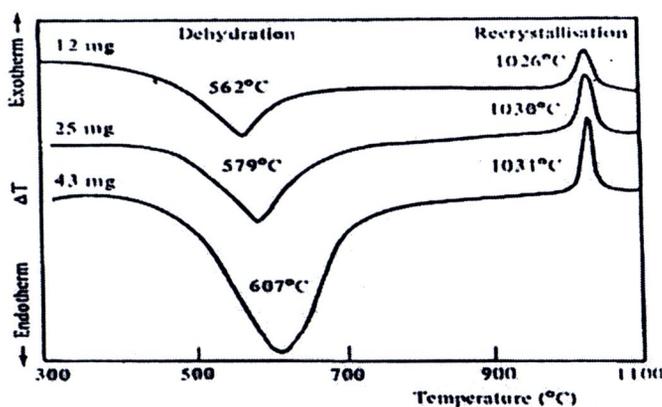
2.11 ปัจจัยที่มีผลต่อการวิเคราะห์ ได้แก่

1. อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ที่ใช้ในการทดลองมักอยู่ในช่วง 2 – 20°C / นาที การเพิ่มอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะลด Resolution แต่จะเพิ่มพื้นที่ของกราฟ (Peak) ดังตัวอย่าง แสดงในภาพ 8 ส่วนการลดอัตราในการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะลดพื้นที่ของกราฟ



ภาพ 8 แสดงผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อกราฟ

2. ปริมาณและสภาพของตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองของ DTA การเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวอย่างที่ใช้ในการทดลอง จะมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาทางเคมี และปฏิกิริยาทางฟิสิกส์ แตกต่างกัน



ภาพ 9 แสดงผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาณของตัวอย่างต่อกราฟ

จากภาพจะเห็นว่า การเพิ่มปริมาณของตัวอย่างจาก 12 mg เป็น 43 mg อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาเคมี (Dehydration) จะเพิ่มขึ้น 45 องศาเซลเซียส ในขณะที่อุณหภูมิที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทางฟิสิกส์ (Recrystallisation) เพิ่มขึ้นเพียง 5 องศาเซลเซียส นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณของตัวอย่างทำให้พื้นที่ได้กราฟเพิ่มขึ้นด้วยขนาดอนุภาค (Particle Size), การอัดแน่น (Packing) และความหนาแน่น (Density) ของตัวอย่าง มีผลต่อความสามารถในการนำความร้อน (Thermal Conductivity) ของตัวอย่าง หรือความสามารถในการแลกเปลี่ยนความร้อนระหว่างตัวอย่างกับสภาพแวดล้อม ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างของแข็งและแก๊ส (Solid – Gas Reaction)

3. การเลือกสารอ้างอิง

สารอ้างอิงควรมีสมบัติทางด้านความร้อน (Specific heat, Conductivity) ใกล้เคียงกับสารตัวอย่าง และควรเป็นสารเฉื่อยในทุกช่วงอุณหภูมิของการทดลอง การเลือกสารอ้างอิงชนิดประเภทอาจนำไปสู่ความคลาดเคลื่อนของ Base line อะลูมินา (Alumina) เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นสารอ้างอิง นอกจากนี้ยังมี fused quartz, glass beads หรือ liquid paraffin สารอ้างอิง ที่เป็นของเหลวจะใช้เมื่อตัวอย่างเป็นของเหลว

2.12 การใช้ประโยชน์ของเครื่อง DTA

DTA สามารถใช้วิเคราะห์เพื่อวัตถุประสงค์ต่าง ๆ เช่น ใช้วิเคราะห์หาส่วนประกอบของตัวอย่าง ความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง การสร้าง Plan-Diagrams เป็นต้น ตัวอย่างการใช้ DTA ในงานต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2.1 และตัวอย่างผลวิเคราะห์จากเครื่อง DTA แสดงเป็นกราฟรูปที่ 8 และ 9

ตารางที่ 2.1 แสดงตัวอย่างการใช้ DTA ในการทำงานต่างๆ

Physical processes	Chemical processes
Solid – solid transitions Melting and freezing transitions Vaporisation and sublimation Crystallisation phenomena Specific heat measurement Structure determination in polymers Glass transitions Curie points Heats of transition Purity determinations Construction of phase diagrams	Polymerisation reactions Catalysis Decomposition and degradation Loss of solvent of crystallisation Explosive reaction Heats of reaction Chemisorption Reaction kinetics Antioxidants and stabilisers