

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในบทนี้ กล่าวถึงข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง ได้แก่ สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือ วิธีที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือปนแพลเลเดียม การทดสอบความสามารถโฟโตแคทาติค การหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ทั้งก่อนเจือและหลังจากการเจือ และกล่าวถึงวิธีการเตรียมสารตัวอย่างในการวิเคราะห์โดยเครื่องมือชนิดต่าง ๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

3.1 สารเคมี

3.1.1 ซิงก์แนปทานเนต (zinc naphthanate) ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.2 แพลเลเดียมอะซิetylacetonate (palladium (II) acetylacetonate) ความบริสุทธิ์ 99 %

ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.3 โทลูอิน (toluene) ผลิตโดย BDH Laboratory Supplies Poole ประเทศอังกฤษ

3.1.4 แอซีโตนไทร (acetonitrile) ผลิตโดยบริษัท IRELAND

3.1.5 ซูโครส (sucrose) ผลิตโดยบริษัท AJAX

3.1.6 เมทานอล (methanol) ความบริสุทธิ์ 99 % ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

3.1.7 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 ปีกเกอร์ขนาด 50, 100 มิลลิลิตร

3.2.2 กระบอกตวงขนาด 50, 100 มิลลิลิตร

3.2.3 เครื่องชั่งสารละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ AND รุ่น HR-200 ผลิตโดยประเทศญี่ปุ่น

3.2.4 เครื่อง Ultrasonic bath รุ่น D-78224 Transonic Digital ผลิตโดยบริษัท Elma

ประเทศสหพันธรัฐเยอรมัน

3.2.5 ขวดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 100 มิลลิลิตร

3.2.6 ซ้อนตักสาร

3.2.7 แท่งคนสาร

3.2.8 เครื่องเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (flame spray pyrolysis reactor)

- 3.3.9 เครื่อง spiral reactor ประกอบขึ้นเอง
- 3.3.10 เครื่องปั้มน้ำ ผลิตโดยบริษัท Extech equipment ประเทศออสเตรเลีย
- 3.2.11 เครื่องวัดค่านำไฟฟ้า รุ่น Cyberscan PC 5500/5000, Bench pH, Ion & Conductivity พร้อมด้วยโปรแกรม Cybercom 500 รุ่น 1.0.0 ผลิตโดยบริษัท Eutech Instrument
- 3.2.12 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น PW 3719 ผลิตโดยบริษัท Philip Analytical
- 3.2.13 เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) รุ่น JSM-2010 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศ ญี่ปุ่น
- 3.2.14 เครื่องวัดพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer) รุ่น Micromeritics TriStar 3000 V5.02

3.3 ลักษณะเฉพาะเครื่องเฟลมสเปย์ไพโรลิซิส

- 3.3.1 นอซเซิล(nozzle) ประกอบด้วยหลอดแคพิลลารี ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 0.91 มิลลิเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.6 มิลลิเมตร วางอยู่บนพื้นที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.22 มิลลิเมตร ที่ล้อมรอบด้วยแอแนลาร์แกพ (annular gap) ที่มีพื้นที่สูงสุด 0.48 ตาราง มิลลิเมตร สารตั้งต้นจะผ่านออกมาทางหลอดแคพิลลารี ในขณะที่แก๊สดิสเพอร์ชัน (แก๊ส ออกซิเจน) จะผ่านออกมาทางแอแนลาร์แกพ โดยมีแก๊สมีเทนและ แก๊สออกซิเจน เป็นเปลว ไฟซ์พพอร์ท (supporting flame) หลอดแคพิลลารีจะอยู่เหนือช่องเปิด เพื่อให้สารตั้ง ต้นพื้นออกมาด้วยมุมการพ่นที่คงที่ ณ อัตราการไหลในทุกอัตรา มีตัวระบายความร้อน ให้กับตัวนอซเซิลโดยการไหลผ่านของน้ำเย็น
- 3.3.2 ปั้มไซรินจ์ (syringe pump) เป็นตัวควบคุมอัตราการไหลของสารละลายไม่น้อยกว่า 3-6 ลูกบาศก์เซนติเมตร/นาติ โดยไซรินจ์ทำด้วยเทฟลอน หรือเหล็กกล้า หรือทั้งสองอย่าง ประกอบกัน
- 3.3.3 แมสโฟลว์คอนโทรลเลอร์ (mass flow controller) จำนวน 4 ตัว เพื่อควบคุมอัตราการ ไหลของแก๊สดิสเพอร์ชันและ เปลวไฟซ์พพอร์ท โดยมีรายละเอียดดังนี้
- อัตราการไหล 0-15 ลิตร/นาติ สำหรับเปลวไฟซ์พพอร์ท คือแก๊สมีเทนและ แก๊ส ออกซิเจนที่ผสมกับแก๊สมีเทน
 - แก๊สออกซิเจนสำหรับ sheath อัตราการไหล 0-15 ลิตร/นาติ

- อัตราการไหลไม่น้อยกว่า 0-15 ลิตร/นาที่ สำหรับแก๊สออกซิเจนที่เป็นแก๊สดิสเพอร์ชัน โดยมีวาล์ววัด (metering valve) ช่วยในการปรับอัตราการไหลและ แมสโฟลว์คอนโทรลเลอร์ ส่งสัญญาณข้อมูลผ่าน data logger ตู้คอมพิวเตอร์ เพื่อบันทึกข้อมูลการทดลอง พร้อมกับเขียนกราฟได้

3.3.4 คอลเลกเตอร์ (collector) เป็นตัวจับอนุภาคที่ผ่านการเผาจากเปลวไฟ อยู่เหนืออนุเซล 38 เซนติเมตร สามารถใช้ได้กับกระดวยกรอง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตรและประกอบด้วยระบบน้ำหล่อเย็นทั่วทั้งคอลเลกเตอร์ที่กลวงภายในเพื่อลดอุณหภูมิที่เกิดจากเปลวไฟและ ท้ายสุดต่อกับปั๊มสุญญากาศ

3.3.5 กระดวยกรอง (glass fiber, Whatman GF/D, เส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร) ต่อกับปั๊มสุญญากาศอีก 1 ตัวและ อยู่ภายในตู้ควันทิ้งไว้เพื่อจับอนุภาคที่เหลือจาก คอลเลกเตอร์ ก่อนปล่อยลงสู่อากาศ ซึ่งทั้งอนุเซลและ คอลเลกเตอร์จะบรรจุอยู่ในตู้ควัน

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 เตรียมสารตั้งต้นเพื่อใช้ในเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส

เตรียมสารตั้งต้นความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในการสังเคราะห์ Pure ZnO, 0.25 mol% Pd-doped ZnO, 0.5 mol% Pd-doped ZnO, 0.75 mol% Pd-doped ZnO และ 1 mol% Pd-doped ZnO ตามขั้นตอนดังนี้

- ตวงซิงก์แนปทานเต ที่คำนวณได้ในสังเคราะห์ Pure ZnO, 0.25 mol% Pd-doped ZnO, 0.5 mol% Pd-doped ZnO, 0.75 mol% Pd-doped ZnO และ 1 mol% Pd-doped ZnO มาเป็นปริมาตร 42.48, 42.37, 42.26, 42.16, 42.05 มิลลิกรัม ตามลำดับ
- ชั่งแพลเลเดียมอะซิโธลอะซิโทเนต หนัก 38.1, 76.2, 114.2, 152.3 มิลลิกรัม เพื่อใช้ในการเจือซิงก์ออกไซด์ปริมาณ 0.25, 0.5, 0.75 และ 1 mol% Pd-doped ZnO ตามลำดับ
- ละลายซิงก์แนปทานเต และแพลเลเดียมอะซิโธลอะซิโทเนต ที่เตรียมได้ในแต่ละชุด ในสารละลายโทลูอิน และอะซิโตนไตรให้ป็นเนื้อเดียวกัน และมีปริมาตรรวมทั้งหมดเท่ากับ 100 มิลลิลิตรในขวดปริมาตร โดยอัตราส่วนโดยปริมาตรของสารละลายโทลูอิน และอะซิโตนไตร เป็น 80 ต่อ 20 ตามลำดับ

ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อใช้ในเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส สามารถสรุปได้ดัง

ตาราง 3.1

ตาราง 3.1 ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อใช้ในเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

สาร สารที่จะ สังเคราะห์	แพลเลเดียม อะซิทิลลาซี โทเนต (มิลลิกรัม)	ซิงก์แนปทานต (มิลลิลิตร)	โทลูอิน (มิลลิลิตร)	อะซิโทไนไตร (มิลลิลิตร)	ปริมาตร รวม (mL)
Pure ZnO	0	42.48	46.02	11.50	100
0.25 mol% Pd-doped ZnO	38.1	42.37	46.10	11.53	100
0.50 mol% Pd-doped ZnO	76.2	42.26	46.19	11.55	100
0.75 mol% Pd-doped ZnO	114.2	42.16	46.27	11.57	100
1.0 mol% Pd-doped ZnO	152.3	42.05	46.36	11.59	100

3.4.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และแพลเลเดียมเจืออนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ โดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

1. บรรจุสารผสมตั้งต้นปริมาตร 50 มิลลิลิตรเข้าในไซริงค์แก้วในตู้ควัน
2. ทำการประกอบส่วนของหัวเผาโดยหมุนแคพพิลลารีเข้าไปในนอชเซลล์จนความสูงของแคพพิลลารีอยู่เหนือนอชเซลล์ประมาณ 1 มิลลิเมตร ต่อกับวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ได้นอชเซลล์และทำการต่อวาล์วตัวที่ 2 กับวาล์วตัวที่ 1
3. วางไซริงค์แก้วบนแท่นของปั๊มไซริงค์ ซึ่งไซริงค์แก้วจะมีท่อเชื่อมต่อกับวาล์วตัวที่ 2 และต่อไซริงค์แก้วที่บรรจุตัวทำละลายเข้าที่อีกด้านหนึ่งของวาล์วตัวที่ 1
4. วางกระดวยกรองที่ซึ่งแล้วบนภาชนะเก็บอนุภาคของเครื่องเอฟเอสพีรีแอคเตอร์
5. เปิดระบบน้ำเย็นเอฟเอสพีรีแอคเตอร์ โดยการหมุนครึ่งรอบที่เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนหนึ่งรอบที่ระบบทำความเย็นของนอชเซลล์ และแคพพิลลารี โดยตรวจดูที่เกจบอกระดับของระบบทำความเย็น ของนอชเซลล์ให้เป็น 20 และของแคพพิลลารีให้อยู่ต่ำกว่า 5
6. ตรวจสอบการรั่วไหลของระบบทำความเย็นทุกระบบ นอชเซลล์และไซริงค์บรรจุตัวทำละลายให้ตัวทำละลายไหลผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
7. เปิดวาล์วของถังแก๊สออกซิเจนที่เป็นตัวออกซิแดนซ์ เท่ากับ 2.46 ลิตรต่อนาที และแก๊สมีเทนเท่ากับ 1.19 ลิตรต่อนาที เพื่อทำการจุดเปลวไฟซัพพอร์ท

8. เปิดวาล์วของถังแก๊สออกซิเจนที่เป็นแก๊สดิสเพอร์ชันเท่ากับ 4.30 ลิตรต่อนาที และแก๊สออกซิเจนในววนอกเท่ากับ 3.92 ลิตรต่อนาที
9. หมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารละลายเหลือทิ้ง และหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้ตัวทำละลายผ่านมายังหัวเผา สังเกตสีเปลวไฟของตัวทำละลาย หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ สารละลายผสมผ่านมายังหัวเผา
10. ทำการปรับระดับของช่องว่างของนอสเชลให้ความดันเป็น 1.5 บาร์ที่ปลายนอสเชลซึ่งต้องการปรับให้คงที่ตลอดการทดลอง
11. เปิดปั๊มไซรินจ์ให้อัตราการไหลของสารละลายผสมเป็น 5 มิลลิลิตรต่อนาที และรอนกระทั่งเปลวไฟเสถียรจึงเปิดปั๊มสุญญากาศเริ่มจับเวลา
12. วัดความสูงของเปลวไฟและบันทึกลักษณะของเปลวไฟ
13. รักษาอุณหภูมิของแก๊สร้อนที่ผ่านกระดาศกรองให้เป็น 110°C เพื่อป้องกันการควบแน่นของไอน้ำหรือกระดาศกรองเกิดไหม โดยการควบคุมอัตราการไหลระบบทำความเย็นของภาชนะเก็บอนุภาค บันทึกอุณหภูมิสูงสุด
14. ปิดตู้ควันโดยต้องสวมแว่นตาป้องกันเมื่ออยู่ในบริเวณของตู้ควันขณะทำการทดลอง
15. ตรวจสอบระดับของสารละลายตั้งต้นตลอดทำการทดลอง ทำการปิดปั๊มไซรินจ์และปั๊มสุญญากาศก่อนที่สารละลายตั้งต้นจะหมด หรือสังเกตระดับเปลวไฟที่ลดลงทันที กดนาฬิกาจับเวลา บันทึกเวลาของการทดลอง
16. หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ปิดให้ตัวทำละลายมายังหัวเผา และทำความสะอาดหัวเผา แล้วหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายทำความสะอาดบริเวณทั้งหมดโดยตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
17. ปิดวาล์วของแก๊สมีเทน ใช้หลอดเล็กๆแยงหลอดแคล์ฟิลลารีแคล์ฟิลลารี ทำความสะอาดไม่ให้มีอนุภาคใดๆติดค้างอยู่ภายใน ใช้กระดาศซุบเอทิลแอลกอฮอล์ทำความสะอาดรอบๆ หลอดแคล์ฟิลลารี
18. ขณะที่สวมแว่นตาป้องกัน ปิดระบบแก๊สและระบบน้ำเย็นทั้งหมด ควรระวังความร้อนที่ผิวของภาชนะเก็บอนุภาค(ในกรณีที่เป็นแบบชั้นเดียวไม่ใช่สองชั้นที่มีระบบน้ำเย็นไหลเวียน)
19. หมุนสกรูของคอลเลกเตอร์ และยกฝาขึ้นเพื่อนำกระดาศกรองออก
20. ทำการถอดส่วนต่างๆ ออก และทำความสะอาดผนังของคอลเลกเตอร์ฟิลเตอร์ โดยสวมแว่นตาป้องกัน และถุงมือยาง
21. ปิดวาล์วหลักของถังแก๊ส และปิดวาล์วเล็กให้แก๊สต่างๆ ออกให้หมด แล้วปิดวาล์วเล็ก
22. ชั่งกระดาศกรองที่มีอนุภาคนาโนเกาะอยู่

23. ทำการกวาดอนุภาคนาโนออกจากกระดาดกรองด้วยสเปตูลา และเก็บอนุภาคนาโนในตู้ดูดควันหรือตู้ที่มีการถ่ายเทอากาศได้ดี โดยปิดจมูกด้วยที่กรองอากาศ เก็บอนุภาคนาโนที่ร้อนผ่านตระแกรงแล้วในขวดที่ชั่งไว้ก่อน และทำการชั่งอีกครั้งหนึ่ง ทำการบันทึกน้ำหนักของอนุภาคนาโน

3.4.3 การสอบเทียบโฟโตแคทาลิติกรีแอกเตอร์

1. เตรียม ZnO บริสุทธิ์ ความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยชั่ง ZnO น้หนัก 0.05 กรัม ผสมในน้ำปราศจากไอออนให้ได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. ล้างโฟโตแคทาลิติกรีแอกเตอร์ให้สะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออน 2 ครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีสิ่งปนเปื้อน
3. นำสารละลายผสม ZnO ที่เตรียมไว้เทใส่ในโฟโตแคทาลิติกรีแอกเตอร์ ปิดฝาจุกให้สนิท เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต เปิดปั๊มให้สารละลายผสม ZnO ไหลวนอยู่ในรีแอกเตอร์ เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง รอนจนค่านำไฟฟ้าที่วัดนิ่ง เพื่อให้แน่ใจว่าคาร์บอนที่อยู่ในระบบถูกกำจัดหมดแล้ว
4. ปิดหลอดอุลตราไวโอเลต และเปิดฝาจุก รอให้ค่านำไฟฟ้าในระบบกลับสู่ค่าต่ำสุด
5. ทำการฉีดซูโครสความเข้มข้น 0.03475 โมลต่อลิตร ปริมาณ 20 ไมโครลิตร(มีจำนวนคาร์บอน100 อะตอม) รอ 15 นาที เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต
6. เก็บค่านำไฟฟ้า (conductivity) ที่เพิ่มขึ้นโดยใช้โปรแกรม Cybercom 500 รอนจนค่านำไฟฟ้าคงที่ แล้วทำการฉีดซูโครสเพิ่มปริมาณ 60 ไมโครลิตร(มีจำนวนคาร์บอน300 อะตอม) รอ 15 นาที เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต
7. รอนจนค่านำไฟฟ้าคงที่ ปิดหลอดอุลตราไวโอเลต แล้วทำการฉีดซูโครสเพิ่มปริมาณอีก 100 ไมโครลิตร(มีจำนวนคาร์บอน500 อะตอม) รอ 15 นาที เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต
8. รอนจนค่านำไฟฟ้าคงที่ ปิดหลอดอุลตราไวโอเลต แล้วทำการฉีดซูโครสเพิ่มปริมาณอีก 140 ไมโครลิตร(มีจำนวนคาร์บอน700 อะตอม) รอ 15 นาที เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต
9. สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln(\Delta C)$ และ $\ln(\Delta k)$ เมื่อ ΔC คือความเข้มข้นของคาร์บอนที่ถูกย่อยสลายไป และ Δk คือค่านำไฟฟ้าที่เปลี่ยนไป จะได้เป็นกราฟเส้นตรงสามารถใช้กราฟนี้เปลี่ยนค่านำไฟฟ้าเป็นปริมาณคาร์บอนที่ถูกย่อยสลายไปได้

3.4.4 การทดสอบความสามารถโฟโตแคตาลิติกของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม

1. เตรียม ZnO ที่ต้องการทดสอบความสามารถโฟโตแคตาลิติก ความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยชั่ง ZnO น้ก 0.05 กรัม ผสมในน้ำปราศจากไอออนให้ได้ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. ล้างโฟโตแคตาลิติกเรแอกเตอร์ให้สะอาดด้วยน้ำปราศจากไอออน 2 ครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีสิ่งปนเปื้อน
3. นำสารละลายผสม ZnO ที่เตรียมไว้เทใส่ในโฟโตแคตาลิติกเรแอกเตอร์ ปิดฝาจุกให้สนิท เปิดหลอดอุลตราไวโอเลต เปิดปั๊มให้สารละลายผสม ZnO ไหลวนอยู่ในเรแอกเตอร์ เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง รอจนค่านำไฟฟ้าที่วัดนึ่ง เพื่อให้แน่ใจว่าคาร์บอนที่อยู่ในระบบถูกกำจัดหมดแล้ว
4. ปิดหลอดอุลตราไวโอเลต และเปิดฝาจุก รอให้ค่านำไฟฟ้าในระบบกลับสู่ค่าต่ำสุด
5. นำสารอินทรีย์(ในการทดลองนี้ใช้เมทานอล และกลูโคส)ที่ทราบความเข้มข้น ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (มีจำนวนคาร์บอน500 อะตอม) ฉีดเข้าสู่โฟโตแคตาลิติกเรแอกเตอร์ รอเป็นเวลา 15 นาที เนื่องจากเป็นช่วงเวลาที่ ZnO สามารถดูดกลืนไอออน และสารอินทรีย์อย่างมีประสิทธิภาพ
6. ปิดหลอดอุลตราไวโอเลต และบันทึกค่าโดยใช้โปรแกรม Cybercom 500
7. ทำการเปลี่ยนค่านำไฟฟ้าที่วัดได้ เป็นความเข้มข้นของสารอินทรีย์ที่ถูกย่อยสลายไปโดยใช้สมการที่ได้จากการสอบเทียบโฟโตแคตาลิติกเรแอกเตอร์
8. ทำการทดลองซ้ำกับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมร้อยละ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 โดยโมล

3.5 การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อหาลักษณะเฉพาะ

3.5.1 การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

นำผงสารตัวอย่างที่เตรียมได้บรรจุลงในแผ่นสารตัวอย่าง (sample holder) โดยที่พื้นผิวของผงสารตัวอย่างจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกันกับแผ่นบรรจุสารตัวอย่าง จากนั้นใส่แผ่นสารตัวอย่างในเครื่อง XRD แล้วจึงเริ่มเดินเครื่อง XRD โดยให้มุมเริ่มต้นที่ 2θ เป็น 20 องศา และมุมสุดท้ายเป็น 80 องศา เมื่อได้รูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุม 2θ แล้วจึงนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS เพื่อตรวจสอบเฟสของสารตัวอย่างต่อไป

3.5.2 การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน,

การวิเคราะห์ด้วยการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ และการวิเคราะห์โดยเทคนิคเอตซีอีเอ็ม

นำสารตัวอย่างประมาณ 2 mg มาบดให้ละเอียดในครกบดอะเกต จากนั้นหยดเอทานอลลงไปแล้วบดให้เข้ากับผงละเอียดในครกบดอะเกต ใช้ดรอปเปอร์ (dropper) หยดสารละลายในครกบดอะเกตขึ้นมาใส่ในขวดแก้ว จากนั้นนำขวดแก้วไปใส่ใน ultrasonic bath แล้วเปิดเครื่องประมาณ 4 ชั่วโมง หยดสารละลายที่ได้บนกริดทองแดง (copper grids) และรอให้สารละลายแห้งแล้วจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านต่อไป

3.5.3 การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว

นำสารตัวอย่างประมาณ 0.05-0.1 g มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำมาทำให้แห้งโดยอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส ประมาณ 24 ชั่วโมง ไล่แก๊ส (degassing) เพื่อกำจัดไอน้ำที่เกาะอยู่บนพื้นที่ผิวเดิมออกโดยผ่านแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 - 5 ชั่วโมง นำสารตัวอย่างที่ได้ไปใส่ในหลอดทดลองปลายกระเปาะ (pellet cell) และนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวต่อไป