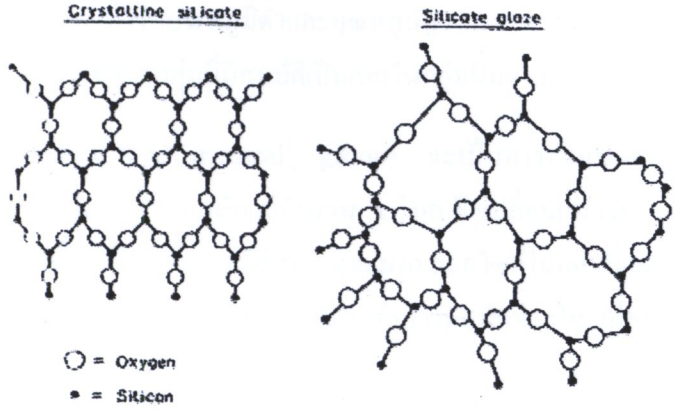
บทที่ 2

ทฤษฎีและทบทวนเอกสารวิชาการ

2.1 เคลือบ (glazes) [4]

เคลือบ คือวัตถุที่มีสภาพคล้ายแก้ว (glassy materials) ที่ฉาบอยู่บนผิวของเนื้อดินปั้น (body) มีโครงสร้างพื้นฐานเหมือนแก้ว คือเป็นสารอนินทรีย์ที่โครงสร้างมีการจัดเรียงตัวแบบไร้ระเบียบหรือมีระเบียบในช่วงสั้น ๆ คล้ายกับโครงสร้างของเหลว ทั้งนี้เนื่องจากสารที่ทำให้เกิดเป็นแก้วเช่น สารซิลิกาเกิดการหลอมตัวจนกลายเป็นของเหลวที่มีความหนืดสูง และเย็นตัวลงอย่างรวดเร็ว ทำให้อะตอมมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ เคลือบหรือแก้วจึงยังคงอยู่ในรูปโครงสร้าง "อสัณฐาน" [4] จุดประสงค์ของการเคลือบเพื่อให้เกิดความแข็งแกร่ง ทนทานต่อการขูดขีด ทนทานต่อการกัดกร่อนของสารเคมีต่างๆ ป้องกันการซึมผ่านของของเหลว เพื่อให้ง่ายต่อการทำความสะอาด และยังทำให้ผลิตภัณฑ์เกิดความสวยงามอีกด้วย องค์ประกอบของเคลือบโดยทั่วไป คือ ฟลักซ์ ดิน และซิลิกาผสมกันในสัดส่วนที่พอเหมาะ เมื่อได้รับความร้อนเพียงพอจะทำให้เคลือบหลอมละลายและรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันทำให้เกิดเนื้อเคลือบ หรือเนื้อแก้ว (glass former) [5]



รูป 2.1 โครงสร้างการจัดเรียงตัวของโครงสร้างที่เป็นผลึก และโครงสร้างของเคลือบ [6]

2.2 องค์ประกอบและส่วนผสมของเคลือบ

องค์ประกอบตั้งต้นหรือส่วนผสมของเคลือบแต่ละชนิดมักนิยมศึกษาสูตรเคลือบจากสูตรของเซเกอร์ ซึ่งให้ความสำคัญในด้านขององค์ประกอบเคลือบ โดยเซเกอร์ได้จำแนกเคลือบเป็น 3 ชนิด คือ เคลือบตั้งต้นที่เป็นพื้นฐาน (basic glaze) จากนั้นได้มีการเติมสารให้สีเข้าไปร่วมในเคลือบกลายเป็นเคลือบสี (color glaze) จนในที่สุดมีการเติมตัวเติมอื่นๆ จนกลายเป็นเคลือบที่มีลักษณะพิเศษ (special glaze) เกิดขึ้นมากมาย ดังนั้น เคลือบประกายที่เกิดค่าการสะท้อนของแสงบนผิวเคลือบจึงมีองค์ประกอบมาจากเคลือบพื้นฐานที่ทำการเติมทองแดงเข้าไปในส่วนผสม นอกจากนี้อาจมีตัวเติมอื่นๆเข้าไปอีกด้วย [7]

ในการศึกษาทางเคมี ได้มีการเขียนสูตรทั่วไปของน้ำเคลือบขึ้นเรียกว่า สูตรเซเกอร์ ซึ่งสูตรนี้ได้จัดแบ่งสารออกเป็นกลุ่มๆ ตามสมบัติทางเคมีของสารนั้น สูตรเซเกอร์เขียนดังนี้

$$RO, R_2O \cdot xR_2O_3 \cdot yRO_2$$

กลุ่ม 1 กลุ่มที่มีสัญลักษณ์ RO และ R_2O (basic group)

เมื่อ R_2O เป็นออกไซด์ของธาตุแอลคาไล เช่น โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) และโปตัสเซียมออกไซด์ (K_2O) เป็นต้น

RO เป็นออกไซด์ของโลหะ เช่น คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ตะกั่วออกไซด์ (PbO) และ แบเรียมออกไซด์ (BaO) เป็นต้น

ออกไซด์ของกลุ่มที่ 1 นี้มีสภาพเป็นเบสหรือด่าง เป็นตัวช่วยลดอุณหภูมิในการหลอมละลาย (Fluxes) ทั้งในอุณหภูมิต่ำและอุณหภูมิสูง ในการเขียนเป็นสูตรของเซเกอร์จะให้ผลรวมของออกไซด์ในกลุ่มที่มีสมบัติเป็นเบสในกลุ่มนี้มีค่าเท่ากับ 1 โมลเสมอ

กลุ่ม 2 กลุ่มที่มีสัญลักษณ์ R_2O_3 (neutral group) จะเป็นการกำหนดออกไซด์ของอลูมินา (Al_2O_3) โดยปริมาณของอลูมินามีจำนวน x โมล ซึ่งเปลี่ยนแปลงระหว่าง 0-0.5 โมล ซึ่งในทางปฏิบัติทั้งนี้เนื่องจากหากใช้ในปริมาณมาก ออกไซด์ในกลุ่มนี้จะทำหน้าที่เป็นตัวทนไฟ (refractory) และทำหน้าที่เป็นตัวปรับแต่งความหนืดช่วยให้เคลือบไม่เกิดการไหลตัว

กลุ่ม 3 กลุ่มที่มีสัญลักษณ์ RO_2 (acid group) เป็นการกำหนดออกไซด์ของ ซิลิกา (SiO_2) โดยปริมาณของซิลิกามีจำนวน y โมล ซึ่งเปลี่ยนแปลงระหว่าง 1-7 โมล โดยในทางปฏิบัติหากต้องการให้เคลือบทนความร้อนสูงขึ้นค่าของ y อาจถึง 10 หรือมากกว่า ออกไซด์ในกลุ่มนี้ทำหน้าที่เป็นตัวทำให้เกิดแก้วและทำให้เกิดความมันแววววาวในเคลือบ

ตาราง 2.1 การแบ่งกลุ่มของออกไซด์ต่างๆ

กลุ่มที่มีสมบัติเป็นเบสหรือด่าง (RO, R_2O)	กลุ่มที่มีสมบัติเป็นกลาง (R_2O_3)	กลุ่มที่มีสมบัติเป็นกรด (RO_2)
PbO BaO CaO MgO ZnO SrO FeO MnO CdO Na_2O K_2O Li_2O	Al_2O_3	SiO_2

ตัวอย่างสูตรเคลือบใส (basic glaze) ที่ใช้ในโรงงานแหลมทองเซรามิก ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองนี้

quartz	18	เปอร์เซ็นต์
feldspar	60	เปอร์เซ็นต์
calcium carbonate	12	เปอร์เซ็นต์
kaolin	10	เปอร์เซ็นต์

อุณหภูมิเผา 1230 องศาเซลเซียส บรรยากาศแบบออกซิเดชัน (oxidation firing, OF) และรีดักชัน (reduction firing, RF)

2.2.1 เฟลด์สปาร์ (feldspar) [8] สูตรทางเคมี คือ $KNaO \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ เป็นวัตถุดิบสำคัญในการทำเคลือบซึ่งถูกใช้อย่างแพร่หลายในเคลือบไฟกลางและไฟสูง โดยใช้เป็นวัตถุดิบหลักและใช้เป็นตัวหลอมหลักในส่วนประกอบของเคลือบ โดยเพียงเฟลด์สปาร์ก็สามารถหลอมเป็นแก้วซิลิเกตได้เนื่องจากมีวัตถุดิบที่เป็นด่างคือตัวหลอมละลาย มีอลูมินาเป็นตัวกลาง และมีซิลิกาซึ่งเป็นตัวทนไฟด้วย จึงจัดเป็นวัตถุดิบที่ให้เคลือบได้ตามธรรมชาติ โดยมีจุดหลอมที่อุณหภูมิ 1150-1250 องศาเซลเซียส โดยทั่วไปเมื่อนำไปผสมในเคลือบให้ผลดังนี้

1. ลดอุณหภูมิในการเผาของเคลือบ
2. เพิ่มค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนของเคลือบ (C.O.E.) โดย Na_2O ให้ผลดีกว่า K_2O
3. เพิ่มความโปร่งแสงให้ผลิตภัณฑ์ภายหลังการเผา
4. อยู่ในรูปผลึกของแร่ที่ไม่ละลายน้ำ จึงสะดวกในการนำมาใช้เป็น วัตถุดิบผสมในเคลือบ

2.2.2 แคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) สูตรทางเคมี คือ $CaCO_3$ เมื่อผ่านการเผาได้ CaO มีจุดหลอมเหลวที่ 2570 องศาเซลเซียส โดยทั่วไปเมื่อใช้ผสมในเคลือบให้ผลดังนี้

1. ลดความหนืดของเคลือบระหว่างเผา
2. เพิ่มความแข็งแรงของผิวเคลือบหลังเผา
3. ลดค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของเคลือบ ให้สัมพันธ์กับเนื้อดิน
4. ทำให้เกิดผิวด้าน (matt glaze) ขึ้นในกรณีที่ใส่เข้าไปปริมาณมากจะเกิดการตกผลึก (devitrification)
5. ใช้เป็นตัวช่วยหลอมได้ที่อุณหภูมิสูง

2.2.3 ซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide) สูตรทางเคมี คือ SiO_2 ซิลิกาจะมีทั้งในน้ำเคลือบ และเนื้อดิน ซึ่งมีในปริมาณมาก ซิลิกาบริสุทธิ์มีจุดหลอมเหลวที่ 1710 องศาเซลเซียส โดยทั่วไปเมื่อใช้ผสมในเคลือบให้ผลดังนี้

1. เพิ่มจุดหลอมละลายของเคลือบให้สูงขึ้น
2. ลดการไหล (fluidity) ของเคลือบที่จุดหลอมละลาย
3. เพิ่มความคงทนต่อการกัดกร่อนของสารละลาย
4. ลดสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องด้วยความร้อน

5. เพิ่มความแข็งแกร่งให้กับเคลือบ (strength)
6. ทำปฏิกิริยาได้ดีกับพวกด่าง (bases) แล้วหลอมตัวกลายเป็นแก้ว (glassy silicates)

2.2.4 ดินเกาลิน (kaolin) สูตรทางเคมี คือ $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ดินเป็นส่วนประกอบที่สำคัญในน้ำเคลือบเนื่องจาก

1. ช่วยทำให้น้ำเคลือบลอยตัวไม่ตกตะกอนได้ง่าย
2. ช่วยทำให้น้ำเคลือบเกาะติดผิวผลิตภัณฑ์ได้ดี (binder)
3. ช่วยควบคุมการหดตัวของน้ำเคลือบบนผลิตภัณฑ์ที่ยังไม่ได้เผา
4. เป็นตัวให้อลูมินาและซิลิกาในเคลือบ

2.2.5 คอปเปอร์(II)ออกไซด์ (copper oxide) นิยมใช้เป็นสารตั้งต้นมักพบในรูปออกไซด์สีดำหรือสนิมออกไซด์ (black copper oxide or cupric oxide) สูตรทางเคมี คือ CuO และ คอปเปอร์(II)คาร์บอเนต (copper carbonate) สูตรทางเคมี คือ $CuCO_3$ [9]

คอปเปอร์(II)ออกไซด์เป็นสารให้สีเขียวในบรรยากาศออกซิเดชัน และในบรรยากาศรีดักชันให้สีแดง โดยหากใช้ในปริมาณเกิน 6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจะทำหน้าที่เป็นตัวช่วยหลอมได้เล็กน้อย และหากจะทำให้เกิดสีแดงที่ดีไม่ควรใช้เกินปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก [10]

ในการเกิดสีของเคลือบขึ้นอยู่กับองค์ประกอบหลายอย่างเช่น

1. ความเข้มข้นของทองแดงในเคลือบ
2. บรรยากาศในการเผา
3. ขนาดของอนุภาค เป็นต้น

2.2.6 ทองแดง (copper) Cu [3]

ข้อมูลผลึก : ระบบสามแกนเท่า ผลึกเกิดลักษณะสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ โดเดกะฮีดรา และแบบเทระฮีดรา เกิดน้อยแบบออกตะฮีดรา และแบบร่วมกันซับซ้อน มีรูปร่างเป็นแผ่นไม่มีรูปร่างที่คงที่และบิดงอ คล้ายเส้นลวดแตกกิ่งก้านมวลแน่น

สมบัติทางกายภาพ : [11]

รอยแตก : แบบขรุขระ

ความแกร่ง : สามารถตีเป็นแผ่นและดึงเป็นเส้นลวดได้ดีมาก

ความแข็ง : 2.5 – 3 โมห์สเกล

ความถ่วงจำเพาะ : 8.95

สมบัติทางแสง : ทึบแสง

สี : สีแดงกุหลาบอ่อน เมื่อหมองจะเกิดสีแดงเข้มขึ้น

ประกาย : โลหะ

2.2.7 คิวไพรต์ (cuprite, cuprous oxide) Cu_2O

ข้อมูลผลึก : ระบบสามแกนเท่า ผลึกเกิดลักษณะสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ ออกตะฮีดรา และแบบโดเดกะฮีดรา อาจเกิดแบบเป็นเม็ดอัดแน่นหรือ มวลเนื้อแน่น

สมบัติทางกายภาพ : [12]

รอยแตก : แบบฝาหอย ถึงไม่เรียบ

ความแกร่ง : สามารถตีเป็นแผ่นและดึงเป็นเส้นลวดได้ดีมาก

ความแข็ง : 3.5 – 4 โมห์สเกล

ความถ่วงจำเพาะ : 6.14

สมบัติทางแสง : โปร่งตาถึงโปร่งแสง

สี : สีแดงทับทิม ถึง สีแดงออกน้ำตาลเข้มหรือเกือบดำ ในแผ่นที่บาง มักเกิดการสะท้อนแสงจากภายใน

ประกาย : เหมือนเพชร ถึง กึ่งโลหะ

2.3 ขั้นตอนในการเตรียมน้ำเคลือบ และการเคลือบผลิตภัณฑ์

ขั้นตอนในการเตรียมเคลือบ เริ่มจากการชั่งส่วนผสมของเคลือบ การบดผสมเคลือบ และถ้าเคลือบมีจำนวนมาก ควรใช้หม้อบด เพื่อให้มีความสม่ำเสมอดีกว่าการใช้โกร่งบดเคลือบ การบดน้ำเคลือบควรใส่น้ำไม่เกินร้อยละ 55 ของน้ำหนักส่วนผสม ถ้าใช้น้ำมากเกินไปจะทำให้การบดในหม้อบดไม่มีประสิทธิภาพเท่าที่ควร เนื่องจากจะทำให้อนุภาคของวัตถุดิบที่เป็นส่วนผสมเคลื่อนหนีและทำให้วัสดุกรุภายในหม้อบด เกิดการสึกหรอ ในทางตรงกันข้ามถ้าปริมาณของน้ำน้อยไปก็จะทำให้เคลือบมีความหนืดสูงทำให้ประสิทธิภาพในการบดต่ำเช่นกัน เนื่องจากลูกบดมีการเคลื่อนตัวลำบาก ดังนั้นเวลาบดเคลือบควรจะใส่น้ำให้พอดี เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพในการบดสูงสุด ทั้งนี้ปริมาณของน้ำที่ใช้ก็ขึ้นอยู่กับประเภทของน้ำเคลือบด้วย น้ำเคลือบที่ผ่านการบดผสมเรียบร้อยแล้วจะต้องผ่านการกรองด้วยตะแกรง (sieve) เบอร์ 80-100 เมช (mesh) ในการกรองน้ำเคลือบควรมีตะแกรงสำหรับการกรอง 2 อัน เพื่อใช้สำหรับเคลือบขาวและเคลือบสี เพื่อไม่ให้เคลือบที่เป็นสีมีเม็ดสีตกค้างบนตะแกรงเพราะอาจทำให้เคลือบขาวเกิดตำหนิจุดสีได้ [8] นอกจากนี้น้ำเคลือบแทบทุกชนิดถ้าเป็นการเก็บเปียกไว้จะเกิดการตกตะกอนของสาร ดังนั้นก่อนนำไปใช้ควรจะคนให้ทั่วหรือนำไปกรองใหม่เพราะสารเคมีจะเกาะตัวเป็นเม็ดแฝงอยู่ในเนื้อเคลือบ เมื่อเผาเคลือบจะทำให้เกิดเป็นจุดตำหนิบนผิวเคลือบได้ [4]

การเคลือบผลิตภัณฑ์ ควรเลือกวิธีที่เหมาะสม ทำได้รวดเร็ว สะดวก และให้ได้ผลดี เหมาะกับขนาดของผลิตภัณฑ์ ซึ่งการเคลือบสามารถแบ่งได้ 4 วิธี ดังนี้

1. เคลือบด้วยวิธีการทา (painting) วิธีนี้ใช้แปรงจุ่มเคลือบแล้วทาลงบนชิ้นงาน เหมาะสำหรับงานที่มีขนาดเล็ก

2. เคลือบด้วยวิธีการจุ่ม (dipping) การเคลือบผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีนี้จะต้องมีน้ำเคลือบในปริมาณที่มากพอสำหรับชุบทั้งใบ การเคลือบในแต่ละครั้งจะต้องคนน้ำเคลือบตลอดเวลาเพื่อป้องกันการตกตะตอนของน้ำเคลือบ

3. เคลือบด้วยวิธีเทราด (pouring) วิธีนี้เหมาะสำหรับเคลือบที่มีปริมาณน้อย โดยนำผลิตภัณฑ์ที่จะเคลือบไปวางบนภาชนะที่เตรียมเอาไว้ แล้วนำน้ำเคลือบมาเทราดให้รอบ ๆ ภาชนะให้ทั่ว

4. เคลือบด้วยวิธีการพ่น (spraying) การเคลือบด้วยวิธีนี้นับว่าให้ผลดี ทำให้เคลือบได้สีที่สม่ำเสมอ เหมาะสำหรับผลิตภัณฑ์ที่มีขนาดใหญ่ และผลิตจำนวนมาก โดยนำน้ำเคลือบที่

เตรียมไว้ซึ่งค่อนข้างใส เพื่อสะดวกแก่การพ่น การพ่นเคลือบควรพ่นในตู้พ่น (spray booth) เพราะจะทำให้เคลือบไม่ฟุ้งกระจาย และสามารถนำเคลือบที่ติดในตู้พ่นมาใช้ได้อีก เป็นการประหยัดไปในตัว

2.4 สภาวะของผลิตภัณฑ์ที่จะนำไปเคลือบ

1. ผลิตภัณฑ์อยู่ในสภาวะดินดิบ (green ware) ต้องใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ เพราะผลิตภัณฑ์จะมีลักษณะเปราะ บิ่น แตกหักได้ง่าย โดยเฉพาะถ้าใช้วิธีการเคลือบแบบจุ่มต้องใช้ความชำนาญเป็นพิเศษ เพราะถ้าจุ่มเคลือบไม่ดีอาจทำให้ผลิตภัณฑ์ยุ่ยเสียหายได้ โรงงานเซรามิกส่วนใหญ่นิยมเคลือบในสภาวะนี้ เพราะประหยัดเชื้อเพลิงและแรงงานมาก แต่โดยมากมักใช้วิธีการเคลือบโดยการพ่น โดยเฉพาะเครื่องสุขภัณฑ์

2. ผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในสภาวะเผาดิบ (biscuit ware) ซึ่งนิยมเผาในช่วงอุณหภูมิเฉลี่ยประมาณ 600 – 900 องศาเซลเซียส ซึ่งดินจะแข็งตัว และหยิบได้สะดวก เนื้อผลิตภัณฑ์มีความพรุนตัวพอเหมาะที่จะดูดซับน้ำเคลือบได้ดี ถ้าเผาสูงเกินไปจะมีผลทำให้เคลือบไม่ติด เพราะผลิตภัณฑ์มีความพรุนตัวน้อยเกินไป แต่หากเผาในอุณหภูมิที่ต่ำเกินไปก็อาจทำให้เกิดตำหนิบนผิวเคลือบได้ เนื่องจากความพรุนตัวมีมาก และสารบางชนิดยังระเหยออกไม่หมด ทำให้เกิดเป็นตำหนิได้

2.5 การเผาเคลือบ

การเผาเคลือบโดยทั่วไป ถ้าเป็นเคลือบอุณหภูมิสูงจะเผาเคลือบเป็นเวลา 8-10 ชั่วโมง ซึ่งก็ขึ้นอยู่กับชนิดของเคลือบและเนื้อดินปั้นเป็นสำคัญ ปัจจัยหนึ่งที่มีส่วนทำให้การเผาเคลือบใช้เวลามากหรือน้อยขึ้นอยู่กับการบรรจุผลิตภัณฑ์เข้าเตา ต้องจัดให้มีระยะช่องว่างที่เหมาะสม ไม่แน่นหรือว่างจนเกินไปและการบรรจุผลิตภัณฑ์เข้าเตาเผาจะต้องให้มีความสม่ำเสมอ จะทำให้การเผาเป็นไปอย่างสะดวกสามารถควบคุมบรรยากาศและเวลาในการเผาเคลือบได้ [13] ซึ่งจากการเผาเคลือบสามารถอธิบายการเปลี่ยนแปลงของเคลือบในระหว่างการเผาเป็นดังนี้

ตาราง 2.2 การเปลี่ยนแปลงของเคลือบในระหว่างการเผา [14]

ช่วงในการขึ้นอุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	การเปลี่ยนแปลงของเคลือบในระหว่างการเผา
อุณหภูมิห้อง – 110	น้ำระเหยกลายเป็นความชื้น
110 - 260	-น้ำและความชื้นระเหยจนหมด -เกิดการเปลี่ยนแปลงของควอร์ซ ที่อุณหภูมิประมาณ 117, 163 และ 250 องศาเซลเซียส
260 - 500	สารระเหยได้ในวัตถุดิบเริ่มระเหยออกไป
500 - 600	เกิดการเปลี่ยนแปลงของควอร์ซที่ 573 องศาเซลเซียส
600 - 1000	สารระเหยหลุดออกไปอย่างสมบูรณ์
1000 - 1150	-เริ่มปฏิกิริยาเคมีโดยใช้บรรยากาศเป็นตัวทำปฏิกิริยา -เฟลด์สปาร์เริ่มหลอม -เกิดการแตกตัวของซิลิกาออกจากโครงสร้างผลึก
1150 - 1230	ปฏิกิริยาดำเนินไปถึงขั้นสมบูรณ์โดยบรรยากาศการเผา ทำให้เนื้อเคลือบสุกตัวตามต้องการ
1230	ทำการแช่อุณหภูมิให้คงที่เพื่อให้ได้ปฏิกิริยาในการเผาที่สมบูรณ์มากที่สุด

2.6 บรรยากาศในการเผา [13]

การเผาไหม้โดยทั่วไปจะมีแก๊สเกิดขึ้น เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจน คาร์บอนไดออกไซด์ คาร์บอนมอนอกไซด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และไอน้ำ เป็นต้น ปริมาณและสัดส่วนของแก๊สเหล่านี้มีความจำเป็นอย่างยิ่งในการควบคุมให้ได้บรรยากาศที่เหมาะสมในการเผาผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น บรรยากาศเผาแบบออกซิเดชัน หมายถึง การเผาไหม้ที่ใช้ปริมาณออกซิเจนในอากาศมากเกินพอ ทำให้เกิดการเผาไหม้ได้อย่างสมบูรณ์ โดยปกติแก๊สออกซิเจน และไนโตรเจนจะมีกระจายอยู่ทั่วไปในบรรยากาศ ส่วนไอน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์เป็นผลจากการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงประเภทไฮโดรคาร์บอน (hydrocarbon fuel) ในกรณีที่ออกซิเจนไม่เพียงพอสำหรับการเผาไหม้ จะทำให้เกิดคาร์บอนมอนอกไซด์การเผาแบบนี้เรียกว่า การเผาแบบรีดักชัน บางช่วงของการเผาจำเป็นต้องเผาในบรรยากาศนี้ เพื่อให้เกิดการเกิดสี และในการเผาแบบรีดักชันจะทำให้ผลิตภัณฑ์ดูขาวขึ้น เนื่องจากเกิดการฟอกสีของเนื้อผลิตภัณฑ์

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย

บรรยากาศเผาแบบออกซิเดชัน เป็นบรรยากาศสำคัญในการเผาเริ่มต้นเนื่องจากการลุกไหม้ของเชื้อเพลิงเกิดจากการสันดาป (combustion) ระหว่างแก๊สเชื้อเพลิง และออกซิเจนในอากาศ ถ้าเผาโดยบรรยากาศรีดักชันตั้งแต่เริ่มต้นจะทำให้ไฟในเตาดับ โดยปกติจะเผาในบรรยากาศออกซิเดชันไปจนถึง 600 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นอาจมีการเผาโดยให้เป็นบรรยากาศอื่นได้ตามต้องการ ความสำคัญของการเผาโดยใช้บรรยากาศออกซิเดชัน คือการเปลี่ยนแปลง oxidation state ของธาตุ โดยธาตุจะถูกออกซิไดซ์ให้มีเวเลนซ์สูงขึ้น ยกตัวอย่างเช่น

$$Cu_2O \xrightarrow{\text{oxidation}} CuO \qquad (1)$$

(cuprous oxide) (cupric oxide)

สีแดง สีเขียว

การเผาด้วยบรรยากาศแบบออกซิเดชัน จนถึงอุณหภูมิสูงสุดเพื่อให้เคลือบมี oxidation state ที่สมบูรณ์เมื่อขณะที่ดับไฟในเตาลงเพื่อให้เย็นตัว ควรรักษาบรรยากาศภายในเตาให้เป็นออกซิเดชันอย่างอ่อนเพื่อป้องกันการเปลี่ยนแปลงปฏิกิริยา ซึ่งส่งผลต่อการเกิดสีบนเคลือบ

บรรยากาศในการเผาแบบรีดักชัน (Reduction Firing) จะถูกนำมาใช้เผาผลิตภัณฑ์ เมื่อต้องการให้ธาตุต่างๆในเคลือบ อยู่ในสภาพ Reduction State เพื่อให้ได้สีที่แตกต่างกันเกิดขึ้น เช่น

$$CuO \xrightarrow{\text{reduction}} Cu_2O \qquad (2)$$

(cupric oxide) (cuprous oxide)

สีเขียว สีแดง

การเผาด้วยบรรยากาศแบบรีดักชัน จะเผาถึงอุณหภูมิสูงสุด จากนั้นเปลี่ยนเป็นบรรยากาศแบบเป็นกลาง หรือบรรยากาศรีดักชันอย่างอ่อน ส่วนเมื่อขณะที่ดับไฟในเตาลงเพื่อให้เย็นตัว ควรควบคุมไม่ให้อากาศเข้าไปภายในเตาเพราะอาจทำให้เกิดบรรยากาศออกซิเดชันได้ ซึ่งจะทำให้เคลือบเกิดการเปลี่ยนแปลง

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่ 17 ต.ค. 2555
เลขทะเบียน 248691
เลขเรียกหนังสือ

2.7 สี (color) [15]

เมื่อแสงกระทบพื้นผิวของวัตถุจะมีส่วนหนึ่งสะท้อนและส่วนหนึ่งที่หักเหเข้าสู่ตัววัตถุ สีของวัตถุจะเกิดขึ้นได้จากการสังเกตของเรา กล่าวคือ คลื่นแสงเดินทางสู่วัตถุเกิดการสะท้อนผ่านตัววัตถุและเดินทางกลับมาสู่ตาเรา เกิดเป็นสีขึ้นโดยขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นที่สะท้อนออกมา เช่นการที่เราเห็นเป็นสีแดงเกิดจากการที่วัตถุเกิดการสะท้อนสเปกตรัมในช่วงคลื่นสีแดง ปัจจัยหลักในการเห็นสีคือ

1. แหล่งกำเนิดแสง
2. การสะท้อนของแสงที่เกิดจากผิววัตถุที่โดนแสง
3. ตาของผู้สังเกต

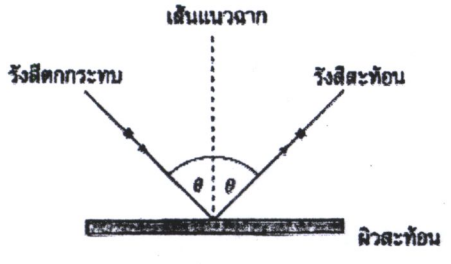
เทอมที่ใช้บ่งชี้สี [16]

1. สีสัน (hue) เป็นสิ่งที่ใช้บอกถึงช่วงความยาวคลื่นของแสงที่สะท้อนจากผิวของวัตถุหลังจากแสงขาวตกกระทบ
2. ความสว่าง (lightness) ส่งผลถึงการมองสีว่าเป็นสีทึบ หรือสีที่สว่าง
3. ความอิ่มตัว (saturation) อาจเกิดจากการผสมระหว่างสีดำ และ ขาว ทำให้มองเห็นเป็นลักษณะของการเกิดเงาของวัตถุ

2.8 การสะท้อนของแสง (reflection) [17]

การสะท้อนของแสง เป็นพฤติกรรมที่แสงตกกระทบบนตัวกลางและสะท้อนตัวออก ถ้าตัวกลางเป็นวัตถุผิวเรียบขัดมัน จะทำให้มุมของแสงที่ตกกระทบจะมีค่าเท่ากับมุมสะท้อน ซึ่งเป็นไปตามกฎได้ดังนี้

1. รังสีตกกระทบ รังสีสะท้อน และเส้นแนวฉากอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. มุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ณ ตำแหน่งที่แสงตกกระทบ

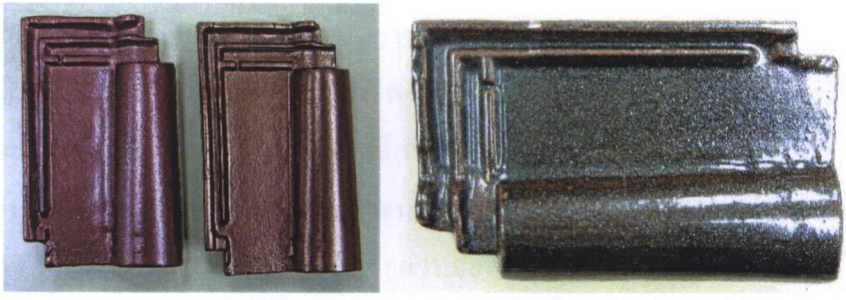


รูป 2.2 การสะท้อนของแสงบนผิววัตถุใดๆ

2.9 การเกิดประกาย (luster)

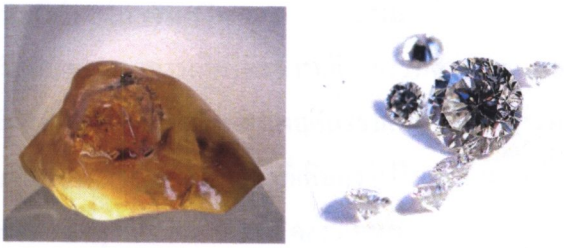
ประกาย คือ คุณภาพของแสงที่สังเกตจากการสะท้อนจากผิวเคลือบ ประกายแบ่งกลุ่มแร่ออกเป็นทึบแสง (opaque) และกลุ่มที่โปร่งใส (transparent) แร่ทึบแสง คือ แร่ที่ไม่ยอมให้แสงผ่านแม้ว่าจะบางมากก็ตาม ในขณะที่แร่โปร่งใส คือแร่ที่ยอมให้แสงผ่านได้ โดยทั่วไปมักพบในแร่ที่มีพันธะแบบไอออนิกและโคเวเลนต์ ขณะที่แร่ที่มีพันธะแบบโลหะจะทึบแสง ประกายแบ่งออกได้เป็นสองแบบใหญ่คือ ประกายโลหะ (metallic luster) และประกายอโลหะ (nonmetallic luster) [3]

1. ประกายโลหะ แร่ที่มีประกายแบบนี้สะท้อนแสงได้ดี เช่นเดียวกับโลหะและมักจะทึบแสง ยกตัวอย่างเช่น เหล็ก ดีบุก ทองแดง ทองคำ เมื่อคิดจากแสงที่ตกกระทบจากผิวแร่พบมีค่าสะท้อนกลับประมาณ 20-50 เปอร์เซ็นต์ สังเกตเห็นเป็นประกายโลหะธรรมดา (ปกติ) เช่นเดียวกับทองคำหรือเหล็กกล้าขัดมัน หากแสงที่ตกกระทบผิวแร่มีค่าการสะท้อนของแสงมากกว่า 50 เปอร์เซ็นต์ ประกายโลหะจะปรากฏให้เห็นเด่นชัดเป็นพิเศษ ถ้ามีค่าน้อยกว่า 20 เปอร์เซ็นต์ ของแสงที่สะท้อนออกมา เรียกประกายแบบนี้ว่า ประกายกึ่งโลหะ (submetallic luster)



รูป 2.3 ผลิตภัณฑ์ที่ตกแต่งโดยใช้เคลือบประกายโลหะ

2. ประกายอโลหะ แร่ที่มีประกายแบบอโลหะอาจค่อนข้างสุกใสเรียบๆ และไม่มีการปรากฏลักษณะแบบประกายโลหะ เพราะแร่เหล่านี้โปร่งแสงอย่างน้อยที่สุดในชิ้นบางๆ แต่มีเพียงส่วนน้อยของแสงสะท้อนออกมาเพียง 50 เปอร์เซ็นต์ โดยส่วนมากจะผ่านเข้าไปในตัวแร่ คุณภาพของประกายอโลหะวัดโดยใช้ค่าดัชนีหักเหของแสงในเนื้อแร่ หากค่าดัชนีหักเหของแสงสูง แร่นั้นก็จะสุกใสมาก



รูป 2.4 ยางสน และ เพชรที่ให้ประกายแบบอโลหะ

2.10 เคลือบประกาย (luster glaze) [18]

เคลือบประกาย (เคลือบที่มีความมันวาว) เป็นรูปแบบหนึ่งของการตกแต่งแบบบนผิวเคลือบ ซึ่งฟิล์มที่เป็นโลหะบางๆ จะเกิดขึ้นบนผิวของเคลือบ เคลือบประกายมีอยู่ 2 ประเภท คือ เคลือบประกายที่ได้มาจากการเผาออกซิเดชันโดยใช้ตัวช่วยหลอม และเคลือบประกายที่ได้จากการเผารีดักชัน

เคลือบประกายที่ได้มาจากการเผาออกซิเดชัน จะใช้น้ำเคลือบในรูปเกลือของโลหะ (chlorides/nitrates) รวมกับ resinate (NaOH + resin) และใช้ตัวกลางที่เป็นน้ำมัน เช่น น้ำมันสน เมื่อนำมาทาบนผิวชิ้นงานแล้วเผาจะเกิดการรีดิวซ์ของโลหะซึ่งถูกผสมลงไปกลายเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ บนเคลือบทำให้เกิดความมันวาว

เคลือบประกายที่ได้มาจากการเผารีดักชัน เกิดจากประกายของผลึกโลหะที่เกิดจากการรีดักชันที่รุนแรงในการเผาผลิตภัณฑ์ โดยผลึกที่เกิดอาจมีขนาดใหญ่ (macro crystalline) ซึ่งสามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า หรือ เป็นผลึกขนาดเล็ก (micro crystalline) ที่ไม่สามารถมองได้ด้วยตาเปล่า ต้องมองด้วยกล้องจุลทรรศน์หรือแว่นขยาย [8] แหล่งที่มาของโลหะอาจใช้ ทอง เงิน หรือ ทองแดง โดยความเงาของทองแดงจะออกมาในรูปสีแดงหรือสีทอง เงินจะให้สีออกสีเหลือง ทองจะให้สีม่วงแกมแดง และบิสมัทจะให้สีที่สดใสกับพื้นผิว

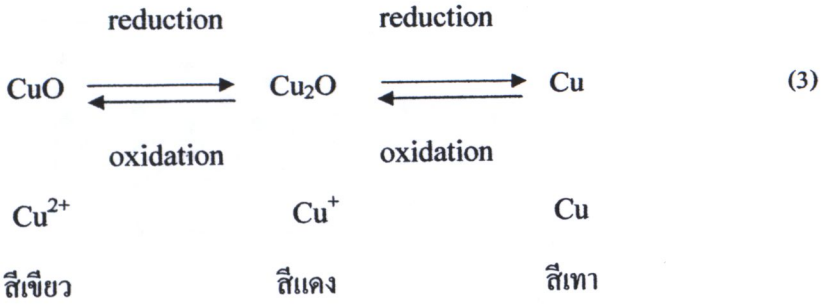
2.11 การตกแต่งผลิตภัณฑ์บนเคลือบให้มีลักษณะปรากฏเหมือนการตกแต่งด้วยมุก

การตกแต่งผลิตภัณฑ์โดยวิธีการนี้ ใช้โลหะหรือออกไซด์ของโลหะซึ่งมีส่วนผสมที่เหมาะสมฉาบเป็นฟิล์มบางๆ บนเคลือบ และเผาให้สุก ฟิล์มที่ตกแต่งเหล่านั้นอาจมีความเหลือบมันแบบโลหะมุกและรุ้ง ความเหลือบมันเป็นประกายเหมือนโลหะทำได้โดยใช้เงิน ทองแดง หรือโลหะมีค่าอื่นๆ มาเป็นส่วนผสม

การผสมโลหะมีค่า เช่น เงินหรือทองแดง ลงในเคลือบต่างๆ ผิวของเคลือบบางส่วนจะแสดงการเกิดโลหะอันเนื่องมาจากการเกิดรีดิวซ์ในอัตราส่วนต่างๆกัน และบางส่วนของผิวเคลือบจะแสดงการเกิดสี ปัจจัยที่มีผลต่อการควบคุมพฤติกรรมเหล่านี้ คือ อุณหภูมิและบรรยากาศใช้ในการเผา และความเข้มข้นของปริมาณโลหะมีค่าที่เติมลงไปในส่วนผสม ถ้าความเข้มข้นของปริมาณโลหะมาก และใช้การรีดิวซ์ที่รุนแรงจะทำให้เกิดตะกอนของโลหะมาก ในกรณีที่เป็นออกซิไดซ์ที่รุนแรงจะป้องกันการเกิดตะกอนของโลหะ

2.12 แนวคิดการเกิดปฏิกิริยาของโลหะคอปเปอร์ในเคลือบ

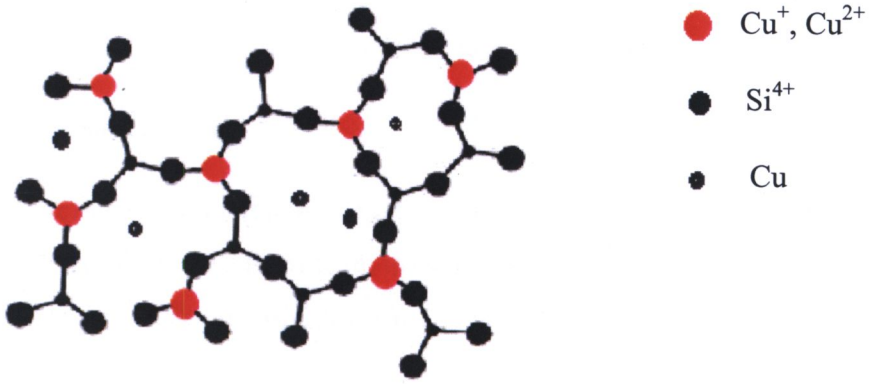
คอปเปอร์เป็นวัตถุดิบที่หลอมละลายในเคลือบได้ดี คอปเปอร์(II)ออกไซด์ในงานเซรามิกมีให้เลือกใช้หลายชนิด เช่น คิวปริกออกไซด์ คิวปรัสออกไซด์ คอปเปอร์(II)คาร์บอเนต เผาในบรรยากาศออกซิเดชันให้สีเขียว แต่ในบรรยากาศรีดักชันให้สีแดง [8] ปฏิกิริยาของคอปเปอร์สามารถเปลี่ยนแปลงได้หลายรูปแบบ ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาเคมี เมื่อได้รับความร้อนและมีบรรยากาศแตกต่างในการเผา รูปแบบเหล่านั้นอาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงของสารประกอบคอปเปอร์ ได้แก่ CuO, Cu_2O และในรูปของ Cu ดังการแสดงการเปลี่ยนแปลงปฏิกิริยาเคมีแบบผันกลับได้ ของโลหะคอปเปอร์ และคอปเปอร์(II)ออกไซด์ ภายใต้การเผาด้วยบรรยากาศรีดักชันและออกซิเดชัน ทำให้คาดว่าจะเกิดปฏิกิริยาดังนี้



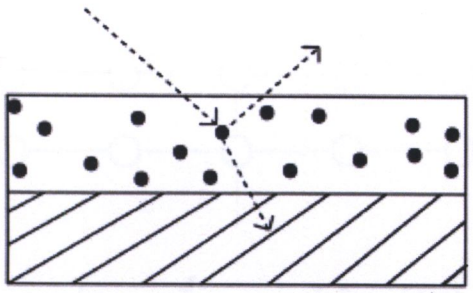
(3)

เมื่อสารตั้งต้นของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ในรูปแบบของคิวปริกออกไซด์ (CuO) ถูกเผาด้วยบรรยากาศรีดักชัน ได้รูปแบบคิวปรัสออกไซด์ (Cu_2O) เมื่อเผาด้วยบรรยากาศรีดักชันอย่างต่อเนื่องได้โลหะทองแดง (Cu) ขั้นตอนนี้เป็นการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการเผาในเตา โดยมีอุณหภูมิ 1230-1300 องศาเซลเซียส หรือมากกว่าด้วยบรรยากาศรีดักชันตลอดกระบวนการเผา เมื่อเสร็จสิ้นการเผาทิ้งให้เย็นตัวลงโดยให้บรรยากาศภายในเตาเป็นออกซิเดชัน จึงทำให้โลหะคอปเปอร์ (Cu) จะถูกเปลี่ยนมาเป็นรูปแบบของคิวปรัสออกไซด์ (Cu_2O) และคิวปริกออกไซด์ (CuO) ตามลำดับ สังเกตและประเมินจากสีที่ปรากฏจะพบว่า สีที่ปรากฏจะขึ้นกับเลขออกซิเดชัน

(oxidation number) [19] โดย CuO จะให้สีเขียว Cu_2O จะให้สีแดง ส่วนโลหะของคอปเปอร์ (Cu) ให้สีเทา [20] หลังจากที่เคลือบถูกเผาในอุณหภูมิสูง วัตถุดิบซึ่งเป็นสารประกอบต่างๆ จะแตกตัวเป็นไอออน เมื่อเย็นตัวลงไอออนจะมาจับตัวกันเป็นออกไซด์ ซึ่งคอปเปอร์ออกไซด์เมื่อไปรวมตัวออกไซด์ของสารชนิดอื่น เช่น ซิลิกอน เกิดเป็นคอปเปอร์ซิลิเกต [21] ซึ่งเกิดได้หลายแบบ เช่น $CuSiO_3$ หรือ Cu_2SiO_2



รูป 2.5 การรวมตัวกันเป็นคอปเปอร์ซิลิเกต และอนุภาคของโลหะคอปเปอร์



รูป 2.6 ลูกศรแสดงรังสีตกกระทบ รังสีหักเห และรังสีสะท้อนของแสง เมื่อแสงเดินทางจากอากาศไปยังเคลือบ

โลหะของคอปเปอร์ ในเคลือบที่ไม่ได้เกิดการรวมตัวเป็นโครงสร้างแก้ว หากมีปริมาณมากทำให้เกิดการแขวนลอยอยู่ในเคลือบทำให้เกิดพฤติกรรมของแสงเกิดขึ้น เช่น การหักเห การสะท้อน และกระเจิงของแสงทำให้เกิดเป็นประกายโลหะ สังเกตได้จากพื้นผิวของผลิตภัณฑ์เคลือบมีจุดเล็กๆ จำนวนมากลอยอยู่ในเนื้อเคลือบดูคล้ายผลึก โลหะของคอปเปอร์ที่แขวนลอยอยู่นี้เรียกว่าสารคอลลอยด์ (colloidal matter) ซึ่งสามารถทำการตรวจสอบจากโครงสร้างทางจุลภาคโดยเทคนิค scanning electron microscope (SEM) และหาเฟสโลหะคอปเปอร์ในเคลือบหลังการเผาโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)

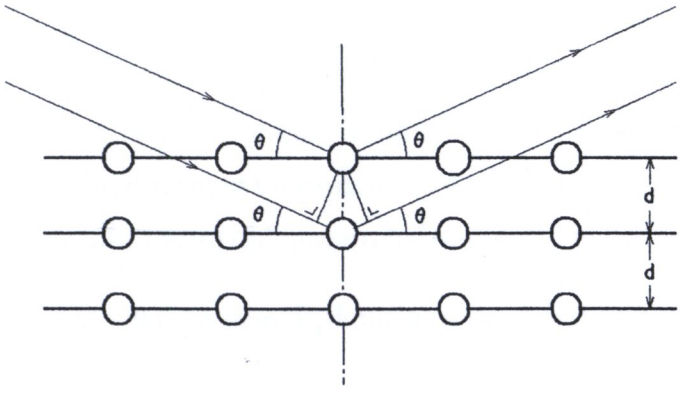
2.13 เครื่องมือและการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่าง

2.13.1 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction (XRD)) [22]

เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน เป็นวิธีการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (nondestructive analysis) โดยจะให้ผลการวิเคราะห์เกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ และองค์ประกอบทางแร่ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) ซึ่งอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์ และความรู้เกี่ยวกับระบบโครงสร้างผลึก (crystallography)

หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็ผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม



รูป 2.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [23]

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กัน ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน (reflection greating) ในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอม ควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและมุมตกกระทบ สามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg ' law) ดังสมการ

$$n\lambda = 2d\sin\theta \qquad (4)$$

โดย n คือ อันดับของการสะท้อน

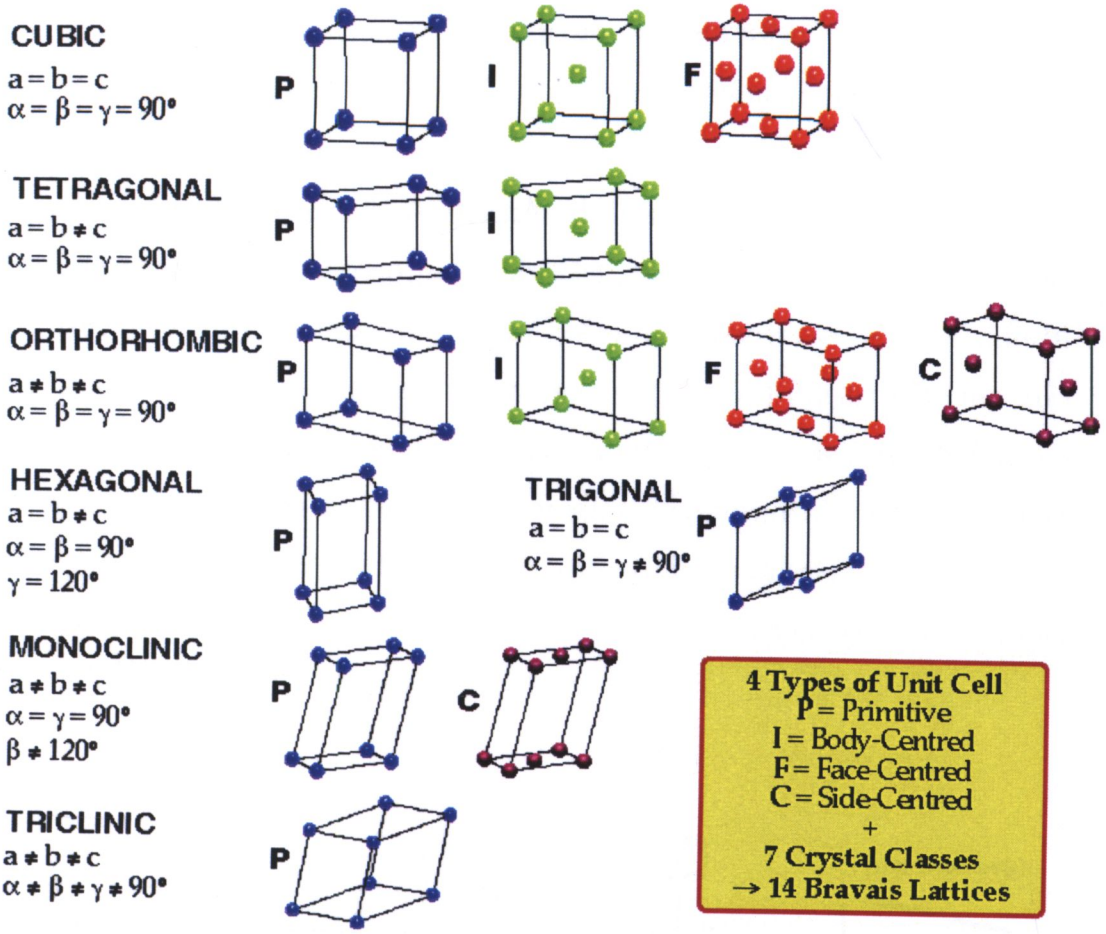
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

θ คือ มุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

โดยทั่วไป ผลึกของวัสดุในธรรมชาติมีโครงสร้างที่แน่นอน ถ้ามองลึกเข้าไปถึงระดับอะตอม ผลึกประกอบด้วยอะตอมและกลุ่มอะตอมที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ มีมุมและระยะห่างระหว่างอะตอมที่แน่นอนและซ้ำกันในทุกทิศทาง ในการศึกษาโครงสร้างผลึกจะศึกษารูปแบบของโครงตาข่าย (lattice) ที่มีรูปทรงทางเรขาคณิตที่แน่นอน ซึ่งต้องอาศัยหลักความสมมาตรกัน โครงตาข่ายของผลึกแบ่งออกเป็น 7 ระบบ (มีลักษณะการจัดเรียงอะตอมในโครงสร้างได้ 14 แบบ) ได้แก่

1. ระบบไตรคลินิก (triclinic system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว ขนาดความยาวของแกนและมุมทั้ง 3 ไม่เท่ากัน
2. ระบบโมโนคลินิก (monoclinic system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 2 แบบ
3. ระบบออโธรอมบิก (orthorhombic system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 4 แบบ
4. ระบบเตตระโกนอล (tetragonal system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 2 แบบ
5. ระบบลูกบาศก์ (cubic system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่าย 3 แบบ
6. ระบบไตรโกนอล (trigonal system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว เรียกว่า Rhombohedral
7. ระบบเฮกซะโกนอล (hexagonal system) มีรูปแบบโครงร่างตาข่ายเพียงแบบเดียว

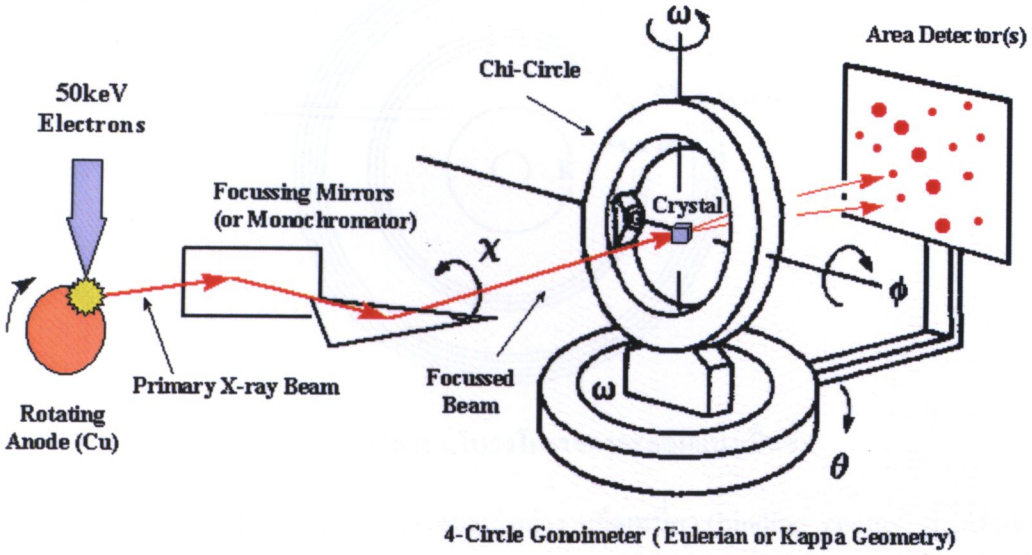


รูป 2.8 ระบบผลึก 7 ระบบ โดยแสดงการจัดเรียงโครงสร้าง 14 แบบ [24]

ในการศึกษาผลึก แบรกก์อธิบายว่า ผลึกประกอบด้วยโครงตาข่ายที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมในลักษณะที่เป็นกลุ่มของระนาบที่ขนานกัน เมื่อรังสีของคลื่นตกกระทบผลึกที่กลุ่มของระนาบที่ขนานกันภายในผลึก แต่ละระนาบสะท้อนรังสีตกกระทบบางส่วนออกมาในลักษณะคล้ายกับกระจกเงา แนวรังสีสะท้อนจะพบได้เมื่อรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบที่ขนานกันแทรกสอดกันแบบเสริม ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น พลังงานรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมามีค่าเท่ากับพลังงานรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ

เครื่องมือที่วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ คือ เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) มีหลักการทำงานคือ เมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยังขั้วแคโทด ซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อน เพื่อให้ไส้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอ ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมาจากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอโนด ซึ่งเป็นโลหะที่นำความร้อนได้ดี (โลหะที่นิยมใช้เป็นขั้วแอโนด คือ ทองแดงและโมลิบดีนัม โดยหลอดที่ใช้ทองแดงจะเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่เหมาะสม

กับผลึกขนาดเล็กหรือมีขนาดหน่วยเซลล์ใหญ่ ส่วนโมลิบดีนัมเหมาะสำหรับผลึกขนาดใหญ่หรือผลึกที่มีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ดี) จึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมา เมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่นเข้าไปแทนที่ออร์บิทอลที่ว่าง แอโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอกซ์ และความร้อน จะต้องมีน้ำหล่อเย็น โดยทั่วไปรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นโดยปริมาณ 1 เปอร์เซนต์ ของพลังงานที่คายออกมาทั้งหมด รังสีเอกซ์ที่คายออกมามีทั้งรังสีเอกซ์แบบเฉพาะตัว (characteristic) ที่เป็น K_a และ K_β จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการ กำจัดเอาพีคของ K_β ออกไปเพื่อให้เหลือรังสีเอกซ์ที่มีการเลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดโดยดีเทคเตอร์ (detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีกระเจิงได้ ณ มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกันไป โดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)



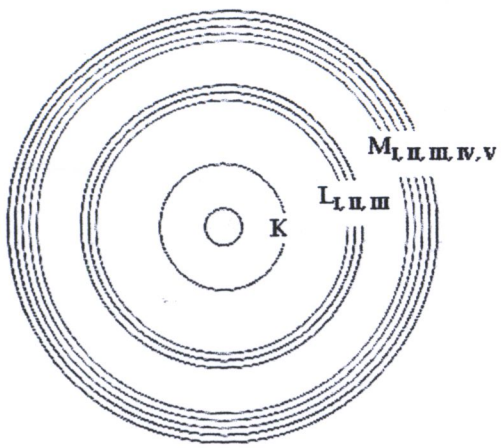
รูป 2.9 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray diffractometer) [25]

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

2.13.2 เอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence (XRF)) [26]

เอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสาร เช่นเดียวกับ XRD แต่เป็นการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งธาตุทีละธาตุ (sequencial) หรือวิเคราะห์หลายธาตุพร้อมกัน (simultaneous) และยังสามารถนำไปวิเคราะห์ทางเคมีได้แทบทุกชนิดของสารตัวอย่างในระดับความเข้มข้นสูงถึงระดับความเข้มข้นต่ำบางครั้งสามารถวิเคราะห์ได้ถึงระดับ ppm ซึ่งง่ายและทำได้รวดเร็ว โดยอาศัยหลักการที่อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอม เปลี่ยนระดับชั้นที่มีพลังงานสูงไปยังชั้นที่มีพลังงานต่ำกว่า และคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะ (characteristic X-ray) ของแต่ละธาตุ

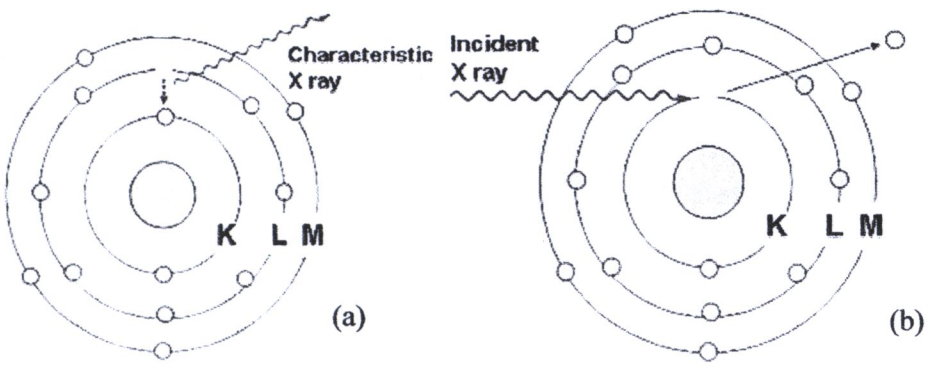
อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอม แบ่งเป็นชั้น (shells) โดยชั้นในสุดได้แก่ ชั้น K มีระดับพลังงาน (energy level) ต่ำสุด ถัดออกมาได้แก่ ชั้น L, M, N ไปเรื่อยๆ ซึ่งจะมีระดับพลังงานสูงขึ้นตามลำดับ นอกจากอิเล็กตรอนในชั้น K ที่มีระดับพลังงานเดียวแล้ว อิเล็กตรอนในชั้นอื่น ยังแบ่งเป็นชั้นย่อย ได้แก่ LI, LII, LIII และ MI, MII, MIII, MIV, MV ซึ่งอะตอมของธาตุแต่ละชนิด จะมีความแตกต่างของพลังงานของอิเล็กตรอนในแต่ละชั้นไม่เท่ากัน



รูป 2.10 อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอมแบ่งเป็นชั้น

อิเล็กตรอนในแต่ละชั้นของวงโคจร มีพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ที่ได้รับจากนิวเคลียสแตกต่างกัน อิเล็กตรอนวงในที่อยู่ใกล้นิวเคลียส จะได้รับพลังงานยึดเหนี่ยวมากกว่าอิเล็กตรอนวงนอก และธาตุที่มีเลขอะตอม (Z) สูงขึ้น จะมีพลังงานยึดเหนี่ยวต่ออิเล็กตรอนมากขึ้น

เมื่อยิงรังสีเอกซ์ รังสีแกมมา อิเล็กตรอน หรือโปรตอนไปยังอะตอมของธาตุ จะชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจรและทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกไปจากอะตอม ทำให้ตำแหน่งนั้นว่าง อิเล็กตรอนในชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ เช่น จากชั้น L ไปชั้น K จากชั้น M ไปชั้น K หรือจากชั้น M ไปชั้น L โดยคายพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะของแต่ละธาตุ



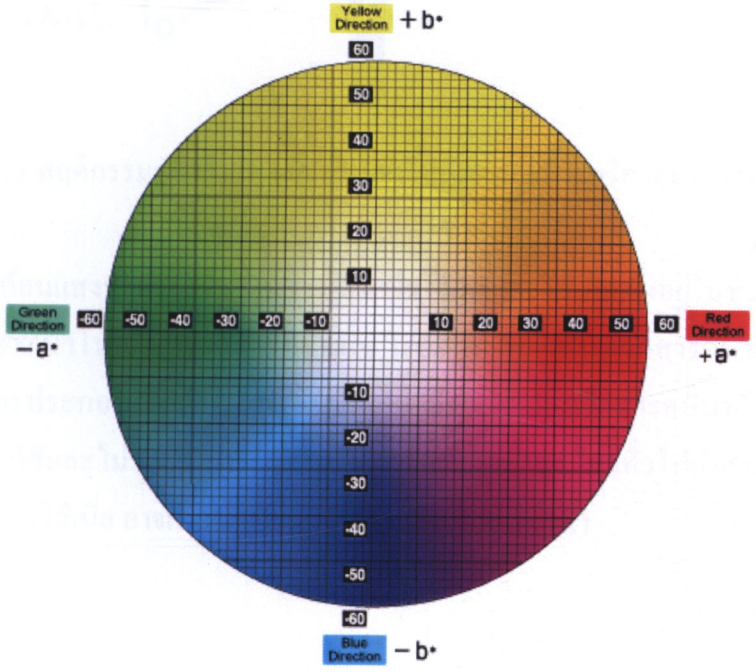
รูป 2.11 (a) รังสีเอกซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร

(b) อิเล็กตรอนในชั้น M ที่มีพลังงานสูงกว่าลงมาแทนที่ โดยคายรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานจำเพาะออกมา

2.13.3 เครื่องวัดสี สำหรับวัดค่าสี (color meter) [15]

ในอดีตมีคนมากมายได้คิดค้นวิธีในการจำแนกสี ซึ่งในปัจจุบันระบบการทดสอบสีได้พัฒนาขึ้นโดยองค์กรระหว่างประเทศที่เกี่ยวข้องกับเรื่องสีและแสง คือ The Commission International Del'Eclairage (CIE) ซึ่งที่ได้รับความนิยมมากคือระบบ L* a* b* โดยระบบการวัดสีเกิดขึ้นเนื่องจากสายตามนุษย์จะไม่สามารถวัดสีต่างๆ ออกมาเป็นจำนวนได้อย่างแม่นยำ เพราะประสาทสัมผัสของมนุษย์มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของสภาพแวดล้อม เช่น ผลกระทบโดยพื้นฉากหลัง และโดยแหล่งกำเนิดแสง แต่สำหรับเครื่องวัดสีแล้ว สามารถทำได้ง่าย เนื่องจากเครื่องวัดสีสามารถทำการทดสอบโดยควบคุมปัจจัยต่างๆ เช่น พื้นฉากหลัง และแหล่งกำเนิดแสง จึงสามารถทดสอบได้ในทั้งเวลากลางวันหรือกลางคืน ในที่ร่มหรือที่แจ้ง ซึ่งผลที่ทดสอบจะระบุสีออกมาตามที่ใช้เรียกในการสื่อสาร และเป็นตัวเลขตามมาตรฐานสากล

ระบบสี L* a* b* หรือบางครั้งเรียกว่า CIELAB เป็นระบบหนึ่งที่นิยมกันมากในการนำมาใช้วัดค่าสีโดยปริภูมิสีเป็นประเภทที่มีสเกลสม่ำเสมอ (uniform) ซึ่งกำหนดโดย CIE ในปี 1976 ในระบบ L* a* b* ค่า L* จะหมายถึงความสว่าง ส่วน a* และ b* จะเป็นค่าสัมประสิทธิ์สี โดย +a* หมายถึง อยู่ในเฉดสีแดง - a* หมายถึง อยู่ในเฉดสีเขียว ส่วน + b* หมายถึง อยู่ในเฉดสีเหลือง และ- b* หมายถึง อยู่ในเฉดสีน้ำเงิน

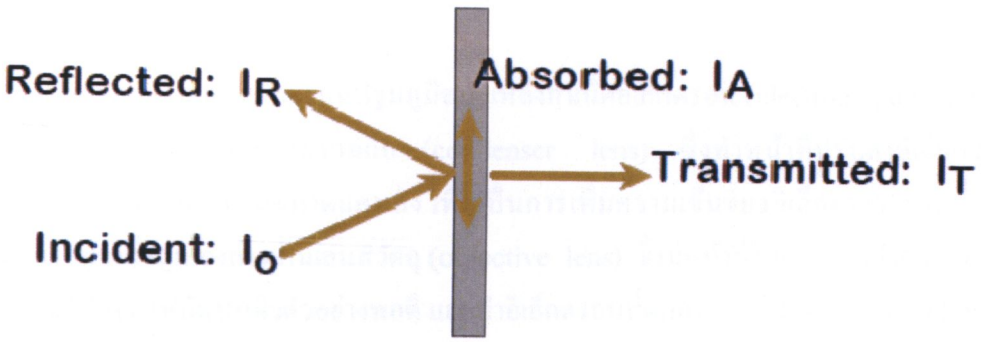


รูป 2.12 ไดอะแกรมสัมประสิทธิ์สี a* และ b* [27]

2.13.4 เครื่อง UV-Vis spectrophotometer [15]

สเปกโทรสโกปี้ เป็นเครื่องมือที่นิยมใช้อย่างกว้างขวาง โดยหมายถึงเป็นการแยก การตรวจสอบ และการบันทึกของพลังงานที่เปลี่ยนแปลงไปเกี่ยวกับนิวเคลียส อะตอม ไอออน หรือโมเลกุล พลังงานที่เปลี่ยนแปลงไปนั้นเนื่องจากการเกิดอีมิสชัน (emission) การดูดกลืน (absorption) การกระเจิง (scattering) ของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าหรือของอนุภาค เทคนิคชนิดนี้เป็นที่ยอมรับและนิยมใช้อย่างกว้างขวาง

เมื่อให้ลำแสงผ่านเข้าไปยังสารละลายหรือวัตถุใดวัตถุหนึ่ง จะพบว่าบางส่วนของรังสีเกิดการดูดกลืน (absorbed) บางส่วนทะลุผ่านออกไป (transmitted) บางส่วนเกิดการสะท้อนกลับ (reflected) และบางส่วนอาจเกิดการกระเจิง (scattered) อย่างใดอย่างหนึ่ง หรือเกิดขึ้นหลายอย่างพร้อมกัน



รูป 2.13 พฤติกรรมของลำแสงเมื่อผ่านเข้าไปยังสารละลายหรือวัตถุใดวัตถุหนึ่ง

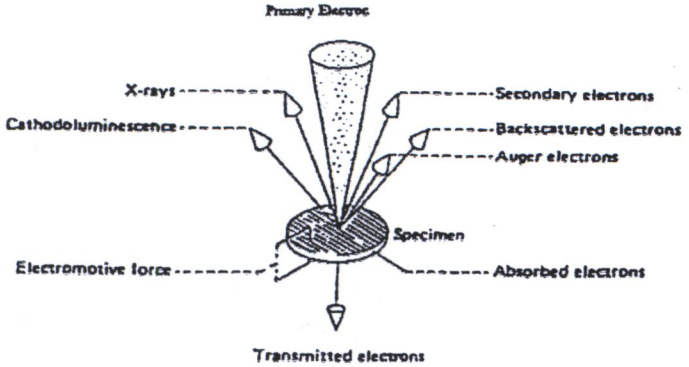
การสะท้อนแสงหรือรังสีที่อยู่ในช่วงอัลตาไวโอเลตและวิสิเบิล ซึ่งอยู่ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190-800 นาโนเมตร ของสารชนิดนั้น โดยส่วนใหญ่เป็นพวกสารอินทรีย์ (organic compound) สารประกอบเชิงซ้อน (complex compound) หรือสารอนินทรีย์ (inorganic compound) ทั้งมีสีและไม่มีสี วิธีการนี้ค่อนข้างถูกต้องแม่นยำสูง โดยทั่วไปถ้าสารที่วิเคราะห์นั้นสะท้อนแสงในช่วงวิสิเบิล อาจเรียกว่า คัลเลอริมิเตอร์ (colorimeter)

2.13.5 จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) [28]

เป็นเทคนิคที่เกิดจากการคิดค้นเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการมองเห็นวัตถุของกล้องจุลทรรศน์ให้สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิม โดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอน ที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสงและใช้เลนส์สนามไฟฟ้ามาแทนเลนส์กระจก และมีตัวตรวจวัดที่จะมาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่าง จากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณภาพที่ปรากฏบนจอรับภาพต่อไป เทคนิคนี้มีการใช้งานอย่างกว้างขวางในหลายสาขา เช่น วัสดุศาสตร์ ไมโครอิเล็กทรอนิกธรณีวิทยา ชีววิทยา และการแพทย์ ซึ่งมีจุดเด่นที่สำคัญ 3 ประการ ได้แก่ (1) สามารถให้ภาพที่มีความชัดลึกสูง (high depth of field) (2) สามารถให้กำลังแยกแยะเชิงสูง (high spatial resolution) (3) สามารถใช้ร่วมกับเทคนิคอื่น เช่น energy dispersive spectrometry (EDS) และ wavelength dispersive spectrometry (WDS) เพื่อเป็นข้อมูลเชิงเคมี โดยเครื่องมือที่ใช้เรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

หลักการทำงานของ SEM

จากการผ่านลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ภายใต้ภาวะสุญญากาศ ผ่านชุดเลนส์รวมแสง (condenser lens) ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอน (electron beam) ให้มีขนาดแคบลง เพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ (objective lens) ซึ่งมีหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (scanning coil) ของลำอิเล็กตรอน ทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณชนิดต่างๆ ออกมา ดังแสดงในรูป



รูป 2.14 การเกิดอันตรกริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมตัวอย่าง [29]

สัญญาณที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น คือ

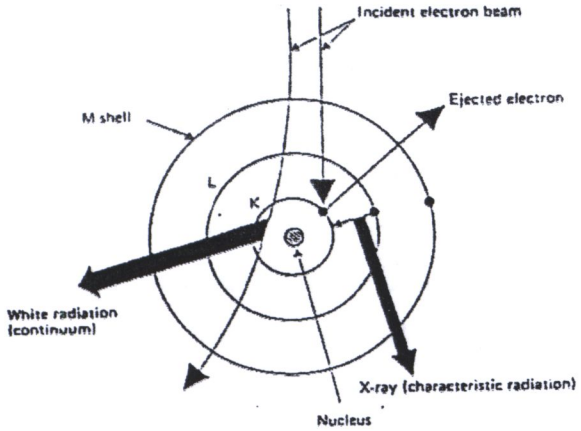
1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ ประมาณ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่ผิวระดับไม่ลึก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวที่ผิวอิเล็กตรอนต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่เสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัว เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีพลังงานสูงกว่า โดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงจรออกมา ทำให้อิเล็กตรอนต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีระดับพลังงานสูงกว่า โดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่เข้ามาแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุตามลำดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

การวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์สำหรับ SEM ในระบบวิเคราะห์แบบ energy dispersive spectrometry (EDS)

มีหลักการวิเคราะห์ คือ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรในชั้นของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกินพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของชั้นโคจรจึงหลุดออกจากวงโคจรและทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่ พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับความแตกต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้นๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เรียกรังสีเอกซ์ชนิดนี้ว่า รังสีเอกซ์เฉพาะตัว



รูป 2.15 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน [30]

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ หัววัดรังสีแบบ Si(Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ หรือ หัววัดชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง (high purity germanium, HPGe) ซึ่งสามารถรังสีเฉพาะตัวในช่วงกว้าง คือ 3 ถึง 200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ทั้งนี้หัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสองแบบ จะเปลี่ยนแปลงพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะแปรผันตรงกับพลังงานของรังสีที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องจะเก็บสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ภายในเครื่อง และแสดงผลการวิเคราะห์บนจอภาพในรูปของสเปกตรัม พร้อมทั้งผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพโดยโปรแกรมสำเร็จรูป

2.14 สรุปสาระสำคัญของเอกสารที่เกี่ยวข้อง

Padovani และคณะ [29] ศึกษาปัจจัยของคอปเปอร์ ในเคลือบประกายมุกโดยศึกษาถึงการกระจายตัวของอนุภาคในเคลือบ และโครงสร้างของส่วนประกอบที่เกิดขึ้น โดยนำชิ้นทดสอบมาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และทำการทดสอบโดยใช้ SEM, TEM, Ultraviolet and Visible spectroscopy, XRF และ EXAFS (extended X-ray absorption fine structure) โดยการวัด EXAFS ที่ชั้น K ของ Cu เพื่อระบุว่าทั้งสีแดงและการเกิดประกายของคอปเปอร์ เกิดจากอนุภาคโลหะที่ผสม เช่นเงิน และทองแดง ปกติเกิดได้จากการเผาในบรรยากาศแบบรีดักชัน โดยคอปเปอร์ออกไซด์จะทำการแลกเปลี่ยนไอออน เปลี่ยนเป็นสารประกอบซิลิเกต พบว่าไอออนของ Cu^{+} มีอิทธิพลให้เกิดดัชนีการหักเหของแสงในเคลือบที่เปลี่ยนไป

งานวิจัยนี้ทำให้ทราบว่า สีแดงและการเกิดประกายของโลหะคอปเปอร์ เกิดจากอนุภาคโลหะที่ผสม ซึ่งส่วนใหญ่จะเกิดได้จากการเผารีดักชันโดยสามารถยืนยันได้จากการเติมคอปเปอร์เข้าไปในเคลือบในปริมาณมาก ทำให้เกิดอนุภาคของโลหะคอปเปอร์แขวนลอยอยู่ส่งผลให้เกิดการสะท้อนแสงบนผิวเคลือบ

Pradell และคณะ [30] ทำการเลียนแบบเคลือบประกายมุกของชาวมุสลิม โดยเลียนแบบและควบคุมการผลิตในทุกๆ ขั้นตอนให้เหมือนกับสมัยคริสต์ศตวรรษที่ 13 และหาองค์ประกอบทางเคมีที่เหมาะสมเพื่อจะได้เคลือบที่กระจายแสงได้ดี โดยใช้โลหะทองแดงและเงินที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเป็นตัวเติม จากการทดลองพบว่าสูตรเคลือบในสมัยก่อนที่มีองค์ประกอบของตะกั่วและดีบุก จะมีผลต่อการเกิดผลึกของเงินและทองแดง และมีผลทำให้เคลือบกระจายแสงได้ดี แต่เคลือบที่ใช้อัลคาไลน์ของโลหะจะไม่เกิดการกระจายแสงที่ดี โดยอุณหภูมิการเผาที่เหมาะสมคือ 550 องศาเซลเซียส เคลือบที่ได้มีลักษณะเป็นเคลือบทึบ และพบว่าโลหะเงินกับทองแดงมีผลต่อชั้นสีที่สะท้อนบนเคลือบประกายมุก

งานวิจัยนี้ ทำให้ทราบถึงช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผา และอัตราส่วนของเคลือบประกายมุก และสีที่เกิดจากการผสมของโลหะเงินและทองแดง โดยพบว่าโลหะเงินและทองแดงมีผลต่อการสะท้อนของแสง ทำให้อาจมีการนำโลหะอื่นมาผสมเพื่อให้เกิดการสะท้อนของแสงที่ดีขึ้น และลดอุณหภูมิการเผาต่อไป

Lazic และคณะ [31] ศึกษาสีและยืนยันลักษณะทางแสงที่ปรากฏบนเคลือบประกายมุกในสมัยโบราณโดยวิธี laser induced fluorescence (LIF) และวิธี breakdown spectroscopy (BS) ทำการทดลองโดยทดสอบกับเคลือบประกายมุกสีแดง และสีทอง พบการเกิดเป็นประกายจะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นและการกระจายตัวของโลหะทองแดงขนาดเล็กระดับนาโนเมตรแขวนลอยอยู่ในเคลือบทำให้เกิดประกายมุกสีทอง และสีแดง และยังพบว่าองค์ประกอบและสมบัติของเคลือบมีผลต่อการเกิดประกาย เมื่อทำการทดสอบโดยเครื่อง LIF พบว่าทองแดงดูดซับแสงตั้งแต่ความยาวคลื่น 400 – 560 นาโนเมตร ส่วนโลหะเงินเกิดการดูดซับแสงที่ความยาวคลื่น 520 - 546 นาโนเมตร ส่วนการทดสอบโดย LIBS พบว่าส่วนประกอบของเคลือบมีปริมาณทองแดงและเงินเป็นส่วนประกอบ

งานวิจัยนี้สามารถยืนยันได้ว่าโลหะทองแดงที่แขวนลอยในเคลือบ ลักษณะเฉพาะและสมบัติของเคลือบตั้งต้นมีผลนำไปสู่การเกิดประกายบนผิวเคลือบ ซึ่งอาจส่งผลถึงการสะท้อนของแสงในเคลือบด้วย

Roque และ Molera [32] ศึกษาผลของผลึกของทองแดงและเงินในเคลือบประกายมุกที่ส่งผลต่อสมบัติทางแสง พบว่าในสมัยศตวรรษที่ 9 อิหร่านมีการตกแต่งเคลือบโดยใช้คอปเปอร์ออกไซด์และเกลือของเงินเป็นส่วนผสม โดยเมื่อนำไปเผาจะมีสีค่อนข้างแดงและเกิดการสะท้อนของโลหะที่ฝังตัวในเคลือบโดยทีมงานได้ทำการจำลองเคลือบขึ้น และนำมาทำการทดสอบโดยใช้ optical microscope, TEM, SEM เพื่อดูโครงสร้างทางจุลภาคของโลหะทองแดงและเงินที่ฝังตัวอยู่ในเนื้อเคลือบ วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค electron energy loss spectroscopy, UV-Vis spectroscopy และ XRD ผลที่ได้พบว่าขนาดของผลึกโลหะขนาดเล็กที่พบเกิดจากการแลกเปลี่ยนประจุของวัตถุดิบภายหลังการเผา อนุภาคโลหะที่มีขนาดเล็กส่งผลทำให้เกิดเป็นประกายโลหะที่มีสีต่างๆ กันออกมาบนพื้นผิวเคลือบซึ่ง เมื่อวัดโดย UV-Vis spectroscopy จะพบว่ามีการสะท้อนในทุกช่วงความยาวคลื่น และการวัดค่าโดยเทคนิค XRD แสดงถึงการเป็นโลหะที่ผิวเคลือบ พบว่าอนุภาคของเงินและทองแดงมีการกระจายตัวในผิวเคลือบไม่สม่ำเสมอส่งผลให้เกิดประกายมุกในบางจุด

งานวิจัยนี้ทำให้ทราบว่าหากพบโลหะของคอปเปอร์บนผิวเคลือบ สามารถตรวจพบโลหะคอปเปอร์ โดยเทคนิค XRD และพบว่าการที่เกิดโลหะทองแดงในเคลือบ ส่งผลถึงค่าการสะท้อนของแสงเป็นประกายโลหะ แต่จะเกิดในบางบริเวณเนื่องจากการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของอนุภาคโลหะบริเวณพื้นผิวเคลือบ

Polvorinos del Rio และคณะ [33] ศึกษาอนุภาคของโลหะขนาดเล็กในเคลือบที่ส่งผลต่อการเกิดประกาย โดยใช้ชิ้นทดสอบที่ขุดพบในสมัยศตวรรษที่ 15 และศึกษาผลของอนุภาคโลหะที่ส่งผลต่อการเกิดประกายจากเครื่อง rutherford back scattering (RSB) และยืนยันธาตุที่ปรากฏจากเครื่อง PIXE จากผลการทดลองพบว่าชั้นของเคลือบที่ลึกลงไป 300 นาโนเมตร มีโลหะทองแดง โลหะเงิน เป็นส่วนประกอบในเคลือบ และพบธาตุที่เป็นตะกั่วอยู่ในปริมาณที่สูงกว่า ชิ้นทดสอบที่เป็นส่วนประกอบของแอลคาไล ซึ่งผลจากการทดลองนี้ทำให้ทราบว่าในสมัยโบราณ นิยมใช้ตะกั่วในเคลือบเพื่อทำให้เกิดประกายขึ้น และเมื่อนำเคลือบมากัดโดยกรดกัดแก้วพบการเกิดประกายของโลหะกระจายตามจุดต่างๆบนผิวเคลือบโดยแสดงค่าออกมาเป็นค่าพลังงานที่วัดได้ คือ 2450-2220 keV

งานวิจัยนี้ทำให้ทราบว่าการเกิดเป็นประกายของเคลือบในสมัยโบราณมักนิยมใช้ตะกั่วผสมในเคลือบ และใช้โลหะทองแดงและเงินในการทำให้เกิดประกาย ซึ่งจากงานทดลองนี้เมื่อใช้กรดกัดแก้วยังสามารถพบอนุภาคของโลหะที่ทำให้เกิดประกายบนผิวเคลือบ โดยสามารถนำไปปรับใช้หาขนาดอนุภาคของโลหะคอปเปอร์ที่พบในเคลือบได้จากการนำไปแช่ในกรดกัดแก้ว และนำผลึกโลหะที่หลงเหลืออยู่มาวัดขนาดอนุภาค

Fröberg และคณะ [34] ศึกษาผลของการยืนไฟที่มีต่อการเปลี่ยนเฟส โดยพิจารณาจากการเผาได้อย่างรวดเร็วโดยผลิตภัณฑ์ไม่เสียหาย และเกิดเฟสที่ต้องการทุกเฟส การทดลองใช้ฟริต (frit) เป็นส่วนประกอบตั้งต้นของเคลือบ ใช้อุณหภูมิในการเผา 1215 องศาเซลเซียส เวลาในการเผา 1 ชั่วโมง 20 นาที ยืนไฟ 2-5 นาที จากการทดลองพบว่า การเผาเร็วมีผลต่อเคลือบโดย ยิ่งเผาเร็วและปล่อยให้เคลือบเย็นตัวลงแบบรวดเร็วเคลือบที่ได้จะใสมาก และเมื่อยืนไฟให้นานมากขึ้นเคลือบจะกลายเป็นเคลือบด้านเพราะเกิดผลึกของฟริตที่ใช้ในเคลือบ

จากงานวิจัยนี้ สามารถนำเทคนิคการเผาเพื่อเกิดเคลือบใส และการเกิดผลึกในผิวเคลือบมาประยุกต์ใช้ในการเผาและการยืนไฟเพื่อทำให้เกิดโลหะคอปเปอร์ที่แขวนลอยอยู่ในเคลือบ

Schabbach และคณะ [35] ศึกษาผลของการกระจายขนาดอนุภาคต่อการเกิดสี โดยใช้เครื่อง spectrophotometer การทดลองทำได้โดยนำเคลือบสำเร็จมาทำการเติมตัวเติมคือ zircon ซึ่งมีความแตกต่างกันคือ $ZrSiO_4$ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวทึบแสง และ zircon praseodynium ($(Zr, Pr) SiO_4$) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารให้สีเหลือง มาทำการบดเพื่อกระจายขนาดอนุภาค โดยเลือก 3 ช่วงเวลาการบด นำมาทดสอบพฤติกรรมการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง spectrophotometer ผลที่ได้พบว่า ขนาดของอนุภาคที่เปลี่ยนแปลงไปส่งผลต่อการเกิดสี และการสะท้อนของแสง โดยขนาดอนุภาคที่ลดลงค่าการเกิดสีจะเด่นชัดขึ้น

งานวิจัยนี้ทำให้ทราบว่าขนาดของอนุภาค มีผลต่อการสะท้อนของแสงและการเกิดสี