

บทที่ 4

ผลการทดลอง

ผลที่ได้จากแผนการดำเนินงานและวิธีการทดลองในบทที่ 3 นำมาประเมินและวิเคราะห์ผล ดังนี้

1. สังเกตด้วยตาเปล่า (eye appearance)
2. วัดค่า L , a^* , b^* ด้วยเครื่องวัดสี (color meter)
3. วัดค่าการสะท้อนของแสงด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer
4. ศึกษาเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) และ electron spin resonance spectrometer (ESR)
5. ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

4.1 ผลจากการเตรียมชิ้นทดสอบและขึ้นงานจากน้ำดินหล่อสำเร็จ

เมื่อนำน้ำดินหล่อมารูปร่างเป็นชิ้นทดสอบ พบว่าได้ชิ้นทดสอบที่ไม่เกิดการเสียหาย และได้น้ำดินหล่อที่สามารถขึ้นรูปได้ดี (formability) ตากไว้จนแห้งพอสมควร จากนั้นนำชิ้นงานที่ขึ้นรูปมาอบแห้งที่อุณหภูมิ 60-70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5-6 ชั่วโมงโดยให้ค่าความชื้นของผลิตภัณฑ์หลังการอบแห้งมีค่าความชื้นอยู่ระหว่าง 3-5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าผลิตภัณฑ์ไม่เกิดความเสียหาย สามารถนำไปทดลองชุบเคลือบได้ตามต้องการ

4.2 ผลการทดลองสูตรเคลือบเบื้องต้น

จากการทดลองสูตรเคลือบ เพื่อเปรียบเทียบกับเคลือบประเภทโลหะที่ใช้ในทางการค้า โดยใช้เคลือบสำเร็จรูปจากห้างหุ้นส่วนจำกัดแหลมทองเซรามิกเป็นสารตั้งต้น ทำการเติมคอปเปอร์ (II)ออกไซด์ และ คอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ในปริมาณ 1, 5, 10, 15, 20, 25, 30 และ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก วัดค่าความถ่วงจำเพาะของน้ำเคลือบประมาณ 1.50-1.55 ชุบแบบควบคุมความหนาบางของเคลือบโดยใช้เวลาชุบ 3 วินาที เปรียบเทียบกับ 4, 5, 6, 7, 8, 9 ไปจนถึง 10 วินาที ในการทดลองใช้ชิ้นทดสอบ 3 ชิ้น ต่อ 1 สูตร นำชิ้นทดสอบดังกล่าวไปทดลองเผาในบรรยากาศแบบออกซิเดชัน และรีดักชัน เพื่อยืนยันถึงบรรยากาศการเผาและปริมาณที่เหมาะสมในการเกิดโลหะคอปเปอร์

ผลการทดสอบเคลือบ กรณีเดิมสารคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ในงานวิจัยขอกกล่าวเฉพาะชั้นทดสอบที่เผาในบรรยากาศรีดักชันเท่านั้น เนื่องจากการเผาในบรรยากาศออกซิเดชันพบว่าไม่เกิดผลึกของโลหะ โดยที่เวลาการชุบ 3-5 วินาทีได้สีแดงอ่อนกว่าที่ใช้เวลาการชุบ 6-9 วินาที พบสีแดงที่เข้มขึ้นหากชุบเคลือบหนา และเริ่มเกิดการไหลตัวหากใช้เวลาชุบเกิน 8 วินาที เนื่องจากสารที่เติมทั้งสองชนิดอยู่ในกลุ่มต่างมีความสามารถเป็นตัวช่วยหลอม ดังนั้นในการทดลองต่อไปจะทำการชุบที่เวลา 7 วินาที เนื่องจากให้สีแดงที่เด่นชัดและไม่พบการไหลตัวของเคลือบ

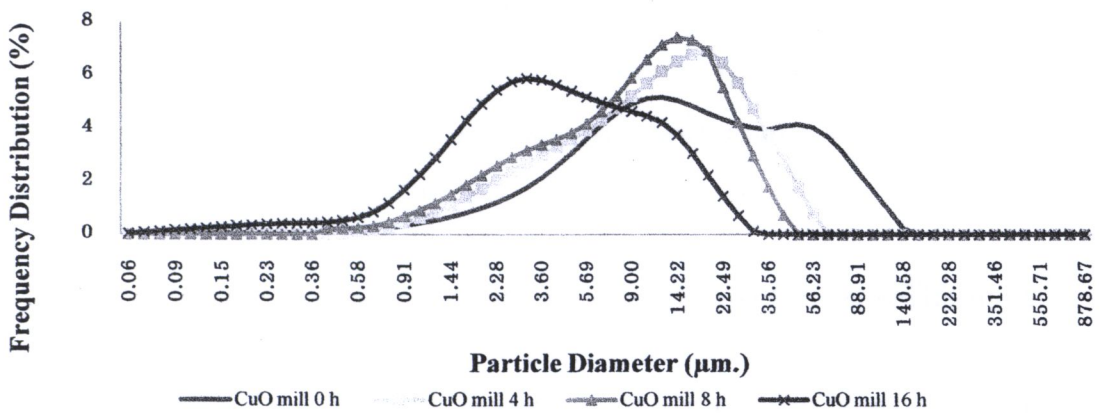
ที่ปริมาณของตัวเติม 1 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดสีแดงอ่อนไม่พบผลึกโลหะคอปเปอร์ตามทฤษฎี [10] ในปริมาณ 10 และ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบสีแดงเข้ม และผลึกของโลหะคอปเปอร์บางบริเวณ ปริมาณ 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีลักษณะดำด้าน เกิดผลึกโลหะคอปเปอร์เล็กน้อย ในปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไม่พบผลึกโลหะคอปเปอร์ พบเพียงลักษณะดำด้าน เกิดการไหลตัวอย่าง เนื่องจากใช้ในปริมาณที่มาก



รูป 4.1 การทดสอบเคลือบเบื้องต้นที่ปริมาณต่างๆ (a) คือการเผาในบรรยากาศออกซิเดชัน (b) คือการเผาในบรรยากาศรีดักชัน

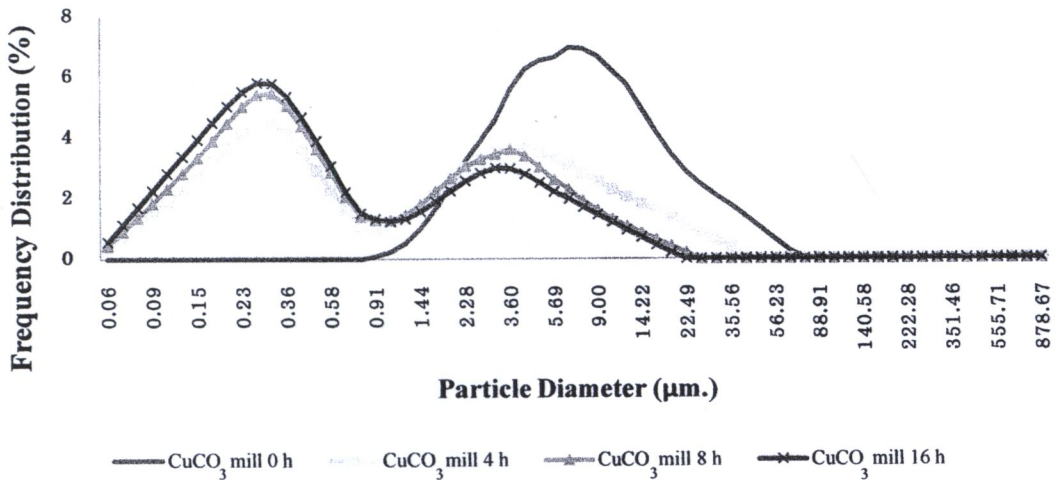
4.3 ผลของการศึกษาขนาดอนุภาค

การศึกษาผลของขนาดอนุภาคของสารคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต เพื่อหาช่วงขนาดอนุภาคที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดผลึกโลหะคอปเปอร์ และทำให้เคลือบหลอมตัวได้อย่างสมบูรณ์เมื่อถึงอุณหภูมิสูงสุดในการเผา การทดลองเพื่อหาขนาดอนุภาคของสารเติมแต่งคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ใช้ปริมาณ 3 กิโลกรัม เวลาในการบด 4, 8 และ 16 ชั่วโมง จากนั้นทำการวัดการกระจายขนาดของอนุภาค ดังแสดงในรูป 4.2



รูป 4.2 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านบด และผ่านการบดในหม้อบดนาน 4, 8 และ 16 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาคเฉลี่ย $D[4, 3]$ ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบดมีการกระจายขนาดอนุภาคค่อนข้างกว้าง อาจเกิดจากการที่ขนาดอนุภาคเกาะกลุ่มกันจึงมีขนาดที่ค่อนข้างโต การกระจายตัวเป็นแบบ Bimodal มีค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคอยู่ที่ 24.72 ไมโครเมตร เมื่อผ่านการบดนาน 4, 8, 16 ชั่วโมง ขนาดอนุภาคมีแนวโน้มที่เล็กลงตามระยะเวลาในการบด โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบด 4, 8 และ 16 ชั่วโมง คือ 13.88, 10.84 และ 5.46 ไมโครเมตร ตามลำดับ



รูป 4.3 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคอปเปอร์คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบด ในหม้อบดนาน 4, 8 และ 16 ชั่วโมง

รูป 4.3 แสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด จากการทดลองพบว่า การกระจายตัวของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบดเป็นแบบ Monomodal โดยค่าเฉลี่ยเท่ากับ 9.89 ไมโครเมตร เมื่อผ่านการบดมีการกระจายขนาดอนุภาคมีลักษณะแบบ Bimodal ทั้งหมด โดยขนาดของอนุภาคลดลงเล็กน้อย ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคของคอปเปอร์คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 4, 8, 16 ชั่วโมง พบว่ามีค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคเท่ากับ 3.60, 2.06 และ 1.73 ไมโครเมตร ตามลำดับ และพบว่าขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตมีขนาดเล็กกว่าคอปเปอร์(II)ออกไซด์ เนื่องจากวิธีการถลุง และการเผาแร่ในกระบวนการผลิต

นำเกลือโบสสำเร็จรูป เติมน้ำคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่ช่วงเวลาต่างๆ ในปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อนำไปผสม ขุบเคลือบโดยวิธีการจุ่ม และนำขึ้นทดสอบไปผ่านเผาที่ 1230 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศแบบรีดิกชัน ทำการสังเกตสี การหลอมตัว และลักษณะที่ปรากฏ แสดงในตาราง 4.1

4.4 การทดสอบสี และการวัดค่าการสะท้อนของแสง

ตาราง 4.1 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบด ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
0h CuO 10		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่พบการไหลตัว ให้สีแดงส้มคล้ายสนิมและมีจุดสีดำแทรกอยู่	L*+33.02 a*+2.46 b*+3.95
0h CuO 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงและมีจุดสีดำแทรกอยู่มากขึ้น	L*+30.67 a*+2.29 b*+6.09
0h CuO 20		ผิวเคลือบด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีแดงแทรกอยู่	L*+30.97 a*+0.40 b*-1.03
0h CuO 25		ผิวเคลือบด้าน ไม่พบการไหลตัว ให้สีดำ และมีบริเวณสีแดงส้มอยู่บางส่วน	L*+38.09 a*+0.23 b*+0.06
0h CuO 30		ผิวเคลือบด้าน ไม่พบการไหลตัว ให้สีดำ	L*+38.02 a*+0.22 b*+0.12

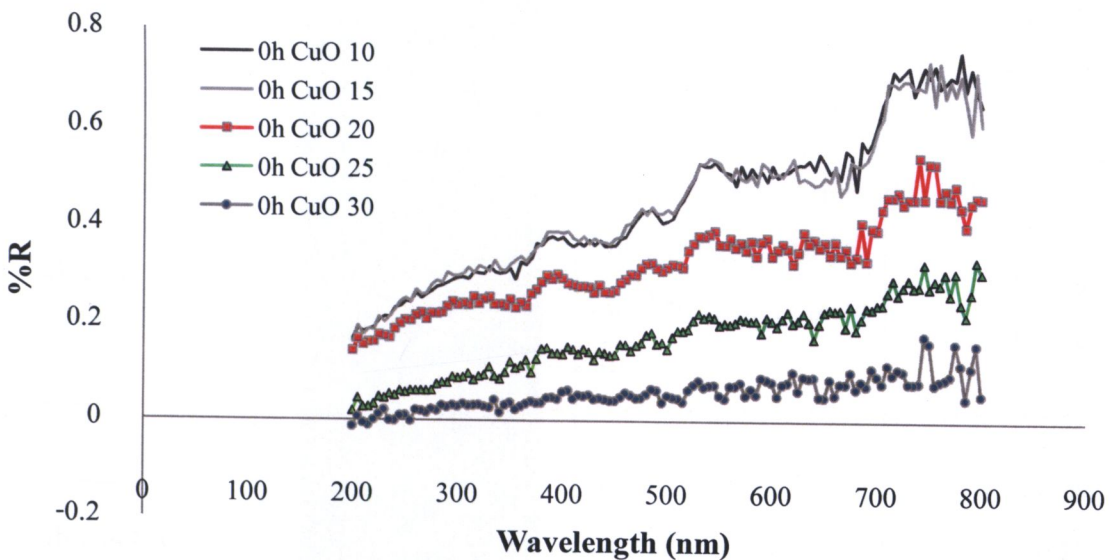
หมายเหตุ

L* คือ ค่าความสว่าง ค่าบวกแสดงว่าความสว่างมาก ลบแสดงว่ามีดหรือทึบ

a* เป็นบวก สีอยู่ในเขตสีแดง เป็นลบ อยู่ในเขตสีเขียว

b* เป็นบวก สีอยู่ในเขตสีเหลือง เป็นลบ อยู่ในเขตสีน้ำเงิน

ผลของสีที่ปรากฏจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบด พบว่าเคลือบส่วนใหญ่มีลักษณะกึ่งมันกึ่งด้าน และปรากฏลักษณะสีในเฉดสีแดงเนื่องจากค่า a^* ที่ได้มีค่าเป็นบวก ที่เพิ่มขึ้นของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบดพบการเกิดสีแดงลดลง ยังพบอีกว่าในปริมาณที่เพิ่มขึ้นค่า L^* ที่ได้เพิ่มขึ้น เกิดลักษณะสีดำขึ้นบริเวณผิวเคลือบ ทำให้เคลือบมีลักษณะผิวด้าน จากการสังเกตพบการเกิดผลึกของโลหะบนผิวเคลือบ

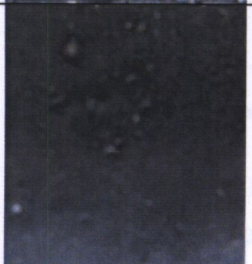
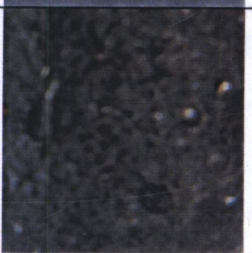


รูป 4.4 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบด ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

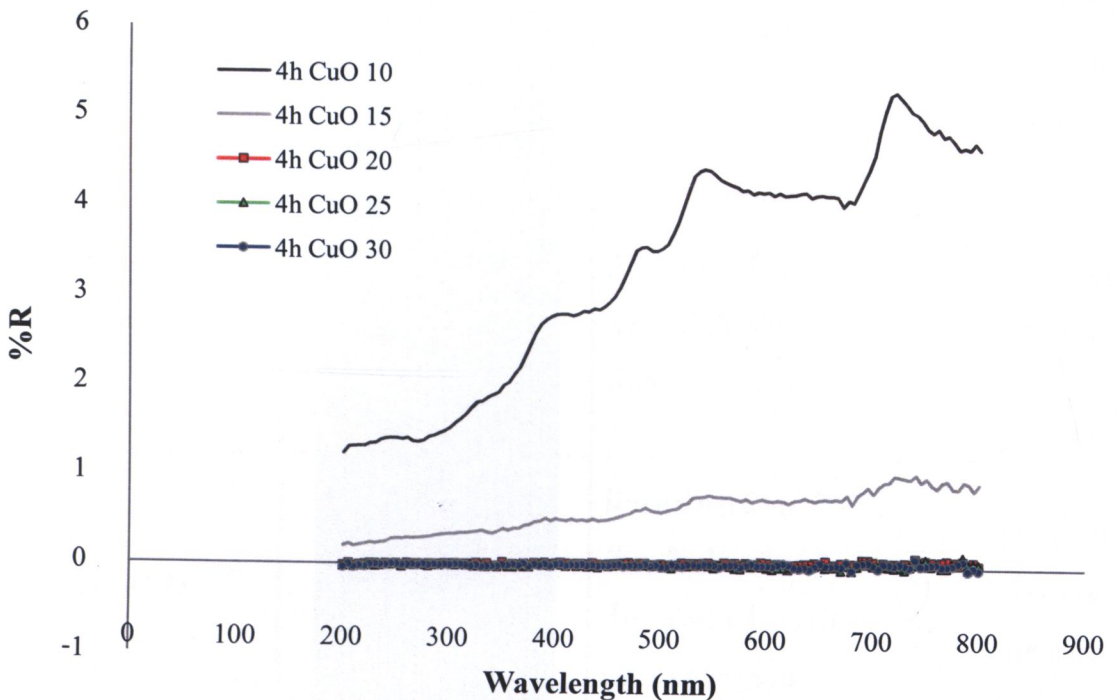
เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสง (%R) โดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer พบว่าคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบด เกิดการสะท้อนแสงในทุกช่วงความยาวคลื่น แต่สังเกตได้เด่นชัดในช่วงความยาวคลื่นสีแดง ระหว่าง 610-760 นาโนเมตร ค่าที่ได้ยังแสดงให้เห็นว่าคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบด ในปริมาณ 10 และ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนของแสงใกล้เคียงกัน คือ 0.7 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งถือว่าการสะท้อนที่ต่ำ แต่เนื่องจากค่า a^* มีค่าใกล้เคียงกันจึงทำให้ค่าการสะท้อนในเฉดสีแดงที่เกิดขึ้นใกล้เคียงกัน ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ส่งผลให้ค่าการสะท้อนของแสงลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ดังแสดงในรูป เนื่องจากเกิดสีดำบริเวณผิวของเคลือบทำให้เกิดการดูดกลืนแสง ส่งผลให้ค่าการสะท้อนของแสงลดลง



ตาราง 4.2 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
4h CuO 10		ผิวเคลือบมัน ไม่พบการไหลตัวของเคลือบ ให้สีแดงค่อนข้างเข้มชัด มีจุดสีดำแทรกอยู่ในบางจุด	L*+26.03 a*+11.79 b*+10.08
4h CuO 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ และมีสีแดงแทรกอยู่มากขึ้น	L*+25.49 a*+2.29 b*+0.34
4h CuO 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีแดงแทรกอยู่	L*+37.84 a*+0.79 b*-1.03
4h CuO 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+35.75 a*+0.42 b*-0.01
4h CuO 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+39.34 a*+0.58 b*+0.38

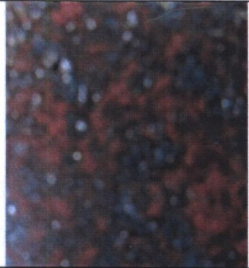
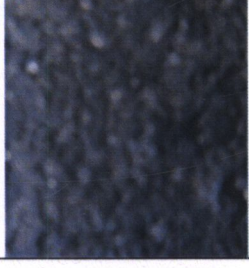
ผลของสีที่ปรากฏจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า ของคอปเปอร์ออกไซด์(II)ไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ผลทดสอบที่ได้คล้ายตาราง 4.1 คือมีเฉดสีแดง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง เห็นการปรากฏสีที่เด่นชัด ค่า a^* สูงถึง +11.79 ในขณะที่ปริมาณ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักพบค่า a^* เพียง +2.29 คาดว่าเนื่องจากปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเกิดปฏิกิริยาเคมีได้อย่างสมบูรณ์ กลายเป็นคิวปรัสออกไซด์ (Cu_2O) ซึ่งให้สีแดง ที่ปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบจุดพลิกโลหะสีเทาชัดเจน โดยกระจายตัวอยู่ในบางบริเวณบนผิวเคลือบ แต่เนื่องจากผิวเคลือบเกิดสีดำ จึงส่งผลให้ค่า a^* ลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าเคลือบที่เพิ่มสารคอปเปอร์(II)ออกไซด์มีลักษณะผิวด้าน เพราะปฏิกิริยาเคมีเกิดอย่างไม่สมบูรณ์ เนื่องจากเคลือบไม่สุกตัว



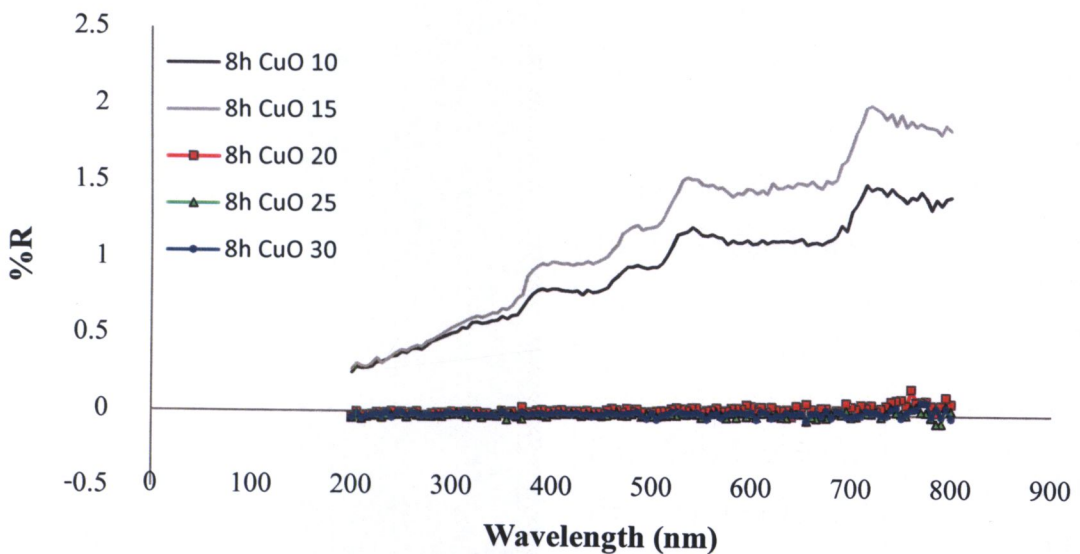
รูป 4.5 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ค่าที่ได้คล้าย รูป 4.4 แต่ที่เปอร์เซ็นต์การสะท้อนจะพบว่ามีค่าการสะท้อนแสงที่สูง และสะท้อนแสงในทุกช่วงความยาวคลื่น แต่จะชัดเจนในช่วงความยาวคลื่นสีแดง 610-760 นาโนเมตร เมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์สูงขึ้น ผลของกราฟค่าการสะท้อนของแสงจะลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์

ตาราง 4.3 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชั้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
8h CuO 10		ผิวเคลือบมัน ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงและมีจุดสีดำแทรกอยู่	$L^*+24.42$ $a^*+5.13$ $b^*+5.31$
8h CuO 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ และมีสีแดงแทรกอยู่มากขึ้น	$L^*+24.80$ $a^*+0.20$ $b^*+0.40$
8h CuO 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีแดงแทรกอยู่	$L^*+37.84$ $a^*+0.20$ $b^*-1.23$
8h CuO 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	$L^*+35.75$ $a^*+0.58$ $b^*-0.69$
8h CuO 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	$L^*+39.34$ $a^*+0.51$ $b^*-0.29$

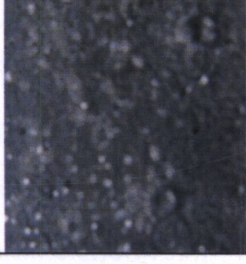
ผลการเปรียบเทียบสีของของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมงจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าข้อมูลคล้ายตาราง 4.1 และ 4.2 คือ มีเฉดสีแดง ที่ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ยังคงให้ค่า a^* ที่สูงที่สุดคือ +5.13 โดยปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบผลึกโลหะสีเทากระจายตัวอยู่ในบางบริเวณบนผิวเคลือบ



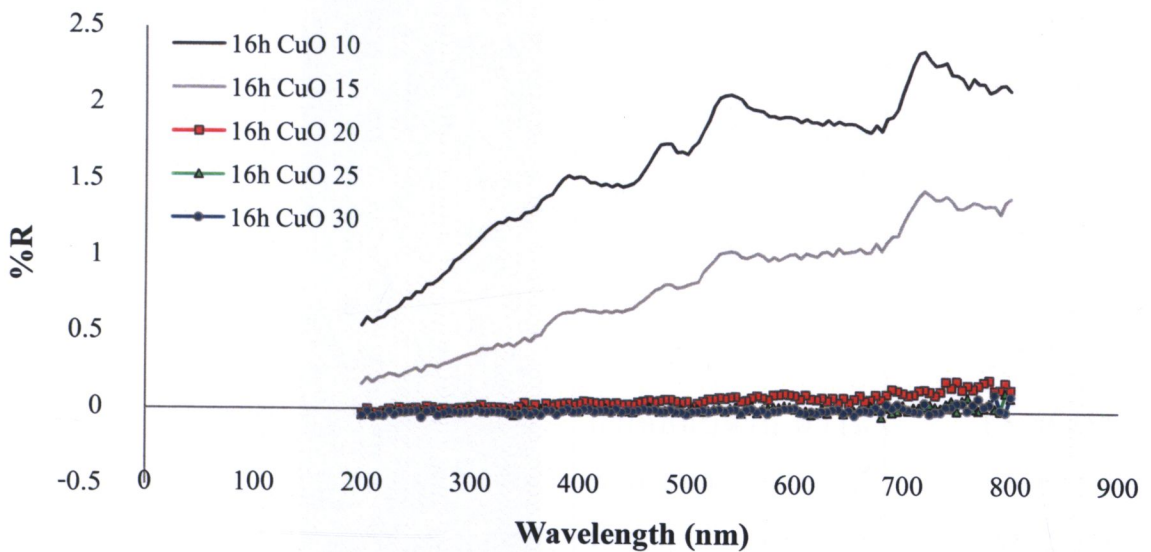
รูป 4.6 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ค่าที่ได้คล้าย รูป 4.4 และ 4.5 คือ มีการสะท้อนแสงที่เด่นชัดในช่วงความยาวคลื่นสีแดง ผลที่ได้พบว่า คอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนของแสงมากที่สุด ปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าการสะท้อนของแสงลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ คาดว่าเนื่องจากบริเวณผิวของเคลือบที่เป็นสีดำทำให้เกิดการดูดกลืนแสง ส่งผลให้ค่าการสะท้อนของแสงลดลง

ตาราง 4.4 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
16h CuO 10		ผิวเคลือบมัน มีการไหลตัวเล็กน้อย ให้สีแดงและมีจุดสีดำแทรกอยู่มาก	L*+25.94 a*+5.37 b*+5.14
16h CuO 15		ผิวเคลือบผิวมัน มีการไหลตัวเล็กน้อย ให้สีดำและมีสีแดงแทรกอยู่บางส่วน	L*+27.28 a*+0.64 b*-0.24
16h CuO 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบมีการไหลตัว ให้สีดำมีสีเทาของโลหะแทรกตัวอยู่บางส่วน	L*+37.07 a*+0.42 b*-1.41
16h CuO 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+38.86 a*+0.42 b*-1.41
16h CuO 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+37.96 a*+0.63 b*-0.38

ผลการเปรียบเทียบสีของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมงจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า ยังคงพบว่าข้อมูลคล้ายตาราง 4.1- 4.3 คือ ปรากฏลักษณะสีในเฉดสีแดง ค่า a^* ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ยังคงให้ค่า a^* ที่มากที่สุดในช่วงข้อมูลการบด ค่า a^* ที่พบคือ +5.37 ปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบผลึกโลหะสีเทากระจายตัวในบางบริเวณบนผิวเคลือบ เมื่อปริมาณคอปเปอร์(II)ออกไซด์เพิ่มขึ้นค่า a^* ที่ได้ลดลง



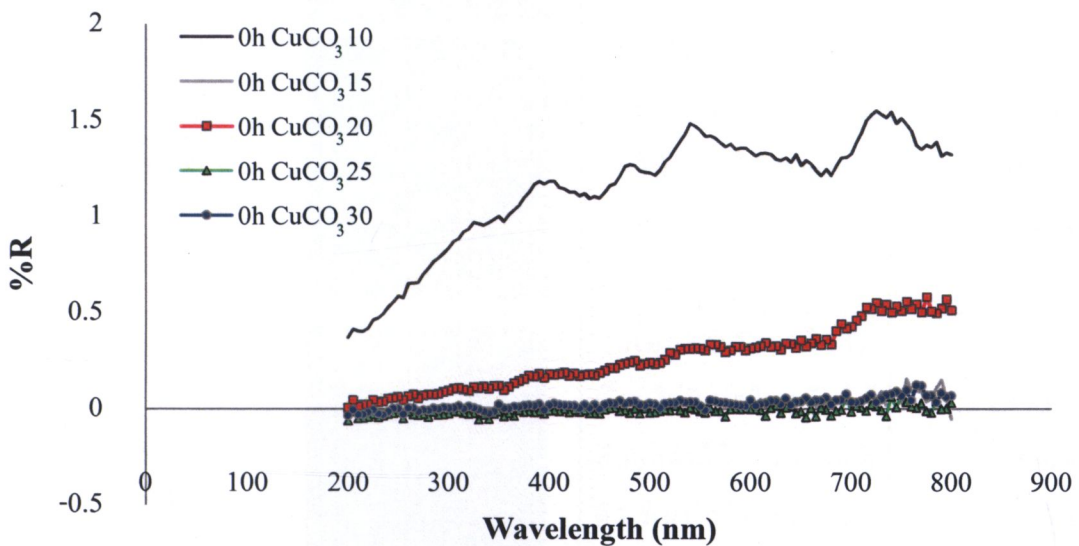
รูป 4.7 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ค่าที่ได้คล้าย รูป 4.4- 4.6 คือ การสะท้อนแสงยังคงพบในช่วงความยาวคลื่นสีแดง แต่ในช่วงข้อมูลนี้จะพบการสะท้อนแสงในช่วงความยาวคลื่นสีเขียวคือ ช่วง 500-570 นาโนเมตร เพราะอนุภาคนาโนเล็กของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับในช่วงเย็นตัวลงภายหลังการเผาได้ง่าย ค่าที่ได้ยังแสดงให้เห็นว่า คอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนของแสงมากที่สุด ค่าการสะท้อนลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์

ตาราง 4.5 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการมองด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
0h CuCO ₃ 10		ผิวเคลือบมัน ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงและมีจุดสีดำ เทา ขนาดใหญ่ แทรกอยู่	L*+27.46 a*+9.33 b*+8.37
0h CuCO ₃ 15		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบไม่มีการไหลตัว ให้สีดำและมีสีเทาแทรกกระจายอยู่	L*+34.36 a*+0.29 b*-1.47
0h CuCO ₃ 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีเทาแทรกอยู่	L*+31.42 a*+0.17 b*+0.13
0h CuCO ₃ 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีสีเทาแทรกอยู่	L*+36.32 a*+0.56 b*-0.55
0h CuCO ₃ 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวค่อนข้างเรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีสีเทาแทรกอยู่	L*+37.11 a*+0.34 b*-0.86

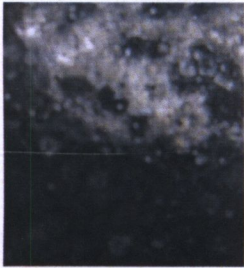
ผลการเปรียบเทียบสีของของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด จากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า พบข้อมูลที่คล้ายตาราง 4.1- 4.4 คือ ค่า a^* ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด ปริมาณ 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก พบค่า a^* เท่ากับ +9.33 จากรูปในตารางจะพบว่าเกิดมีจุดสีดำ เทา ขนาดใหญ่แทรกอยู่ คาดว่าเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาได้รวดเร็วมาก จึงเกิดเป็นผลึกขึ้น โดยขนาดอนุภาคของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบดมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบด 4 ชั่วโมง คือช่วง 9.89 และ 13.88 ไมโครเมตร ตามลำดับ ปริมาณคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่สูงขึ้นยังคงส่งผลให้ค่า a^* ลดลง และเกิดสีดำด้านบริเวณพื้นผิว



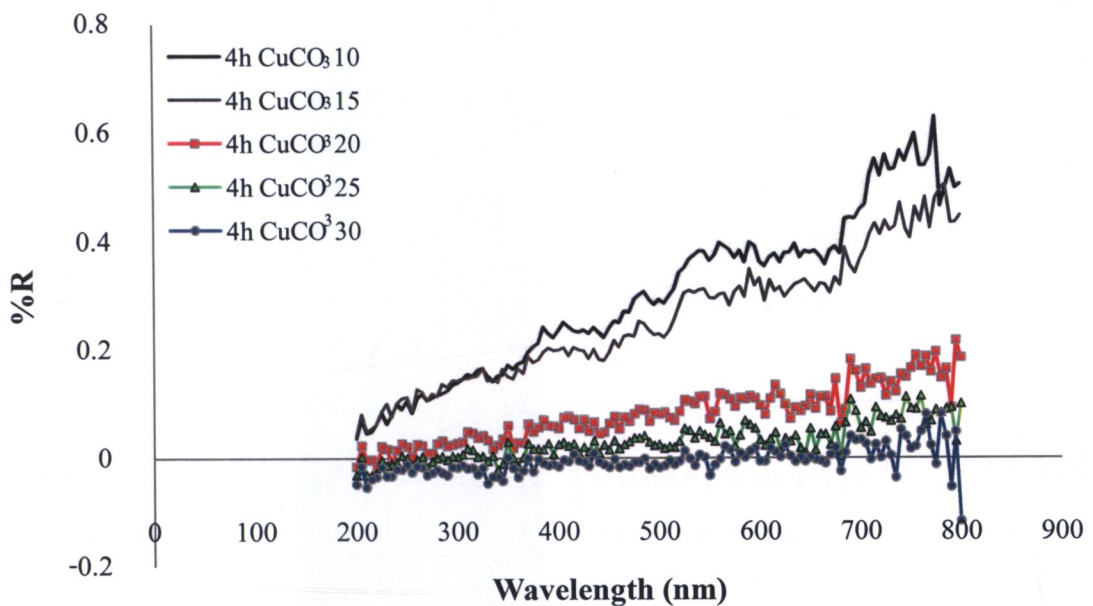
รูป 4.8 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer ค่าที่ได้คล้าย รูป 4.7 คือ การสะท้อนแสงยังคงพบในช่วงความยาวคลื่นสีแดง และสะท้อนแสงในช่วงความยาวคลื่นสีเขียว พบว่าคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด ในปริมาณ 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อน 1.6 เปอร์เซนต์ มากสุดในชุดข้อมูล แต่มีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับค่า a^* ที่วัดได้ ทั้งนี้เพราะชั้นทดสอบ 0h CuCO_3 10 เกิดจุดสีดำขนาดใหญ่และแทรกตัวอยู่บนผิวเคลือบปริมาณมาก ทำให้ค่าการสะท้อนลดลง โดยเมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้น พบว่าค่าการสะท้อนแสงจะลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ดังแสดงในรูป เนื่องจากเกิดสีดำบริเวณผิวของเคลือบทำให้เกิดการดูดกลืนแสง ส่งผลให้ค่าการสะท้อนของแสงลดลง

ตาราง 4.6 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
4h CuCO ₃ 10		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงอมดำจุดสีเทาดำแทรกอยู่	L*+28.99 a*+2.30 b*+1.55
4h CuCO ₃ 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีสีเทาแทรกอยู่มากขึ้น และมีสีแดงบางส่วน	L*+34.53 a*+0.55 b*-0.32
4h CuCO ₃ 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีเทาแทรกอยู่ดำ มีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+34.95 a*+0.66 b*-0.66
4h CuCO ₃ 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+37.01 a*+0.46 b*-0.76
4h CuCO ₃ 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีผลึกโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+38.71 a*+0.47 b*+0.06

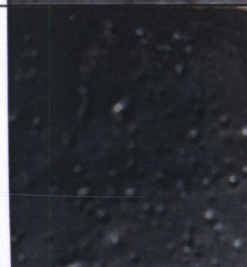
ผลการเปรียบเทียบสีของของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด จากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่า เคลือบมีลักษณะผิวไม่เรียบ ให้สีแดงอมดำจุดสีเทาดำแทรกอยู่ ค่า a^* มีค่าเป็น บวกโดยค่า a^* ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบด 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่า a^* เท่ากับ +2.30 เมื่อปริมาณคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้นค่า a^* ที่ได้ลดลง เกิดสีดำบริเวณพื้นผิว



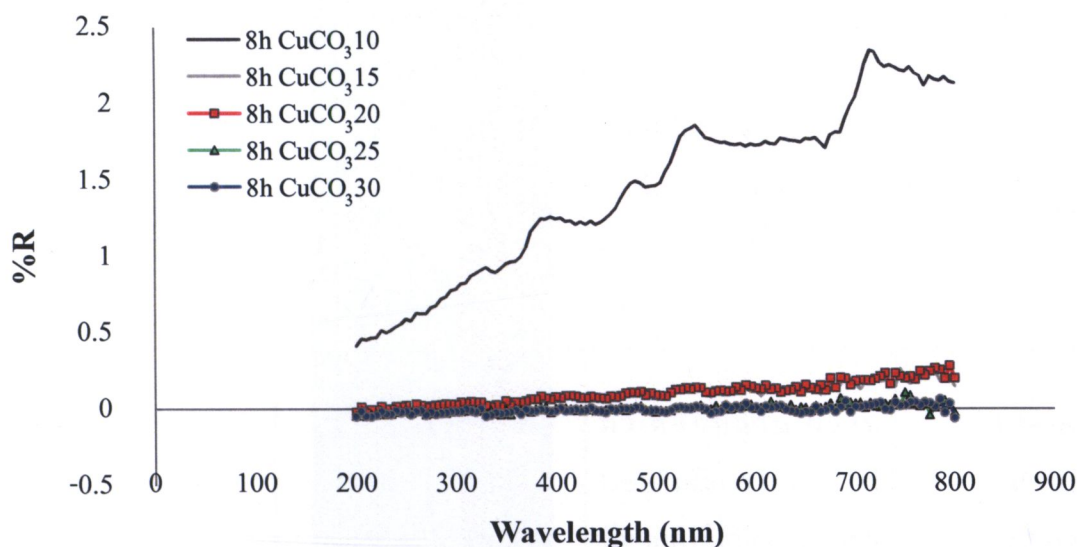
รูป 4.9 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสง (%R) โดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer พบการสะท้อนแสงพบในช่วงความยาวคลื่นสีแดง พบว่าคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนสูงสุด เมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้น พบว่าค่าการสะท้อนแสงจะลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ดังแสดงในรูป

ตาราง 4.7 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างขึ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการสังเกตด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
8h CuCO ₃ 10		ผิวเคลือบมัน ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงและมีจุดสีดำแทรกอยู่	L*+24.36 a*+3.41 b*+3.44
8h CuCO ₃ 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ และมีสีแดงแทรกอยู่มากขึ้น	L*+35.53 a*+0.44 b*-0.80
8h CuCO ₃ 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีแดงแทรกอยู่	L*+36.99 a*+0.69 b*-0.81
8h CuCO ₃ 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีฟลักโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+38.04 a*+0.63 b*-1.10
8h CuCO ₃ 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีฟลักโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+39.35 a*+0.56 b*-0.30

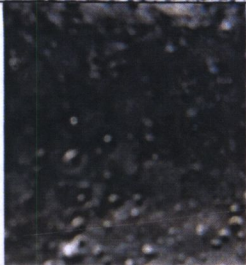
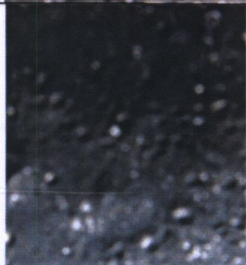
ผลการเปรียบเทียบของสีของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ที่ปรากฏจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่าเคลือบโดยส่วนใหญ่แม้จะปรากฏลักษณะเฉดสีในเฉดของสีแดงแต่พบในปริมาณที่น้อย เคลือบมีลักษณะผิวด้าน ให้สีแดงอมดำจุดสีเทาดำแทรกอยู่ ค่า a^* มีค่าเป็น บวก ให้เฉดสีแดงหลังการ ค่า a^* ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบด 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ให้ค่า a^* เท่ากับ +3.41 และ เมื่อปริมาณคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้นค่า a^* ที่ได้ลดลง และเกิดสีดำบริเวณพื้นผิว



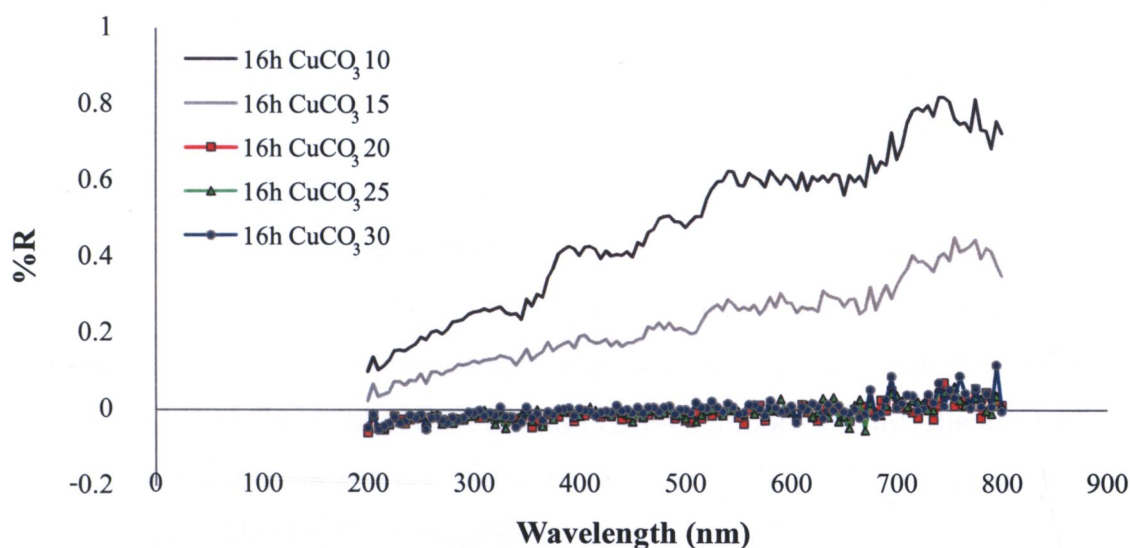
รูป 4.10 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก

เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer การสะท้อนแสงพบในช่วงความยาวคลื่นสีแดง พบว่าคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 8 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนสูงสุด เมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้น พบว่าค่าการสะท้อนแสงจะลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ดังแสดงในรูป

ตาราง 4.8 ผลการทดสอบสี และลักษณะของเคลือบที่ผ่านการเติมคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สูตร	ตัวอย่างชิ้นทดสอบ	ลักษณะผิวเคลือบจากการมองด้วยตาเปล่า	ผลจากการวัดด้วยเครื่อง (color meter)
16h CuCO ₃ 10		ผิวเคลือบมัน ไม่มีการไหลตัว ให้สีแดงและมีจุดสีดำแทรกอยู่	L*+30.86 a*+2.25 b*+1.56
16h CuCO ₃ 15		ผิวเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ และมีสีแดงแทรกอยู่มากขึ้น	L*+35.57 a*+0.76 b*-0.38
16h CuCO ₃ 20		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีออกดำมีสีแดงแทรกอยู่	L*+36.86 a*+0.55 b*-0.82
16h CuCO ₃ 25		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีดำ มีฟลักโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+39.97 a*+0.61 b*+0.32
16h CuCO ₃ 30		ผิวเคลือบด้าน ผิวไม่เรียบ ไม่มีการไหลตัว ให้สีเทามีฟลักโลหะสีเทาแทรกอยู่บางส่วน	L*+40.38 a*+0.48 b*-0.01

ผลการเปรียบเทียบของสีของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ที่ปรากฏจากเครื่องวัดสีและการสังเกตด้วยตาเปล่า พบว่าเคลือบโดยส่วนใหญ่แม้จะปรากฏลักษณะเฉดสีในเฉดของสีแดงแต่พบสีดำด้านแทรกอยู่บนผิวมาก ส่งผลเคลือบมีลักษณะผิวด้าน ค่า a^* มีค่าเป็น บวก ให้เฉดสีแดงหลังการ บดค่า a^* ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบด 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่า a^* เท่ากับ +2.25 และ เมื่อปริมาณคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้นค่า a^* ที่ได้ลดลง เกิดสีดำบริเวณพื้นผิว และมีตำหนิฟองอากาศ จากการเผาคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ที่เกิดก๊าซขึ้นในช่วงระหว่างการเผา



รูป 4.11 ค่าการสะท้อนแสงโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer ของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10, 15, 20, 25 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

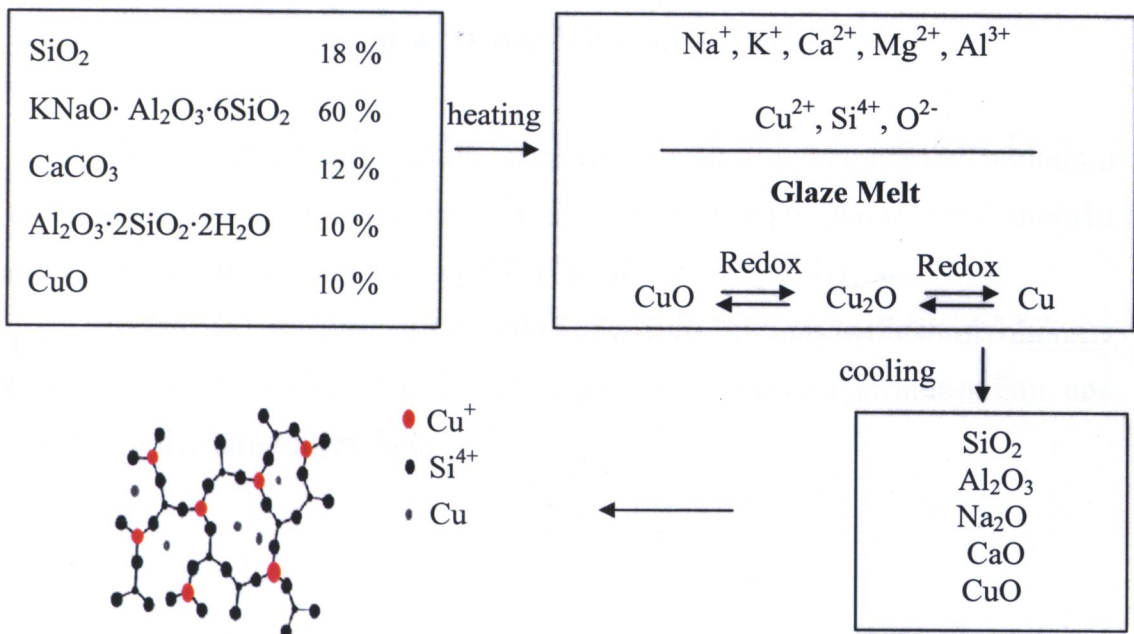
เมื่อนำไปวัดค่าการสะท้อนของแสงโดยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer การสะท้อนแสงพบในช่วงความยาวคลื่นสีแดง พบว่าคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ผ่านการบดนาน 16 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าการสะท้อนสูงสุด เมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตเพิ่มขึ้น พบว่าค่าการสะท้อนแสงจะลดลงจนเข้าใกล้ศูนย์ดังแสดงในรูป เนื่องจากเกิดสีดำบริเวณผิวของเคลือบทำให้เกิดการดูดกลืนแสง ส่งผลให้ค่าการสะท้อนของแสงลดลง

4.5 ประเมินผลการทดลองและการตรวจสอบ

การประเมินผลการทดลอง เพื่อติดตามถึงผลของปริมาณและขนาดอนุภาคของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และคอปเปอร์(II)คาร์บอเนต ต่อการเกิดสีและการสะท้อนแสงบนผิวเคลือบ โดยประเมินจากการสังเกตด้วยตาเปล่า ร่วมกับการตรวจสอบโดยเครื่องวัดสี และวัดค่าการสะท้อนแสงบนผิวเคลือบโดยใช้เครื่อง UV-Vis spectrophotometer พบว่า เครื่องวัดสีไม่สามารถตรวจจับสีเทาซึ่งเป็นสีของโลหะคอปเปอร์ได้เนื่องจากเครื่องมือที่ได้วัดได้จำกัด แต่สามารถยืนยันได้ถึงความสว่างของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้นและการปรากฏของสีแดง ทำให้เชื่อได้ว่าบรรยากาศภายในเตาเผาเป็นบรรยากาศแบบรีดักชันโดยสมบูรณ์

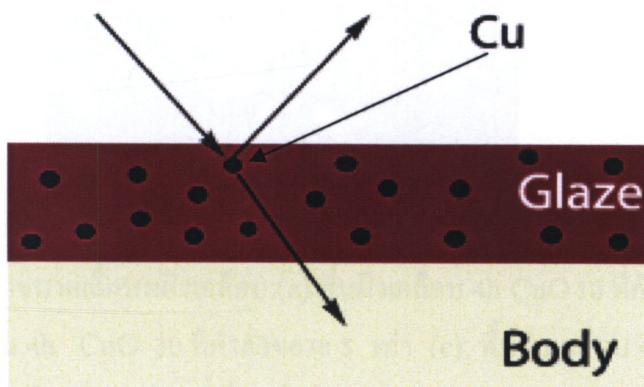
การวัดค่าการสะท้อนแสง พบการสะท้อนแสงเกิดขึ้นในทุกความยาวช่วงคลื่น ซึ่งคาดว่าเกิดเนื่องจากอนุภาคของโลหะที่กระจายตัวอยู่ในเคลือบเป็นตัวทำให้เกิดการสะท้อนแสงในทุกความยาวช่วงคลื่น ส่วนการสะท้อนแสงในช่วงความยาวคลื่นสีแดงระหว่าง 610-760 นาโนเมตร ที่เกิดขึ้นเด่นชัดเนื่องจากเคลือบอยู่ในรูปของคิวปรัสซิลิเกตซึ่งให้สีแดง

ปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ และ คอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ในทุกๆช่วงเวลาของการบดให้ค่าสีและเกิดการสะท้อนแสงที่ดี ส่วนในที่ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ให้ค่าความสว่างที่ดี โดยขนาดอนุภาคที่เหมาะสมที่เกิดการสะท้อนแสงได้ดีคาดว่าอยู่ในช่วง 9-13 ไมโครเมตร เนื่องจากคอปเปอร์(II)คาร์บอเนตที่ไม่ผ่านการบด และคอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบด 4 ชั่วโมง ให้ค่าการสะท้อนแสงที่สูง คาดว่าเป็นปริมาณและขนาดอนุภาคที่เหมาะสมทำให้เกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์



รูป 4.12 กลไกและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาของเคลือบ

จากรูป 4.12 วัตถุดิบเริ่มต้นที่เป็นสารประกอบเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง ประมาณ 1100 องศาเซลเซียส เฟลด์สปาร์หลอมเป็นชนิดแรก ช่วงที่เฟลด์สปาร์เริ่มหลอม ทำการปรับบรรยากาศเป็นรีดักชัน โดยใช้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นตัวรีดิวซ์ เพราะช่วงที่หลอมตัว เกิดปฏิกิริยาได้ง่าย ส่งผลให้ สารคอปเปอร์(II)ออกไซด์ ถูกรีดิวซ์อยู่ในรูปของคิวปริสออกไซด์ เมื่อรีดักชันอย่างต่อเนื่องกลายเป็นโลหะคอปเปอร์ ในช่วงสิ้นสุดกระบวนการเผา วัตถุดิบเริ่มต้นกลายสภาพเป็นน้ำแก้วหลอม ซึ่งเป็นสถานะของเหลว จึงทำให้มีสภาพเป็นสารละลาย ธาตุต่างๆที่หลอมกลายสภาพเป็นไอออน ทำการยื่นไฟเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ช่วงการเย็นตัวลงไอออนของธาตุต่างๆ เริ่มจับตัวเป็นโครงสร้างของแก้ว คอปเปอร์ไอออน มีโอกาสไปจับตัวกับซิลิกอนไอออนเกิดเป็นคอปเปอร์ซิลิเกต ส่วนโลหะคอปเปอร์เนื่องจากไม่มีประจุ จึงตกผลึกแขวนลอยในชั้นเคลือบ ซึ่งโลหะที่เกิดขึ้นคาดว่าจะเป็นตัวทำให้เกิดการสะท้อนในทุกช่วงความยาวคลื่น ดังแสดงในรูป 4.13

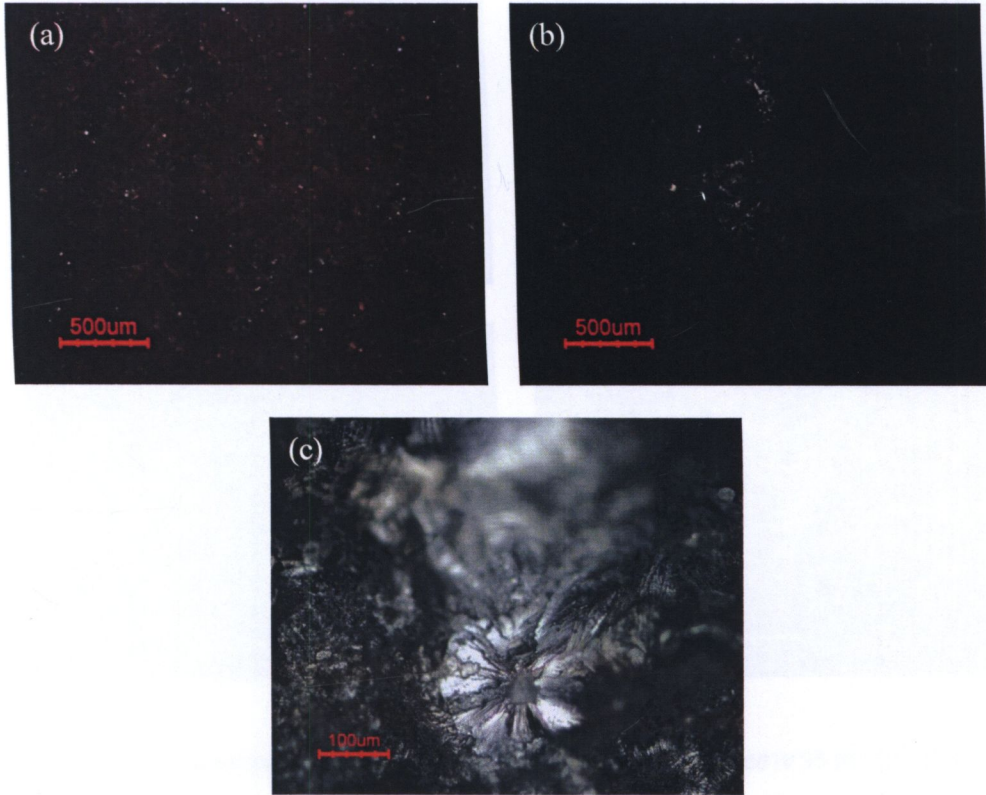


รูป 4.13 การสะท้อนแสงบนผิวเคลือบ

เมื่อแสงเดินทางเข้าสู่ชั้นผิวเคลือบ บางส่วนเกิดการเลี้ยวเบนและดูดกลืนไปในชั้นเคลือบ บางส่วนไปชนอนุภาคขนาดเล็กของโลหะคอปเปอร์ที่กระจายตัวอยู่ ทำให้เกิดการสะท้อนกลับในมุมที่แตกต่างกัน จากนั้นแสงจึงเดินทางมาสู่ตาเรา ทำให้เรามองเห็นเป็นประกาย

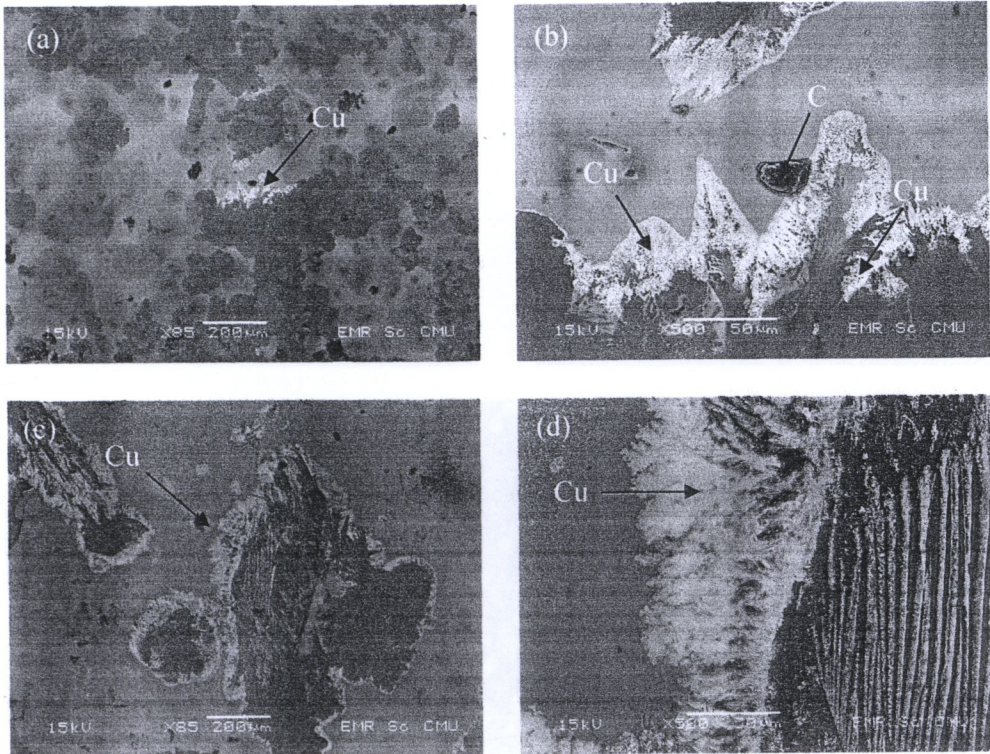
ในหัวข้อต่อไปจะทำการทดสอบเพื่อยืนยันถึงการเกิดโลหะทองแดงที่ส่งผลทำให้เกิดการสะท้อนของแสงบนผิวเคลือบ ได้ทำการทดสอบ วิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของเคลือบ และวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟสที่เกิดขึ้น

4.6 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคของเคลือบ



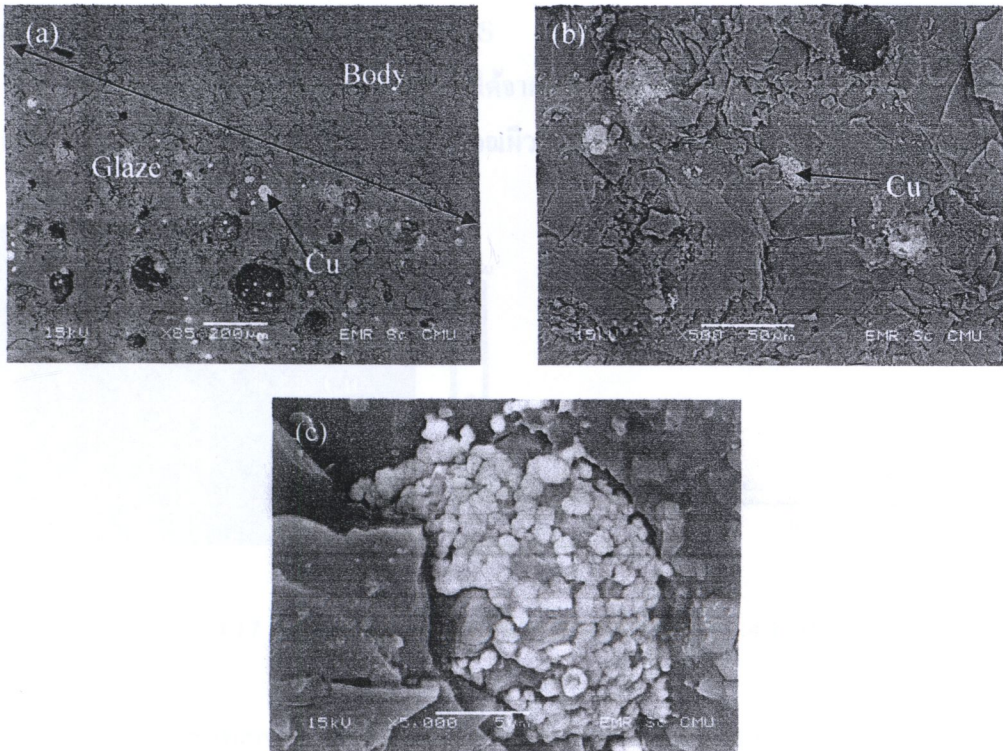
รูป 4.14 การเกิดผลึกสีเทาขนาดเล็กบนผิวเคลือบ (a) พื้นผิวเคลือบ 4h CuO 10 ที่กำลังขยาย 5 เท่า (b) พื้นผิวเคลือบ 4h CuO 30 ที่กำลังขยาย 5 เท่า (c) พื้นผิวเคลือบ 4h CuO 30 ที่กำลังขยาย 20 เท่า ในบริเวณส่วนที่เป็นผลึกสีเทา

จากรูป 4.14 เมื่อทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์ (optical microscopy) เพื่อแสดงให้เห็นว่าตัวโลหะเป็นตัวทำให้เกิดประกาย พบการเกิดจุดสีเทาขนาดเล็กซึ่งคาดว่าเป็นผลึกของโลหะ ซึ่งกระจายตัวอยู่บนผิวเคลือบในบางบริเวณดังแสดงรูป แต่เมื่อเพิ่มขยายในรูป (C) พบการสะท้อนเป็นประกายของโลหะในบริเวณที่เป็นสีเทา แต่เนื่องจากเมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์เพิ่มขึ้นพบว่า ผลึกโลหะเหล่านั้นถูกบดบังโดยผงสีดำ คาดว่าเป็นคอปเปอร์(II)ออกไซด์ ที่กลายสภาพไม่สมบูรณ์บริเวณผิวเคลือบ หรือเกิดเนื่องจากปฏิกิริยาย้อนกลับของโลหะทองแดงภายหลังการเย็นตัวลง ได้รับออกซิเจนกลายเป็นคอปเปอร์(II)ออกไซด์ดั้งเดิม เมื่อนำไปทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลวิเคราะห์ดังแสดงในรูป 4.15



รูป 4.15 SEM แสดงการเกิดผลึกบนผิวเคลือบ (a) 4h CuO 10 ที่กำลังขยาย 85 เท่า (b) 4h CuO 10 กำลังขยาย 500 เท่า บริเวณที่เกิดเป็นผลึกของคอปเปอร์ (c) 4h CuO 15 ที่กำลังขยาย 85 เท่า (d) คือ 4h CuO 15 กำลังขยาย 500 เท่า

จากรูป 4.15 ผลจากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้ขั้นตอนสอบ คอปเปอร์(II)ออกไซด์ที่ผ่านการบด 4 ชั่วโมง ในปริมาณ 10 และ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำการตรวจสอบไปยังบริเวณผลึกสีเทาเงินที่เกิดบริเวณผิวเคลือบ ที่กำลังขยาย 85 เท่า และ 500 เท่า พบว่าคือผลึกคอปเปอร์ จากการยืนยันโดย EDS จากการตรวจสอบยังพบคาร์บอนกระจายตัวอยู่บนผิวเคลือบในบางบริเวณ ซึ่งเกิดเนื่องจากเขม่าเนื่องจากเผาไหม้คอกัน เมื่อปริมาณของคอปเปอร์(II)ออกไซด์เพิ่มขึ้นการเกิดผลึกขนาดเล็กของโลหะคอปเปอร์ก็เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน โดย ผลึกของโลหะคอปเปอร์ที่พบมีขนาดเล็กมากและกระจายตัวในบางบริเวณของผิวเคลือบ

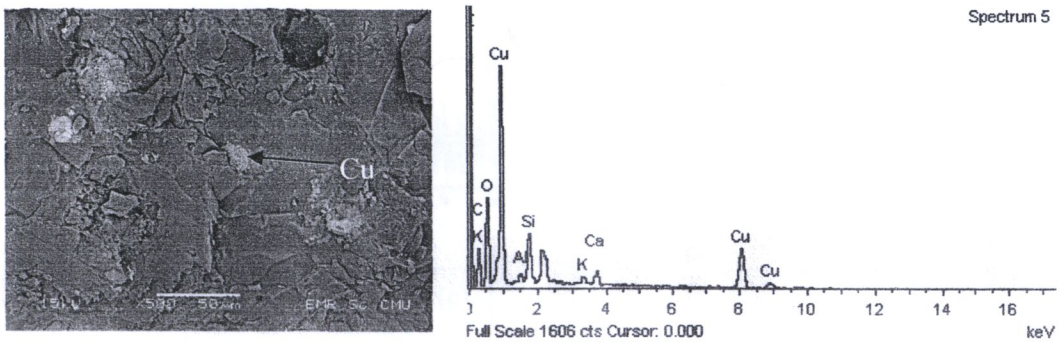


รูป 4.16 SEM แสดงภาพตัดขวางระหว่างเคลือบและเนื้อดิน (a) 4h CuO 10 ที่กำลังขยาย 85 เท่า (b) 4h CuO 10 กำลังขยาย 500 และ (c) 4h CuO 10 ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ขยายจากบริเวณส่วนที่เกิดเป็นผลึกของโลหะคอปเปอร์

เมื่อทำการตรวจวัดบริเวณตัดขวางระหว่างเคลือบและเนื้อดิน พบว่าผลึกของโลหะคอปเปอร์มีขนาดเล็กมาก เกาะกลุ่มกันโดยเกิดเฉพาะในบางบริเวณของเคลือบ จากรูป SEM ที่พบเป็นไปตามหลักการที่คาดไว้ใน รูป 4.13 โดยตัวโลหะดังกล่าวทำหน้าที่ให้เกิดประกายของโลหะซึ่งในรูป (c) 4h CuO 10 ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ขยายจากบริเวณที่ได้ทำการตรวจวัดโดย EDS ว่าเป็นส่วนที่เกิดเป็นผลึกของคอปเปอร์ ทำให้คาดว่าหากทำการขึ้นไฟในช่วงการเผาขึ้นโอกาสของการเกิดผลึกโลหะคอปเปอร์ จะมีปริมาณเพิ่มมากขึ้น

วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค EDS

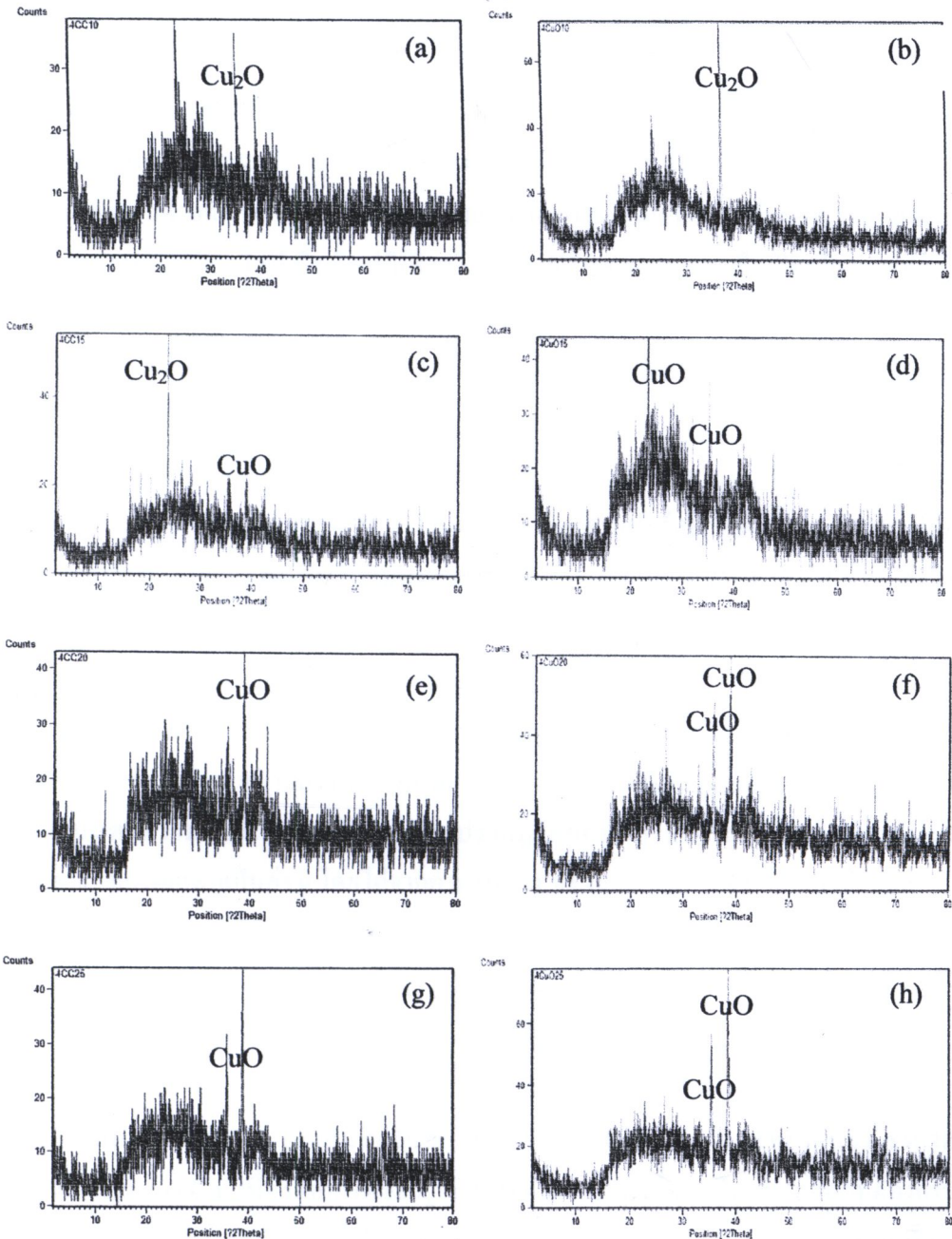
สเปกตรัมการเกิดผลึกของคอปเปอร์ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS เพื่อตรวจสอบและยืนยันการเกิดผลึกของโลหะคอปเปอร์บริเวณผิวเคลือบ ดังแสดงในรูป 4.17



รูป 4.17 EDS ผลของบริเวณที่ทำการตรวจสอบในรูป 4.12 (b)

จากการนำชิ้นทดสอบ 4h CuO 10 มาวิเคราะห์หาชนิดของธาตุและองค์ประกอบ ที่เกิดขึ้นบริเวณผิวเคลือบ หากทำการวัดที่ตำแหน่งผิวเคลือบจะพบว่ามีความหนาแน่นของธาตุต่างๆกระจายตัวอยู่มาก เช่น พบออกซิเจน คอปเปอร์ แคลเซียม โพแทสเซียม อลูมิเนียม คาร์บอน และซิลิกอน กระจายตัวอยู่ แต่เมื่อทำการตรวจวัดในบริเวณที่เกิดผลึก ด้วยเทคนิค EDS พบว่าบริเวณที่เป็นผลึกจะพบธาตุอื่นเพียงเล็กน้อย แต่จะปรากฏธาตุที่เป็นผลึกเด่นชัด ดังแสดงในรูป

4.7 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟกโทมิเตอร์



รูป 4.18 XRD แสดงการเกิดผลึกบนพื้นผิวของเคลือบ (a) 4h CuCO_3 10, (b) 4h CuO 10, (c) 4h CuCO_3 15, (d) 4h CuO 15, (e) 4h CuCO_3 20, (f) 4h CuO 20, (g) 4h CuCO_3 25 และ (h) 4h CuO 25 พบการเกิดของคอปเปอร์ออกไซด์ในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น

ผลจากรูป 4.15 การทดสอบเพื่อวิเคราะห์เฟสที่เกิดขึ้นหลังการเผาจากเครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบทางแร่ ผลที่ได้พบเพียงพีคของการเกิด คิวปริก และ คิวปรัส โดยไม่พบผลึกของโลหะคอปเปอร์ อาจเกิดเนื่องจากที่โลหะคอปเปอร์มีขนาดเล็กมาก เกาะกลุ่มกันเกิดเฉพาะในบางบริเวณ โดยคาดว่าผลึกของโลหะคอปเปอร์อาจไปรวมแทรกอยู่ในเคลือบนั้นนั้น ทำให้ไม่สามารถตรวจพบโดยเทคนิค เอกซ์เรย์ดิฟเฟรคโตมิเตอร์ แต่พบว่าปริมาณที่เพิ่มขึ้นของคอปเปอร์ออกไซด์ และ คอปเปอร์คาร์บอเนต ที่ไม่ผ่านการบด และผ่านการบดที่เวลาต่างๆ ภายหลังการเผาจะปรากฏลักษณะผิวสีน้ำตาลที่เกิดขึ้นบนผิวเคลือบ ทำให้ค่าการสะท้อนแสง และการเกิดสีแดงลดลงในทุกการทดลอง ทั้งนี้เนื่องจากคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ในช่วงการเผา หรือเกิดเนื่องจากปฏิกิริยาย้อนกลับของโลหะทองแดงภายหลังการเย็นตัวลง ได้รับออกซิเจนกลายเป็นคอปเปอร์ออกไซด์ดั้งเดิม เพราะใช้ในปริมาณที่สูงมาก ทำให้เกิดการตกค้างของคอปเปอร์ออกไซด์บริเวณผิวเคลือบ ส่งผลให้เคลือบไม่ปรากฏสีแดงที่เด่นชัด

จากรูปเอกซ์เรย์ดิฟเฟรคโตมิเตอร์ โดยด้านซ้ายประกอบด้วย a, c, e, g เป็นเคลือบที่ใช้คอปเปอร์คาร์บอเนตในปริมาณที่ต่างกัน ส่วนด้านขวาคือคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งผลการประเมินพีคที่ปรากฏไม่พบความแตกต่างกัน แต่เนื่องจากการทดสอบโดยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟเฟรคโตมิเตอร์ (XRD) ไม่ปรากฏโลหะคอปเปอร์ในการวิเคราะห์ จึงทำการทดสอบไอออนของธาตุโลหะด้วยเครื่องมือทดสอบอิเล็กตรอนสปินเรโซแนนซ์ (Electron Spin Resonance (ESR))

จาก ESR Spectra ในรูป 4.19 ทำให้ทราบค่าของสนามแม่เหล็ก (Magnetic field) ที่วัดค่าโดยความเข้มข้นของสนามแม่เหล็กเป็นมิลลิเทสลา (Milli-Tesla) mT ในแกนนอน ส่วนในแกนตั้งแสดงความเข้มข้นของปริมาณการปรากฏไอออนของธาตุโลหะ แสดงตำแหน่งของสนามแม่เหล็กโดยระบุเป็นค่า g โดยได้จากการคำนวณ ตรวจพบที่ $g = 2.0$ และ 4.6 เมื่อนำค่า g ไปเทียบกับ Spectra [20] ได้บอกถึงค่า g ต่างๆดังต่อไปนี้

ค่า $g = 1.0 - 2.1$	เป็น Cu^{2+}
ค่า $g = 3.0 - 4.0$	เป็น Cu^+
ค่า $g = 5.0$	เป็น โลหะคอปเปอร์

ผลการทดลองพบ ไอออนที่เป็นของ Cu^{2+} คือ 2.0 และพบโลหะคอปเปอร์ ซึ่งคาดว่ากระจายตัวระหว่าง Cu^+ เนื่องจากค่าที่ได้อยู่ระหว่าง $4.0 - 5.0$ ทั้งนี้อาจเป็นเพราะผลึกที่ต้องการหา มีขนาดเล็กและกระจายตัวกันอยู่ ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นของคอปเปอร์ออกไซด์ยังตรวจพบพีคที่คมชัดขึ้นแสดงถึงปริมาณที่เพิ่มขึ้น

JEOL ES-IPRITSRE

COMMENT: DC 6.3 - dip 5.4

TITLE: SAMPLE: 4 C10 10 0.0850 g.
2 280 765 - 457 815
Width 163 090 [mT]

1st Filename: sw1
DATE: 2011/12/13 12:03
1 69 620 - 245 191
Width 175 562 [mT]



8135.122 -500g-2.01315

Peak1: 512 000
Peak2: 512 000

A (144 500 .0) g-4 66866
Peak1: 1459 000
Peak2: 1459 000

410 000 [mT]
MAGNETIC FIELD [mT] Width 0.5 s. 100
RECEIVER MODE 1st

410 000 [mT]
FIELD Center 410 000 [mT] Width 4.0 s. 100 [mT]
SWEEP TIME 4.000 s

410 000 [mT]
FREQ 9.442500 [GHz]
POWER 10 [mW]

2000

210 000 [mT]

รูป 4.19 ESR ของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ผ่านการอบ 4 ชั่วโมง ปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

JEOL ES-IPRITS/RE

COMMENT: DC 6.3 . dip 5.0

TITLE:
SAMPLE: 4 CuO 30 0.0858 g
2 200.563 - 370.899
Width 72.336 [mT]

1st File name: sw4
DATE: 2016/12/13 14:14
1 74.125 - 227.480
Width 153.355 [mT]

2112



813.14 340. -10289g-201850

Peak1 1288.000
Peak2 1005.000
Peak3 11144.4

A1144.115, -482g-4.68242

Peak4 1965.000
Peak5 11144.4

410.000 [mT]

MSD 100.11g Width 0.5, [mT]
AMPLITUDE 1 s 800

FIELD (center) 18 000 [mT] Width 4 D s 300 [mT]
SWEEP TIME 4 [min] ACCUM 1

FREQ 9.445500 [GHz]
POWER 10 [mW]

LINE CONSTANT 0.01 [mT]
REFERENCE NO 1 s
TEMP 0 °C

219.000 [mT]

รูป 4.20 ESR ของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ผ่านการอบ 4 ชั่วโมง ปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก