

การศึกษาความเป็นไปได้ของการเจือสั้งกะสีและทองแดงในผลึก
ไตรไกลซีนซัลเฟต

ศิริพร พิมพโสตา
สาลินี สันว้ง

เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคาม เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์
เมษายน 2557
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

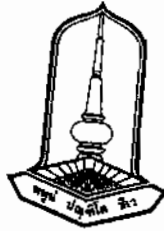
FEASIBILITY STUDY OF DOPING ZINC AND COPPER INTO
TRIGLYCINE SULPHATE

SIRIPORN PIMSODA
SALINEE SUNWANG

PRESENTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF REQUIREMENTS FOR
THE BACHELOR OF SCIENCE IN PHYSICS

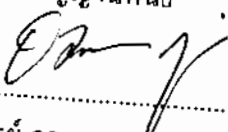
APRIL 2014

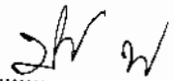
ALL RIGHTS RESERVED BY MAHASARAKHAM UNIVERSITY

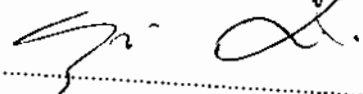


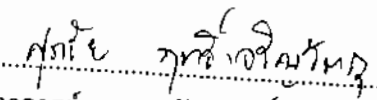
คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์ ได้พิจารณาปริญญานิพนธ์ของ นางสาวศิริพร พิมพิไสดา และ นางสาวสาลิณี สันวัง แล้วเห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาตรี สาขาวิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

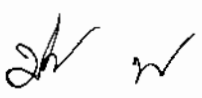
คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์

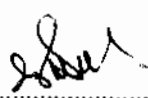

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อรรชรณ ฤทธิเดช)


..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร. ปวีณา เหลากุล)


..... กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(อาจารย์ ดร. สุชาติ โอชคลัง)


..... กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา
(อาจารย์ ดร. ศุภชัย ฤทธิเจริญวัตถุ)


.....
(อาจารย์ ดร.ปวีณา เหลากุล)
ประธานหลักสูตรสาขาฟิสิกส์


.....
(อาจารย์ ดร.นิตศักดิ์ ปาสาจะ)
หัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์
วันที่ 10 เดือน เมษายน พ.ศ. 2557

กิตติกรรมประกาศ

โครงการฟิสิกส์เรื่องนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี ด้วยคำแนะนำและความช่วยเหลือจาก อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ศุภชัย ฤทธิเจริญวัตถุ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร.สุชาติ โอบคสัง และ หัวหน้า ภาควิชาฟิสิกส์ ดร.นิติศักดิ์ ปาสาจะ ที่ช่วยสนับสนุนการจัดทำโครงการครั้งนี้ตลอดจนอาจารย์ประจำ ภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่าน ที่ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆ ผู้ทำโครงการจึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.อุฤทธิ์ เจริญอินทร์ อาจารย์ที่ช่วยทำการวัดหาคุณสมบัติของ ผลึก และให้ความรู้แนะนำผู้ทำโครงการนี้ให้มีแนวทางในการทำโครงการที่ถูกต้องและสำเร็จลงได้

ขอขอบพระคุณภาควิชาฟิสิกส์และศูนย์เครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย มหาสารคาม สาขาวิชาฟิสิกส์ สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่เอื้ออำนวยความสะดวกและให้การช่วยเหลือในด้านเครื่องมือวัดต่างๆ

ขอขอบคุณเพื่อนร่วมงานทุกท่านที่มีส่วนเกี่ยวข้องในการให้ความช่วยเหลือและให้คำปรึกษา ในสิ่งที่เป็้องค์ความรู้ และให้กำลังใจส่งผลให้โครงการนี้สำเร็จลงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และญาติพี่น้องที่คอยสนับสนุนด้านการศึกษาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณงามความดีของโครงการแต่ผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องทุกท่านที่ทำให้โครงการนี้ สำเร็จและหวังว่าโครงการนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้สนใจในด้านการปลูกผลึกต่อไป

ศิริพร พิมพ์ไธดา

สาธิตี สันวัง

ชื่อเรื่อง	การศึกษาความเป็นไปได้ของการเจือสังกะสีและทองแดงในผลึกไตรไกลซินซัลเฟต
ผู้วิจัย	นางสาวศิริพร พิมพิไสดา และ นางสาวสาลินี สันวัง
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ.) สาขา ฟิสิกส์
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร.ศุภชัย ฤทธิเจริญวัตถุ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ ดร.สุชาติ โอชะคลัง
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ปีที่พิมพ์ 2557

บทคัดย่อ

ผลึกไตรไกลซินซัลเฟต (TGS) เป็นผลึกที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่นหลายด้าน แต่อย่างไรก็ตาม คุณสมบัติดังกล่าวไม่สามารถปรับเปลี่ยนได้ด้วยเงื่อนไขการปลูกผลึก ทำให้มีข้อจำกัดในการนำไปประยุกต์ใช้งาน ดังนั้น ในโครงงานนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะศึกษาความเป็นไปได้ในการเจือผลึก TGS ด้วยทองแดง (Cu) และ สังกะสี (Zn) ซึ่งมีความเป็นไปได้ที่จะส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพของผลึก TGS จากการศึกษา พบว่า สามารถปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu และ Zn โดยผลการวิเคราะห์ด้วย FT-IR ยืนยันว่า ผลึกที่ถูกเจือด้วย Cu และ Zn มีโมเลกุลไตรไกลซินซัลเฟตเป็นองค์ประกอบพื้นฐาน แต่อย่างไรก็ตาม ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วย Zn ไม่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของผลึก TGS ในขณะที่การเจือด้วย Cu ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของผลึก TGS อย่างมีนัยสำคัญ แม้ว่าโครงสร้างที่เกิดขึ้นจะแสดงลักษณะของผลึกในกลุ่มโมโนคลินิกเช่นเดียวกับผลึก TGS บริสุทธิ์ แต่ขนาดของหน่วยเซลล์มีขนาดใหญ่กว่าผลึก TGS บริสุทธิ์ ซึ่งลักษณะที่เกิดขึ้นแสดงความเป็นไปได้ที่การเจือด้วย Cu จะทำให้ TGS มีสมบัติทางกายภาพแตกต่างจากผลึก TGS บริสุทธิ์ แต่อย่างไรก็ตาม ต้องทำการศึกษาผลการเจือที่ความเข้มข้นสูง และศึกษาสมบัติทางกายภาพของผลึกที่ถูกเจือต่อไป

คำสำคัญ : ผลึก TGS บริสุทธิ์, ผลึก TGS เจือด้วย Cu, ผลึก TGS เจือด้วย Zn

TITLE Feasibility study of doping zinc and copper into triglycine sulphate
AUTHORS Siriporn Pimsoda and Salinee Sunwang
DEGREE Faculty of Science **MAJOR** Physics
ADVISOR Dr. Supachai Ritjareonwattu
CO-ADVISOR Dr. Suchart Osaklang
UNIVERSITY Mahasarakham University **DATE** 2014

ABSTRACT

Triglycine sulphate (TGS) possesses some prominent properties. However, those properties cannot be changed by changing some growth conditions. The aim of this project is thus to study the potential of copper and zinc as the dopant of TGS. With their characteristics, they show a great potential to influence some physical properties of TGS crystals. Experimentally, it was successful to dope some copper or zinc ions into the TGS single crystal. The FT-IR spectra show that both Cu and Zn doped crystals composed of triglycine sulphate molecules. Additionally, the XRD results show that the copper dopant may have a significant influence on the TGS structure, while the zinc did not show any effect on the structure. Like the pure TGS, the crystal doped with Cu or Zn were belonged to the monoclinic family. The unit cell of the crystal with the copper dopant was larger than that of the pure TGS. In essence, the copper dopant showed some potential to improve some physical properties of TGS crystals. Nonetheless, some further studies are needed to investigate the influence of these dopants.

Key Words : Pure TGS, TGS doped Cu, TGS doped Zn

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพประกอบ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของโครงการ	2
1.4 สถานที่ทำโครงการ	2
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
บทที่ 2 ปรีทัศน์เอกสารข้อมูล	3
2.1 ผลึก	3
2.1.1 โครงสร้างผลึก	3
2.1.2 ตำแหน่งเซลล์หน่วย	4
2.1.3 ทิศทางในเซลล์หน่วย	5
2.1.4 ระนาบในเซลล์หน่วย	6
2.2 วิธีปลูกผลึกจากสารละลาย	6
2.2.1 เทคนิคการปลูกผลึกจากสารละลาย	6
2.2.2 สารเคมี	7
2.3 การวิเคราะห์สมบัติของผลึก	8
2.3.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	8
2.3.2 เทคนิคการวิเคราะห์โดย FT-IR	11
2.3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์	12
2.3.4 การวิเคราะห์เชิงความร้อน	14
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	16
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี	16
3.2 การทดลองเบื้องต้น	17

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.2.1 การศึกษาปัจจัยพื้นที่ผิวเปิด	17
3.2.2 การศึกษาปัจจัยขนาดพื้นที่ของสารละลาย	18
3.2.3 การศึกษาปัจจัยตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด	18
3.3 ขั้นตอนการปลูกผลึกจากสารละลาย	20
3.3.1 การปลูกผลึก TGS เพื่อรีคริสทอลไลเซชัน	20
3.3.2 การรีคริสทอลไลเซชันผลึก TGS	20
3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล	22
3.4.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันผลึก	22
3.4.2 การศึกษาการเลี้ยวเบน	22
3.4.3 การศึกษาเชิงความร้อน	22
3.4.4 การศึกษาการดูดกลืนของรังสีเอกซ์	23
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผลของผลึก TGS บริสุทธิ์	24
4.1 ผลการทดลองเบื้องต้น	24
4.1.1 ผลการศึกษาปัจจัยพื้นที่ผิวเปิด	24
4.1.2 ผลการศึกษาปัจจัยขนาดพื้นที่ของสารละลาย	27
4.1.3 ผลการศึกษาปัจจัยตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด	28
4.2 ผลการรีคริสทอลไลเซชันผลึก TGS	29
4.3 ผลของการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ และอภิปรายผล	29
4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันผลึก TGS บริสุทธิ์	30
4.3.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS บริสุทธิ์	33
4.3.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์	35
4.4 ผลการวิจัยและการอภิปราย ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	37
4.4.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	37
4.4.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	39
4.4.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	42
4.4.4 การศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	43
4.5 ผลการวิจัยและการอภิปราย ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn	44
4.5.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันผลึกของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn	44

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.5.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn	46
4.5.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อน	49
4.5.4 การศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์	50
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	52
5.1 สรุปผลการทดลองผลึก TGS บริสุทธิ์	52
5.2 สรุปผลการทดลองผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Cu	52
5.3 สรุปผลการทดลองผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Zn	53
5.4 ปัญหาจากการทดลองและข้อเสนอแนะ	54
เอกสารอ้างอิง	55
ภาคผนวก	58
ประวัติย่อผู้เขียน	70

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 1.1 แกนแลตทิซกับมุมระหว่างแกนของระบบผลึกต่างๆ	5
ตาราง 4.1 ค่าเลขคลื่นและการสั่นของพันธะของหมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS บริสุทธิ์	32
ตาราง 4.2 แลตทิซพารามิเตอร์ TGS บริสุทธิ์	33
ตาราง 4.3 ค่าเลขคลื่นและการสั่นของพันธะของหมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu	39
ตาราง 4.4 แลตทิซพารามิเตอร์ TGS ที่เจือด้วย Cu	40
ตาราง 4.5 ค่าเลขคลื่นและการสั่นของพันธะของหมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn	46
ตาราง 4.6 แลตทิซพารามิเตอร์ TGS ที่เจือด้วย Zn	47

สารบัญภาพประกอบ

	หน้า
ภาพประกอบ 2.1 โครงสร้างแลตทิซ จุดแลตทิซ และเซลล์หน่วย	4
ภาพประกอบ 2.2 ตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วยแบบ bcc	4
ภาพประกอบ 2.3 เวกเตอร์ทิศทางในเซลล์หน่วยลูกบาศก์พื้นฐาน	6
ภาพประกอบ 2.4 ความสามารถในการละลายของสารโดยทั่วไป	7
ภาพประกอบ 2.5 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	9
ภาพประกอบ 2.6 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS	10
ภาพประกอบ 2.7 สเปกตรัมการส่องผ่านจากเครื่อง FT-IR ของผลึก TGS	12
ภาพประกอบ 2.8 กลไกกระบวนการดูดกลืนรังสีเอกซ์	13
ภาพประกอบ 2.9 การวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์	13
ภาพประกอบ 2.10 เครื่อง X-ray absorption spectroscopy	14
ภาพประกอบ 2.11 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริเมตรี	15
ภาพประกอบ 3.1 (ก) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 1 รู มีรัศมีเท่ากับ 1.18 cm (ข) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 2 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.59 cm (ค) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 3 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.39 cm (ง) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 4 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.29 cm	18
ภาพประกอบ 3.2 ขั้นตอนการดำเนินงาน	19
ภาพประกอบ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิด	26
ภาพประกอบ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิด	26
ภาพประกอบ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับขนาดพื้นที่สารละลาย	27
ภาพประกอบ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด	28
ภาพประกอบ 4.5 การปลูกผลึกไตรโกลชินที่อุณหภูมิ 60 °C	29
ภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS บริสุทธิ์	29
ภาพประกอบ 4.7 (ก) โครงสร้างโมเลกุลไตรโกลชิน (ข) โครงสร้างโมเลกุลซัลเฟส	30
ภาพประกอบ 4.8 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS บริสุทธิ์ (ก) กรณีที่ปลูกได้จากโรงงาน (ข) กรณีจากงานวิจัยของ Balu	31

สารบัญภาพประกอบ (ต่อ)

	หน้า
ภาพประกอบ 4.9 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก TGS บริสุทธิ์	34
(ก) กรณีที่ปลูกได้จากโครงงาน	
(ข) กรณีจากงานวิจัยของ Balu	
ภาพประกอบ 4.10 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์	36
(ก) กรณีที่ปลูกได้จากโครงงาน	
(ข) กรณีจากงานวิจัยของ Farhana และ Jiban	
ภาพประกอบ 4.11 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol	37
ภาพประกอบ 4.12 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS	38
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Cu 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	
ภาพประกอบ 4.13 สเปกตรัม XRD ของผลึก TGS	41
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Cu 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	
ภาพประกอบ 4.14 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS	42
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Cu 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	
ภาพประกอบ 4.15 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์แบบ XANES ของผลึก TGS	43
(ก) กรณี TGS เจือ Cu 5% mol	
(ข) ค่าการเรืองแสงมาตรฐานของ Cu	
ภาพประกอบ 4.16 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn 5% mol	44
ภาพประกอบ 4.17 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS	45
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	
ภาพประกอบ 4.18 สเปกตรัม XRD ของผลึก TGS	48
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	
ภาพประกอบ 4.19 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS	49
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol	
(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์	

สารบัญภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ 4.20 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS	หน้า
(ก) กรณผลึก TGS เจือ Zn 5% mol	50
(ข) ค่าการเรืองแสงมาตรฐานของ Zn	

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัจจุบันนี้วิทยาศาสตร์ก้าวเข้ามามีบทบาทสำคัญในทุกสาขา จากอดีตถึงปัจจุบันการพัฒนาทางด้านวัสดุศาสตร์มีความเป็นมาอย่างยาวนาน โดยเกิดขึ้นควบคู่กับการพัฒนาเทคโนโลยีด้านต่างๆ ดังนั้น งานด้านวัสดุศาสตร์จึงมีความสำคัญต่อการพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ตลอดจนสิ่งประดิษฐ์ต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ต่อการดำเนินชีวิตของมนุษย์ ทำให้เทคโนโลยีด้านวัสดุศาสตร์มีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาประเทศ จากความต้องการวัสดุเพื่อตอบสนองต่อเทคโนโลยีด้านต่างๆ ที่เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง เทคโนโลยีทางแสงเป็นอีกเทคโนโลยีหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจอย่างกว้างขวาง และมีการพัฒนาอย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดความต้องการวัสดุเชิงแสงเพิ่มขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่ง วัสดุประเภทผลึก เนื่องจากเป็นวัสดุที่สามารถตอบสนองต่อแสงได้ดี และผลึกบางประเภทสามารถปรับเปลี่ยนสมบัติบางประการของแสงได้ [1] เช่น ผลึกที่มีสมบัติการตอบสนองที่ไม่เชิงเส้นต่อแสงย่านต่างๆ ซึ่งกำลังได้รับความสนใจและศึกษาจากนักวิจัยทั่วโลก [2] แต่อย่างไรก็ตาม ผลึกที่ตอบสนองต่อแสงแบบไม่เชิงเส้นจะมีสมบัติเฉพาะ ทำให้สามารถประยุกต์ใช้ผลึกเหล่านี้ในการสร้างอุปกรณ์ที่แตกต่างจากอุปกรณ์โดยทั่วไปได้ จึงนำไปสู่การพัฒนาคุณภาพผลึกเพื่อใช้งานในด้านต่างๆ อย่างกว้างขวางในการพัฒนาเทคโนโลยี เช่น อิเล็กทรอนิกส์ และการสื่อสารโทรคมนาคม เป็นต้น

การปลูกผลึกที่ตอบสนองต่อแสงแบบไม่เชิงเส้น นิยมปลูกด้วยวิธีการปลูกจากสารละลาย เนื่องจากต้นทุนในการปลูกผลึกต่ำ และอุปกรณ์หาได้ง่าย นอกจากนี้ งานวิจัยของ Sethuraman และคณะ [3] แสดงว่า ผลึกที่ปลูกจากสารละลายมีคุณภาพที่ดีขึ้นทั้งสมบัติทางแสงและลักษณะทางกายภาพ ดังนั้น โครงการนี้จึงเลือกวิธีการปลูกผลึกจากสารละลาย ในการปลูกผลึกไตรไกลซีนซัลเฟต (triglycine sulphate ; TGS)

ผลึกไตรไกลซีนซัลเฟต เป็นผลึกที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่น แต่อย่างไรก็ตาม สมบัติดังกล่าวไม่สามารถปรับเปลี่ยนได้ด้วยเงื่อนไขการปลูกผลึก ทำให้มีข้อจำกัดในการนำไปประยุกต์ใช้งาน ดังนั้น ในโครงการนี้จึงมีเป้าหมายที่จะศึกษาความเป็นไปได้ในการเจือผลึก TGS เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของผลึกให้ได้ตามต้องการ ในโครงการนี้ จึงเลือกวิธีการเจือด้วยทองแดง (copper ; Cu) และสังกะสี (zinc ; Zn) ซึ่งเป็นสารที่มีความเป็นไปได้ในการปรับเปลี่ยนสมบัติทางกายภาพของผลึก TGS

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาการปลูกผลึกเดี่ยว TGS ที่เจือด้วย Cu

1.2.2 เพื่อศึกษาการปลูกผลึกเดี่ยว TGS ที่เจือด้วย Zn

1.2.3 เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบการกำหนดคุณสมบัติและลักษณะเฉพาะต่างๆ ของผลึกที่ปลูกได้

1.3 ขอบเขตของโครงการงาน

1.3.1 ปลูกผลึก TGS ด้วยวิธีการปลูกผลึกจากสารละลาย

1.3.2 ใช้สาร CuSO_4 เป็นสารเจือ และศึกษาผลกระทบต่อสมบัติทางกายภาพของผลึก TGS

1.3.3 ใช้สาร ZnSO_4 เป็นสารเจือ และศึกษาผลกระทบต่อสมบัติทางกายภาพของผลึก TGS

1.3.4 ศึกษาสมบัติทางกายภาพของผลึก ได้แก่ โครงสร้างของผลึก หมู่ฟังก์ชัน และสมบัติเชิงความร้อน

1.4 สถานที่ทำโครงการงาน

1.4.1 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

1.4.2 ศูนย์เครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

1.4.3 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.5.1 ได้เงื่อนไขในการปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

1.5.2 ได้เงื่อนไขในการปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn

1.5.3 ได้ข้อมูลลักษณะเฉพาะของผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Cu

1.5.4 ได้ข้อมูลลักษณะเฉพาะของผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Zn

1.5.5 สามารถนำองค์ความรู้เกี่ยวกับการปลูกผลึก TGS ไปประยุกต์ใช้ปลูกผลึกที่มีลักษณะคล้ายกัน

บทที่ 2

ปริทัศน์เอกสารข้อมูล

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดทั่วไปเกี่ยวกับกระบวนการที่สสารเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็งที่เรียกว่า โซลิดิฟิเคชัน (solidification) มี 3 อัญรูป ได้แก่ ผลึกเดี่ยว ผลึกหลายรูป และอสัณฐาน โดยเน้นการปลูกผลึกจากสารละลาย รวมถึงรายละเอียดเกี่ยวกับเทคนิคการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของผลึก ซึ่งมีรายละเอียดและหัวข้อต่างๆ ดังต่อไปนี้

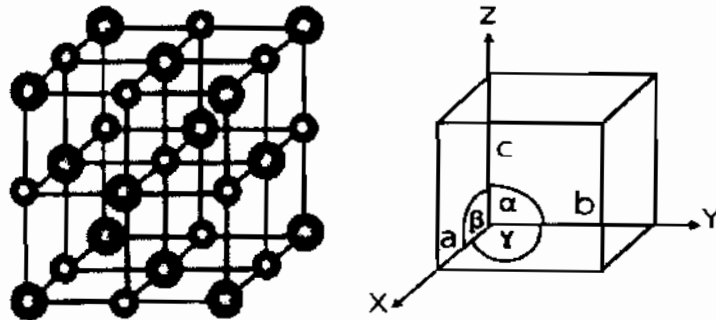
2.1 ผลึก

ผลึก เป็นของแข็งที่มีองค์ประกอบเป็นอะตอม ไอออน หรือโมเลกุล มีการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบในระบบสามมิติ ยึดกันด้วยแรงชนิดต่างๆ แล้วก่อตัวเป็นรูปร่างเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด ผลึกประกอบไปด้วยหน่วยผลึกที่มีขนาดเล็กจำนวนมากรวมตัวก่อรูปขึ้นเป็นผลึก โดยผลึกที่เกิดขึ้นมีลักษณะกึ่งของเหลวหรือของแข็ง ซึ่งผลึกเหลวคือสสารที่อยู่ในสถานะพิเศษระหว่างของแข็งกับของเหลว จะมีความเป็นระเบียบในการจัดเรียงโมเลกุลในบางทิศทาง คล้ายกับของแข็งแต่ขณะเดียวกันสามารถไหลไปได้ในบางทิศทางคล้ายกับของเหลว แต่ในโครงงานนี้จะเน้นที่ผลึกของแข็ง เพราะผลึกประเภทนี้มีโครงสร้างที่ประกอบด้วยอนุภาคเรียงกันอยู่อย่างมีระเบียบแบบแผน ประกอบกับเป็นผลึกที่พบง่ายและสามารถประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย

ในการปลูกผลึกเดี่ยว ขนาดของผลึกสามารถเปลี่ยนแปลงได้ขึ้นกับสภาวะขณะที่เกิดเป็นผลึก โดยผลึกขนาดใหญ่จะเกิดจากการตกผลึกที่ละน้อย ในสารละลายที่อิ่มตัวยิ่งยวดเล็กน้อย เช่น ผลึกที่เกิดในธรรมชาติจะมีขนาดใหญ่ แต่ถ้ามีการตกผลึกอย่างรวดเร็วจากสารละลายที่อิ่มตัวยิ่งยวด จะได้ผลึกที่มีขนาดเล็กจำนวนมาก โดยอาจเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ดังนั้นการควบคุมองค์ประกอบและสิ่งแวดล้อมต่างๆ จึงมีความสำคัญต่อกระบวนการปลูกผลึก

2.1.1 โครงสร้างผลึก

โครงสร้างของผลึกประกอบด้วยอะตอมหรือโมเลกุลที่มีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบเป็นโครงข่ายสามมิติ เรียกว่า แลตทิซ (lattice) และจุดตัดบนโครงข่ายดังกล่าว เรียกว่า จุดแลตทิซ (lattice point) อนุภาคพื้นฐานของผลึกจะอยู่ที่จุดแลตทิซอย่างเป็นระเบียบ และต่อเนื่องทั้งโครงข่ายแลตทิซ และอนุภาคที่จัดเรียงในโครงข่ายแลตทิซ (lattice) เรียกว่า เบซิส (basis) ดังภาพประกอบ 2.1



ภาพประกอบ 2.1 โครงสร้างแลตทิซ จุดแลตทิซ และเซลล์หน่วย [4]

เซลล์หน่วยเป็นองค์ประกอบพื้นฐานของผลึก ลักษณะสมบัติของเซลล์หน่วยของผลึกถูกกำหนดสมบัติด้วยความยาวทั้งสามด้าน (a b และ c) และมุมทั้งสาม (α β และ γ) ซึ่งเรียกรวมกันว่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) แลตทิซพารามิเตอร์และสมบัติความสมมาตรของผลึกเป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดสมบัติต่างๆ ของผลึก เช่น ความแข็ง การดูดกลืนแสง และแถบพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ [4] ในธรรมชาติมีการจัดเรียงจุดแลตทิซหลายแบบ ประกอบกับเบซิสแตกต่างกันไปตามชนิดของผลึก ทำให้แลตทิซพารามิเตอร์แตกต่างกัน ในปี ค.ศ.1848 Auguste Bravais นักผลึกวิทยาชาวฝรั่งเศส ได้เสนอการจัดระบบของโครงสร้างผลึกโดยแบ่งโครงสร้างผลึกเป็น 7 กลุ่ม ตามความยาวด้านทั้งสามและมุมทั้งสามของเซลล์หน่วย ดังตาราง 1.1

2.1.2 ตำแหน่งในเซลล์หน่วย

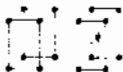
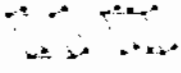
การบอกตำแหน่งภายในเซลล์หน่วยสามารถทำได้โดยใช้ระบบแกนตั้งฉาก x y z หรือที่เรียกว่าระบบพิกัดคาร์ทีเซียน (cartesian coordinate) ดังภาพประกอบ 2.2

ภาพประกอบ 2.2 การระบุตำแหน่งอะตอมเซลล์หน่วยแบบ bcc (body-centred cubic) ที่มุม ด้วยพิกัด 8 พิกัด คือ $(0,0,0)$ $(1,0,0)$ $(0,1,0)$ $(0,0,1)$ $(1,1,0)$ $(1,0,1)$ $(0,1,1)$ $(1,1,1)$ และตำแหน่งอะตอมที่กึ่งกลางเซลล์หน่วยคือ $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$

2.1.3 ทิศทางในเซลล์หน่วย

การบอกทิศทางในแลตทิซ ระบุด้วยเวกเตอร์ทิศทาง ซึ่งแทนด้วย $\vec{F} = [uvw]$ โดยที่ u v และ w เป็นองค์ประกอบเวกเตอร์ในแกน x y และ z ถูกทำให้เป็นจำนวนเต็มทีน้อยที่สุด จากภาพประกอบ 2.3 $\vec{OA}$ ที่จากจุดกำเนิดซึ่งมีพิกัด $(0,0,0)$ ไปยังจุดปลายซึ่งมีพิกัด $(1,0,1)$ ดังนั้น $\vec{OA} = [101]$

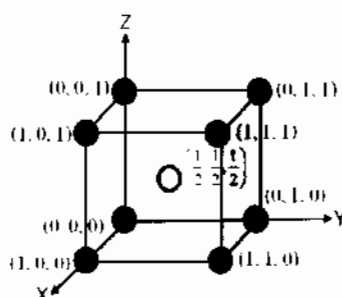
ตาราง 1.1 แลตทิซพารามิเตอร์ของผลึกระบบต่างๆ

ระบบผลึก	ความยาวด้าน	ขนาดมุม	ชนิดเซลล์หน่วย
ลูกบาศก์	$a=b=c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
เตตระโกนอล	$a=b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
รอมโบฮีดรัล	$a=b=c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	
เฮกซะโกนอล	$a=b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120$	
ออโรโรมบิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
โมโนคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	
ไตรคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	

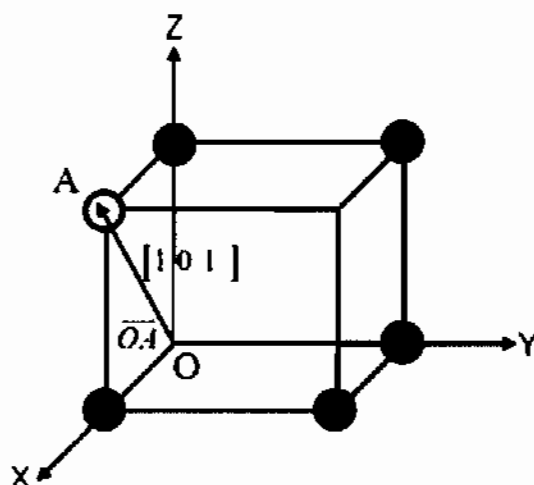
โดยที่ α คือ มุมระหว่างแกน c กับแกน b

β คือ มุมระหว่างแกน a กับแกน c

γ คือ มุมระหว่างแกน a กับแกน b



ภาพประกอบ 2.2 ตำแหน่งอะตอมในเซลล์หน่วยแบบ bcc [5]



ภาพประกอบ 2.3 เวกเตอร์ทิศทางในเซลล์หน่วยแบบลูกบาศก์พื้นฐาน [5]

2.1.4 ระนาบในเซลล์หน่วย

ระนาบในโครงสร้างผลึกหรือแลตทิซจะระบุด้วยดัชนีมิลเลอร์ (miller indices) โดยที่ค่านี้ คือ เศษส่วนกลับของจุดที่ระนาบไปตัดแกน x y และ z ในเซลล์หน่วยลูกบาศก์ ซึ่งวิธีการหาดัชนีมิลเลอร์ของระนาบสามารถทำได้ดังนี้

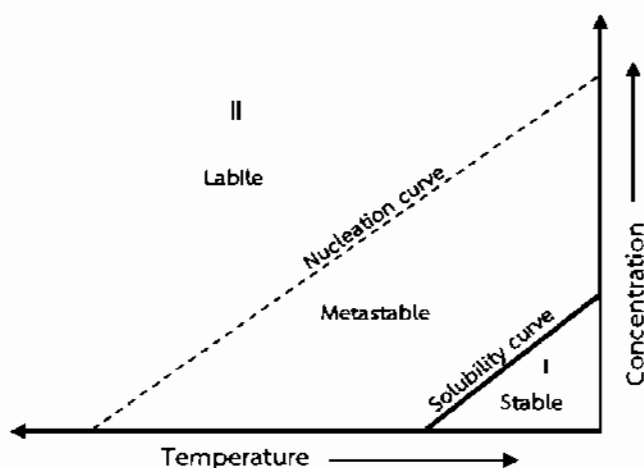
1. เลือกระนาบที่ไม่ผ่านจุด origin (0,0,0)
2. อ่านค่าจุดตัดบนแกน x y และ z
3. หาส่วนกลับของระยะตัดแกนแต่ละค่าในข้อ 2
4. ทำให้เป็นจำนวนเต็มทีน้อยที่สุด
5. เขียนชุดตัวเลขที่ได้ในข้อ 4 ในวงเล็บ ()

2.2 วิธีปลูกผลึกจากสารละลาย

2.2.1 กลไกการเกิดผลึกจากสารละลาย

การปลูกผลึกด้วยสารละลายเป็นการนำสารที่ต้องการปลูกไปละลายในตัวทำละลาย จนกระทั่งได้สารละลายอิ่มตัว ปล่อยให้ตัวทำละลายเกิดการระเหยอย่างช้าๆ สารละลายจะเกิดการอิ่มตัวยิ่งยวด จากนั้นสารที่ต้องการจะแยกตัวออกมาจากสารละลายในรูปของแข็ง กระบวนการนี้เรียกว่า การตกผลึก (precipitation) และสารละลายที่เหลืออยู่ในสารละลาย เรียกว่า mother liquor จากภาพประกอบ 2.4 จะเห็นว่า กราฟความเข้มข้นของสารละลายถูกแบ่งออกเป็นสองบริเวณด้วยเส้นความสามารถในการละลาย (solubility curve) ที่อุณหภูมิต่างๆ ผลึกจะไม่สามารถเกิดในบริเวณที่

ต่ำกว่าเส้นความสามารถในการละลายได้ เพราะสารละลายในบริเวณนี้ไม่อิ่มตัว สำหรับจุดที่อยู่บนเส้นความสามารถในการละลายเป็นความเข้มข้นสูงสุดที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่สารละลายอิ่มตัว มีการเกิดผลึกและการละลายของสารสมดุลกัน ผลึกจึงไม่มีการเจริญเติบโต ส่วนบริเวณที่อยู่เหนือเส้นความสามารถในการละลาย เป็นบริเวณที่สารละลายเกิดการอิ่มตัวยิ่งยวด ผลึกจึงสามารถเจริญเติบโตได้ โดยสามารถแบ่งออกเป็นสองบริเวณคือ โซนลาบาย (labile zone) เป็นบริเวณที่สารละลายอยู่ในสถานะอิ่มตัวยิ่งยวด บริเวณนี้ผลึกจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วโดยไม่สามารถควบคุมอัตราการตกผลึกได้ ทำให้ได้ผลึกจำนวนมากและมีขนาดเล็ก และบริเวณโซนกึ่งเสถียร (metastable zone) เป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิและความเข้มข้นของสารละลายเหมาะต่อการเกิดผลึก ผลึกจะสามารถเกิดขึ้นได้เมื่อตัวทำละลายระเหยจนความเข้มข้นอยู่ในสภาวะอิ่มตัวและถูกเหนี่ยวนำด้วยผลึกส่อ (seed) ดังนั้นจึงต้องควบคุมอุณหภูมิและความเข้มข้นของสารละลายให้อยู่ในสภาวะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลึกที่มีขนาดใหญ่



ภาพประกอบ 2.4 ความสามารถในการละลายของสารโดยทั่วไป [8]

2.2.2 สารเคมี

ไตรไกลซีนซัลเฟต

ไตรไกลซีนซัลเฟต มีสูตรโมเลกุลคือ $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH})_3\text{H}_2\text{SO}_4$ เกิดจากการสร้างพันธะระหว่างไกลซีนและกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วนโดยโมล 3:1 ซึ่งไกลซีนมีความสามารถในการละลายน้ำ 33 g/100 ml ที่อุณหภูมิ 25°C ทั้งนี้โครงสร้างผลึกไตรไกลซีนซัลเฟตเป็นแบบโมโนคลินิกตามหลักการของบราวส์โดยเซลล์หน่วยมีความยาวของแกนไม่เท่ากัน โดยแกน a ยาว 9.417 Å แกน b ยาว 12.643 Å และแกน c ยาว 5.735 Å มุม α และ γ มีค่าเท่ากับ 90° แต่มุม β ทำมุมเท่ากับ 105.5° [6]

ซิงค์ซัลเฟต

ซิงค์ซัลเฟต มีสูตรโมเลกุล คือ ZnSO_4 มีโครงสร้างผลึกเป็น ออโรรมบิก ตามหลักของบราวส์ เป็นวัสดุทัศนศาสตร์ไม่เป็นเชิงเส้นทางแสง สามารถเกิดผลึกโดยการระเหยตัวทำละลายให้กลายเป็นไอ

ซิงค์ซัลเฟตมีความสามารถในการละลายน้ำ 57 g/100 ml ที่อุณหภูมิ 20°C โดยมีแสดงทิกซารามิเตอร์ แกน a ยาว 9.9810 Å แกน b ยาว 7.2500 Å และ แกน c ยาว 24.2800 Å มุม $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [10]

คอปเปอร์ซัลเฟต

คอปเปอร์ซัลเฟต มีสูตรโมเลกุล คือ CuSO_4 เป็นวัสดุทัศนศาสตร์ไม่เชิงเส้น และมีสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก อยู่ในรูปสารประกอบที่มีน้ำและไม่มีน้ำอยู่ในโมเลกุล ในกรณีที่ไม่มีน้ำอยู่ในโมเลกุล (anhydrous form) จะมีสีขาวเทา หากมีน้ำอยู่ในโมเลกุล (hydrated form, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) จะมีสีน้ำเงิน ซึ่งคอปเปอร์ซัลเฟตมีความสามารถในการละลายน้ำ 31g/100 ml ที่อุณหภูมิ 26°C ทั้งนี้ โครงสร้างผลึกคอปเปอร์ซัลเฟตเป็นแบบโมโนคลินิก ตามหลักของบราวส์ โดยเซลล์หน่วยมีความยาวของแกนไม่เท่ากัน โดยแกน a ยาว 6.1224 Å แกน b ยาว 10.7223 Å และแกน c ยาว 5.9681 Å มุม α เท่ากับ 90° มุม γ เท่ากับ 90° มุม และ β เท่ากับ 107.33° [11]

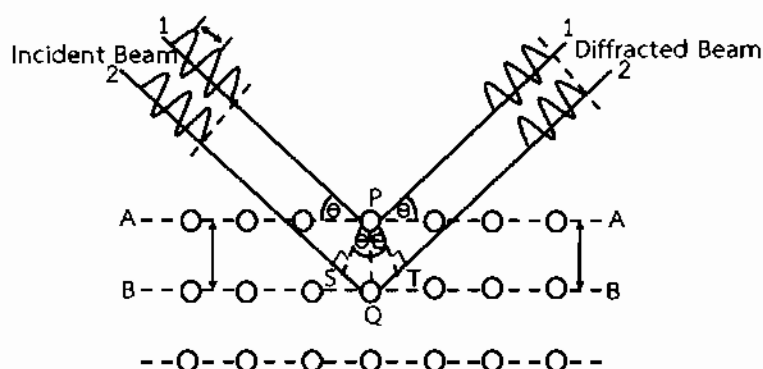
2.3 การวิเคราะห์สมบัติของผลึก

โครงงานนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะศึกษาการเจือสารลงในผลึกไตรโกลซินซัลเฟต อย่างไรก็ตาม เมื่อปลูกผลึกได้ตามเงื่อนไขที่ต้องการ อาจมีลักษณะสมบัติทางโครงสร้างและกายภาพเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้น จึงนำผลึกที่ปลูกได้มาศึกษาสมบัติต่างๆ ได้แก่ สมบัติการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ หมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบของผลึกโดยใช้เทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) การวิเคราะห์เชิงความร้อน และการดูดกลืนรังสีเอกซ์

2.3.1 เทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีค่าความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 nm เกิดจากการชนของอิเล็กตรอนที่ถูกเร่งในสนามไฟฟ้ากับเป้าที่ทำด้วยโลหะหนัก พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนจะถูกถ่ายเทให้กับเป้าโลหะและทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของอิเล็กตรอนภายในโลหะที่เป็นเป้า ผลของการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวทำให้เกิดรังสีเอกซ์ 2 ชนิดคือ รังสีเอกซ์ต่อเนื่อง (continuous X-ray) และรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (characteristic X-ray) เมื่อรังสีเอกซ์เกิดอันตรกิริยากับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง การดูดกลืน การกระเจิงแสงหรือการเลี้ยวเบน ซึ่งปรากฏการณ์เหล่านี้ จะมีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิด เนื่องจากของแข็งที่เป็นผลึกจะมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบแบบสามมิติ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆ ด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้เกิดพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้น

ขนาดความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็ง ซึ่งทำให้รังสีเอกซ์สามารถเกิดการเลี้ยวเบนได้ดังแสดงในภาพประกอบ 2.5



ภาพประกอบ 2.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รังสีตกกระทบบนทั้ง 2 ลำ มีเฟสตรงกันทำมุม θ กับระนาบ รังสีที่ 1 ตกกระทบบนระนาบ A และสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบ A รังสีที่ 2 ตกกระทบบนระนาบ B และสะท้อนออกมาทำมุม θ กับระนาบ B โดยรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมาจากชุดระนาบ จะมีการแทรกสอดแบบเสริมสร้าง และหักล้าง ซึ่งระยะทางแต่ละลำที่รังสีตกกระทบบนระนาบมีความต่างกันเป็นจำนวนเต็มของความยาวคลื่น รังสีเอกซ์ ดังสมการที่ 2.1

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.1)$$

โดย n คือ จำนวนเต็มที่เราเรียกว่าอันดับของการสะท้อน

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้

d คือ ระยะห่างระนาบผลึก

θ คือ มุมระหว่างรังสีตกกระทบบนระนาบผลึก

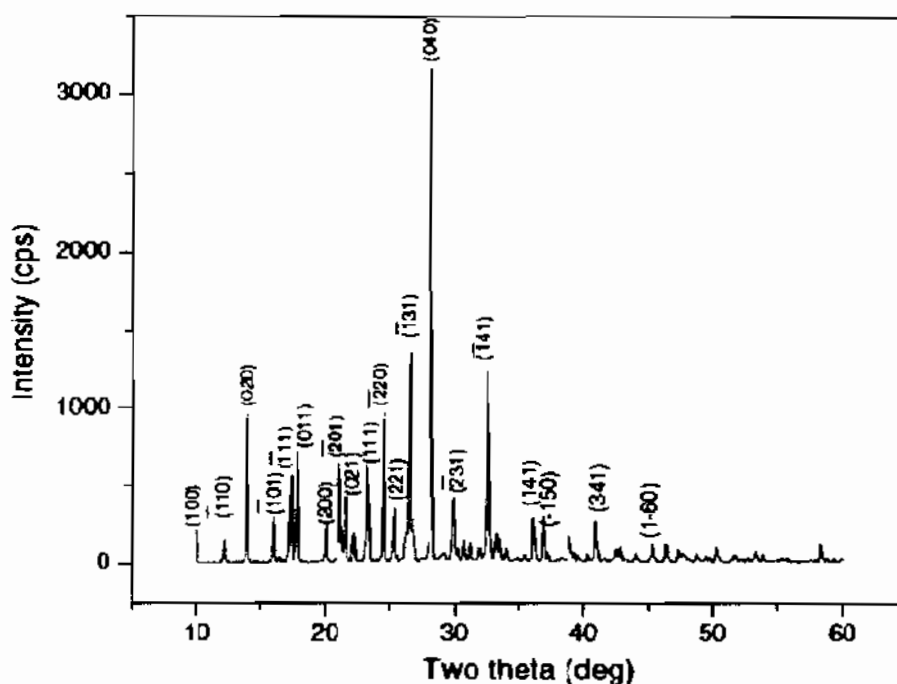
เมื่อใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะห่างของอะตอมภายในผลึก และหมุนผลึก ทำมุมต่างๆ กับรังสีที่ตกกระทบบน รังสีที่เลี้ยวเบนออกมาจะมีรูปแบบเฉพาะของสารแต่ละชนิด เทคนิคนี้ใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียวตกกระทบบนชิ้นสารตัวอย่างเป็นมุม θ ทำให้ต้องเคลื่อนอุปกรณ์ การตรวจวัดสัญญาณรังสีเอกซ์ให้หมุนไปเป็นมุม 2θ เพื่อให้สามารถบันทึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของผลึก ซึ่งจะสอดคล้องกับกฎของแบรกก์

เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ แบ่งออกเป็นสองชนิด คือ เทคนิคที่ใช้ชิ้นสารตัวอย่างเป็นผง (powder X-ray diffraction) และชิ้นสารตัวอย่างเป็นผลึกเดี่ยว (single-crystal X-ray diffraction)

1. powder X-ray diffraction สามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้ เนื่องจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะทำให้เกิดสเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละโครงสร้างผลึก

2. single-crystal X-ray diffraction เป็นเทคนิคที่สามารถวิเคราะห์ โครงสร้างผลึกและแลตทิซพารามิเตอร์ของเซลล์หน่วย

เครื่อง XRD จะทำการบันทึกความเข้มที่มุมต่างๆ โดยข้อมูลเหล่านี้จะถูกแสดงออกมาเป็นกราฟระหว่างความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมากับมุม 2θ จากข้อมูลที่ได้จะสามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบ (d) ได้ตามสมการของแบรกก์ และสามารถนำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกได้



ภาพประกอบ 2.6 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก [6]

Balu และคณะ [6] ใช้สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ วิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TGS เพื่อศึกษาการจัดเรียงตัวของโมเลกุลภายในผลึก TGS พบว่าระนาบที่เกิดการเลี้ยวเบนอยู่ในช่วง 10° - 60° โดยมีระนาบที่สำคัญคือ (020) ($\bar{1}$ 11) (011) ($\bar{2}$ 01) (111) ($\bar{2}$ 20) ($\bar{1}$ 31) (040) และ ($\bar{1}$ 41) ดังภาพประกอบ 2.6 โดยยอดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของระนาบนี้แสดงถึงรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกของผลึก TGS

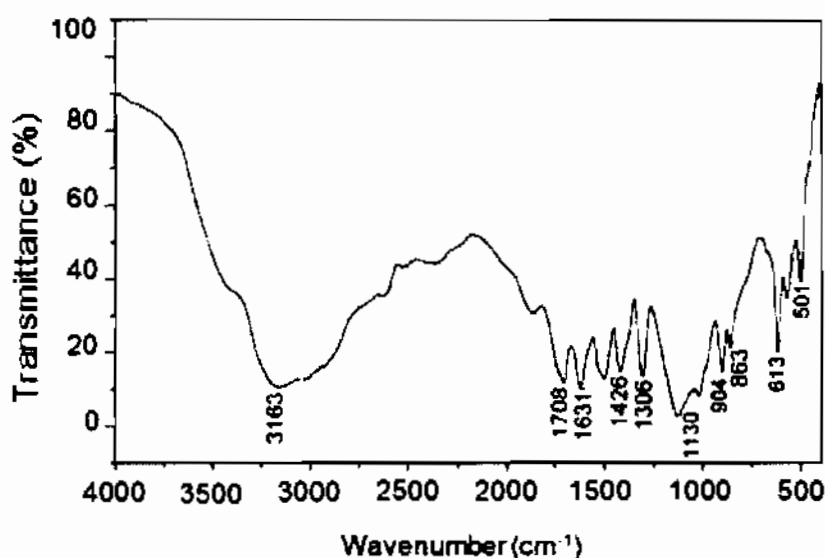
2.3.2 การวิเคราะห์โดย Fourier transform infrared spectroscopy

Fourier transform infrared spectroscopy เป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์จำแนกโมเลกุลสารประเภทต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณที่ให้ผลการวิเคราะห์อย่างรวดเร็วและมีความถูกต้องแม่นยำสูง โดยเทคนิค FT-IR เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์พันธะภายในโมเลกุลต่างๆ โดยพันธะเหล่านี้ สามารถแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบของผลึก เทคนิคนี้สามารถใช้วิเคราะห์ทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยเป็นวิธีการวิเคราะห์ด้วยแสงเทคนิคหนึ่ง โดยอาศัยปฏิสัมพันธ์ระหว่างแสงกับพันธะในโมเลกุลของผลึก เทคนิคนี้จะใช้แสงอินฟราเรดเนื่องจากอาศัยการดูดกลืนแสงที่แตกต่างกันของแต่ละพันธะของโมเลกุลในการหาหมู่ฟังก์ชัน (functional groups) เมื่อแสงอินฟราเรดตกกระทบโมเลกุลจะทำให้เกิดอันตรกิริยา (interaction) ระหว่างแสงกับพันธะภายในโมเลกุล โดยที่แสงอินฟราเรดในบางช่วงที่มีความถี่ตรงกันกับความถี่ของการสั่นของพันธะในโมเลกุลจะถูกดูดกลืน เรียกว่า การเกิดเรโซแนนซ์ (resonance) ดังนั้น การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารตัวอย่าง จึงอาศัยการดูดกลืนแสงที่แตกต่างกันของแต่ละพันธะโมเลกุล ซึ่งแสงอินฟราเรดมีเลขคลื่น (wavenumber) ในช่วงระหว่าง $12,800$ ถึง 10 cm^{-1} หรือช่วงความยาวคลื่นระหว่าง $0.78\text{--}1,000\text{ }\mu\text{m}$ ช่วงของแสงอินฟราเรดแบ่งได้เป็น 3 ช่วง คือ

- ช่วงอินฟราเรดใกล้ (near IR region) เป็นช่วงที่อยู่ใกล้กับช่วงแสงที่ตามองเห็น พบว่า แถบการดูดกลืน (absorption band) ที่ได้ค่อนข้างต่ำ มีประโยชน์ในการใช้วิเคราะห์สารประกอบอะโรมาติก (aromatic compounds)
- ช่วงอินฟราเรดกลาง (middle IR region) ช่วงนี้แบ่งออกเป็น group frequency region อยู่ระหว่าง $4,000\text{--}1,300\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่เกิดจากพวกหมู่ฟังก์ชัน (functional groups) แต่ไม่ให้โครงสร้างที่สมบูรณ์และ fingerprint region อยู่ระหว่าง $1,300\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ สเปกตรัมที่ได้ส่วนใหญ่สามารถนำไปวิเคราะห์หาโครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์
- ช่วงอินฟราเรดไกล (far IR region) ช่วงนี้ไม่เหมาะกับการวิเคราะห์พันธะของโมเลกุล เนื่องจากสเปกตรัมช่วงนี้จะเกิดอันตรกิริยากับการสั่นของโครงสร้างหรือการหมุนของโมเลกุลทั้งโมเลกุล ทำให้ไม่สามารถแสดงถึงโครงสร้างภายในของโมเลกุล ความยาวแสงช่วงนี้อยู่ระหว่าง $200\text{--}10\text{ cm}^{-1}$

สำหรับช่วงเลขคลื่นที่ใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสาร คือช่วง fingerprint region ซึ่งเป็นช่วงอินฟราเรดกลาง ระหว่าง $1,300\text{--}200\text{ cm}^{-1}$ โดยตอบสนองต่อการดูดกลืนเฉพาะของพันธะสารแต่ละชนิด โดยปกติสเปกตรัมในช่วงนี้จะซับซ้อน ดังนั้น การวิเคราะห์สเปกตรัมจึงนิยมอ้างอิงจากเอกสารวิจัยหรือไฟล์อ้างอิงมาตรฐาน จากนั้น เปรียบเทียบยอดการดูดกลืนของสเปกตรัมที่ได้จากการวัด เพื่อวิเคราะห์หาพันธะของหมู่ฟังก์ชัน สำหรับในโครงการนี้จะใช้ข้อมูลจากงานวิจัยเป็นข้อมูลอ้างอิงรวมกับข้อมูลการดูดกลืนแสงตามเอกสารอ้างอิง [9]

สำหรับศึกษาหมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ดังภาพประกอบ 2.7 จากลักษณะการดูดกลืนที่เกิดขึ้น พบว่า ยอดการดูดกลืน 1708 cm^{-1} 904 cm^{-1} และ 863 cm^{-1} แสดงหมู่ฟังก์ชันของ $-\text{COOH}$ ยอดการดูดกลืน 1306 cm^{-1} แสดงหมู่ฟังก์ชันของ $-\text{NH}_2$ ยอดสเปกตรัม 1426 cm^{-1} แสดงหมู่ฟังก์ชันของ $-\text{CH}_2$ ยอดสเปกตรัม 1130 cm^{-1} และ 613 cm^{-1} แสดงหมู่ฟังก์ชันของ $-\text{SO}_4$ เป็นต้น [7]



ภาพประกอบ 2.7 ตัวอย่างสเปกตรัมการส่งผ่านจากเครื่อง FT-IR ของผลึก TGS [7]

2.3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์

X-ray absorption spectroscopy (XAS) เป็นเทคนิคการวัดและวิเคราะห์สเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของชิ้นสารตัวอย่าง ดังแสดงในภาพประกอบ 2.9 สามารถอธิบายการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผลึกซึ่งเป็นผลจากการเติมสารเจือ

เทคนิค XAS เป็นการศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ของอะตอมในช่วงพลังงานใกล้เคียงหรือสูงกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในอะตอม การดูดกลืนรังสีเอกซ์ของวัสดุจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ photoelectric effect ซึ่งรังสีเอกซ์หรือโฟตอนจะถูกดูดกลืนโดยอิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานชั้นในของอะตอม ดังแสดงในภาพประกอบ 2.8 ในการดูดกลืนรังสีเอกซ์นั้น พลังงานของรังสีเอกซ์จะต้องมีค่ามากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวในระดับชั้นพลังงานของอะตอม และอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะมีพลังงานจลน์เท่ากับพลังงานส่วนเกินของรังสีเอกซ์ ที่มีค่ามากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวในระดับพลังงานของอะตอม สัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์ (absorption coefficient ; μ) ที่บ่งบอกถึงความน่าจะเป็นที่รังสีเอกซ์จะถูกดูดกลืน อธิบายได้ด้วยกฎของเบียร์ (Beer's Law) ดังสมการ 2.2

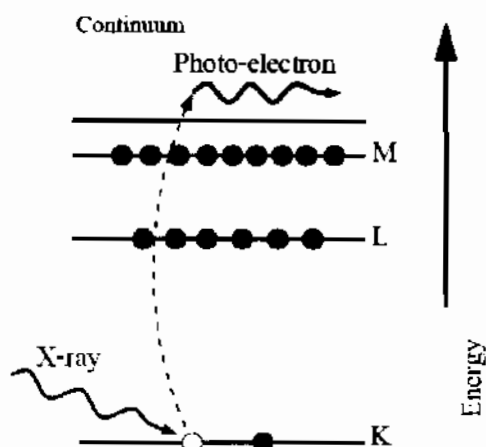
$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.2)$$

โดยที่ I_0 คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนตัวอย่าง

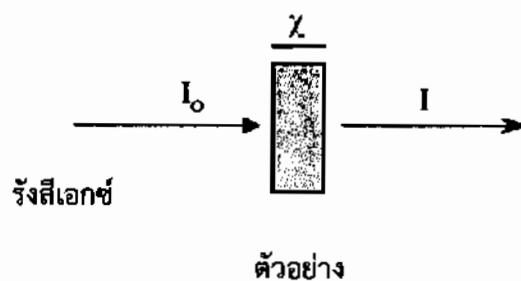
x คือ ความหนาของตัวอย่าง

μ คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์

และ I คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่ส่งออกมาจากตัวอย่าง ดังแสดงในภาพประกอบ 2.9



ภาพประกอบ 2.8 กลไกของกระบวนการดูดกลืนของรังสีเอกซ์ [12]



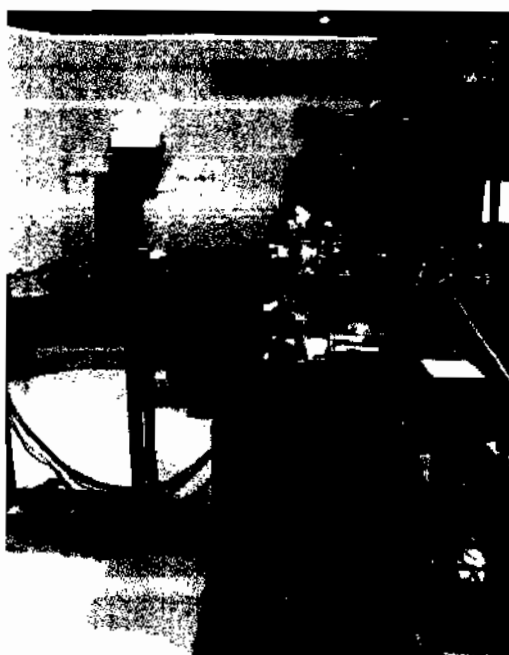
ภาพประกอบ 2.9 การวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ [12]

แต่อย่างไรก็ตาม ในการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างในทางปฏิบัติสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

1. การวัด XAS แบบทะลุผ่าน (Transmission – mode XAS)
2. การวัด XAS แบบเรืองแสง (Fluorescence – mode XAS)

ซึ่งในโครงการนี้เลือกใช้วิธี XAS แบบเรืองแสง เพราะการวัดแบบเรืองแสงจะใช้กับตัวอย่างที่มีปริมาณความเข้มข้นของสารเจือต่ำ

เทคนิคการวิเคราะห์แบบ XANES เป็นหนึ่งในเทคนิคการตรวจสอบการเรืองแสงของอะตอมโลหะหนัก เป็นลักษณะสัญญาณส่วนหนึ่งของ XAS โดยมุ่งพิจารณาพลังงานของโฟตอนในช่วงจำกัดโดยมีความกว้างประมาณ 10-50 eV สัญญาณ XANES เกิดขึ้นเมื่อสารตัวอย่างถูกกระตุ้นด้วยลำของรังสีเอกซ์ ส่งผลให้อิเล็กตรอนในชั้นพลังงานระดับลึกถูกกระตุ้นและเกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานไปอยู่ในสถานะว่างเหนือพลังงานเฟอร์มิ จากนั้นอิเล็กตรอนดังกล่าวจะตกกลับไปสู่สถานะพื้นและเกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปของโฟตอน จากกระบวนการดังกล่าวทำให้เกิดรูปแบบการปลดปล่อยโฟตอนเฉพาะของแต่ละธาตุ ดังนั้นจึงทำให้สามารถใช้วัดปริมาณของธาตุโลหะหนักที่ถูกเจือในชิ้นสารตัวอย่างได้ สำหรับในโครงการนี้ใช้ XANES เพื่อตรวจสอบการเจือของอะตอม Cu และ Zn ในผลึก TGS ที่ปลูกได้



ภาพประกอบ 2.10 เครื่อง X-ray absorption spectroscopy

2.3.4 การวิเคราะห์เชิงความร้อน

การวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (thermogravimetry ; TG) เป็นการวิเคราะห์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิของสารตัวอย่าง ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ ผลึกตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยอุปกรณ์ทั้งหมด

จะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของสารตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปเกิดจากการระเหยของโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น น้ำ รวมถึงการเปลี่ยนสถานะของผลึก และการสลายตัวของโมเลกุลที่ประกอบเป็นผลึก

การวิเคราะห์ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง คาลอริเมตรี (differential scanning calorimetry ; DSC) เป็นกระบวนการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของวัสดุตัวอย่างเทียบกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น วิธีนี้เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ ปฏิริยาคายพลังงานและปฏิริยาดูดพลังงาน โดยมีหลักการทำงาน คือ การให้ความร้อนกับสารอ้างอิงที่บรรจุในถ้วยอลูมิเนียมในบรรยากาศไนโตรเจน หลังจากนั้นทำการตรวจวัดสมบัติทางความร้อนของสารตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ สำหรับวิธี DSC สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะได้รับความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งแยกกัน และมีการบันทึกข้อมูลความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงเมื่อให้ความร้อน ถ้าอุณหภูมิของสารตัวอย่างต่ำกว่าอุณหภูมิของสารอ้างอิง แสดงว่า ระบบเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน แต่ถ้าอุณหภูมิของสารตัวอย่างสูงกว่าสารอ้างอิง แสดงว่า ระบบเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายพลังงาน [14]

ในโครงการนี้ใช้เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อน TG/DSC เพื่อศึกษาการเปลี่ยนเฟส และการเปลี่ยนแปลงจุดหลอมเหลวของผลึกที่ปลูกได้ในโครงการ เมื่อถูกเจือด้วยทองแดงและสังกะสี ในช่วงอุณหภูมิ 30-500 °C



ภาพประกอบ 2.11 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง คาลอริเมตรี

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงสารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในการปลูกผลึก เนื่องจากโครงงานนี้มีจุดประสงค์หลักเพื่อศึกษาผลึก TGS ดังนั้น จึงทำการทดลองเบื้องต้นเพื่อรวบรวมข้อมูลที่จำเป็น เพื่อให้สามารถออกแบบการทดลองที่เหมาะสมสำหรับปลูกผลึก TGS ด้วยวิธีการระเหยด้วยความร้อนและใช้เงื่อนไขที่เหมาะสมดังกล่าวในขั้นตอนการปลูกผลึก TGS ทั้งกรณีผลึกบริสุทธิ์ รวมถึงกรณีผลึกที่ถูกเจือด้วย Cu 5% mol และ Zn 5% mol จากนั้นทำการศึกษาสมบัติต่างๆของผลึก ซึ่งจะนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับคุณลักษณะและศึกษาสมบัติต่างๆ วิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และวิเคราะห์ผล XAS ด้วยเทคนิค XANES รวมทั้งอธิบายผลการศึกษาของหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR ซึ่งจะได้กล่าวถึงรายละเอียดการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ในบทที่ 4 โดยเนื้อหาหลักของบทนี้จะเน้นรายละเอียดกระบวนการเตรียมสารตั้งต้นและเงื่อนไขที่ใช้ในการศึกษา

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในโครงงาน

1. ไตรโคลซินซัลเฟต คุณภาพระดับ analytical ความบริสุทธิ์ >99.0% ยี่ห้อ ACROS ความสามารถในการละลายน้ำ 323.28 g/100 ml
2. กรดซัลฟิวริก คุณภาพระดับ analytical มวลต่อหนึ่งโมล 98.08 g/mol ยี่ห้อ MERCK ความสามารถในการแตกตัว 95-97% ความเข้มข้น 98%
3. ซิงค์ซัลเฟต คุณภาพระดับ analytical ความบริสุทธิ์ 99.0% ยี่ห้อ MERCK ความสามารถในการละลายน้ำ 184.82 g/100 ml
4. คอปเปอร์ซัลเฟต คุณภาพระดับ analytical ความบริสุทธิ์ 99.0% ยี่ห้อ CARLOERBA REAGENT ความสามารถในการละลายน้ำ 243 g/100 ml
5. น้ำปราศจากไอออน (deionized water) หรือน้ำดีไอ (DI) สภาพความต้านทาน 18.2 M Ω -cm

อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงาน

1. บีกเกอร์
2. อ่างควบคุมอุณหภูมิ
3. หลอดทดลอง

4. อุปกรณ์พลาสติก
5. เครื่องกวนสาร
6. กระดาษกรอง
7. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
8. ช้อนตักสาร
9. โกร่งบดสาร
10. เครื่องชั่งดิจิตอล
11. เครื่อง XAS รุ่น BL-8 (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี)
12. เครื่อง TG/DSC รุ่น Netzsch 449C Jupiter (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี)
13. เครื่อง XRD รุ่น D8 ADVANCE (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี)
14. เครื่อง XRD รุ่น Bruker's X-ray diffraction D8-discover (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี)
15. เครื่อง FT-IR รุ่น PERKIN ELMER spectrum GX FT-IR system (มหาวิทยาลัยมหาสารคาม)

3.2 การทดลองเบื้องต้น

กระบวนการปลูกผลึกโดยปกติจะได้รับอิทธิพลต่างๆ จากปัจจัยทางกายภาพได้แก่ พื้นที่ผิวเปิด พื้นที่ผิวของสารละลาย ความชื้น และ ความดัน ปัจจัยเหล่านี้หากอยู่ในสถานะที่ไม่เหมาะสมจะส่งผลต่อการปลูกผลึก อาจทำให้ผลึกมีการเจริญเติบโตช้าและมีขนาดเล็กเนื่องจากสารละลายอยู่ในโซนลาบยา การปลูกผลึกแต่ละชนิดจำเป็นต้องใช้เงื่อนไขที่แตกต่างกันเพื่อให้เหมาะสมกับความสามารถในการละลายของสารเหล่านั้น ในโครงการนี้ต้องการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu และผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn อย่างไรก็ตาม ปัจจัยและเงื่อนไขต่างๆ สำหรับการปลูกผลึก TGS ไม่พบในเอกสารการวิจัยที่สืบค้น ดังนั้น เพื่อให้สามารถออกแบบการทดลองการปลูกผลึก TGS ที่ถูกต้องและเหมาะสมจึงได้ทำการศึกษาปัจจัยแวดล้อมต่างๆ ทางกายภาพที่อาจส่งผลต่อกระบวนการปลูกผลึก TGS โดยโครงการนี้ ทำการทดลองเพื่อศึกษาตัวแปรทางกายภาพต่างๆ ได้แก่ พื้นที่ผิวเปิด ขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย ชนิดของสาร อัตราการระเหย และอุณหภูมิ

3.2.1 การศึกษาปัจจัยพื้นที่ผิวเปิด

ปัจจัยพื้นที่ผิวเปิดเป็นปัจจัยที่ส่งผลต่ออัตราการระเหยของตัวทำละลายโดยตรง เพื่อให้สามารถออกแบบการทดลองที่เหมาะสมกับการปลูกผลึกด้วยวิธีการระเหยด้วยความร้อน โครงการนี้จึงทำการศึกษาปัจจัยพื้นที่ผิวเปิด

ในการศึกษาปัจจัยของขนาดพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยของน้ำ เลือกใช้บีกเกอร์ขนาด 200 ml ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลาง (R) เท่ากับ 7.5 cm และมีรัศมี (r) เท่ากับ 3.75 cm ในการทดลองนี้จะคำนวณพื้นที่ผิวเปิดในการระเหยเป็นเปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ผิวทั้งหมดของบีกเกอร์ โดยเปิดพื้นที่ผิวสำหรับการระเหยขนาด 0% 1% 2% 5% 10% และ 100% และใช้น้ำ DI ในการทดลอง โดยศึกษาเปรียบเทียบผลกระทบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C

3.2.2 การศึกษาปัจจัยขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย

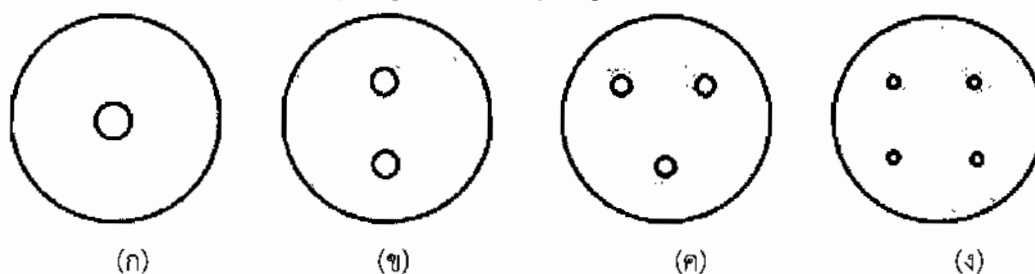
การศึกษาปัจจัยขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย เป็นการศึกษาประกอบไปด้วยขนาดของพื้นที่ผิวของสารละลาย โดยศึกษาขนาดและรูปแบบการกระจายตัวของพื้นที่ผิวเปิดมีผลต่ออัตราการระเหยอย่างไร

ในการศึกษาปัจจัยของขนาดพื้นที่ผิวของสารละลายต่ออัตราการระเหย ทำการเปิดพื้นที่ผิวสำหรับการระเหย 10% และใช้บีกเกอร์ที่มีขนาดต่างกัน คือ 200 500 800 และ 1,000 ml โดยใช้น้ำ DI ในการทดลองและศึกษาเปรียบเทียบผลกระทบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C

3.2.3 การศึกษาปัจจัยตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด

การศึกษาปัจจัยตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด เป็นการศึกษาไปด้วยรูปแบบการกระจายตัวของพื้นที่ผิวเปิด

ในการศึกษาปัจจัยของตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหย ซึ่งการทดลองนี้ เลือกใช้บีกเกอร์ขนาด 200 ml โดยกำหนดตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิดออกเป็น 4 รูปแบบคือ เปิดพื้นที่ผิวเปิดจำนวน 1 2 3 และ 4 รู ตามลำดับ โดยควบคุมการเปิดพื้นที่ผิวรวมขนาด 10% ของพื้นที่ผิวทั้งหมดสำหรับการระเหยทั้ง 4 รูปแบบ ดังภาพประกอบ 3.1 และใช้น้ำ DI ในการทดลองโดยศึกษาเปรียบเทียบผลกระทบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C



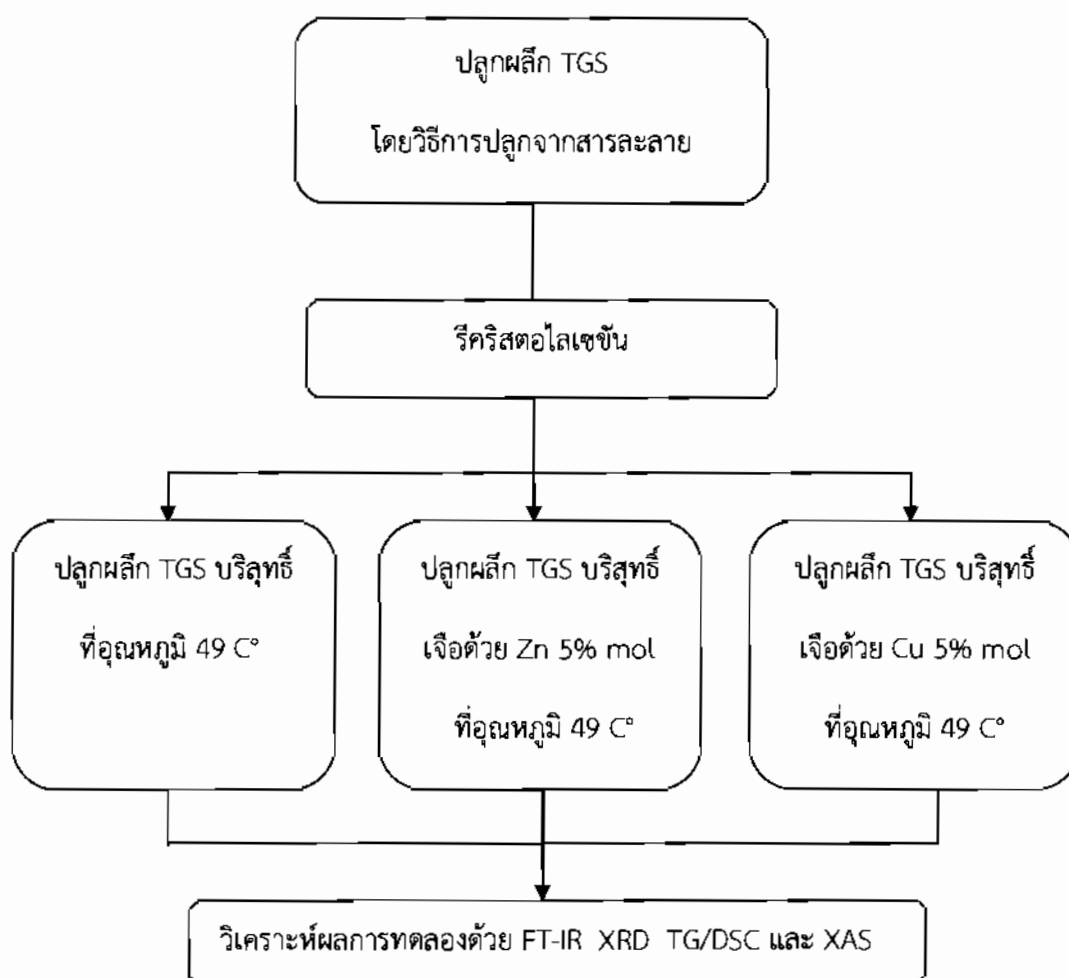
ภาพประกอบที่ 3.1 (ก) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 1 รู มีรัศมีเท่ากับ 1.18 cm

(ข) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 2 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.59 cm

(ค) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 3 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.39 cm

(ง) พื้นที่ผิวเปิดจำนวน 4 รู มีรัศมีเท่ากับ 0.29 cm

จากการทดลองเบื้องต้นพบว่า ปัจจัยขนาดพื้นที่ผิวเปิด ตำแหน่งและระยะห่างของพื้นที่ผิวเปิด มีอุณหภูมิเป็นปัจจัยหลักที่ส่งผลต่ออัตราการระเหย ดังนั้น จึงทำการออกแบบการทดลองในการปลูกผลึกจริง โดยอ้างอิงจากเงื่อนไขจากการทดลองเบื้องต้น ในโครงการนี้จะปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ โดยจะทำการรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS ที่อุณหภูมิ 60 °C สองครั้ง จากนั้นจะทำการปลูกผลึกจริง ซึ่งแบ่งการปลูกผลึกออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ ปลูก TGS บริสุทธิ์ ปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol และปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn 5% mol ที่อุณหภูมิ 49 °C โดยมีวิธีดำเนินงานตามขั้นตอน ดังแผนภาพประกอบ 3.2



ภาพประกอบ 3.2 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.3 ขั้นตอนการปลูกผลึกจากสารละลาย

3.3.1 การปลูกผลึก TGS เพื่อรีคริสตอลไลเซชัน

การปลูกผลึก TGS เพื่อรีคริสตอลไลเซชัน มีขั้นตอนในการปลูกดังนี้

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI 2 ครั้ง
2. เตรียมไกลซีนและกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 3:1 โดยทำการชั่งสารไกลซีนปริมาณ 225 g และตวงกรดซัลฟิวริก 56 cm³ (ชดเชยความล้าวมารถในการแตกตัวของกรดซัลฟิวริก)
3. ทำการละลายไกลซีนในน้ำ DI ในอัตราส่วน คือ สารไกลซีน 225 g ต่อน้ำ DI ปริมาณ 1,070 ml โดยเติมสารไกลซีนทีละน้อยจนกว่าสารจะละลายหมด
4. เติมกรดซัลฟิวริก 56 cm³ ลงไปที่ละน้อยจนกว่ากรดซัลฟิวริกหมด
5. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง จากนั้นนำสารละลายที่กรองเสร็จ ไปเก็บที่อ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 60 °C (พื้นที่ผิวเปิด 100%)
6. จัดบันทึกผลการทดลอง

3.3.2 การรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI 2 ครั้ง
2. นำผลึก TGS ที่ปลูกได้ มาบดให้ละเอียด
3. ชั่งสาร TGS ปริมาณ 100 g
4. ทำการละลายสาร TGS ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร TGS 100 g ต่อน้ำ DI 370 ml
5. เติมสาร TGS ทีละน้อยจนกว่าสารจะหมด
6. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
7. นำไปเก็บในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 60 °C
8. เปิดพื้นที่ผิวเปิด 100% จากนั้นดูอัตราการระเหย เมื่อน้ำระเหยออกไปประมาณ 150 ml จึงทำการปิดพื้นที่ผิว โดยมีพื้นที่ผิวเปิด 10% (จากผลการทดลองของการปลูกผลึก TGS เพื่อรีคริสตอลไลเซชัน พบว่า เมื่อสารละลายระเหยออก 40-45% จะเริ่มเกิดการตกผลึก ดังนั้น ในการรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS เมื่อน้ำระเหยออก 40% (ความเข้มข้น 0.42 g/ml) จึงทำการลดพื้นที่ผิวเป็น 10% ทั้งนี้เพื่อลดระยะเวลา ในการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายให้อยู่ในบริเวณอิมิตยั้งยวดใกล้กับขอบระหว่างโซนกิ่งเสถียรกับโซนสบาย)
9. ปลอ่ยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

3.3.3 การปลูกผลึก TGS

จากข้อมูลการรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS พบว่า ผลึกจะเริ่มเกิดที่ความเข้มข้น 0.45 g/ml ดังนั้น ในการปลูกผลึกในตอนที่ 1-3 ช่วงแรกจะเร่งอุณหภูมิในการปลูกผลึกเป็นอุณหภูมิ 60°C เพื่อเร่งการระเหยของสารละลายจากความเข้มข้นเริ่มต้นประมาณ 0.25 g/ml เป็นความเข้มข้นประมาณ 0.42 g/ml จากนั้นลดอุณหภูมิเป็น 49°C เมื่อน้ำระเหยไปประมาณ 80 ml จึงลดพื้นที่ผิวเปิดเป็น 10%

ตอนที่ 1 ปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI 2 ครั้ง
2. จากนั้นนำผลึก TGS ที่ปลูกได้ โดยผ่านกระบวนการรีคริสตอลไลเซชัน 2 ครั้ง มาบดให้ละเอียด
3. ชั่งสาร TGS ปริมาณ 50 g
4. ทำการละลายสาร TGS ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร TGS 50 g ต่อน้ำ DI 200 ml
5. เติมสาร TGS ที่ละน้อยจนกว่าสารจะหมด
6. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
7. ใช้กระบวนการเร่งการระเหยเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 8 ในการรีคริสตอลไลเซชัน
8. นำไปเก็บในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 49 °C
9. ปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

ตอนที่ 2 ปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 ครั้ง
2. จากนั้นนำผลึก TGS ที่ปลูกได้ โดยผ่านกระบวนการรีคริสตอลไลเซชัน 2 ครั้ง มาบดให้ละเอียด
3. ชั่งสาร TGS ปริมาณ 50 g และชั่งสาร CuSO_4 1.23 g
4. ทำการละลายสาร TGS ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร TGS 50 g ต่อน้ำ DI 200 ml เติมสาร TGS ที่ละน้อยจนกว่าสารจะหมด
5. ทำการเจือสาร Cu โดยเติมสาร CuSO_4 1.23 g ที่ละน้อยจนกว่าสารละลายหมด
6. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
7. ใช้กระบวนการเร่งการระเหยเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 8 ในการรีคริสตอลไลเซชัน
8. นำไปเก็บในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 49 °C
9. ปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

ตอนที่ 3 ปลุกผลึก TGS ด้วยการเจือ Zn 5% mol

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ
2. จากนั้นนำผลึก TGS ที่ปลูกได้ โดยผ่านกระบวนการรีคริสทอลไลเซชัน 2 ครั้ง มาบดให้ละเอียด
3. ชั่งสาร TGS ปริมาณ 50 g และชั่งสาร ZnSO_4 2.22 g
4. ทำการละลายสาร TGS ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร TGS 50 g ต่อน้ำ DI 200 ml เติมสาร TGS ที่ละน้อยจนกว่าสารจะหมด
5. ทำการเจือสาร Zn โดยเติมสาร ZnSO_4 2.22 g ที่ละน้อยจนกว่าสารละลายหมด
6. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
7. ใช้กระบวนการเร่งการระเหยเช่นเดียวกับขั้นตอนที่ 8 ในการรีคริสทอลไลเซชัน
8. นำไปเก็บในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 49°C
9. ปลอ่ยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล

3.4.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึก

เทคนิค FT-IR ใช้แสงในช่วงเลขคลื่น $4,000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ ผลึกตัวอย่างจะถูกบดให้เป็นผงละเอียดแล้วนำไปผสมกับสาร KBr ด้วยอัตราส่วนของผลึกที่ปลูกได้ต่อ KBr เป็น 1:10 โดยมวล จากนั้นนำไปอัดให้เป็นแผ่นบางด้วยแรงกด 6 ตันต่อตารางนิ้ว แล้วนำไปวัดด้วยเครื่อง FT-IR รุ่น PERKIN ELMER spectrum GX FT-IR system

3.4.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เทคนิค single-crystal X-ray diffraction ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดประมาณ $0.2 \times 0.2 \times 0.4\text{ mm}^3$ แล้วนำไปวัดด้วยเครื่อง XRD รุ่น D8 ADVANCE และ เทคนิค powder X-ray diffraction ผลึกตัวอย่างที่ปลูกได้จะถูกบดให้เป็นผงละเอียด จากนั้นดักใส่ไฮลเดอร์ แล้วนำไปวัดด้วยเครื่อง XRD รุ่น Bruker's X-ray diffraction D8-discover

3.4.3 การศึกษาเชิงความร้อน

การศึกษาเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TG/DSC ผลึกตัวอย่างจะถูกบดให้เป็นผงละเอียด จากนั้นเตรียมให้น้ำหนักประมาณ 3-5 mg แล้วนำไปใส่บนจานหลุมขนาดเล็ก ทำการวัดอัตราการสูญเสียมวลด้วยเครื่อง TG/DSC รุ่น Netzsch 449C Jupiter โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ $30\text{--}500^\circ\text{C}$

3.4.4 การศึกษาการดูดกลืนของรังสีเอกซ์

เทคนิค XAS ผลึกตัวอย่างจะถูกนำไปขัดด้วยเจลเพชร (diamond gel) ให้มีลักษณะเป็นแผ่นบาง โดยมีขนาดพื้นที่ประมาณ $0.5 \times 1 \text{ cm}^2$ จากนั้นนำไปวัดด้วยเครื่อง XAS โดยศึกษาในช่วงพลังงาน 8,000–10,000 eV

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองเบื้องต้น ผลการวิเคราะห์สเปกตรัมอินฟราเรด ผลของการปลูกผลึกและอภิปรายผล การศึกษาการปลูกผลึกและสมบัติพื้นฐานของผลึก ผลึก TGS บริสุทธิ์ ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol และ ผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn 5% mol ซึ่งจะนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบกับคุณลักษณะและวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของผลึกได้แก่ การศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ การวิเคราะห์เชิงความร้อน และการศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์

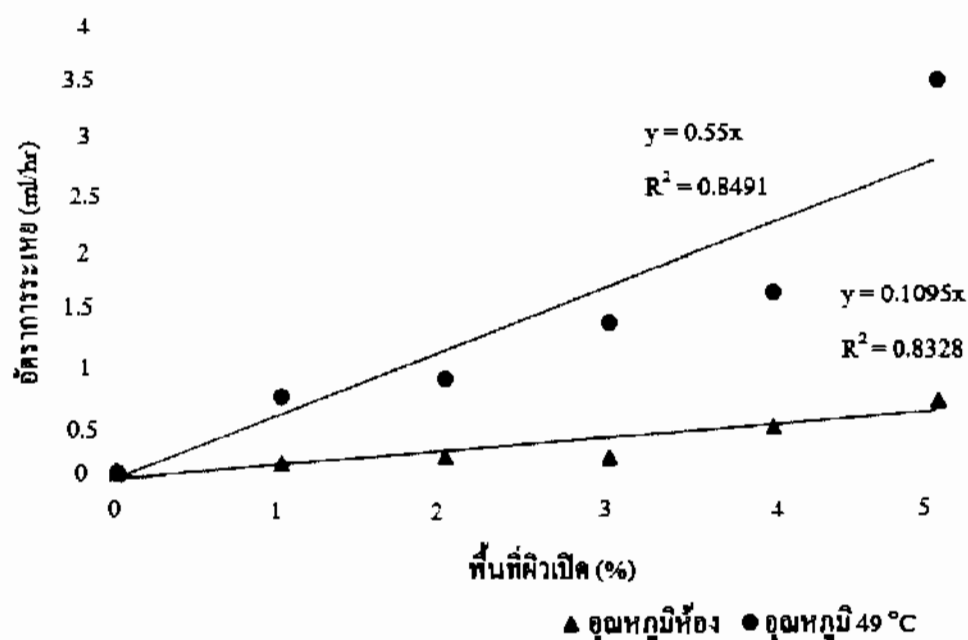
4.1 ผลการทดลองเบื้องต้น

4.1.1 ผลการศึกษาปัจจัยพื้นที่ผิวเปิด

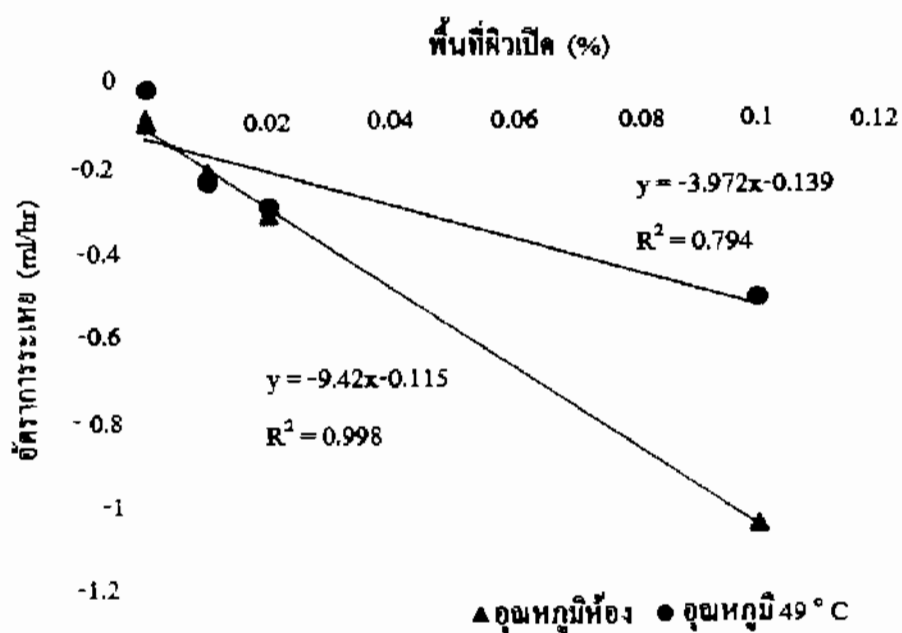
ภาพประกอบ 4.1 แสดงผลการศึกษาปัจจัยของขนาดพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยของน้ำ พบว่า เมื่อขนาดพื้นที่ผิวเปิดเพิ่มขึ้น อัตราการระเหยจะเพิ่มขึ้นในลักษณะเชิงเส้นทั้งกรณีที่ทดลองที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C โดยพื้นที่ผิวเปิดขนาดเล็กจะส่งผลให้เกิดการถ่ายเทไอน้ำไปสู่สิ่งแวดล้อมได้น้อย ทำให้มีปริมาณไอน้ำมากในพื้นที่ว่างเหนือสารละลาย ดังนั้น อัตราการระเหยของโมเลกุลน้ำจากสารละลายจะมีค่าน้อย ในทางตรงกันข้าม เมื่อพื้นที่ผิวเปิดมีขนาดใหญ่ จะทำให้เกิดการถ่ายเทไอน้ำไปสู่สิ่งแวดล้อมได้มาก ทำให้มีปริมาณไอน้ำน้อยในพื้นที่ว่างเหนือสารละลาย ดังนั้น อัตราการระเหยของโมเลกุลน้ำจากสารละลายจึงมีค่ามาก

เมื่อพิจารณาผลของอุณหภูมิต่อการระเหยของโมเลกุลน้ำ พบว่า ความชันระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิดที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่า 0.55 ml/hr ในขณะที่ ความชันระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิดที่อุณหภูมิห้อง มีค่า 0.11 ml/hr แสดงให้เห็นว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้อัตราในการระเหยเพิ่มขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม ในโครงงานนี้จะศึกษาการระเหยของน้ำที่อุณหภูมิ 49 °C เท่านั้น เพราะอุณหภูมิที่ 49 °C เป็นอุณหภูมิคูรี (Curie temperature) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สาร TGS เกิดการเปลี่ยนเฟสและแสดงสมบัติเพโรอิเล็กทริก จึงใช้อุณหภูมินี้เป็นเงื่อนไขในการปลูกผลึก

จากภาพประกอบ 4.1 เมื่อพิจารณาลักษณะความแปรปรวนของการระเหยที่อุณหภูมิห้อง พบว่า เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นแนวโน้มจุดข้อมูลมีความคลาดเคลื่อนต่ำ แสดงว่าการระเหยที่อุณหภูมิห้องจะมีความแปรปรวนต่ำ ในขณะที่อุณหภูมิ 49 °C พบว่า จุดข้อมูลมีความคลาดเคลื่อนออกจากเส้นแนวโน้มสูงและไม่เป็นเชิงเส้น แสดงว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จะทำให้มีความแปรปรวนของการระเหยเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะที่อุณหภูมิสูงพลังงานความร้อนมีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอเมื่อเทียบกับอุณหภูมิห้อง จึงทำให้เกิดความแปรปรวนสูงในกระบวนการเปลี่ยนสถานะของน้ำจากของเหลวเป็นก๊าซ จากภาพประกอบ 4.2 สามารถหาความสัมพันธ์ได้ดังสมการ



ภาพประกอบ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิด



ภาพประกอบ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับพื้นที่ผิวเปิด

$$y = (0.66)(1 - 0.891(e^{-9.425(\frac{A_{open}}{A_{boiler}})})) \quad (4.1)$$

$$y = (3.36)(1 - 0.870(e^{-3.72(\frac{A_{open}}{A_{boiler}})})) \quad (4.2)$$

จากสมการ 4.1 ความสัมพันธ์พื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยที่อุณหภูมิห้อง และ สมการ 4.2 ความสัมพันธ์พื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยที่อุณหภูมิ 49 °C พบว่า สมการที่ได้มีรูปแบบความสัมพันธ์เป็นไปตามสมการ 4.3

$$y = y_0(1 - ke^{-\alpha \frac{A}{A_0}}) \quad (4.3)$$

โดยที่ A คือ ขนาดพื้นที่ผิวเปิด และ A_0 คือ ขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย

จากสมการ 4.3 จะสังเกตได้ว่า ค่า k ที่อุณหภูมิห้องมีค่าเท่ากับ 0.891 และที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่าเป็น 0.870 ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่า ค่า k เป็นค่าที่มีแนวโน้มไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ ในขณะที่ y_0 ที่อุณหภูมิห้องจะมีค่า 0.66 และที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่าเป็น 3.36 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าค่า y_0 เป็นค่าที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ในขณะที่ค่า α ที่อุณหภูมิห้องมีค่าเป็น 9.425 และที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่าเป็น 3.72 แสดงว่าค่า α ขึ้นกับอุณหภูมิ ดังนั้น จากความสัมพันธ์ของสมการ 4.3 พบว่า เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไปจะส่งผลต่อค่า y_0 และ α

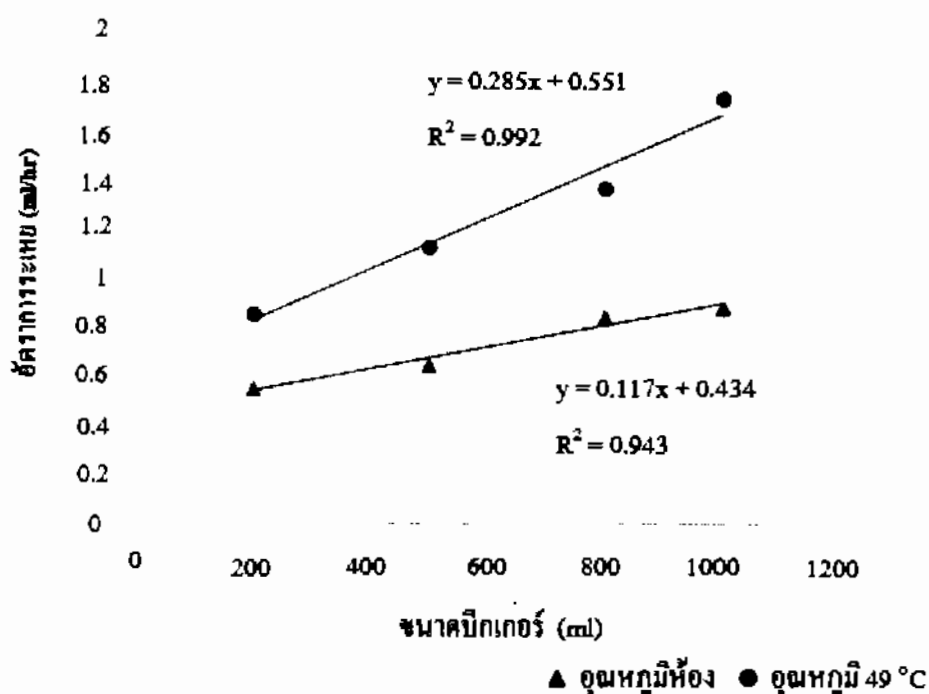
เงื่อนไขในการทำโครงงานนี้ ต้องการศึกษาผลึกที่ปลูกที่อุณหภูมิคูรี (49 °C) ซึ่งหากมีอัตราในการระเหยเร็วสูงจะส่งผลให้ผลึกที่ปลูกได้มีขนาดเล็ก จากข้อมูลที่ได้ พบว่า ที่อุณหภูมิ 49 °C อัตราในการระเหยมีค่าสูงสุดอยู่ที่ 3.36 ml/hr ดังนั้น เพื่อควบคุมการระเหยให้อยู่ในระดับที่ไม่สูงเกินไป จึงเลือกใช้พื้นที่ผิวเปิดที่ทำให้เกิดการระเหยส่งผลให้ความเข้มข้นของสารละลายเปลี่ยนแปลงด้วยอัตราที่ต่ำกว่า 0.5% /hr ซึ่งจะทำให้ไม่เกิดการตกผลึกขนาดเล็กจำนวนมาก พบว่า จากสมการ 4.2 พื้นที่ผิวเปิดประมาณ 10% จะทำให้มีอัตราการระเหยประมาณ 1.39 ml/hr หรือความเข้มข้นของสารละลายจะมีอัตราการเปลี่ยนแปลงประมาณ 0.35% /hr

4.1.2 ผลการศึกษาปัจจัยขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย

ภาพประกอบ 4.3 แสดงผลการศึกษาปัจจัยของขนาดพื้นที่ผิวของสารละลายต่ออัตราการระเหยของน้ำเปรียบเทียบกับผลกระทบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C พบว่า อัตราในการระเหยจะเพิ่มขึ้นในลักษณะเชิงเส้น โดยความชันในกรณีสารละลายที่อุณหภูมิห้อง

มีค่า 0.117 ml/hr ในขณะที่ ความชันในกรณีสารละลายที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่า 0.285 ml/hr สามารถกล่าวได้ว่า อัตราการระเหยมีลักษณะเพิ่มขึ้นตามขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย โดยขนาดพื้นที่ผิวของสารละลายเพิ่มขึ้น อัตราการระเหยจึงเพิ่มขึ้นตาม เนื่องจากขนาดพื้นที่ผิวของสารละลายกว้างขึ้นทำให้พื้นที่ผิวในการเปลี่ยนสถานะเพิ่มขึ้น อัตราในการระเหยจึงเพิ่มสูงขึ้น แต่เมื่อขนาดพื้นที่ผิวของสารละลายน้อยลง พื้นที่ผิวในการเปลี่ยนสถานะลดลง ทำให้อัตราการระเหยลดลง

เนื่องจากสารไกลซีนมีราคาแพง และสามารถปลูกผลึกเดี่ยวขนาดใหญ่ของ TGS ดังนั้น เพื่อให้สามารถลดปริมาณสารที่ใช้ในการปลูกผลึกและได้อัตราการระเหยที่เหมาะสม ในการศึกษางานวิจัยนี้ จึงเลือกใช้บีกเกอร์ขนาด 800 ml ซึ่งมีอัตราในการระเหยใกล้เคียงกับอัตราการระเหยที่ 1,000 ml แต่ใช้สารในปริมาณน้อยกว่าบีกเกอร์ขนาด 1,000 ml



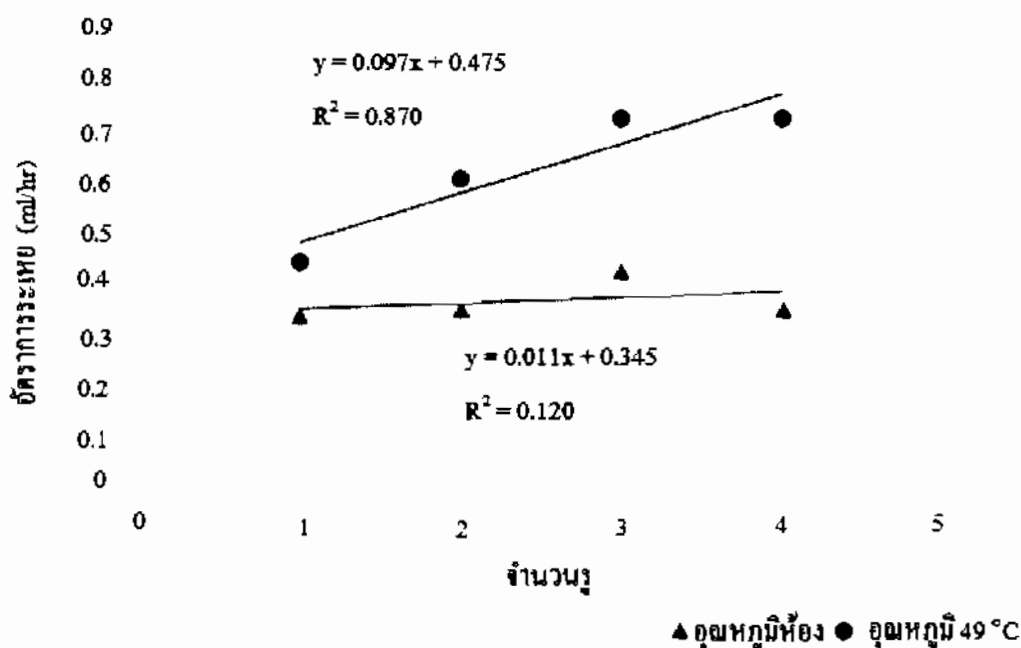
ภาพประกอบ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย

หมายเหตุ : บีกเกอร์ขนาด 200 ml มีพื้นที่ผิวสารละลายเท่ากับ 44.15 cm²
 : บีกเกอร์ขนาด 400 ml มีพื้นที่ผิวสารละลายเท่ากับ 75.50 cm²
 : บีกเกอร์ขนาด 800 ml มีพื้นที่ผิวสารละลายเท่ากับ 103.81 cm²
 : บีกเกอร์ขนาด 1000 ml มีพื้นที่ผิวสารละลายเท่ากับ 118.76 cm²

4.1.3 ผลการศึกษาปัจจัยตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด

ภาพประกอบ 4.4 แสดงผลการการศึกษาปัจจัยของตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยของน้ำเปรียบเทียบผลกระทบที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิ 49 °C พบว่า มีอัตราในการระเหยที่ใกล้เคียงกันซึ่งกราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรง โดยมีความชันในการนิสสารละลายที่อุณหภูมิห้อง มีค่า 0.011 mL/hr ในขณะที่ ความชันในการนิสสารละลายที่อุณหภูมิ 49 °C มีค่า 0.097 mL/hr ความชันของเส้นกราฟทั้ง 2 กรณีสีค่าเข้าใกล้ศูนย์จึงทำให้มีเส้นกราฟลักษณะเป็นเส้นตรง แสดงให้เห็นว่า ในการกำหนดตำแหน่งและระยะห่างของพื้นที่ผิวเปิดมีขนาดพื้นที่ผิวเปิดที่เท่ากันและประกอบกับไอน้ำเป็นของไหล จึงทำให้สามารถเกิดการถ่ายเทกับสิ่งแวดล้อมได้ทุกตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด ทำให้อัตราการระเหยมีค่าใกล้เคียงกัน

แต่อย่างไรก็ตาม ในโครงงานนี้จะเลือกใช้ การเปิดพื้นที่ผิวที่มีลักษณะตามภาพประกอบ 3.1 (ง) เนื่องจากการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและเท่ากัน โดยการเปิดพื้นที่ผิวลักษณะนี้ จะทำให้มีการระเหยได้ทั่วถึงทุกจุด และลดสิ่งเจือปนขนาดใหญ่ เนื่องจากใช้รูขนาดเล็ก เพราะเมื่อพื้นที่ผิวเปิดมีขนาดใหญ่จะทำให้สิ่งเจือปนเข้าไปปนเปื้อนได้ง่ายกว่ากรณีพื้นที่ผิวเปิดที่มีรูขนาดเล็ก



ภาพประกอบ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการระเหยกับขนาดตำแหน่งของพื้นที่ผิวเปิด

4.2 ผลการรีคริสตอลไลเซชันผลึก

จากการรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS เพื่อให้ผลึกมีความบริสุทธิ์ขึ้นและมีลักษณะโปร่งใส ข้อมูลที่ได้จากการสังเกตอัตราในการระเหยที่ทำให้เกิดการตกผลึก พบว่า ในกรณีนี้สารละลายเริ่มต้น 370 ml บรรจุในบีกเกอร์ขนาด 800 ml เมื่อสารละลายระเหยประมาณ 140–150 ml จะเริ่มพบการตกผลึกภายในสารละลาย ดังนั้น ผลึก TGS จะเริ่มเกิดที่ความเข้มข้นประมาณ 0.45 g/ml ที่อุณหภูมิ 60 °C แต่อย่างไรก็ตาม ไม่สามารถเตรียมสารละลายให้อยู่ในช่วงสภาวะสารอิ่มตัวยิ่งยวดได้โดยตรง ดังนั้น จึงต้องเตรียมสารละลายที่สภาวะอิ่มตัว จากนั้นปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยออก จนความเข้มข้นเพิ่มขึ้น และสารละลายอยู่ในสภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด ทั้งนี้ขั้นตอนการรีคริสตอลไลเซชันผลึก TGS ใช้ระยะเวลาทั้งหมด 28 วัน โดยผลึกที่ปลูกได้มีลักษณะโปร่งใสและมีขนาดเล็ก ซึ่งมีขนาดเฉลี่ยประมาณ $19 \times 10 \times 2.5 \text{ mm}^3$ เนื่องจากในการรีคริสตอลไลเซชัน ใช้กระบวนการปลูกผลึก TGS ที่อุณหภูมิ 60 °C ทำให้มีอัตราในการระเหยเร็ว ส่งผลให้ผลึกมีขนาดเล็ก



ภาพประกอบ 4.5 การปลูกผลึกไตรโกลซินที่อุณหภูมิ 60 °C

4.3 ผลของการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ และอภิปรายผล

ผลการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ ดังภาพประกอบ 4.6



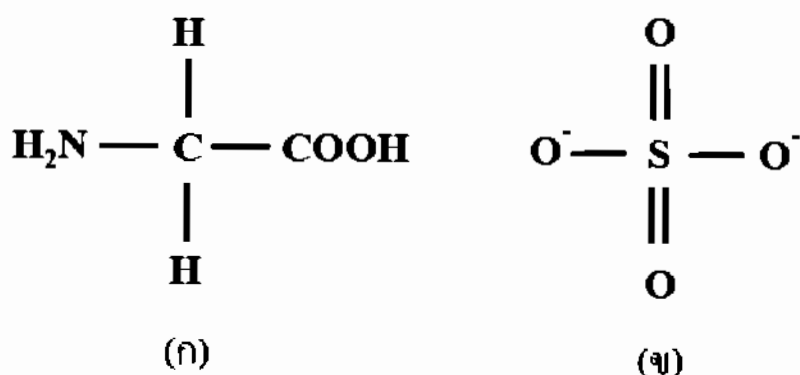
ภาพประกอบ 4.6 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS บริสุทธิ์

จากภาพประกอบ 4.6 เป็นภาพที่ได้จากการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ ในการทดลองใช้ระยะเวลาทั้งหมด 47 วัน โดยผลึกเริ่มเกิดที่ความเข้มข้นประมาณ 0.45 g/ml (ใช้บีกเกอร์ขนาด 300 ml และมีสารละลายเริ่มต้น 200 ml) ซึ่งผลึกที่ปลูกได้มีขนาด $45 \times 18 \times 4.7 \text{ mm}^3$ มีน้ำหนักก่อนอบ 4.580 g และน้ำหนักหลังอบ 4.572 g นอกจากนี้ ผลึกที่ได้มีลักษณะผิวเรียบโปร่งใส

4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS บริสุทธิ์

เพื่อศึกษาองค์ประกอบของผลึกที่ปลูกได้ จึงทำการวิเคราะห์โมเลกุลที่ประกอบภายในผลึกที่ปลูกได้ โดยใช้เทคนิค FT-IR เพื่อวิเคราะห์พันธะในโมเลกุล โดยผลการวัดที่ได้จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดจากงานวิจัยของ Balu [6]

ผลการวัดสเปกตรัมการส่องผ่านอินฟราเรดของผลึก TGS บริสุทธิ์ ที่เลขคลื่นต่างๆ แสดงดังภาพประกอบ 4.8 (ก) เส้นสเปกตรัมที่ได้แสดงการดูดกลืนแสงอินฟราเรด ซึ่งการดูดกลืนที่เกิดขึ้นเป็นผลมาจากอันตรกิริยาระหว่างแสงกับพันธะของโมเลกุล ดังนั้น ในการพิจารณาอัตราการดูดกลืนเหล่านี้จึงวิเคราะห์โดยอ้างอิงจากโครงสร้างพันธะของโมเลกุลไกลซีน และซัลเฟต โครงสร้างของโมเลกุลดังกล่าวแสดงดังภาพประกอบ 4.7 (ก) และ (ข)



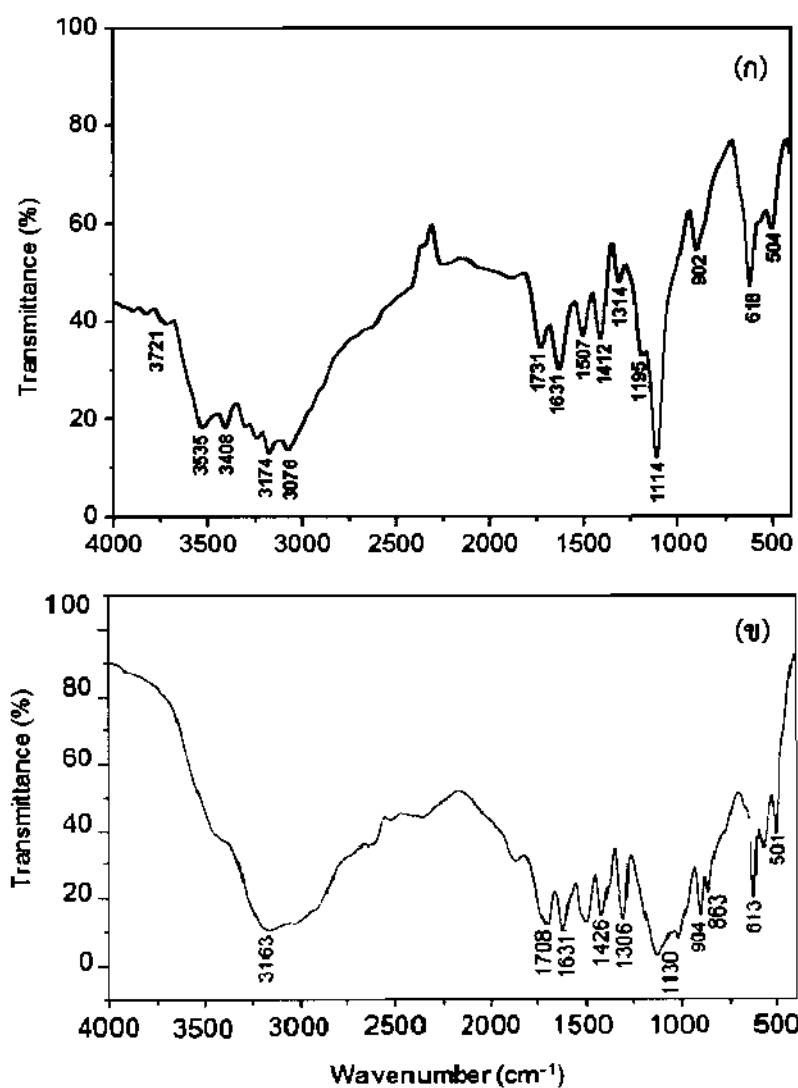
ภาพประกอบ 4.7 (ก) โครงสร้างโมเลกุลไกลซีน

(ข) โครงสร้างโมเลกุลซัลเฟต

โครงสร้างโมเลกุลของไกลซีนประกอบไปด้วยหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญ ได้แก่ หมู่คาร์บอกซิลิก : -COOH (carboxylic group) หมู่อะมิโน : -NH₂ (amino group) และหมู่ไฮโดรคาร์บอน : C-H (hydrocarbon group) ในการวิเคราะห์หมู่คาร์บอกซิลิกจะประกอบไปด้วยพันธะ C=O พันธะ C-O และพันธะ O-H สำหรับการวิเคราะห์หมู่อะมิโนจะประกอบไปด้วยพันธะ N-H และพันธะ C-N

การวิเคราะห์หมู่ไฮโดรคาร์บอนจะประกอบไปด้วยพันธะ C-H นอกจากนี้ ภาพประกอบ 4.7 (ข) แสดงโครงสร้างโมเลกุลของซัลเฟตซึ่งประกอบด้วยพันธะ S-O และพันธะ S=O ซึ่งพันธะเหล่านี้จะมีการดูดกลืนเฉพาะที่แต่ละเลขคลื่น ดังนั้น ตำแหน่งยอดการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่นต่างๆ จะถูกใช้วิเคราะห์โครงสร้างของโมเลกุลภายในผลึก

สเปกตรัมที่ได้ในภาพประกอบ 4.8 (ก) จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมจากงานวิจัยของ Balu และคณะ [6] ดังภาพประกอบ 4.8 (ข) ผลการเปรียบเทียบแสดงดังตาราง 4.1 โดยการกำหนดพันธะที่ดูดกลืนแสงอ้างอิงตามข้อมูลในเอกสารอ้างอิง [9]



ภาพประกอบ 4.8 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS บริสุทธิ์

(ก) กรณีที่ปลูกได้จากโรงงาน

(ข) กรณีจากงานวิจัยของ Balu [6]

ตาราง 4.1 ตำแหน่งเลขคลื่นของการสั่นจากพันธะของหมู่ฟังก์ชันของสาร TGS บริสุทธิ์

หมู่ฟังก์ชัน	พันธะ [9]	เลขคลื่น (cm^{-1}) TGS บริสุทธิ์	
		การทดลอง	งานวิจัย Balu [6]
-COOH	C=O (1690-1760 cm^{-1})	1731	1708
	C-O (1050-1300 cm^{-1})	1195	-
	O-H (3500-3650 cm^{-1})	3535	-
	C-C (800-1250 cm^{-1})	902	904 863
	H bond (2500-2700 cm^{-1})	-	-
-NH ₂	N-H (3300-3500 cm^{-1})	3408 3174	-
	C-N (1180-1360 cm^{-1})	1314	1306
-CH ₂	C-H (1340-1470 cm^{-1})	1412	1426
-SO ₄	S-O (1075-1125 cm^{-1})	1114 618	1130 613
	S=O (1030-1075 cm^{-1})	-	-

ตาราง 4.1 แสดงการดูดกลืนแสงอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่นต่างๆ โดยแต่ละช่วงบอกถึงการดูดกลืนแสงของพันธะของหมู่ฟังก์ชันดังต่อไปนี้ ยอด 3408 cm^{-1} และยอด 3174 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ N-H สำหรับยอด 1314 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C-N การดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเหล่านี้แสดงถึงการดูดกลืนแสงของหมู่อะมิโน สำหรับที่ยอด 1731 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C=O ยอด 1195 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C-O ในขณะที่ยอด 3535 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ O-H และยอด 902 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของ

พันธะ C-C ยอดการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเหล่านี้แสดงถึงการดูดกลืนแสงของหมู่คาร์บอกซิลิก แต่ทั้งนี้ ไม่พบการดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น $2500-2700\text{ cm}^{-1}$ ของ H bond ในหมู่คาร์บอกซิลิก แสดงว่า ไกลซีนไม่จับพันธะกับไกลซีน โดยไกลซีนจับพันธะกับ SO_4 จึงทำให้หมู่คาร์บอกซิลิกไม่เกิดพันธะ ไฮโดรเจน ขณะที่ยอด 1412 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C-H ในหมู่ฟังก์ชัน ไฮโดรคาร์บอน จากยอดการดูดกลืนที่พบเหล่านี้แสดงถึงพันธะในหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลไกลซีนครบ ดังนั้น สามารถยืนยันได้ว่าผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานนี้ มีองค์ประกอบโมเลกุลเป็นไกลซีน นอกจากนี้ ใน หมู่ฟังก์ชันซัลเฟตพบยอด 1114 cm^{-1} และยอด 618 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ S-O แต่ ไม่พบการดูดกลืนแสงของพันธะ S=O แสดงว่าการจับพันธะระหว่างไกลซีนและ SO_4 ทำให้เกิดการ ขัดขวางการสั่นของพันธะ S=O ดังนั้น จึงไม่พบยอดการดูดกลืนของพันธะ S=O ใดๆก็ตาม พันธะ ของโมเลกุลของไกลซีน และซัลเฟตที่พบ สามารถยืนยันได้ว่าผลึกที่ปลูกในโครงงานนี้มีองค์ประกอบ โมเลกุลเป็นผลึก TGS

4.3.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก TGS บริสุทธิ์

สำหรับการศึกษาโครงสร้างของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานนี้ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ถูกใช้เพื่อศึกษาแลตทิซพารามิเตอร์ และระนาบที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบน ผลึกที่ปลูกได้ถูกนำมา ตรวจสอบโดยเทคนิค single-crystal X-ray diffraction และเทคนิค powder X-ray diffraction

1. เทคนิค single-crystal X-ray diffraction

เทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในของผลึกที่ปลูกในโครงงานนี้ ผลที่ได้ถูกนำมา เปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Balu และคณะ [6] แสดงดังตาราง 4.2

ตาราง 4.2 แลตทิซพารามิเตอร์ของ TGS บริสุทธิ์ ที่ปลูกได้เทียบกับงานวิจัยของ Balu [6]

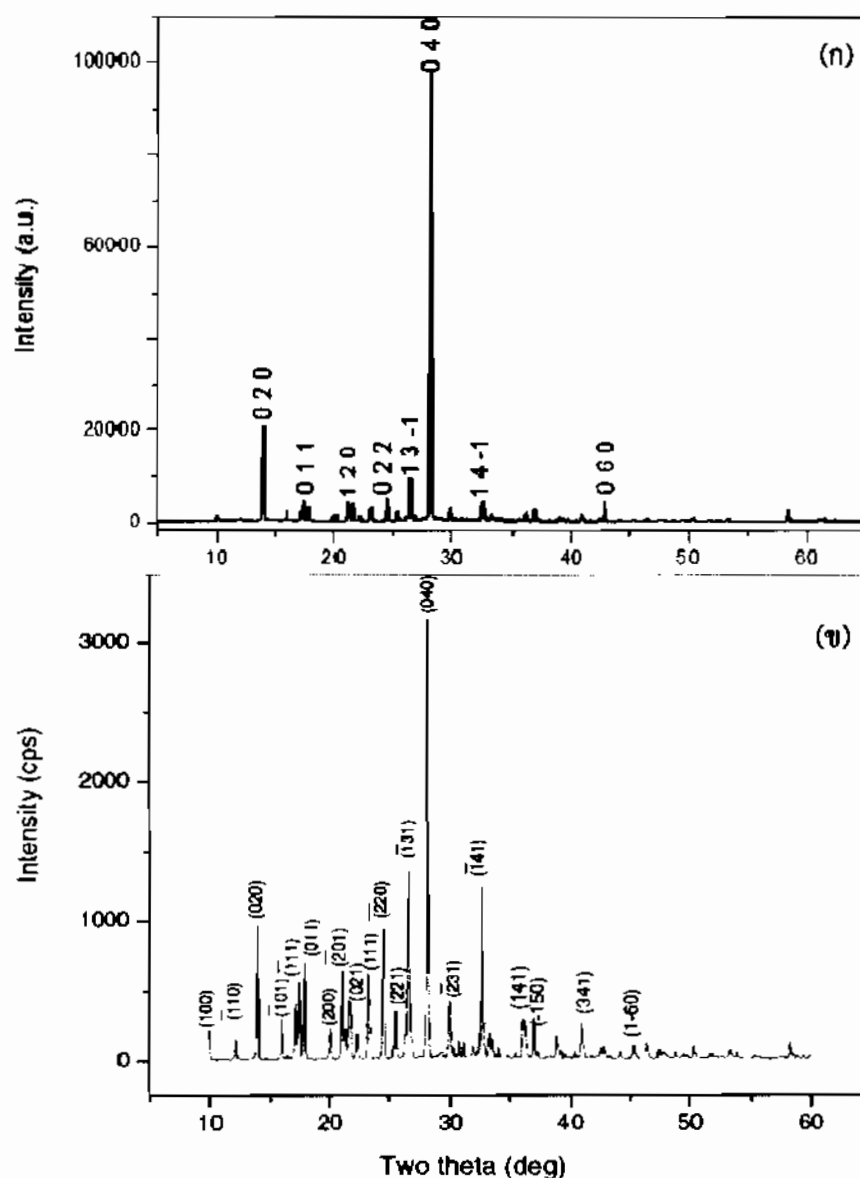
ผลึก TGS	ความยาวด้าน			ขนาดมุม		
	a (nm)	b (nm)	c (nm)	α	β	γ
งานวิจัย	0.915	1.262	0.572	90°	105.59°	90°
การทดลอง	0.916	1.264	0.572	90°	105.54°	90°

ตาราง 4.2 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ของเซลล์หน่วย โดยที่แต่ละด้านบอกถึงความยาวแกน ดังต่อไปนี้ ด้าน a ยาว 0.916 nm สำหรับด้าน b ยาว 1.264 nm ขณะที่ด้าน c ยาว 0.572 และขนาด มุมของระนาบ โดยที่มุม $\alpha = 90^\circ$ ขณะที่มุม $\beta = 105.54^\circ$ และมุม $\gamma = 90^\circ$ จากแลตทิซพารามิเตอร์ เหล่านี้ความยาวด้าน $a \neq b \neq c$ ที่ประกอบด้วยมุม $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ แสดงว่าผลึกที่ปลูกในโครงงาน

มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก เมื่อเทียบกับงานวิจัยของ Balu และคณะ [6] พบว่า มีแลตทิซพารามิเตอร์ตรงกัน ซึ่งแสดงว่าผลึกที่ปลูกได้มีเซลล์หน่วยตรงกับกรณีผลึก TGS มาตรฐาน

2. เทคนิค powder X-ray diffraction

ผลของสเปกตรัมการเลี้ยวเบนที่ได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Balu และคณะ [6] ดังภาพประกอบ 4.9



ภาพประกอบ 4.9 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก TGS บริสุทธิ์

(ก) กรณีที่ปลูกได้จากโครงงาน

(ข) กรณีจากงานวิจัยของ Balu [6]

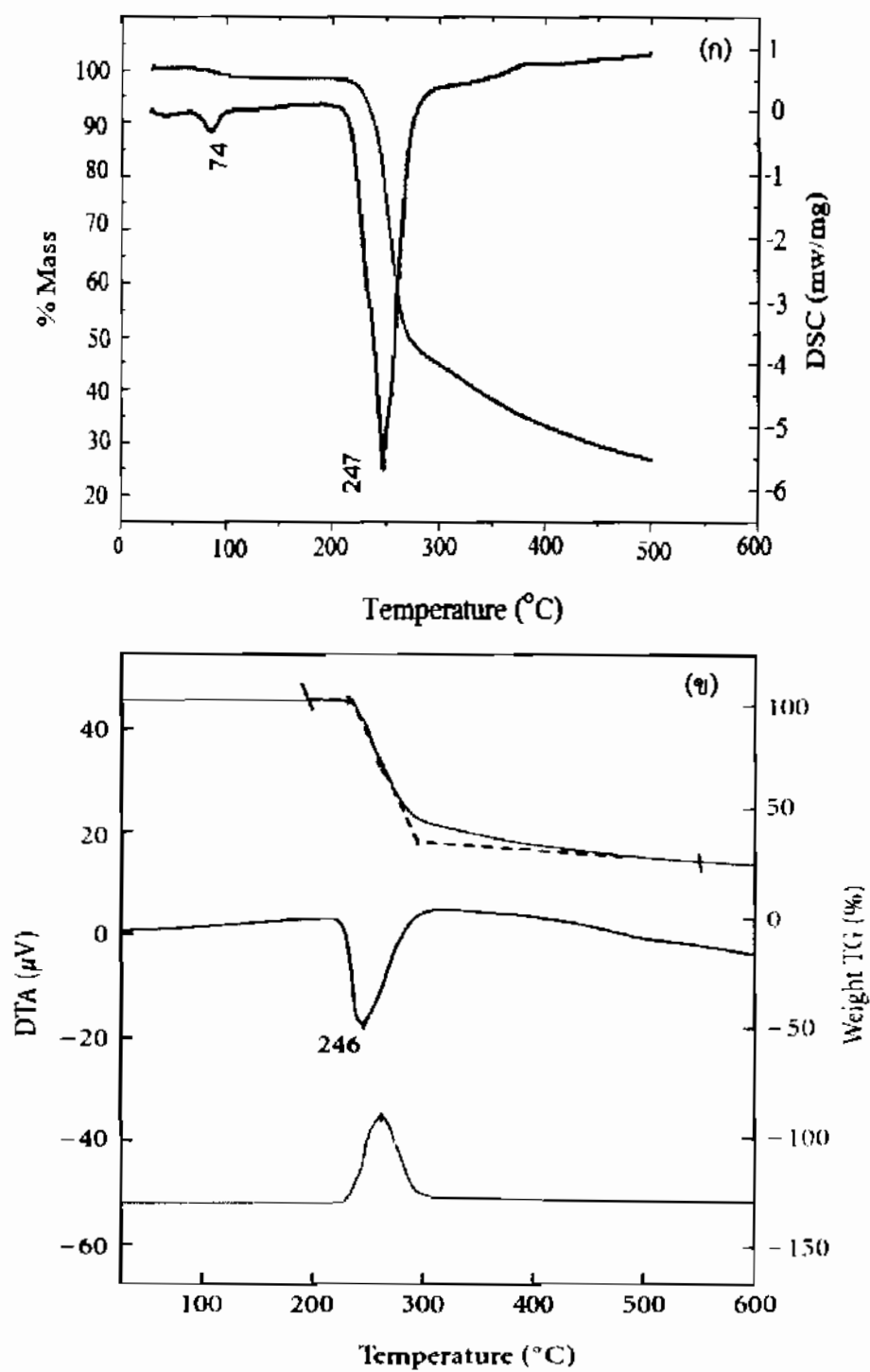
ผลการวัดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของผลึกที่มุมต่างๆ ระบายที่เกิดจากการเลี้ยวเบน ขึ้นกับขนาดและองค์ประกอบของเซลล์หน่วย ขึ้นสารตัวอย่างจะมีระบายที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนเฉพาะสำหรับแต่ละผลึก ดังนั้น ระบายที่เกิดจากการเลี้ยวเบนสามารถใช้ระบุโครงสร้างผลึกที่ปลูกได้ในโครงงาน

สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่ปลูกในโครงงาน แสดงดังภาพประกอบ 4.9 (ก) พบระบายการเลี้ยวเบนของผลึกเกิดขึ้นในมุมการเลี้ยวเบนต่างๆ ดังนี้ ระบาย (020) เกิดขึ้นที่มุม 14° ระบาย (011) เกิดขึ้นที่มุม 17° สำหรับระบาย (120) เกิดขึ้นที่มุม 21° ระบาย (022) เกิดขึ้นที่มุม 24° สำหรับระบาย (13 $\bar{1}$) เกิดขึ้นที่มุม 26° ระบาย (040) เกิดขึ้นที่มุม 28° ขณะที่ระบาย (14 $\bar{1}$) เกิดขึ้นที่มุม 32° และสำหรับระบาย (060) เกิดขึ้นที่มุม 42° จากระบายการเลี้ยวเบนเหล่านี้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Balu และคณะ [6] ดังภาพประกอบ 4.9 (ข) แสดงให้เห็นถึงระบายที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนมีระบายที่ตรงกัน แต่จำนวนยอดที่เกิดการเลี้ยวเบนพบน้อยกว่าในงานวิจัย Balu และคณะ [6] ทั้งนี้อาจเป็นเพราะยอดหลักที่พบมีความเข้มแสงที่สูง ดังนั้น จึงส่งผลให้พบเฉพาะระบายที่สำคัญของผลึก TGS เท่านั้น จากระบายเฉพาะที่พบเหล่านี้ สามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงาน มีโครงสร้างเป็นผลึก TGS

4.3.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์

สำหรับการศึกษาเชิงความร้อนของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานเป็นการวิเคราะห์พฤติกรรมของผลึกตัวอย่างภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสิ่งแวดล้อม ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดประมาณ 5.495 mg เพื่อวิเคราะห์โดยเทคนิค DSC และเทคนิค TG ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง $30-500^{\circ}\text{C}$ ผลของการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับงานวิจัย Farhana และ Jiban [14] ดังภาพประกอบ 4.10

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของผลึกเทียบกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงมวลในช่วงอุณหภูมิ ดังต่อไปนี้ ที่อุณหภูมิ 74°C น้ำหนักที่สูญเสียไปเกิดจากการระเหยของน้ำ ทั้งนี้ผลึกที่ปลูกได้มีจุดหลอมเหลวคงที่ที่อุณหภูมิ 247°C โดยมีลักษณะยอดของเส้นกราฟที่ชัดเจน แต่จากงานวิจัย Farhana และ Jiban มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 246°C ในขณะที่ผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิของจุดหลอมเหลวที่เพิ่มขึ้น อาจเกิดจากการคลาดเคลื่อนในการวัดและเงื่อนไขในการทดสอบแตกต่างกัน ในขณะที่การเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิมากกว่า 270°C น้ำหนักที่สูญเสียไปในช่วงนี้เกิดจากกระบวนการสลายตัวของผลึก



ภาพประกอบ 4.10 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์

(ก) กรณีที่ปลูกได้จากโรงงาน

(ข) กรณีจากงานวิจัยของ Farhana และ Jiban [14]

4.4 ผลของการปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

ผลการปลูกผลึก TGS เจือด้วย Cu 5% mol ดังภาพประกอบ 4.11



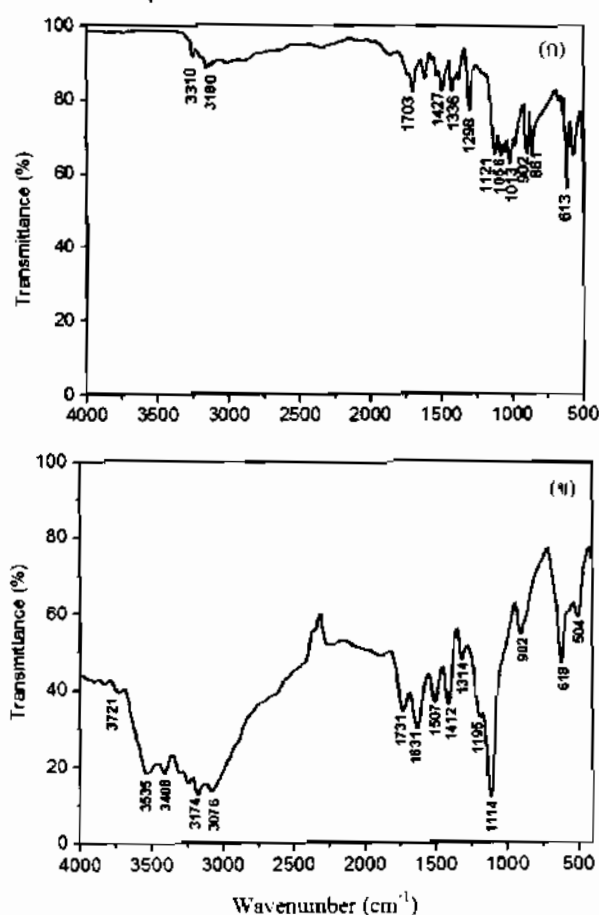
ภาพประกอบ 4.11 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS เจือด้วย Cu 5% mol

จากภาพประกอบ 4.11 เป็นภาพที่ได้จากการปลูกผลึก TGS เจือด้วย Cu 5% mol ในการทดลองใช้ระยะทั้งหมด 49 วัน โดยผลึกจะเริ่มเกิดที่ความเข้มข้นประมาณ 0.45 g/ml (ใช้บีกเกอร์ขนาด 300 ml และมีสารละลายเริ่มต้น 200 ml) ผลึกที่ปลูกได้มีขนาด $20 \times 10 \times 6.4 \text{ mm}^3$ มีน้ำหนักก่อนอบ 3.985 g และมีน้ำหนักหลังอบ 3.981 g นอกจากนี้ผลึกที่ได้มีลักษณะเป็นสีฟ้าโปร่งใส ผิวไม่เรียบ

4.4.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

สเปกตรัมที่ได้ในภาพประกอบ 4.12 (ก) จะถูกนำมาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของผลึก TGS บริสุทธิ์ ดังภาพประกอบ 4.12 (ข) โดยการกำหนดพันธะที่ดูดกลืนแสงอ้างอิงตามข้อมูลในเอกสารอ้างอิง [9] ผลการเปรียบเทียบแสดงดังตาราง 4.3 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนของอินฟราเรดของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu ซึ่งแต่ละช่วงบอกถึงการดูดกลืนแสงของพันธะของหมู่ฟังก์ชันดังต่อไปนี้ ยอด 1336 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C-N ในขณะที่ยอด 3310 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ N-H การดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเหล่านี้แสดงถึงการดูดกลืนแสงของหมู่เอมิโนสำหรับยอด 1703 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C=O นอกจากนี้ยอด 1298 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C-O สำหรับยอด 1013 cm^{-1} ยอด 902 cm^{-1} และยอด 861 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนแสงของพันธะ C-C ยอดการดูดกลืนแสงที่ตำแหน่งเหล่านี้เป็นการดูดกลืนแสงใน

หมู่คาร์บอกซิลิก แต่ไม่พบพันธะ O-H ในหมู่คาร์บอกซิลิก อาจเกิดจากการแตกตัวของหมู่คาร์บอกซิลิกให้ H^+ ลักษณะดังกล่าวทำให้การรวมตัวของโมเลกุลไกลซีนกับไอออนซัลเฟตอาจเกิดพันธะที่แตกต่างจากการเกิดพันธะปกติภายในโมเลกุล TGS และไม่พบการดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น $2500-2700\text{ cm}^{-1}$ ของ H bond ในหมู่คาร์บอกซิลิก แสดงว่าไกลซีนไม่จับพันธะกับไกลซีน โดยไกลซีนจับพันธะกับ SO_4 จึงทำให้หมู่คาร์บอกซิลิกไม่เกิดพันธะไฮโดรเจน ขณะที่ยอด 1427 cm^{-1} เป็นยอดการดูดกลืนของพันธะ C-H ในหมู่ฟังก์ชันไฮโดรคาร์บอน อีกทั้งยังพบการดูดกลืนแสงในหมู่ซัลเฟต โดยพบยอด 1121 cm^{-1} และยอด 613 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ S-O ในขณะที่ยอด 1056 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนของพันธะ S=O ทั้งนี้ในผลึกบริสุทธิ์ไม่พบการดูดกลืนของพันธะ S=O ในหมู่ซัลเฟต เป็นไปได้ว่าไกลซีนมีการจับพันธะกับ SO_4 จึงอาจขัดขวางการสั่นของ S=O แต่เมื่อมีการเจือ Cu ทำให้อะตอมของ Cu อาจเข้าไปแทรกในโครงผลึก TGS ส่งผลให้การจับพันธะของไกลซีนกับ SO_4 อ่อนลง จึงพบยอดการดูดกลืนของพันธะ S=O จากองค์ประกอบโมเลกุลของไกลซีนและซัลเฟตที่พบสามารถยืนยันได้ว่าผลึกที่ปลูกในโครงงานนี้มีองค์ประกอบโมเลกุลเป็นผลึก TGS



ภาพประกอบ 4.12 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS

(ก) กรณีที่เติมเจือ Cu 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

ตาราง 4.3 ตำแหน่งเลขคลื่นของการสั่นจากพันธะของหมู่ฟังก์ชันของ TGS บริสุทธิ์ และ ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

หมู่ฟังก์ชัน	พันธะ [9]	เลขคลื่น (cm^{-1})	
		TGS เจือ Cu 5% mol	TGS บริสุทธิ์
-COOH	C=O (1690-1760 cm^{-1})	1703	1731
	C-O (1050-1300 cm^{-1})	1079 1298	1195
	O-H (3500-3650 cm^{-1})	-	3535
	C-C (800-1250 cm^{-1})	1013 902 861	902
	H bond (2500-2700 cm^{-1})	-	-
-NH ₂	N-H (3300-3500 cm^{-1})	3310	3408 3174
	C-N (1180-1360 cm^{-1})	1336	1314
-CH ₂	C-H (1340-1470 cm^{-1})	1427	1412
-SO ₄	S-O (1075-1125 cm^{-1})	1121 613	1114 618
	S=O (1030-1075 cm^{-1})	1056	-

4.4.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

สำหรับการศึกษาโครงสร้างของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu ที่ปลูกได้ในโครงงานนี้ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ถูกใช้เพื่อศึกษาผลึกพาราไมเตอร์ และระนาบที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนผลึกที่ปลูกได้ถูกนำมาตรวจสอบโดยเทคนิค single-crystal X-ray diffraction และเทคนิค powder X-ray diffraction

1. เทคนิค single-crystal X-ray diffraction

ลักษณะโครงสร้างภายในของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานนี้ ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค single-crystal X-ray diffraction ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดประมาณ $0.05 \times 0.10 \times 0.10 \text{ mm}^3$ ผลึกได้นำมาเปรียบเทียบกับผลึก TGS บริสุทธิ์ แสดงดังตาราง 4.4

ตาราง 4.4 แลตทิซพารามิเตอร์ของผลึกบริสุทธิ์ เทียบกับผลึกที่เจือด้วย Cu

ผลึก TGS	ความยาวด้าน			ขนาดมุม		
	a (nm)	b (nm)	c (nm)	α	β	γ
บริสุทธิ์	0.916	1.264	0.572	90°	105.54°	90°
เจือ Cu 5% mol	1.831	2.528	0.572	90°	105.52°	90°

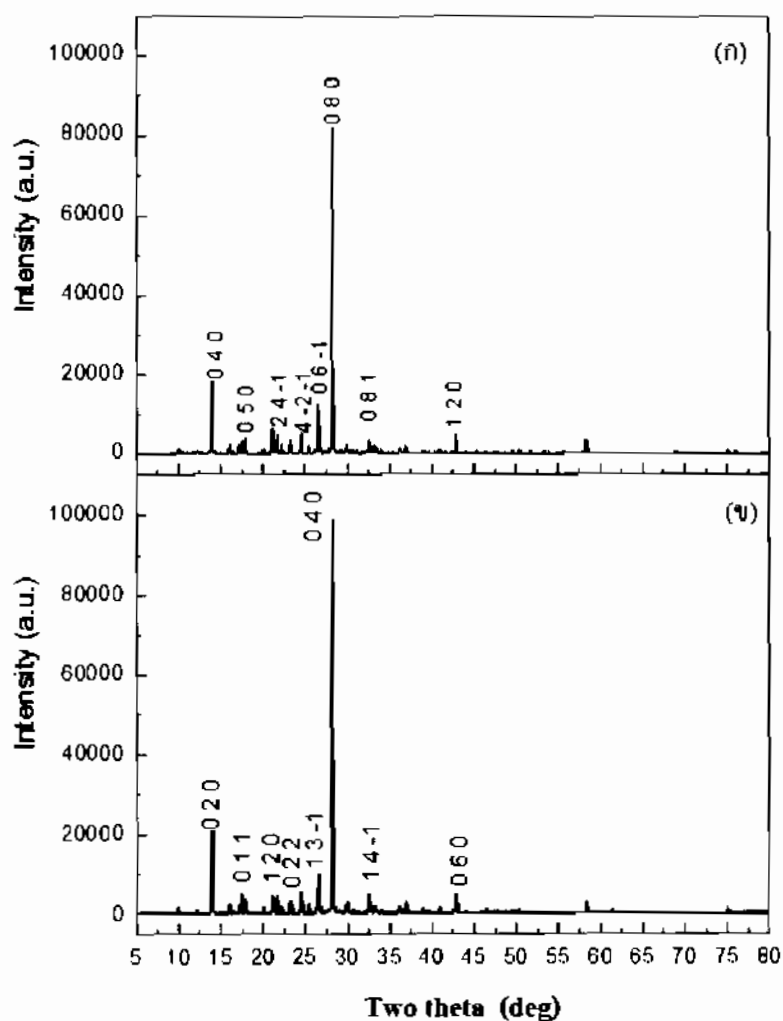
ตาราง 4.4 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ของเซลล์หน่วย โดยที่แต่ละด้านบอกถึงความยาวแกน ดังต่อไปนี้ ด้าน a ยาว 1.831 nm สำหรับด้าน b ยาว 2.528 nm ขณะที่ด้าน c ยาว 0.572 nm และมุม $\alpha = 90^\circ$ มุม $\beta = 105.52^\circ$ ขณะที่มุม $\gamma = 90^\circ$ จากแลตทิซพารามิเตอร์เหล่านี้ ความยาวด้าน $a \neq b \neq c$ ที่ประกอบด้วยมุม $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ แสดงว่าผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานนี้ มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก แต่อย่างไรก็ตาม ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu มีความยาวด้าน a และ b ที่แตกต่างจากผลึก TGS บริสุทธิ์ โดยมีขนาดเพิ่มขึ้นเป็นสองเท่า แสดงว่าอะตอม Cu อาจเข้าไปแทรกหรือแทนที่ในโครงผลึก ซึ่งอาจส่งผลต่อตำแหน่งหรือลักษณะการรวมตัวของโมเลกุลไกลซีนกับโมเลกุลซัลเฟต ทำให้ขนาดของแลตทิซพารามิเตอร์เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่อย่างไรก็ตาม เพื่อยืนยันตำแหน่งของ Cu ในโครงผลึก TGS จำเป็นต้องทำการศึกษาเพิ่มเติมต่อไป

2. เทคนิค powder X-ray diffraction

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค powder X-ray diffraction สำหรับเทคนิคนี้การเตรียมชิ้นตัวอย่างผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานจะถูกบดให้เป็นผง โดยพิจารณามุมการเลี้ยวเบนในช่วง $5^\circ - 80^\circ$ ในการศึกษาโครงร่างของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงาน ผลของสเปกตรัมการเลี้ยวเบนที่ได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับ TGS บริสุทธิ์ ดังภาพประกอบ 4.13

ภาพประกอบ 4.13 แสดงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของผลึก พบว่า มีระนาบที่สำคัญเกิดขึ้นที่มุมการเลี้ยวเบนดังนี้ ระนาบ (040) เกิดขึ้นที่มุม 14° ระนาบ (050) เกิดขึ้นที่มุม 17° ระนาบ $(24\bar{1})$ เกิดขึ้นที่มุม 21° ระนาบ $(4\bar{2}\bar{1})$ เกิดขึ้นที่มุม 23° ระนาบ $(06\bar{1})$ เกิดขึ้นที่มุม 26° ระนาบ (080) เกิดขึ้นที่มุม 28° ระนาบ (081) เกิดขึ้นที่มุม 32° และระนาบ $(1\ 12\ 0)$ เกิดขึ้นที่มุม 43° เมื่อเทียบกับ

ผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu มีมุมที่เกิดจากการเลี้ยวเบนตรงกัน แต่ระนาบที่เกิดจากการเลี้ยวเบนแตกต่างจาก TGS บริสุทธิ์ อาจเป็นไปได้ว่า อะตอมของ Cu มีการแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างผลึกของ TGS ทำให้ระนาบของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu แตกต่างจากผลึก TGS บริสุทธิ์ โดยมีขนาดผลึกเป็นสองเท่า จึงทำให้ระนาบเปลี่ยนไป ส่งผลให้ลักษณะโครงสร้างขยายใหญ่ขึ้นและผิดเพี้ยนแต่อย่างไรก็ตาม จากการศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR เมื่อวิเคราะห์การสั่นของพันธะในหมู่ฟังก์ชัน พบว่า ยอดที่เกิดขึ้นมีตำแหน่งใกล้เคียงกับมุมเลี้ยวเบนในกรณี TGS บริสุทธิ์ ดังนั้น จึงสามารถยืนยันได้ว่าการเจือด้วย Cu ไม่ส่งผลต่อลักษณะการจัดเรียงตัวของเบซิสในโครงผลึก ทำให้ได้ผลึกที่มีลักษณะเชิงโครงสร้างใกล้เคียงกับผลึก TGS บริสุทธิ์



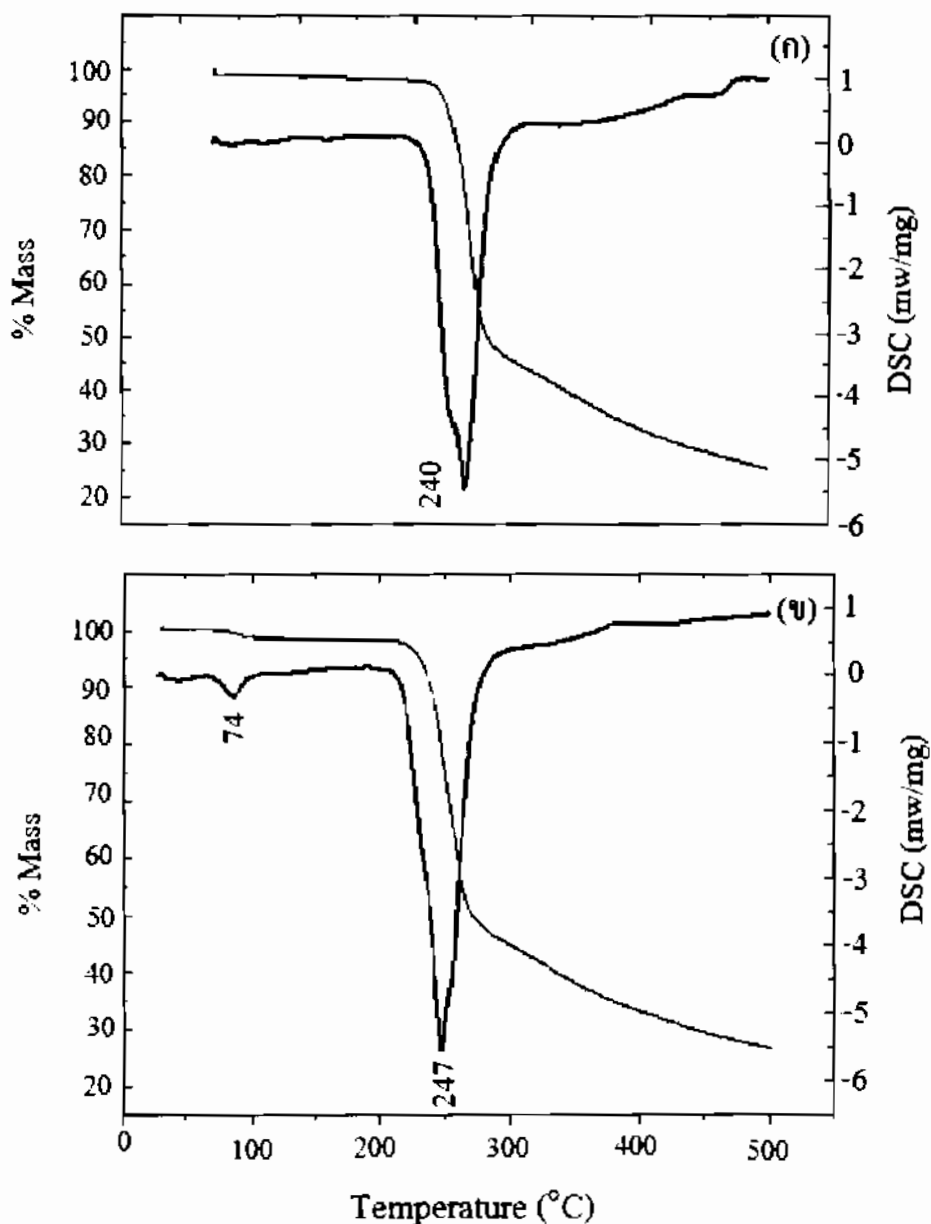
ภาพประกอบ 4.13 สเปกตรัม XRD ของผลึก TGS

(ก) กรณีที่ถูกเจือ Cu 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

4.4.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

สำหรับการวิเคราะห์เชิงความร้อนในโครงการนี้ เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงพฤติกรรมของชั้นสาร การเปลี่ยนเฟส และการเปลี่ยนแปลงจุดหลอมเหลวของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu ผลึกตัวอย่างจะถูกเตรียมให้มีน้ำหนัก 4.829 mg โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 30-500 °C ผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนที่ได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับผลึก TGS บริสุทธิ์ ดังภาพประกอบ 4.14



ภาพประกอบ 4.14 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS

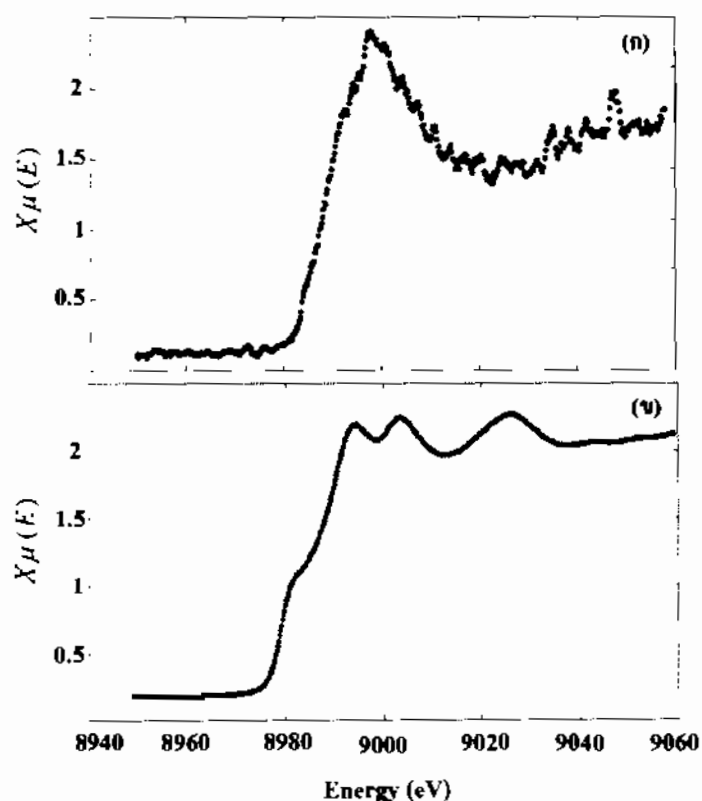
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Cu 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

ภาพประกอบ 4.14 แสดงการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก พบว่า ที่ช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C ไม่พบการสูญเสียมวล ซึ่งแตกต่างจากกรณีของผลึก TGS บริสุทธิ์ที่มีน้ำหนักที่สูญเสียน้ำจากการระเหยของน้ำ ในขณะที่พบการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิ 240 °C เกิดจากการเปลี่ยนสถานะของผลึกจากของแข็งเป็นของเหลว และที่อุณหภูมิมากกว่า 270 °C น้ำหนักที่สูญเสียน้ำในชวณนี้เกิดจากปฏิกิริยาการสลายตัวของผลึก เมื่อเทียบกับการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า การเจือส่งผลให้อุณหภูมิที่เปลี่ยนสถานะลดลง แสดงว่าอะตอมของสารเจือเข้าไปแทรกในโครงผลึกส่งผลให้การยึดเหนี่ยวของโมเลกุลภายในโครงผลึกไม่แข็งแรง

4.4.4 การศึกษาการดูดกลืนของรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu

การศึกษาหาลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้นเมื่อมีการเจือสาร Cu ในผลึก TGS โดยใช้เครื่อง X-ray absorption spectroscopy (XAS) ในโครงงานนี้ใช้การวัด XAS แบบเรืองแสง (fluorescence-mode XAS) ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดพื้นที่ผิว 0.5X1 cm² ผลของสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์แสดงดังภาพประกอบ 4.15



ภาพประกอบ 4.15 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์แบบ XANES ของผลึก TGS

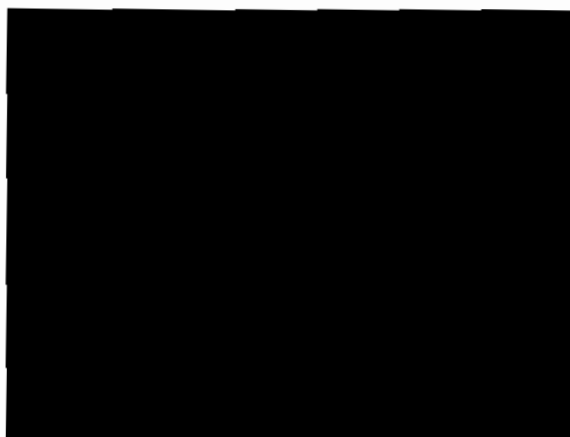
(ก) กรณี TGS เจือ Cu 5% mol

(ข) ค่าการเรืองแสงมาตรฐานของ Cu

จากภาพประกอบ 4.15 แสดงสเปกตรัมการเรืองแสงเนื่องจากการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol พบว่า มีการเรืองแสงอะตอมของ Cu ในช่วงพลังงาน 8950–9060 eV เมื่อเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐานของ Cu ดังนั้น สามารถยืนยันได้ว่าการเจือ CuSO_4 ในปริมาณความเข้มข้น 5 % mol จะเกิดการแทรกตัวของ Cu ในโครงสร้างของผลึก TGS

4.5 ผลของการปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn และอภิปรายผล

ผลการปลูกผลึก TGS เจือด้วย Zn 5% mol แสดงดังภาพประกอบ 4.16



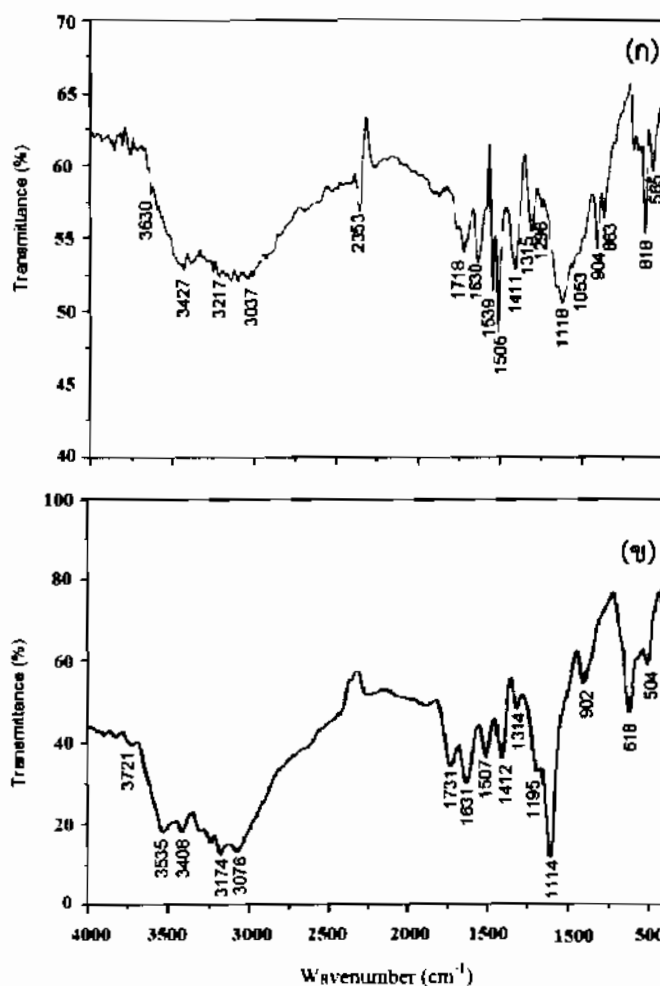
ภาพประกอบ 4.16 ภาพถ่ายลักษณะภายนอกของผลึก TGS เจือด้วย Zn 5% mol

จากภาพประกอบ 4.16 เป็นภาพที่ได้จากการปลูกผลึก TGS เจือด้วย Zn 5% mol ในการทดลองใช้ระยะเวลาทั้งหมดในการเกิดผลึก 51 วัน โดยผลึกจะเกิดที่ความเข้มข้นประมาณ 0.45 g/ml (ใช้บีกเกอร์ขนาด 300 ml และมีสารละลายเริ่มต้น 200 ml) มีขนาด $20 \times 10 \times 3.5 \text{ mm}^3$ มีน้ำหนักก่อนอบ 2.662 g และมีน้ำหนักหลังอบ 2.632 g นอกจากนี้ผลึกที่ปลูกได้มีลักษณะผิวเรียบ โปร่งใส

4.5.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn

ผลการวิเคราะห์ผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn ได้เส้นสเปกตรัมดังภาพประกอบ 4.17 (ก) เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของผลึก TGS บริสุทธิ์ ดังภาพประกอบ 4.17 (ข) ผลการเปรียบเทียบแสดงดังตาราง 4.5 โดยการกำหนดพันธะที่ดูดกลืนแสงอ้างอิงตามข้อมูลในเอกสารอ้างอิง [9] ตาราง 4.5 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn 5% mol พบยอดสเปกตรัมเกิดขึ้นในช่วงเลขคลื่นดังนี้ ยอด 3427 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ N-H และ ยอด 1315 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C-N พันธะเหล่านี้แสดงการดูดกลืนแสงในหมู่อะมิโน สำหรับที่ยอด 3630 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ O-H ยอด 1718 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C=O ขณะที่ยอด 904 cm^{-1} และ ยอด 863 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C-C สำหรับยอด

1296 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงพันธะ C-O พันธะเหล่านี้เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะในหมู่คาร์บอกซิลิก แต่ไม่พบการดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น $2500\text{--}2700\text{ cm}^{-1}$ ของ H bond ในหมู่คาร์บอกซิลิก แสดงว่าไกลซีนไม่จับพันธะกับไกลซีน โดยไกลซีนจับพันธะกับ SO_4 จึงทำให้หมู่คาร์บอกซิลิกไม่เกิดพันธะไฮโดรเจน สำหรับที่ยอด 1411 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ C-H ของหมู่ไฮโดรคาร์บอน นอกจากนี้ พຍဝယဝ 1118 cm^{-1} และ 618 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ S-O ขณะที่ 1053 cm^{-1} เป็นการดูดกลืนแสงของพันธะ S=O ในหมู่ซัลเฟต ทั้งนี้ผลกับวิธีที่ไม่พบการดูดกลืนพันธะ S=O ในหมู่ซัลเฟต เป็นไปได้ว่าไกลซีนมีการจับพันธะกับ SO_4 จึงอาจขัดขวางการสั่นของ S=O แต่เมื่อมีการเจือ Zn จึงอาจทำให้อะตอมของ Zn อาจเข้าไปแทรกในโครงผลึก TGS ส่งผลให้การจับพันธะของไกลซีนกับ SO_4 อ่อนลง จึงพบยอดการดูดกลืนของพันธะ S=O อย่างไรก็ตาม ยอดดูดกลืนแสงเหล่านี้แสดงถึงพันธะในหมู่ฟังก์ชันของไกลซีนและซัลเฟตครบ ดังนั้น สามารถยืนยันได้ว่าผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานเป็นผลึก TGS



ภาพประกอบ 4.17 สเปกตรัม FT-IR ของผลึก TGS

(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

ตาราง 4.5 ตำแหน่งเลขคลื่นของการสั่นจากพันธะของหมู่ฟังก์ชันของสาร TGS เจือด้วย Zn

หมู่ฟังก์ชัน	พันธะ [9]	เลขคลื่น (cm^{-1})	
		TGS เจือ Zn 5% mol	TGS บริสุทธิ์
-COOH	C=O (1690-1760 cm^{-1})	1718	1731
	C-O (1050-1300 cm^{-1})	1296	1195
	O-H (3500-3650 cm^{-1})	3630	3535
	C-C (800-1250 cm^{-1})	904 863	902
	H bond (2500-2700 cm^{-1})	-	-
-NH ₂	N-H (3300-3500 cm^{-1})	3427	3408 3174
	C-N (1180-1360 cm^{-1})	1315	1314
-CH ₂	C-H (1340-1470 cm^{-1})	1411	1412
-SO ₂	S-O (1075-1125)	1118 618	1114 618
	S=O (1030-1075 cm^{-1})	1053	-

4.5.2 การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn

สำหรับการศึกษาโครงสร้างของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จึงถูกใช้เพื่อศึกษาแลตทิซพารามิเตอร์ และระนาบที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ผลึกที่ปลูกได้ถูกนำมาตรวจสอบโดยเทคนิค single-crystal X-ray diffraction และเทคนิค powder X-ray diffraction

1. เทคนิค single-crystal X-ray diffraction

การศึกษาลักษณะโครงสร้างภายในของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn วิเคราะห์ด้วยเทคนิค single-crystal X-ray diffraction ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดประมาณ $0.1 \times 0.1 \times 0.38 \text{ mm}^3$ ผลึกที่ได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับผลึก TGS บริสุทธิ์ แสดงดังตาราง 4.6

ตาราง 4.6 แลตทิซพารามิเตอร์ของผลึกบริสุทธิ์ เทียบกับผลึกที่เจือด้วย Zn

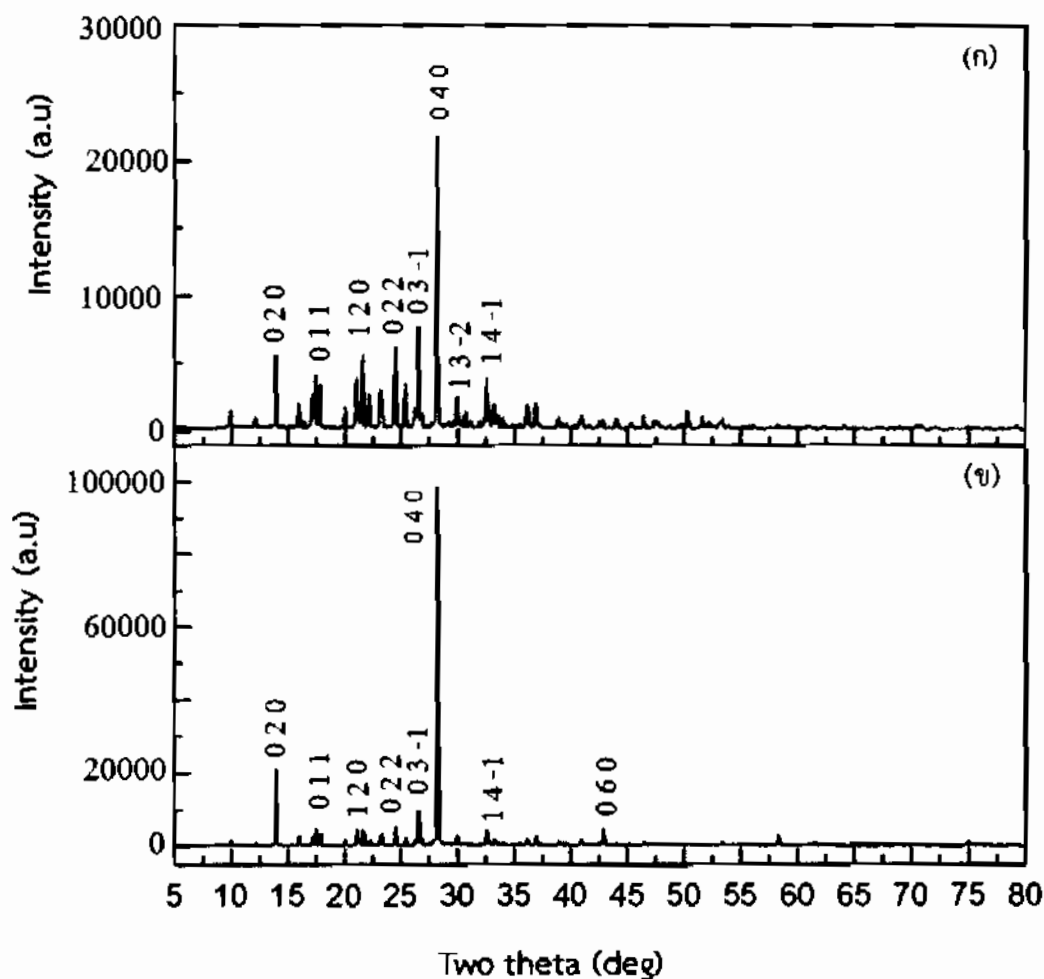
ผลึก TGS	ความยาวด้าน			ขนาดมุม		
	a (nm)	b (nm)	c (nm)	α	β	γ
บริสุทธิ์	0.916	1.264	0.572	90°	105.54°	90°
เจือ Zn 5% mol	0.916	1.266	0.573	90°	105.56°	90°

ตารางที่ 4.6 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ของเซลล์หน่วย โดยที่แต่ละด้านมีความยาวแกนดังต่อไปนี้ ด้าน a ยาว 0.916 nm ด้าน b ยาว 1.266 nm ขณะที่ด้าน c ยาว 0.573 และขนาดมุมของระนาบ โดยที่มุม $\alpha = 90^\circ$ มุม $\beta = 105.56^\circ$ และมุม $\gamma = 90^\circ$ จากแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้แสดงความยาวด้าน $a \neq b \neq c$ ที่ประกอบด้วยมุม $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ ดังนั้น ผลึกที่ปลูกได้ในโครงงานนี้จึงมีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก จากแลตทิซพารามิเตอร์ที่วัดได้เมื่อเทียบกับผลึก TGS บริสุทธิ์ ที่ปลูกได้ในโครงงาน พบว่า ค่าแลตทิซพารามิเตอร์มีขนาดเท่ากัน ดังนั้น การเจือด้วย Zn จึงไม่ส่งผลต่อโครงสร้างของผลึก TGS

2. เทคนิค powder X-ray diffraction

ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกที่ปลูกได้ในโครงงาน ผลของสเปกตรัมการเลี้ยวเบนที่วัดได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับผลการวัดของผลึก TGS บริสุทธิ์ ที่ปลูกในโครงงาน ดังภาพประกอบ 4.18 โดยผลการวัดสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของผลึกที่มุมต่างๆ ระนาบที่เกิดจากการเลี้ยวเบน ขึ้นกับตำแหน่งและชนิดภายในอะตอมของเซลล์หน่วย ดังนั้น จึงสามารถใช้ระนาบที่เกิดจากการเลี้ยวเบนเพื่อระบุโครงสร้างผลึกที่ปลูกในโครงงานได้ สเปกตรัมการเลี้ยวเบนของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn แสดงดังภาพประกอบ 4.18 (ก) พบว่า มีระนาบที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนต่างๆ ดังนี้ ระนาบ (020) เกิดขึ้นที่มุม 14° ระนาบ (011) เกิดขึ้นที่มุม 17° สำหรับระนาบ (120) เกิดขึ้นที่มุม 21° ระนาบ (022) เกิดขึ้นที่

มุม 24° ระนาบ (03 $\bar{1}$) เกิดขึ้นที่มุม 26° ขณะที่ระนาบ (040) เกิดขึ้นที่มุม 28° ระนาบ (13 $\bar{2}$) เกิดขึ้นที่มุม 30° และระนาบ (14 $\bar{1}$) เกิดขึ้นที่มุม 32° จากระนาบที่พบเหล่านี้ เมื่อเทียบกับระนาบการเลี้ยวเบนของผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า ระนาบที่เกิดจากมุมการเลี้ยวเบนตรงกัน ทั้งนี้อาจเป็นเพราะการเจือสาร Zn ในปริมาณความเข้มข้นที่ต่ำ จึงไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างโดยรวมของผลึก ทำให้โครงสร้างของผลึกที่ปลูกได้มีโครงสร้างเหมือนกับผลึก TGS บริสุทธิ์



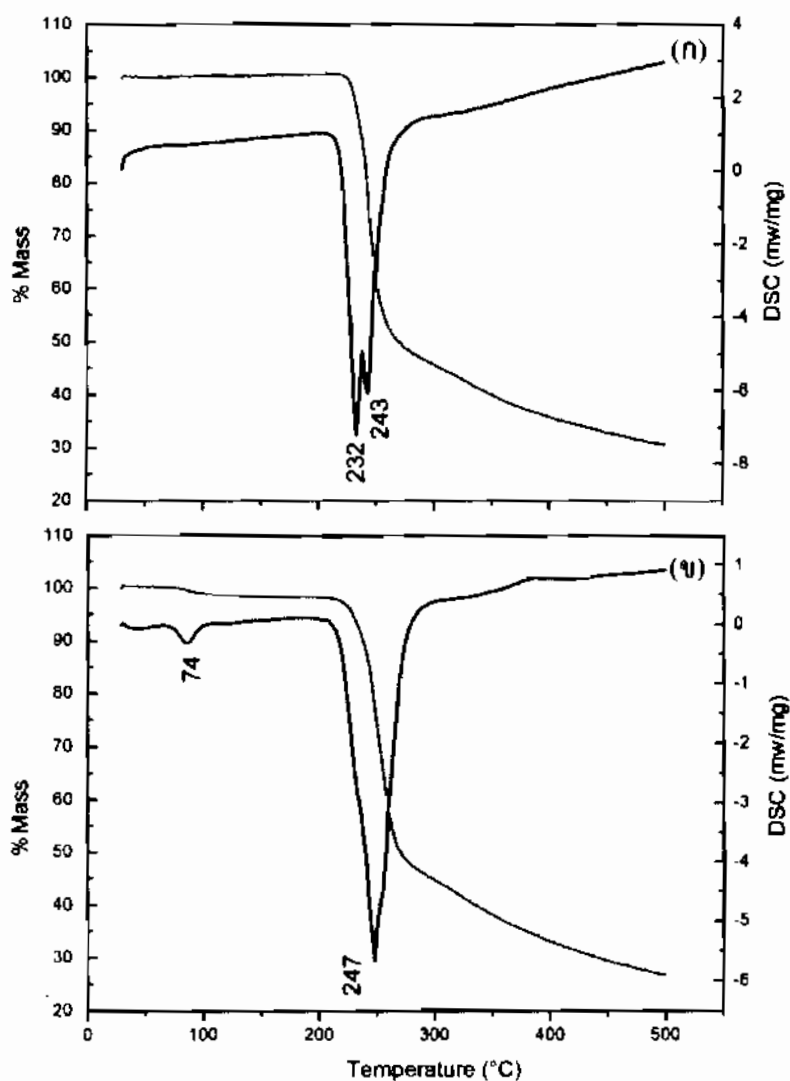
ภาพประกอบ 4.18 สเปกตรัม XRD ของผลึก TGS

(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

4.5.3 เทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn

สำหรับการศึกษาการเปลี่ยนเฟส และการเปลี่ยนแปลงจุดหลอมเหลวของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดประมาณ 3.55 mg เพื่อนำมาตรวจสอบด้วยเทคนิค TG/DSC ผลที่ได้แสดงดังภาพประกอบ 4.19



ภาพประกอบ 4.19 การวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS

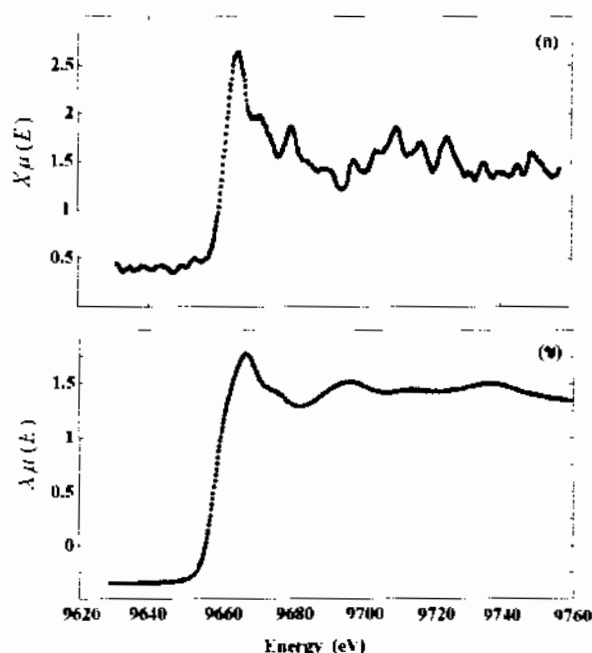
(ก) กรณีที่ถูกเจือ Zn 5% mol

(ข) กรณีของสารบริสุทธิ์

ภาพประกอบ 4.19 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก พบว่า ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 200°C ไม่มีน้ำหนักที่สูญเสียไปซึ่งแตกต่างจากผลึก TGS บริสุทธิ์ที่มีน้ำหนักที่สูญเสียจากการระเหยของน้ำ ในขณะที่พบการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิ 232°C และ 243°C ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนสถานะของผลึกจากของแข็งเป็นของเหลว จุดหลอมเหลวที่ปรากฏขึ้น 2 จุดอาจเป็นผลมาจากกระจายตัวของ Zn ในผลึก TGS ไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้ความเข้มข้นของสารเจือ Zn มีค่าไม่คงที่ทั่วชิ้นผลึก สำหรับที่อุณหภูมิมากกว่า 270°C น้ำหนักที่สูญเสียไปในช่วงนี้เกิดจากกระบวนการสลายตัวของผลึก แต่อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu พบว่าความเข้มข้นของสารเจือ Cu มีการกระจายตัวสม่ำเสมอทั่วชิ้นผลึกทำให้มีจุดหลอมเหลวจุดเดียว และเมื่อเทียบกับการวิเคราะห์เชิงความร้อนของผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า การเจือส่งผลให้อุณหภูมิที่เปลี่ยนสถานะลดลง แสดงว่าอะตอมของสารเจือเข้าไปแทรกในโครงผลึกส่งผลให้พลังงานยึดเหนี่ยวของโมเลกุลภายในโครงผลึกมีค่าลดลง

4.5.4 การศึกษาการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย Zn

การศึกษาหาลักษณะโครงสร้างที่เกิดขึ้นเมื่อมีการเจือสาร Zn ในผลึก TGS โดยใช้เครื่อง X-ray absorption spectroscopy (XAS) ในโครงงานนี้ใช้การวัด XAS แบบเรืองแสง (fluorescence-mode XAS) ผลึกตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาด $0.5 \times 1 \text{ cm}^2$ ผลของสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์แสดงดังภาพประกอบ 4.20



ภาพประกอบ 4.20 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS

(ก) กรณิผลึก TGS เจือ Zn 5% mol

(ข) ค่าการเรืองแสงมาตรฐานของ Zn

จากภาพประกอบ 4.20 แสดงสเปกตรัมการเรืองแสงการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของผลึก TGS ที่เจือด้วย ZnSO_4 5% mol พบการเรืองแสงอะตอมของ Zn ในช่วงพลังงาน 9630-9760 eV เมื่อเทียบกับสเปกตรัมมาตรฐานของ Zn พบว่า มีสเปกตรัมการดูดกลืนที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้น สามารถยืนยันได้ว่าการเจือ ZnSO_4 ในปริมาณความเข้มข้น 5% mol จะเกิดการแทรกตัวของ Zn ในโครงสร้างของผลึก TGS

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการปลูกผลึกและการกำหนดลักษณะเฉพาะของผลึก TGS บริสุทธิ์ ผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Cu และผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Zn โดยใช้วิธีปลูกผลึกจากสารละลายที่อุณหภูมิ 49 °C โดยการนำผลึกที่ปลูกได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติด้วยเทคนิค FT-IR XRD TG/DSC และ XAS ในการทดลองนี้สามารถสรุปผลโดยมีรายละเอียดดังนี้

5.1 สรุปผลการทดลองผลึก TGS บริสุทธิ์

จากผลการทดลองเบื้องต้นได้เงื่อนไขสำหรับการปลูกผลึกจริงที่อุณหภูมิ 49 °C และความเข้มข้นที่ผลึกเริ่มเกิดที่ประมาณ 0.45 g/ml นำมาสู่การปลูกผลึกจริง โดยโครงการนี้ใช้วิธีการปลูกผลึกจากสารละลาย โดยเร่งอัตราการระเหยเพื่อเร่งกระบวนการระเหยตัวทำละลายจึงปลูกผลึกที่อุณหภูมิ 60 °C ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ จากความเข้มข้นเริ่มต้น 0.25 g/ml ให้สารละลายมีความเข้มข้นประมาณ 0.42 g/ml จากนั้นลดอุณหภูมิปลูกผลึก TGS เป็น 49 °C และทำการลดพื้นที่ผิวเปิดเป็น 10% ซึ่งใช้ระยะเวลาทั้งหมดในการเกิดผลึก 47 วัน มีขนาด $45 \times 18 \times 4.7 \text{ mm}^3$ และมีน้ำหนัก 4.57 g

ผลึก TGS ที่ปลูกได้จากเงื่อนไขข้างต้น มีลักษณะผิวเรียบ โปร่งใส ซึ่งมีลักษณะคล้ายคลึงกับผลึกที่ปลูกจากกระบวนการระเหยด้วยความร้อนคงที่ ดังนั้น การปลูกผลึก TGS ที่เร่งอุณหภูมิในขณะปลูก ไม่ส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพของผลึก TGS บริสุทธิ์ นอกจากนั้น พบว่า ผลึกที่ปลูกได้มีองค์ประกอบโมเลกุลเป็น TGS โดยพบทุกหมู่ฟังก์ชันตามโครงสร้างของโมเลกุลของไกลซีนและโครงสร้างของโมเลกุลของซัลเฟต ซึ่งแสดงผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และผลึก TGS ที่ปลูกได้มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก โดยมีแฉกทวิซพารามิเตอร์ $a \neq b \neq c$ มุม $\alpha = \gamma = 90^\circ$ และ $\beta = 105.54^\circ$ ซึ่งแสดงจากผลการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทั้งนี้ผลึกที่ปลูกได้มีจุดหลอมเหลวคงที่ที่อุณหภูมิ 247 °C โดยมีลักษณะยอดของเส้นกราฟที่ชัดเจน แต่จากเอกสารอ้างอิง [15] มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 246 °C ความแตกต่างของจุดหลอมเหลวที่เกิดขึ้นอาจเนื่องมาจากความคลาดเคลื่อนจากการวัดและความแตกต่างของเงื่อนไขในการทดสอบ

5.2 สรุปผลการทดลองผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Cu

จากการศึกษาการปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol โดยใช้เงื่อนไขในการปลูกผลึกเช่นเดียวกันกับการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า สามารถเจือผลึก CuSO_4 ในปริมาณ 5% mol ได้ ซึ่ง

ผลึกที่ปลูกได้มีลักษณะเป็นสี่ฟ้าโปร่งใส ผิวไม่เรียบ ขนาด $20 \times 10 \times 6.4 \text{ mm}^3$ และมีน้ำหนัก 3.32 g

ผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu 5% mol ที่ปลูกได้ มีผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XAS ที่แสดงให้เห็นว่าการเจือ CuSO_4 ในปริมาณความเข้มข้น 5% mol เกิดการแทรกตัวของ Cu ในโครงสร้างของผลึก TGS แต่ไม่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็นสารตัวใหม่ ผลจากการศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR แสดงให้เห็นว่าในการเจือด้วย Cu ไม่มีผลกระทบต่อโครงสร้างหลักของโมเลกุลองค์ประกอบของผลึก TGS แต่ในการเจือ Cu จะส่งผลให้จุดหลอมเหลวของผลึกเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu จะมีอุณหภูมิที่เปลี่ยนสถานะลดลงจากผลึก TGS บริสุทธิ์ และผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงให้เห็นว่าผลึก TGS เจือด้วย Cu ที่ปลูกได้ มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก โดยมีแลตทิซพารามิเตอร์ $a \neq b \neq c$ มุม $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ในขณะที่มุม $\beta = 105.52^\circ$ และมีมุมการเลี้ยวเบนตรงกับผลึก TGS บริสุทธิ์ แต่มีขนาดความยาวด้าน a และ b ที่แตกต่างจากผลึก TGS บริสุทธิ์ โดยมีขนาดเพิ่มขึ้นเป็นสองเท่า ทั้งนี้อาจเป็นไปได้ว่าในการเจือ Cu อาจทำให้ Cu เข้าไปแทรกหรือแทนที่ในโครงผลึก อย่างไรก็ตามเพื่อยืนยันตำแหน่งของ Cu ในโครงผลึก TGS จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาต่อไป

5.3 สรุปผลการทดลองผลึก TGS ที่เจือด้วย ZnSO_4 5% mol

จากการทดลองปลูกผลึก TGS ที่เจือด้วย ZnSO_4 5% mol โดยใช้เงื่อนไขในการปลูกผลึกเช่นเดียวกันกับการปลูกผลึก TGS บริสุทธิ์ พบว่า สามารถปลูกผลึกได้จริง แต่การเจือสาร ZnSO_4 ปริมาณ 5% mol ในผลึก TGS ไม่ได้ส่งผลต่อโครงสร้างของผลึก สำหรับลักษณะผลึกที่ปลูกได้มีผิวเรียบ โปร่งใส ขนาด $20 \times 10 \times 3.5 \text{ mm}^3$ และมีน้ำหนักหนัก 2.63 g

ผลึกที่ปลูกได้ในโครงงาน พบว่า การเจือสาร ZnSO_4 ในผลึก TGS ไม่ส่งผลให้โครงสร้างผลึก TGS เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่อย่างไรก็ตาม ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XAS ผลึกที่ปลูกได้พบว่ามี Zn แทรกตัวอยู่ในโครงสร้างของผลึก TGS แต่ไม่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็นสารใหม่ โดยผลการศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR เส้นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่เกิดขึ้น แสดงการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอซิลิก อะมิโน ไฮโดรคาร์บอน และซัลเฟต โดยหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้เป็นองค์ประกอบโมเลกุลของไกลซีน และซัลเฟต ทั้งนี้ผลึกที่ปลูกได้จึงมีองค์ประกอบเป็นโมเลกุล TGS และพบว่า มีแลตทิซพารามิเตอร์ $a \neq b \neq c$ มุม $\alpha = \gamma = 90^\circ$ และ $\beta = 105.56^\circ$ แสดงว่ามีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังนั้น และจากผลการศึกษาด้วยเทคนิค TG/DSC มีจุดหลอมเหลวไม่คงที่ที่อุณหภูมิ 243°C และ 232°C โดยผลึก TGS ที่ถูกเจือด้วย Zn มีจุดหลอมเหลวลดลง ประกอบกับสารเจือ Zn มีการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอในผลึก TGS ส่งผลให้มีจุดหลอมเหลวไม่คงที่

5.4 ปัญหาจากการทดลองและข้อเสนอแนะ

ปัญหา

- ในโครงงานนี้ไม่มีข้อมูลความสามารถในการละลายสารดังภาพประกอบ 2.4 ของผลึก TGS ทำให้ไม่สามารถทราบข้อมูลความสามารถในการละลายของผลึก TGS ที่จะทำให้ผลึกเกิดในบริเวณโซนกึ่งเสถียรได้

- ผลของการเจือ Zn และ Cu ในปริมาณความเข้มข้น 5% mol ไม่สามารถยืนยันได้ว่าการเจือ Zn และ Cu นั้นเข้าไปแทรกหรือแทนที่ในตำแหน่งใดของโครงผลึก TGS ได้อย่างชัดเจน

ข้อเสนอแนะ

- ควรทำการทดลองเบื้องต้นเพิ่มเติม เพื่อดูความสามารถในการละลายของ TGS ซึ่งถ้าหากทราบข้อมูลความสามารถในการละลายของ TGS จะทำให้สามารถควบคุมผลึกให้เกิดในโซนกึ่งเสถียรและช่วยให้สามารถออกแบบการทดลองเพื่อลดระยะเวลาในการปลูกได้

- ควรเจือสาร Zn และ Cu ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าจะส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพที่ชัดเจนขึ้น และควรศึกษาสมบัติทางเฟอร์โรอิเล็กทริกของผลึก TGS ที่เจือด้วย Cu เนื่องจากสาร CuSO_4 มีสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก อาจเป็นไปได้ว่าในการเจือสาร Cu จะช่วยปรับปรุงคุณสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของผลึก TGS ได้ ทั้งนี้ผลของการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า มีแลตทิซพารามิเตอร์เพิ่มขึ้นเป็นสองเท่า ซึ่งการศึกษาเพิ่มเติมอาจจะนำไปสู่การค้นพบคุณสมบัติที่น่าสนใจทางเฟอร์โรอิเล็กทริกของ TGS ที่เจือด้วย Cu

เอกสารอ้างอิง

เอกสารอ้างอิง

- [1]. Balamurugan N, Lenin M, Bhagavannarayana G, Ramasamy P. Growth of TGS crystals using uniaxially solution-crystallization method of Sankaranarayanan-Ramasamy. *Crystal research and technology* 2007; 42: 151-156.
- [2]. Chemla DS, Zyss J. Nonlinear optical properties of organic molecules and crystals. 1st ed. London: Academic; 1987. p. 305-308.
- [3]. Sethuraman A, Ran SY, Jeong KS. Solid state communications. *Journal of crystal growth* 2009; 55: 23-187.
- [4]. Richard J, Tilley D. Crystals and crystal structures. 1st ed. New York: John wiley & sons; 2006. p. 2-3.
- [5]. Cwikiel K, Fugiel B, Mierzwa M. Quasi-stable states of TGS ferroelectric induced by an electric field perpendicular to the ferroelectric axis. *Physica B: condensed matter* 2001; 29: 361-368.
- [6]. Balu T, Rajasekaran TR, Murugakoothan P. Studies on the growth structural optical and mechanical properties of ADP admixed TGS crystals. *Current applied physics* 2009; 9: 432-440.
- [7]. Sankaranarayanan K, Ramasamy P. Unidirectional seeded single crystal growth from solution of benzophenone. *Journal of crystal growth* 2005; 280: 467-473.
- [8]. Renugadevi R, Kanchana G, Kesavasamy R. Growth and characterization of triglycine sulphate (TGS) single crystals. *Elixir crystal growth* 2013; 55: 303-305.
- [9]. Skoog A, Holler F, Stanley R. Principles of instrumental analysis. 6th ed. New York: Saunders college publishing; 2007. p. 278-279.
- [10]. Saha JK, Podder J. Crystallization of zinc sulphate single crystals and its structural, thermal and optical characterization. *Journal of Bangladesh academy of sciences* 2001; 35: 203-210.
- [11]. Jonathan NS, Kraytsberg A, Ein-Eli Y. Copper sulfates as cathode materials for Li Batteries. *Journal of power sources* 2011; 196: 1461-1468.
- [12]. Wantana K, Pongjakk T, Panidtha S, Supat K, Jitrin C, Prayoon S. X-ray absorption spectroscopy beamline at the siam photon laboratory. *Synchrotron radiation* 2007; 879: 860-863.

- [13]. Ronald NM . The use of differential scanning calorimetry and differential thermal analysis in studies of model and biological membranes. Chemistry and physics of lipids 1982; 30: 229-259.
- [14]. Farhana K, Jiban P. Synthesis, growth, and electrical transport properties of pure and LiSO_4 -doped triglycine sulphate crystal. International journal of optics 2012; 6: 1-6.

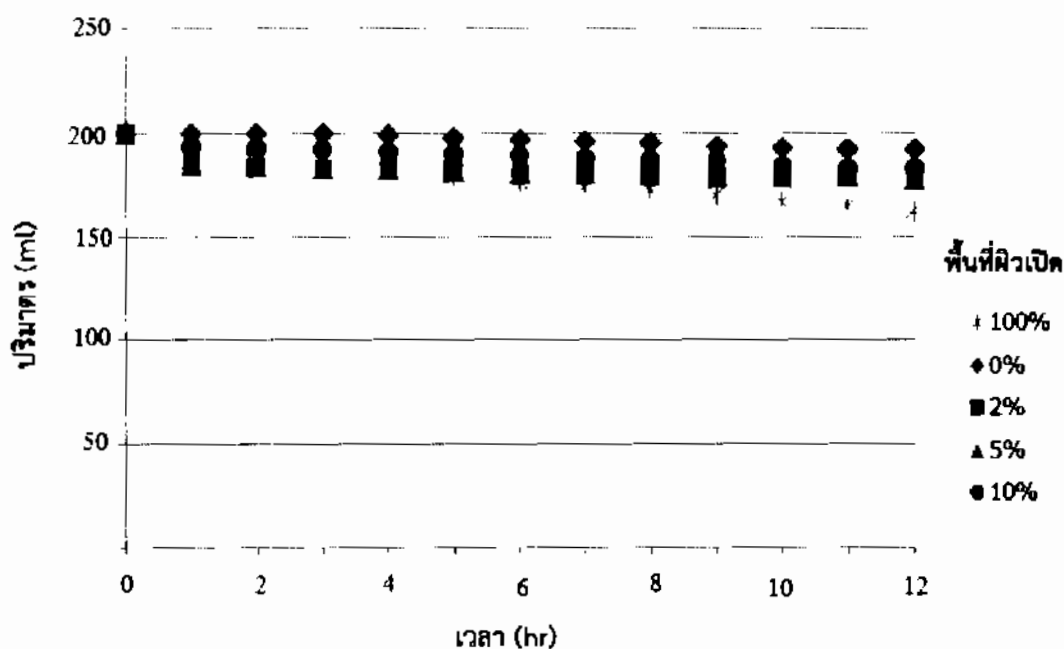


ภาคผนวก

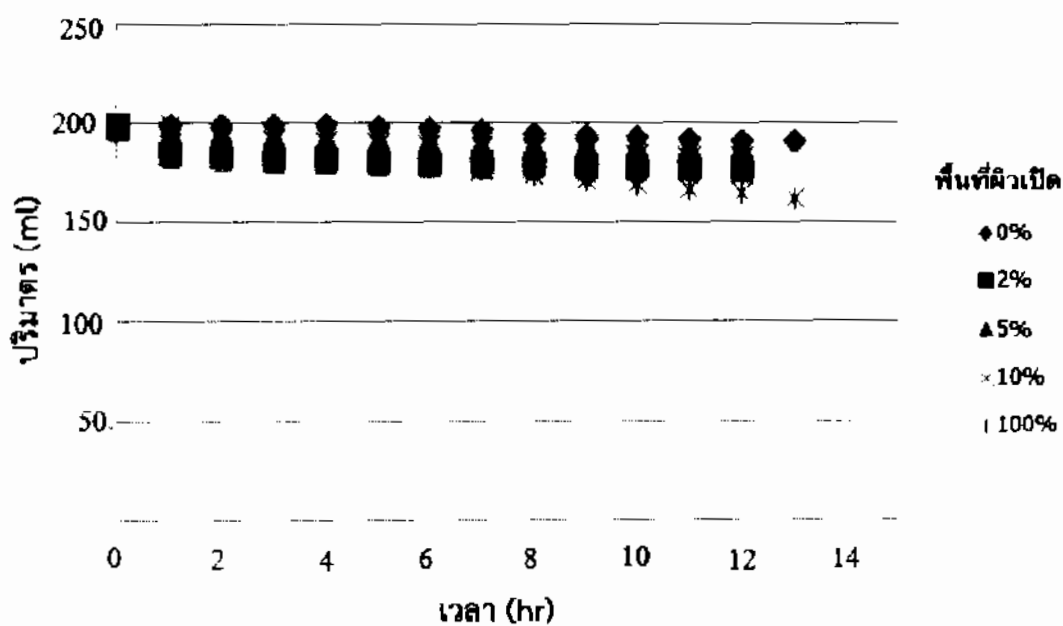
ภาคผนวก ก

ผลการทดลองเบื้องต้น

การทดลองพื้นที่ผิวเปิด

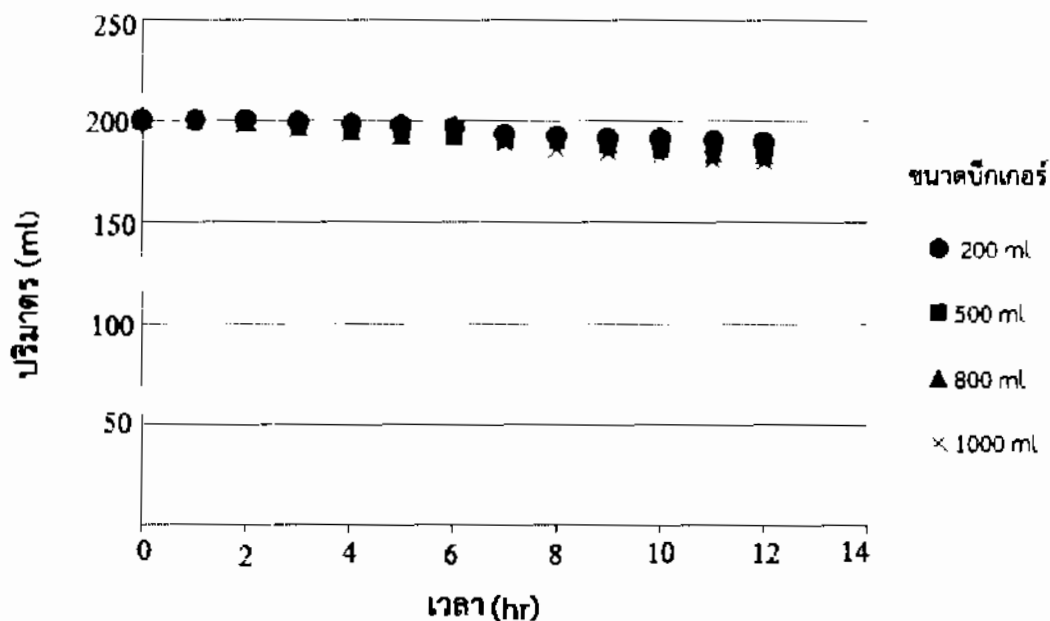


ภาพประกอบ ก.1 อัตราการระเหยที่อุณหภูมิห้องในการศึกษาผลของพื้นที่ผิวเปิด



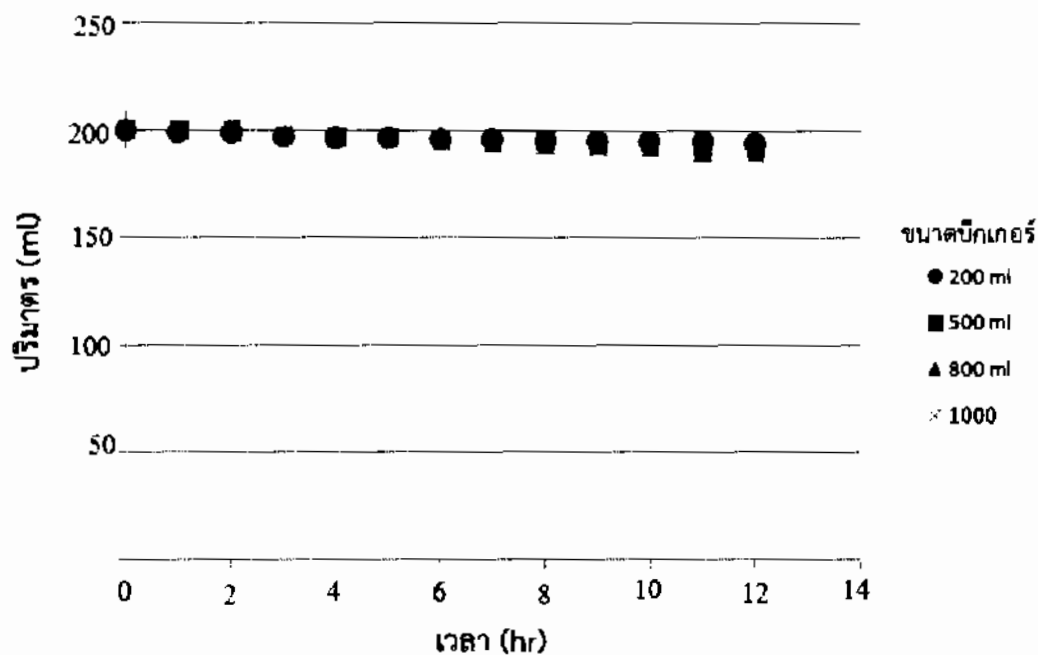
ภาพประกอบ ก.2 อัตราการระเหยที่อุณหภูมิ 49 °C ในการศึกษาผลของพื้นที่ผิวเปิด

การทดลองจำนวนพื้นที่ผิวเปิด



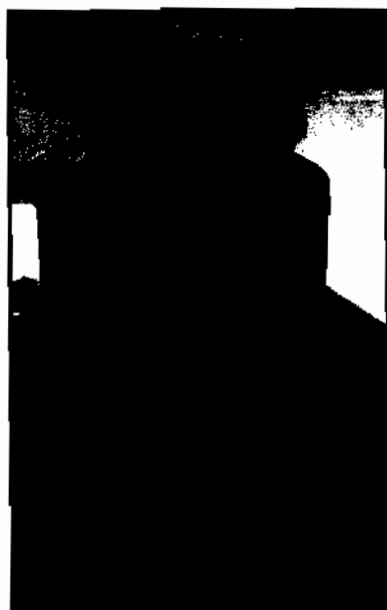
ภาพประกอบ ก.3 อัตราการระเหยที่อุณหภูมิ 49°C ในกรณีศึกษาผลของขนาดบีกเกอร์

การทดลองขนาดบีกเกอร์



ภาพประกอบ ก.4 อัตราการระเหยของน้ำที่อุณหภูมิห้องในกรณีศึกษาผลของขนาดบีกเกอร์

สารเคมีและอุปกรณ์ในการทดลอง



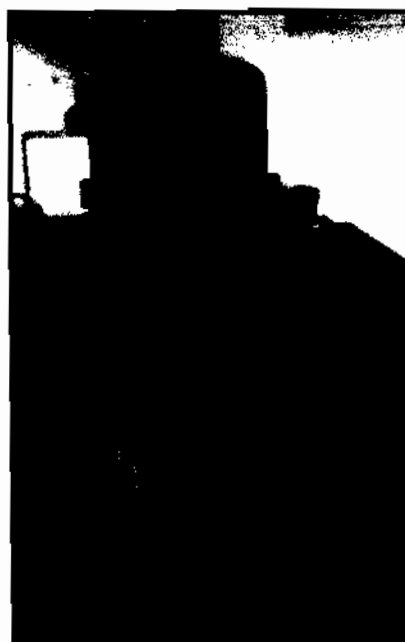
ภาพประกอบ ก.5 ไกลซีน



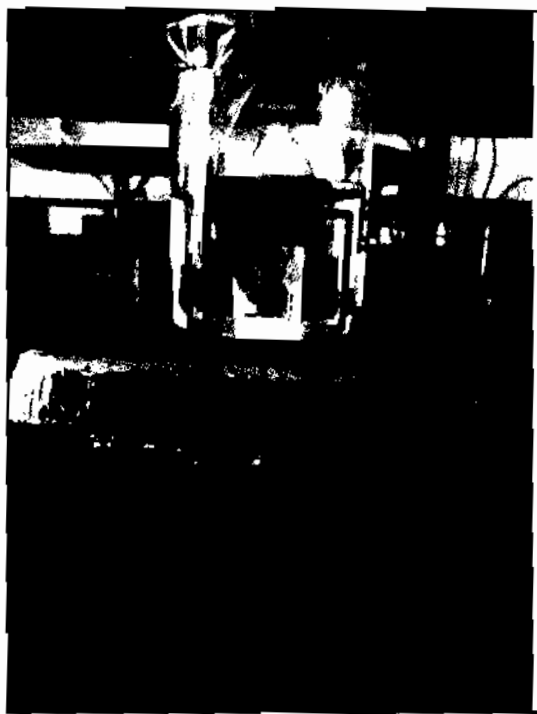
ภาพประกอบ ก.6 กรดซัลฟิวริก



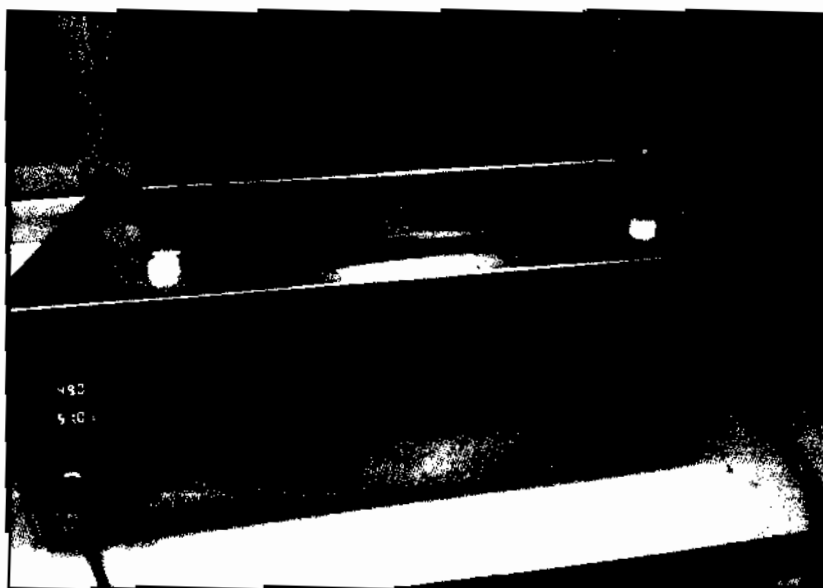
ภาพประกอบ ก.7 ซิงค์ซัลเฟต



ภาพประกอบ ก.8 คอปเปอร์ซัลเฟต



ภาพประกอบ ก.9 เครื่องกวนสาร



ภาพประกอบ ก.10 อ่างควบคุมอุณหภูมิ

ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาตร H_2SO_4 เมื่อใช้ไกลซีน 25g

ไกลซีน = 25 g

มวลโมเลกุลของไกลซีน = 75.07 g/mol

ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก = 98%

ความสามารถในการแตกตัว 95-97 %

มวลต่อหนึ่งโมลของกรดซัลฟิวริก = 98.08 g/mol

ความหนาแน่นของกรดซัลฟิวริก = 1.84 g/cm³

จากสูตร

$$\begin{aligned} \text{mol} &= \frac{\text{Mass(g)}}{\text{MolecularMass}} \\ &= \frac{25(\text{g})}{75.07(\text{g / mol})} \end{aligned}$$

จะได้ไกลซีน

$$= 0.33 \text{ mol}$$

คำนวณหาอัตราส่วน 3:1 โมล ของ H_2SO_4

$$\text{mol} = \frac{0.33}{3}$$

จะได้

$$\text{mol} = 0.11$$

คำนวณปริมาณ H_2SO_4 ในหน่วยกรัม

$$(0.11\text{mol}) \cdot (98.08\text{g / mol}) = 10.88 \text{ g}$$

คำนวณปริมาตร H_2SO_4 ในหน่วยมิลลิลิตร

$$\frac{10.88(\text{g})}{1.84(\text{g / ml})} = 5.91 \text{ ml}$$

คำนวณค่าความเข้มข้นของ H_2SO_4

$$\frac{5.91 \text{ ml}}{0.98} = 6.03 \text{ ml}$$

คำนวณค่าขดเคยการแตกตัว

$$\frac{6.03(\text{ml})}{0.95} = 6.35 \text{ ml}$$

ดังนั้น จะได้ปริมาตรของ H_2SO_4 เท่ากับ 6.35 ml

การคำนวณเปอร์เซ็นต์ในการเจือสาร ZnSO_4 5% mol เมื่อใช้ TGS 50 กรัม

$$\text{TGS} = 50 \text{ g}$$

$$\text{มวลโมเลกุลของ TGS} = 323.28 \text{ g/mol}$$

$$\text{มวลโมเลกุลของ } \text{ZnSO}_4 = 287.54 \text{ g/mol}$$

จากสูตร

$$\text{mol} = \frac{\text{Mass(g)}}{\text{MolecularMass}}$$

$$= \frac{50(\text{g})}{323.28(\text{g} / \text{mol})}$$

$$= 0.154 \text{ mol}$$

$$\text{คำนวณปริมาณในการเจือ Zn 5\% mol} \quad X = \frac{(5) \cdot (0.154) \text{mol}}{100}$$

$$X = 0.0077 \text{ mol}$$

คำนวณปริมาณ 5% mol ในหน่วยกรัม จะได้

$$5\% = (0.0077 \text{mol}) \cdot (287.54 \text{g} / \text{mol})$$

$$5\% = 2.22 \text{ g}$$

ดังนั้น เปอร์เซ็นต์ในการเจือสาร ZnSO_4 5% mol = 2.22 g

การคำนวณเปอร์เซ็นต์ในการเจือสาร CuSO_4 5% mol เมื่อใช้ TGS 50 กรัม

$$\text{TGS} = 50 \text{ g}$$

$$\text{มวลโมเลกุลของ TGS} = 323.28 \text{ g/mol}$$

$$\text{มวลโมเลกุลของ } \text{CuSO}_4 = 159.62 \text{ g/mol}$$

จากสูตร

$$\text{mol} = \frac{\text{Mass(g)}}{\text{MolecularMass}}$$

$$= \frac{50(\text{g})}{323.28(\text{g} / \text{mol})}$$

$$= 0.154 \text{ mol}$$

คำนวณปริมาณในการเจือ Cu 5% mol

$$X = \frac{(5) \cdot (0.154 \text{ mol})}{100}$$

$$X = 0.0077 \text{ mol}$$

คำนวณปริมาณ 5% mol ในหน่วยกรัม จะได้

$$5\% = (0.0077 \text{ mol}) \cdot (159.62 \text{ g} / \text{mol})$$

$$5\% = 1.23 \text{ g}$$

ดังนั้น เปอร์เซ็นต์ในการเจือสาร CuSO_4 5% mol = 1.23 g

การคำนวณหาพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยที่อุณหภูมิห้อง

จากการทดลองเบื้องต้น สามารถสร้างความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหยที่อุณหภูมิห้อง ได้ดังนี้

จากสมการเส้นตรง
$$y = y_0(1 - e^{-\alpha x}) \quad (1)$$

จัดรูปสมการใหม่ จะได้
$$1 - \frac{y}{y_0} = e^{-\alpha x}$$

จากนั้น นำ $\ln$ ลงในสมการที่ 2 ทั้งสองข้างจะได้

$$\ln\left(1 - \frac{y}{y_0}\right) = \ln e^{-\alpha x} \quad (2)$$

จากสมการที่ 2 จะได้
$$\ln\left(1 - \frac{y}{y_0}\right) = -\alpha x \ln e \quad (3)$$

กำหนดให้
$$y = -\alpha x \quad (4)$$

จากการทดลองได้ความชัน
$$y = -9.425x - 0.115 \quad (5)$$

นำสมการที่ 5 แทนลงในสมการที่ 3 จะได้

$$\ln\left(1 - \frac{y}{y_0}\right) = (-9.425 - 0.115) \ln e \quad (6)$$

จากนั้น แปลงฟังก์ชันลอการิทึมเป็นฟังก์ชันเอกซ์โพเนนเชียล

$$e^{\ln\left(1 - \frac{y}{y_0}\right)} = e^{-9.425x - 0.115} \quad (7)$$

จากสมการที่ 7 จะได้
$$\left(1 - \frac{y}{y_0}\right) = e^{-9.425x - 0.115} \quad (8)$$

$$\left(1 - \frac{y}{y_0}\right) = (e^{-9.425x}) \cdot (e^{0.115}) \quad (9)$$

เมื่อ $e^{0.115}$ เท่ากับ 0.891 จะได้ $(1 - \frac{y}{y_0}) = 0.891 \cdot (e^{-9.425x})$ (10)

จัดรูปสมการใหม่ จะได้ $y = ((1 - 0.891) \cdot e^{9.425x}) y_0$ (11)

เมื่อ y_0 คือ อัตราการระเหยพื้นที่ผิวเปิด 10% = 0.66 จะได้

$$y = ((1 - 0.891) \cdot e^{-9.425(\frac{A_{open}}{A_{beaker}})}) \cdot 0.66 \quad (12)$$

ดังนั้น สมการความสัมพันธ์พื้นที่ผิวเปิดต่ออัตราการระเหย คือ $y = y_0(1 - Ke^{-\alpha \frac{A}{A_0}})$ (13)

โดยที่ $A_{open}(A)$ คือ ขนาดพื้นที่ผิวเปิด

$A_{beaker}(A_0)$ คือ ขนาดพื้นที่ผิวของสารละลาย

ประวัติย่อผู้ทำโครงการ

ประวัติย่อผู้ทำโครงการงาน

ชื่อ นามสกุล	นางสาวศิริพร พิมพ์โสภา
วัน เดือน ปีเกิด	วันที่ 5 เมษายน 2534
จังหวัด และประเทศที่เกิด	อำเภอนากลาง จังหวัดหนองบัวลำภู
ประวัติการศึกษา	พ.ศ. 2549 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาปีที่ 3 จากโรงเรียนคำแสนวิทยาสรรค์ อำเภอนากลาง จังหวัดหนองบัวลำภู พ.ศ. 2552 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาปีที่ 6 จากโรงเรียนคำแสนวิทยาสรรค์ อำเภอนากลาง จังหวัดหนองบัวลำภู พ.ศ. 2557 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ.) สาขาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้	บ้านเลขที่ 65 หมู่ที่ 18 ตำบลสีมิ่งแดง อำเภอนากลาง จังหวัดหนองบัวลำภู 39170
เบอร์โทร	088-3037231
E-mail	som-13974@hotmail.com

ประวัติย่อผู้ทำโครงการ



ชื่อ นามสกุล	นางสาวสาลิณี สันวัง
วัน เดือน ปีเกิด	วันที่ 1 กุมภาพันธ์ 2535
จังหวัด และประเทศที่เกิด	อำเภอรัตนบุรี จังหวัดสุรินทร์
ประวัติการศึกษา	พ.ศ. 2549 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาปีที่ 3 จากโรงเรียนรัตนบุรี อำเภอรัตนบุรี จังหวัดสุรินทร์ พ.ศ. 2552 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาปีที่ 4 จากโรงเรียนรัตนบุรี อำเภอรัตนบุรี จังหวัดสุรินทร์ พ.ศ. 2557 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ.) สาขาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้	บ้านเลขที่ 159/1 หมู่ที่ 14 ตำบลเบ็ด อำเภอรัตนบุรี จังหวัดสุรินทร์ 32130
เบอร์โทร	044-144195, 087-8639316
E-mail	mini_nub@hotmail.com