

## บทที่ 3

### วิธีการทดลอง

ในบทนี้ได้แสดงถึงกระบวนการปลูกผลึกโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Potassium Dihydrogen Phosphate, KDP) โดยใช้การปลูกแบบดั้งเดิม (Conventional method) และการปลูกผลึกแบบทิศทางเดียว (Sankaranarayanan and Ramasamy; SR method) ทำการเจือด้วยสาร ไตรไกลซีนซัลเฟต (Triglycine sulphate; TGS) เพื่อศึกษาคุณสมบัติสมบัติต่างๆ ของผลึกดังกล่าวว่ามีคุณสมบัติสมบัติเปลี่ยนแปลงอย่างไร โดยศึกษาสมบัติต่างๆ ดังนี้ ศึกษาโครงสร้างของผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD) ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของผลึกโดยใช้เทคนิคการดูดกลืนแสงช่วงอินฟราเรด (Fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) ศึกษาการส่องผ่านของแสงในช่วงแสงที่มองเห็นไปจนถึงแสงเหนือแดง โดยใช้เทคนิค (UV-vis Spectroscopy) ศึกษาพื้นผิวลักษณะสัญญาณของผลึกโดยใช้เทคนิค (Scanning electron microscope; SEM) ศึกษาค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) และศึกษาสมบัติเพอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric) ซึ่งรายละเอียดของกระบวนการเตรียมและเงื่อนไขที่ใช้ในการศึกษามีดังต่อไปนี้

#### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

##### สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

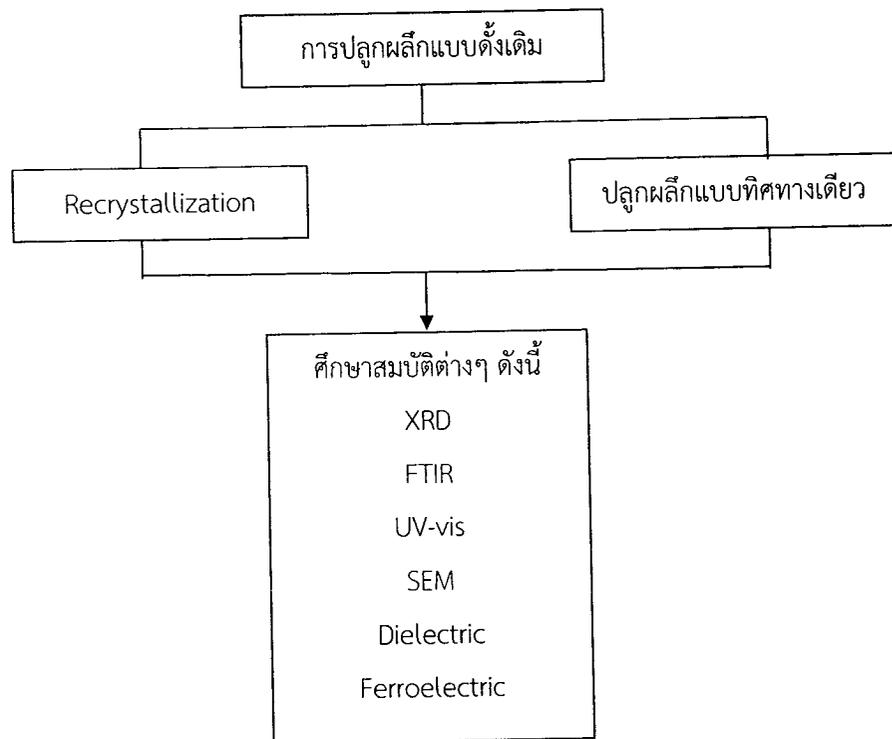
1. โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟส คุณภาพระดับ reagents ความบริสุทธิ์ 99.0% ยี่ห้อ CARLO ERBA REAGENTI สามารถการละลายน้ำได้ 22.6 g/100 ml ที่อุณหภูมิ 20 °C
2. ไกลซีน คุณภาพระดับ analytical ความบริสุทธิ์ 99.0% ยี่ห้อ CARLO ERBA REAGENT สามารถการละลายน้ำได้ 24.99 g/100 ml ที่อุณหภูมิ 25 °C
3. กรดซัลฟูริก (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
4. น้ำปราศจากไอออน (deionized water) หรือน้ำดีไอ (DI)

##### อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. บีกเกอร์
2. อ่างควบคุมอุณหภูมิ
3. หลอดทดลอง
4. กระจกพลาสติก
5. เทอร์โมมิเตอร์ แบบปรอท

6. เครื่องกวานสาร
7. กระดาษกรอง
8. แมกเนติกสเตอร์เรอร์
9. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
10. ซ้อนตักสาร
11. โกร่งบดสาร
12. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 4 ตำแหน่ง

### 3.2 แผนผังการดำเนินงานและขั้นตอนการปลูกผลึก



ภาพที่ 33 แผนผังการดำเนินงานการปลูกผลึก

จากภาพที่ 33 แสดงการดำเนินงานการปลูกผลึกโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต บริสุทธิ์ และที่ถูกเจือด้วยไตรโกลซีน ซัลเฟต ผลึกที่ได้จะถูกนำไปศึกษาสมบัติต่างๆ ด้วยเทคนิค XRD, FTIR, UV-vis, SEM รวมถึงสมบัติไดอิเล็กทริกและเฟอร์โรอิเล็กทริก

### 3.2.1 การปลูกผลึกแบบวิธีดั้งเดิม

ตอนที่ 1 ปลูกผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต บริสุทธิ์ และผลึก ไตรไกลซีน ซัลเฟต บริสุทธิ์

ตอนที่ 1.1 ปลูกผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต บริสุทธิ์

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ
2. ชั่งสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ปริมาณ 50 g
3. ทำการละลายสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร

โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ต่อ น้ำ DI ปริมาตร 180 ml

4. เติมสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่น้อยกว่าสารจะหมด
5. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรองโดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
6. นำถุงพลาสติกมาเจาะรู นำไปปิดบีกเกอร์ที่ใช้ใส่สารละลาย แล้วนำไปเก็บที่อ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ  $35^{\circ}\text{C}$  ปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง
7. ทำการเก็บผลึกและนำไปวิเคราะห์ผล

ตอนที่ 1.2 ปลูกผลึก ไตรไกลซีน ซัลเฟต บริสุทธิ์

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ
2. เตรียมไกลซีนและกรดซัลฟูริกในอัตราส่วน 3:1 โดยทำการชั่งสารไกลซีนปริมาณ 45.08 g ใช้กรดซัลฟูริก  $11.2\text{ cm}^3$
3. ทำการละลายสารไกลซีนในน้ำ DI ในอัตราส่วนคือสารไกลซีน 45.08 g ต่อ น้ำ DI ปริมาตร 180 ml โดยเติมสารไกลซีนที่น้อยกว่าสารจะหมด
4. เติมกรดซัลฟูริกจำนวนทั้งหมด  $11.2\text{ cm}^3$  ลงไปที่น้อยกว่าสารจะหมด
5. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรอง โดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
6. นำถุงพลาสติกมาเจาะรู นำไปปิดบีกเกอร์ที่ใช้ใส่สารละลาย แล้วนำไปเก็บที่อ่างควบคุมอุณหภูมิที่  $35^{\circ}\text{C}$  ปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง
7. ทำการเก็บผลึกและนำไปวิเคราะห์ผล

ตอนที่ 2 ปลูกผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ถูกเจือด้วย ไตรไกลซีน ซัลเฟต

ตอนที่ 2.1 ปลูกผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต โดยการเจือ ไตรไกลซีน ซัลเฟต 2% mol

1. ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ

- นำผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต และผลึก ไตรโกลซีน ซัลเฟต ที่ปลูกได้ในขั้นตอนที่ 1 มาบดให้ละเอียด โดยผ่าน

กระบวนการ recrystallization จำนวนทั้งหมด 2 ครั้ง

- ชั่งสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ได้จากการบดละเอียดปริมาณ 50 g

- ทำการละลายสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สารโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต 50 g ต่อน้ำ DI ปริมาณ

180 ml โดยเติมสารที่ละน้อยจนกว่าสารจะหมด

- ทำการเจือสาร ไตรโกลซีน ซัลเฟต โดยชั่งสารปริมาณ 2.37 g (จากการคำนวณในภาคผนวก ก)

- ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรองโดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง

- นำถุงพลาสติกมาเจาะรู นำไปปิดบีกเกอร์ที่ใช้ใส่สารละลาย แล้วนำไปเก็บที่อ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 35 °C แล้วปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

- ทำการเก็บผลึกและนำไปวิเคราะห์ผล

ตอนที่ 2.2 ปลูกผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต โดยการเจือ ไตรโกลซีน ซัลเฟต

5% mol

- ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ

- นำผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต และผลึก ไตรโกลซีน ซัลเฟต ที่ปลูกได้ในขั้นตอนที่ 1 มาบดให้ละเอียด โดยผ่าน

กระบวนการ recrystallization จำนวนทั้งหมด 2 ครั้ง

- ชั่งสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ได้จากการบดละเอียดปริมาณ 50 g

- ทำการละลายสาร KPD ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต 50 g ต่อน้ำ DI ปริมาณ

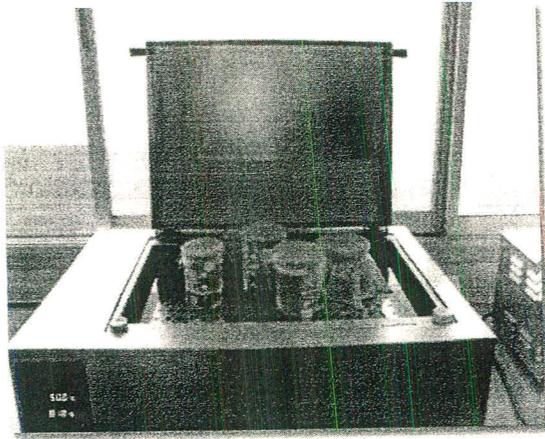
180 ml โดยเติมสารที่ละน้อยจนกว่าสารจะหมด

- ทำการเจือด้วยสาร ไตรโกลซีน ซัลเฟต โดยชั่งสารปริมาณ 5.90 g (จากการคำนวณในภาคผนวก ก)

- ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรองโดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง

- นำถุงพลาสติกมาเจาะรู นำไปปิดบีกเกอร์ที่ใช้ใส่สารละลาย แล้วนำไปเก็บที่อ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 35 °C แล้วปล่อยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง

- ทำการเก็บผลึกและนำไปวิเคราะห์ผล

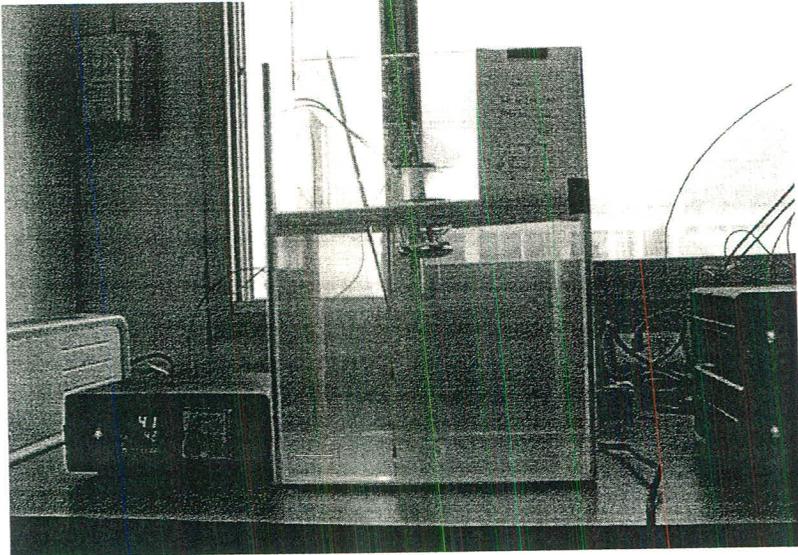


ภาพที่ 34 การปลูกผลึกแบบดั้งเดิม

### 3.2.2 การปลูกผลึกแบบทิศทางเดียว หรือวิธีเอสอาร์

การปลูกผลึกโซเดียมไฮโดรเจน เอลทาเทรต ด้วยวิธีแบบทิศทางเดียว หรือวิธีเอสอาร์ มีขั้นตอนการทำงานทดลองดังนี้

1. ล้างปิกเกอร์และหลอดทดลองด้วยน้ำ DI ทั้งหมด 2 รอบ
2. นำผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ปลูกได้ในขั้นตอนที่ 1 มาบดให้ละเอียด โดยผ่านกระบวนการ recrystallization จำนวนทั้งหมด 2 ครั้ง
3. ชั่งสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่ได้จากการบดละเอียดปริมาณ 50 g
4. ทำการละลายสาร โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ในน้ำ DI ในอัตราส่วน สารโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต 50 g ต่อ น้ำ DI ปริมาณ 180 ml โดยเติมสารละลายที่น้อยกว่าสารจะหมด
3. ทำการเลือกทิศทางในการปลูกผลึกแบบทิศทางเดียว โดยทิศทางในการปลูกคือ <100> ด้วยการนำผลึก โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต บริสุทธิ์ ที่มีคุณภาพดีมาตัดหรือขัดให้ได้ขนาดพอดีตามความเหมาะสมกับหลอดทดลอง
4. ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการกรองโดยนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยกระดาษกรอง
5. เทสารใส่ในหลอดทดลองที่ได้เลือกทิศทางในการปลูกคือ <100>
6. ติดตั้งระบบการปลูกผลึกแบบวิธีทิศทางเดียว โดยควบคุมอุณหภูมิด้านบนของระบบที่อุณหภูมิ  $36^{\circ}\text{C}$  ด้านล่างที่อุณหภูมิ  $32^{\circ}\text{C}$  ปลอ่ยให้เกิดการตกผลึกพร้อมบันทึกผลการทดลอง
7. ทำการเก็บผลึกและนำไปวิเคราะห์ผล



ภาพที่ 35 แสดงการปลุกผลึกแบบทิศทางเดียว