

การปลูกผลึกเดี่ยวของสารประกอบ NaCuPO_4 SINGLE CRYSTAL GROWTH OF NaCuPO_4 COMPOUND

กนต์ธีร์ กิจเกียรติพงษ์* เจษฎา ประทุมสิทธิ์ และ ชโนภาส ชนม์ลักษณดาว
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร กรุงเทพมหานคร 10220

Ganatee Gitgertpong* JedsadaPrathumsit and Chanopat Chonlakdao
Faculty of Science and Technology, Phranakhon Rajabhat University, Bangkok, 10220

*E-mail: ganatee.g@pnru.ac.th

Received: 22-12-2025

Revised: 16-06-2026

Accepted: 16-06-2026

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ มีจุดประสงค์ในการสังเคราะห์สารประกอบ NaCuPO_4 ทั้งในรูปแบบที่เป็นผงด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาสถานะของแข็งที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และผลึกเดี่ยวโดยให้เกิดผลึกจากการเย็นอย่างช้า ๆ จากสารประกอบที่ละลายจากการเผาด้วยเตาไฟฟ้าแนวตั้งที่อุณหภูมิ 680 องศาเซลเซียส จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่า สารประกอบ NaCuPO_4 ในรูปแบบที่เป็นผง มีโครงสร้างแบบ Orthorhombic และ space group ชนิด $P2_12_12_1$ ตรงกันกับรายงานวิจัยก่อนหน้านี้ เช่นเดียวกับผลึกเดี่ยวที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ ผลึกเดี่ยวที่สังเคราะห์ได้ มีขนาดอยู่ในช่วง $1 \times 1 \times 1$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร ถึง $1 \times 3 \times 5$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร สรุปได้ว่า ผลึกเดี่ยวขนาดใหญ่ของ NaCuPO_4 สามารถปลูกได้ด้วยการใช้เตาเผาแนวตั้ง สามารถนำไปต่อยอดเพื่อศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์อื่น ๆ ต่อไปได้อีกในอนาคต

คำสำคัญ: ผลึกเดี่ยว เตาเผาแนวตั้ง การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ABSTRACT

This research reports the synthesis of NaCuPO_4 in both powder and single-crystal forms. Powder samples were prepared using the solid-state reaction method at 600 °C, while single crystals were grown by slow cooling from the melt in a vertical electric furnace at 680 °C. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed that the crystal structures of both the powder and single crystals were orthorhombic with space group $P2_12_12_1$, consistent with previous reports. Notably, the single crystals obtained in this work ranges from $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$ to $1 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$, larger than those previously reported. These results demonstrate that large NaCuPO_4 single crystals can be successfully grown using a vertical furnace, facilitating future studies of their physical properties.

Keywords: single crystal, vertical furnace, X-ray diffraction

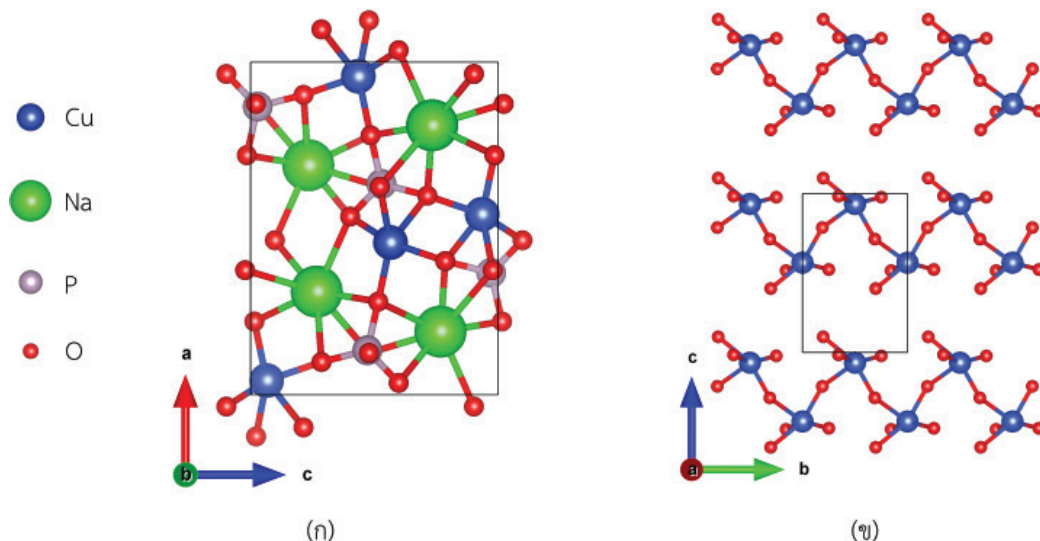
บทนำ

สมมาตร หรือ symmetry ในทางฟิสิกส์ (crystallography) สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 กลุ่ม ได้แก่ centrosymmetric non-centrosymmetric และ chiral ซึ่งจะแบ่งออกตามการดำเนินการสมมาตร (symmetry operation) อันได้แก่ การเลื่อน (translation) การหมุนรอบแกน (rotational axis) ระนาบกระจก (mirror plane) จุดศูนย์กลางการผกผัน (center of inversion) (Sands, 1993) โดยกลุ่มผลึกที่มีความสมมาตรแบบ centrosymmetric จะมีความสมมาตรครบตามกฎทั้งสี่แบบ จึงถือเป็นกลุ่มที่มีความสมมาตรผลึกสูง ในขณะที่กลุ่ม non-centrosymmetric จะขาดจุดศูนย์กลางการผกผัน ซึ่งถือว่ามีความสมมาตรน้อยกว่าในกลุ่ม centrosymmetric และสุดท้าย กลุ่ม chiral จะขาดทั้งจุดศูนย์กลางการผกผัน และระนาบกระจก นั่นคือ จะเป็นกลุ่มที่มีความสมมาตรผลึกน้อยที่สุด

สมบัติเชิงแม่เหล็กของกลุ่มผลึกที่มีสมมาตรต่ำ ทั้งในกลุ่ม non-centrosymmetric และกลุ่ม chiral ก็คือการทำลายสมมาตร (symmetry breaking) โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อผลึกเหล่านี้มีทองแดงเป็นส่วนประกอบ เนื่องจากทองแดงมีสปิน (spin) เท่ากับ $1/2$ ทำให้เกิดเป็นระบบแม่เหล็กเชิงควอนตัม ในระบบที่มีสมมาตรต่ำบางระบบ (กลุ่ม non-centrosymmetric และกลุ่ม chiral) รูปแบบของ dispersion relation จะเกิดการทำลายสมมาตร และคลื่นสปิน (spin wave) จะสามารถเกิดการโพลาไรเซชันแยกทิศซ้ายและขวาออกจากกันได้ โดยในเหตุการณ์ดังกล่าวนี้จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในสารแม่เหล็กในกลุ่ม centrosymmetric ในปี ค.ศ. 2016 Hayami, Kusunose และ Motome ได้รายงานผลวิจัยเชิงทฤษฎีเรื่องการทำลายสมมาตรในสารแม่เหล็กที่มีสมมาตรแบบ non-centrosymmetric เป็นครั้งแรก และต่อมาได้มีการทดลองพบในสารประกอบ $\alpha\text{-Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (Gitgeatpong et al., 2017) ซึ่งโดยปกติแล้ว สารประกอบ $\text{Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ จะมีอยู่ด้วยกัน 2 เฟส นั่นคือ α และ β แต่เฟส β นั้น มีสมมาตรแบบ centrosymmetric นั้นหมายความว่า การทำลายสมมาตร จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในสารแม่เหล็กเฟส β นี้ ซึ่งเป็นจริง ดังนั้น โดยรายงานวิจัยล่าสุดในสารประกอบ Zn-doped $\text{Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ (Gitgeatpong et al., 2022) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกและสมบัติทางแม่เหล็กที่เหมือนกับ $\beta\text{-Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ ได้แสดงให้เห็นว่า คลื่นสปินที่อุณหภูมิต่ำที่วัดได้นั้น มีลักษณะสมมาตรแบบปกติตามทฤษฎีดั้งเดิม

จากงานวิจัยข้างต้น แสดงให้เห็นถึงความสำคัญของสมมาตรในโครงสร้างผลึก ซึ่งถึงแม้ว่าสารประกอบจะมีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกัน แต่ถ้าหากโครงสร้างผลึกต่างกัน ผลลัพธ์ในรูปของคลื่นสปินจะแตกต่างกันโดยสิ้นเชิง ซึ่งเหตุการณ์นี้ในปัจจุบันยังไม่มีมีการทดลองพบเพิ่มเติมในกลุ่มสารแม่เหล็กแบบแอนติเฟอร์โร นอกจาก $\alpha\text{-Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ ดังที่ได้กล่าวไปแล้ว อย่างไรก็ตาม การแสวงหาสารประกอบใหม่ ๆ เพื่อทดลองยืนยันการเกิดการทำลายสมมาตร ทำได้ยาก เนื่องด้วยสารตัวอย่างที่ต้องนำมาศึกษานี้ จะต้องอยู่ในรูปของผลึกเดี่ยว ซึ่งมีความยากในการสังเคราะห์ โดยเฉพาะเมื่อสารตัวอย่างต้องประกอบไปด้วยทองแดง เนื่องด้วยความต้องการค่าสปิน $1/2$ เพื่อให้ระบบเป็นสารแม่เหล็กเชิงควอนตัม อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มขอบเขตงานวิจัยไปยังกลุ่มสารแม่เหล็กที่มีสมมาตรแบบ chiral จะพบว่ามีสารประกอบที่มีความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้น นั่นคือสารประกอบ NaCuPO_4 ซึ่งนอกจากความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์สารประกอบชนิดนี้ ยังได้มีรายงานทฤษฎีถึงความเป็นไปได้ในการเกิดการทำลายสมมาตรในผลึกกลุ่ม chiral นี้ด้วย (Proskurin, Stamps, Ovchinnikov, & Kishine, 2017) โดยในปัจจุบัน ยังไม่มีรายงานการทดลองเพิ่มเติมถึงการค้นพบการทำลายสมมาตรผ่านทางวิธีวัดคลื่นสปิน นอกจากนี้ได้พบมาแล้วในสารประกอบ $\alpha\text{-Cu}_2\text{V}_2\text{O}_7$ ดังนั้น สารประกอบ

NaCuPO_4 จึงเป็นตัวเลือกที่มีความน่าสนใจสำหรับการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กต่อไปในอนาคตหากสามารถทำการสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวได้



ภาพที่ 1 (ก) โครงสร้างอะตอมของสารประกอบ NaCuPO_4 (ข) พันธะระหว่างอะตอมของทองแดงซึ่งมีสปิน 1/2 ที่เชื่อมผ่านอะตอมของออกซิเจน เกิดเป็นโครงร่างสปีนแบบซิกแซก ในทิศแกนผลึก b

สำหรับสารประกอบ NaCuPO_4 นี้ มีโครงสร้างผลึกชนิด Orthorhombic มี space group แบบ $P2_12_12_1$ ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่ม chiral ในปัจจุบันยังคงไม่มีรายงานผลการสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวขนาดใหญ่ ขึ้นมาได้ยกเว้นแต่เพียงสารประกอบในรูปผง (Mansour et al., 2017; Ulutagay-Kartin et al., 2002; Wu et al., 2012) หรือผลึกเดี่ยวขนาดเล็กไม่เหมาะสำหรับการศึกษาโครงสร้างเท่านั้น (Quarton & Kolsi, 1983) อีกทั้งการศึกษาสารประกอบชนิดนี้ในเชิงลึกยังคงมีรายงานไม่มากนักนอกจากเพียงลักษณะโครงสร้างอะตอม ดังแสดงในภาพที่ 1 (ก) มีการรายงานว่าอันตรกิริยาระหว่างสปินของทองแดง จะเชื่อมต่อกันผ่านอะตอมของออกซิเจน เป็นโครงข่ายแบบซิกแซก (zig-zag) ดังแสดงในภาพที่ 1 (ข) (Wu et al., 2012) แต่ยังไม่มีการทดลองยืนยัน จึงเป็นโอกาสในการเริ่มต้นสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวของสารประกอบดังกล่าวเพื่อเป็นพื้นฐานในการศึกษาสมบัติเชิงแม่เหล็กต่อไปในอนาคต

วิธีการสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวที่นิยม ได้แก่ การใช้สารเป็นตัวทำละลาย (flux) การใช้การรวมแสง (optical floating zone) บริดจ์แมนแนวดิ่ง (vertical Bridgman) และวิธีที่เลือกใช้ในงานนี้ คือ vertical gradient ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายและประหยัด โดยการทำให้เตาเผาที่มีอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงตามธรรมชาติในแนวดิ่ง เมื่อนำสารที่ต้องการจะสังเคราะห์เข้าไปในบริเวณที่มีอุณหภูมิสูงสุดที่ตั้งไว้ ทำให้สารเกิดการหลอมเหลว จากนั้นทำการเคลื่อนสารลงในแนวดิ่งผ่านตำแหน่งที่อุณหภูมิของสารมีการเปลี่ยนแปลงลดลง สารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะของเหลวจะเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็ง ซึ่งเมื่อเงื่อนไขอุณหภูมิและอัตราการเย็นตัวมีค่าที่เหมาะสม สารจะสามารถเกิดเป็นผลึกเดี่ยวได้ โดยเตาเผาที่ใช้ในการสังเคราะห์ผลึกด้วยวิธีนี้สามารถสร้างขึ้นเองได้ในห้องปฏิบัติการด้วยงบประมาณไม่มาก

วิธีการ

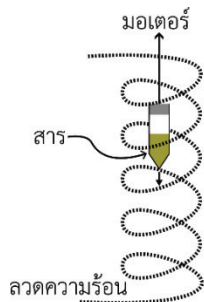
สารประกอบ NaCuPO_4 ในรูปแบบผง สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) โดยเริ่มจากสารตั้งต้น ได้แก่ NaCl (99.9% Kemaus Australia) CuO (97% Loba India) และ P_2O_5 (98% Sigma-Aldrich USA) ด้วยการชั่งมวลตามอัตราส่วนโมล ดังสมการ



เมื่อชั่งสารได้ตามที่ต้องการ จึงนำมาผสมรวมกันแล้วนำเข้าเตาเผา โดยใช้ภาชนะเป็นถ้วยอลูมินา (alumina หรือ Al_2O_3) เริ่มต้นที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อให้สารเริ่มทำปฏิกิริยา จากนั้นจึงนำสารประกอบมาบด และนำกลับเข้าเตาเผาใหม่ที่อุณหภูมิ 450 เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จึงนำออกมาบด และทำซ้ำต่อเนื่องโดยทำการเพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งได้อุณหภูมิสุดท้ายที่ 600 องศาเซลเซียส กระทั่งสุดท้ายจะได้สารประกอบที่ต้องการ ซึ่งจะมีการนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพื่อทำการยืนยันโครงสร้าง

เมื่อได้สารประกอบ NaCuPO_4 ในรูปแบบผงแล้ว จึงนำสารประกอบที่สังเคราะห์ได้ไปทำการปลูกผลึกเดี่ยวต่อไป โดยนำสารที่เป็นผงใส่ลงในท่อควอทซ์ที่ทำการปิดปลายด้านล่างไว้ โดยในแต่ละครั้งที่ทำการทดลอง จะใส่สารลงไปประมาณ 5 กรัม และปิดปลายด้านบนของท่อควอทซ์ด้วยใยแก้ว (ceramic wool) และรัดไว้กับลวดสแตนเลส ก่อนที่จะนำเข้าไปในเตาเผาแนวตั้ง โดยเตาเผาแนวตั้ง (ภาพที่ 2) เป็นเตาที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร โดยใช้ลวดทำความร้อนนิโครม (นิกเกิลผสมโครเมียม Nichrome) พันรอบแกนท่ออลูมินา มีกำลังไฟฟ้า 1500 วัตต์ สามารถทำอุณหภูมิได้สูงสุดประมาณ 1100 องศาเซลเซียสควบคุมด้วยอุปกรณ์ควบคุมระบบ PID (Omron E5CN) และอ่านค่าอุณหภูมิผ่านหัววัด thermocouple type K เริ่มต้นการปลูกผลึกเมื่อใส่สารที่อยู่ในท่อควอทซ์เข้าในเตาแล้ว ตั้งอุณหภูมิของเตาจนกระทั่งสารเกิดการหลอมเหลว สำหรับสารประกอบ NaCuPO_4 นี้ จากการทดลองพบว่า อุณหภูมิดังกล่าวอยู่ในช่วง 680–700 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงเริ่มทำการปรับตำแหน่งของท่อควอทซ์ในเตาให้เลื่อนต่ำลง เนื่องจากอุณหภูมิภายในเตาเผาแนวตั้งจะมีค่าสูงสุดที่บริเวณแคบ ๆ ช่วงหนึ่ง และจะมีอุณหภูมิลดลงเมื่อเลื่อนตำแหน่งออกจากจุดดังกล่าวทั้งในทิศขึ้นด้านบน และลงด้านล่าง สำหรับวิธีการปลูกผลึกในงานวิจัยนี้ เรียกว่า vertical gradient technique จะใช้วิธีเลื่อนตำแหน่งลงด้านล่าง ดังนั้น สารตั้งต้นที่เป็นของเหลวแล้วจะเริ่มเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็งจากจุดล่างสุดของท่อควอทซ์ที่ใส่สาร และผลึกจะเริ่มก่อขนาดใหญ่ขึ้นด้านบนที่ซึ่งยังคงเป็นของเหลวอยู่เนื่องจากอุณหภูมิมีค่าสูงกว่า ในการเลื่อนตำแหน่งของสารตั้งต้นจะใช้มอเตอร์ไฟฟ้ากระแสตรง ต่อผ่านเฟืองทด เพื่อให้ได้อัตราการเคลื่อนที่ในระดับ 1 เซนติเมตรต่อวัน ดังนั้น ระยะเวลาในการปลูกผลึกใน 1 รอบ จะใช้เวลาประมาณ 1 สัปดาห์ เมื่อเลื่อนตำแหน่งของสารลงไปได้ระยะ 5–10 เซนติเมตร

สุดท้าย สารประกอบที่ได้ ทั้งในรูปแบบผง และผลึกเดี่ยว จะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งข้อมูลที่ได้ จะนำมาเทียบกับข้อมูลที่เคยมีรายงานมาก่อนหน้านี้ด้วยวิธี Rietveld refinement โดยอาศัยโปรแกรมคอมพิวเตอร์ FullProf ในการช่วยวิเคราะห์ (Rodriguez-Carvajal, 1993) ดังแสดงผลการฟิตในภาพที่ 3



(ก)



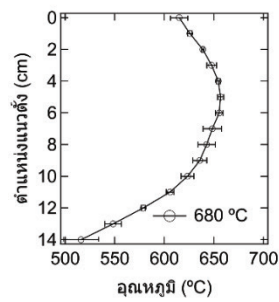
(ข)



(ค)

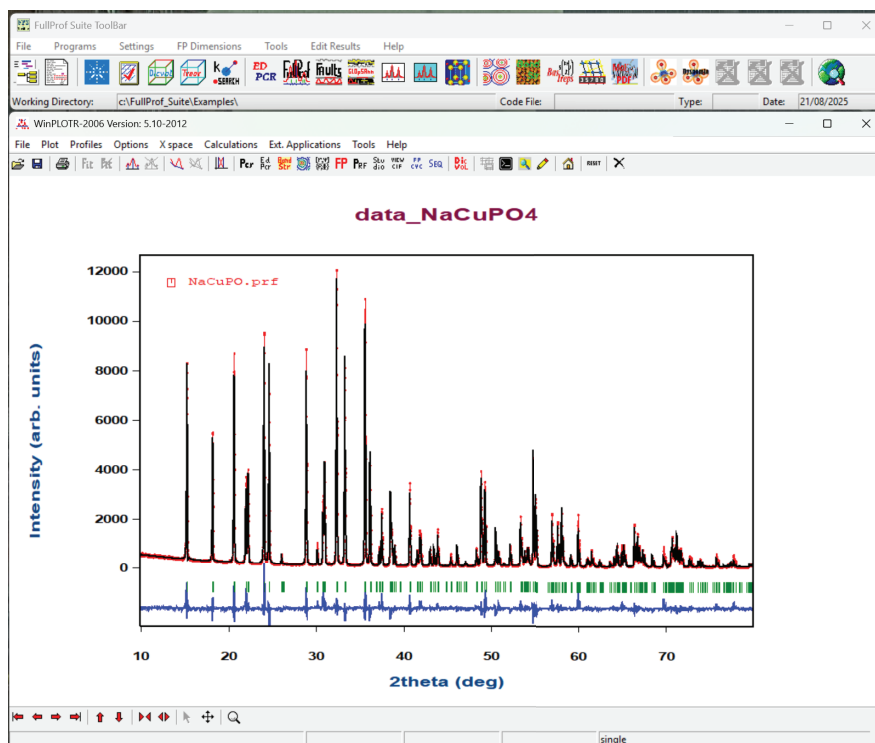


(ง)



(จ)

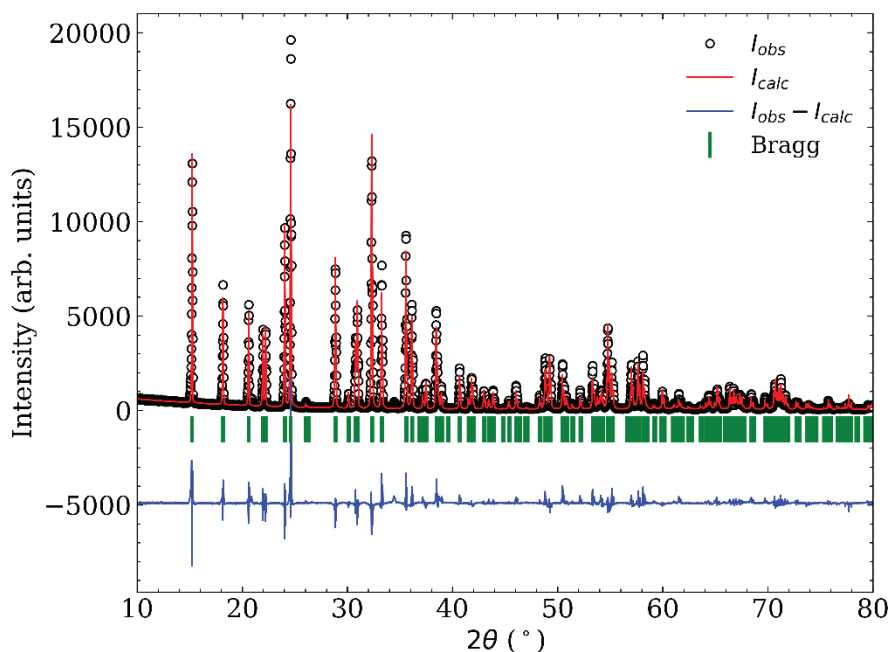
ภาพที่ 2 (ก) แผนภาพเตาแนวตั้งแสดงลักษณะการพันขดหลอดความร้อนรอบท่อเซรามิกและตำแหน่งสารตั้งต้น
ภายในเตา (ข) ตัวควบคุมอุณหภูมิ Omron E5CN (ค) ระบบขับเคลื่อนสาร (ง) ภาพถ่ายเตาแนวตั้ง
ที่สร้างขึ้นเองสำหรับใช้ในการปลูกผลึกเดี่ยวในงานวิจัย และ (จ) อุณหภูมิภายในเตาที่ตำแหน่งต่าง ๆ
เมื่อตั้งค่าอุณหภูมิไว้ที่ 680 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3 ภาพหน้าจอโปรแกรม FullProf สำหรับวิเคราะห์ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

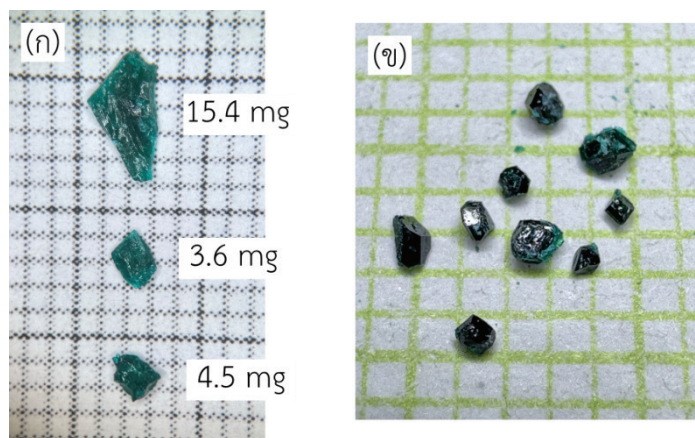
ผลการทดลองและวิจารณ์

จากผลการเตรียมสารประกอบ NaCuPO_4 ด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง พบว่าสารจะเริ่มเปลี่ยนสถานะที่อุณหภูมิประมาณ 680 องศาเซลเซียส ทำให้สารเกิดการเกาะติดกับภาชนะด้วยอลูมินา และไม่สามารถนำออกมาได้ ดังนั้นอุณหภูมิในการเผาแบบผง หรือที่เรียกว่า calcination ไม่ควรเกิน 600 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามหากอุณหภูมิที่ใช้ในการเผามีค่าต่ำเกินไป จะเป็นผลให้สารประกอบมีโครงสร้างของสารชนิดอื่นเจือปน ซึ่งถึงแม้ว่าสมการเคมีจะแสดงถึงการต้องอาศัยออกซิเจน อย่างไรก็ตาม จากการทดลอง calcination ในบรรยากาศที่ไม่มีการใช้ก๊าซออกซิเจน จากการวัดด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าให้ผลเป็นสารประกอบ NaCuPO_4 ที่มีโครงสร้างตรงตามรายงาน ผลการวัดด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบที่ผ่านการ calcination เป็นเวลารวม 100 ชั่วโมงในอากาศ แสดงในภาพที่ 4



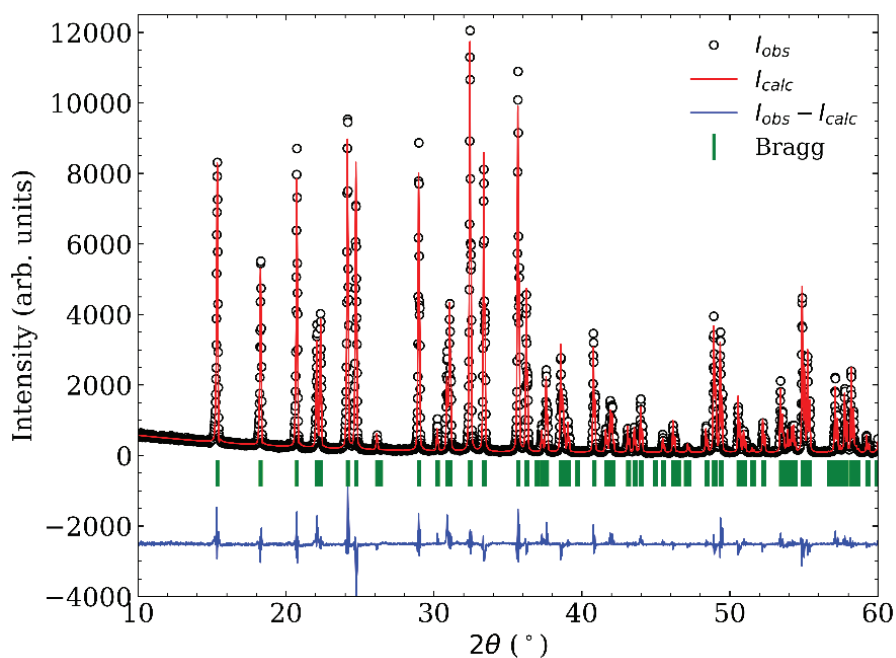
ภาพที่ 4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จาก NaCuPO_4 ที่เตรียมในรูปแบบเป็นผงซึ่งเผาในบรรยากาศปกติ แสดงข้อมูลดิบ (สีดำ) เส้นฟิต (สีแดง) และฐานข้อมูลอ้างอิง (สัญลักษณ์ขีดแนวตั้งสีเขียว) (Proskurin et al., 2017) ด้วยโปรแกรม FullProf ผลต่างระหว่างผลการวัดและการคำนวณแสดงด้วยเส้นสีน้ำเงิน

เมื่อได้สารประกอบ NaCuPO_4 ในรูปผงแล้ว จึงนำผงที่เตรียมได้ไปทำการสังเคราะห์เป็นผลึกเดี่ยวจากการทดลองปรับเงื่อนไขได้แก่ อุณหภูมิในช่วง 640–700 องศาเซลเซียส และอัตราเร็วการเคลื่อนที่ในช่วง 0.5–2 เซนติเมตรต่อวัน พบว่า สามารถสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวได้ เมื่อทำการแยกผลึกออกจากท่อควอทซ์แล้ว ผลึกที่ได้จะเกิดการแตกออกจากท่อควอทซ์ได้เป็นผลึกเดี่ยวที่มีขนาดในระดับมิลลิเมตร ภาพที่ 5 (ก) แสดงตัวอย่างของภาพถ่ายผลึกเดี่ยวที่มีมวลในช่วง 3–15 มิลลิกรัม ผลึกเดี่ยวของสารประกอบ NaCuPO_4 มีสีเขียว โปร่งแสง มีข้อสังเกตคือ เมื่อเผาสารประกอบ NaCuPO_4 ที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวนั้นคือมากกว่า 680 องศาเซลเซียส พบว่า สารตั้งต้น NaCuPO_4 จะเกิดการสลายตัวบางส่วน (decomposition) เป็นสารประกอบ $\text{Cu}_3\text{P}_2\text{O}_8$ ดังแสดงในภาพที่ 5 (ข) อย่างไรก็ตาม หากอุณหภูมิที่ใช้มีค่าต่ำกว่า 640 องศาเซลเซียส สารชนิดนี้จะไม่เปลี่ยนสถานะเป็นของเหลว และไม่สามารถเกิดการตกผลึกได้ ดังนั้น ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึกของสาร NaCuPO_4 นี้จึงอยู่ในช่วงแคบ ๆ ประมาณ 650 ± 20 องศาเซลเซียส เท่านั้น และอัตราการเคลื่อนที่ของสารผ่านช่วงจุดหลอมเหลวไม่ได้มีผลต่อขนาดของผลึกเดี่ยว อย่างไรก็ตาม พบว่า อัตราประมาณ 1 เซนติเมตรต่อวัน เป็นอัตราที่จะพบการเกิดผลึกได้มากที่สุด หากอัตราการเคลื่อนที่มีค่าเร็วขึ้น จะไม่ทำให้สารเกิดการเรียงตัวเป็นผลึกเดี่ยว แต่หากอัตราการเคลื่อนที่มีค่าช้าลง จะทำให้สารบริเวณผิวด้านบนเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างผลึก (decompose) เป็นสารประกอบชนิดอื่น ทำให้ได้ขนาดผลึกที่สังเคราะห์ได้ในงานนี้มีขนาดอยู่ในช่วง $1 \times 1 \times 1$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร ถึง $1 \times 3 \times 5$ ลูกบาศก์มิลลิเมตร



ภาพที่ 5 (ก) ผลึกเดี่ยวของสารประกอบ NaCuPO_4 มีสีเขียว โปร่งแสง (ข) ผลึกเดี่ยวของสารประกอบไม่ทราบโครงสร้าง เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงจนสารตั้งต้นเกิดสลายตัวเป็นสารประกอบ $\text{Cu}_3\text{P}_2\text{O}_8$ มีสีเขียวเข้ม

เมื่อนำผลึกเดี่ยวชิ้นเล็กที่สังเคราะห์ได้หลายชิ้น (ภาพที่ 5 (ก)) มาบดรวมกัน จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์พบว่า ผลึกที่สังเคราะห์ได้ มีโครงสร้างตรงกันกับโครงสร้างของ NaCuPO_4 ตามรายงานก่อนหน้านี้ ดังแสดงในภาพที่ 6 และตารางที่ 1



ภาพที่ 6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกเดี่ยว NaCuPO_4 แสดงข้อมูลดิบ (สีดำ) เส้นฟิต (สีแดง) และฐานข้อมูลอ้างอิง (สัญลักษณ์ขีดแนวตั้งสีเขียว) ด้วยโปรแกรม FullProf แสดงด้วยเส้นสีแดง ผลต่างระหว่างผลการวัดและการคำนวณแสดงด้วยเส้นสีน้ำเงิน

เมื่อนำผลการวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาทำการเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลโดยใช้โปรแกรม FullProf เพื่อเปรียบเทียบตำแหน่งมุมเลี้ยวเบน (2θ) และความเข้ม (intensity) ระหว่างผลการวัด และผลการคำนวณ พบว่ามีความตรงกันในระดับมากกว่า 90% แสดงด้วยค่า R -factor ในตารางที่ 1 ค่า R -factor นี้แสดงถึงร้อยละความแตกต่างระหว่างความเข้มจากการวัด และความเข้มจากการคำนวณตามโครงสร้างมาตรฐาน ผลลัพธ์ที่ได้นี้คือค่าคงที่โครงสร้าง a b และ c ซึ่งจะพบว่ามีค่าตรงตามผลการรายงานโดย Quarton และ Kolsi (1983)

ตารางที่ 1 ค่าคงที่โครงสร้างของสารประกอบ NaCuPO_4 ที่เตรียมได้จากงานนี้ทั้งในรูปแบบผง และจากผลึกเดี่ยว เปรียบเทียบกับค่าที่เคยมีการรายงานมาก่อนหน้าโดย Quarton และ Kolsi (1983) ตัวเลขในวงเล็บแสดงถึงค่า standard error

	งานวิจัยนี้		Quarton และ Kolsi (1983)
	สารในรูปผง	ผลึกเดี่ยว	
a (Å)	9.7424(4)	9.7589(4)	9.708(5)
b (Å)	4.7989(2)	4.7975(2)	4.805(2)
c (Å)	7.2535(3)	7.2292(3)	7.166(4)
R -factor (%)	7.3	8.4	3.4

สรุป

จากการทดลองสังเคราะห์สารประกอบ NaCuPO_4 ทั้งในรูปผงด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และรูปผลึกเดี่ยวด้วยวิธี vertical gradient technique พบว่า สารประกอบที่สังเคราะห์ได้ทั้งสองรูปแบบ มีโครงสร้างที่ถูกต้องสอดคล้องกับฐานข้อมูล สำหรับผลึกเดี่ยว NaCuPO_4 ซึ่งเป็นจุดประสงค์หลักของงานวิจัยนี้ โดยใช้เตาเผาแนวตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกผลึกอยู่ที่ประมาณ 680 องศาเซลเซียส ทำการเลื่อนสารตั้งต้นผ่านจุดหลอมเหลวที่อัตรา 1 เซนติเมตรต่อวัน สามารถสังเคราะห์ได้ผลในระดับมิลลิเมตร มวลระดับมิลลิกรัม มีสีเขียวอ่อน อย่างไรก็ตามลักษณะภายนอกของผลึกไม่สามารถระบุหน้าผลึกได้ด้วยตาเปล่าอันเป็นเอกลักษณ์ของผลึกเดี่ยวโดยทั่วไป ซึ่งหลังจากนี้ จะได้มีการนำผลึกเดี่ยวที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาเพิ่มเติมในเชิงสมบัติทางแม่เหล็กต่อไปในอนาคต

เอกสารอ้างอิง

- Gitgeatpong, G., Zhao, Y., Fernandez-Baca, J. A., Hong, T., Sato, T. J., Piyawongwatthana, P., Nawa, K., Saeau, P., & Matan, K. (2022). Magnetic structure and spin dynamics of the quasi-two-dimensional antiferromagnet Zn-doped copper pyrovanadate. **Physical Review B**, **106**, 214438.
- Gitgeatpong, G., Zhao, Y., Piyawongwatthana, P., Qiu, Y., Harriger, L. W., Butch, N. P., Sato, T. J., & Matan, K. (2017). Nonreciprocal magnons and symmetry-breaking in the noncentrosymmetric antiferromagnet. **Physical Review Letters**, **119**, 047201.
- Hayami, S., Kusunose, H., & Motome, Y. (2016). Asymmetric magnon excitation by spontaneous toroidal ordering. **Journal of the Physical Society of Japan**, **85**, 053705.
- Mansour, O. S., Louati, B., & Guidara, K. (2017). Study of complex impedance spectroscopic properties of the α -NaCuPO₄ compound. **Optical and Quantum Electronics**, **49**(9), 311.
- Proskurin, I., Stamps, R. L., Ovchinnikov, A. S., & Kishine, J. (2017). Spin-wave chirality and its manifestations in antiferromagnets. **Physical Review Letters**, **119**, (17)177202.
- Quarton, P. M., & Kolsi, A. W. (1983). Structure de l'Orthophosphate double NaCuPO₄- α . **Acta Crystallographica Section C**, **39**, 664-667
- Rodriguez-Carvajal, J. (1993). Recent advances in magnetic structure determination by neutron powder diffraction. **Physica B: Condensed Matter**, **192**(1-2), 55-69
- Sands, D. E. (1993). **Introduction to crystallography**. New York, NY: Dover Publications.
- Ulutagay-Kartin, M., Etheredge, K., Schimek, G. L., & Hwu, S.-J. (2002). Synthesis, structure, and magnetic properties of two quasi-low-dimensional antiferromagnets, NaMnAsO₄ and β -NaCuPO₄. **Journal of Alloys and Compounds**, **338**(1-2), 80-86
- Wu, Y., Dong, X. L., Yang, H. X., Huang, X. J., Li, J. Q., Zhou, F., Zhou, X. J., & Zhao, Z. X. (2012). Magnetic transition in α -NaCuPO₄ with Cu-O chains. **AIP Advances**, **2**(3), 032172.