



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์และศึกษาจลนพลศาสตร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการผลิตพลังงาน
เชื้อเพลิงทางเลือก

Synthesis and study of kinetic of catalysts for producing fuel alternative energy

นายมนตรี ทองคำ

นายบรรจง บุญชม

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2555

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

RCH
QD
502
น151ก

b. 12607605
i.

เลขหมู่.....131085

เลขทะเบียน.....
วัน,เดือน,ปี. 2.2.11ค. 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปตีพิมพ์โดยไม่แจ้งขออนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามไปเผยแพร่หา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การสังเคราะห์และศึกษาจนผลศาสตร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการผลิต
พลังงานเชื้อเพลิงทางเลือก

แหล่งเงิน ทุนอุดหนุนการวิจัย ประเภท เงินอุดหนุนทั่วไป / เงินรายได้

ประจำปีงบประมาณ 2555 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 50,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ต.ค. 2554 ถึง 30 ก.ย. 2555

ชื่อ-สกุล หัวหน้าโครงการ นายมนตรี ทองคำ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล.

ผู้ร่วมโครงการวิจัย นายบรรจง บุญชม สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พื้นฐาน สจล. วิทยาเขต ชุมพร

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของโลหะโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และโลหะคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง และได้ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของโลหะโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และโลหะคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry, DSC) เพื่อหาอุณหภูมิในการเผา $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ไปเป็นโลหะโคบอลต์ (II) ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) และโลหะคอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) จากนั้นได้ตรวจสอบเอกลักษณ์ทางโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และได้ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

คำสำคัญ: โลหะฟอสเฟต, โลหะไพโรฟอสเฟต และตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Research Title: Synthesis and study of kinetic of catalysts for producing fuel alternative energy

Researcher: Mr.Montree Thongkam

Co-researcher: Mr.Banjong Boonchom

Faculty: Science **Department:** Chemistry

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ABSTRACT

This research studies on simple and rapid synthesis and characterization of cobalt (II) hydrogen phosphate hydrate ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) and copper (II) hydrogen phosphate hydrate ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) at room temperature. Thermal behaviors of the studied materials are carried out by differential scanning calorimetry (DSC) which revealed calcined temperature of cobalt (II) hydrogen phosphate hydrate ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) and copper (II) hydrogen phosphate hydrate ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) to transform cobalt (II) pyrophosphate ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) and copper (II) pyrophosphate ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Structural synthetic substances ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$) are characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and morphologies of all samples are checked by scanning electron microscopy (SEM).

Keywords : *Metal phosphate, Metal pyrophosphate and Catalyst*

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณอาจารย์ สาขาวิชาเคมี และเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆที่ทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอบคุณบุคคลที่ไม่อาจกล่าวชื่อได้สำหรับความปรารถนาดีที่มีให้มาตลอด ขอขอบคุณที่คอยให้ที่พักในยามเหนื่อยล้า เป็นแรงใจที่ดี คอยกระตุ้นให้ทำงานและคำแนะนำที่ช่วยให้ผ่านพ้นเรื่องราวต่างๆ มาได้ คอยกดดันให้มีความรับผิดชอบ ความอดทนอดกลั้น และความกล้า เป็นตัวเร่งให้ทุกอย่างผ่านไปได้ และบุคคลที่คอยโทรมาให้กำลังใจอยู่บ่อยครั้ง ที่เป็นแรงผลักดันให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุนอุดหนุนการวิจัย ประเภท เงินอุดหนุนทั่วไป / เงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ.2555 ปีงบประมาณที่ได้รับการจัดสรรทุนอุดหนุนการวิจัยโครงการวิจัยนี้สำเร็จตามจุดประสงค์ที่ตั้งไว้



นายมนตรี ทองคำ
นายบรรจง บุญชม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.2 การวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี.....	15
(Differential Scanning Calorimetry, DSC) และแบบดิฟเฟอเรนเชียล	
เทอร์มอล (Differential Thermal Analysis, DTA)	
2.3.3 อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี.....	17
(Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)	
2.3.3.1 หลักการ.....	18
2.3.3.2 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี AAS.....	19
2.3.3.3 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชัน	20
สเปกโทรโฟโตมิเตอร์	
2.3.3.4 กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ.....	21
(Flame Atomization)	
2.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	21
(Scanning Eletron Microscopy, SEM)	
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	28
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี.....	28
3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	28
3.1.2 สารเคมี.....	28
3.2 ขั้นตอนการดำเนินการสังเคราะห์.....	29
3.2.1 การเตรียมสารเคมี.....	29
3.2.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$).....	30
และสารคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	
3.2.3 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) และสารคอปเปอร์-	35
ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$)	
3.2.3.1 การสังเคราะห์โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$).....	35
3.2.3.2 การสังเคราะห์คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$).....	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้.....	35
3.3.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด.....	35
สเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)	
3.3.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อน.....	36
แบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC)	
3.3.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน.....	36
แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)	
3.3.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Co และ Cu ด้วยเทคนิคอะตอมมิก.....	36
แอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)	
บทที่ 4 ผลการวิจัย	39
4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results).....	39
4.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method).....	41
4.2.1 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสันของสารสารทวิโลหะไฮโดรเจน.....	41
ฟอสเฟตไฮดรตและสารทวิโลหะโลหะโพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)	
4.2.2 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต.....	51
ไฮดรตและสารทวิโลหะโลหะโพโรฟอสเฟตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)	
4.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร.....	59
4.3.1 สารโคบอล (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$).....	59
4.3.2 สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$).....	62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	66
5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results).....	66
5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ.....	66
(Characteristic materials and Identification method)	
5.2.1 สรุปผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสันของสารสารทวิโลหะ.....	66
ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต	
5.2.2 สรุปผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต.....	67
ไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต	
5.3 สรุปผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน.....	67
5.4 ข้อเสนอแนะ.....	68
เอกสารอ้างอิง	69
ภาคผนวก	73
ภาคผนวก ก	74
ภาคผนวก ข	76
ประวัตินักวิจัย	78

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำภายในโครงสร้างของแข็ง (cm^{-1})	14
2.2 รูปแบบการสั่นของโมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต	14
2.3 รูปแบบการสั่นของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต	15
4.1 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์(II)ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	40
4.2 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์(II)ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	40
4.3 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$)	41
4.4 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$)	41
4.5 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการซัง และสารละลายความเข้มข้น 1.0 M	48
4.6 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการซัง และสารละลายความเข้มข้น 1.0 M	49
4.7 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร CoP_2O_7 ด้วยวิธีการซังและ สารละลายความเข้มข้น 1.0 M	50
4.8 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร CuP_2O_7 ด้วยวิธีการซังและ สารละลายความเข้มข้น 1.0 M	50
4.9 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	59
4.10 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	62

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	6
2.2 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$	7
2.3 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	9
2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	13
2.5 Vibration modes ของโมเลกุลน้ำ	13
2.6 Vibrational modes ของโมเลกุล Tetrahedral, XY_4	14
2.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry , DSC)	16
2.8 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (Differential thermal analysis, DTA)	16
2.9 เครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (DTA)	17
2.10 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (DSC)	17
2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry , DSC)	17
2.12 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง AAS	19
2.13 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy, SEM)	22
2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy, SEM)	22
2.15 ลักษณะโครงของสายโซ่วงแหวน (A) และสายโซ่ตรง (B) ของ $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$	24
3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร	37
3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร	38
4.1 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$	42
4.2 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$	43
4.3 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$	43

สารบัญภาพ(ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.4 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$	44
4.5 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	44
4.6 FTIR spectra ของ CoP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง[a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	45
4.7 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	45
4.8 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	46
4.9 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	46
4.10 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	47
4.11 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง[a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	47
4.12 FTIR spectra ของ CuP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง[a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	48
4.13 FTIR spectra ของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน CoCuP_2O_7	51
4.14 FTIR spectra ของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน CoCuP_2O_7	52

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
4.15 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2500 เท่า	53
4.16 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1500 เท่า	54
4.17 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1000 และ 2000 เท่า ตามลำดับ	55
4.18 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ	56
4.19 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1000 เท่า	57
4.20 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า	58
4.21 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	60
4.22 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	60
4.23 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	61
4.24 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
4.25 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] = $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [c] = $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	62
4.26 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	63
4.27 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4160 \text{ g Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	64
4.28 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	64
4.29 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	65
4.30 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] = $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [c] = $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	65

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ปัจจุบันสารกลุ่มโลหะฟอสเฟตได้รับความสนใจและมีการศึกษากันอย่างกว้างขวาง เพราะสารกลุ่มนี้ถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลายด้าน เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผงสี ตัวแลกเปลี่ยนไอออน เซลล์เชื้อเพลิง สารซักล้าง สารเติมแต่งในอาหาร สีเคลือบผิววัสดุเซรามิกหรือโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อน ใช้เป็นปุ๋ย รวมถึงการประยุกต์ใช้งานด้านอื่นๆ[1] ซึ่งสารกลุ่มโลหะฟอสเฟตถือเป็นสารในกลุ่มที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ยังสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และมีประโยชน์ทางอ้อมเมื่อสารกลุ่มนี้ถูกทิ้งหรือปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อมคือสามารถให้ธาตุอาหารกับพืชต่างๆ การใช้โลหะฟอสเฟตเป็นสารให้สีนั้นมีข้อได้เปรียบ คือ จะมีเสถียรภาพทั้งในด้านความร้อนและสภาพทางเคมี เช่น ทนต่อความเป็นกรดหรือเบส สูงกว่าการใช้สารที่ให้สีประเภทอื่นๆ นอกจากนี้โลหะแต่ละชนิดยังให้เฉดสีที่แตกต่างกัน[2] ทำให้สามารถเลือกผสมโลหะแต่ละชนิดเข้าด้วยกันได้เพื่อให้ได้เฉดสีตามที่ต้องการได้ สารประกอบกลุ่มโลหะฟอสเฟตนั้นมีที่มาจาก 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ เรียกว่า แร่ธาตุกลุ่มฟอสเฟต โดยเกิดขึ้นผ่านกระบวนการตามธรรมชาติที่ต้องใช้เวลาและสภาวะที่เหมาะสม โดยการตกตะกอนเกิดจากฟอสฟอรัสที่มาจากปุ๋ยฟอสเฟตกับโลหะที่เป็นจุลธาตุอาหารของพืช สารประกอบโลหะฟอสเฟตที่เกิดขึ้นนี้ค่อนข้างจะมีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยหรือแทบจะไม่ละลายน้ำเลย จึงก่อให้เกิดปัญหาทำให้ดินจับกันแน่นแข็ง พืชไม่สามารถดูดซับธาตุ ฟอสฟอรัสและโลหะที่เป็นจุลธาตุอาหารไปใช้ประโยชน์ได้ เมื่อเกิดการตกตะกอนของโลหะฟอสเฟตนี้ ก็จะส่งผลทำให้เกิดปัญหาของการเสื่อมโทรมของดิน ที่มาของโลหะฟอสเฟตแหล่งที่สองนั้น มาจากการเตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ วิธีการเตรียมก็มีอยู่หลายวิธี อาทิเช่น การเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน (precipitation) การตกตะกอนร่วม (co-precipitation) แบบไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) การสังเคราะห์สารแบบ โซลเจล (sol gel method) และวิธีอื่น ๆ โดยพบว่าสารประกอบฟอสเฟตถูกแบ่งออกตามโครงสร้างหน่วยย่อยของฟอสเฟต คือ PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , $H_2PO_4^-$, $P_2O_7^{4-}$ และ $P_4O_{12}^{4-}$ เป็นต้น โดยสามารถที่จะเปลี่ยนแปลงภาพโครงสร้างของหน่วยย่อยตามความเสถียรที่ขึ้นกับสภาวะอุณหภูมิที่เหมาะสม ซึ่งเป็นคุณสมบัติเฉพาะตัวของสารตั้งต้นแต่ละตัว ทำให้ความหลากหลายของการใช้งานของสารในกลุ่มฟอสเฟตเพิ่มสูงมากขึ้น ด้วยเหตุนี้เองที่ทำให้เกิดความสนใจในการสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตที่อยู่ในสภาพแบบหนึ่งก่อน จากนั้นใช้ความร้อนในการทำให้สารกลุ่มที่สังเคราะห์ได้เกิดการสลายตัวกลายเป็นสารโลหะฟอสเฟตอีกภาพแบบหนึ่ง อย่างไรก็ตาม ในการสังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตก็มียานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับสารในกลุ่มนี้ในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาเป็นอย่างมากแต่ส่วนใหญ่เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิธีการที่ยุ่งยากและใช้เวลานาน โครงการงานนี้จึงพยายามศึกษาหาวิธีสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตดังกล่าวด้วยวิธีการที่สะดวก รวดเร็ว และประหยัดพร้อมกันนั้นกระบวนการเตรียมต้องไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารโลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่แตกต่างกันก็ได้ถูกรายงานในโครงการงานนี้ด้วย

โดยในโครงการงานนี้จะสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เมื่อ $x = 0.0, 0.5$ และ 1.0) และโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ เมื่อ $y = 0.0, 1.0$ และ 2.0) โดยในขั้นตอนแรกจะสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตกลุ่มแรกก่อน ($\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิในช่วงที่เกิดการสลายตัว ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตกลุ่มที่สอง ($\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$) จากนั้นทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่ได้ทั้งหมด

1.2 วัตถุประสงค์

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้มุ่งศึกษาการเตรียมสารในกลุ่มโลหะฟอสเฟต คือ โคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), คอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากการสลายตัวจนได้สารกลุ่มใหม่อีกชนิดหนึ่ง คือ สารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ เมื่อ $y = 0.0, 1.0$ และ 2.0) ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จึงแบ่งวัตถุประสงค์ออกเป็น 4 ข้อ คือ

1.2.1 สังเคราะห์โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และ คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C เพื่อให้ได้สารอนุพันธ์ทางความร้อน คือ โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต และ คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต

1.2.2 ศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) กลายเป็นโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต และการสลายตัวทางความร้อนของคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) กลายเป็นคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry)

1.2.3 ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}_x\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ด้วยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็วโดยศึกษาสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งประกอบด้วยชนิดของสารตั้งต้น ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ค่าพีเอช (pH = 6) และสารปรับพีเอช (NaOH)

1.3.2 ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อน ณ ช่วงอุณหภูมิของการสลายตัวจาก $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ไปเป็น $\text{Co}_x\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ตามลำดับ ด้วย DSC โดยการนำสารกลุ่มนี้ไปเผาเพื่อให้ได้สารกลุ่มไพโรฟอสเฟต

1.3.3 ศึกษาสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้ ทั้งสมบัติทางด้านเคมี เช่น ภาพแบบของการสั่นของสาร รวมถึงองค์ประกอบของธาตุ และสมบัติทางด้านกายภาพ เช่น พฤติกรรมทางความร้อน และลักษณะพื้นฐานวิทยา

1.4 แผนการดำเนินงาน

เดือน ขั้นตอน	2553							2554		
	มิ.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.
1. ศึกษาหาข้อมูล ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	←	→								
2. ออกแบบการทดลองพร้อมจัดซื้ออุปกรณ์ และสารเคมี			←	→						
3. ทำการสังเคราะห์สาร				←	→					
4. ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคต่างๆ							←	→		
5. วิเคราะห์ผลการทดลอง สรุปและรายงานผลการทดลอง									←	→

1.5 ประโยชน์ที่ได้จากงานวิจัยนี้

เมื่องานวิจัยนี้เสร็จสมบูรณ์ คาดว่าจะได้รับข้อมูลที่เป็นประโยชน์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1.5.1 ได้สารทั้งหมด 4 ตัว คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_x\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ พร้อมกับสภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น สารตั้งต้น ค่าพีเอช ชนิดของตัวปรับพีเอช และอุณหภูมิหรือเวลาที่ใช้ในการเผาเพื่อให้ได้สาร ไพโรฟอสเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5.2 ได้สัดส่วนขององค์ประกอบของสารทั้ง 4 ตัว คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

1.5.3 ได้ภาพแบบพฤติกรรมทางความร้อนของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด

1.5.4 ได้ภาพแบบการสั่นของสารที่ประกอบด้วย HPO_4^- กับ H_2O และ $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ และสามารถจำแนก
ระบบโครงสร้างของผลึก รวมถึงทราบลักษณะสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด

จากข้อมูลต่างๆที่ได้รับจากงานวิจัยนี้ ในอนาคตน่าจะมีโอกาสถูกนำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับ
การเลือกใช้สารที่ศึกษานี้ เพื่อใช้ประโยชน์ทั้งระดับภาคการศึกษาและระดับอุตสาหกรรมต่อไป



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

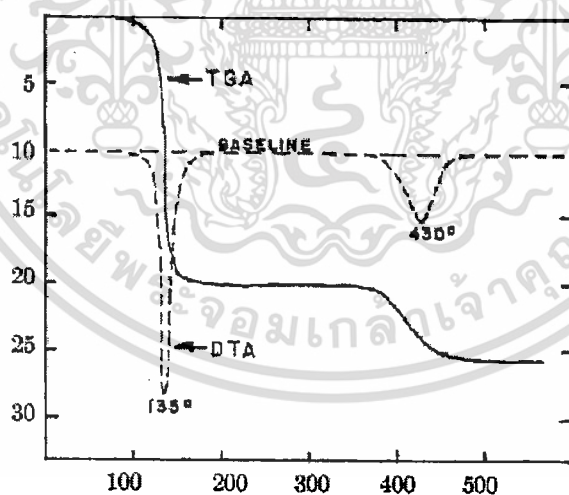
ในบทนี้กล่าวถึงข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับ โลหะฟอสเฟตรวมถึงเทคนิคและวิธีการต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์สาร โลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1 โลหะฟอสเฟต

โลหะฟอสเฟต (Metal Phosphates) คือ สารชนิดหนึ่งที่เกิดจากการรวมตัวกันของแร่ในกลุ่มฟอสเฟตกับโลหะ มีการนำไปใช้ประโยชน์กันอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวแลกเปลี่ยนไอออน สีเคลือบป้องกันการกัดกร่อน สารซักล้าง ปุ๋ยที่มีคุณภาพสูง และอื่นๆ อีกมากมาย [3] โลหะฟอสเฟตนั้นสามารถจัดเรียงตัวได้หลายรูปแบบ [4] ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการขจัดน้ำที่อุณหภูมิสูงทำให้มีชื่อเรียกที่แตกต่างกันไปแต่ที่พบมากคือ ออร์โทฟอสเฟต (Orthophosphate, PO_4^{3-}) ไฮโดรเจนฟอสเฟต (Hydrogenphosphate, HPO_4^{2-}) ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Dihydrogenphosphate, H_2PO_4^-) ไพโรฟอสเฟต (Pyrophosphate, $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) และไซโคลเตตระฟอสเฟต (Cyclotetraphosphate, $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) การที่โลหะฟอสเฟตจะจัดเรียงตัวอยู่ในรูปแบบใดนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะ อัตราส่วนของฟอสฟอรัสต่อโลหะ ค่าพีเอช สารของตัวปรับค่าพีเอช รวมถึงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา แหล่งที่มาของโลหะฟอสเฟตนั้นหลักๆ แล้วได้จากสองแหล่งที่สำคัญคือ จากธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ การเกิดของโลหะฟอสเฟตในธรรมชาตินั้นเกิดจากแร่ในกลุ่มฟอสเฟตซึ่งมาจากปุ๋ยฟอสฟอรัสเกิดการรวมตัวกับโลหะที่มีอยู่ทั่วไปในดินสุดท้ายก็จะเกิดเป็นโลหะฟอสเฟตซึ่งมักจะปนอยู่กับหินแร่ชนิดอื่นๆ ซึ่งยากที่จะแยกออกมาใช้งาน ส่วนแหล่งที่มาของโลหะฟอสเฟตแหล่งที่สองคือ ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งถือว่าเป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตในภาพแบบที่ต้องการได้ ที่ผ่านมามีผู้สังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตที่มีภาพแบบต่างๆ มากมาย เช่น ในปีค.ศ. 1998 I.L.shashkova et al. [5] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมและแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and $\text{MgHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากโดโลไมต์ (Dolomite) ซึ่งเป็นหินที่มีส่วนประกอบของ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ หาได้ง่ายตามธรรมชาติและราคาถูก การทดลองเริ่มจากนำโดโลไมต์ไปร่อนเพื่อนำสิ่งเจือปนออก จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดเป็นผงและนำมาผสมกับ 10-20% กรดฟอสฟอริกพร้อมปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาหลายชั่วโมง จากนั้นนำมากรองและนำไปอบ ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แต่สารที่ได้นั้นมีสิ่งเจือปนอื่นๆ ปนอยู่บ้างเนื่องจากวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ได้มาจากธรรมชาติ ต่อมาปีค.ศ.2004 Han E. และ Lundager Madsen [6] ศึกษาการสังเคราะห์สารในกลุ่มคอปเปอร์ฟอสเฟต โดยใช้สารละลายคอปเปอร์ (II) ไนเตรต (CuNO_3) กับสารละลายแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) ที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน ปั่นกวนพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 37°C เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

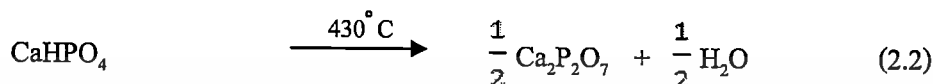
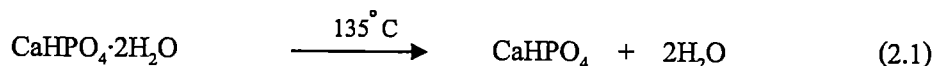
เวลา 7 วัน สุดท้ายแล้วได้สารคอปเปอร์ฟอสเฟตที่อยู่ใน 3 ภาพแบบ ได้แก่ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, CuMH_4PO_4 และ Cu_2OHPO_4 และในปีค.ศ. 2006 V.N. Viter และ P.G.Nagomyi [7] เห็นว่ายังไม่มีการสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตที่ประกอบด้วยโลหะมากกว่าหนึ่งชนิดในสารโลหะตัวเดียวฟอสเฟต จึงทดลองสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตในกลุ่มของ คอปเปอร์ฟอสเฟต ขึ้นหลายตัวด้วยการแทนที่โลหะนิกเกิลหรือโคบอลต์ลงไปเพื่อทำให้เกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) โดยการผสมคอปเปอร์ (II) คาร์บอเนต (CuCO_3) โคบอลต์ (II) คาร์บอเนต (CoCO_3) หรือนิกเกิล (II) คาร์บอเนต (NiCO_3) กับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่สัดส่วนโมลของ Cu:M:P (เมื่อ M คือ โลหะนิกเกิลหรือโคบอลต์) ต่างๆ ทำการผสมโดยการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น และนำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C ผลการทดลองพบว่าได้สารโลหะฟอสเฟตที่มีสูตรเป็น $(\text{Cu}_{1-x}\text{Co}_x)_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($0 \leq x \leq 0.20$, $0.55 \leq x \leq 0.65$) และ $(\text{Cu}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($0 \leq x \leq 0.12$) หลังจากนั้นเป็นเวลา 2 ปี V.N. Viter [8] คนเดิมสนใจที่จะสังเคราะห์โคบอลต์ (II) นิกเกิล (II) ฟอสเฟต โดยผสมโคบอลต์ (II) และนิกเกิล (II) คาร์บอเนต (CoCO_3 and NiCO_3) กับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่สัดส่วนโมลของ Co:Ni:P ต่างๆ กันที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลาประมาณ 30 วัน ผลปรากฏว่าได้สารโคบอลต์นิกเกิลฟอสเฟต 3 กลุ่ม คือ $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x\text{HPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ และ $(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ เมื่อ ($0 \leq x \leq 1.00$) หลังจากนั้นในปีต่อๆ มาเริ่มมีการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของสารโลหะฟอสเฟตขึ้น โดย J.G. Rabatin et al. [9] ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) แสดงดังภาพที่ 2.1



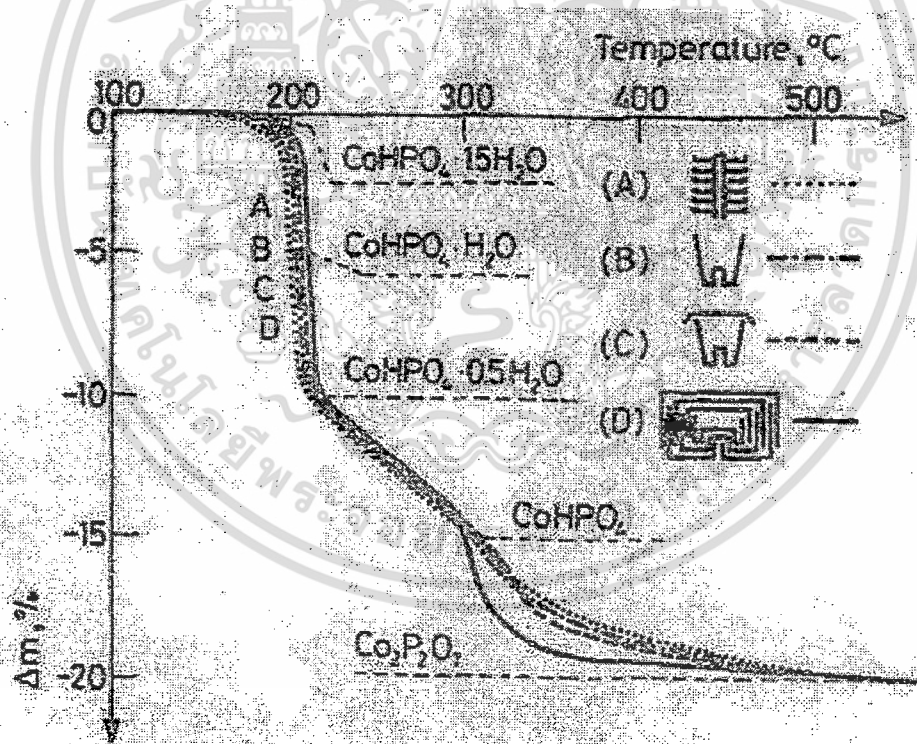
ภาพที่ 2.1 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากเทอร์โมแกรมที่ได้ อธิบายได้ว่า $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ นั้นเริ่มเกิดการสูญเสียโมเลกุลน้ำสองโมเลกุลแรกที่อุณหภูมิ 135°C และสูญเสียอีกหนึ่งโมเลกุลต่อมาที่อุณหภูมิประมาณ 430°C เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็นไพโรฟอสเฟต ซึ่งแสดงขั้นตอนการสลายตัวได้ดังสมการ



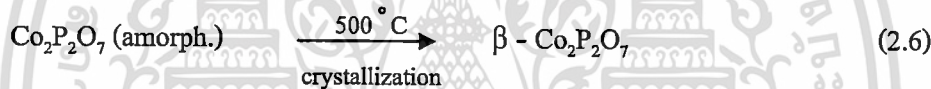
การศึกษากลไกและจลนพลศาสตร์ของการสลายตัวทางความร้อนของสารโลหะฟอสเฟตเริ่มได้รับความสนใจและการยอมรับขึ้นเรื่อยๆ เริ่มต้น D.Bradova และคณะ [10] ได้ศึกษากลไกการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้ platinum crucibles ชนิดต่างๆ คือ (A) multiplate sample holder, (B) open crucible, (C) crucible with a lid และ (D) a labyrinth crucible ผลที่ได้จาก TG curve ดังภาพที่ 2.2



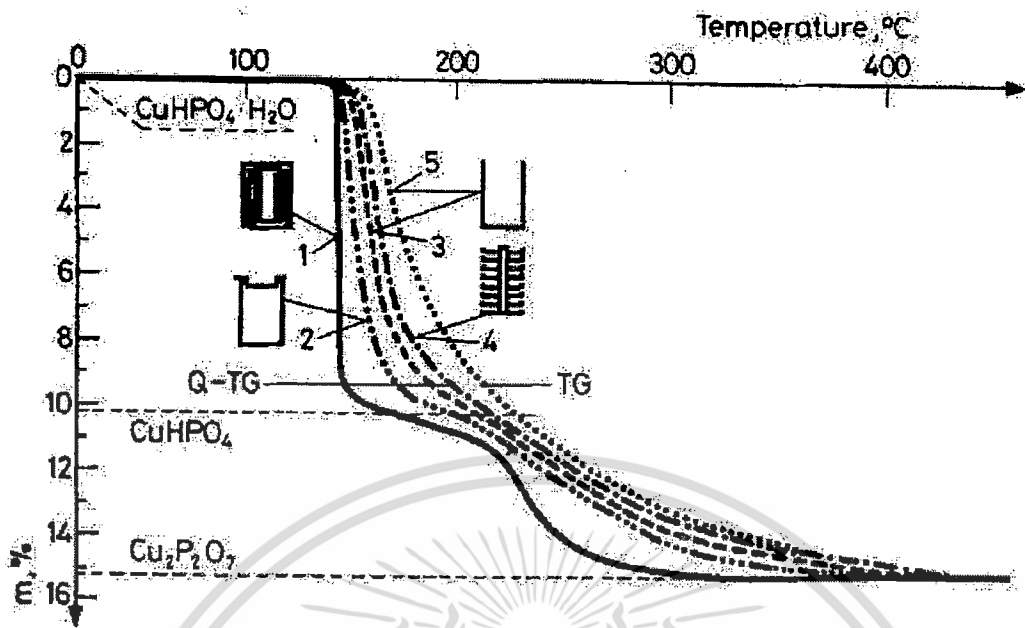
ภาพที่ 2.2 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทดสอบการสลายตัวทำภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริก ในขั้นตอนแรกสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ เกิดการสลายตัวให้โมเลกุลของน้ำ 1 โมเลกุล แต่อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวในขั้นตอนนี้จะแตกต่างกันไปตามชนิด crucibles ชนิดต่างๆ ที่ใช้ คือ 208°C (A), 212°C (B), 216°C (C) และ 220°C (D) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิของการสลายตัวแปรเปลี่ยนตามการลดลงของความดันย่อยของไอน้ำภายใน crucible การสูญเสียน้ำ ส่วนสุดท้ายของโมเลกุล $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการควบแน่นทำให้เกิดเป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 300°C และสิ้นสุดที่ประมาณ 500°C โดยสามารถสรุปเป็นขั้นตอนของการสลายตัวได้ดังสมการที่ 2.3 – 2.6



และต่อมาในค.ศ.ปี 1988 D.Bradowa และคณะ [11] ก็ได้ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริกและใช้ crucible ชนิดต่างๆ กันอีกเช่นกัน (labyrinth crucible: curve 1, covered crucible : curve 2, uncover crucible : curve 3, multiplate sample holder : curve 4) ผลแสดงดังภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [11]

จากกราฟเห็นได้ว่าการสลายตัวของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ นั้นเกิดขึ้น 2 ขั้นตอน ในขั้นแรกสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เกิดการสูญเสียน้ำในโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิประมาณ 145°C และเกิดการสูญเสียน้ำในขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 230°C และเมื่อใช้ crucible ต่างกันก็ส่งผลให้กราฟเกิดการเลื่อนเปลี่ยนตำแหน่งของอุณหภูมิไปด้วย โดยกราฟที่ 1 ใช้ labyrinth crucible ซึ่งเกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำน้อยที่สุดสารจึงเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าการใช้ multiplate sample holder ที่เกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำ (vapor pressure) มากที่สุด

2.2 วิธีการสังเคราะห์สาร (Synthesis Method)

วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารนั้นมีอยู่มากมายหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดก็มีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไป ซึ่งแน่นอนว่าสารตัวเดียวกันแต่ใช้วิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ย่อมทำให้สมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีแตกต่างกันด้วยในบางกรณี ตัวอย่างและรายละเอียดของแต่ละวิธี มีดังวิธีต่อไปนี้

2.2.1 การตกตะกอน (Precipitation) [12]

การตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภทปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative Analysis) แบบเปียกประเภทหนึ่งที่มีมานานและถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ต่างๆ ได้อย่างมากมาย การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกจากสารละลาย โดยอาศัยการเติมสารเคมีที่ทำให้เกิดการตกตะกอนที่เรียกว่า ปริชิพพิแทนท์ (Precipitant) การ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตกตะกอนประกอบไปด้วยกลไกสำคัญคือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแน่นอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้เกิดการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีภาพร่างเป็นแบบแอนไอโซโทรปี (Anisotropy) สำหรับสารโลหะฟอสเฟตนั้นอาจจะตกตะกอนในสถานะที่เป็นกรดหรือเบสก็ได้ขึ้นกับโครงสร้างหน่วยย่อยของฟอสเฟต เช่น การสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากระบบสารตั้งต้น $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ที่ $\text{pH} = 6$ ด้วย 1.0 M NaOH

2.2.2 ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) [13, 14]

ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นกระบวนการในการสังเคราะห์สารที่เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผลึกโลหะต่างๆ ที่อยู่ในสภาพของสารละลายหรือสารแขวนลอย (ปกติจะใช้น้ำ) ด้วยอุณหภูมิและความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวจะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous Powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก (โดยทั่วๆ ไปจะมีขนาดประมาณ 10 ถึง 12 นาโนเมตร) มีการกระจายตัวของอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และเป็นเนื้อเดียวกัน เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลมีการใช้อุณหภูมิและความดันสูงในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะอยู่ใกล้กับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤติของน้ำ และความดันที่ใช้จะอยู่ในช่วงประมาณ 20 เมกะพาสคัล (MPa) จึงต้องทำการเตรียมในหม้อความดัน (Autoclave) ทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแรงทนทาน และสามารถทนอุณหภูมิได้สูง โดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในของหม้อความดันด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย สำหรับตัวอย่าง การสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตด้วยวิธีนี้ เช่น การสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยการผสม $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ กับ NaH_2PO_4 และนำลงใน Autoclave โดยผสมตามสัดส่วนโมลของสาร จากนั้นนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิสูงพร้อมกำหนดระยะเวลา

2.2.3 กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) [15]

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับ ความนิยมสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ และนอกจากนี้ยังสามารถนำไปตัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายภาพแบบ เช่น การผลิตตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) ตัวดูดซับ (Adsorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin films) การฉาบผิววัสดุ (Coatings) เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ (Nuclear fuel) แผ่นกรองและเส้นใยเซรามิกแก้วชนิดพิเศษ ผงขัดและวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ต่างๆ คำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ว่า “โซล-เจล” เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล คือ กระบวนการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งอยู่ในสภาพคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตรไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นวันมีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล” ข้อดีของเทคนิคโซลเจลคือ มีการรวมตัวกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคนาโนเล็กละเอียด อยู่ในช่วง 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลึกเพื่อให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.2.4 การสังเคราะห์โดยเทคนิคโซโนเคมีคอล (Sonochemical) [16]

เทคนิคโซโนเคมี (sonochemical) จะว่าด้วยการใช้อุลตราซาวด์กับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้ ทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติกคาวิตชัน (Acoustic cavitation) คาวิตชัน (Cavitation) คือการเกิดการชนกันอย่างรุนแรงของฟองในของเหลว ทำให้เกิดความร้อนถึงประมาณ 5000 องศาเซลเซียส ก่อให้เกิดความดันประมาณ 1000 บรรยากาศ ก่อให้เกิดการเพิ่มความร้อน (หรือการลด) ด้วยอัตรามหาศาลมากกว่า 10⁹ องศาเซลเซียสต่อวินาทีและเกิดไมโครเจ็ต ที่ความเร็ว 400 กิโลเมตรต่อชั่วโมง ฟองที่เกิดคาวิตชันเป็นฟองของสุญญากาศ สุญญากาศจะเกิดจากการที่พื้นผิวที่เคลื่อนที่เร็ว (A Fast Moving Surface) ด้านหนึ่งสวนทางกับของเหลวที่เฉื่อย (Inert Liquid) ทำให้เกิดผลต่างของความดันที่มหาศาลที่สามารถเอาชนะแรงดึงดูดภายในโมเลกุลของของเหลว คาวิตชันอาจเกิดจาก นอซเซิลเวินจูรี (Nozzles Venturi) จากหัวฉีดความดันสูง จากการหมุนอย่างรวดเร็ว หรือจากการเหนี่ยวนำด้วยอุลตราซาวด์ ในระบบที่กล่าวมาทั้งหมดนี้ พลังงานที่ถูกใช้ (เป็นพลังงานอินพุต) จะถูกเปลี่ยนเป็น ความเสียดทาน ความปั่นป่วน คลื่น และ คาวิตชัน สัดส่วนของพลังงานอินพุตที่ถูกเปลี่ยนเป็นคาวิตชันจะขึ้นอยู่กับหลายๆ ปัจจัยที่อธิบายการเคลื่อนที่ของอุปกรณ์ที่ทำให้เกิดคาวิตชัน ความเข้มของความเร่งเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญมากอันหนึ่งที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงพลังงานเป็นคาวิตชันอย่างมีประสิทธิภาพ ความเร่งที่สูงจะก่อให้เกิดผลต่างของความดันที่มากมาย สิ่งนี้จะไปทำให้เกิดฟองสุญญากาศที่มากขึ้นแทนที่จะเกิดการเคลื่อนที่ผ่านของเหลวของคลื่นอุลตราซาวด์ ดังนั้น ยิ่งมีความเร่งสูงๆ ก็จะมีสัดส่วนที่สูงของ (พลังงานที่จะเปลี่ยนเป็น) คาวิตชัน

2.2.5 การสังเคราะห์โดยวิธีคอมบัสชัน (Combustion) [17]

วิธีการคอมบัสชัน (Combustion) หลักการทำงานจะอาศัยการเกิดปฏิกิริยรีดอกซ์ (Redox Reaction) โดยจะมีการใช้สารจำพวกไนเตรต และ เชื้อเพลิงที่เป็นสารอินทรีย์ในการเกิดปฏิกิริยา ในการใช้เชื้อเพลิงที่

เป็นสารอินทรีย์นั้นเมื่อเกิดการสลายตัวแล้วจะคายความร้อนออกมาในปริมาณที่สูง ซึ่งความร้อนที่ได้นี้จะนำมาใช้เป็นพลังงานในการเกิดปฏิกิริยาในเทคนิคคอมบัสชัน ซึ่งข้อดีของการสังเคราะห์สารโดยวิธีคอมบัสชันนี้คือ ไม่ต้องอาศัยแหล่งพลังงานจากภายนอก และเกิดปฏิกิริยาได้เร็วอันเป็นผลเนื่องมาจากพลังงานความร้อนที่สูง ส่วนข้อเสียของเทคนิคนี้คือ มีความอันตรายสูงเนื่องจากเกิดการสลายตัวของเชื้อเพลิงซึ่งจะปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมามาก และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนั้นได้สารผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่น้อย

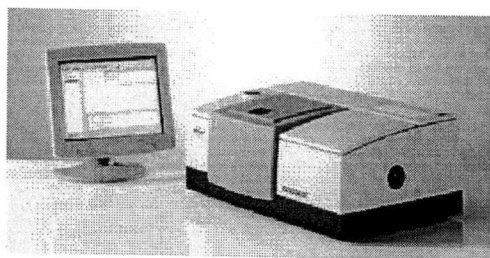
2.2.6 การสังเคราะห์แบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) [18]

การที่เราจะสามารถนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างสารโลหะฟอสเฟตทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ที่เรียกว่า ทวิโลหะฟอสเฟต (Binary metal phosphates) ได้นั้นจะใช้วิธีนี้ ซึ่งหลักการของวิธีการนี้ก็คล้ายกับวิธีการตกตะกอนธรรมดา แต่ใช้สารตั้งต้นเป็นโลหะสองชนิดโดยเตรียมเป็นสารละลายโลหะสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งของฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสมเพื่อให้เกิดตะกอน เช่นการสังเคราะห์ $Mn_{1-x}Mg_xHPO_4 \cdot 3H_2O$ จากระบบสารตั้งต้น $0.1 M MnCl_2 \cdot 4H_2O + 0.1 M MgCl_2 \cdot 6H_2O + 0.1 M H_3PO_4$ ปรับความเป็นเบสที่ $pH = 7$ ด้วย $0.1 M NaOH$ โดยสัดส่วน x เปลี่ยนแปลงตามสูตร โครงสร้างของสารทวิโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ

2.3 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโลหะฟอสเฟต

2.3.1 ฟูเรียร์แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบ พิสูจน์ และศึกษาเกี่ยวกับ โมเลกุลของสาร ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว หรือก๊าซ ข้อมูลที่ได้จากวิธีนี้เป็นข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการเกิดการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของโมเลกุลเมื่อได้รับรังสีอินฟราเรด โมเลกุลจะถูกกระตุ้นเป็น โมเลกุลที่มีพลังงานสูงกว่าที่อยู่สถานะพื้น ซึ่งเป็นพลังงานพอที่จะทำให้โมเลกุลเกิดการสั่นและเกิดการหมุนได้ โดยพลังงานในช่วงอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง คือ ช่วงอินฟราเรด ใกล้ช่วงอินฟราเรดกลาง และช่วงอินฟราเรดไกล สำหรับช่วงอินฟราเรดที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์พื้นฐานการสั่นของสาร โดยทั่วไปมักจะเป็นช่วงกลางที่มีความยาวคลื่นประมาณ $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ สำหรับวิธีการเตรียมสารตัวอย่างนั้นใช้วิธีการนำสารตัวอย่างมาบดกับเกลือ KBr โดยใช้ปริมาณของเกลือ KBr ต่อสารตัวอย่างเท่ากับ 9:1 อัดสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ เพื่อให้แสงผ่านได้

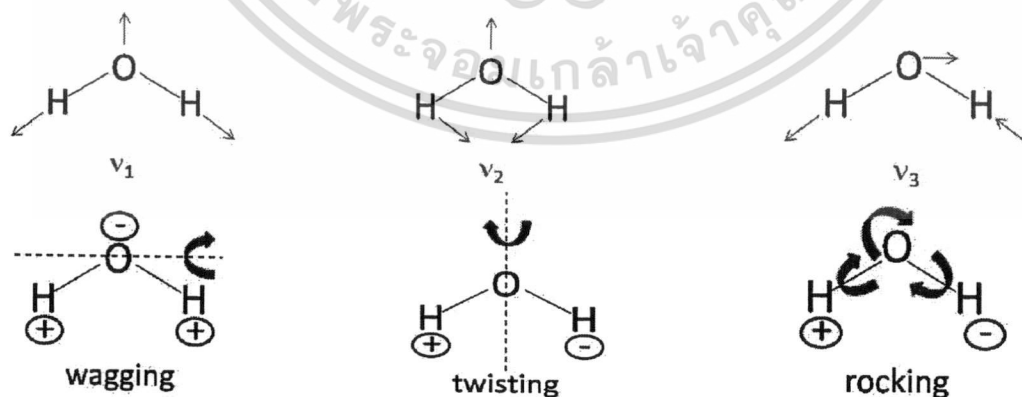


ภาพที่ 2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) [19]

สำหรับภาพแบบการสั่นของสารที่สังเคราะห์ขึ้นที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค FTIR นี้แบ่งภาพแบบการสั่นออกเป็นสองภาพแบบ คือ

2.3.1.1 ภาพแบบการสั่นของน้ำและไฮโดรเจนฟอสเฟต (Water and Hydrogenphosphate Vibration)

โมเลกุลของน้ำที่อยู่ในผลึกเมื่อดูดซับรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ แล้วจะเกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งน้ำประกอบด้วย 3 อะตอมจะมีภาพแบบการสั่นทั้งหมด $3N - 6 = 3(3) - 6 = 3$ ภาพแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (Symmetric stretching : V_1) การสั่นแบบยืดหดไม่สมมาตร (Asymmetric stretching : V_3) และการสั่นแบบโค้งงอ หรือการบิดภาพ (Deformation) เกิดจากการเปลี่ยนแปลงมุมระหว่างพันธะ 2 อันที่เรียกว่า Scissoring (V_2) แล้วยังมีการหมุนที่ถูกขัดขวาง (Hindered rotation) หรือที่เรียกว่า “ไลเบรชัน (Libration)” เกิดจากการหมุนแบบกลับไปกลับมา (Rotational oscillations) ของโมเลกุลน้ำซึ่งเกิดอันตรกิริยากับอะตอมข้างเคียง แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ขึ้นอยู่กับทิศทางของแกนหมุนหลัก ได้แก่ Rocking (R_x), Wagging (R_y) และ Twisting (R_z) ซึ่งภาพและแถบการสั่นของภาพแบบต่างๆ แสดงดังภาพที่ 2.5 และ ตารางที่ 2.1



ภาพที่ 2.5 Vibration modes ของโมเลกุลน้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

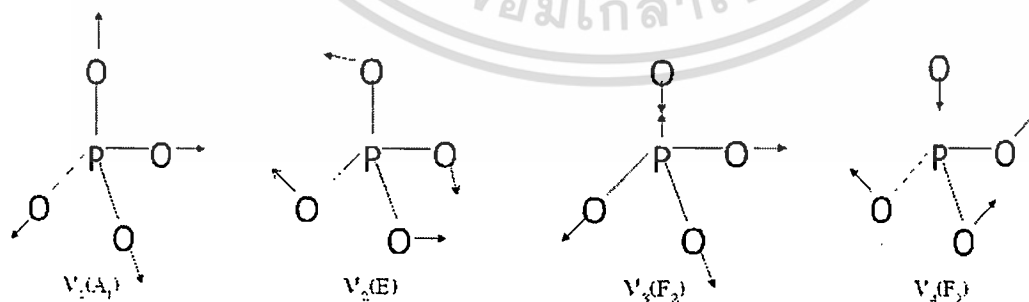
ตารางที่ 2.1 แถบการสั่นพื้นฐานของ โมเลกุลน้ำภายใน โครงสร้างของแข็ง (cm^{-1})

Solid hydrate	H_2O
Stretching modes (V)	3600-3000
Bending modes (δ)	1660-1590
Librations (ρ)	900-350
Translatory modes (T)	350-100

สำหรับโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟต (HPO_4^{2-}) ซึ่งมีจำนวนอะตอมทั้งหมด 6 อะตอมทำให้มีจำนวนภาพแบบการสั่นทั้งหมด $3(6)-6 = 12$ ภาพแบบแต่เกิดการซ้อนทับกันในบ้างจึงเหลือภาพแบบหลักๆ ที่สามารถสังเกตเห็นได้ชัดเจนอยู่ 6 ภาพแบบด้วยกัน [20] ซึ่งแสดงดังตารางที่ 2.2 อีกทั้งโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟตมีการจัดเรียงลักษณะโมเลกุลเป็นเตตระฮีดรอล (Tetrahedral, XY_4) จึงมี Vibration modes ดังแสดงภาพที่ 2.6

ตารางที่ 2.2 ภาพแบบการสั่นของโมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต

ภาพแบบการสั่น	แถบของการสั่น (cm^{-1})
$\nu_{\text{as}}(\text{P-O})$	1076
$\nu_{\text{s}}(\text{P-O})$	989
$\nu(\text{P-OH})$	846
$\delta(\text{O-P-O})$	582
$\delta(\text{O-P-O})$	536
$\rho(\text{P-O}_3)$	395



ภาพที่ 2.6 Vibrational modes ของโมเลกุล Tetrahedral, XY_4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1.2 ภาพแบบการสั่นของไพโรฟอสเฟต (Pyrophosphate Vibration)

ไพโรฟอสเฟต ($P_2O_7^{4-}$) มีภาพแบบของการสั่นทั้งหมด $3(9) - 6 = 21$ ภาพแบบและเกิดการซ้อนทับเช่นกัน ทำให้สังเกตแถบการสั่นหลักๆ ได้ 6 ภาพแบบแสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ภาพแบบการสั่นของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต

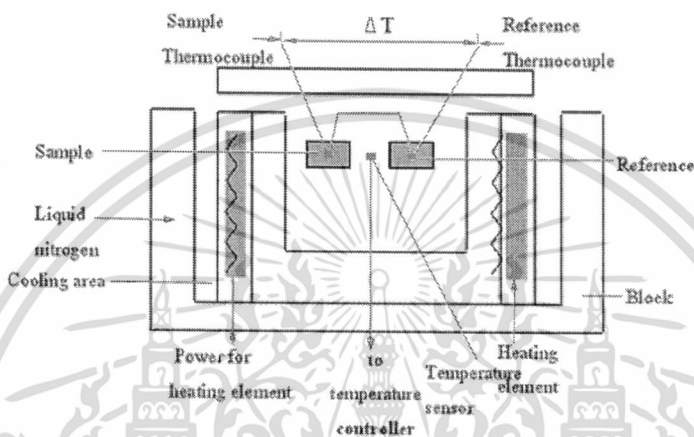
ภาพแบบการสั่น	แถบการสั่น (cm ⁻¹)
$V_{as}(PO_3)$	1108 s
$V_s(PO_3)$	1050 s
$V_{as}(POP)$	970 vs
$V_s(POP)$	763 m
$\delta(PO_3)$	580 s
$\delta(POP)$	557 vs

2.3.2 การวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) และแบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (Differential Thermal Analysis, DTA)

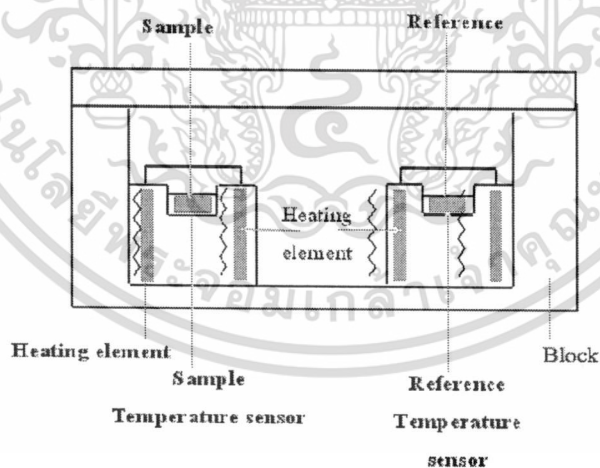
DSC และ DTA เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิของสารตัวอย่าง แต่ DSC เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมมากกว่า ทั้ง DTA และ DSC มีหลักการทำงานเหมือนกัน คือ สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงที่เชื่อมต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (ทองแดง หรือ แกรไฟต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °C) จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิในตัวอย่างจะถูกตรวจวัด และแปรผลขนาดของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.5 - 1.0 มิลลิกรัม ถึงแม้ว่าทั้งสองเทคนิคนี้ให้ข้อมูลที่คล้ายกัน แต่มีข้อแตกต่างที่สำคัญ คือ ในเทคนิค DTA สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานที่เดียวกันและความแตกต่างของอุณหภูมิ (ΔT) ระหว่างสารตัวอย่างและ สารอ้างอิงจะถูกบันทึก เมื่อเริ่มให้ความร้อนถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน (Endothermic) แต่ถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างสูงกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน (Exothermic) สำหรับเทคนิค DSC สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งที่แยกกัน ค่าพลังงานความร้อน ($d\Delta Q/dt$) ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของ ตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้ ข้อมูลที่ถูกนำมาพลอตกราฟกับอุณหภูมิ คือ $\Delta dQ/dt$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(สำหรับ DSC) หรือ ΔT (สำหรับ DTA) กราฟที่ได้เรียกว่า เทอร์โมแกรม (Thermogram) ข้อมูลที่ได้จากเทอร์โมแกรมของ DSC โดยตรงคือค่าเอนทัลปี (Enthalpy, ΔH) ซึ่งจะสัมพันธ์โดยตรงกับพื้นที่ใต้กราฟ ค่าเอนทัลปีนี้สามารถบ่งบอกได้ว่าปฏิกิริยาการสลายตัวของโลหะฟอสเฟตจากภาพแบบหนึ่งไปเป็นอีกภาพแบบหนึ่งนั้นดูดหรือคายความร้อน โดยถ้าค่าเอนทัลปีเป็นบวกก็แสดงว่าเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อนแต่ถ้าติดลบแสดงว่าปฏิกิริยานั้นคายความร้อน ค่าเอนทัลปีที่ได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าความจุความร้อนของสารได้ ค่าเอนโทรปี (ΔS) และพลังงานอิสระของกิบส์ (ΔG) ก็สามารถหาได้จากเทคนิค DSC

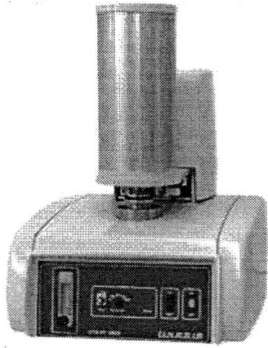


ภาพที่ 2.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) [21]

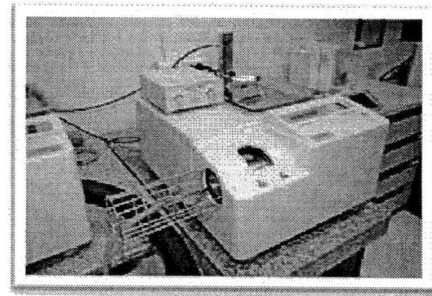


ภาพที่ 2.8 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (Differential Thermal Analysis, DTA) [22]

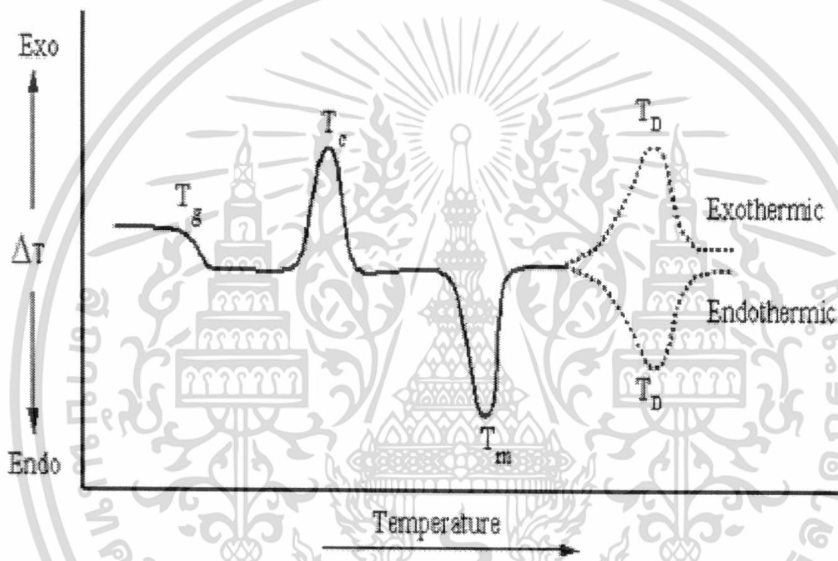
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.9 เครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียลเทอร์มอล (DTA) [23]



ภาพที่ 2.10 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter [24])



ภาพที่ 2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry , DSC) [25]

2.3.3 อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) [26]

ในการศึกษาด้านเคมีวิเคราะห์ สเปกโทรสโกปีการดูดกลืนแสงของอะตอม (Atomic absorption spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะในตัวอย่างต่างๆ เช่น วิเคราะห์หาปริมาณโลหะตะกั่วที่เจือปนอยู่ในหม้อก๋วยเตี๋ยว วิเคราะห์หาปริมาณเงินหรือทองคำที่เจืออยู่ในสินแร่ เป็นต้น ซึ่งเทคนิคนี้สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณโลหะได้มากถึง 70 ธาตุด้วยกัน ระดับความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้อยู่ในระดับ ppm (part per million, หนึ่งในล้านส่วน)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะโดยการใช้อะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่สะดวก รวดเร็ว มีความเที่ยงความแม่นยำ มีสภาพไวสูง และเป็นเทคนิคที่เฉพาะดีมาก สามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโลหะที่มีจำนวนน้อยๆ ดังนั้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์โดยทั่วไปมักนิยมใช้เทคนิคนี้กันมาก

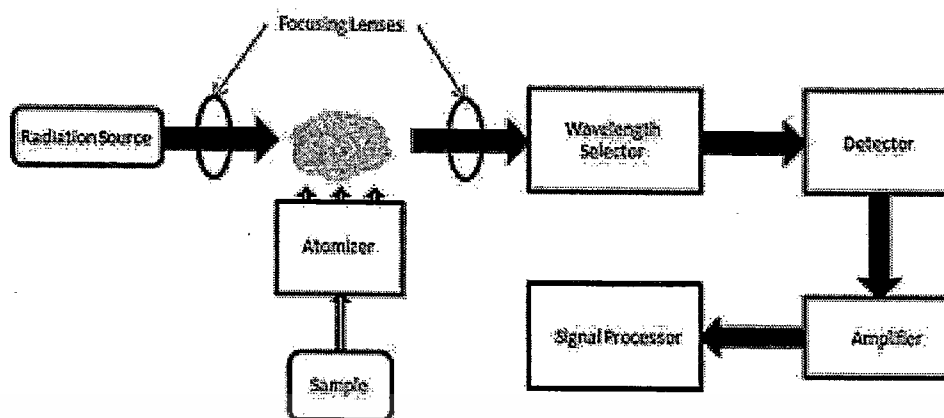
2.3.3.1 หลักการ

นำสารละลายตัวอย่างที่เตรียมมาดูด (Aspirate) เข้าไปในเปลวไฟ Air-Acetylene ของเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดการระเหิด การแตกตัว (Dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ (Vaporization) หรืออาจแตกตัวเป็นอะตอม (Atomization) อยู่ที่สถานะพื้น อะตอมที่สถานะพื้นจะเปลี่ยนสถานะไปสู่สถานะกระตุ้นโดยการดูดกลืนแสงที่ผ่านมาจากแหล่งกำเนิดภายนอก (Hollow Cathode Lamp) ที่ความยาวคลื่นที่เฉพาะเจาะจง ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับของพลังงานแตกต่างกัน จึงมีการดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ซึ่งธาตุแต่ละตัวจะดูดกลืนแสงได้ดีในช่วงความยาวคลื่นต่างกัน เช่น อะตอมของโซเดียมจะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 589 nm เพราะแสงที่ความยาวคลื่นนี้เป็นแสงที่มีพลังงานพอดีที่จะทำให้อิเล็กตรอนของโซเดียมอะตอมเกิดการเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้นดังแสดงในภาพที่ 1 จะเห็นได้ว่าที่ความยาวคลื่นเหล่านี้จัดเป็น spectroscopic line ของอะตอมมิคสเปกตรัม ที่เป็นลักษณะเฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิดสำหรับ การวัดตัวอย่างการดูดกลืนแสงจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ซึ่งความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่างจะหาได้โดยการวัดเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โดยค่าการดูดกลืนแสงมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะ เมื่อโลหะมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงานแสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากโลหะมีปริมาณน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสงได้น้อยซึ่งเป็นไปตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law)

$$A = -\log_{10} (I/I_0) = abc \quad (2.7)$$

- เมื่อ
- A = absorbance
 - a = molar absorptivity or extinction coefficient ($L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)
 - b = path length of the sample (cm)
 - c = concentration of the compound in solution (mol L^{-1})

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.12 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง AAS [27]

ในการวิเคราะห์จะต้องเปลี่ยนภาพของโลหะที่ปนอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ให้กลายเป็นอะตอมโดยใช้พลังงานจากเปลวไฟด้วยส่วนสร้างอะตอม (atomizer) อะตอมที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนพลังงานแสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง (radiation source) หลังจากนั้นแสงที่ผ่านการดูดกลืนแล้วจะถูกเลือกเฉพาะความยาวคลื่นที่จำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด และถูกตรวจวัดด้วยดีเทคเตอร์ (detector) เพื่อเปลี่ยนจากสัญญาณแสงเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า จากนั้นเข้าไปที่หน่วยขยายสัญญาณ (amplifier) สิ้นสุดกระบวนการด้วยการประมวลผลด้วยคอมพิวเตอร์ (signal processor)

2.3.3.2 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี AAS [28]

เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุนั้นสามารถทำได้หลายวิธี คือ

1. ใช้ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม
2. ใช้ Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมได้ด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (Electrothermal atomizer หรือ graphite furnace) โดยสามารถโปรแกรมให้อุณหภูมิของการเผามีค่าต่างๆ กัน และใช้เวลาต่างๆ กันได้
3. ใช้ Hydride Generation Technique เนื่องจากมีธาตุบางชนิดจะเปลี่ยนให้เป็นอะตอมโดยตรงด้วยเทคนิค 1 และ 2 ไม่ได้จำเป็นต้องใช้วิธีทำให้แตกตัวในบรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจนเพื่อป้องกันการรวมตัวกับออกซิเจนของธาตุเหล่านี้ ดังนั้น จึงต้องใช้วิธีทำให้ธาตุเหล่านี้กลายเป็นไอได้ง่ายๆ ที่อุณหภูมิห้องด้วยการรีดิวซ์ให้เป็นไฮไดรด์ แล้วให้ไฮไดรด์นั้นผ่านเข้าไปในเปลวไฟไฮโดรเจน ความร้อน

จากเปลวไฟไฮโดรเจนทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรีได้ เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ As, Se, Te, Ge, Bi, Sb

4. ใช้ Cold Vapor Generation Technique สำหรับเทคนิคนี้เหมาะที่จะใช้ป็นวิธีวิเคราะห์ธาตุบางชนิดที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอได้ง่ายๆ ซึ่งได้แก่ การวิเคราะห์ปรอทที่มีปริมาณน้อยโดยเฉพาะ

2.3.3.3 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

มี 5 ส่วนด้วยกัน คือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
2. ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (Atomizer)
3. โมโนโครเมเตอร์ (Monochromator)
4. ดีเทคเตอร์ (Detector)
5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out units)

5.1 แหล่งกำเนิดแสง (Light source) โดยทั่วไปแหล่งกำเนิดแสงใช้เป็น Hollow Cathode Lamps (HCL) และ Electrodeless Discharge Lamps (EDL) ซึ่งมีใช้เฉพาะบางธาตุเท่านั้น ทั้งสองชนิดนี้มีคุณสมบัติและลักษณะเฉพาะแตกต่างกัน ดังนี้

5.1.1 ลักษณะของ HCL ประกอบด้วยขั้วแคโทด ซึ่งเป็นโลหะทำเป็นภาพทรงกระบอกกลวงหรือภาพถ้วยกับขั้วแอโนด ทำด้วยโลหะที่ ต้องการให้ถูกกระตุ้น เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มี resonance lines ส่วนขั้วแอโนด ทำด้วยโลหะนิเกิล หรือ ทังสเทน หรือ โซโคเนียมเป็นแท่งเล็กๆ ภายในหลอดแก้วบรรจุด้วยแก๊สเฉื่อย หรืออาร์กอนที่ความดันประมาณ 4-10 torr. หรือ window อาจเป็นแก้วไพเร็กซ์หรือควอร์ตซ์ ถ้าสเปกตรัมอยู่ในช่วงยูวี window ต้องทำด้วยควอร์ตซ์หรือซิลิกา ถ้าสเปกตรัมอยู่ในช่วงวิสิเบิลก็อาจใช้ แก้วไพเร็กซ์ หรือ ควอร์ตซ์ ในการใช้หลอด HCL window จะต้องสะอาด จะต้องใช้กระแสไฟฟ้า อยู่ในช่วง 3-30 mA ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ เมื่อใช้กระแสไฟฟ้ามากๆ จะทำให้อายุของหลอดสั้นเข้า แต่ได้แสงมีความเข้มสูงเป็นการเพิ่ม S/N ratio

5.1.2 Electrodeless Discharge Lamps เป็น light source ในการหาปริมาณของธาตุบางอย่าง ได้แก่ Bi, Cd, Hg, As, P, Pb, Sb, Se, Te, Tl และ Zn โดยเฉพาะอย่างยิ่งหลอดนี้ได้รับการแนะนำให้ใช้หาปริมาณของ As, Se และ Hg เพราะให้ sensitivity ดีกว่า นอกจากนี้ EDL ยังให้ความเข้มของแสง สูงกว่า ซึ่งทำให้เพิ่มขีดจำกัดของการตรวจหาได้คืออีกด้วย

5.2 ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (The Atomization Process หรือ Atomizer)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น จะประสบความสำเร็จมากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณของอะตอมเสรีของธาตุที่ทำให้เกิดขึ้น เพราะอะตอมเสรีเป็นตัวดูดกลืนแสงที่จะทำการวัดโดยเลือกใช้ความยาวคลื่นของแสงที่เหมาะสมผ่านเข้าไป ดังนั้น ความสำคัญจึงอยู่ที่การทำให้ธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมเสรีที่สถานะพื้นได้มากที่สุด วิธีที่นิยมใช้กันคือ

2.3.3.4 กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization)

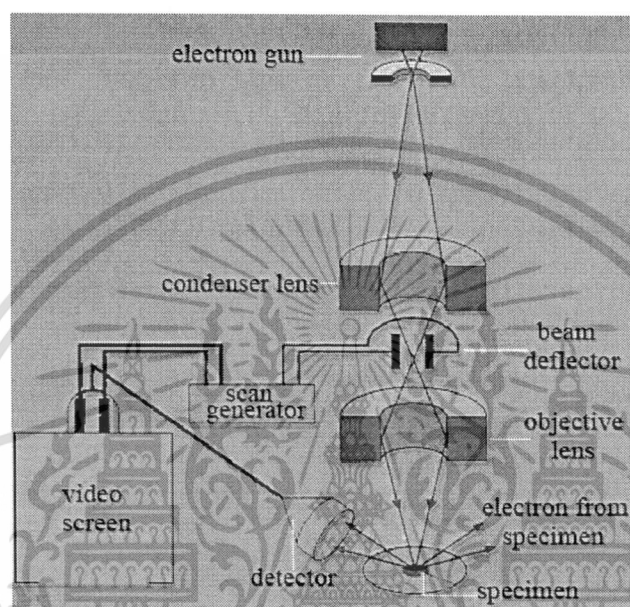
กระบวนการนี้สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายที่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ ตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ กระบวนการ atomization มี 5 ขั้นตอน คือ

1. Nebulization เป็นกระบวนการที่เปลี่ยนของเหลวให้เป็นละอองเล็กๆ (Mist) ด้วยเครื่องเรียกว่า Nebulizer
2. Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายรวมกันเป็นหยดสารละลายโต ไม่สามารถจะลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง (Drain)
3. Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายเกิดผสมกับแก๊สเชื้อเพลิง (Fuel) และ ออกซิเจนใน spray chamber ของ Nebulizer
4. Desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ในละอองเล็กนั้นถูกกำจัดไปทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็กๆ ของสารประกอบ กระบวนการนี้จะเกิดขึ้นตอนล่างของเปลวไฟ
5. Compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะไปทำให้สารประกอบเกิดการแตกตัวเป็นออกไซด์ เป็นโมเลกุล และเป็นอะตอมเสรี บางครั้งอาจเกิดการกระตุ้นหรือเกิดการไอออไนเซชันต่อไปได้

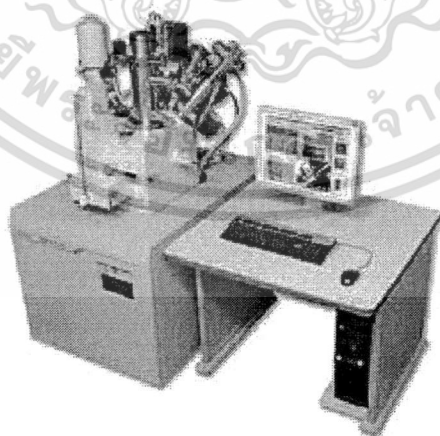
2.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง (ประมาณ 10 นาโนเมตร) การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสถานวิทยาและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่ง

สามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป



ภาพที่ 2.13 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) [29]



ภาพที่ 2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

I.L.shashkova et al. [31] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมและแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and $\text{MgHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากโดโลไมต์ (Dolomite) ซึ่งเป็นหินที่มีส่วนประกอบของ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ หาได้ง่ายตามธรรมชาติและราคาถูก การทดลองเริ่มจากนำโดโลไมต์ไปร่อนเพื่อนำสิ่งเจือปนออก จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดเป็นผงและนำมาผสมกับ 10-20% กรดฟอสฟอริกพร้อมปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาหลายชั่วโมง จากนั้นนำมากรองและนำไปอบ ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แต่สารที่ได้นั้นมีสิ่งเจือปนอื่นๆ ปนอยู่บ้างเนื่องจากวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้ได้มาจากธรรมชาติ สารที่สังเคราะห์ถูกนำไปใช้เป็นปุ๋ยที่สามารถปลดปล่อยธาตุฟอสฟอรัสออกมาได้อย่างช้าๆ

Hans E. and Lundager Madsen [32] ได้ศึกษาจลนพลศาสตร์การเกิดผลึกของ คอปเปอร์ (II) ฟอสเฟต โดยผสมสารละลายของคอปเปอร์ (II) ไนเตรตกับแอมโมเนียมฟอสเฟต และบันทึกค่า pH ตั้งแต่เริ่มต้น พร้อมทั้งควบคุมอุณหภูมิที่ 37°C ผลคือได้ตะกอนของผลิตภัณฑ์ 3 ตัว ได้แก่ CuNH_4PO_4 , $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ Cu_2OHPO_4 โดยสองตัวแรกนั้นผลึกเป็นสเฟียรูไลต์ ส่วนตัวหลังสุดเป็นผลึกเดี่ยว โดยพบว่าอัตราการเติบโตของผลึกนั้นเป็นฟังก์ชันของการอิมพัลส์ที่ยาวที่สุดที่ถูกคำนวณจากค่าที่บันทึกไว้ ซึ่งค่าอัตราการเติบโตของผลึกนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$R = K S^{1/3} (c_{\text{Cu}} - c_{\text{Cu,eq}})^{2/3} (\ln \beta)^{1/6} \exp \left[- (4\lambda^2 \alpha^2 / 3kT^2 \ln \beta) \right] \quad (2.8)$$

เมื่อ S คือ การอิมพัลส์ที่ยาวต่อไอออน

α คือ รากที่สามของปริมาตรต่อหนึ่งหน่วยสูตรในผลึก

K คือ ค่าคงที่อัตรา

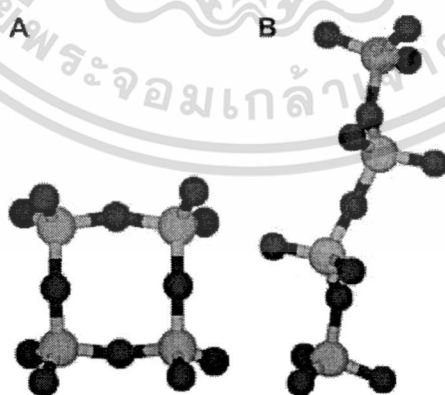
λ คือ พลังงานอิสระที่ขอบผลึก

O.A. Lukyanchenko and V.V. Samuskevich [33] (1999) ได้ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของโคบอลต์ไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮเดรต [$\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] (Thermal transformations of $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ด้วยเทคนิค DTA โดยเริ่มจากเตรียม [$\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] ด้วยการผสม 23 กรัม ของ $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ กับ 100 มิลลิลิตร ของกรดฟอสฟอริก 75 เปอร์เซ็นต์ และกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นล้างตะกอนที่ได้ด้วยอะซิโตนแล้วนำไปอบจนแห้ง นำสารที่ได้ไปทดสอบการสลายตัวทางความร้อนที่ 3 สถานะคือ นอนไอโซเทอร์มอล (บรรยากาศของอากาศ) ไอโซเทอร์มอล (สุญญากาศ) และในสถานะที่มีไอน้ำ ผลการทดลองคือ ที่สถานะนอนไอโซเทอร์มอลและไอโซเทอร์มอลนั้นพบว่ามีเกิดการผสมของฟอสเฟตเอกซ์เรย์อสัญฐาน (X-ray-amorphous phosphates) ที่องค์การควบแน่นต่างๆ จากนั้น ได้นำของผสมเหล่านี้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสซึ่งสุดท้ายได้ผลิตภัณฑ์เป็นโคบอลต์ดีฟอสเฟตที่เป็นสายโซ่ [$\text{Co}(\text{PO}_3)_2$]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Hiroaki Onoda et al. (2005) [34] ได้เตรียมผงสีต่างๆ ที่อยู่ในภาพของโคบอลต์ดีฟอสเฟตที่มีภาพแบบที่แตกต่างกัน เริ่มจากการผสมแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), โคบอลต์ดีคาร์บอเนต (CoCO_3) และธาตุที่หายากเช่น Y_2O_3 , La_2O_3 และ Nd_2O_3 เข้าด้วยกันด้วยสัดส่วนโมลที่แตกต่างกัน เมื่อได้สารผลิตภัณฑ์ที่แต่ละสัดส่วนโมลแล้วก็ทดสอบด้วย Differential Thermal Analyses (DTA), X-ray Powder Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Scanning Electron Microscopy (SEM), Particle Size Distribution (PSD), Specific Surface Area, UV-Vis Reflectance Spectra และ Fluorescence Spectra ซึ่งผลการทดลองคือ ได้โคบอลต์ดีฟอสเฟตที่อยู่ในภาพของโคบอลต์ดีไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) ไชโคลเตตระฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) และอโทฟอสเฟต ($\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$) การทนทานต่อกรดและเบสของสารสังเคราะห์ขั้นนี้ก็ได้ถูกทดสอบด้วยเช่นกัน โดยพบว่าเมื่อใส่ธาตุที่หายากผสมเข้าไปแล้วทำให้สมบัติการทนกรดและเบสดีขึ้น

บรรจง บุญชม และคณะ (พ.ศ. 2550) [35] ก็ได้มีการศึกษาเตรียมสารในกลุ่มโลหะ ไชโคลเตตระฟอสเฟต เพื่อใช้ทดแทนสีเคลือบโลหะออกไซด์ และสามารถผลิตได้ง่ายภายในประเทศ มีหลากหลายเฉดสีให้เลือก ที่สำคัญด้านคุณภาพและข้อดีอาจจะมีมากกว่าสีดั้งเดิมที่ใช้อยู่ และมีเหตุผลอธิบายมากมาย อาทิเช่น เตรียมขึ้นได้ง่าย ประหยัดต้นทุน เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม คุณภาพดี ทนการกัดกร่อนของกรดแก่และเบสแก่ ทนการใช้งานที่สภาพอุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เหมาะกับการนำไปใช้งานหลายๆ ด้าน โลหะ (II) ไชโคลเตตระฟอสเฟตมีหน่วยโครงสร้างทางเคมี คือ ประกอบด้วย โลหะในกลุ่มทรานซิชัน (Transition) หรือธาตุเรพรีเซนเตทีฟ (Representative) ที่มีเลขออกซิเดชัน เท่ากับ $2+$ สร้างพันธะกับ $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$ แอนไอออน (Anion) โดยที่แอนไอออนมีโครงสร้างทางเคมี แบ่งออกเป็น 2 ชนิดด้วยกัน คือ โพลีเตตระฟอสเฟต (Polytetraphosphate) และ ไชโคลเตตระฟอสเฟต (Cyclotetraphosphate) โดยภาพร่างโครงสร้างทางเคมีแสดงดังภาพที่ 2.15



ภาพที่ 2.15 ลักษณะ โครงสร้างของสายโซ่วงแหวน (A) และสายโซ่ตรง (B) ของ $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยในลักษณะของโครงสร้างแบบวงแหวน เรียกว่า ไฮโดรเจนฟอสเฟตนั้นจะนิยมเตรียมขึ้น เพื่อเป็นสียเคลือบเซรามิกซ์ ด้วยเหตุผลที่เป็น โครงสร้างที่มีความแข็งแรง มีความเสถียรทนต่อสภาพ ความร้อนที่อุณหภูมิสูงได้ดี และทนการกัดกร่อนของกรดแก่และเบสแก่ได้เป็นอย่างดี โดยไม่สูญเสียสภาพของ โครงสร้าง ในการเตรียมสารโลหะเดี่ยวไฮโดรเจนฟอสเฟตนั้นเตรียมได้สองวิธีได้โดยวิธีแรกคือ ทำการเตรียมด้วยสารตั้งต้นที่เป็น โลหะคาร์บอเนต (MCO_3 ; $M = Ba, Ca, Cu, Mn, Co, Ni$) ผสมกับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) โดยเทคนิคการสังเคราะห์ด้วยความร้อนแบบสองขั้นตอนนี้ (two step thermal synthesis) ผสมสารที่ อุณหภูมิประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส จนสารที่ผสมกันหลอมละลายของแข็งเท่านั้น แล้วค่อยนำของแข็ง ที่ได้ออกมาบดให้ละเอียด แล้วนำไปเผาต่อที่อุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์สุดท้ายก็ จะได้สารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตที่ต้องการ ส่วนอีกวิธีหนึ่งคือ นำสารในกลุ่มโลหะไดไฮโดรเจน ฟอสเฟตไฮเดรต (Metal dihydrogen hydrate, $M(H_2PO_4)_2 \cdot nH_2O$) ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สารตั้ง ต้นก็จะสลายตัวไปเป็นสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตได้เช่นเดียวกัน โดยวิธีการก็เหมือนกับหลักการผสม แม่สี หากอยากได้สารที่มีเจดสีใด ก็ทำการผสมโลหะสองตัวที่จะให้เจดสีที่เกิดจากการผสมของเจดสีของ โลหะเดี่ยวลงไป โดยจะมีสีตามส่วนผสมของโลหะแต่ละชนิดในปริมาณต่างกัน ตัวอย่างสารที่ศึกษาไปแล้ว นั้น เช่น $Mn_{2-x}Co_xP_4O_{12}$ (ชมพูอ่อน) $Mn_{2-x}Cu_xP_4O_{12}$ (ชมพูอมฟ้า) $Mn_{2-x}Fe_xP_4O_{12}$ (ชมพูอมเหลือง) และ $Mn_{2-x}Ca_xP_4O_{12}$ (ชมพูอมเทา)

Hiroaki Onoda et al. [36] ได้อธิบายถึงการพัฒนาและลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาของสาร โลหะฟอสเฟต ที่หายากต่างๆ ทำการสังเคราะห์โดยผสม oxide ของธาตุที่หายาก ได้แก่ La Ce Pr Nd Sm Yb และ Y กับได แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตหรือกับกรดฟอสฟอริกโดยใช้อุณหภูมิสูงที่อัตราส่วนของฟอสฟอรัสต่างๆ กัน หลังจากนั้นตรวจสอบเอกลักษณ์และองค์ประกอบของธาตุต่างๆ โดยใช้ X-ray Powder Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) และ Thermogravimetric / Differential Thermal Analysis (TG-DTA) นอกจากนี้ยังพบว่าธาตุหายากฟอสเฟตนี้แสดงสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็น กรด ซึ่งการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทนี้จะขึ้นกับชนิดของธาตุหายากนั้นรวมถึงชนิดของฟอสเฟต ซึ่งในทางปฏิบัติพบว่า cerium phosphates ($CePO_4$) แสดงสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพมาก ที่สุด

Banjong Boonchom et al. (2008). [37] สังเคราะห์ $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ ด้วยวิธีการตกตะกอน ที่ง่ายและรวดเร็ว โดยใช้กรดฟอสฟอริก แมงกานีสและโคบอลต์คาร์บอเนต ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทดสอบ เสถียรภาพทางความร้อนของสารที่สังเคราะห์ได้ พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่ซับซ้อนและได้ ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็น $MnCoP_4O_{12}$ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ $MnCoP_4O_{12}$ นี้มีลักษณะที่คล้ายกัน กับ $M(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ และ $M_2P_4O_{12}$ (เมื่อ M คือ Mn และ Co) $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้และ

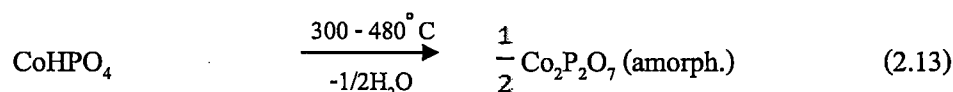
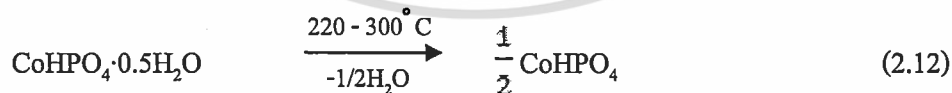
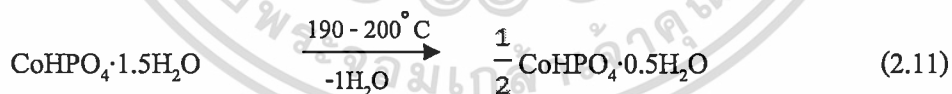
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\text{MnCoP}_4\text{O}_{12}$ ที่ได้จากการสลายตัวทางความร้อนนี้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการใช้เป็นปุ๋ยที่มีอนุภาคขนาดเล็กสามารถให้ธาตุฟอสฟอรัสออกมาทีละน้อยและเป็นเวลานาน หรืออาจใช้เป็น ผงสี ส่วนประกอบที่ป้องกันการกัดกร่อนรวมถึงการประยุกต์ใช้อื่นๆ ที่ต้องการความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

J.G. Rabatin et al. (1960). [38] ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากเทอร์โมแกรมที่ได้ อธิบายได้ว่า $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ นั้นเริ่มเกิดการสูญเสียโมเลกุลน้ำสองโมเลกุลแรกที่อุณหภูมิ 135°C และสูญเสียอีกหนึ่งโมเลกุลต่อมาที่อุณหภูมิประมาณ 430°C เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็นไพโรฟอสเฟต ซึ่งแสดงขั้นตอนการสลายตัวได้ดังสมการ



D. Bradova (1988). [39] และคณะได้ศึกษากลไกการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้ platinum crucibles ชนิดต่างๆ คือ (A) multiplate sample holder, (B) open crucible, (C) crucible with a lid และ (D) a labyrinth crucible โดยทดสอบภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริก คือในขั้นตอนแรกสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ เกิดการสลายตัวให้โมเลกุลของน้ำ 1 โมเลกุล แต่อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวในขั้นตอนนี้จะแตกต่างกันไปตาม crucibles ชนิดต่างๆ ที่ใช้ คือ 208° (A), 212° (B), 216° (C) และ 220° (D) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิของการสลายตัวแปรเปลี่ยนตามการลดลงของความดันย่อยของ ไออน้ำภายใน crucible การสูญเสียน้ำส่วนสุดท้ายของโมเลกุล $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการควบแน่นทำให้เกิดเป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 300°C และสิ้นสุดที่ประมาณ 500°C โดยสามารถสรุปเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้



500°C
crystallization

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



D.Bradova (1988). [40] และคณะเดิมศึกษาการสลายตัวของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริกและใช้ crucible ชนิดต่างๆ กันอีกเช่นกัน (labyrinth crucible : curve 1, covered crucible : curve 2, uncover crucible : curve 3, multiplate sample holder : curve 4) ซึ่ง D.Bradova สรุปว่าการสลายตัวของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ นั้นเกิดขึ้น 2 ขั้นตอน ในขั้นแรกสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เกิดการสูญเสียน้ำในโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิประมาณ 145°C และเกิดการสูญเสียน้ำในขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 230°C และเมื่อใช้ crucible ต่างกันก็ส่งผลให้กราฟเกิดการเลื่อนเปลี่ยนตำแหน่งของอุณหภูมิไปด้วย โดยกราฟที่ใช้ labyrinth crucible ซึ่งเกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำน้อยที่สุดจะเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าการใช้ multiplate sample holder ที่เกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำมากที่สุด

A.Bensalem and G.Iyer 1994. [41] และคณะกล่าวถึงการสังเคราะห์และลักษณะของสารใหม่ที่เป็นกรดและมีโครงสร้างเหมือน $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งมีลักษณะเป็นเยื่อ (Layered) ซึ่งตัวอย่างเตรียมที่ความดันและอุณหภูมิห้อง ด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่าง $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่ $\text{pH} = 6.0$ สรุปว่า ได้สารที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด หลังจากทำการระเหย (drying) สารที่ตกตะกอน (มีลักษณะคล้ายวุ้น) ซึ่งมี orthorhombic unit cell คือ $a = 9.295\text{\AA}$, $b = 8.038\text{\AA}$, $c = 10.482\text{\AA}$ เมื่อเทียบแล้วมีขนาดผลึกต่างจาก $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$ เล็กน้อย ซึ่งได้ทำการเตรียม $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$ โดยปฏิกิริยาผันกลับของ Hydration ที่อุณหภูมิสูงถึง 200°C และจากการวิเคราะห์ TGA และ DTA แสดงผลตรงกัน คือ มีตำแหน่งดูดความร้อน 3 ช่วง กับมีตำแหน่งสารเกิดการสลายตัว (weight loss) 3 ครั้ง

ครั้งที่ 1 เกิดการสลายตัวคือ 2 % ที่ 100°C

ครั้งที่ 2 เกิดการสลายตัวคือ 8.5 % ที่ 180°C

ครั้งที่ 3 เกิดการสลายตัวคือ 7.5 % ที่ 300°C

แสดงว่ามีการกำจัด H ของ OH group 3 ครั้ง ดังนั้นจึงใช้การสลายตัวครั้งที่ 1 และ 2 ในการกำจัด H_2O ที่แทรกตัวอยู่ในโครงสร้าง องค์ประกอบของสารตัวอย่างที่สรุปได้ คือ $\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78\text{H}_2\text{O}$

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องวัด pH (pH meter) Model 215 บริษัท Denver Instrument Company ประเทศญี่ปุ่น
2. เตาเผา (Furnace) Model F6000 Furnace บริษัท Barnstead-Thermolyne Corporation company
3. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น TC-254 บริษัท Denver Instrument Company ประเทศญี่ปุ่น
4. เครื่องกรองแบบลดความดัน (Ultrafiltration pressure) รุ่น Aspirator A-3A บริษัท Eyela World (Tokyo Rikakikai Co., LTD) ประเทศญี่ปุ่น
5. เครื่องปั่นกวน (stirrer) รุ่น MS 115 บริษัท HL Instrument
6. กระดาษกรอง (Filter Paper) Model 5C (70 mm) บริษัท Advantec Toyo Kaisha, Ltd. ประเทศญี่ปุ่น
7. เครื่องฟูเรียร์แทรนฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) รุ่น Spectrum GX 60237 บริษัท Perkin Elmer Ltd. ประเทศเยอรมัน
8. เครื่องอัดสาร (IR Accesory Hydraulic Press) บริษัท Perkin Elmer Ltd. ประเทศเยอรมัน
9. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimeter, DSC) รุ่น DSC 204 F1 บริษัท Netzsch (Thailand) CO.,LTD. ประเทศไทย
10. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น Leo1455VP บริษัท LEO ประเทศอังกฤษ
11. อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ

3.1.2 สารเคมี

1. โคบอลต์ซัลเฟต ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
2. โคบอลต์คลอไรด์ ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. คอปเปอร์ซัลเฟต ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
4. คอปเปอร์ (II) ไนเตรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RANKEM ประเทศอินเดีย
6. ออโทฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความบริสุทธิ์ 85 เปอร์เซ็นต์ 85 %w/w เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
7. อะซีโตน ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RCL Labscan Limited ประเทศไทย
8. โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide, KBr) spectroscopy grade
9. สารมาตรฐาน โคบอลต์ความเข้มข้น 1000 ppm (Standard solution of Co 1000 ppm) บริษัท Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
10. สารมาตรฐานคอปเปอร์ความเข้มข้น 1000 ppm (Standard solution of Co 1000 ppm) บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
11. ไฮโดรคลอริก (HCl) ความบริสุทธิ์ 35.4 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Loba chemie PVT. LTD. ประเทศอินเดีย
12. น้ำกลั่น (Distilled water)

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการสังเคราะห์

3.2.1 การเตรียมสารเคมี

การเตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

ปีเปตกรดฟอสฟอริก 85% ปริมาตร 40.96 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 6.0 M ปริมาตร 100 mL)



ปีเปตกรดฟอสฟอริก 6.0 M ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 3.0 M ปริมาตร 100 mL)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปีเปตกรดฟอสฟอริก 3.0 M ปริมาตร 83.34 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร จากนั้น
ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 250 mL)

การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

ชั่งเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จำนวน 10.0000 กรัม ละลายเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำ
กลั่น จนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายโลหะโคบอลต์ (Co²⁺) ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (CoSO₄·7H₂O, Mw = 281.10 g/mol) 70.2800 กรัม
ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (CoCl₂·6H₂O, Mw = 237.93 g/mol) 59.4830 กรัม
ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายโลหะคอปเปอร์ (Cu²⁺) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต (CuSO₄·5H₂O, Mw = 249.68 g/mol) 62.4200 กรัม
ละลายด้วยน้ำกลั่น จนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งคอปเปอร์ (II) ไนเตรตไตรไฮเดรต (Cu(NO₃)₂·3H₂O, Mw = 241.60 g/mol) 60.4000 กรัม
ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

3.2.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต (CoHPO₄·H₂O) และสารคอปเปอร์

ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต (CuHPO₄·H₂O) ถูกแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ

1. วิธีการสังเคราะห์สาร โดยการชั่งสารตั้งต้น คือ โลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์
ได้แก่ CoSO₄·7H₂O, CoCl₂·6H₂O, CuSO₄·5H₂O และ Cu(NO₃)₂·3H₂O
2. วิธีการสังเคราะห์สารผ่านสารละลายของสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

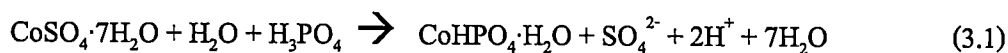
ได้แก่ CoSO₄·7H₂O, CoCl₂·6H₂O, CuSO₄·5H₂O และ Cu(NO₃)₂·3H₂O

ซึ่งทั้ง 2 วิธีนำไปทำปฏิกิริยากับ 1.0 โมลาร์กรดฟอสฟอริก และปรับพีเอช (pH) ด้วย 1.0 โมลาร์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้ pH = 6 พร้อมปั่นกวน จากนั้นปั่นกวนทิ้งไว้ 5 นาที ทำการกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ จะได้ตะกอนของสารที่ต้องการ

1. การสังเคราะห์สารโดยการสังเคราะห์ตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

1.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา

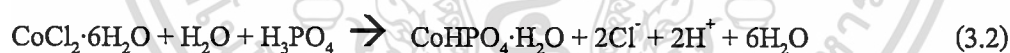


ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (281.10 g/mol) 2.8110 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

1.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา

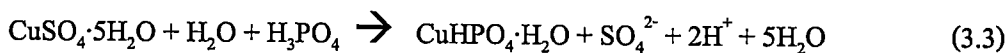


ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (237.93 g/mol) 2.3493 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

1.3 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (249.68 g/mol) 2.4968 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ป้อนกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

1.4 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยคอปเปอร์ (II) ไนเตรตไตรไฮเดรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



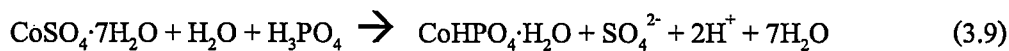
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (241.60 g/mol) 2.4160 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ป้อนกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

2. วิธีการสังเคราะห์สารผ่านสารละลายของสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

2.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

2.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



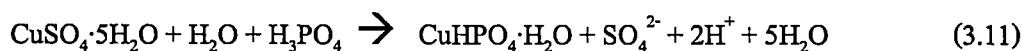
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

2.3 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วย

สารละลายคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกวजनกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

2.4 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ด้วย

สารละลายคอปเปอร์ (II) ไนเตรตไตรไฮเดรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

จากปฏิกิริยา



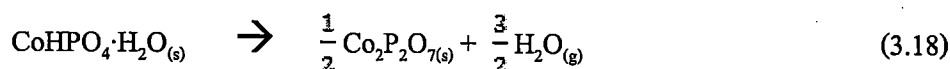
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกวजनกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

3.2.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไพรอเฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$) และสารคอปเปอร์ (II) ไพรอเฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$)

3.2.2.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไพรอเฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$)

จากปฏิกิริยา

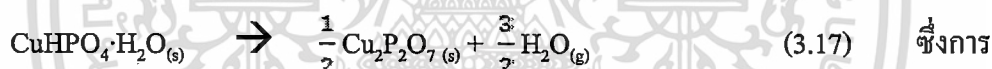


ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้องแล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 0.2-5 g ใส่ลงไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่ลง (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

3.2.2.2 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไพรอเฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$)

จากปฏิกิริยา



สังเคราะห์ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้องแล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 0.2-5 g ใส่ลงไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่ลง (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานซฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

การ calibrate ความยาวคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำการ calibrate ความยาวคลื่นจากสารมาตรฐาน เช่นแผ่น film ของ polystyrene และตรวจสอบค่าความยาวคลื่นที่วัดได้จากเครื่องเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐาน การทำ calibration เพื่อให้ทราบว่าเครื่อง FT-IR ที่ใช้มีระบบการทำงานที่ให้การวัดการดูดกลืนแสงถูกต้อง

การเตรียม Pellet (Pressed disk)

โดยนำสารที่สังเคราะห์ได้บดกับ KBr ใน smooth agate mortar แล้วนำมาอัดด้วยเครื่องอัดให้เป็นแผ่นบางและใส ด้วยแรงดัน 10000 – 15000 psi ในสภาวะสุญญากาศ

การ Identification

บันทึก FTIR spectrum ของสารตัวอย่าง และสารมาตรฐาน และเปรียบเทียบความเหมือนกันของ spectrum ของ สารตัวอย่างและสารมาตรฐาน (อาจใช้ software Spectrum Lite ช่วยในการดู peak ของแต่ละ spectrum)

3.3.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง

แคลอริเมตรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

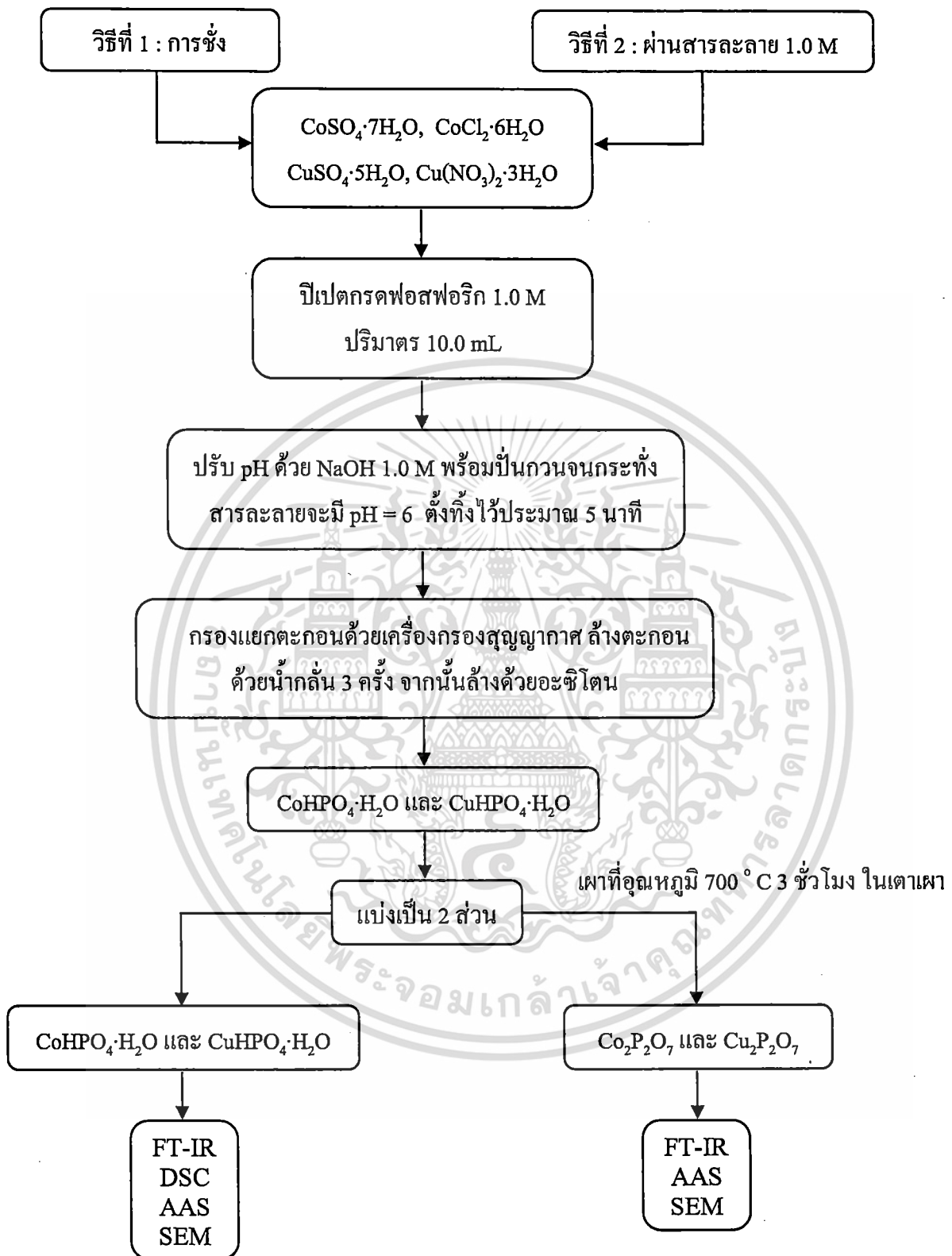
ชั่งน้ำหนักตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม ให้มีน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ในสถานะใน โตรเจน โดยให้ความร้อนด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียส ต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 500 องศาเซลเซียส จากนั้นลดอุณหภูมิด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อ นาที จนถึงอุณหภูมิห้อง

3.3.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

นำตัวอย่างที่ได้จัดให้ละเอียดแล้วไปเคลือบผิวด้วยทอง ด้วยเครื่อง ion sputtering ใช้กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์เป็นเวลา 6 นาที นำเข้าเครื่อง SEM จากนั้นถ่ายภาพวิเคราะห์จุล โครงสร้างที่กำลังขยายที่ต้องการ

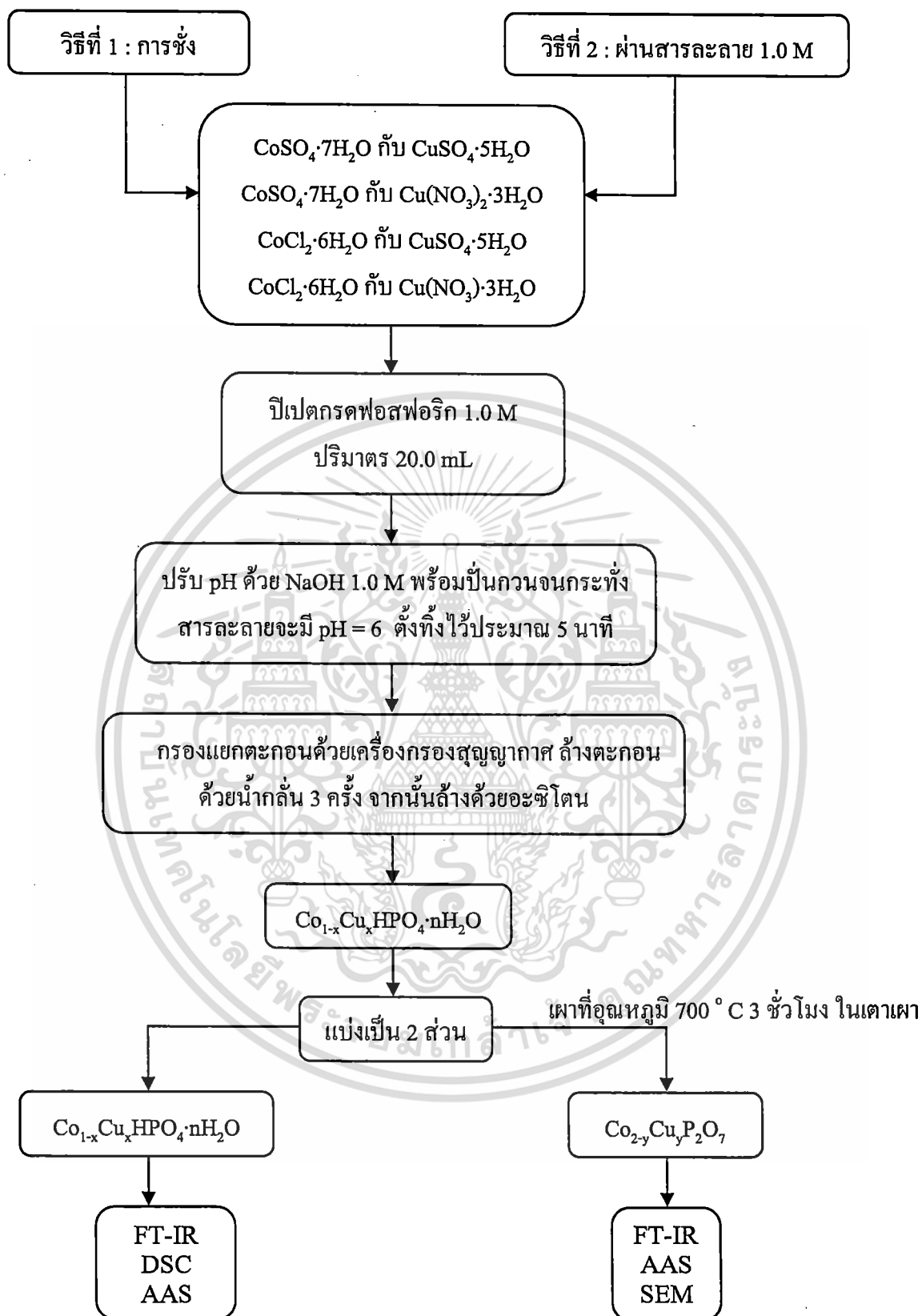
3.3.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Co และ Cu ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

ใช้ Calibration Method โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานของ Co และ Cu ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนประมาณ 5 ความเข้มข้นแล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาเขียนกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ calibration curve จากนั้นละลายสารตัวอย่างที่เป็น $\text{Co}_x\text{-Cu}_y\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ใน 0.01 M ของกรดไฮโดรคลอริก (HCl) แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปเทียบกับ calibration curve เพื่อหาค่าความเข้มข้นของ Co และ Cu จากนั้นคำนวณกลับเพื่อหาสัดส่วนของ Co ต่อ Cu ในสาร binary phosphate



ภาพที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

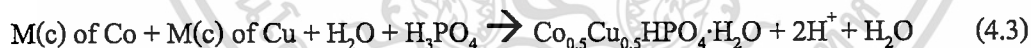
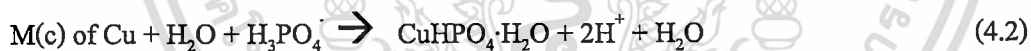
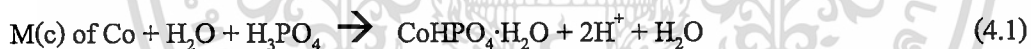
บทที่ 4

ผลการการวิจัย

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองที่ได้จากสังเคราะห์โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว และกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Component) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) และการตรวจสอบสัณฐานวิทยา (Morphology) โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการเตรียมสารสำหรับโครงการนี้ ได้ทำการเตรียมสารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตสองชนิด คือ โคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากการสลายตัวจนได้สารกลุ่มใหม่อีกชนิดหนึ่ง คือ สารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต โดยได้ทำการสังเคราะห์จาก สารตั้งต้น คือ โลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ (Metal (c)) ได้แก่ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จากการชั่งและในภาพสารละลายความเข้มข้น 1.0 M ซึ่งนำไปทำปฏิกิริยากับ 1.0 โมลาร์ กรดฟอสฟอริก และปรับพีเอช (pH) ด้วย 1.0 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้ pH = 6 พร้อมปั่นกววน จากนั้นปั่นกววนทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที ดังปฏิกิริยา



สำหรับโครงการนี้ ได้ทำการเตรียมสาร ทั้งหมด 6 ตัว โดยได้ทำการสังเคราะห์โลหะตัวเดียวไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (จากสารโลหะ คือ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (จากสารโลหะ คือ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่ใช้วิธีการชั่งและวิธีสารละลายเข้มข้น 1.0 M ซึ่งสามารถคำนวณร้อยละผลผลิต และสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.1 ตารางที่-ตารางที่ 4.2

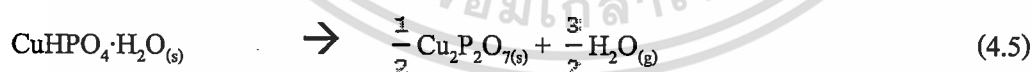
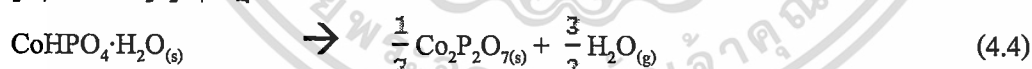
ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลผลิตของสารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL)	นน.สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากการทดลอง(g)	นน.สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ตามทฤษฎี(g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} / 2.8121 \text{ g}$	1.5995	1.7291	92.50
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / 2.3800 \text{ g}$	1.5844	1.7291	91.63
1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} / 10 \text{ mL}$	1.6282	1.7291	94.16
1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} / 10 \text{ mL}$	1.3937	1.7291	80.60

ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL)	นน.สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากการทดลอง(g)	นน.สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ตามทฤษฎี(g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / 2.4976 \text{ g}$	1.5834	1.7753	89.19
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / 2.4235 \text{ g}$	1.5894	1.7753	89.53
1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} / 10 \text{ mL}$	1.5903	1.7753	89.58
1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} / 10 \text{ mL}$	1.3888	1.7753	78.23

สารอีกกลุ่มที่เตรียมได้ในโครงการนี้ เกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของสารโลหะตัวเดียวไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่อุณหภูมิ 700°C กลายเป็นสารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต โดยสารกลุ่มนี้มีสูตรทั่วไปคือ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ปฏิกิริยารวมทั่วไปของการสลายตัวทางความร้อน คือ



สำหรับสารในกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟตนี้ ทำการสังเคราะห์ได้ทั้งหมด 16 ตัว ที่ได้จากเผาสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต คือ $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งสามารถคำนวณร้อยละผลผลิต และสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.3-ตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.3 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) ไพโรฟอสเฟต ($\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ สังเคราะห์	นน. สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (g)	นน.สาร $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จากการทดลอง (g)	นน. สาร $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตามทฤษฎี (g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1.0134	0.7218	0.8551	84.41
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1.0117	0.7207	0.8537	84.42
1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1.0123	0.7310	0.8542	85.58
1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1.0040	0.7137	0.8472	84.24

ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ สังเคราะห์	นน. สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (g)	นน.สาร $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จากการทดลอง (g)	นน. สาร $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตามทฤษฎี (g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.0017	0.4749	0.8493	55.92
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	1.0008	0.8235	0.8485	97.05
1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.0052	0.3455	0.8523	40.54
1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	1.0512	0.3178	0.8913	35.66

4.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

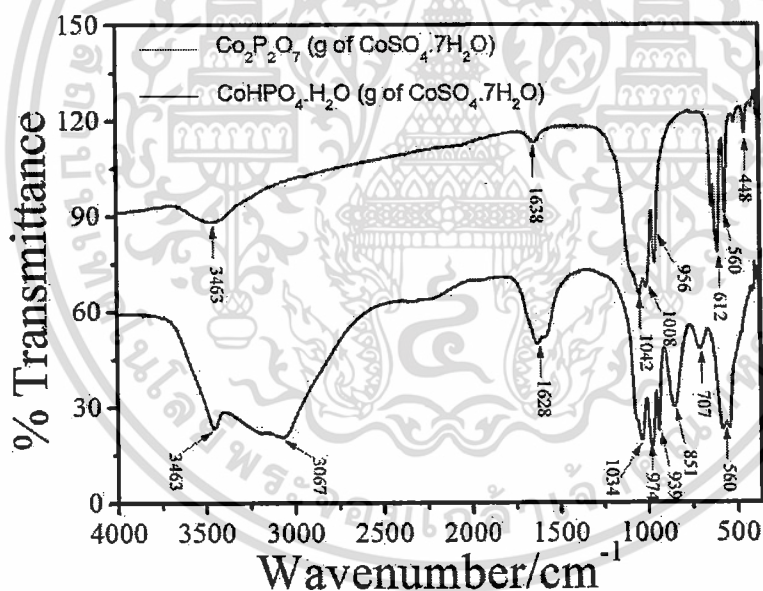
4.2.1 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสันของสารสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

ผลการบันทึกสเปกตรัม FTIR แสดงในภาพที่ 4.1-4.12 สำหรับสารสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ (Metal (c)) ได้แก่ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้วิธีการ ซึ่งสารและวิธีสารละลายความเข้มข้น 1.0 M แบ่งการจำแนกภาพแบบการสันออกเป็น 3 พื้นฐานการสัน คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสัน 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ (H_2O) ภาพแบบการสันพื้นฐานของหน่วยย่อย $\text{H}_2\text{PO}_4^{2-}$ แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์การสันที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

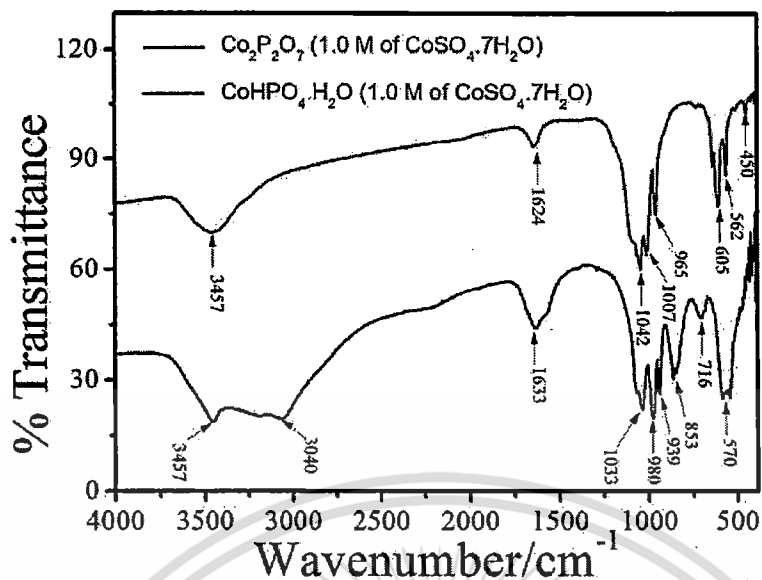
ตำแหน่ง 300-500, 700-900, 900-1160, 840-930, 1000-1200, 2300-2400, 2800-3120 และ 3200-3500 cm^{-1} แจกชนิดแถบการสั่นคือ $\delta(\text{PO}_3)$, $\gamma(\text{POH})$, $\delta(\text{POH})$, $\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$, $\nu(\text{PO}_3)$, B band (VOH HPO_4^{2-}), A band (VOH HPO_4^{2-}) และ VOH (ν_1 and $\nu_3 \text{ H}_2\text{O}$), ตามลำดับ ในขณะที่ภาพแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น ภาพแบบ การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (ν_3) และการสั่นแบบโค้งงอ (ν_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3200-3400 และ 1590-1700 cm^{-1} สำหรับแถบการสั่นและการจำแนกระบุพิกของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.10-ตารางที่ 4.13

สำหรับภาพแบบการสั่นของสารไพโรฟอสเฟต ที่มีหน่วยย่อยโครงสร้าง เป็น $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ [42] แอนไอออน จะประกอบไปด้วยภาพแบบการสั่นที่ปรากฏในช่วง 975-1300 cm^{-1} คือ การสั่นแบบอสมมาตร ($\nu_{\text{as}} \text{PO}_3$) และการสั่นแบบสมมาตร ($\nu_{\text{s}} \text{PO}_3$) ส่วนแถบการสั่นที่ปรากฏที่ 917 cm^{-1} และ 710 cm^{-1} คือ แถบการสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร ($\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$) และแถบการสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร ($\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$) ส่วนแถบการสั่นที่ปรากฏในช่วง 400-700 cm^{-1} คือ δPO_3 และ ρPO_3 และการจำแนกภาพแบบการสั่นของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.5-ตารางที่ 4.8

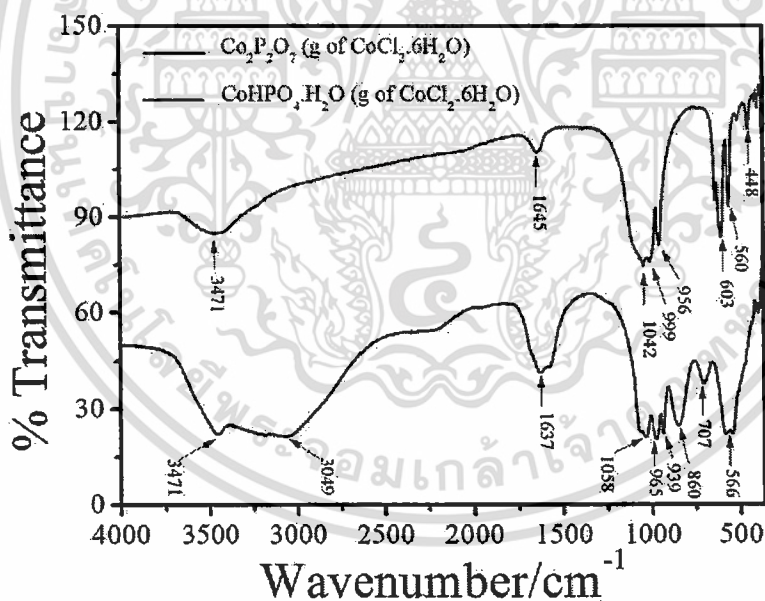


ภาพที่ 4.1 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

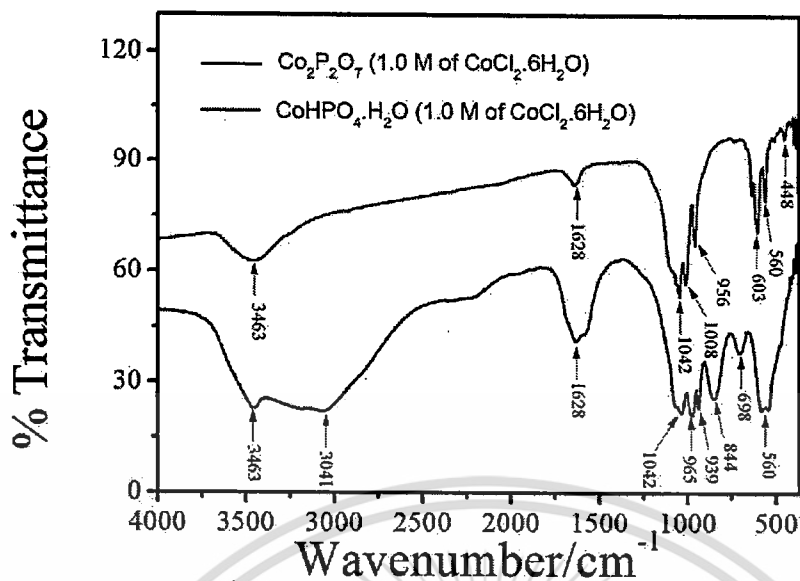


ภาพที่ 4.2 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์ที่อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$

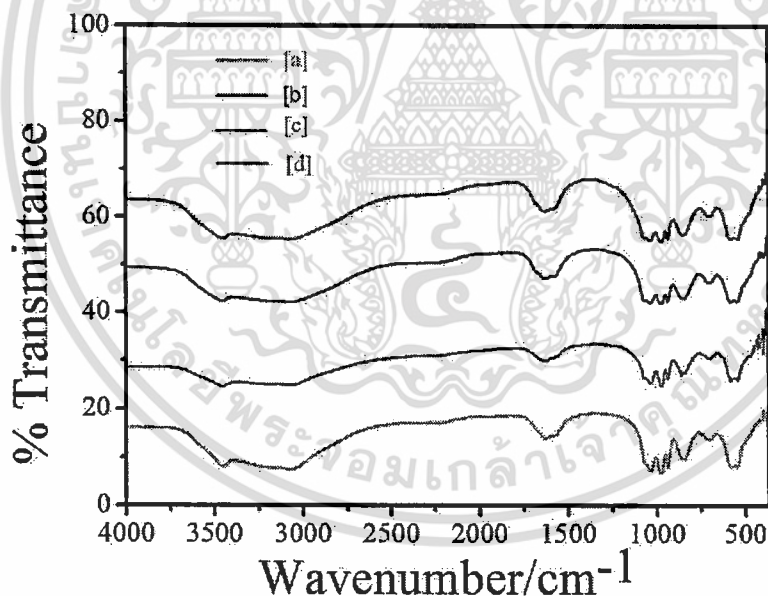


ภาพที่ 4.3 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์ที่อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้.

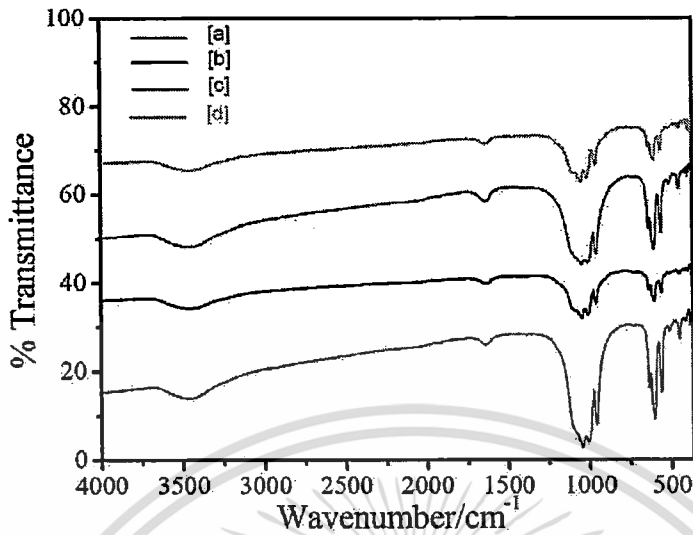


ภาพที่ 4.4 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$

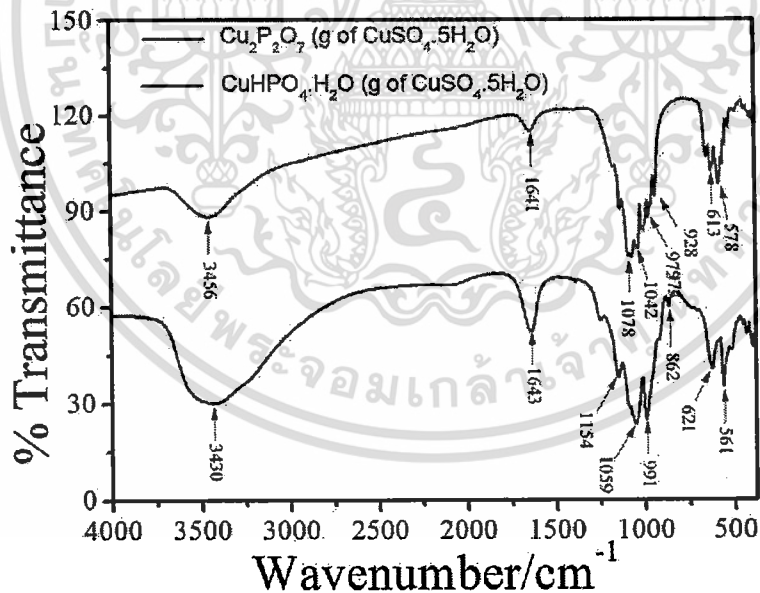


ภาพที่ 4.5 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

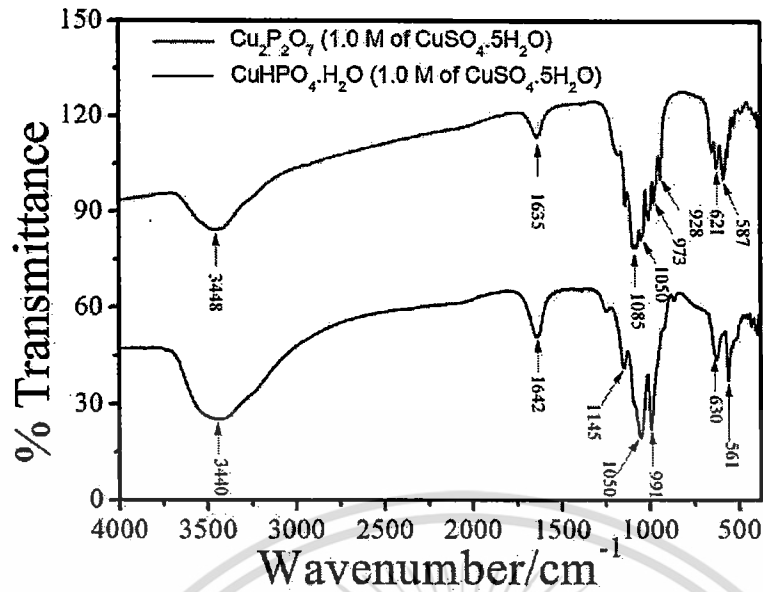


ภาพที่ 4.6 FTIR spectra ของ CoP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

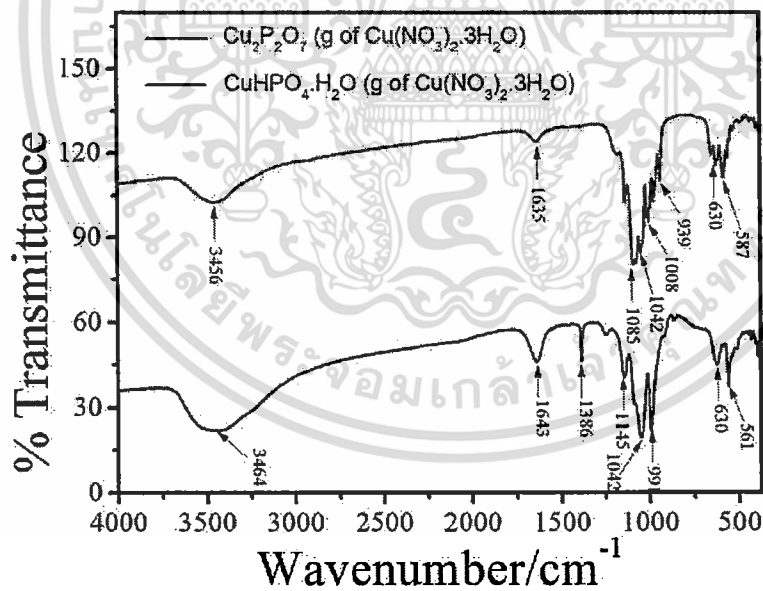


ภาพที่ 4.7 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

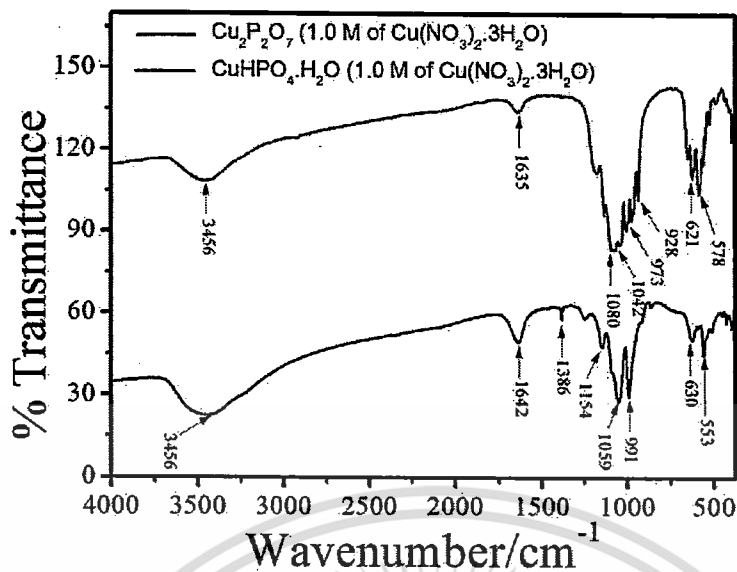


ภาพที่ 4.8 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อันุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

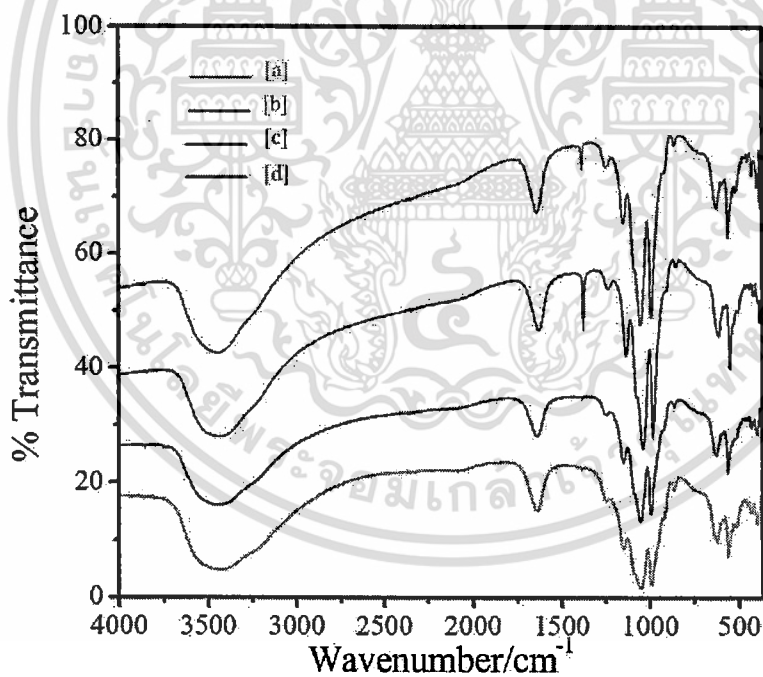


ภาพที่ 4.9 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อันุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

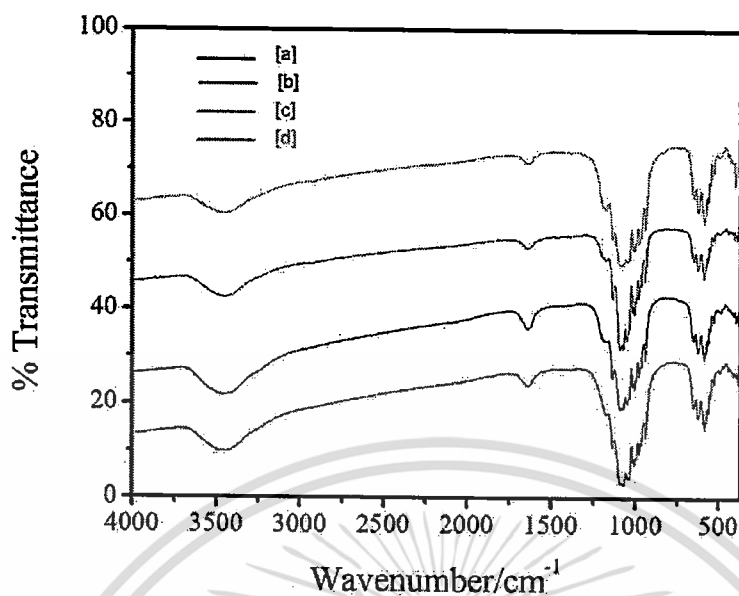


ภาพที่ 4.10 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$



ภาพที่ 4.11 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.12 FTIR spectra ของ CuP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

ตารางที่ 4.5 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการชั่งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$				
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M		Possible assignment
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	
3463	3411	3457	3463	$\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$
3061	3049	3040	3041	A band
1628	1631	1633	1628	$\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
-	-	-	-	$\text{V}(\text{PO}_3)$
1034	1058	1033	1042	$\text{V}(\text{PO}_3)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

974	965	980	965	$\delta(\text{POH})$
939	939	939	939	$\delta(\text{POH})$
851	860	853	844	$\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$
707	707	716	698	$\gamma(\text{POH})$

ตารางที่ 4.6 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการซั้งและ
สารละลายความเข้มข้น 1.0 M

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M		
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
3430	3464	3440	3456	$\nu_3(\text{H}_2\text{O})$
-	-	-	-	A band
1643	1643	1642	1642	$\nu_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
1154	1145	1145	1154	$\nu(\text{PO}_3)$
1059	1042	1050	1059	$\nu(\text{PO}_3)$
991	991	991	991	$\delta(\text{POH})$
-	-	-	-	$\delta(\text{POH})$
862	-	-	-	$\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$
-	-	-	-	$\gamma(\text{POH})$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร CoP_2O_7 ด้วยวิธีการซั่งและสารละลาย

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ CoP_2O_7				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั่ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย		
		ความเข้มข้น 1.0 M		
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	
1042	1042	1042	1042	$\text{V}_{\text{as}} \text{PO}_3$
1008	999	1007	1008	$\text{V}_s \text{PO}_3$
956	956	965	956	$\text{V}_{\text{as}} \text{P-O-P}$
-	-	-	-	$\text{V}_s \text{P-O-P}$
612	603	605	603	δPO_3 & ρPO_3
560	560	562	560	
448	448	450	448	

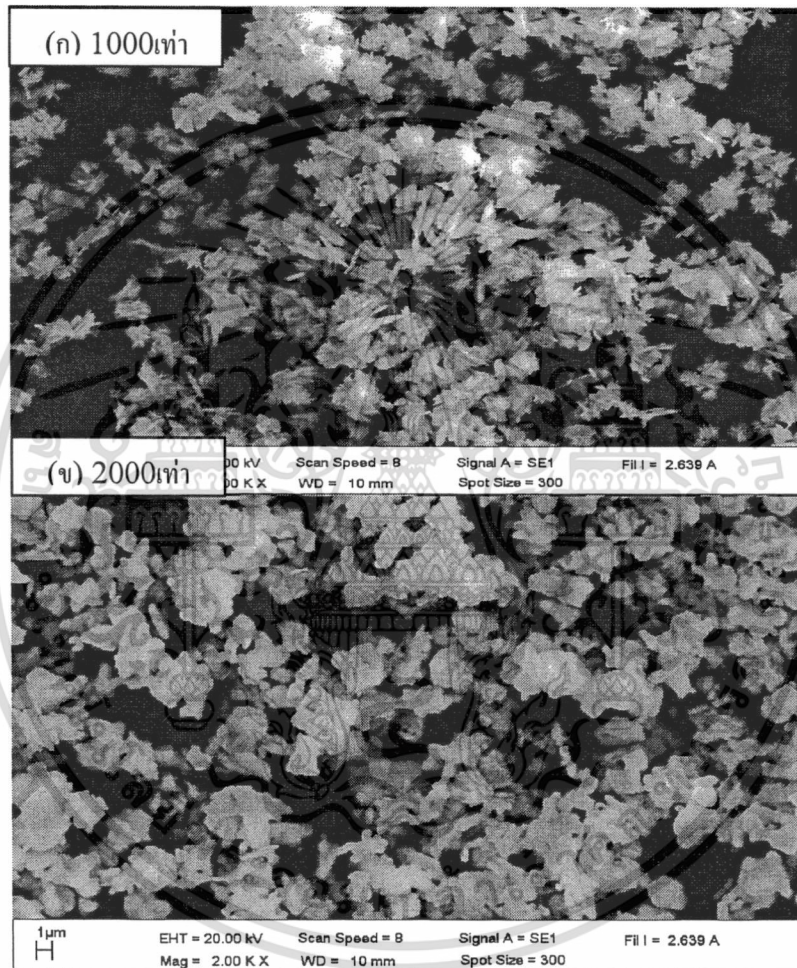
ตารางที่ 4.8 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร CuP_2O_7 ด้วยวิธีการซั่งและสารละลาย
ความเข้มข้น 1.0 M

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ CuP_2O_7				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั่ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย		
		ความเข้มข้น 1.0 M		
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
1078	1085	1085	1080	$\text{V}_{\text{as}} \text{PO}_3$
1042	1042	1050	1042	
973	1008	973	973	$\text{V}_s \text{PO}_3$
928	939	928	928	$\text{V}_{\text{as}} \text{P-O-P}$
-	-	-	-	$\text{V}_s \text{P-O-P}$
613	630	621	621	δPO_3 & ρPO_3
578	587	581	578	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต
และสารโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
(Scanning Electron Microscopy, SEM)

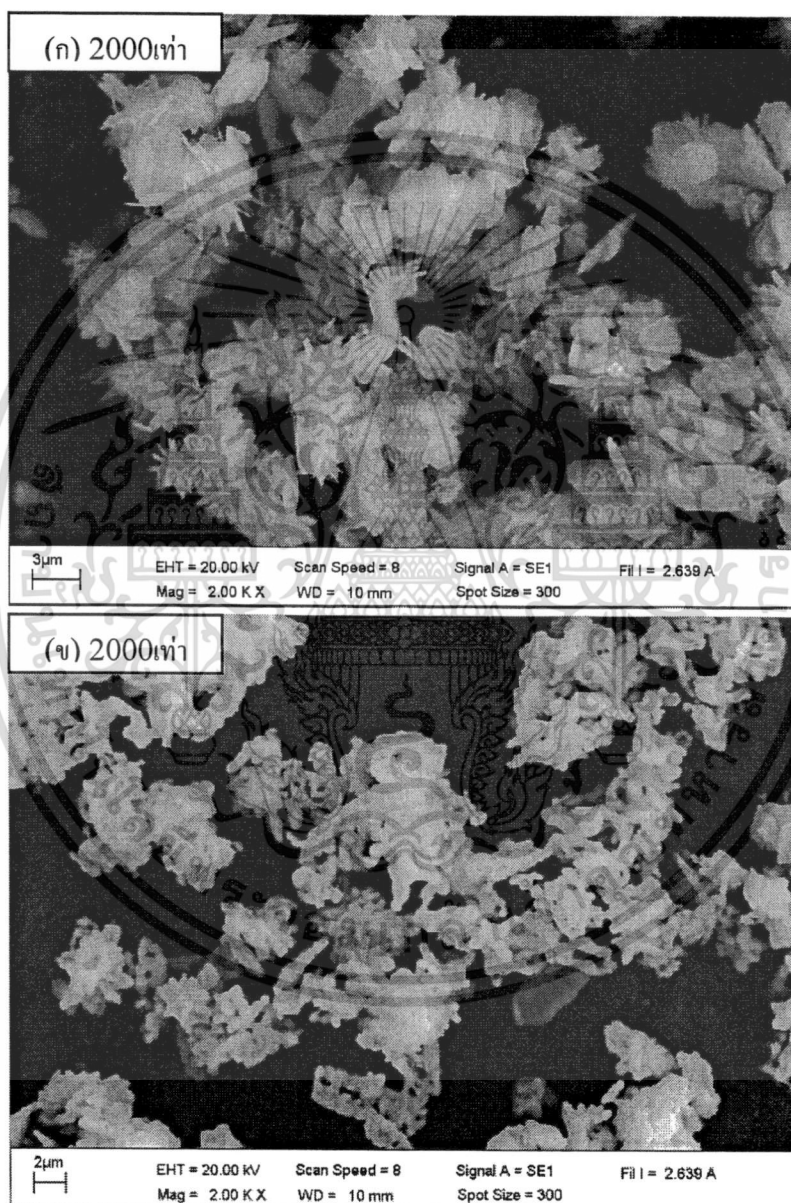
การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้และอนุพันธ์ทางความร้อนของสารทั้งหมดแสดงดังภาพในภาพที่ 4.13-4.20 โดยเรียงลำดับเป็นคู่ๆ คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ตามลำดับ



ภาพที่ 4.13 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1000 และ 2000 เท่าตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

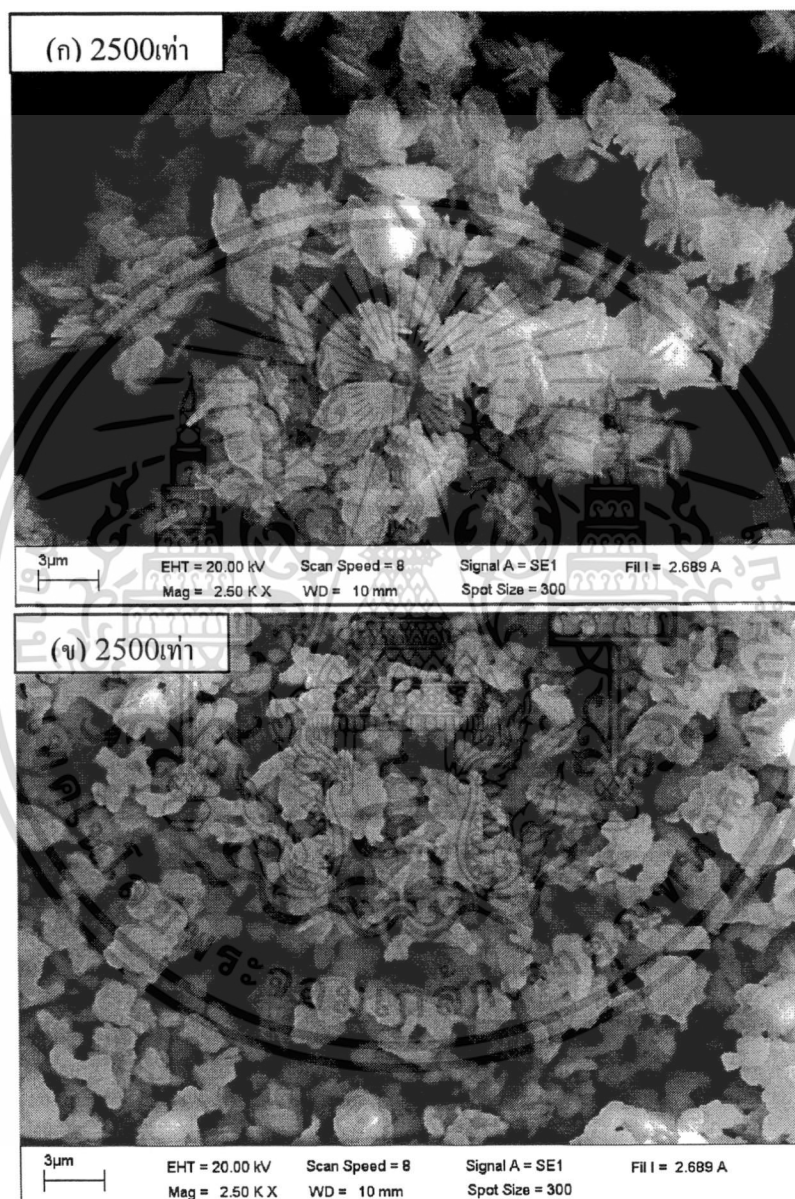
ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ในภาพที่ 4.13 นั้นมีขนาดและภาพร่างของอนุภาคที่แตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กซึ่งจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน แต่ละกลุ่มก้อนมีเหลี่ยมมุมที่ชัดเจน ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเช่นกัน แต่มีบางส่วนที่เป็นแท่งทรงกลมปะปนอยู่บ้าง และมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ



ภาพที่ 4.14 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) เป็น $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) เป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

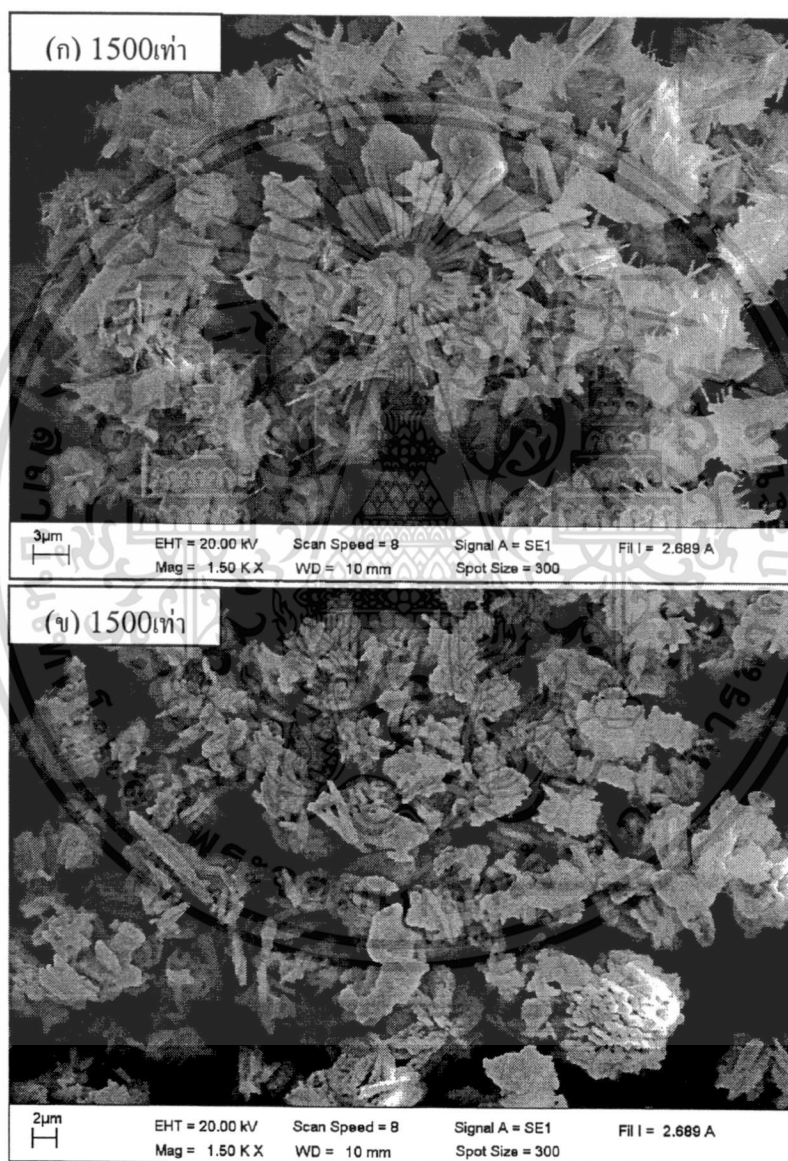
ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.14 มีขนาดและภาพร่างของอนุภาคที่แตกต่างกัน เนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นแผ่นหนานขนาดใกล้เคียงกันจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน และมีลักษณะคล้ายเข็มปะปนอยู่เล็กน้อย ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดเล็กระบายกับแท่งทรงกระบอก



ภาพที่ 4.15 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2500 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

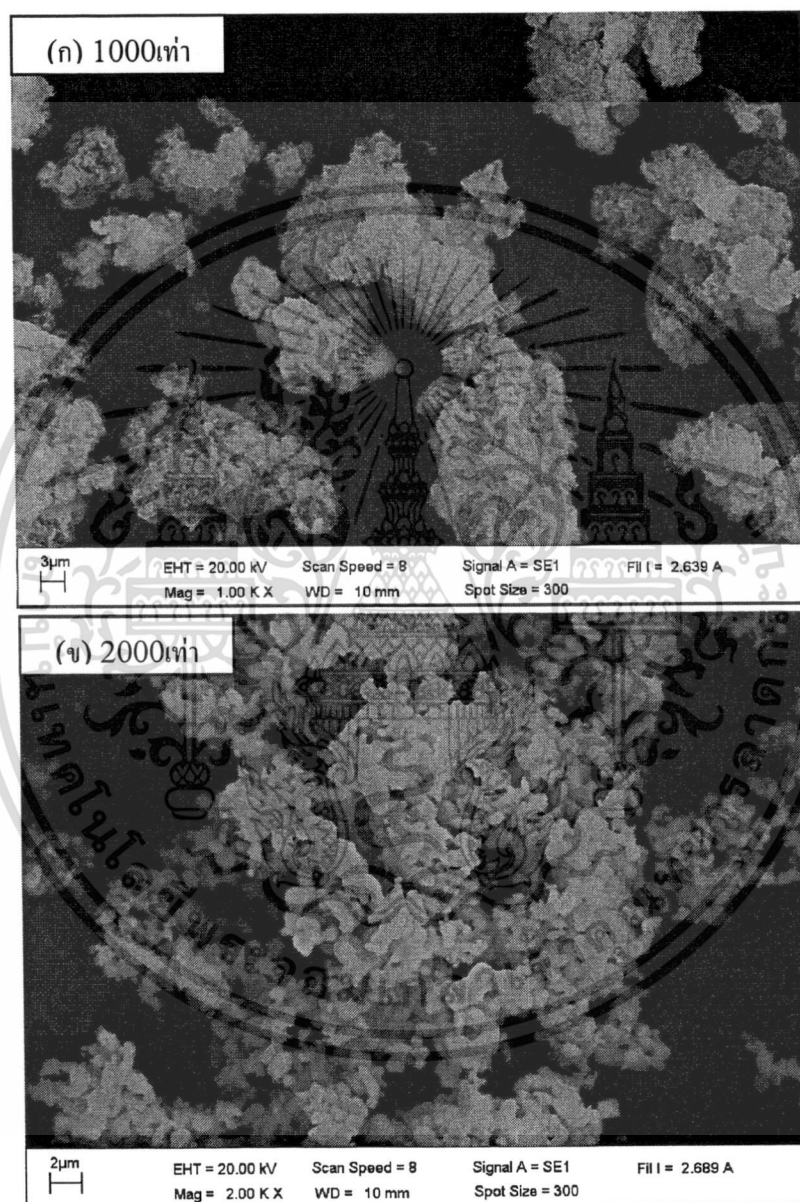
ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.15 นั้นมีขนาดภาพร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีขนาดที่ไม่แน่นอน มีลักษณะเป็นแผ่นหน้าๆเรียงตัวติดกัน แต่ละแผ่นจะมีเหลี่ยมมุมเล็กน้อย ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงภาพร่างสัณฐานมีลักษณะไม่เป็นภาพร่างที่แน่นอนเช่นกัน และมีขนาดเล็กกว่า $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ บางส่วนมีภาพร่างกลม บางส่วนมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกขนาดเล็ก และมีการจับตัวของอนุภาคกันอย่างหนาแน่น



ภาพที่ 4.16 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1500 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

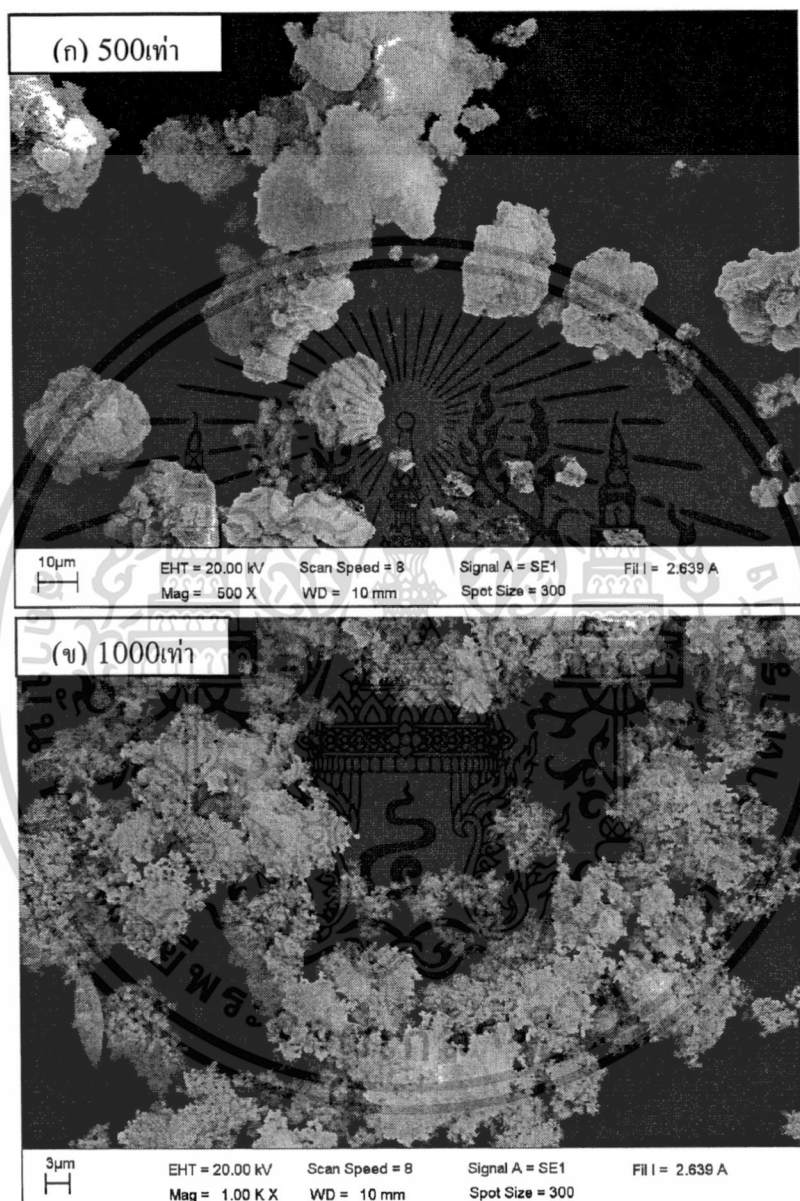
ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.16 นั้น มีขนาดและภาพร่างที่แตกต่างกัน โดย $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีบางส่วนเป็นแผ่นหนา บางส่วนเป็นแผ่นบางและยาว บางส่วนมีลักษณะเหมือนภาพเข็ม มีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น ในขณะที่ภาพร่างของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีลักษณะเป็นแผ่นบางขนาดเล็กจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่



ภาพที่ 4.17 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1000 และ 2000 เท่า ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.17 มีขนาดและภาพร่างอนุภาคที่แตกต่างกัน ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ นั้นมีภาพร่างไม่แน่นอน มีการเกาะกลุ่มเป็นก้อน ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เกิดอนุภาคทรงกลมเล็กๆ ที่มีขนาดใกล้เคียงกันจับตัวกันเรียงต่อเป็นกลุ่มก้อน



ภาพที่ 4.18 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 500 เท่า และ 1000 เท่า ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

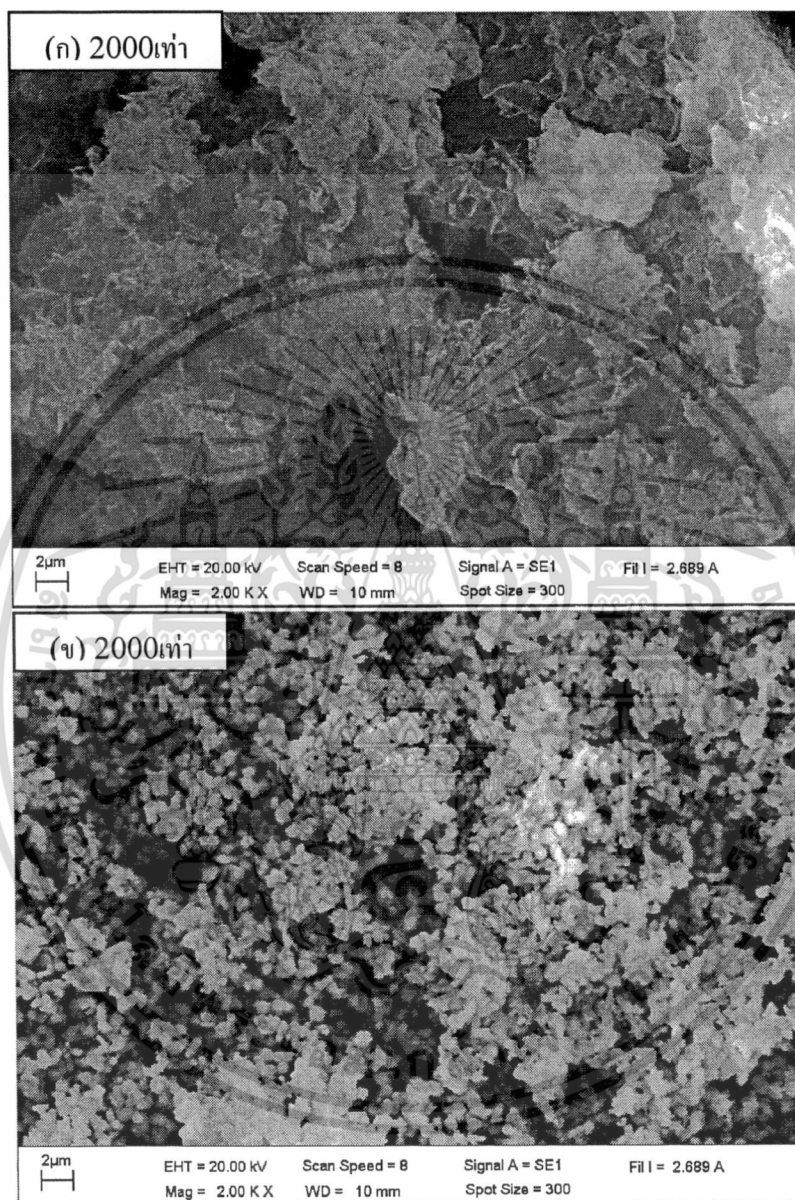
ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.18 ขนาดภาพร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดใหญ่ ซึ่งมีพื้นผิวขรุขระ ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ขนาดอนุภาคเล็กละเอียด และมีภาพร่างที่ไม่แน่นอน รวมตัวเป็นกลุ่มก้อนหนาแน่น



ภาพที่ 4.19 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.19 ขนาดภาพร่างอนุภาคแตกต่างกัน โดยภาพร่างของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีภาพร่างที่ไม่แน่นอน มีการเกาะกลุ่มเป็นก้อน ในขณะที่ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ขนาดอนุภาคเล็ก จับตัวเป็นกลุ่มก้อน และมีการกระจายตัวมากกว่า



ภาพที่ 4.20 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

ภาพร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในภาพที่ 4.20 มีขนาดและภาพร่างอนุภาคที่แตกต่างกันอีกเช่นกัน อันเนื่องมาจากการสลายตัวทางความร้อน ภาพร่างสัณฐาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีภาพร่างเป็นแผ่นบาง มีริ้ว มีขอบ เรียงตัวต่อกันเป็นผืนยาว ในขณะภาพร่างของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นทรงกลมขนาดเล็กเรียงตัวติดกันอย่างหนาแน่น

4.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 6 ตัวถูกตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning, DSC) ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 โดยจำแนกผลตามชนิดของสารที่สังเคราะห์ได้แบ่งเป็น 3 กลุ่ม ดังนี้

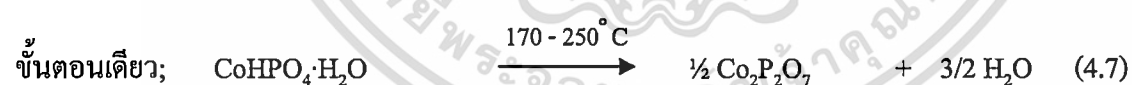
4.3.1 สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

$\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 4 ตัวมีรายละเอียดผลจากเทคนิค DSC สรุปได้ดังตารางที่ 4.9

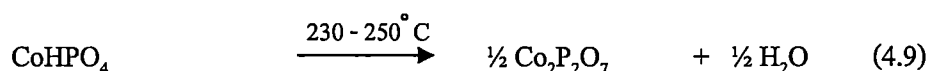
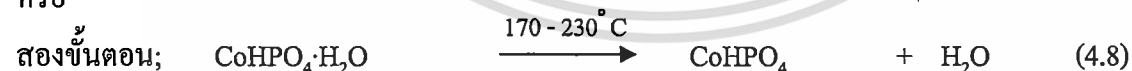
ตารางที่ 4.9 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก	ข้อมูล				
	ขั้นตอนการ สลายตัว	อุณหภูมิการสลายตัว(°C)		ค่าเอนทัลปี (ΔH , J/g)	
		ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1	214	-	716.6	-
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1	223	-	647.7	-
1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1	178	-	530.5	-
1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2	216	244	424.8	15.68

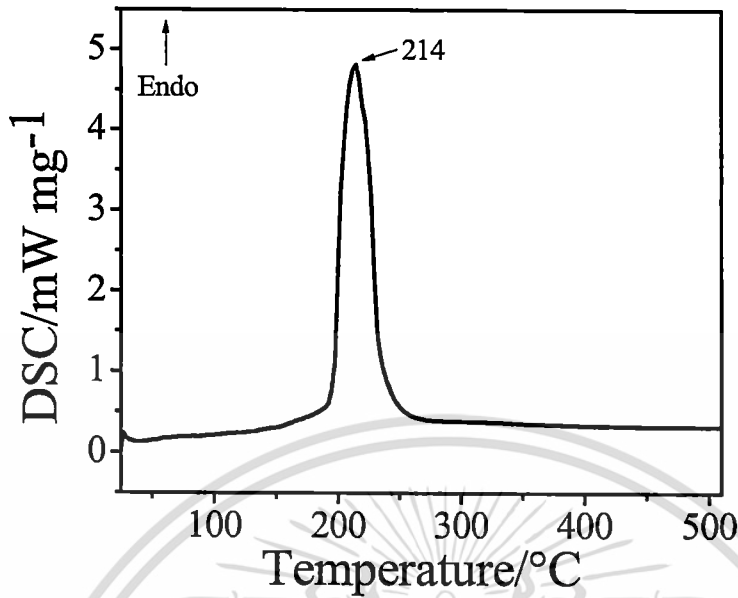
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



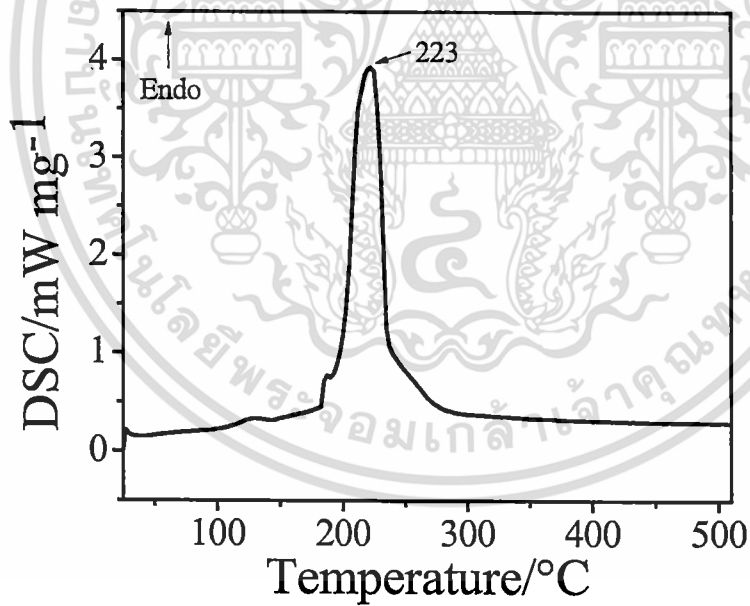
หรือ



สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัว แสดงดังภาพ

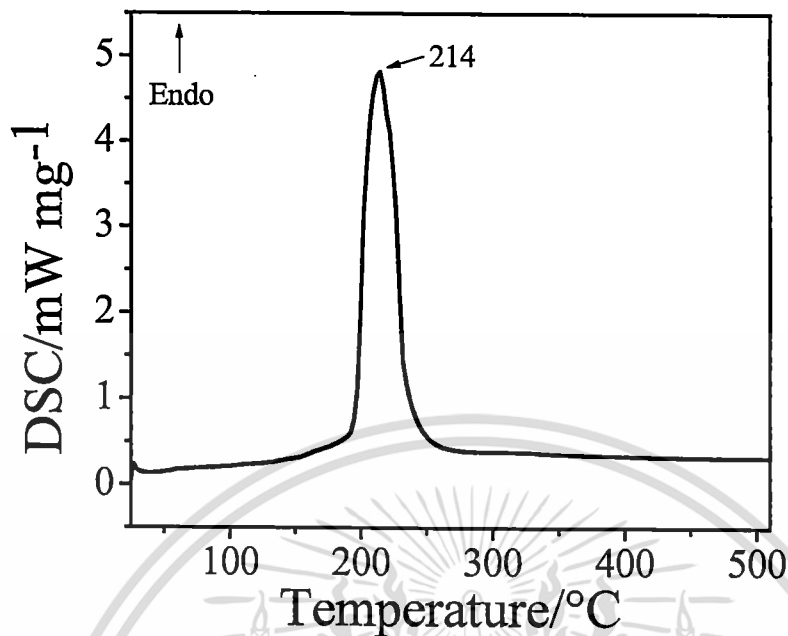


ภาพที่ 4.21 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

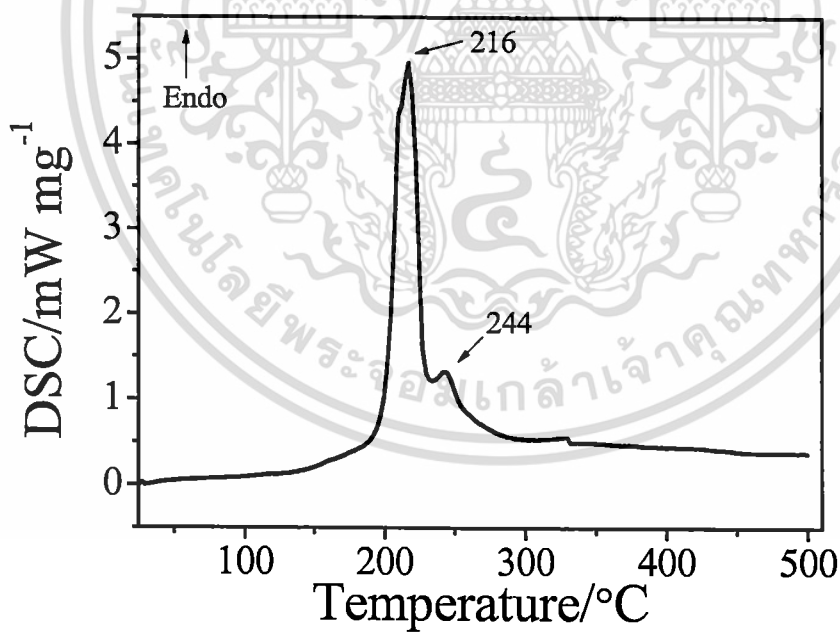


ภาพที่ 4.22 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

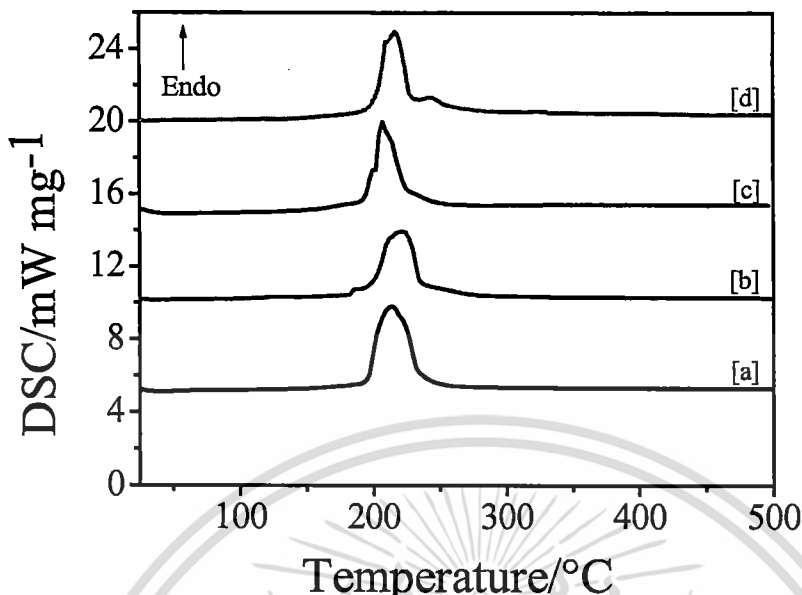


ภาพที่ 4.23 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



ภาพที่ 4.24 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.25 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] = $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [c] = $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

จากเทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้พบว่าส่วนมากมีขั้นการสลายตัวไปเป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เพียงขั้นตอนเดียวในช่วงอุณหภูมิประมาณ $200\text{-}250 \text{ }^\circ\text{C}$

4.3.2 สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

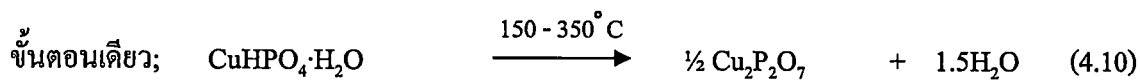
$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 4 ตัวมีรายละเอียดผลจากเทคนิค DSC สรุปได้ดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

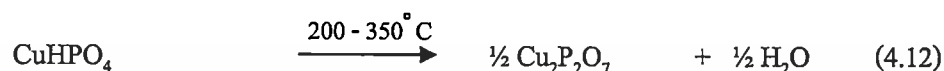
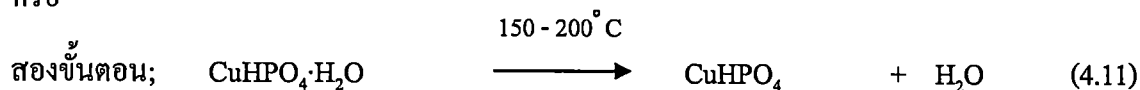
$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก	ข้อมูล				
	ขั้นตอนการสลายตัว	อุณหภูมิการสลายตัว ($^\circ\text{C}$)		ค่าเอนทาลปี (ΔH , J/g)	
		ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1	178	-	137.8	-
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	1	174	-	96.31	-
$1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	1	193	-	58.54	-
$1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	2	152	344	123.3	51.58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

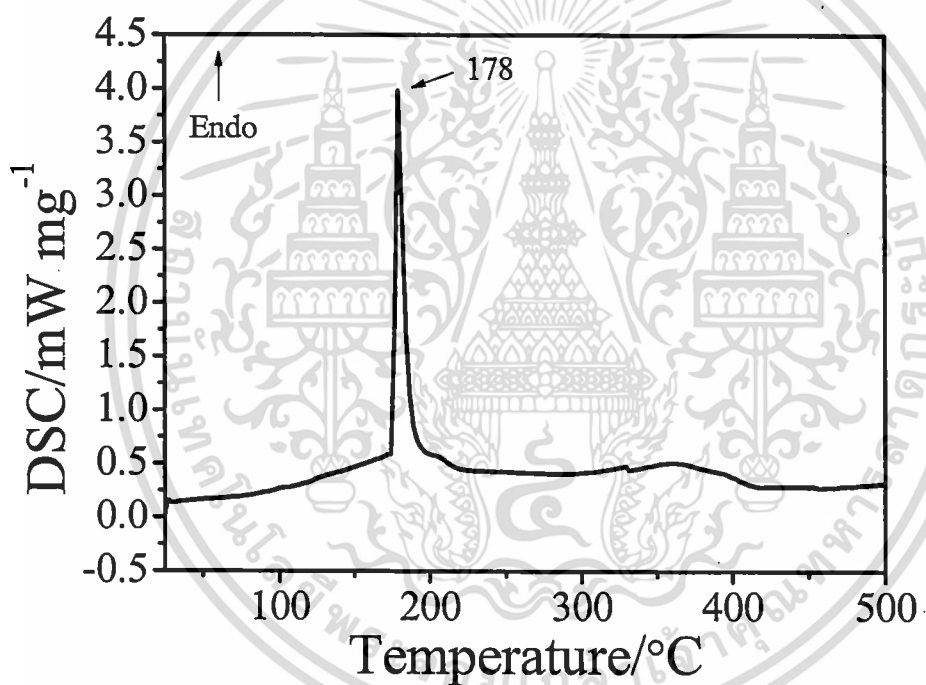
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



หรือ

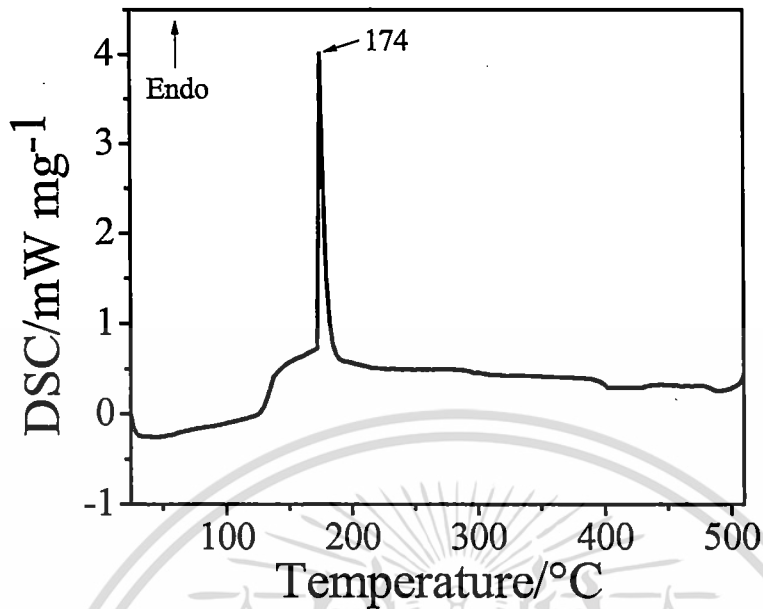


สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัว แสดงดังด้านล่าง

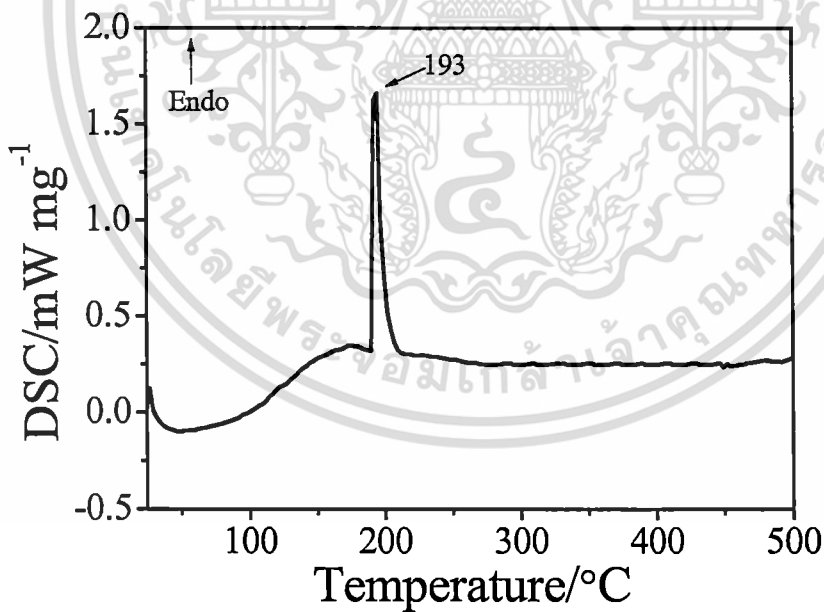


ภาพที่ 4.26 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

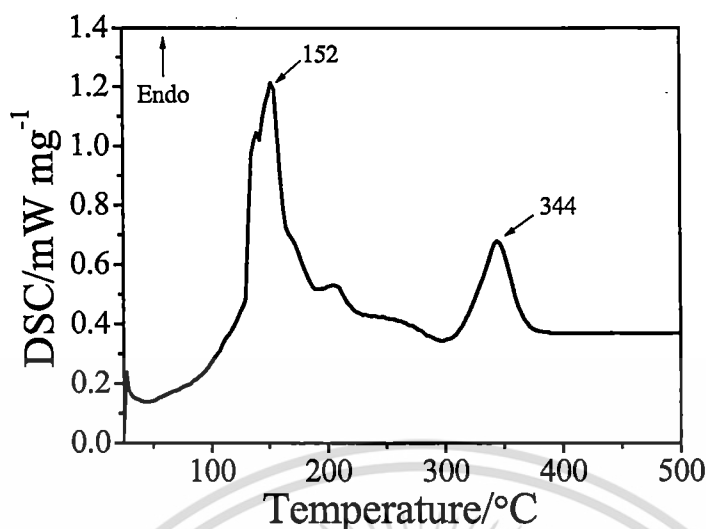


ภาพที่ 4.27 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4160 \text{ g Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

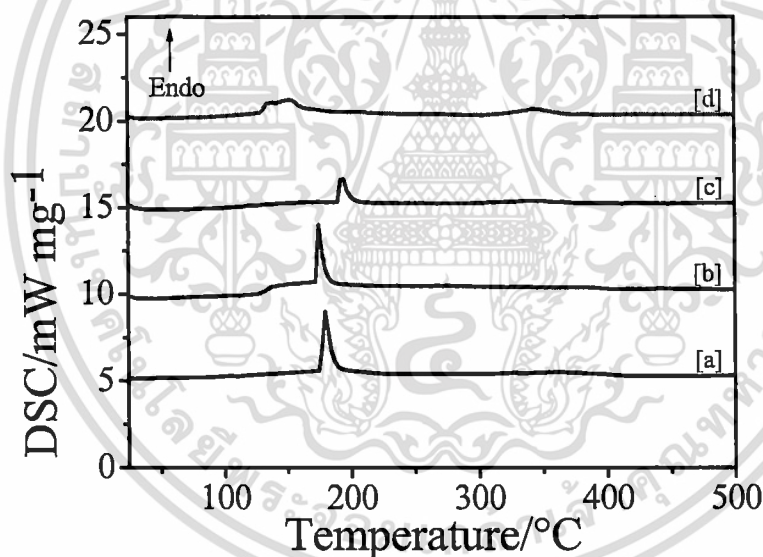


ภาพที่ 4.28 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.29 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$



ภาพที่ 4.30 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, [b] = $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, [c] = $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

จากเทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้พบว่าส่วนมากมีขั้นการสลายตัวไปเป็น $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เพียงขั้นตอนเดียวในช่วงอุณหภูมิประมาณ $150\text{-}200 \text{ }^\circ\text{C}$

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต สองชนิด คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยใช้แหล่งของโคบอลต์ได้จาก $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และแหล่งของคอปเปอร์จาก $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ทำปฏิกิริยากับกับกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ และใช้ 1.0 โมลาร์ NaOH เป็นสารช่วยตกตะกอนที่ค่าพีเอชเท่ากับ 6 และอุณหภูมิห้อง ซึ่งถือว่าเป็นเทคนิคที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 700 °C เพื่อให้สารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้เกิดการสลายตัวกลายเป็นสารโลหะฟอสเฟตอีกกลุ่มหนึ่ง คือ โลหะไพโรฟอสเฟต ($\text{M}_2\text{P}_2\text{O}_7$, เมื่อ M คือ Cu หรือ Co) ทำให้สามารถได้สารโลหะฟอสเฟตถึง 2 กลุ่ม ซึ่งสารโลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 2 กลุ่มนี้อาจจะนำไปใช้ประโยชน์ในการใช้เป็นปุ๋ยที่มีอนุภาคขนาดเล็กสามารถให้ธาตุฟอสฟอรัสออกมา ทีละน้อยและเป็นเวลานาน หรืออาจใช้เป็นผงสี ส่วนประกอบที่ป้องกันการกัดกร่อนรวมถึงการประยุกต์ใช้อื่นๆที่ต้องการความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ในขั้นตอนการสังเคราะห์นั้น ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนที่ไม่รุนแรง จึงไม่เป็นอันตรายขณะสังเคราะห์ ซึ่งร้อยละผลผลิตของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ อยู่ที่ประมาณ 70-95 ส่วนสารกลุ่ม $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีร้อยละผลผลิตอยู่ที่ประมาณ 60-90 ซึ่งถือว่ามีความเหมาะสม จึงเหมาะที่จะนำเทคนิคนี้ไปใช้เตรียมสารข้างต้นในระดับอุตสาหกรรมในอนาคตต่อไป

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทั้ง 6 ชนิดที่สังเคราะห์ขึ้นได้เรียงลำดับการวิเคราะห์ คือ เริ่มต้นการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) และตรวจสอบภาพร่างสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ผลที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

5.2.1 สรุปผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารโลหะไพโรฟอสเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารประกอบที่เตรียมขึ้นได้ 6 ชนิด 2 กลุ่ม คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอีกกลุ่มคือ CoP_2O_7 และ CuP_2O_7 เอกลักษณะการสั่นของสารประกอบไปด้วยหน่วยย่อย คือ HPO_4^{2-} แอนไอออน และ โมเลกุลน้ำ (H_2O) เอกลักษณะที่บ่งบอกได้ชัดเจนของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออน คือ การมีภาพแบบการสั่นที่ตำแหน่ง 3040-3086, 1033-1154, 844-895, 939-991 และ 698-716 cm^{-1} ซึ่งเป็นชนิดแถบการสั่นของ ก ชนิดแถบการสั่นคือ A band (VOH HPO_4^{2-}), $\text{V}(\text{PO}_3)$, $\text{V}(\text{PO}_2(\text{OH}))$, การสั่นแบบบิดภาพของ $\delta(\text{POH})$ และ $\gamma(\text{POH})$ ตามลำดับ และต้องมีภาพแบบการสั่นของ โมเลกุลน้ำที่ประกอบด้วย 2 ภาพแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (V_2) และการสั่นแบบโค้งงอ (V_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3411-3482 และ 1626-1643 cm^{-1} ตามลำดับ

สำหรับสารกลุ่มที่สองคือ CoP_2O_7 และ CuP_2O_7 จะมีเอกลักษณะการสั่นของหน่วยย่อยของ $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ แอนไอออน โดยจะพบว่าแถบการสั่นที่ปรากฏในช่วง 1000-1200 cm^{-1} คือ การสั่นแบบอสมมาตร ($\text{V}_{\text{as}}\text{PO}_3$) และการสั่นแบบสมมาตร ($\text{V}_{\text{s}}\text{PO}_3$) จะปรากฏแถบการสั่นแยกออกมา 1-2 พิค แถบการสั่นของ $\text{V}_{\text{as}}\text{P-O-P}$ จะมีแถบการสั่นที่ประมาณ 900-980 cm^{-1} ส่วนแถบการสั่นของ $\text{V}_{\text{s}}\text{P-O-P}$ จะมีแถบการสั่นที่ประมาณ 700-750 cm^{-1} และแถบการสั่นของ δPO_3 และ ρPO_3 จะปรากฏในช่วง 448-630 cm^{-1}

5.2.2 สรุปผลการตรวจลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและ สารโลหะไพโรฟอสเฟต

สำหรับผลการวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดมีขนาดอนุภาคใหญ่ และมีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีพื้นผิวขรุขระ ไม่มีภาพแบบพื้นฐานที่แน่นอน โดยสาเหตุน่าจะเนื่องจากเทคนิคการเตรียมที่ใช้เวลารวดเร็ว ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาค

5.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารสามชนิด คือ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีสูตรคล้ายๆ กัน ทำให้พฤติกรรมทางความร้อนและกลไกการสลายตัวทางความร้อนมีลักษณะเหมือนกัน กล่าวคือ สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีขั้นการสลายตัวไปเป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เพียงขั้นตอนเดียวในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200-250 °C สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีขั้นการสลายตัวไปเป็น $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เพียงขั้นตอนเดียวเช่นกันในช่วงอุณหภูมิประมาณ 150-200 °C

5.4 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยได้ทำการเตรียมสารขึ้น 2 กลุ่มๆละ 2 ตัว ได้แก่ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และสารอนุพันธ์ทาคความร้อน CoP_2O_7 และ CuP_2O_7 โดยมีข้อเสนอแนะดังนี้

5.4.1 ในขั้นตอนการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ควรใช้เวลาปั่นกวนให้มากกว่านี้ เพื่อให้เกิดการตกตะกอนสมบูรณ์และทำให้ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอ

5.4.2 เมื่อกรองได้ตะกอนของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตแล้ว ควรนำเข้าเตาอบ ทำการอบให้แห้งและเก็บสารที่สังเคราะห์ได้ให้ปราศจากความชื้น

5.4.3 ในขั้นตอนการชั่งสาร ควรชั่งอย่างรวดเร็ว เนื่องจากสารอาจดูดความชื้น ทำให้ผลการทดลองเกิดความผิดพลาดได้

5.4.4 จาก spectrum ของ FTIR พบว่ายังเกิด peak ของไอออนไนเตรต (NO_3^-) ซึ่งมาจากแอนไอออนของสารตั้งต้น ดังนั้นขณะกรองเอาตะกอนควรล้างน้ำกลั่นหลายๆครั้ง และควรนำน้ำที่ผ่านการกรองแล้วไปตรวจสอบดูว่ายังมีแอนไอออนเหล่านี้ตกค้างอยู่หรือไม่



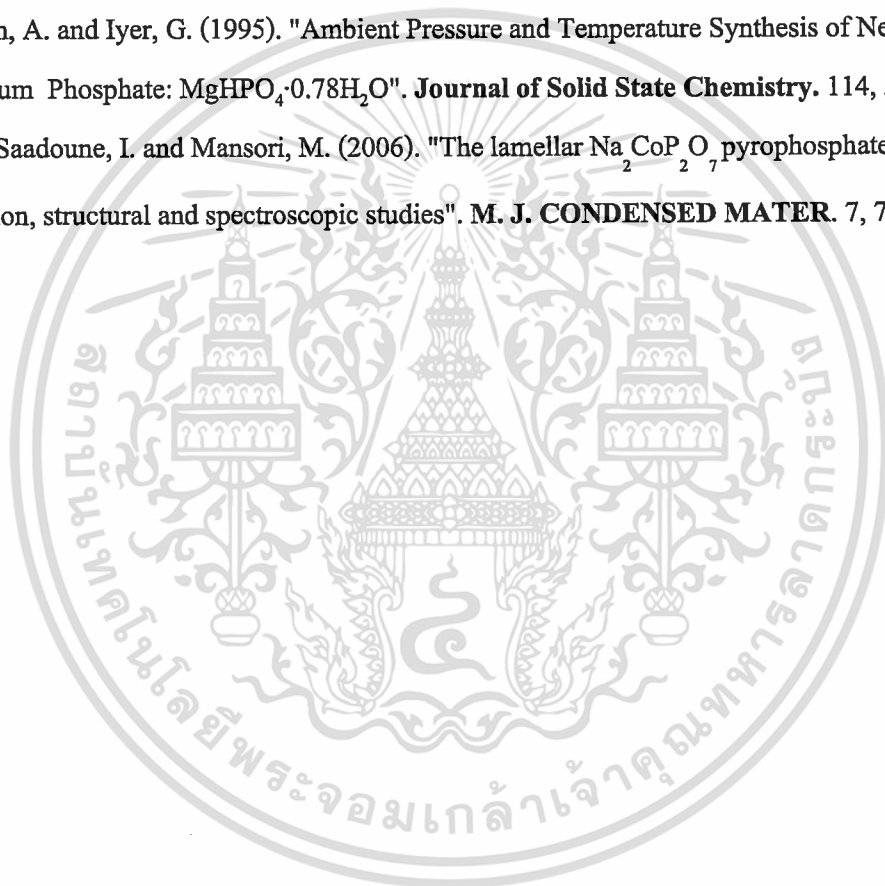
เอกสารอ้างอิง

- [1] Hiroaki Onoda, Kei Yokouchi, Kazuo Kojima and Hiroyuki Nariai. (2005). "Addition of rare earthcation on formation and properties of various cobalt phosphates." **Materials Science and Engineering B**. 116, 189-195.
- [2] Boonchom, B. "Cyclotetraphosphate for ceramic coating"
- [3] Boonchom, B., Thongkam, M., Vittayakorn, N. and Kongtaweelert, S. (2009). "Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route." **Materials Res. Bull.** 44 (12), 2206-2210.
- [4] Brandová, D., Trojan, M., Arnold, M. and Paulik, F. (1990). "Thermal study of decomposition of $\text{Cu}_{1/2}\text{Mg}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$." **J. Therm. Anal. Calorim.** 36, 677-684.
- [5] Shashkova, I.L., Kitikova, N.V., Rat'ko, A.I., and D'yachenko, A.G. (1998). "Preparation of calcium and Magnesium Hydrogen Phosphates from Natural Dolomite and Their Sorptive Properties." **Inorganic Material**. 36, 990-994
- [6] Hans, E. and Madsen, L. (2005). "Crystal growth kinetics of copper phosphate from acid solution at 37 °C." **Journal of Crystal Growth**. 275, 191-196.
- [7] Viter, V.N., and Nagorny, P.G. (2006). "Systhesis of $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2\cdot \text{H}_2\text{O}$ based solid solutions through Co or Ni substitution for Cu". **Inorganic Material**. 42, 996-1001.
- [8] Viter, V.N. and Nagorny, P.G. (2009). "Systhesis and study of solid solution between cobalt and nickel phosphates with varied degree of anion protonation". **Inorganic Synthesis and Industrial Inorganic Chemistry**. 82, 881-885.
- [9] Rabatin, J.G., Gale R.H. and Neerik, A.E. "The Mechanism and kinetics of the dehydration calcium hydrogen phosphate dehydrate". **Dehydration of calcium hydroden phosphate dihydrate**. 1960, 491-493
- [10] Brandova, D., Trojan, M., Arnold, M., Paulik, F. and Paulik, J. (1988). "MECHANISM OF THE DEHYDRATION OF $\text{CoHPO}_4\cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Thermal Analysis**. 34, 673-678.

- [11] Brandova, D., Trojan M., Arnold M., Paulik F. and Paulik J. (1988). "MECHANISM OF DEHYDRATION AND CONDENSATION OF $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Thermal Analysis**. 34, 1449-1454.
- [12] van der Gijp, S., M.H.J.E., Winnubst A.J.A. and Verweij, H. "Preparation of BaTiO_3 by Homogeneous Precipitation". **Journal of the European Ceramic Society**. 19, 1683-1690.
- [13] Michael, Z.-C. Hu, V.K., Andrew Payzant, E., Claudia, J., Rawn Rodney, Hunt Wetchemical, D. "Synthesis of monodispersed barium titanate particles hydrothermal conversion of TiO_2 microspheres to nanocrystalline BaTiO_3 ". **Powder Technology**. 110, 2-14.
- [14] Xiao Wei, G.X., Zhaohui Ren, Yonggang Wang, Ge Shen, Gaorong Han. "Size-controlled synthesis of BaTiO_3 nanocrystals via a hydrothermal route". **Materials Letters**. 62, 3666-3669.
- [15] Wei Li, Z.X., Ruiqing Chu, Peng Fu, Jigong Hao. "Structure and electrical properties of BaTiO_3 prepared by sol-gel process". **Journal of Alloys and Compounds**. 482, 137-140.
- [16] Ming Xu, Y.-n.L., Yun-fei Liu, Shu-zhe Shi, Tong-sheng Qian, Dou-you Lu. "Sonochemical synthesis of monosized spherical BaTiO_3 particles". **Powder Technology**. 161, 185-189.
- [17] Shaohua Luo, Z.T., Weihua Yao, Zhongtai Zhang. "Low-temperature combustion synthesis and characterization of nanosized tetragonal barium titanate powders". **Microelectronic Engineering**. 66, 147-15.
- [18] ดร.บรรจง บุญชม. (2554). โครงการ การสังเคราะห์ จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ของการสลายตัวทางความร้อนสารโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (สกว.).
- [19] Available from : <http://www.bbelab.co.za/ftir.htm>
- [20] Xu, J., Gilson, D.F.R., and Butler, I.S. (1998). "FT-Raman and high-pressure FT-infrared spectroscopic investigation of monocalcium phosphate monohydrate, $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ". **Spectrochim. Acta**. 54A, 1869-1878.
- [21] Available from : http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_file/chapter5_2.html
- [22] Available from : http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_file/chapter5_2.html
- [23] Available from : http://www.linseis.net/html_en/thermal/dta/dta_.php
- [24] Available from : <http://203.185.131.25/lab/viewTool.php?toolId=17>

- [25] Available from : http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_files/chapter5_2.html
- [26] Available from : http://www.merck-chemicals.co.th/the-analytical-principle/thai/c_K2eb.s1OFCYAAAEdye1RbT2M
- [27] Available from : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>
- [28] Available from : <http://www2.diw.go.th/research/%E0%CD%A1%CA%D2%C3%E0%BC%C2%E1%BE%C3%E8/%E0%A4%C3%D7%E8%CD%A7AAS.pdf>
- [29] Available from : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>
- [30] Available from : <http://www.jeolusa.com/PRODUCTS/ElectronOptics/ScanningElectronMicroscopesSEM/SEMFIJIB4500MultiBeam/tabid/496/Default.aspx>
- [31] Shashkova, I.L., Kitikova, N.V., Rat'ko, A.I., and D'yachenko, A.G. (1998) "Preparation of calcium and Magnesium Hydrogen Phosphates from Natural Dolomite and Their Sorptive Properties". *Inorganic Material*. 36, 990-994
- [32] Hans, E. and Madsen, L. (2005). "Crystal growth kinetics of copper phosphate from acid solution at 37 °C". *Journal of Crystal Growth*. 275, 191-196.
- [33] Lukyanchenko, O.A. and Samuskevich, V.V. (1999). "Thermal transformations of $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ". *Thermochimica Acta*. 327, 181-189.
- [34] Hiroaki Onoda, Kei Yokouchi, Kazuo Kojima and Hiroyuki Nariai. (2005). "Addition of rare earth cation on formation and properties of various cobalt phosphates". *Materials Science and Engineering B*. 116, 189-195.
- [35] Boonchom, B. "Cyclotetraphosphate for ceramic coating"
- [36] Hiroaki Onoda, Hiroyuki Nariai, Ai Moriwaki, Hideshi Maki and Itaru Motooka. (2002). "Formation and catalytic characterization of various rare earth phosphates". *Journal of material chemistry*. 12, 1754-1760.
- [37] Boonchom, B., and Danvirutai, C. (2008). "A rapid co-precipitation and non-isothermal decomposition kinetics of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Co}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ". *Solid State Sciences*. 10, 129-136.

- [38] Rabatin, J. G., Gale, R. H. and Neerik, A.E. "The Mechanism and kinetics of the dehydration of calcium hydrogen phosphate dihydrate". **Dehydration of calcium hydroden phosphate dehydrate**. 1960, 491-493
- [39] Brandova, D., Trojan, M., Arnold, M., Paulik, F. and Paulik, J. (1988). "MECHANISM OF THE DEHYDRATION OF $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Thermal Analysis**. 34, 673-678.
- [40] Brandova, D., Trojan, M., Arnold, M., Paulik, F. and Paulik, J. (1988). "MECHANISM OF DEHYDRATION AND CONDENSATION OF $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Thermal Analysis**. 34, 1449-1454.
- [41] Bensalem, A. and Iyer, G. (1995). "Ambient Pressure and Temperature Synthesis of New Layered Magnesium Phosphate: $\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78\text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Solid State Chemistry**. 114, 598-600.
- [42] Bih, H., Saadoune, I. and Mansori, M. (2006). "The lamellar $\text{Na}_2\text{CoP}_2\text{O}_7$ pyrophosphate: Preparation, structural and spectroscopic studies". **M. J. CONDENSED MATER**. 7, 74-76.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

1. การคำนวณร้อยละผลผลิตของโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

ตัวอย่าง : $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ทำปฏิกิริยากับ H_3PO_4 ดังสมการ



โมล $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

= โมล $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$\frac{\text{กรัม } \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}}{\text{มวลโมเลกุล } \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}}$$

$$= \frac{\text{กรัม } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}}{\text{มวลโมเลกุล } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}}$$

กรัม $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (คำนวณ)

$$= \frac{\text{กรัม } \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}}{\text{มวลโมเลกุล } \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}} \times \text{มวลโมเลกุล } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

$$\frac{24160 \times 177.528}{241.60}$$

$$= 1.7753 \text{ กรัม}$$

ร้อยละผลผลิต $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$= \frac{\text{กรัม } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ ที่ได้}}{\text{กรัม } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ ที่คำนวณได้}} \times 100$$

$$= \frac{1.5894}{1.7753} \times 100$$

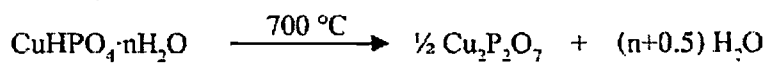
$$= 89.53$$

หมายเหตุ* การคำนวณร้อยละของ $\text{MHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จากสารโลหะอื่นๆ ทำปฏิกิริยากับ H_3PO_4 ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การคำนวณร้อยละผลผลิตของโลหะไฟโรฟอสเฟต ($M_2P_2O_7$)

ตัวอย่าง: $CuHPO_4 \cdot nH_2O$ ที่ได้จาก $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ ถูกเผาไปเป็น $Cu_2P_2O_7$



$$\text{โมล } CuHPO_4 \cdot H_2O = \frac{\text{โมล } Cu_2P_2O_7}{0.5}$$

$$\frac{\text{กรัม } CuHPO_4 \cdot H_2O}{\text{มวลโมเลกุล } CuHPO_4 \cdot H_2O} = \frac{\text{กรัม } Cu_2P_2O_7}{0.5} \times \text{มวลโมเลกุล } Cu_2P_2O_7$$

$$\begin{aligned} \text{กรัม } Cu_2P_2O_7 \text{ (คำนวณ)} &= \frac{0.5 \times \text{กรัมของ } CuHPO_4 \cdot H_2O}{\text{มวลโมเลกุล } CuHPO_4 \cdot H_2O} \times \text{มวลโมเลกุล } Cu_2P_2O_7 \\ &= \frac{0.5 \times 1.0008 \times 301.333}{177.528} \end{aligned}$$

$$= 0.8485 \text{ กรัม}$$

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละผลผลิต } Cu_2P_2O_7 &= \frac{\text{กรัม } Cu_2P_2O_7 \text{ (ที่ได้)}}{\text{กรัม } Cu_2P_2O_7 \text{ (คำนวณ)}} \end{aligned}$$

$$= \frac{0.8235}{0.8485} \times 100$$

$$= 97.05$$

หมายเหตุ* การคำนวณร้อยละของ MP_2O_7 ที่ได้จากสารโลหะอื่นๆ ทำปฏิกิริยากับ H_3PO_4 ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาณน้ำ ($n\text{H}_2\text{O}$)

ตัวอย่าง: $\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ถูกเผาไปเป็น $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$,

น้ำหนักครุชชีเบล (w1/กรัม) = 23.2172 กรัม

น้ำหนักครุชชีเบล + $\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (w2/กรัม) = 24.2180 กรัม

น้ำหนัก $\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (w3/กรัม) = $w_2 - w_1$

$$= 24.2180 - 23.2172 \text{ กรัม}$$

$$= 1.0008 \text{ กรัม}$$

น้ำหนักหลังจากเผา (w4/กรัม) = 24.0407 กรัม

น้ำหนักที่หายไป (w5/กรัม) = $w_2 - w_4$

$$= 24.2180 - 24.0407 \text{ กรัม}$$

$$= 0.1773 \text{ กรัม}$$

น้ำหนัก $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (w6/กรัม) = $w_4 - w_1$

$$= 24.0407 - 23.2172 \text{ กรัม}$$

$$= 0.8235 \text{ กรัม}$$

จากสมการ



น้ำหนักจากการทดลอง; 1.008 กรัม 0.0235 กรัม 0.1773 กรัม

มวลโมเลกุล; (ยังไม่ทราบ) 301.092 กรัม/โมล 18.0 กรัม/โมล

$$\frac{\text{โมล } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{โมล } \text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}} = 0.5$$

$$\frac{0.0017}{\text{โมล } \text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}} = 0.5$$

$$\text{โมล } \text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} = 0.0055 \text{ โมล}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned} \text{มวลโมเลกุล CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} &= \frac{1.0003}{0.0055} \\ &= 182.959 \text{ กรัม/โมล} \end{aligned}$$

	$\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\xrightarrow{700^\circ\text{C}}$	$\frac{1}{2} \text{CoCoP}_2\text{O}_7$	+	$(n+0.5)\text{H}_2\text{O}$
มวลโมเลกุล;	182.959 กรัม โมล		301.092 กรัม/โมล		18.0 กรัม/โมล
น้ำหนักจากการทดลอง;	1.0008 กรัม		0.8235 กรัม		0.1773 กรัม
จำนวนโมล;	0.0055 โมล		0.0027 โมล		0.0098 โมล

หารด้วยโมลของ-

$\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

1.00

0.5

1.80

$$n - 0.5 = 1.80$$

$$n = 1.30$$

ดังนั้น สารนี้มีสูตร โมเลกุล คือ $\text{CuHPO}_4 \cdot 1.30\text{H}_2\text{O}$

หมายเหตุ* การคำนวณปริมาณน้ำ ($n\text{H}_2\text{O}$) ของ $\text{MHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จากรสชาติของสาร
ทำปฏิกิริยากับ H_3PO_4 ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย

ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นาย มন্ত্রী ทองคำ.....

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วทด.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2009
วทม.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	1999
วทบ.	เคมีอุตสาหกรรม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล กรุงเทพ	1997

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) Methanol synthesis, Dimethyl Ether synthesis, Reaction and catalytic engineering

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ).....

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

1. **Reviewer** (2011), "การผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมโพแทสเซียม ซิงค์ บนตัวรองรับเมโซพอร์ซิติก", วารสารวิจัยพลังงาน, ปีที่ 9 เล่มที่ 2(2555), สถาบันวิจัยพลังงาน, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
2. **Reviewer** (2009), "การออกแบบโครงสร้างการควบคุมแบบพลนที่ไวด์สำหรับกระบวนการอัลคิลเลชัน", โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
3. **Reviewer** (2009), "การออกแบบโครงสร้างการควบคุมสำหรับกระบวนการฟินอลไฮโดรจีเนชันเป็นไซโคลเฮกซาโนน", โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
4. **Researcher** (2007-2008) Department of Applied Chemistry, *University of Toyama* Toyama, Japan
5. **Teaching Assistance** (2006-2007) Chulalongkorn University
6. **Assistant Researcher** (1999-2001) Chulalongkorn University

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเสนอผลงานวิชาการ

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

- 1 M. Thongkam, G. Yang, T. Vitidsant and N. Tsubaki. "Novel three-component zeolite capsule catalyst for direct synthesis of isoparaffin", *Journal of the Japan Petroleum Institute* 52(4): 216-219 (2009).
- 2 B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. "A simple route to synthesize new binary cobalt iron cyclotetraphosphate $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ using aqueous and acetone media", *Journal of Alloys and Compound*, 486:689-692(2009).
- 3 B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. "Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature", *Materials Research Bulletin*, 44:2206-2210(2009).
- 4 Banjong Boonchom, Chanaiporn Danvirutai and Montree Thongkam. "Non-isothermal decomposition kinetics of synthetic serrabrancaite ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) precursor in N_2 atmosphere", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 99:357-362(2010).
- 5 Banjong Boonchom and Montree Thongkam. "Kinetics and thermodynamics of the formation of $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ ", *Journal of Chemical & Engineering Data.*, 55: 211-216(2010).
- 6 Banjong Boonchom, Montree Thongkam, Naratip Vittayakorn and Samart Kongtaweelert. "Synthesis $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4$ obtained by thermal transformation of $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ ", *Inorganic Chemistry Communications*.
- 7 Guohui Yang, Montree Thongkam, Tharapong Vitidsant, Yoshiharu Yoneyama, Yisheng Tan, Noritatsu Tsubaki. "A double-shell capsule catalysts with core-shell-like structure for one-step exactly controlled synthesis of dimethyl ether from CO_2 containing syngas", *Catalysis Today*, 171: 229-235(2011).

บทความทางวิชาการ

1. บทความเรื่อง "พลังงานทางเลือกแห่งอนาคต : ไดมethylอีเทอร์ (ดีเอ็มอี)" วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 18 ฉบับที่ 38 กรกฎาคม-ธันวาคม 2552 หน้า 64-70

ผลงานที่นำเสนอในการประชุม

1. **M. Thongkam**, B. Boonchom, T. Vitidsant, N. Tsubaki. “Catalytic Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether from Synthesis Gas overCr/ZnO Capsules Catalysts” The 2nd Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering, Phuket, Thailand (2010).
2. **M. Thongkam**, B. Boonchom, T. Vitidsant. “Synthesis and characterization of binary copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 24th International Symposium on Chemical Engineering December 2-4, 2011, Hyundai Hotel, Gyeong-ju, Korea
3. **M. Thongkam**, P. Suksomkit, S. Thongkam, B. Boonchom. “Synthesis and characterization of magnesium (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Center, Okinawa, Japan.
4. S. Thongkam, S. Promratana, **M. Thongkam**, B. Boonchom. “Preparation and characterization of copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Center, Okinawa, Japan.

ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นาย บรรจง บุญชม

ตำแหน่งปัจจุบัน.....ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
ปร.ค.	เคมี (เคมีเชิงฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2551
วทม..	เคมี (เคมีเชิงฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2546
วทบ.	เคมี	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2542

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) Nanotechnology และ Non-isothermal decomposition kinetics and thermodynamics, Vibrational spectroscopy, Thermal analysis method

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว

International Journal

1. Danvirutai C, **Boonchom B**, Youngme S. Nanocrystalline manganese dihydrogen phosphate dihydrate $Mn(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ and its decomposition product ($Mn_2P_4O_{12}$) obtained by simple precipitation route. J. Alloys Compd. 2008;457:75-80. มี impact factor 2.135
(Corresponding author: Danvirutai)
2. **Boonchom B**, Danvirutai C. The thermal decomposition kinetics of $FePO_4 \cdot 3H_2O$ precursor to synthesize spherical nanoparticles $FePO_4$. Ind. Eng. Chem. Res. 2007;46(26): 9071-9076.
มี impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
3. **Boonchom B**, Danvirutai C, Youngme S. A rapid co-precipitation and non-isothermal decomposition kinetics of new binary $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$. Solid State Sciences. 2008;10: 129-136. มี impact factor 1.675 (Corresponding author: Danvirutai and Boonchom)
4. **Boonchom B**, Youngme S, Srithanratana T, Danvirutai C. Synthesis of $AlPO_4$ and Kinetics of thermal decomposition of $AlPO_4 \cdot H_2O$ -H4 precursor. J. Therm. Anal. Calorim. 2008; 91: 511-516.
มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Danvirutai)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. Maensiri S, Masingboon C, **Boonchom B**, Seraphin S. A simple route to synthesize nickel ferrite (NiFe_2O_4) nanoparticles using egg white. *Scripta Materialia*. 2007;56:797-80. JIF impact factor 2.949 (Corresponding author: Maensiri)
6. **Boonchom B**, Maensiri S, Danvirutai C. Soft solution synthesis, non-isothermal decomposition kinetics and characterization of manganese dihydrogen phosphate dihydrate $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its thermal transformation products. *Mater. Chem. Physics*. 2008;109: 404-410. JIF impact factor 2.015 (Corresponding author: Danvirutai)
7. **Boonchom B**, Danvirutai C. Rapid coprecipitation and nonisothermal Decomposition kinetics of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2008; 47(9): 2941-2947. JIF impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
8. **Boonchom B**, Danvirutai C. A simple route to synthesize manganese hydrogen phosphate monohydrate $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ rod-like microparticles *J. Optoelec. Adv. Mater.* 2008;10: 492-499. JIF impact factor 0.433 (Corresponding author: Boonchom)
9. Noisong P, Danvirutai C, Srithanratana T, **Boonchom B**. Synthesis, characterization and non-isothermal decomposition kinetics of manganese hypophosphite monohydrate. *Solid State Sciences*. 2008;10:1598-1604. JIF impact factor 1.675 (Corresponding author: Danvirutai)
10. **Boonchom B**, Danvirutai C. Synthesis of MnNiP_2O_7 by nonisothermal decomposition kinetics of a new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ precursor obtained from a rapid coprecipitation at ambient temperature. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2008;47(9): 2941-2947. JIF impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
11. **Boonchom B**. Kinetics and Thermodynamic Properties of the Thermal Decomposition of Manganese Dihydrogenphosphate Dihydrate. *J. Chem. Eng. Data*. 2008;53(7):1533-1538. JIF impact factor 1.695 (Corresponding author: Boonchom)
12. **Boonchom B**, Maensiri S, Youngme S, Danvirutai C. A simple synthesis and room temperature magnetic properties of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained from a rapid co-precipitation at ambient temperature. *Solid State Sciences*. 2009;11(2): 485-490. JIF impact factor 1.675 (Corresponding author: Danvirutai)
13. **Boonchom B**, Maensiri S, Youngme S, Danvirutai C. Simple synthesis, magnetic properties and non-isothermal decomposition kinetics of $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *Ind. Eng. Chem. Res.*

- 2008;47:7642-7647. มี impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
14. Noisong P, Danvirutai C, **Boonchom B**. Thermodynamic and kinetic properties of the formation of $Mn_2P_2O_7$ by thermal decomposition of $Mn(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$. J. Chem. Eng. Data. 2009;54(3): 871-875. มี impact factor 1.695 (Corresponding author: Danvirutai)
 15. **Boonchom B**. Synthesis of $Co_2P_4O_{12}$ porous structure and non- isothermal decomposition kinetics of $Co(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ precursor in air atmosphere. J. Optoelec. Biomed.Mater.2009;1:103-114. มี impact factor 0.000 (Corresponding author: Boonchom)
 16. **Boonchom B**, Danvirutai C. The morphology and thermal behaviour of calcium dihydrogen phosphate Monohydrate ($Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$) obtained by a rapid at precipitation route ambient temperature in different media J. Optoelec.Biomed.Mater. 2009;1:115-123. มี impact factor 0.000 (Corresponding author: Boonchom)
 17. **Boonchom B**, Danvirutai C. Study of the Dehydration of $Co(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$. J. Chem. Eng. Data. 2009;54(4): 1225-1230. มี impact factor 1.695 (Corresponding author: Boonchom)
 18. **Boonchom B**. Parallelogram-like microparticles of calcium dihydrogen phosphate monohydrate ($Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$) obtained by a rapid precipitation route in aqueous and acetone media J. Alloys Compd, 2009;482(1-2):199-202. มี impact factor 2.135 (Corresponding author: Boonchom)
 20. **Boonchom B**, Phuvongpha N. Synthesis of new binary cobalt iron pyrophosphate $CoFeP_2O_7$. Mater. Lett. 2009;63(20): 1709-1711. มี impact factor 1.940 (Corresponding author: Boonchom)
 21. **Boonchom B**, Danvirutai C, Thongkam M. Non-isothermal decomposition kinetics of synthetic serrabrancaite ($MnPO_4 \cdot H_2O$) precursor in N_2 atmosphere. J. Therm. Anal. Calorim. 2010;99(1):357-362. มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 22. **Boonchom B**, Kongtaweelert S. Study of kinetics and thermodynamics of the dehydration reaction of $AlPO_4 \cdot H_2O$. J. Therm. Anal. Calorim. 2010;99(2):531-538. มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 23. **Boonchom B**, Danvirutai C. Kinetics and thermodynamics of thermal decomposition of synthetic $AlPO_4 \cdot 2H_2O$. J. Therm. Anal. Calorim. 2009;98(3): 771-777. มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 24. **Boonchom B**. Kinetics and thermodynamics studies of $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ by Non-isothermal decomposition data. J. Therm. Anal. Calorim. 2009;98(3): 863-871. มี impact factor 1.587

(Corresponding author: Boonchom)

25. **Boonchom B**, Danvirutai C. Rapid synthesis, kinetics and thermodynamics of binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2009;98(3):717-723. มี impact factor 1.587
(Corresponding author: Boonchom)
26. **Boonchom B**, Maensiri S. Non-isothermal decomposition kinetics of NiFe_2O_4 nanoparticles synthesized using egg white solution route. *J. Therm. Anal. Calor.* 2009;97(3):879-884.
มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Maensiri)
27. **Boonchom B**, Thongkam M, Vittayakorn N, Kongtaweelert S. A simple route to synthesize new binary cobalt iron cyclotetraphosphate, $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ synthesized by aqueous and acetone media. *J. Alloys Compd.* 2009;486(1-2):689-692. มี impact factor 2.135
(Corresponding author: Boonchom)
28. **Boonchom B**, Baitahe R. Synthesis and characterization of nanocrystalline manganese pyrophosphate $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$. *Mater. Lett.* 2009;63(26):2218 มี impact factor 1.940
(Corresponding author: Boonchom)
29. **Boonchom B**, Thongkam M, Vittayakorn N, Kongtaweelert S. Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature. *Mater. Res. Bull.* 2009;44(12):2206-2210.
มี impact factor 1.879 (Corresponding author: Boonchom)
30. Vittayakorn N, Charoonsuk P, Kasiansin P, Wirunchit S, **Boonchom B**. Dielectric properties and phase transitions behaviors in $(1-x)\text{PbZrO}_3-x\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ ceramics. *J. Apply Physics.* 2009;106:064104. มี impact factor 2.072 (Corresponding author: Vittayakorn)
31. **Boonchom B**, Thongkam M. Kinetics and thermodynamics of the formation of $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ *J. Chem. Eng. Data.* 2010;55 (1):211–216. มี impact factor 1.695
(Corresponding author: Boonchom)
32. **Boonchom B**, Vittayakorn N. One-step thermal synthesis of binary manganese iron cyclotetraphosphate $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$. *J. Mater. Sci.* 2010;45 (6): 1459-1463. มี impact factor 1.471
(Corresponding author: Boonchom)
33. **Boonchom B**. Kinetics and thermal transformation of $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ to $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$. *Int. J. Thermophys.* 2010;31(2):416-429. มี impact factor 0.688

(Corresponding author: Boonchom)

34. Chaiyo N, **Boonchom B**, Vittayakorn N. Solid-state reaction synthesis of sodium niobate (NaNbO_3) powder at low temperature. *J. Mater. Sci.* 2010;45(6):1443-1447. มี impact factor 1.471
(Corresponding author: Vittayakorn)
35. **Boonchom B**, Baitahe R, Kongtaweelert S, Vittayakorn N. Kinetics and thermodynamics of zinc phosphate hydrate synthesized by a simple route in aqueous and acetone media. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2010;49(8): 3571-3576. มี impact factor 1.758 (Corresponding author: Boonchom)
36. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Floral-like microarchitectures of cobalt iron cyclotetraphosphate obtained by solid state synthesis. *Powder Technol.* 2010;198(1): 25-28. มี impact factor 1.745
(Corresponding author: Boonchom)
37. **Boonchom B**, Puttawong S. Thermodynamics and kinetics of the dehydration reaction of $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. *Physica B : Condensed Matter.* 2010;45(9): 2350-2355. มี impact factor 1.056
(Corresponding author: Boonchom)
38. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Synthesis and ferromagnetic property of new binary copper iron pyrophosphate CuFeP_2O_7 . *Mater. Lett.* 2010;64(3):275-277. มี impact factor 1.940
(Corresponding author: Boonchom)
39. Charoonsuk P, Wirunchit S, Muanghlua R, Niemcharoen S, **Boonchom B**, Vittayakorn N. The phase evolution with temperature in $0.9\text{PbZrO}_3\text{-}0.06\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ antiferroelectric ceramic. *J. Alloys. Compd.* 2010;506:313-316. มี impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)
40. **Boonchom B**, Baitahe R, Joungmunkong Z, Vittayakorn N. Grass blade-like microparticle $\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ prepared by a simple precipitation at room temperature. *Powder Technol.* 2010;203:310-314. มี impact factor 1.745 (Corresponding author: Boonchom)
41. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Dehydration behavior of synthetic $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$. *J. Chem. Eng. Data.* 2010;55:3307-3311. มี impact factor 1.695
(Corresponding author: Boonchom)
42. Sukkha U, Muanghlua R, Niemcharoen S, **Boonchom B**, Vittayakorn N. Antiferroelectric-ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: crystal studies, microstructure, thermal and electrical properties. *Applied Physics A.* 2010;100:551-559. มี impact factor 1.595 (Corresponding author: Vittayakorn)

43. **Boonchom, B**, Danvirutai, C, Vittayakorn, N. A simple synthesis and characterization of binary $\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its final decomposition product $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$. *Solid State Sciences*, 2010; 13(1):77-81.44. (Corresponding author: Boonchom)
44. Chaiyo, N, Muanghlua, R, Niemcharoen, S, **Boonchom, B**, Vittayakorn, N. Synthesis of potassium niobate (KNbO_3) nano-powder by a modified solid-state reaction. *J. Mater. Sciences*. 2011; 46(6): 1585-1590. JIF impact factor 1.471 (Corresponding author: Vittayakorn)
- 45 Vittayakorn, N., **Boonchom, B**. Effect of BiAlO_3 modification on the stability of antiferroelectric phase in PbZrO_3 ceramics prepared by conventional solid state reaction. *J. Alloys and Compounds*.2011; 509(5): 2445-2449. JIF impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)
46. Chaiyo, N., Muanghlua, R., Niemcharoen, S., **Boonchom, B.**, Vittayakorn, N. Solution combustion synthesis and characterization of lead-free piezoelectric sodium niobate (NaNbO_3) powders. *J. Alloys and Compounds*. 2011; 509(5): 2304-2310. JIF impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)
47. Muanghlua R, Niemcharoen S, Sutapun, M. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Phase transition behaviour and electrical properties of lead-free $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ - LiNbO_3 - LiSbO_3 piezoelectric ceramics. *Current Applied Physics* (doi:10.1016/j.cap.2010.08.015) JIF impact factor 1.586 (Corresponding author: Vittayakorn)
48. **Boonchom, B.**, Vittayakorn, N. Soft synthesis route and characterization of superparamagnetic $\text{Mn}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its decomposed product. *Ind. Eng. Chem. Res.* (DOI:10.1021/ie101424z) JIF impact factor 1.758 (Corresponding author: Boonchom)

National Conferences

1. Banjong **Boonchom**, Sujittra Youngme and Chanaiporn Danvirutai. Synthesis, Vibrational Spectroscopy and Non-Isothermal Kinetic Decomposition of $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. 18 Jan 2008, Oral presented at Postgraduate KKU Conference 2007. Khon Kaen.
2. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujittra Youngme, Non- isothermal dehydration kinetics of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -H4 in air, The PERCH-CIC Congress. Jhom Tien Resort Pattaya, Chonburi 12-15 May 2007.

3. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme, Chanaiporn Danvirutai, Vibrational spectroscopic study of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ by deuterium isotopic dilution technique. Poster presented at the 32nd Congress on Science and Technology of Thailand, C4_0258, 196 Oct. (2006).
4. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme, Chanaiporn Danvirutai, FTIR and FT-Raman Spectroscopic Study of Manganese Phosphate Hydrate by Deuterated Isotope Dilution and some Thermal Properties. Poster presented at the 31st Congress on Science and Technology of Thailand, Oct. (2005).
5. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme and Chanaiporn Danvirutai, FTIR and FT-Raman Spectroscopic Study of Manganese Phosphate Hydrate by Deuterated Isotope Dilution and some Thermal Properties. Poster presented at the 31st Congress on Science and Technology of Thailand, C0248, 187 20-22 Oct 2005.
6. Chanaiporn Danvirutai, Paiboon Danvirutai, and **Banjong Boonchom**, Physico-Chemical Characterization of Sato Loong Pang by Vibrational Spectroscopy (STT-29). 29th Congress on Science and Technology of Thailand. 20-22 Oct 2003.
7. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{FePO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and Deuterated Analogues, (STT-29). 29th Congress on Science and Technology of Thailand 20-22 Oct. 2003.
8. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in $\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and Deuterated analogues, ,p.64, The Second PERCH Annual Science Conference. Jhom Toeing Resort Pattaya, Chonburi. 12-15 May 2003.
9. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in Same M (III) Phosphate Hydrates. (STT-28), p.81. 28th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok. 22-25 Oct. 2002.
10. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in Some Metal (III) Phosphate Hydrates :Part I Manganese Phosphate Monohydrate ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Serrabrancaite): Preparation and

Vibrational . Spectra, p.209 The First PERCH Annual Science Conference.Garden Sea View Report
Pattaya, Chonburi. 12-15 May 2002.

International Conferences

5. Nopsiri Chaiyo, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “A modified solid-state reaction synthesis and characterization of sodium niobate (NaNbO_3) powders ” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
6. Usa Sukkha, Wanwimon Banlue, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “Antiferroelectric-ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: Crystal studies, Raman spectroscopy, Thermal expansion and electrical properties” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
7. Manoon Sutapun, Rangson Muanghlua, Surasak Niemcharoen, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “Phase transition and dielectric properties of lead – free ($\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3 - \text{LiNbO}_3 - \text{LiSbO}_3$ piezoelectric ceramics” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA

ผลงานวิชาการอื่นๆ (เช่น Proceeding ตำรา ฯลฯ)

1. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ วารสารชื่อ The Arabian Journal for Science and Engineering.
2. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Chemistry and Engineering Data “
3. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Thermal Analysis and Calorimetry “
8. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Materials Science and Engineering B “
9. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Material Science”
10. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Solid State Science”
11. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Alloy and compounds”
12. ได้รับเชิญเป็นอาจารย์พี่เลี้ยง ประจำศูนย์ดินทรเดชาฯ เพื่อตรวจข้อสอบเคมีในการสอบแข่งขันเคมีโอลิมปิก ระดับประเทศ ครั้งที่ 5 ณ ม.นเรศวร 6-10 พ.ค. 2552
13. ได้รับเชิญวิทยากรบรรยายพิเศษ ในโครงการ “พัฒนาความรู้การเขียนบทความทางวิชาการ ” ณ สาขาวิชาเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น วันจันทร์ที่ 24 พฤษภาคม 2553
14. บทความวิชาการ บรรจง บุญชม. โซโคเลตตระฟอสเฟตสำหรับการเคลือบเซรามิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วารสารวิชาการ วิทยาศาสตร์ ลาดกระบัง

11. บทความวิชาการ บรรจง บุญชม. การศึกษาจลนพลศาสตร์การสลายตัวของความร้อนแบบนอนไอโซเทอร์มอล วารสารวิชาการวิทยาศาสตร์ มข. 38 (3) 325-337 (2553)

ประสบการณ์ด้านการสอน

สอนวิชา เคมีทั่วไป, เคมีวิเคราะห์ ปฏิบัติการเคมีทั่วไป ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์, เคมีเชิงฟิสิกส์, ปฏิบัติการเคมีเชิงฟิสิกส์, เคมีอินทรีย์, ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ เป็นเวลา 2 ปี คือ ปี 2547-2548 และ 2551-2552

งานวิจัยที่กำลังทำ

Preparation, Characterization, Thermodynamics and Non-isothermal Decomposition Kinetics of Metal Phosphates,

ทุนวิจัยและรางวัลที่เคยได้รับ

1. ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษาและสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย 2552
2. รางวัลวิจัยที่เคยได้รับ (ด้านวิชาการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่เกี่ยวกับงานวิจัย)
รางวัลนักวิทยาศาสตร์รุ่นใหม่ปี 2553 ของมูลนิธิส่งเสริมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีใน พระบรมราชูปถัมภ์
3. โล่ประกาศเกียรติคุณบุคคลที่ได้ทำชื่อเสียงให้แก่สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปี 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้