

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะแมกนีเซียม (II)

โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)

Synthesis and Characterization of Binary Magnesium (II) Cobalt (II)

Hydrogenphosphate Hydrates ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)



T117209



ชไมพร คัมภีรชยา

ภัทรพร สุขสมกิจ

สุธิยา หมุนมิตร

2554
9/15/54
2553

เลขที่ 117209
เลขทะเบียน
วันเดือนปี 19 ก.ค. 2554

b. 123-11149
i.

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF BINARY
MAGNESIUM (II) COBALT (II) HYDROGENPHOSPHATE
HYDRATES ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY-ANALYTICAL INSTRUMENTATION
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

ACADEMIC YEAR 2010

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะแมกนีเซียม (II) โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)
 Synthesis and Characterization of Binary Magnesium (II) Cobalt (II) Hydrogenphosphate Hydrates ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)

ชื่อนักศึกษา นางสาวไมพร คัมภีร์ริชยา
 นางสาวภัทรพร สุขสมกิจ
 นางสาวสุธิชา หมนุนมิตร

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.มนตรี ทองคำ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร.บรรจง บุญชม

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2553

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย	
ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร	
ดร.มนตรี ทองคำ	
ดร.บรรจง บุญชม	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะแมกนีเซียม (II) โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)
ชื่อนักศึกษา	นางสาวชไมพร กัมภีรัชยา นางสาวภัทรพร สุขสมกิจ นางสาวสุธิษา หมุนมิตร
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.มนตรี ทองคำ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.บรรจง บุญชม

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1$) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง และได้ศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) จะกลายเป็นสารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0.0, 1.0, 2.0$) จากนั้นได้ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ และ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$) ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) ตรวจสอบเอกลักษณ์ทางโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ และ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$) ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และได้ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) สุดท้ายสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้ทั้งหมดถูกรายงานในโครงการนี้เป็นครั้งแรก

คำสำคัญ : ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต, การสังเคราะห์, การตรวจสอบเอกลักษณ์

Title	Synthesis and Characterization of Binary Magnesium (II) Cobalt (II) Hydrogenphosphate Hydrates ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)
Students	Chamaiporn Kumpeerichaya Pattaraporn Suksomkij Suthisa Munmit
Degree	Bachelor of Science
Major Program	Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation
Academic Year	2010
Advisor	Dr. Montree Thongkam
Co-Advisor	Dr. Banjong Boonchom

ABSTRACT

This project studies on simple and rapid synthesis and characterization of binary magnesium (II) cobalt (II) hydrogen phosphate hydrate ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$, when $x=0, 0.5, 1$) by precipitation method at room temperature. Thermal behaviors of the studied materials are carried out by Differential Scanning Calorimetry analysis (DSC), which revealed calcined temperature of $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ to transform binary magnesium(II) cobalt(II) pyrophosphate ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$, when $y = 0.0, 1.0, 2.0$). Then identify all chemical metal component analysis of synthetic substances ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ and $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$) are identified by absorption spectroscopy (AAS) technique. Structural synthetic substances ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ and $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$) are characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) techniques. Morphologies of all samples are checked by Scanning electron microscopy (SEM). Finally, physical and chemical properties of all synthetic substances have been reported by the project for the first time.

Keywords : Hydrogen phosphate hydrate, synthesis, characterization.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้เป็นอย่างดีด้วยความกรุณาจากท่านอาจารย์ที่ปรึกษา ดร.มนตรี ทองคำ และ ดร.บรรจง บุญชม ที่ให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทางแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณอย่างสูงสำหรับ ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร และ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย ที่ให้ความกรุณาเป็นคณะกรรมการในการสอบและตรวจทาน แก้ไข ให้โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จไปได้

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่าน ที่ให้ความรู้และคำแนะนำรวมถึงแนวทางแก้ไขปัญหา

ขอขอบพระคุณ คุณสุภัทร บานเย็น นักวิทยาศาสตร์สาขาวิชาเคมีที่ให้ความช่วยเหลือในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ขอขอบพระคุณ คุณสุรินทร์ เหล่าพระจันทร์ นักวิทยาศาสตร์สาขาวิชาเคมีที่ให้ความช่วยเหลือในการตรวจหาองค์ประกอบทางเคมีของสารด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่าน ที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และสารเคมี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่าน ที่อำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์สาร

ขอขอบพระคุณ พี่นักศึกษาปริญญาโท-เอก วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี ทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษา ข้อเสนอแนะและชี้แนะแนวทางในการแก้ไขปัญหา

ขอขอบพระคุณ ครอบครัวอันเป็นที่รักที่ให้อกำลังใจเสมอมา

ขอขอบพระคุณเพื่อนๆ พี่ๆ ที่คอยช่วยเหลือและให้อกำลังใจเสมอมา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VIII
สารบัญรูป	X
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 โลหะฟอสเฟต	6
2.2 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์	13
2.2.1 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน	13
2.2.2 เทคนิคการเตรียมแบบโซล-เจล	14
2.2.3 เทคนิคการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)	14
2.2.4 เทคนิคการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (Media synthetic method)	15
2.2.5 เทคนิคการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method)	15
2.2.6 เทคนิคการเตรียมโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล (Solvothermal method)	15
2.2.7 เทคนิคการเตรียมโดยไมโครเวฟ (microwave method)	15
2.3 เทคนิคสำหรับตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์	16
2.3.1 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การสั่นภายใน โมเลกุล	16
2.3.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางความร้อน (Thermal behavior)	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา IV ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.3 เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)	25
2.3.3.1 หลักการ	25
2.3.3.2 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของ เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	26
2.3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยา	29
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	31
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	35
3.1 บทนำ	35
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	35
3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	36
3.4 วิธีการสังเคราะห์	37
3.4.1 การเตรียมสารเคมี	37
3.4.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$)	37
3.4.3 การสังเคราะห์โคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($CoHPO_4 \cdot H_2O$)	39
3.4.4 การสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียมโคบอลต์ ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$)	41
3.4.5 การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($Mg_2P_2O_7$)	43
3.4.6 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($Co_2P_2O_7$)	43
3.4.7 การสังเคราะห์สารทวิโลหะโคบอลต์แมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($MgCoP_2O_7$)	44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **V** และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่ศึกษา	44
3.5.1 การวิเคราะห์รูปแบบการสั่นขององค์ประกอบย่อยภายในโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)	44
3.5.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วย Differential Scanning Calorimetry (DSC)	45
3.5.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)	45
3.5.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Mg และ Co ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)	45
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	48
4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)	48
4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)	52
4.3 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)	54
4.3.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร	54
4.3.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร	63
4.3.3 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสาร	75
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	85
5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)	85
5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)	85
5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของโลหะ	86
5.2.2 สรุปผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน	86
5.2.3 สรุปผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน	86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา VI นี้ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
5.2.4 สรุปผลการตรวจสอบรูปร่างสัณฐานวิทยา	87
5.3 ข้อเสนอแนะ	87
เอกสารอ้างอิง	89
ภาคผนวก ก	92



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **VII** ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกและแลคทิซพารามิเตอร์ ของ $MnHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mn_2P_2O_7$ ที่คำนวณได้จากข้อมูล XRD	8
ตารางที่ 2.2 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกและแลคทิซพารามิเตอร์ ของ $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และ $MnNiP_2O_7$ ที่คำนวณได้จากข้อมูล XRD	10
ตารางที่ 2.3 แสดงแถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในผลึกในช่วงเลขคลื่นต่างๆ	18
ตารางที่ 2.4 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต	19
ตารางที่ 2.5 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต	20
ตารางที่ 2.6 แสดงค่าความถี่ของการสั่นของ PO_4	21
ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่า n ของสารไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตทั้ง 10 ตัวที่สังเคราะห์ได้	49
ตารางที่ 4.2 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$	49
ตารางที่ 4.3 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$	50
ตารางที่ 4.4 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$	50
ตารางที่ 4.5 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสารแมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($Mg_2P_2O_7$)	51
ตารางที่ 4.6 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสารโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($Co_2P_2O_7$)	51
ตารางที่ 4.7 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎีรวมทั้งร้อยละ ผลผลิตของสารแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไพโรฟอสเฟต ($MgCoP_2O_7$)	52
ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ ของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)	52
ตารางที่ 4.9 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ ของสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$)	53
ตารางที่ 4.10 สูตรทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและ สารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต	53
ตารางที่ 4.11 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา VIII ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ 4.12 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	57
ตารางที่ 4.13 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	60
ตารางที่ 4.14 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	71
ตารางที่ 4.15 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	72
ตารางที่ 4.16 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	73
ตารางที่ 4.17 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	73
ตารางที่ 4.18 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	74
ตารางที่ 4.19 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร MgCoP_2O_7 โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน	74

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดง XRD patterns ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$	7
รูปที่ 2.2 เทอร์โมแกรม TG/DTG/DTA ของสาร $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ของสภาวะบรรยากาศ	9
รูปที่ 2.3 แสดง XRD patterns ของ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MnNiP_2O_7	10
รูปที่ 2.4 สเปกตรา FTIR ของสาร $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MnNiP_2O_7	11
รูปที่ 2.5 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MnNiP_2O_7	12
รูปที่ 2.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR)	16
รูปที่ 2.7 แสดง Vibration modes ของโมเลกุลน้ำ	18
รูปที่ 2.8 แสดง Vibrational modes ของโมเลกุล Tetrahedral XY_4	19
รูปที่ 2.9 สเปกตรา IR ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Co}_{0.61}\text{Ni}_{0.39}\text{HPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{NiHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ บันทึกในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$	22
รูปที่ 2.10 สเปกตรา IR ของ CoFeP_2O_7 และ CuFeP_2O_7 บันทึกในช่วง $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$	23
รูปที่ 2.11 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)	24
รูปที่ 2.12 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer)	25
รูปที่ 2.13 ลักษณะองค์ประกอบของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	27
รูปที่ 2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)	29
รูปที่ 2.15 แสดงหลักการการทำงานของเครื่อง (Scanning Electron Microscopy, SEM)	30
รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร	46
รูปที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร	47

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4647 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	55
รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	56
รูปที่ 4.3 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	56
รูปที่ 4.4 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	58
รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	58
รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	59
รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH	59
รูปที่ 4.8 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4671 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH	61
รูปที่ 4.9 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	61
รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2.9104 \text{ g Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	62

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.11 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [b] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [c] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [d] g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [e] g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [f] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [g] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NH_4OH , [h] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + g CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NH_4OH , [i] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + g CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH, [j] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + g Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH	62
รูปที่ 4.12 สเปกตรัม FTIR ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4647 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	64
รูปที่ 4.13 สเปกตรัม FTIR ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	64
รูปที่ 4.14 สเปกตรัม FTIR ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	65
รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FTIR ของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Co_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	65
รูปที่ 4.16 สเปกตรัม FTIR ของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Co_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	66
รูปที่ 4.17 สเปกตรัม FTIR ของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Co_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	66

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.18 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	67
รูปที่ 4.19 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4671 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	67
รูปที่ 4.20 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH	68
รูปที่ 4.21 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH	68
รูปที่ 4.22 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [b] g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [c] g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH7, [d] g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NH_4OH pH6, [e] g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [f] g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [g] g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [h] g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [i] g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [j] g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NH_4OH pH6	69

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.23 สเปกตร้า FTIR ของสาร $MgCoP_2O_7$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [b] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [c] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH7, [d] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NH_4OH pH6, [e] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH 6, [f] g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [g] g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [h] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + g Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [i] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + g CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NaOH pH6, [j] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + g CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0 M H_3PO_4$ 1.0 M NH_4OH pH6	70
รูปที่ 4.24 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4647 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	75
รูปที่ 4.25 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	76
รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Mg_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	77
รูปที่ 4.27 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Co_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	78
รูปที่ 4.28 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $Co_2P_2O_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH	79

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.29 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH	80
รูปที่ 4.30 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	81
รูปที่ 4.31 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4671 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	82
รูปที่ 4.32 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH	83
รูปที่ 4.33 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH	84

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในปัจจุบันนี้โลหะฟอสเฟตได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในอุตสาหกรรมเคมีที่หลากหลาย อาทิเช่น อุตสาหกรรมเซรามิกส์ ที่ผลิตขึ้นเพื่อทดแทนการนำเข้าสียเคลือบและมีการพัฒนาเทคโนโลยีอย่างต่อเนื่อง ซึ่งวัตถุดิบที่ต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ได้แก่ สียเคลือบและเคมีภัณฑ์ วัตถุดิบเหล่านี้ส่งผลกระทบต่อประเทศไทยเป็นอย่างมากเนื่องจากสียที่ต้องนำเข้ามีราคาค่อนข้างสูง จึงได้มีการศึกษาสารในกลุ่มโลหะฟอสเฟต เพื่อใช้ทดแทนสียเคลือบที่ต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ด้วยเหตุผลที่ว่าโลหะฟอสเฟตสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ เตรียมขึ้นได้ง่าย ไม่เป็นอันตราย และไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม อีกทั้งโลหะฟอสเฟตยังสามารถนำไปใช้ในงานอีกหลายๆด้าน ได้แก่ ใช้เป็นวัสดุทนไฟ, ช่วยในการขึ้นรูปปูนซีเมนต์, สารชักล้าง, สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อน, ปุ๋ยที่มีทั้งธาตุอาหารหลักและธาตุอาหารรองแก่พืช คือให้ทั้งธาตุฟอสฟอรัสและธาตุโลหะ, ใช้เป็นเซลล์ไฟฟ้าเคมี ที่สำคัญสารบางชนิดยังมีสมบัติทางแม่เหล็กที่สามารถนำไปใช้งานอย่างอื่นนอกเหนือจากที่กล่าวมาข้างต้น[1] ซึ่งจะสามารถพบได้ในงานเขียนต่างๆที่เกี่ยวข้อง นอกจากนี้ยังใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออนของโลหะในสารอินทรีย์, สารอินทรีย์ รวมทั้งฟอสเฟตของโลหะทรานซิชันได้อีก ที่สำคัญยังพบว่าโลหะฟอสเฟตสามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้อีกด้วย ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กันในอุตสาหกรรมเคมีนั้น ส่วนใหญ่แล้วเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นแบบกรดการค่า จึงไม่สามารถควบคุมผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้ โดยโลหะฟอสเฟตที่ถูกเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมนั้นมีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดไม่สูงมากนักส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสูง โลหะฟอสเฟตเป็นวัสดุที่เป็นของแข็ง ไม่ละลายน้ำ ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบออสซิลานต่างๆ, ผลึก และมีความเป็นผลึกปานกลาง คุณสมบัติของประจุบนพื้นผิวขึ้นอยู่กับค่า pH

โดยทั่วไปในการสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตต้องมีการปรับค่า pH ของสารละลายที่ถูกเตรียมจากการนำสารตั้งต้นมาผสมกับกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) ในอัตราส่วนที่เหมาะสม ให้สารละลายอยู่ในสถานะที่มีความเป็นกรด, กลางหรือเบส ซึ่งสารเคมีที่นำมาใช้ในการปรับค่า pH ของสารละลาย ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH₄OH), โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เป็นต้น แต่ที่นิยมเอามาใช้ คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH₄OH) เพราะสามารถเตรียมและหาได้ง่าย สะดวก ลดเวลาในการทำทดลองอีกด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายที่จะสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียม(II)โคบอลต์(II)ไฮโดรเจนฟอสเฟต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) ด้วยวิธีที่สะดวกและรวดเร็วที่สุด โดยการผสมระหว่าง Magnesium hydrogen phosphate hydrate ($MgHPO_4 \cdot nH_2O$) และ Cobalt hydrogen phosphate hydrate ($CoHPO_4 \cdot nH_2O$) จะได้เป็น Binary Magnesium(II) Cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) ซึ่ง Magnesium hydrogen phosphate hydrate ($MgHPO_4 \cdot nH_2O$) และ Cobalt hydrogen phosphate hydrate ($CoHPO_4 \cdot nH_2O$) เตรียมได้จากการนำสารตั้งต้นมาผสมกับกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) โดยสารตั้งต้นที่ใช้อาจอยู่ในรูปของสารประกอบคาร์บอนेट, สารประกอบไนเตรด, สารประกอบซัลเฟตหรือสารประกอบคลอไรด์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ในการปรับค่า pH ของสารละลายที่ได้ให้อยู่ในสถานะที่เหมาะสม หลังจากปรับค่า pH แล้วสารละลายจะเกิดการตกตะกอนให้นำตะกอนไปกรองและอบให้แห้ง จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิในช่วงที่เกิดการสลายตัว ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$) จากนั้นจะทำการตรวจสอบสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคต่างๆดังนี้ เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS), เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การสั่นภายในโมเลกุลด้วยเครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier transform infrared, FTIR), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) และเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC)

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

จุดประสงค์ของโครงการพิเศษนี้ได้มุ่งศึกษาการเตรียมสารใหม่ในกลุ่มโลหะฟอสเฟตสองชนิด คือไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) และศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากการสลายตัวจนได้สารกลุ่มใหม่อีกชนิดหนึ่ง คือสารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$) ดังนั้นในการศึกษานี้จึงแบ่งวัตถุประสงค์ออกเป็น 4 ข้อ คือ

1.) ศึกษาการสังเคราะห์สารโลหะสองชนิด คือ ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) ด้วยการตกตะกอนร่วมที่มีความสะดวกรวดเร็วประหยัดเวลา จากนั้นนำสารในกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตไปเผาที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะได้สารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$)

2.) ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคอะตอมมิก-แอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.) ศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของสารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) เมื่อเผาแล้วกลายเป็นสารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$) โดยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC)

4.) ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier transform infrared, FTIR) และศึกษาระบบผลึกของของแข็งด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.) สังเคราะห์สารโลหะสองชนิด คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$) และสารกลุ่มไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$) อันเกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของสารตั้งต้นไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต โดยใช้เทคนิคการตกตะกอนอย่างง่ายและรวดเร็ว โดยศึกษาสภาวะที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยชนิดของสารตั้งต้น ได้แก่ $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และ $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ ที่สภาวะพีเอช (pH) ประมาณ 6-7 และชนิดของสารปรับพีเอช (pH) คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)

2.) ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจาก $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อเผาแล้วจะได้เป็นสารไพโรฟอสเฟต $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC)

3.) ศึกษาสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งสมบัติทางด้านเคมีและสมบัติทางด้านกายภาพ ซึ่งสมบัติทางเคมีจะศึกษาลักษณะโครงสร้างรูปแบบของการสั่นของสาร โดยใช้เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier transform infrared, FTIR) รวมถึงหาค่าประกอบของธาตุด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) และสมบัติทางกายภาพจะศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC)

1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

- 1.) ค้นคว้าหาข้อมูลที่เกี่ยวข้อง ศึกษาทำความเข้าใจเกี่ยวกับเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองทั้งหมด
- 2.) ออกแบบการทดลองและสั่งซื้ออุปกรณ์การทดลองและสารเคมี หาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์(II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$)
- 3.) ลงมือเตรียมสารตั้งต้นโดยศึกษาตัวแปรของสารดังต่อไปนี้ สารตั้งต้น, ตัวปรับพีเอช และ พีเอชของการทดลอง
- 4.) ตรวจสอบเอกลักษณ์ทางด้านเคมีและทางด้านกายภาพของสารที่เตรียมขึ้นได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ คือ เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS), เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC)
- 5.) รวบรวมข้อมูล เขียนข้อมูล ทำรูปเล่มฉบับสมบูรณ์

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

จากโครงการพิเศษนี้เมื่อเสร็จสมบูรณ์แล้ว คาดว่าจะได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

- 1.) ได้ความรู้ ความเข้าใจสำหรับการเตรียมสารที่ง่าย สะดวก และรวดเร็ว พร้อมกันนั้นยังได้สารใหม่และเก่าเกิดขึ้นทั้งหมด 6 ตัว คือ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5, 1.0$ และ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0, 2.0$ และยังทราบสภาวะต่างๆที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น ชนิดของสารตั้งต้น, ค่าพีเอช, ชนิดของตัวปรับพีเอช สำหรับสาร $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ และอุณหภูมิหรือเวลาที่ใช้ในการเผา $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เพื่อให้ได้สาร $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$
- 2.) ได้สัดส่วนขององค์ประกอบทางเคมีของสารทั้ง 6 ตัว คือ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$ เมื่อ $x = 0.0, 0.5, 1.0$ และ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0.0, 1.0, 2.0$
- 3.) ได้รูปแบบการสั่นของสารที่ประกอบด้วย HPO_4^- กับ H_2O และ $P_2O_7^{4-}$ และสามารถจำแนกระบบโครงสร้างของผลึก รวมถึงทราบลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากข้อมูลต่างๆที่ได้รับจากงานวิจัยนี้ ในอนาคตน่าจะมีโอกาสถูกนำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการเลือกใช้สารที่ศึกษานี้ เพื่อใช้ประโยชน์ทั้งระดับภาคการศึกษาและระดับอุตสาหกรรมต่อไป



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้กล่าวถึงข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับโลหะฟอสเฟต, เทคนิคต่างๆที่ใช้ในการสังเคราะห์สาร, เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารในกลุ่มโลหะฟอสเฟต และ งานวิจัยต่างๆที่เกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

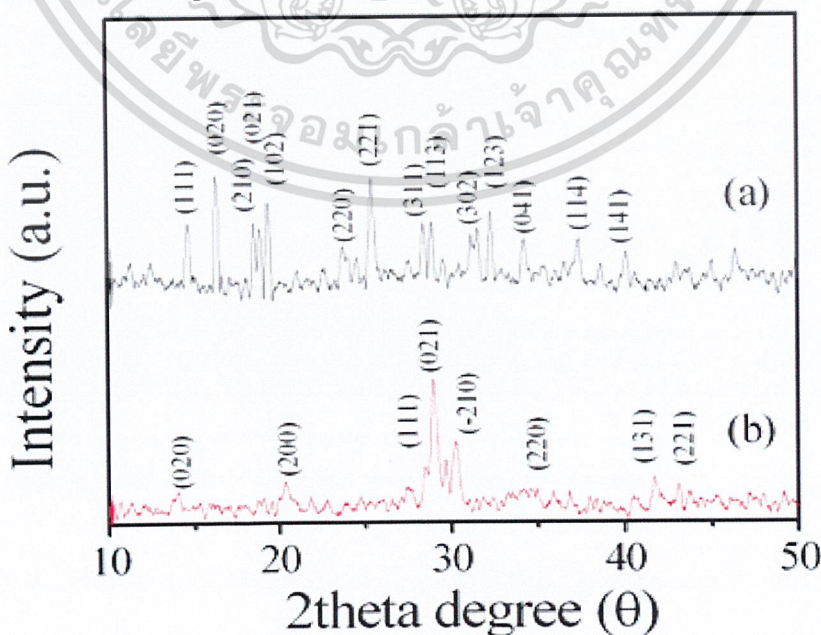
2.1 โลหะฟอสเฟต

สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟต เป็นสารที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างหลากหลาย เช่น เป็นสีเคลือบเซรามิกส์, ตัวเร่งปฏิกิริยา, สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อน และเป็นปุ๋ยที่มีความสามารถในการปลดปล่อยธาตุอาหารอย่างช้าๆ จึงนับได้ว่าเป็นสารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม [2,3] ซึ่งสารโลหะฟอสเฟตมีแหล่งที่มาสำคัญ 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ จะเรียกว่า แร่ฟอสเฟต และเกิดขึ้นจากฝีมือมนุษย์ด้วยการสังเคราะห์ขึ้น โดยหน่วยย่อยของฟอสเฟตที่มักพบ คือ Orthophosphate (PO_4^{3-}), Hydrogenphosphate (HPO_4^{2-}), Dihydrogenphosphate (H_2PO_4^-), Pyrophosphate ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) และ Cyclotetraphosphate ($\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) เป็นต้น สำหรับสารแร่ฟอสเฟตที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติจะเกิดผ่านกลไกที่เรียกว่า กระบวนการเฟอร์โรไลซิส (Ferrolisis process) โดยเกิดผ่านปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ด้วยสภาวะความเป็นกรด เบส ระยะเวลา และอุณหภูมิที่เหมาะสม ส่วนใหญ่เกิดตะกอนโลหะฟอสเฟตที่มีความสามารถละลายน้ำได้น้อยมาก เช่น $\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ และ/หรือ $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ โดยจะเกิดจากการตกตะกอนระหว่างปุ๋ยฟอสเฟตที่มาจากแร่ปุ๋ยของเกษตรกร และแร่ธาตุโลหะที่เป็นองค์ประกอบภายในดินเองที่สภาวะที่เป็นกรดหรือเบสที่เหมาะสม เมื่อเกิดตะกอนแล้วทำให้ดินแข็ง เกิดภาวะเสื่อมโทรม ส่งผลให้พืชไม่สามารถดูดซับธาตุอาหารดังกล่าวไปใช้ประโยชน์ได้

สำหรับสารโลหะฟอสเฟตที่เกิดจากการสังเคราะห์ขึ้นจากฝีมือมนุษย์นั้น ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตในรูปแบบที่ต้องการได้ ซึ่งมีผู้ที่สนใจสังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตรูปแบบต่างๆ มากมาย เช่น ในปีคริสต์ศักราช 1995 A. Bensalem และ G. Iyer [4] ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสารแมกนีเซียม(II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78\text{H}_2\text{O}$) โดยทำการเตรียมตัวอย่าง ด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่าง แมกนีเซียมคลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่อุณหภูมิห้องโดยผสมสารทั้ง 2 ตัว ในอัตราส่วนที่ต้องการในน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการปั่นกวนอย่างรวดเร็ว และปรับค่า pH = 6.0 โดยการเติมแอมโมเนียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไป ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้น แล้วนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน และนำไปอบที่อุณหภูมิ $100\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชม. จะได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด ซึ่งเป็นสารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และ เครื่อง FTIR ก็จะสามารถตรวจสอบลักษณะของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้ ซึ่งตะกอนที่ได้มีลักษณะคล้ายวุ้น และเมื่อตรวจสอบแล้วพบว่า สารมีระบบผลึกเป็นแบบ orthorhombic (ออร์โธโรมบิก) มีแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 9.295\text{ \AA}$, $b = 8.038\text{ \AA}$, $c = 10.482\text{ \AA}$ ต่อมาในปีคริสต์ศักราช 2008 Mhamed Sadiq และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาธรรมชาติการตกตะกอนของสารช่วยในการตกตะกอนซึ่งมีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์แมกนีเซียมฟอสเฟต ทำได้โดยการเตรียมสารละลายแมกนีเซียมไนเตรด เฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 0.1 โมล และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เข้มข้น 0.15 โมล ผสมกันแล้วเติมน้ำกลั่น 100 cm^3 นำสารละลายที่ได้ไปปั่นกววน และปรับค่า pH ให้ได้เท่ากับ 9 ด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ก็จะได้ตะกอนออกมา แล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชม. หลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 353 K ก็จะได้ Magnesium orthophosphate (MgP) หรือ Magnesium pyrophosphate (MgPP) ตามลำดับ และในปีเดียวกัน บรรจง บุญชม และคณะ [6] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์และศึกษาการสลายตัวของความร้อนของ Manganese hydrogen phosphate monohydrate ($\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) โดยการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว ซึ่งใช้ $\text{Mn}(\text{c})$ 0.5 กรัม ละลายในกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เข้มข้น 1 M จำนวน 5 mL แล้วนำไปปั่นกววนจนได้ตะกอน ทำการกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ทิ้งให้แห้งในอากาศ ก็จะได้เป็น $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ แล้วนำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 773 K จะได้เป็น Manganese pyrophosphate ($\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย เครื่อง XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.1



เอกสารรูปที่ 2.1 แสดง XRD patterns ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) [6]

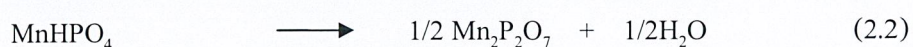
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จาก XRD patterns ที่ได้ XRD patterns ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จะคล้ายกับของ $\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ทุก peaks ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จะมีโครงสร้างใกล้เคียงกับไฟล์มาตรฐาน PDF # 250541 ($\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) และ PDF # 771243 ($\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$) ตามลำดับ จากการตรวจสอบพบว่า โครงสร้างผลึกของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็นระบบผลึกแบบ orthorhombic มี space group คือ Pbcu ($Z = 8$) และโครงสร้างผลึกของ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นระบบผลึกแบบ monoclinic มี space group คือ C2/m ($Z = 4$) สำหรับขนาดผลึกเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ คำนวณจาก X-ray spectra และแสดงผลไว้ในตารางที่ 2.1 ซึ่งขนาดผลึกของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จะใหญ่กว่าของ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นผลมาจากกระบวนการ dehydration ซึ่งผลจากการตรวจ XRD ก็จะทำให้ทราบถึงความแตกต่างของขนาดผลึก

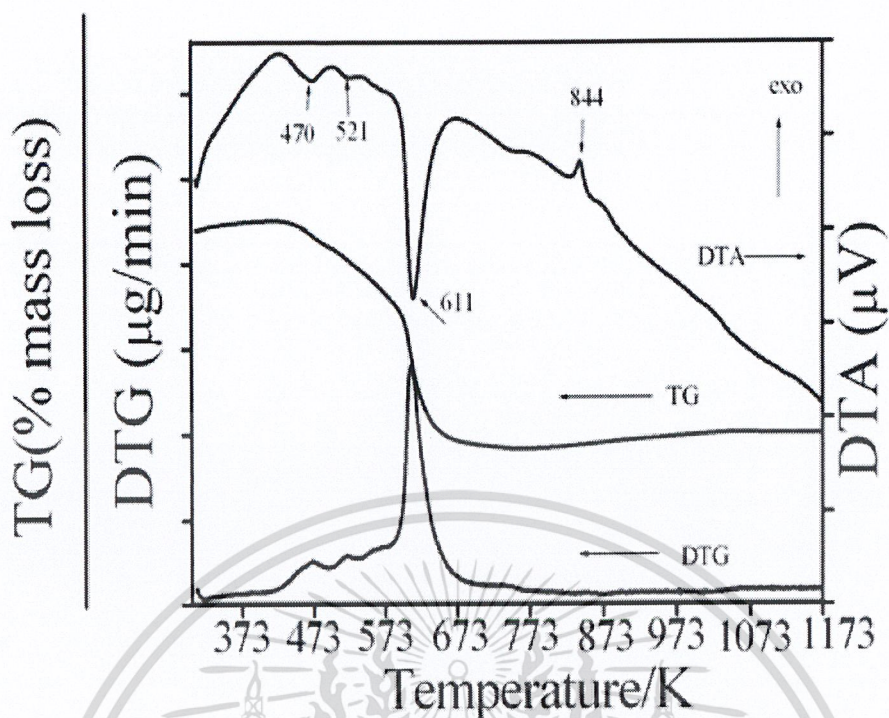
ตารางที่ 2.1 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกและแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่คำนวณได้จากข้อมูล XRD

สาร	อ้างอิง	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β (Å)	ขนาดผลึก เฉลี่ย (nm)
$\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	PDF # 250541	10.44	10.87	10.22	-	-
	This work	10.45 (1)	10.75 (0)	10.18 (0)	-	39 ± 9
DIF. This work – PDF		+ 0.01	- 0.12	- 0.04	-	
$\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$	PDF # 771243	6.633	8.583	4.646	102.67	-
	This work	6.546 (0)	8.438 (0)	4.616 (0)	102.88 (1)	27 ± 12
DIF. This work – PDF		- 0.087	- 0.145	- 0.030	+ 0.21	

และการสลายตัวทางความร้อนของสาร $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ได้แสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งเป็นเทอร์โมแกรม TG/DTG/DTA ของสาร $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 4 ชั้น (10 K min^{-1}) ในสภาวะบรรยากาศ ได้สรุปกลไกการสลายตัวทางความร้อนของสาร $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็น 2 กลไกย่อย สอดคล้องกันกับจำนวนพีคของ DTG และ DTA ในขณะมวลที่หายไปสอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำที่หลุดออกใน แต่ละกลไก ปฏิกิริยาได้แสดงดังข้างล่าง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

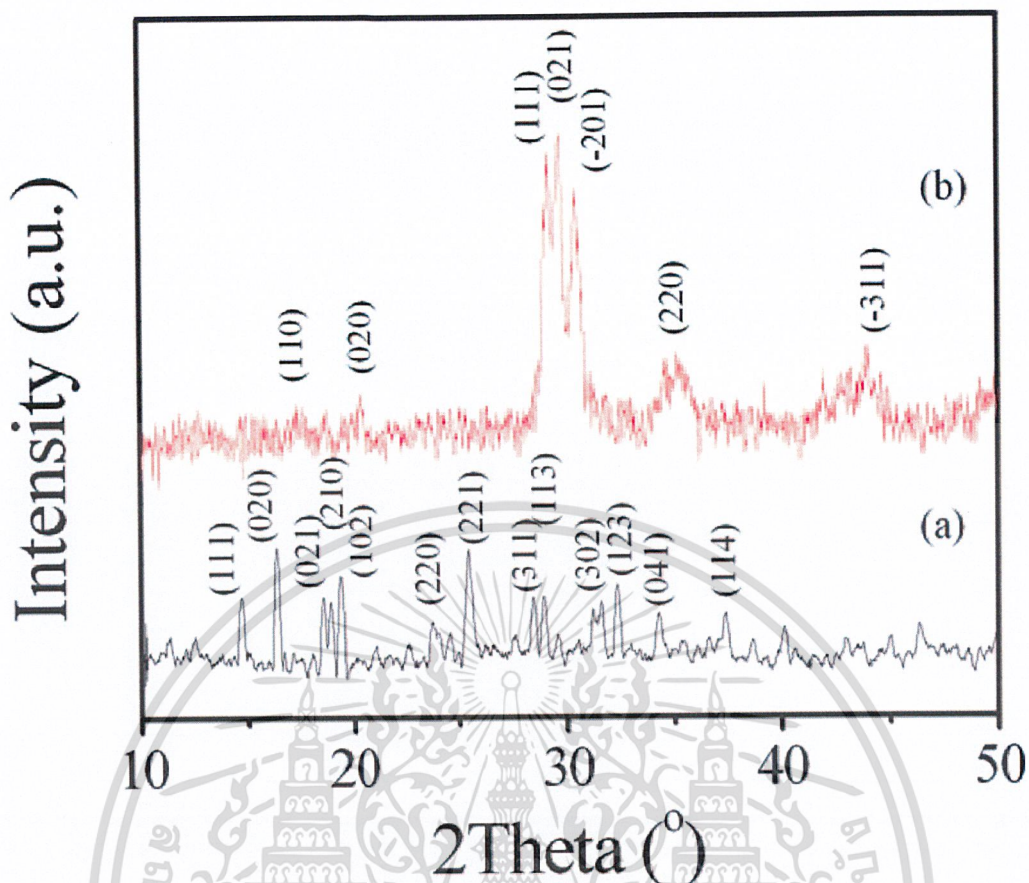


รูปที่ 2.2 เทอร์โมแกรม TG/DTG/DTA ของสาร $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ในอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ของสถานะบรรยากาศ (บรรจง บุญชม และคณะ, 2008) [6]

และในปีเดียวกัน บรรจง บุญชม และ คณะเดิม [7] ได้ทำการสังเคราะห์สารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต โมโนไฮเดรต ตัวใหม่ขึ้นมา คือ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้ Manganese metal (Mn(c)) และ Nickel carbonate (NiCO_3) ซึ่งใช้อัตราส่วนของ Mn:Ni เป็น 1:1 ละลายใน 70% กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) แล้วปั่นกวนอย่างต่อเนื่องในอุณหภูมิห้อง ประมาณ 5 - 15 นาที ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้น หลังจากนั้นเติม 10 mL ของอะซิโตน จนสารเกือบแห้ง และนำไปกรอง ล้างด้วยอะซิโตนจนไม่มีไอออนของฟอสเฟต และทิ้งไว้ให้แห้ง ก็จะได้ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ออกมา และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 773 K เป็นเวลา 2 ชม. แล้วทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่ได้ ดังนี้

การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างสาร วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสี X-ray ได้รูปแบบการสะท้อนรังสี X-ray แสดงในรูปที่ 2.3 จากการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD เมื่อเทียบกับไฟล์มาตรฐาน (PDF) สรุปได้ว่า สาร $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีระบบผลึกเป็นแบบออร์ทอโรมบิก (orthorhombic) และมี space group คือ Pbca ($Z = 8$) และ MnNiP_2O_7 มีระบบผลึกแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และมี space group คือ C2/m ($Z = 4$) สำหรับขนาดผลึกเฉลี่ย และ แลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ MnNiP_2O_7 คำนวณจาก X-ray spectra และแสดงผลในตารางที่ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดง XRD patterns ของ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน MnNiP_2O_7 (b) [7]

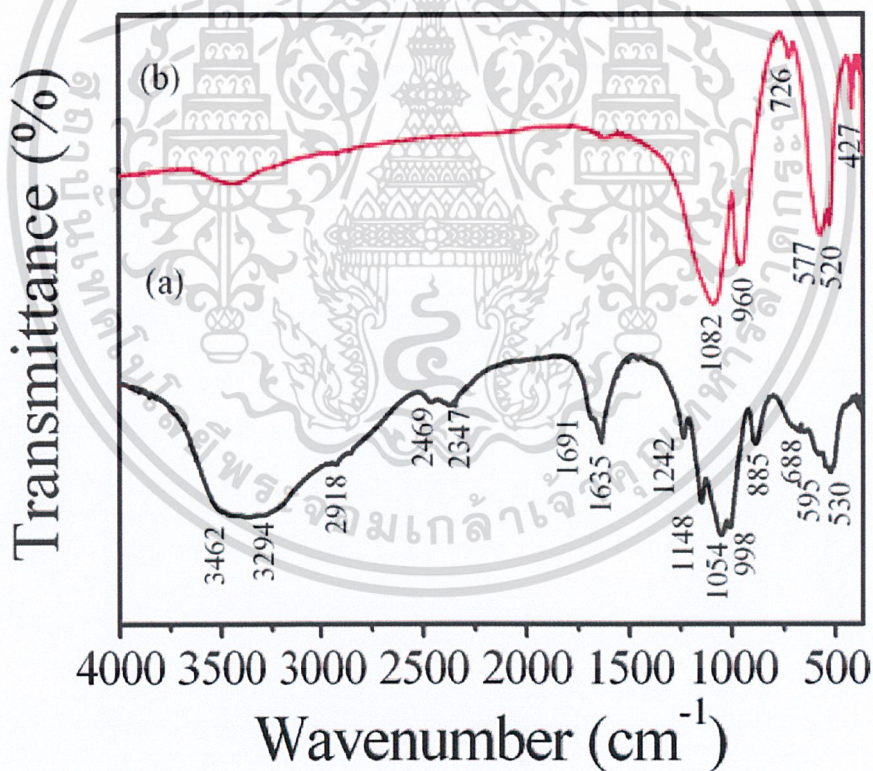
ตารางที่ 2.2 แสดงค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกและเลคทิกพารามิเตอร์ของ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ MnNiP_2O_7 ที่คำนวณได้จากข้อมูล XRD

สาร	อ้างอิง	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β (Å)	ขนาดผลึก เฉลี่ย (nm)
$\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	PDF # 250541	10.44	10.87	10.22	-	-
$\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	This work	10.45 (1)	10.75 (0)	10.18 (0)	-	39 ± 9
$\text{NiHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	PDF # 390706	8.28	15.67	12.88	-	-
$\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$	PDF # 771243	6.633	8.583	4.646	102.67	-
MnNiP_2O_7	This work	6.546 (0)	8.438 (0)	4.616 (0)	102.88 (1)	27 ± 12
$\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$	PDF # 330950	5.214	9.908	4.475	97.97	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

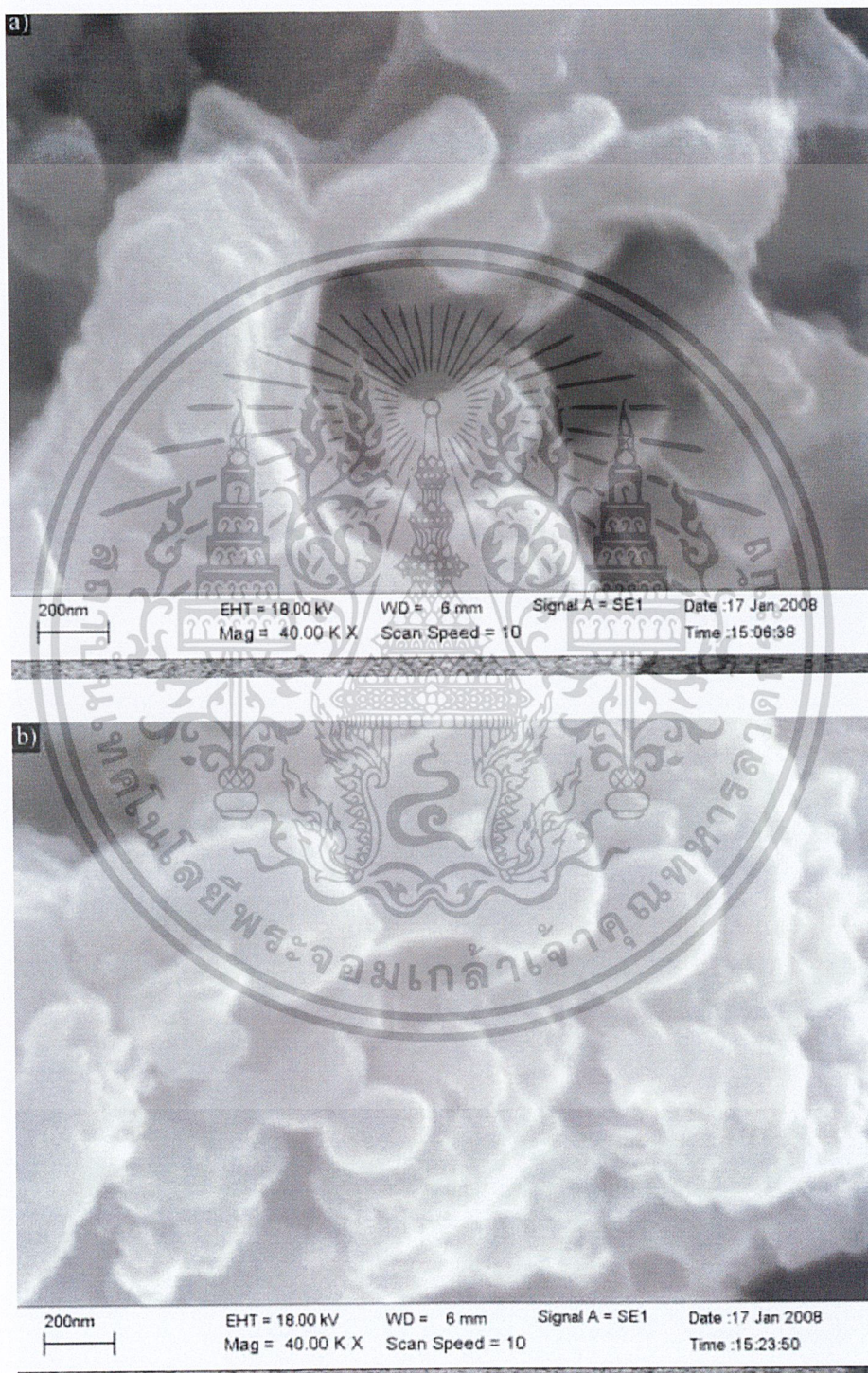
การตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร ผลการบันทึกสเปกตรัม FTIR แสดงในรูปที่ 2.4 สำหรับสาร $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสั่น 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ (H_2O) ซึ่งรูปแบบการสั่นพื้นฐานของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์การสั่นที่ตำแหน่ง $300 - 500, 700 - 900, 1160 - 900, 840 - 930, 1000 - 1200, 2300 - 2400, 2800 - 3120$ และ $3200 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ แจกชนิดแถบการสั่นคือ $\delta(PO_3), \gamma(POH), \delta(POH), \nu(PO_2(OH)), \nu(PO_3), B \text{ band} (V_{OH}, HPO_4^{2-}), A \text{ band} (V_{OH}, HPO_4^{2-})$ และ $V_{OH} (V_1 \text{ และ } V_3, H_2O)$ ตามลำดับ ในขณะที่โมเลกุลน้ำ (H_2O) พบแถบการสั่นในช่วง $1600 - 1900 \text{ cm}^{-1}$ สำหรับรูปแบบการสั่นของสาร $MnNiP_2O_7$ มีหน่วยย่อยโครงสร้างเป็น $[P_2O_7]^{4-}$ แอนไอออน จะประกอบไปด้วยรูปแบบการสั่น P - O stretching ปรากฏในช่วง $1150 - 960 \text{ cm}^{-1}$ การสั่นแบบสมมาตร PO_2 stretching (V_{sym}, PO_2) ปรากฏที่ 960 cm^{-1} ขณะที่การสั่นแบบไม่สมมาตร (V_{asym}, PO_2) ปรากฏที่ 1082 cm^{-1} การสั่นแบบไม่สมมาตร (V_{asym}, POP) และการสั่นแบบสมมาตร (V_{sym}, POP) ของสะพานเกลือจะปรากฏที่ 726 cm^{-1}



รูปที่ 2.4 สเปกตรัม FTIR ของสาร $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $MnNiP_2O_7$ (b) [7]

การตรวจสอบพฤติกรรมทางสัณฐานวิทยาของสาร $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $MnNiP_2O_7$ แสดงดังภาพในรูปที่ 2.5 รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และ MnNiP_2O_7 แสดงให้เห็นถึงความไม่สม่ำเสมอของผลึก ซึ่งมีการรวมตัวของอนุภาคนาขนาดเล็ก และอนุภาคนาขนาดใหญ่ รูปร่างลักษณะของผง $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ MnNiP_2O_7 จะเห็นอนุภาคที่เป็นเนื้อเดียวกันและไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งมีสาเหตุหลักมาจากการละลาย, กระบวนการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว และ ในขั้นตอนการสลายตัว ตามลำดับ



รูปที่ 2.5 ลักษณะ SEM ของสาร $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และต่อมาในปีคริสต์ศักราช 2009 V. N. Viter และ P. G. Nagorny [8] ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสารละลายของแข็ง (Solid Solutions) ระหว่างโคบอลต์ (Cobalt) และ นิกเกิล (Nickel) โดยนำโคบอลต์คาร์บอเนต (CoCO_3) และนิกเกิลคาร์บอเนต (NiCO_3) มาผสมกันให้เกิดปฏิกิริยากับสารละลายกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 35 % โดยอัตราส่วนจำนวนโมลของ $\text{P}/(\text{Co} + \text{Ni})$ เป็น 2.45 (เติมกรดฟอสฟอริกมากเกินไป) ที่อุณหภูมิ 90°C และทิ้งไว้ 1 – 30 วัน ก็จะทำให้เกิดการตกผลึกของไฮโดรเจนฟอสเฟต (hydrogenphosphate) กรองเอาตะกอน ล้างด้วยน้ำและทิ้งไว้ให้แห้ง ก็จะได้ $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x\text{HPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ ส่วนสาร $(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ก็สามารถสังเคราะห์ได้โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายโคบอลต์ซัลเฟต (CoSO_4) และ นิกเกิลซัลเฟต (NiSO_4) (รวมความเข้มข้นในการทำปฏิกิริยา 0.1 M) กับสารละลาย Na_2HPO_4 ในอัตราส่วนโดยมวล $\text{P}/(\text{Co} + \text{Ni})$ ในสารตั้งต้นเป็น 0.67, ที่อุณหภูมิ 90°C และทิ้งไว้ในระยะเวลา 1 – 5 วัน ก็จะได้ตะกอนของสาร $(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องการ นำไปกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น และทิ้งไว้ให้แห้ง

2.2 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์

เทคนิคการเตรียมสาร โลหะฟอสเฟตนั้นมีหลายเทคนิค อาทิเช่น หลักการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal method) หลักการเตรียมแบบสถานะของแข็ง (solid state method) หลักการเตรียมแบบ โซล-เจล (sol-gel method) หลักการเตรียมด้วยตัวกลาง (media method) หลักการเตรียมไมโครเวฟ (microwave) หลักการเตรียมแบบสถานะอุณหภูมิสูง (high thermal method) หลักการเตรียมแบบการตกตะกอน (precipitation method) และหลักการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) เป็นต้น จากหลักการเตรียมที่แตกต่างกันนั้น จะก่อให้เกิดสมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีของสารที่ต้องการตัวหนึ่งๆนั้นมีความแตกต่างกัน และยังพบอีกว่าสถานะตัวแปรการเตรียม เช่น อุณหภูมิ เวลา ความเป็นกรด-เบส และสารตั้งต้นจะแตกต่างกัน ขึ้นกับเทคนิคของการเตรียม

2.2.1 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน[9]

การตกตะกอน (precipitation) เป็นการแยกตะกอนแขวนลอยออกจากของเหลวเพื่อให้ได้ส่วนของชั้นใส (Clear fluid) และชั้นของ slurry ที่มีความเข้มข้นของตะกอนอยู่สูง การเตรียมแบบตกตะกอนถือเป็นกระบวนการเตรียมที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว คือ เตรียมสารตั้งต้นให้เป็นสารละลายความเข้มข้นตามที่ต้องการ จากนั้นหาสารที่ทำให้เกิดตะกอน ซึ่งตัวทำให้เกิดการตกตะกอนมักเป็นสารที่เป็นกรดแก่ หรือ เบสแก่ โดยส่วนใหญ่สารโลหะฟอสเฟตจะตกตะกอนในสภาพความเป็นกรด หรือเบสที่แตกต่างกัน เช่น การเตรียม $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ จากระบบสารตั้งต้น 1.0 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 \text{ M } H_3PO_4$ ที่ pH 6 ด้วย 0.1 M NaOH , การเตรียม $CoHPO_4 \cdot H_2O$ จากระบบสารตั้งต้น $1.0 \text{ M } Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0 \text{ M } H_3PO_4$ ที่ pH 6 ด้วย 0.1 M NH_4OH เป็นต้น

2.2.2 เทคนิคการเตรียมแบบโซล-เจล [10,11]

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ และนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตสารเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) ตัวดูดซับ (Adsorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin films) การฉาบผิววัสดุ (Coatings) เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ (nuclear fuel) แผ่นกรองและเส้นใยเซรามิกส์แก้วชนิดพิเศษ ผงขัด และวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ต่างๆ คำว่า “โซล - เจล” เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล โดยทั่วไปกระบวนการโซล - เจล คือ กระบวนการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน ไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นรู้นี้มีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล” ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซลเจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water condensation และ Alcohol condensation มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH, ตัวเร่งปฏิกิริยา, อัตราส่วนโมลของน้ำกับโลหะ และ อุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติโครงสร้างต่างกัน ข้อดีของเทคนิคโซล-เจล คือ มีการรวมตัวกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคขนาดเล็กละเอียดมาก อยู่ในช่วง 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลึกเพื่อให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.2.3 เทคนิคการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)[12]

หลักการคือ การผสมสารตั้งต้นที่ประกอบไปด้วยสารโลหะ ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารในกลุ่มโลหะออกไซด์ (metal oxide) สารแหล่งของฟอสฟอรัส ได้แก่ H_3PO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , $NH_4H_2PO_4$ และ $(NH_4)_2HPO_4$ และสารสุดท้ายคือ น้ำ โดยผสมตามสัดส่วนโมลของสาร ขึ้นอยู่กับสารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ จากนั้นบรรจุในอุปกรณ์ที่ปิดสนิท นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิสูงค่าที่เหมาะสม พร้อมกำหนดระยะเวลา เช่น การสังเคราะห์ $Mg(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ โดยการเติมน้ำและกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) หลังจากนั้นตามด้วย diethylenetriamine (DETA) และปรับค่า pH เริ่มต้นให้เท่ากับ 7.4 จะได้สารที่เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วทำการตกผลึกใน autoclave ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 24 ชม.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.4 เทคนิคการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (media synthetic method)[13]

การเตรียมแบบนี้ส่วนใหญ่จะใช้สารตั้งต้นผสมกันในตัวกลางที่ไม่ใช่น้ำ แต่อาจจะเป็น แอลกอฮอล์ สารโพลิเมอร์ หรือสารโปรตีน เป็นต้น เมื่อผสมแล้วอาจทำให้เกิดตะกอน โดยใช้สภาวะอุณหภูมิ หรือ สภาพความเป็นกรดหรือเบส ก็จะได้สาร โลหะฟอสเฟตที่ต้องการออกมา

2.2.5 เทคนิคการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method)[13]

คือกระบวนการที่จะนำสารโลหะมากกว่าสองชนิด เข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายใน โครงสร้างสารโลหะฟอสเฟตทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ที่เรียกว่า ทวิโลหะฟอสเฟต (binary metal phosphates) ซึ่งหลักการจะคล้ายกับวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา คือ เตรียมสารละลาย โลหะสองชนิด แล้วนำไปผสมกับแหล่งของฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อที่จะทำให้เกิดตะกอนขึ้น เช่น การสังเคราะห์ $Mn_xMg_{1-x}HPO_4 \cdot 3H_2O$ จากระบบสารตั้งต้น $0.1 \text{ M MnCl}_2 \cdot 4H_2O + 0.1 \text{ M MgCl}_2 \cdot 6H_2O + 0.1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ที่ $\text{pH} = 7$ ด้วย 0.1 M NaOH โดยสัดส่วน x เปลี่ยนแปลงตามสูตร โครงสร้างของสารทวิโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ

2.2.6 เทคนิคการเตรียมโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล (Solvothermal method)[14]

วิธีโซลโวเทอร์มอล คือ การเตรียมสารโลหะฟอสเฟตโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาในผลึกของ สารอินทรีย์ และ ใช้ตัวทำละลายที่เป็นสารอินทรีย์ เป็นตัวทำปฏิกิริยา ภายใต้สภาวะอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำ ใช้ความดันในการสังเคราะห์สูง ซึ่งปฏิกิริยานี้สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ค่าความว่องไวได้เอง และแสดงสมบัติในการจำเพาะเจาะจงมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในอุตสาหกรรม เนื่องจากการใช้ความดันที่สูงในการทดลอง จึงจำเป็นต้องทำการสังเคราะห์ในหม้อความดัน (Autoclave) ทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแรงทนทานและสามารถทนอุณหภูมิได้สูง โดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในของหม้อความดันด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย ซึ่งผลึกที่ได้จะมีความเป็นผลึกสูง มีรูปร่างที่เหมือนกัน และมีการกระจายตัวใกล้เคียงกัน

2.2.7 เทคนิคการเตรียมโดยไมโครเวฟ (microwave method)[15]

กระบวนการเตรียมโดยไมโครเวฟเป็นกระบวนการที่ให้ความร้อนด้วยตัวมันเองที่เกิดขึ้น โดยผ่านการดูดซึมพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้า เนื่องจากสารจะดูดซึมพลังงานไมโครเวฟโดยตรงจึงทำให้ได้รับความร้อนอย่างสม่ำเสมอ, รวดเร็ว, เสร็จภายในระยะเวลาสั้นๆ และใช้อุณหภูมิต่ำกว่าที่จำเป็น กระบวนการนี้ถูกนำไปใช้ในการทำเซรามิกส์เป็นจำนวนมาก วิธีการเผาของเตาอบ

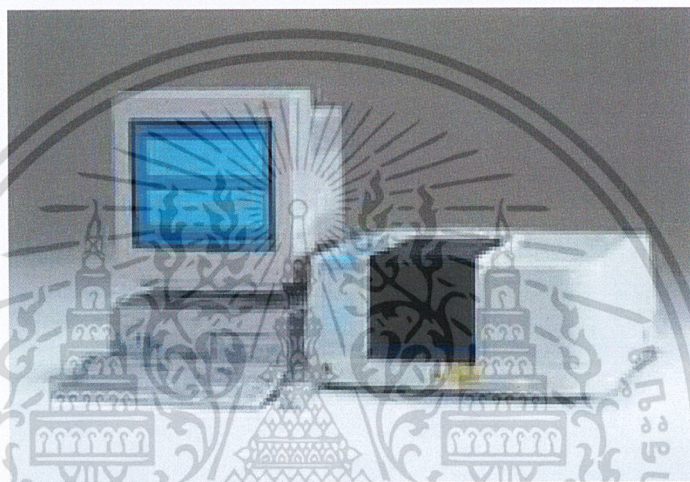
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไมโครเวฟในประเทศมีราคาถูกลงและสะดวก ดังนั้นวิธีการเตรียมโดยใช้ไมโครเวฟจะเป็นวิธีที่ประหยัดมาก

2.3 เทคนิคสำหรับตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

2.3.1 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การสั่นภายในโมเลกุล

สามารถตรวจสอบด้วย เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)



รูปที่ 2.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) [16]

โดยมีหลักการดังนี้

อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Infrared, IR) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาข้อมูลทางโครงสร้างของสารประกอบ ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว หรือ ก๊าซ ข้อมูลที่ได้จะเกิดจากการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของโมเลกุล โมเลกุลจะประกอบด้วยอะตอมที่ยึดเกาะกันด้วยพันธะเคมี ซึ่งโดยปกติแล้วอะตอมจะมีการเคลื่อนไหวหรือสั่น (Vibrate) อยู่ตลอดเวลา การสั่นแบบพื้นฐานของพันธะเคมีมีอยู่ 2 แบบ คือ การยืดหด (Stretching) และการโค้งงอ (Bending) เมื่อสารตัวอย่างดูดกลืนแสงอินฟราเรด ซึ่งพลังงานในช่วงของ IR จะอยู่ระหว่าง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ ทำให้มีผลต่อการสั่นของพันธะเคมีแต่ละชนิดแตกต่างกันไป ซึ่งพลังงานที่มีผลต่อการสั่นของพันธะเคมีแต่ละชนิด ทำให้สามารถจำแนกชนิดของหมู่ฟังก์ชันในองค์ประกอบของสารนั้น ๆ ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเคลื่อนที่ของโมเลกุลมีรูปแบบการสั่นของโมเลกุล ดังนี้

- การยืดหด (Stretching) เป็นการเปลี่ยนแปลงความยาวระหว่างอะตอมที่เกิดพันธะกันอยู่ มีทั้งการยืดหดแบบสมมาตร (Symmetric stretching : V_1) และการยืดหดแบบไม่สมมาตร (Asymmetric stretching : V_3)
- การโค้งงอ (Bending) หรือ การผิดรูป (Deformation) เกิดจากการเปลี่ยนแปลงมุมระหว่างพันธะ 2 อัน ที่เรียกว่า Scissoring (V_2)
- การหมุนที่ถูกขัดขวาง (hindered rotation) หรือ ไลเบรชัน (Libration) เกิดจากการหมุนแบบ กลับไปกลับมา (rotational oscillations) ของโมเลกุลน้ำซึ่งเกิดอันตรกิริยากับอะตอมข้างเคียง แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ขึ้นอยู่กับทิศทางของแกนหมุนหลัก ได้แก่ Rocking (R_x), Wagging (R_y) และ Twisting (R_z)

สำหรับ โครงงานพิเศษนี้ได้ศึกษาสารกลุ่ม โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$ เมื่อ $x = 0, 0.5$ และ 1.0) และ อนุพันธ์ทางความร้อน คือ สารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ เมื่อ $y = 0, 1.0$ และ 2.0) ซึ่งสารทั้งสองชนิด จะมียอดประกอบหน่วยย่อยโครงสร้าง คือ H_2O และ HPO_4^{2-} สำหรับสารกลุ่มไฮเดรต และ $P_2O_7^{4-}$ [17] โดยหน่วยย่อยดังกล่าวจะมีรูปแบบการสั่นพื้นฐานดังต่อไปนี้

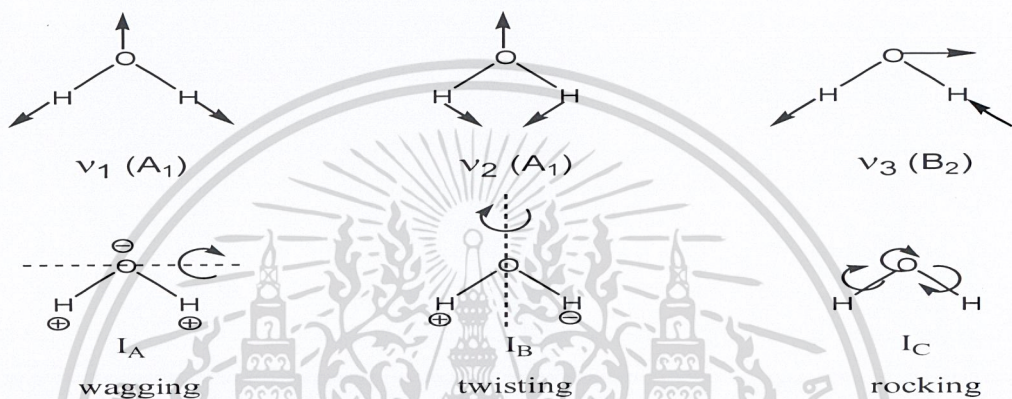
1. รูปแบบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในโครงผลึก (Fundamental vibrational modes of crystal water, H_2O)

ในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โมเลกุลน้ำจะดูดซับรังสีแล้วทำให้เกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งน้ำประกอบไปด้วย 3 อะตอม จึงสามารถแสดงรูปแบบการสั่นพื้นฐานดังนี้ คือ $3N - 6 = (3 \times 3) - 6 = 3$ (เมื่อ N คือจำนวนอะตอมภายในโมเลกุลหรือไอออนของหน่วยย่อยโครงสร้าง) ซึ่งประกอบไปด้วย การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (symmetry stretching, V_1) การสั่นแบบโค้งงอ (bending mode, V_2) และ การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (asymmetry stretching, V_3) นอกจากการสั่นพื้นฐานแล้ว โมเลกุลของน้ำยังแสดงรูปแบบการหมุนพื้นฐานอีก 3 แบบ คือ Rocking(R_x), Wagging (R_y) และ Twisting (R_z) โดยแถบการสั่นและรูปแบบการสั่นแสดงไว้ในตารางที่ 2.3 และรูปที่ 2.7 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.3 แสดงแถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในผลึกในช่วงเลขคลื่นต่างๆ

โหมด	ช่วงของเลขคลื่น (cm^{-1})
การยืดของ O-H (ν)	3600-3000
การงอของ O-H (δ)	1660-1590
การแกว่งของ O-H (ρ)	900-350

(Luck, 1973)



รูปที่ 2.7 แสดง Vibration modes ของโมเลกุลน้ำ [18]

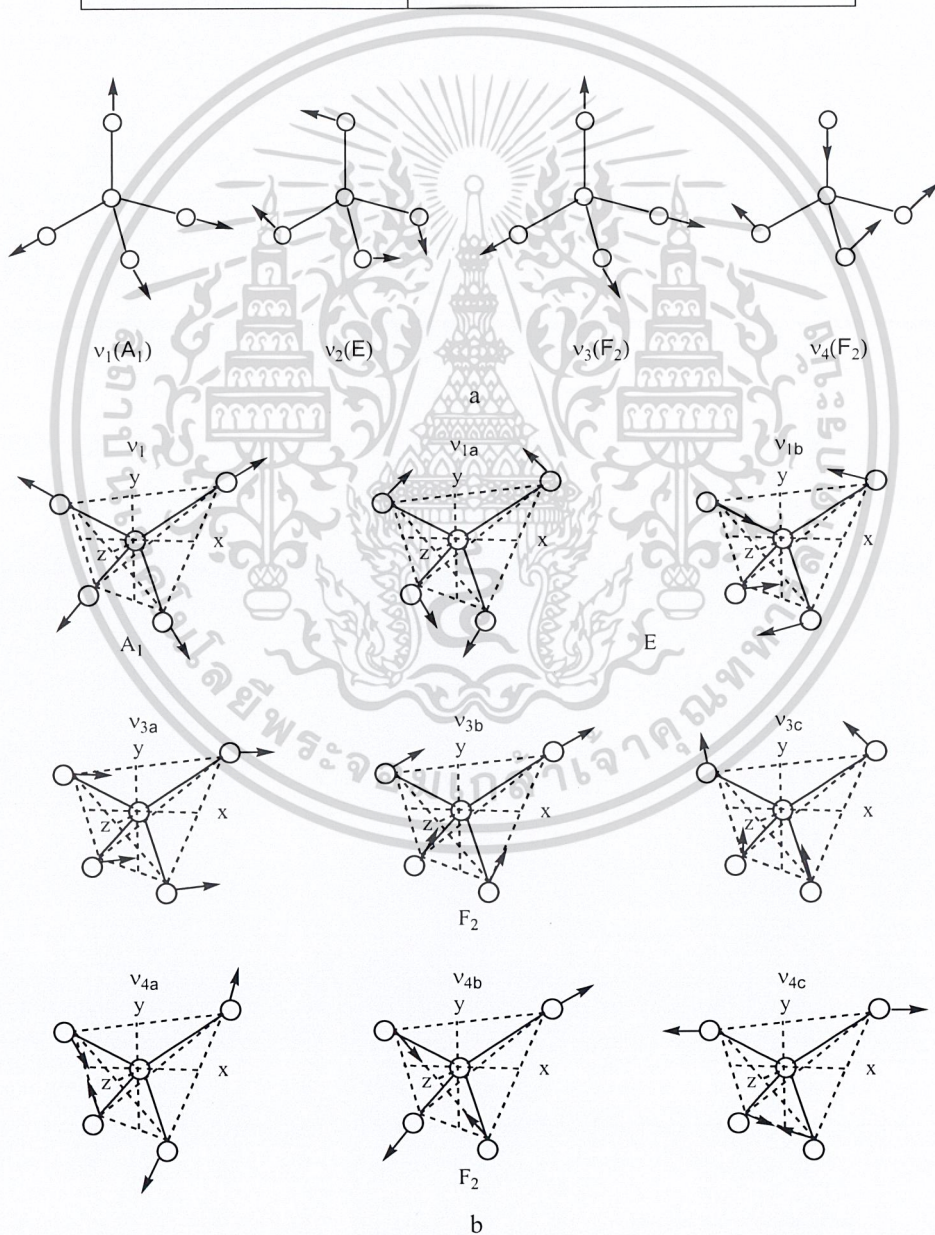
2. รูปแบบการสั่นพื้นฐานของไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไอออน (Fundamental vibrational modes of hydrogen phosphate anion, HPO_4^{2-}) [18]

ในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไอออน (HPO_4^{2-}) จะดูดซับรังสีแล้วทำให้เกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งประกอบไปด้วย 6 อะตอม จึงสามารถแสดงรูปแบบการสั่นพื้นฐานดังนี้ คือ $3N - 6 = (3 \times 6) - 6 = 12$ (เมื่อ N คือจำนวนอะตอมภายในโมเลกุลหรือไอออนของหน่วยย่อยโครงสร้าง) สำหรับโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟต (HPO_4^{2-}) จะมีโหมดการสั่นหลักๆอยู่ 3 โหมดเช่นกัน (Xu et al 1998; Farmer, 1974) ซึ่งจำแนกได้เป็นการยืดของ P-O, การยืดของ P-OH, การงอของ O-P-O และ การแกว่งของ P-O₃ โดยแถบการสั่นและรูปแบบการสั่นได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.4 และ รูปที่ 2.8 อีกทั้งโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟตมีการจัดเรียงลักษณะโมเลกุลเป็นเตตระฮีดรอล (Tetrahedral, XY_4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต

รูปแบบการสั่น	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



รูปที่ 2.8 แสดง Vibrational modes ของโมเลกุล Tetrahedral XY_4 [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. รูปแบบการสั่นพื้นฐานของไพโรฟอสเฟตแอนไอออน (Fundamental vibrational modes of pyrophosphate anion, $P_2O_7^{4-}$)

ในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โมเลกุลไพโรฟอสเฟตแอนไอออน (HPO_4^{2-}) จะดูดซับรังสีแล้วทำให้เกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งประกอบไปด้วย 9 อะตอม จึงสามารถแสดงรูปแบบการสั่นพื้นฐานดังนี้ คือ $3N - 6 = (3 \times 9) - 6 = 21$ (เมื่อ N คือจำนวนอะตอมภายในโมเลกุลหรือไอออนของหน่วยย่อยโครงสร้าง) ซึ่งจะเกิดการซ้อนทับกัน ทำให้สังเกตแถบการสั่นหลักๆ ได้ 6 รูปแบบ ดังแสดงในตารางที่ 2.5 และรูปแบบการสั่นโดยแถบการสั่นโดยทั่วไปแสดงไว้ในตารางที่ 2.6

ตารางที่ 2.5 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต

รูปแบบการสั่น	แถบการสั่น (cm^{-1})
$\nu_{\text{as}}(\text{PO}_3)$	1108 s
$\nu_{\text{s}}(\text{PO}_3)$	1050 s
$\nu_{\text{as}}(\text{POP})$	970 vs
$\nu_{\text{s}}(\text{POP})$	763 m
$\delta(\text{PO}_3)$	580 s
$\delta(\text{POP})$	557 vs

โดยที่

as คือ asymmetry

s คือ symmetry

vs คือ very strong

s คือ strong

m คือ medium

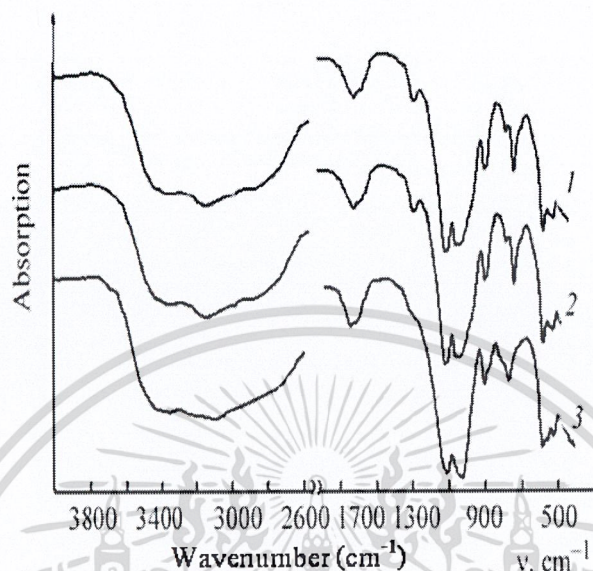
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.6 แสดงค่าความถี่ของการสั่นของ PO_4 (Boonchom, 2006)

Ion	Calculation frequencies (cm^{-1})	Symmetry species	Description
PO_4^{3-}, T_d	1010	F_2	$\nu_{as}(\text{P-O})$
	934	A_1	$\nu_s(\text{P-O})$
	566	F_2	$\delta_d(\text{O-P-O})$
	422	E	$\delta_d(\text{O-P-O})$
$\text{HPO}_4^{2-}, C_{3v}$	1076	E	$\nu_{as}(\text{P-O})$
	989	A_1	$\nu_s(\text{P-O})$
	846	A_1	$\nu(\text{P-OH})$
	582	E	$\delta(\text{O-P-O})$
	536	A_1	$\delta(\text{O-P-O})$
	395	E	$\rho(\text{P-O}_3)$
$\text{H}_2\text{PO}_4^-, C_{2v}$	1155	A_1	$\nu_{as}(\text{P-O})$
	1076	B_1	$\nu_s(\text{P-O})$
	942	B_2	$\nu_{as}(\text{P-OH})$
	874	A_1	$\nu_s(\text{P-OH})$
	572	A_1	$\delta(\text{O-P-O})$
	545	B_2	$\rho(\text{P-O}_2)$
	538	B_1	$\rho(\text{P-O}_2)$
	502	A_2	$\rho(\text{P-O}_2)$
378	A_1	$\delta(\text{HO-P-OH})$	
$\text{H}_3\text{PO}_4, C_{3v}$	1174	A_1	$\nu(\text{P=O})$
	1007	E	$\nu_{as}(\text{P-OH})$
	888	A_1	$\nu_s(\text{P-OH})$
	560	E	$\delta(\text{HO-P-OH})$
	399	A_1	$\delta(\text{HO-P-OH})$
	354	E	$\rho(\text{P-(OH)}_3)$

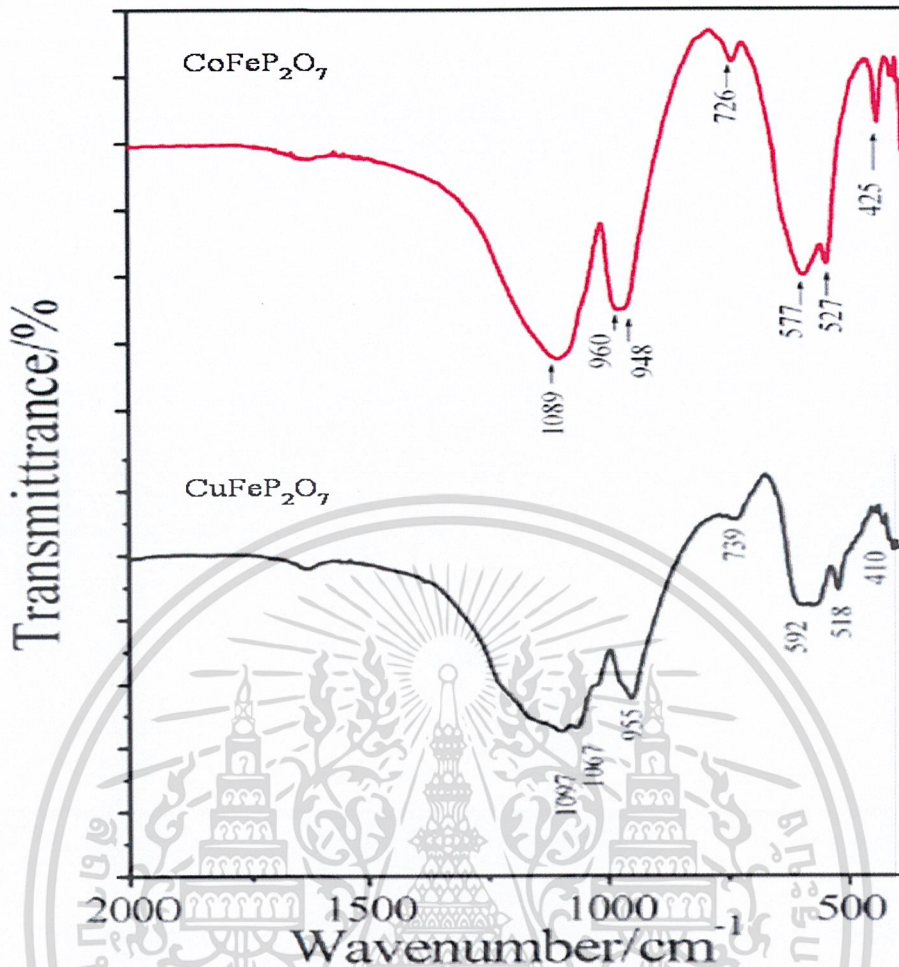
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับสาร $M\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $M_2\text{P}_2\text{O}_7$ เมื่อ M คือ Co, Ni จะมีเอกลักษณ์การสั่นที่เหมือนกัน แม้จะมีโลหะที่เป็นองค์ประกอบแตกต่างกันก็ตาม โดยตัวอย่างสเปกตรา FTIR ของสารทั้งสองกลุ่ม แสดงไว้ในรูปที่ 2.9 และ รูปที่ 2.10



รูปที่ 2.9 สเปกตรา IR ของ (1) $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$, (2) $\text{Co}_{0.61}\text{Ni}_{0.39}\text{HPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ และ (3) $\text{NiHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ บันทึกในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ [19]

จากรูปที่ 2.9 แสดงเอกลักษณ์การสั่นของสาร $M\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (เมื่อ M คือ Co, Ni) จะเห็นว่าไม่ว่า M จะเปลี่ยนแปลงไป แต่ลักษณะรูปแบบการสั่นจะมีลักษณะเหมือนเดิม คือประกอบไปด้วยการสั่นพื้นฐานของ HPO_4^{2-} แอนไอออนและ H_2O ที่ปรากฏในช่วง $350 - 580$, $700 - 900$, $860 - 915$, $940 - 1010$, $1040 - 1170$, $1210 - 1400$, $2600 - 3250 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสอดคล้องกับการจำแนกรูปแบบการสั่นของ $\delta(\text{O}_3\text{PO}^-)$, $\gamma(\text{POH})$, $\nu[\text{PO}(\text{H})]$, $\nu_s(\text{PO}_3)$, $\nu_{as}(\text{PO}_3)$, $\delta(\text{POH})$ และ $\nu(\text{OH})$ ตามลำดับ และมีการสั่นพื้นฐานของน้ำในช่วง $1600 - 1650$ และ $3000 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ สอดคล้องกับการจำแนกรูปแบบการสั่นของ $\delta(\text{OH})$ และ $\nu(\text{OH})$ โดยการสั่นตำแหน่งนี้จะขึ้นอยู่กับโลหะแต่ละชนิด และการที่โลหะแตกต่างกัน จะก่อให้เกิดรูปแบบการสั่นพื้นฐานของ HPO_4^{2-} และ H_2O เลื่อนขึ้นหรือเลื่อนลงเพียงเล็กน้อย แต่ยังคงรูปร่างแบบเดิม เรียกปรากฏการณ์ผลกระทบของโลหะ นี้ว่า “cooperative effect” ซึ่งเป็นผลจากขนาดอะตอมโลหะที่แตกต่างกัน ส่งผลให้ความแรงของพันธะภายในต่างกันไปด้วยก่อให้เกิดการสั่นของพันธะใช้พลังงานต่างกันไป



รูปที่ 2.10 สเปกตรัม IR ของ CoFeP_2O_7 และ CuFeP_2O_7 บันทึกในช่วง $2000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ [20]

จากสเปกตรัม FTIR ของสารกลุ่มโลหะฟอสเฟต (รูปที่ 2.10) พิจารณาลักษณะของการสั่นของหมู่ฟังก์ชันองค์ประกอบหรือหน่วยย่อยภายในโมเลกุล ซึ่งมีหน่วยย่อยโครงสร้างเป็น $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ แอนไอออน จะประกอบไปด้วยรูปแบบการสั่น P-O stretching ที่ปรากฏในช่วง $1150 - 960 \text{ cm}^{-1}$ แถบการสั่นปรากฏที่ $1000 - 1100$, $1100 - 1200$ และ $900 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ จำแนกเป็นรูปแบบการสั่นของ $\nu_{\text{sym}}(\text{PO}_2)$, $\nu_{\text{asym}}(\text{PO}_2)$ และ $\nu_{\text{sym}}(\text{POP})$ ตามลำดับ การปรากฏพิคที่ช่วง $400 - 230 \text{ cm}^{-1}$ เป็นเอกลักษณ์การสั่นของ POP

2.3.2) การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางความร้อน (Thermal behavior)

การวิเคราะห์เชิงความร้อนเป็นกลุ่มเทคนิควิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพและทางเคมี เพื่อติดตามพฤติกรรมของตัวอย่างเมื่อเวลาหรืออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงไป ด้วยการควบคุมจากโปรแกรมอุณหภูมิ โปรแกรมอุณหภูมิอาจเกี่ยวกับการทำให้ร้อนขึ้นหรือการทำให้เย็นลง ในอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิกงที่ หรือเรียกว่า “อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิกงที่” ซึ่งเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พฤติกรรมทางความร้อนของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต สามารถศึกษาได้ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential scanning calorimetry, DSC) มีหลักการดังนี้

เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

เป็นเทคนิคที่วิเคราะห์ที่ควบคุมให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างและสารอ้างอิงเท่ากัน โดยการติดตามอัตราการไหลของความร้อนระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง ที่ทำให้อุณหภูมิแตกต่างกันขึ้น เหตุการณ์ที่เกิดขึ้นจะคล้ายกันกับผลที่ได้จากเทคนิค DTA คือ กระบวนการที่สารตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงจะสามารถระบุด้วยเทอร์โมแกรม DSC ที่เกิดได้ทั้งพีคที่เป็นกระบวนการดูด (endothermic) หรือคายความร้อน (exothermic) และพื้นที่ใต้พีคจะเกี่ยวข้องกับค่าพลังงานการเปลี่ยนแปลง เอนทาลปี (ΔH) ของแต่ละขั้นตอนที่เกิดขึ้น แสดงรูปเครื่อง DSC ไว้ในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter (DSC) [21]

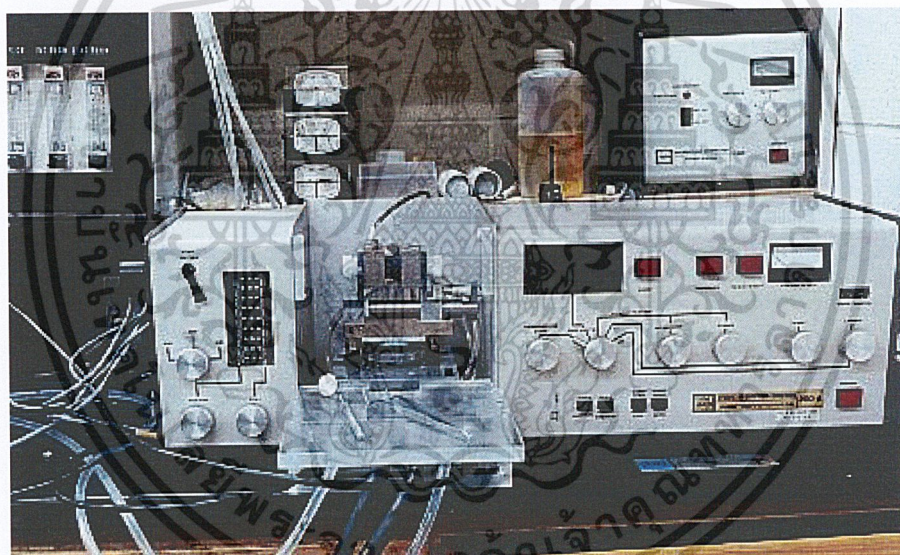
สำหรับสารในกลุ่ม $M_{1-x}A_xHPO_4 \cdot nH_2O$ (เมื่อ M และ A คือ Mg, Co) จะมีสมบัติทางความร้อน คือ กลไกการสลายตัวทางความร้อน รูปแบบการสลายตัว ที่อาจมีหลายกลไกที่ซับซ้อนหรือมีกลไกเดียว ขึ้นอยู่กับพฤติกรรมเฉพาะของสารโลหะนั้น แต่ถึงแม้จะเป็นสารโลหะชนิดเดียวกัน แต่ถ้าหากเตรียมหรือได้มาด้วยกระบวนการต่างกัน ก็ส่งผลต่อพฤติกรรมทางความร้อนให้มีรูปแบบกลไกต่างกันไปด้วยเช่นเดียวกัน (Boonchom และ คณะ 2006, 2007)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3) เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)[22]

ในการศึกษาด้านเคมีวิเคราะห์สเปกโทรสโกปีการดูดกลืนแสงของอะตอม (Atomic absorption spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่างๆที่เป็นโลหะในตัวอย่างต่างๆ เช่น Na, K, Ca, Mg, Fe, Mn, Cu, Zn และ Mo เป็นต้น

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะโดยการใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer) ดังรูปที่ 2.12 เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่งที่สามารถใช้วิเคราะห์ธาตุต่างๆได้มากถึง 67 ธาตุ สามารถทำได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่สะดวก รวดเร็ว มีความเที่ยง ความแม่นยำ มีสภาพไวสูง และเป็นเทคนิคที่เฉพาะดีมาก สามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโลหะที่มีจำนวนน้อยๆ ดังนั้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์โดยทั่วไปมักนิยมใช้เทคนิคนี้กันมาก



รูปที่ 2.12 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer) [23]

2.3.3.1 หลักการ

นำสารละลายตัวอย่างที่เตรียม มาดูด (Aspirate) เข้าไปในเปลวไฟ Air-Acetylene ของเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้สารละลายตัวอย่างเกิดกระบวนการแตกตัว (Dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ (Vaporization) หรืออาจแตกตัวเป็นอะตอม (Atomization) อยู่ที่สถานะพื้น อะตอมที่สถานะพื้นจะเปลี่ยนสถานะไปสู่สถานะกระตุ้นโดยการดูดกลืนแสงที่ผ่านมาจากแหล่งกำเนิดภายนอก (Hollow Cathode Lamp) ที่ความยาวคลื่นที่เฉพาะเจาะจง ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับของพลังงานแตกต่างกัน จึงมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ซึ่งธาตุแต่ละตัวจะดูดกลืนแสง ได้ดีในช่วงความยาวคลื่นต่างกัน โดยในโครงการพิเศษนี้ อะตอมของแมกนีเซียม (Mg) จะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 285.21 nm และอะตอมของโคบอลต์ (Co) จะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 253.6 nm เพราะแสงที่ความยาวคลื่นนี้เป็นแสงที่มีพลังงานพอดีที่จะทำให้อิเล็กตรอนของแมกนีเซียม (Mg) และโคบอลต์ (Co) อะตอมเกิดการเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น ไปสู่สถานะกระตุ้น จะเห็นได้ว่าที่ความยาวคลื่นเหล่านี้จัดเป็น spectroscopic line ของอะตอมมิคสเปกตรัม ที่เป็นลักษณะเฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิดสำหรับ การวัดตัวอย่างการดูดกลืนแสงจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ซึ่งความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่างจะหาได้โดยการวัดเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โดยค่าการดูดกลืนแสงมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะ เมื่อโลหะมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงานแสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากโลหะมีปริมาณน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสงได้น้อยซึ่งเป็นไปตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law)

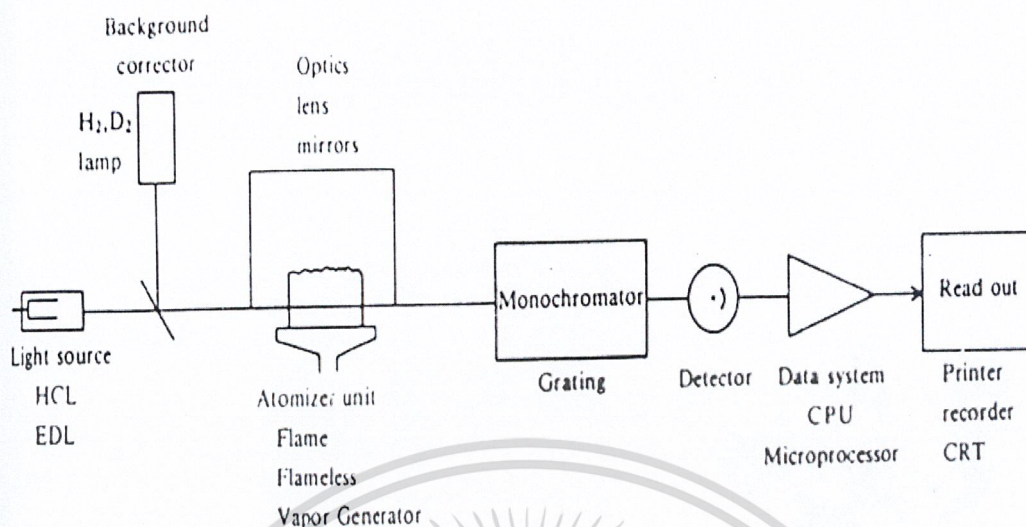
$$A = -\log_{10} (I/I_0) = abc \quad (2.3)$$

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})

2.3.3.2 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)[24] ประกอบด้วยส่วนต่างๆ ที่สำคัญ 5 ส่วนดังแสดงในรูปที่ 2.13 ได้แก่

1. แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
2. ส่วนที่ทำให้เกิดอะตอมอิสระ (Atomizer unit)
3. ส่วนแยกแสง (Monochromator)
4. ส่วนวัดสัญญาณ (Detector)
5. ส่วนประมวลผลและอ่านผล (Data system and readout unit)



รูปที่ 2.13 ลักษณะองค์ประกอบของเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

(แม่น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม 2535, อ้างตามสมคิด, 2542)

2.3.3.2.1. แหล่งกำเนิดแสง ส่วนใหญ่เป็น hollow cathode lamp (HCL) และ electrodeless discharge lamp (EDL) ซึ่งใช้เฉพาะบางธาตุเท่านั้น

HCL ใช้แรงเคลื่อนไฟฟ้าในช่วง 300-600 โวลต์ จะทำให้ก๊าซเฉื่อยที่บรรจุอยู่เกิดการแตกตัวเป็นไอออนบวก แล้วไอออนบวกจะวิ่งไปชน (bombard) ธาตุที่ฉาบอยู่ที่แคโทดทำให้อะตอมของธาตุนั้นๆ ถูกกระตุ้นและเปล่งแสงออกมาเป็นสเปกตรัมของธาตุนั้นๆ

2.3.3.2.2. ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (Atomizer)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทาง AAS จะประสบความสำเร็จอย่างดีมากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณของอะตอมเสรีของธาตุที่ทำให้เกิดขึ้น เพราะอะตอมเสรีเป็นตัวดูดกลืนแสง ที่จะทำให้ได้โดยเลือกความยาวคลื่นที่เหมาะสมผ่านเข้าไป เพราะฉะนั้นทำอย่างไรที่จะทำให้ธาตุที่อยู่ในสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์แตกตัวเป็นอะตอมเสรีในสถานะพื้นได้มากๆ วิธีที่นิยมใช้กันในปัจจุบันได้แก่

1. Flame Atomization Technique
2. Flameless or Non-Flame Atomization Technique
3. Hydride Generation Technique
4. Cold Vapor Generation

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษนี้ได้ใช้วิธีทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization)[25]

กระบวนการนี้สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายที่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ ตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้กระบวนการ 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 และเป็นอะตอมเสรีบางครั้งอาจเกิดการกระตุ้นหรือเกิดการไอออไนเซชันต่อไปได้

ชนิดของเปลวไฟ (Type of Flames)

เปลวไฟที่ใช้กันมาก คือ acetylene – air ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุประมาณ 30 ธาตุ

เปลวไฟที่ใช้ acetylene – oxygen (บางครั้งใช้ N_2O) เป็นเปลวไฟที่ร้อนที่สุดสามารถนำไปวิเคราะห์ธาตุ Al, V, Si, และ Ti รวมถึง rare earth ถึงแม้ว่าธาตุเหล่านี้รวมตัวกันแล้วเป็นสารทนไฟ (refractory compounds) แต่เปลวไฟชนิดนี้สามารถทำให้สารทนไฟเกิดการสลายตัวเป็นอะตอมได้

Entrained air flame (H_2 - Air) เป็นเปลวไฟที่ใช้ไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิงเปลวไฟชนิดนี้ถูกใช้ใน hydride generation technique (As, Se, Te, Ge, Bi และ Sb) หรือใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ Zn, Pb, Cd และ Sn ซึ่งใช้แสงที่มีความยาวคลื่นสั้น ดังนั้น background absorption จะต้องต่ำ เปลวไฟที่เป็น reducing flame จึงเหมาะสม

2.3.3.2.3. โมโนโครเมเตอร์ (Monochromater)

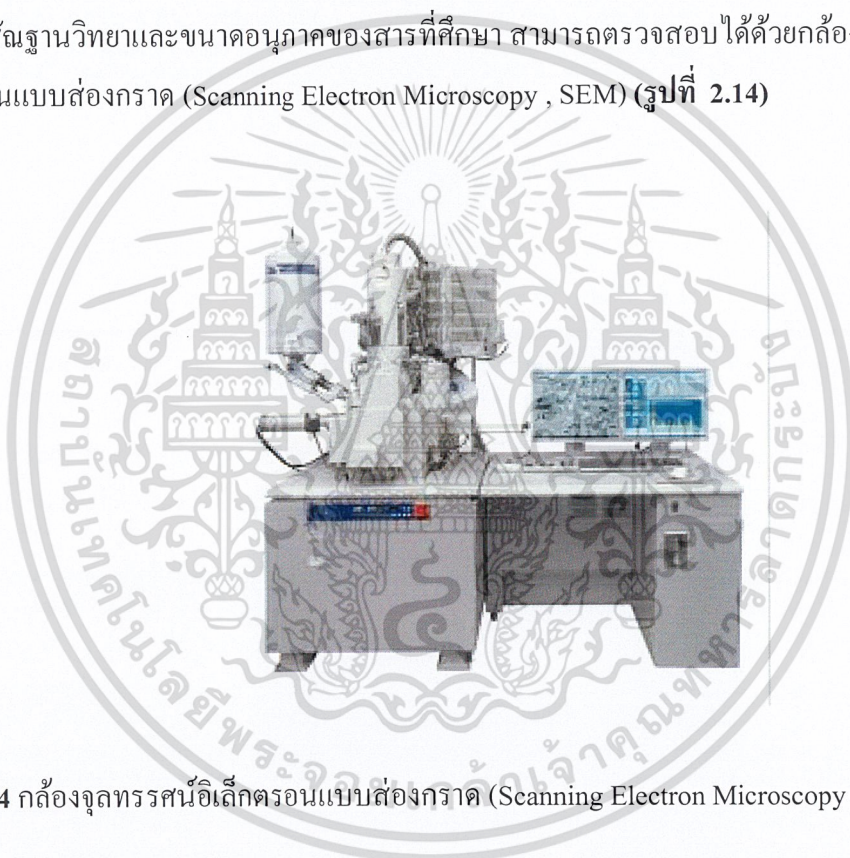
โมโนโครเมเตอร์มีหน้าที่หลักคือ ทำการแยกแสงให้ได้ช่วงความยาวคลื่นตามที่ต้องการไม่ต้องใช้โมโนโครเมเตอร์ที่มีกำลังการแยกสูงมากนักเพียงแค่ 0.002-2 นาโนเมตร ก็พอ

2.3.3.2.4. ดีเทกชัน (Detection)

Detection system ที่ใช้กันโดยมากคือ photomultiplier tube (PMT) ซึ่งประกอบด้วย Photoemission cathode and dynodes หลายอันอยู่ภายในหลอดสูญญากาศ dynodes ทำให้เกิดอิเล็กตรอนจำนวนมาก PMT ใช้กับไฟฟ้ากระแสสลับกำลังไฟฟ้า 400-500 โวลต์ นอกจากนี้ detection system อื่นๆ ที่น่าสนใจได้แก่ photodiode array (PDA) และ charge transfer device (CTD) (อ้างตามสมคิด, 2542)

2.3.4) การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยา

สัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคของสารที่ศึกษา สามารถตรวจสอบได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) (รูปที่ 2.14)

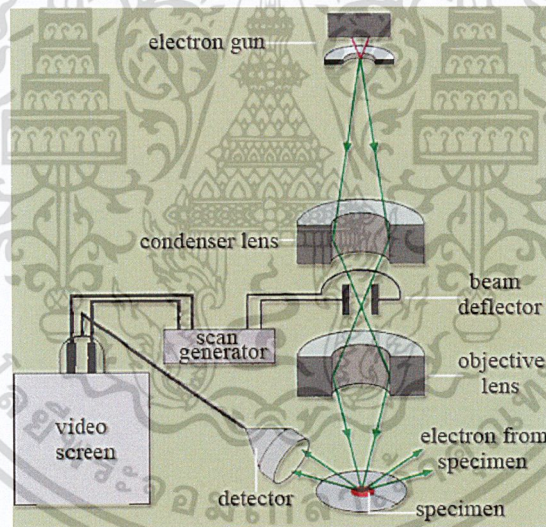


รูปที่ 2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)[26]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดใช้ศึกษารายละเอียดและรูปร่างภายนอกของวัตถุขนาดเล็กที่มองเห็นได้ด้วยตาเปล่า การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของ ตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ เหมือนกล้อง Stereomicroscope หรือ dissecting microscope หลักการทำงานก็คล้ายกัน ภาพเกิดจากอนุภาคอิเล็กตรอนวิ่งกระทบตัวอย่างซึ่งถูกเคลือบผิวด้วยโลหะแล้วสะท้อนกลับออกมา อิเล็กตรอนที่สะท้อนกลับออกมาเนื่องจากการวิ่งเข้าชนตัวอย่างและอิเล็กตรอนของโลหะที่เคลือบผิวถูกกระแทกหลุดออกมาจะถูกเครื่องจับอิเล็กตรอนรวบรวม อิเล็กตรอนทั้ง 2 แบบ โดยสามารถแยกรายละเอียดของวัตถุที่เล็กขนาด 10 อังสตรอม หรือ 0.1 นาโนเมตร (กล้องจุลทรรศน์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แบบใช้แสงจะแจกแจงรายละเอียดได้ประมาณ 0.2 ไมโครเมตร) จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีกำลังขยายสูงมากถึง 500,000 เท่า และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมี 2 ชนิด ได้แก่ transmission electron microscope (TEM) และ scanning electron microscope (SEM) ให้ไปปรากฏบนจอภาพกล้องชนิดนี้มีกำลังขยายประมาณ 28 – 15,000 เท่า สำหรับโครงการพิเศษนี้อาศัยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด scanning electron microscope (SEM)

สำหรับ scanning electron microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM (เครื่อง SEM มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร) การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ไม่จำเป็นต้องที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาดบางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM ก็ได้ (เพราะไม่ได้ตรวจวัดจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง) การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานวิทยาและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น



รูปที่ 2.15 แสดงหลักการทำงานของเครื่อง (Scanning Electron Microscopy, SEM) [27]

หลักการทำงานของเครื่อง SEM (รูปที่ 2.15) จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อรู้เหตุเห็นว่าเป็นเช่นนั้นจะขอคืนค่า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และ ถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์ได้เลย

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Bensalem และ G. Iyer (1995) [28] ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสาร $MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$ โดยทำการเตรียมตัวอย่าง ด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่าง $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่อุณหภูมิห้องโดยผสมสารทั้ง 2 ตัว ในอัตราส่วนที่ต้องการในน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการปั่นกวนอย่างรวดเร็ว ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้น และปรับค่า pH = 6.0 โดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) แล้วนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน และนำไปอบที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชม. จะได้สารที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว ซึ่งจะมีโครงสร้างเหมือนกับ $MgHPO_4 \cdot 1.2H_2O$ ตกตะกอนมีลักษณะคล้ายฝุ่น ละเอียด แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และ เครื่อง FTIR สารมี orthorhombic unit cell คือ $a = 9.295 \text{ \AA}$, $b = 8.038 \text{ \AA}$, $c = 10.482 \text{ \AA}$ เมื่อเทียบแล้ว มีขนาดต่างจาก $MgHPO_4 \cdot 1.2H_2O$ เล็กน้อย ซึ่งได้ทำการเตรียม $MgHPO_4 \cdot 1.2H_2O$ โดยปฏิกิริยาผันกลับของ Hydration ที่อุณหภูมิสูงถึง $200^\circ C$ และจากการวิเคราะห์ TGA และ DTA แสดงผลตรงกัน คือ มีตำแหน่งดูดความร้อน 3 ช่วง และมีตำแหน่งสารเกิดการสลายตัว (weight loss) 3 ครั้ง คือ ครั้งที่ 1 เกิดการสลายตัวคือ 2 % ที่ $100^\circ C$, ครั้งที่ 2 เกิดการสลายตัวคือ 8.5 % ที่ $180^\circ C$, ครั้งที่ 3 เกิดการสลายตัวคือ 7.5 % ที่ $300^\circ C$ แสดงว่ามีการกำจัด H ของ OH group 3 ครั้ง ดังนั้นจึงใช้การสลายตัวครั้งที่ 1 และ 2 ในการกำจัด H_2O ที่แทรกตัวอยู่ในโครงสร้าง องค์ประกอบของสารตัวอย่างที่สรุปได้คือ $MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$

Ayumu Onda และคณะ (2008) [29] ได้ทำการสังเคราะห์ vanadate / phosphate hydroxyapatite ด้วยวิธี Hydrothermal ที่อุณหภูมิต่ำ ($110 - 200^\circ C$) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นเวลา 14 ชั่วโมง จากนั้นทำการทดสอบสมบัติของตัวอย่าง apatite ด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) เทคนิค Inductively coupled plasma (ICP) chemical analysis เทคนิค Nitrogen physisorption (BET) เทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) และเทคนิค Fourier Transform Infrared (FTIR) ผลของการศึกษาพบว่าสารละลายของแข็ง vanadate / phosphate hydroxyapatite $[Ca_{10}(VO_4)_x(PO_4)_{6-x}(OH)_2]$ มีโครงสร้างเป็นแบบ single phase ซึ่งค่า lattice parameters จะเพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรงเมื่อปริมาณวานาเดียม ใน $Ca_{10}(VO_4)_x(PO_4)_{6-x}(OH)_2$ เพิ่มขึ้นตั้งแต่ $x = 0$ ถึง 6 และสารตัวอย่าง apatite ที่สังเคราะห์ได้จะแสดงแถบการสั่นของ Hydroxyl group (OH) ที่เลขคลื่นเท่ากับ 3560 cm^{-1} มีลักษณะเป็นผลึกแบบแท่ง (column) ที่มีความยาวประมาณ 40-100 nm กว้างประมาณ 25-40 nm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรจง บุญชม และคณะ (2008) [30] ได้ทำการสังเคราะห์สาร Manganese hydrogenphosphate monohydrate ($\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) โดยการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว ซึ่งใช้ Mn(c) 0.5 กรัม ละลายในกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เข้มข้น 1 M จำนวน 5 mL แล้วนำไปปั่นกวนจนได้ตะกอน ทำการกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ทิ้งให้แห้งในอากาศ ก็จะได้เป็น $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ แล้วนำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 773 K จะได้เป็น Manganese pyrophosphate ($\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$) แล้วนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ จากการตรวจสอบพบว่า โครงสร้างผลึกของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็นระบบผลึกแบบ orthorhombic มี space group คือ Pbcn ($Z = 8$) และโครงสร้างผลึกของ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นระบบผลึกแบบ monoclinic มี space group คือ C2/m ($Z = 4$) สำหรับขนาดผลึกเฉลี่ยและแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ คำนวณจาก X-ray spectra ซึ่งขนาดผลึกของ $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จะใหญ่กว่าของ $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นผลมาจากกระบวนการ dehydration ซึ่งผลจากการตรวจ XRD ก็จะทำให้ทราบถึงความแตกต่างของขนาดผลึก

Mhamed Sadiq และคณะ 2008 [31] ได้ทำการศึกษาธรรมชาติการตกตะกอนของสารช่วยในการตกตะกอนซึ่งมีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์แมกนีเซียมฟอสเฟต ทำได้โดยการเตรียมสารละลายแมกนีเซียมไนเตรด เฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 0.1 โมล และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เข้มข้น 0.15 โมล ผสมกันแล้วเติมน้ำกลั่น 100 cm^3 นำสารละลายที่ได้ไปปั่นกวน และปรับค่า pH ให้ได้เท่ากับ 9 ด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ก็จะได้ตะกอนออกมา แล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 24 ชม. หลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 353 K ก็จะได้ Magnesium orthophosphate (MgP) หรือ Magnesium pyrophosphate (MgPP) ตามลำดับ ซึ่งตะกอนที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเตรียมและผงละเอียดจากการเผาสามารถตรวจวิเคราะห์ได้หลากหลายเทคนิคเช่น เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) เทคนิคการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน (TGA) เทคนิคการวิเคราะห์ค่าพลังงานความร้อนเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (DTA) และ ^{31}P MAS-NMR Spectroscopy ทำให้ทราบถึงชนิด สมบัติและลักษณะอันเป็นเอกลักษณ์ของแมกนีเซียมฟอสเฟตที่ได้จากการสังเคราะห์

บรรจง บุญชมและคณะ (2008) [32] ได้ทำการสังเคราะห์สารทวิโลหะ ไฮโดรเจนฟอสเฟต โมโนไฮเดรต ตัวใหม่ขึ้นมา คือ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้ Manganese metal (Mn(c)) และ Nickel carbonate (NiCO_3) ซึ่งใช้อัตราส่วนของ Mn:Ni เป็น 1:1 ละลายใน 70% กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) แล้วปั่นกวนอย่างต่อเนื่องในอุณหภูมิห้อง ประมาณ 5 - 15 นาที ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้น หลังจากนั้นเติม 10 mL ของ acetone จนสารเกือบแห้ง และนำไปกรองล้างด้วยอะซิโตนจนไม่มีไอออนของฟอสเฟต และทิ้งไว้ให้แห้ง ก็จะได้ $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ออกมา และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 773 K เป็นเวลา 2 ชม. แล้วทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารสรุปได้ว่า สาร $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีระบบผลึกเป็นแบบออร์ทอโรมบิก (orthorhombic) และมีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

space group คือ Pbc_a (Z = 8) และ MnNiP₂O₇ มีระบบผลึกแบบโมโนคลินิก (monoclinic) และมี space group คือ C2/m (Z = 4)

V. N. Viter และ P. G. Nagorny (2009) [33] ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสารละลายของแข็ง (Solid Solutions) ระหว่างโคบอลต์ (Cobalt) และ นิกเกิล (Nickel) โดยนำโคบอลต์คาร์บอเนต (CoCO₃) และนิกเกิลคาร์บอเนต (NiCO₃) มาผสมกันให้เกิดปฏิกิริยากับสารละลายกรดฟอสฟอริก (H₃PO₄) 35 % โดยอัตราส่วนจำนวนโมลของ P/(Co + Ni) เป็น 2.45 (เติมกรดฟอสฟอริกมากเกินไป) ที่อุณหภูมิ 90 °C และทิ้งไว้ 1 – 30 วัน ก็จะให้เกิดการตกผลึกของไฮโดรเจนฟอสเฟต (hydrogenphosphate) กรองเอาตะกอน ล้างด้วยน้ำและทิ้งไว้ให้แห้ง ก็จะได้ Co_{1-x}Ni_xHPO₄·1.5H₂O ส่วนสาร (Co_{1-x}Ni_x)₃(PO₄)₂·8H₂O ก็สามารถสังเคราะห์ได้โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างสารละลายโคบอลต์ซัลเฟต (CoSO₄) และ นิกเกิลซัลเฟต (NiSO₄) (รวมความเข้มข้นในการทำปฏิกิริยา 0.1 M) กับสารละลาย Na₂HPO₄ ในอัตราส่วนโดยมวล P/(Co + Ni) ในสารตั้งต้นเป็น 0.67, ที่อุณหภูมิ 90 °C และทิ้งไว้ในระยะเวลา 1 – 5 วัน ก็จะได้ตะกอนของสาร (Co_{1-x}Ni_x)₃(PO₄)₂·8H₂O ที่ต้องการ นำไปกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น และทิ้งไว้ให้แห้ง

Jiasheng Xu และคณะ (2010) [34] ทำการสังเคราะห์ผลึกขนาดเล็กของโพแทสเซียมคอปเปอร์ฟอสเฟตไฮเดรต [CuK(PO₄)₂·H₂O] และลูซิเบียส [CuK(PO₄)₂·H₂O] โดยวิธีการสังเคราะห์ผลึกสารประกอบด้วยสารละลายน้ำภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง (Hydrothermal) ซึ่งผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ได้จากกระบวนการนี้ สามารถตรวจวัดได้ด้วยการทำปฏิกิริยากับตัวกลาง (ในสารละลายผสมเอทานอลกับน้ำ) ซึ่งโมเลกุลของเอทานอลจะแสดงพฤติกรรมเหมือนสวิตช์ คือ เมื่อเติมเอทานอลลงไป ในอัตราส่วนปริมาตรเอทานอล ต่อ น้ำ เท่ากับ 3:1 จะได้ผลิตภัณฑ์คือ โพแทสเซียมคอปเปอร์ฟอสเฟตไฮเดรต แต่ถ้าไม่เติมเอทานอลจะได้ผลิตภัณฑ์ เป็น ลูซิเบียส ดังนั้นผลที่ได้จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่า การเตรียมสารด้วยระบบที่มีตัวกลาง 2 ชนิด ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่แตกต่างกันของผลึกอนินทรีย์ขนาดเล็กด้วยวิธีการเตรียมที่ง่ายภายใต้การตกตะกอนของสารละลายอิมตัวยิ่งยวด

D. Bradova (1988). และคณะ [35] ได้ศึกษากลไกการสลายตัวทางความร้อนของ CoHPO₄·1.5H₂O ด้วย platinum crucibles ชนิดต่างๆ คือ (A) multiplate sample holder, (B) open crucible, (C) crucible with a lid และ (D) a labyrinth crucible โดยทดสอบภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริก คือในขั้นตอนแรกสาร CoHPO₄·1.5H₂O เกิดการสลายตัวให้โมเลกุลของน้ำ 1 โมเลกุล แต่อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวในขั้นตอนนี้จะแตกต่างกันไปตาม crucibles ชนิดต่างๆ ที่ใช้ คือ 208 °C (A), 212 °C (B), 216 °C (C) และ 220 °C (D) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิของการสลายตัวแปรเปลี่ยนตามการลดลงของความดันย่อยของไอน้ำภายใน crucible การสูญเสียไอน้ำส่วนสุดท้ายของโมเลกุล CoHPO₄·1.5H₂O เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการควบแน่นทำให้เกิดเป็น Co₂P₂O₇ ซึ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 300 °C และสิ้นสุดที่ประมาณ 500 °C โดยสามารถสรุปเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้



J.G. Rabatin et al. (1960). [36] ศึกษาการสลายตัวของแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากเทอร์โมแกรมที่ได้ อธิบายได้ว่า $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ นั้นเริ่มเกิดการสูญเสียโมเลกุลน้ำสองโมเลกุลแรกที่อุณหภูมิ 135 °C และสูญเสียอีกหนึ่งโมเลกุลต่อมาที่อุณหภูมิประมาณ 430 °C เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็นไพโรฟอสเฟต ซึ่งแสดงขั้นตอนการสลายตัวได้ดังสมการ



บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 บทนำ

โครงการพิเศษนี้สนใจศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และไม่ก่อให้เกิดอันตรายในขณะการเตรียม สำหรับสารที่สนใจศึกษา ได้แก่ สารในกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ แมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$), โคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟต ($CoHPO_4 \cdot H_2O$) และสารทวิโลหะแมกนีเซียมโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot nH_2O$) จากนั้นพบว่าสารในกลุ่มนี้ สามารถสลายตัวไปเป็นสารกลุ่มไพโรฟอสเฟต ($M_2P_2O_7$) ดังนั้นเมื่อเสร็จสิ้นโครงการพิเศษนี้ จึงได้สารเพิ่มอีก 3 ตัว คือ แมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($Mg_2P_2O_7$), โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($Co_2P_2O_7$) และแมกนีเซียมโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($MgCoP_2O_7$) โดยการเตรียมทั้งหมดในโครงการพิเศษนี้จะทำการทดลองอย่างละ 3 ชั่วโมง ต่อ 1 สภาวะ

จากสารที่เตรียมขึ้นได้ทั้งหมด 6 ตัวจะถูกนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ทางกายภาพและทางเคมีด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้ นำไปศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของสารจะวิเคราะห์โดยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC), ตรวจสอบเอกลักษณ์รูปแบบการสั่นของพันธะภายในโมเลกุล ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด (Vibrational spectroscopy ; Fourier transform infrared, FTIR) ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดเครื่องแก้ว
2. เตาเผา (Furnace) Model F6000 Furnace บริษัท Barnstead-Thermolyne Corporation Company
3. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง (Sartorius) TC-254 บริษัท Denver Instrument Company ประเทศญี่ปุ่น
4. pH meter (Metrom) Model 215 บริษัท Denver Instrument Company ประเทศญี่ปุ่น
5. เครื่องกรองแบบลดความดัน (Ultrafiltration pressure) Aspirator A-3A บริษัท Eyela World (Tokyo Rikakikai Co., LTD) ประเทศญี่ปุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. เครื่องตรวจวัดสารระเหยอินทรีย์และอนินทรีย์ในบรรยากาศด้วยระบบอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR GX รุ่น 60237) บริษัท Perkin Elmer Ltd. ประเทศเยอรมัน
7. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry, DSC) บริษัท METTLER TOLEDO Co., Ltd.
8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy, SEM รุ่น LEO 1455 VP) บริษัท LEO ประเทศอังกฤษ
9. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) AA-680 บริษัท Shimadzu
10. โถดูดความชื้น (Desiccator)
11. Hot plate, Heidolph MR 3001
12. Oven (Fisher Scientific)
13. เครื่องปั่นกวน (stirrer) MS 115 บริษัท HL Instrument
14. กระดาษกรอง (Filter Paper) 5C (70 mm) บริษัท Advance Toyo Kaisha, Ltd. ประเทศญี่ปุ่น
15. เครื่องอัดสาร IR Accessory Hydraulic Press บริษัท Perkin Elmer Ltd. ประเทศเยอรมัน

3.3 สารเคมี

1. แมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd.
2. แมกนีเซียมคลอไรด์ ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd.
3. แมกนีเซียมไนเตรด ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd.
4. โคบอลต์ (II) ซัลเฟต ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd. CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
5. โคบอลต์ (II) คลอไรด์ ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
6. โคบอลต์ (II) ไนเตรด ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd.
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RANKEM ประเทศอินเดีย
8. แอมโมเนีย (NH_3 Solution 30%) เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA
9. ออโทฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความบริสุทธิ์ 85 เปอร์เซ็นต์ (85 %w/w) เกรดวิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
10. อะซีโตน (C_3H_6O) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RCL Labscan Limited ประเทศไทย
 11. น้ำกลั่น (Distilled water)
 12. โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide, KBr) spectroscopy grade

3.4 วิธีการสังเคราะห์

การสังเคราะห์สารจะเน้นกระบวนการที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และไม่ก่อให้เกิดอันตราย โดยมีกระบวนการสังเคราะห์ดังนี้

3.4.1 การเตรียมสารเคมี

การเตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

- เตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 6.0 M

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

- เตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1.0 M

เปิดกรดฟอสฟอริก 6.0 M ปริมาตร 41.67 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 250 mL)

การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

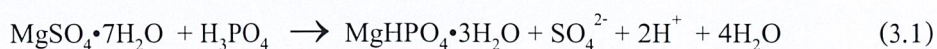
ชั่งเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จำนวน 10.00 กรัม ละลายเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำกลั่น จนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

3.4.2 การสังเคราะห์แมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$)

3.4.2.1 การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($MgHPO_4 \cdot 3H_2O$)

- สารตั้งต้น คือ $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

จากปฏิกิริยา



กระบวนการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. ชั่งสาร $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Mw. 246.47) 2.4647 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นจนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 7
5. ปั่นจนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.2.2 การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

- สารตั้งต้น คือ $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

จากปฏิกิริยา



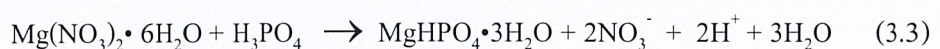
กระบวนการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mw. 203.30) 2.0330 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นจนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นจนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.2.3 การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

- สารตั้งต้น คือ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

จากปฏิกิริยา



กระบวนการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

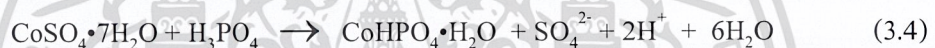
1. ชั่งสาร $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Mw 256.41) 2.5641 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นจนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นจนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.3 การสังเคราะห์โคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต

3.4.3.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($CoHPO_4 \cdot H_2O$)

- สารตั้งต้น คือ $CoSO_4 \cdot 7H_2O$

จากปฏิกิริยา



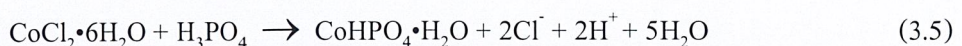
กระบวนการดังนี้

1. ชั่งสาร $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ (Mw. 281.10) 2.8110 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นจนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นจนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.3.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($CoHPO_4 \cdot H_2O$)

- สารตั้งต้น คือ $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

จากปฏิกิริยา



กระบวนการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. ชั่งสาร $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mw.237.93) 2.3793 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อยๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นกวนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.3.3 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

- สารตั้งต้น คือ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

จากปฏิกิริยา

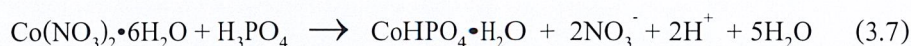


กระบวนการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mw. 291.04) 2.9104 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อยๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นกวนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

- สารตั้งต้น คือ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

จากปฏิกิริยา



กระบวนการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. ชั่งสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Mw. 291.04) 2.9104 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตน้ำกลั่น 10 mL ใส่ลงในสารข้อที่ 1 คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อยๆ ปรับ pH ด้วย NH_4OH พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นกวนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.4 การสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียม(II) โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

3.4.4.1 การสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียมโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต



- สารตั้งต้น คือ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

จากปฏิกิริยา



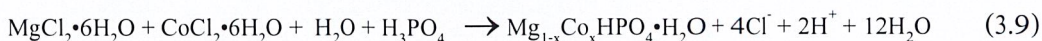
กระบวนการดังนี้

1. ชั่งสาร $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (246.47) 2.4647 g และชั่ง $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (281.10) 2.8110 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 150 mL อย่างละใบ
2. ปิเปตน้ำกลั่น 25 mL ใส่ในสารข้อที่ 1 บีกเกอร์ละ 12.5 mL คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วเทสารทั้งสองบีกเกอร์ผสมกัน
3. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อยๆ ปรับ pH ด้วย NH_4OH พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นกวนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.4.2 การสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียมโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$)

- สารตั้งต้น คือ $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ และ $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

จากปฏิกิริยา



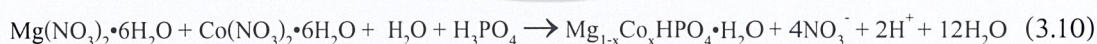
กระบวนการ ดังนี้

1. ชั่งสาร $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (Mw. 203.30) 2.0330 g และชั่ง $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ (237.93) 2.3793 g ใส่บีกเกอร์ ขนาด 150 mL อย่างละใบ
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 25 mL ใส่ในสารข้อที่ 1 บีกเกอร์ละ 12.5 mL คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วเทสารทั้งสองบีกเกอร์ผสมกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2
4. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. ปั่นกวนสาร ไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.4.3 การสังเคราะห์สารทวิโลหะแมกนีเซียมโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$)

- สารตั้งต้น คือ $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และ $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$

จากปฏิกิริยา



กระบวนการ ดังนี้

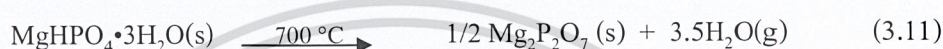
1. ชั่งสาร $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (256.41) 2.5641 g + $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (291.04) 2.9104 g ใส่บีกเกอร์ขนาด 150 mL
2. ปิเปิดน้ำกลั่น 25 mL ใส่ในสารข้อที่ 1 บีกเกอร์ละ 12.5 mL คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วเทสารทั้งสองบีกเกอร์ผสมกัน
3. ปิเปิดกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่ลงในสารละลายข้อที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ค่อยๆ ปรับ pH ด้วย NaOH พร้อมปั่นจนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH เท่ากับ 6
5. บั่นจนสารไปอีก 5 นาที แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยสารอะซิโตน
6. นำตะกอนที่ได้ไปวางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.4.5 การสังเคราะห์สารแมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($Mg_2P_2O_7$)

จากปฏิกิริยา



กระบวนการ ดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้อง (crucible) แล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้ ($M_w = 174.3 \text{ g/mol}$) ประมาณ 0.5 - 2 g. ใส่ลงไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่ลงไปในถ้วย (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผา เผาที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชม. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

3.4.6 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ($Co_2P_2O_7$)

จากปฏิกิริยา



กระบวนการ ดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้อง (crucible) แล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้ ($M_w = 172.93 \text{ g/mol}$) ประมาณ 0.5-2 g ใส่ลงไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่ลงไปในถ้วย (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผา เผาที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.7 การสังเคราะห์สารทวิโลหะโคบอลต์แมกนีเซียมไพโรฟอสเฟต ($MgCoP_2O_7$)

จากปฏิกิริยา



กระบวนการ ดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้อง (crucible) แล้วจดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร $MgCoHPO_4 \cdot H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้ ($M_w = 174.3 \text{ g/mol}$) ประมาณ 0.5 - 2 g. ใส่น้ำลงไปโดยใส่ในถ้วยกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่ลงไป (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผา เเผาที่อุณหภูมิ $700\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชม. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่ศึกษา

3.5.1 การวิเคราะห์รูปแบบการสั่นขององค์ประกอบย่อยภายในโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

ขั้นตอนการวิเคราะห์

- การ calibrate ความยาวคลื่น

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

- การเตรียม Pellet (Pressed disk)

โดยนำสารที่สังเคราะห์ได้บดกับ KBr ให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วอัดเป็นแผ่นบางๆ ด้วย Hand press จากนั้นใส่ลงใน disc holder ด้วยแรงดัน 10000 – 15000 psi ในสภาวะสุญญากาศ

- การ Identification

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วย Differential Scanning Calorimetry (DSC)

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม ให้มีน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ในสถานะในโตรเจนโดยให้ความร้อนด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 500 องศาเซลเซียส จากนั้นลดอุณหภูมิด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนถึงอุณหภูมิล้าง

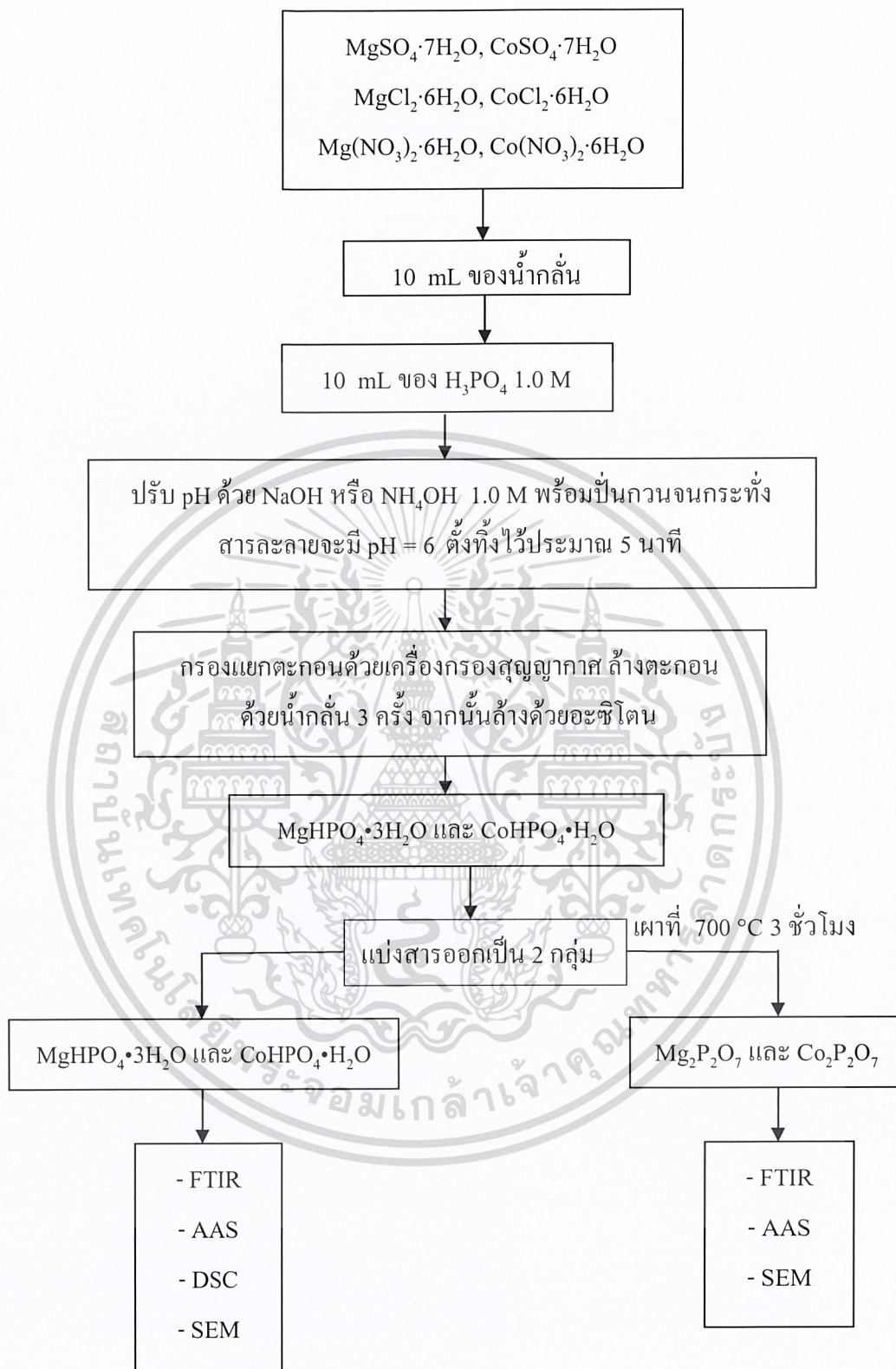
3.5.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

นำสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด มาตรวจวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ด้วยการเคลือบทอง แล้วถ่ายภาพวิเคราะห์จุลโครงสร้างที่กำลังขยายตามที่ต้องการด้วยเครื่อง SEM (ยี่ห้อ LEO รุ่น LEO 1450 VP)

3.5.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Mg และ Co ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

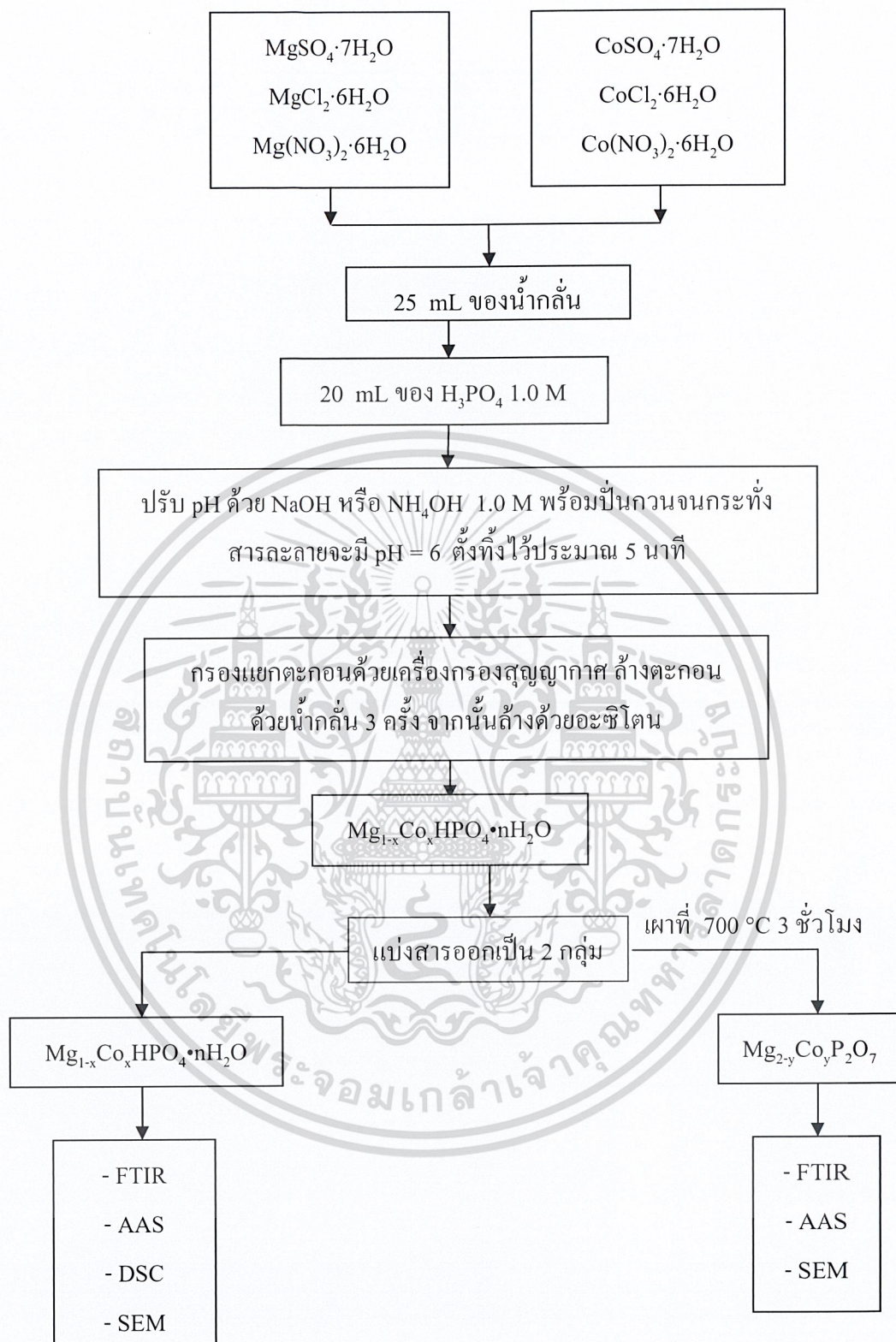
1. ใช้ Calibration Method โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานของ Mg และ Co ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนประมาณ 5 ความเข้มข้นแล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง
2. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาเขียนกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ calibration curve
3. จากนั้นละลายสารตัวอย่างที่เป็น $MgCoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $MgCoP_2O_7$ ใน 0.01 M ของกรดไฮโดรคลอริก (HCl) แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง
4. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปเทียบกับ calibration curve เพื่อหาค่าความเข้มข้นของ Mg และ Co จากนั้นคำนวณกลับเพื่อหาสัดส่วนของ Mg ต่อ Co ในสาร binary phosphate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

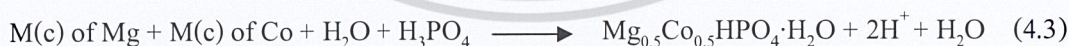
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์แมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), และแมกนีเซียมโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว และกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Component) โครงสร้างผลึก (Crystal structure) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) และการตรวจสอบสัณฐานวิทยา (Morphology) โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการเตรียมสารสำหรับโครงการพิเศษนี้ ได้พยายามเตรียมสารในกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เมื่อ $x = 0.0, 0.5$ และ 1.0) โดยเตรียมขึ้นจากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ ซึ่งได้แก่ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ทำปฏิกิริยากับ 1.0 โมลาร์ กรดฟอสฟอริก และใช้ตัวปรับ pH 2 ตัว คือ 1.0 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และ 1.0 โมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เพื่อให้ $\text{pH} = 6 - 7$ ในสภาวะอุณหภูมิที่เกิดขึ้นของปฏิกิริยาเองที่เกิดขึ้นในเวลาที่รวดเร็วประมาณ 5 นาที ดังปฏิกิริยา



สำหรับโครงการพิเศษนี้ ทำการเตรียมสารทั้งหมด 10 ตัว คือ โดยได้ทำการสังเคราะห์โลหะตัวเดียวไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (จากสารตั้งต้น คือ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (จากสารตั้งต้น คือ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (จากสารตั้งต้น คือ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ซึ่งสามารถคำนวณค่า n และร้อยละผลผลิตได้ ซึ่งแสดงวิธีคำนวณไว้ในภาคผนวกและสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.1 – 4.4

เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของโรงเรียนวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่า n ของสารไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตทั้ง 10 ตัวที่สังเคราะห์ได้

ชื่อสาร	สารตั้งต้นที่ใช้		ตัวปรับ pH ที่ใช้	ค่า n ที่คำนวณได้
	Mg	Co		
$\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	-	NaOH	3.09
$\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	-	NaOH	3.05
$\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	-	NaOH	3.00
$\text{CoHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	-	$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	NaOH	1.38
$\text{CoHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	-	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NaOH	1.39
$\text{CoHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	-	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NaOH	1.38
$\text{CoHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	-	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NH_4OH	1.26
$\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	NH_4OH	1.75
$\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NaOH	1.10
$\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	NaOH	1.75

จากตารางที่ 4.1 จะพบว่าค่า n ที่ได้ของ $\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ มีค่าประมาณ 3, ค่า n ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ มีค่าประมาณ 1, และค่า n ของ $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ มีค่าประมาณ 1 ดังนั้นจึงสามารถระบุค่า n ในสูตรทางเคมีได้ดังนี้ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

ตารางที่ 4.2 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร



ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	น้ำหนักสารตั้งต้น(กรัม)	น.น.สาร (g) จากการทดลอง	น.น. สาร (g) จากทฤษฎี	ร้อยละผลผลิต
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	2.4648	0.7336	1.7430	42.09
$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.0384	0.9251	1.7430	53.08
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.5642	1.0159	1.7430	58.28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร



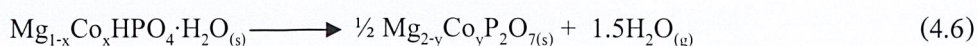
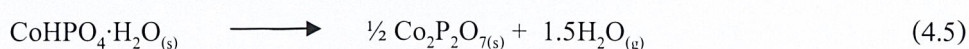
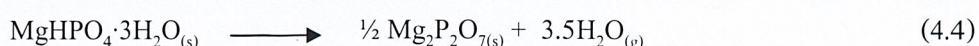
ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	น้ำหนักสารตั้งต้น(กรัม)	นน.สาร (g) จากการทดลอง	นน. สาร (g) จากทฤษฎี	ร้อยละผลผลิต
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	2.8119	1.5849	1.7291	91.66
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.3734	1.7182	1.7291	99.37
$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ปรับ pH ด้วย NaOH)	2.9154	1.5350	1.7291	88.78
$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ปรับ pH ด้วย NH_4OH)	2.9106	1.6338	1.7291	94.49

ตารางที่ 4.4 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร



ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	น้ำหนักสารตั้งต้น(กรัม)		นน.สารจากการทดลอง(g)	นน.สารจากทฤษฎี(g)	ร้อยละผลผลิต
	ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co			
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	2.4649	2.8110	1.2576	1.5563	80.81
$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.0342	2.3834	1.3690	1.5563	87.97
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.5643	2.9181	1.5012	1.5563	96.46

สำหรับสารอีกกลุ่มที่เตรียมได้จากโรงงานพิเศษนี้ เกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของสารในกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ที่สภาวะอุณหภูมิ 700 °C กลายเป็นสารกลุ่มที่เรียกว่า โลหะฟโรฟอสเฟต ซึ่งโรงงานพิเศษนี้ได้สาร 3 ตัว คือ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Mg}_{2-y}\text{Co}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ปฏิกิริยารวมทั่วไปของการสลายตัวทางความร้อน คือ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับสารในกลุ่มโลหะไฟโรฟอสเฟตนี้ ทำการสังเคราะห์ได้ทั้งหมด 10 ที่ได้จากการเผาสาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$, $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$ ซึ่งสามารถคำนวณร้อยละผลผลิตได้ แสดงไว้ในภาคผนวก และสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.5 ตารางที่ 4.6 และตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.5 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร แมกนีเซียมไฟโรฟอสเฟต ($Mg_2P_2O_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์	น้ำหนักสารตั้งต้น(กรัม)	นน.สาร (g) จากการทดลอง	นน. สาร (g) จากทฤษฎี	ร้อยละผลผลิต
$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	1.0041	0.6350	0.6412	99.03
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	1.0099	0.6417	0.6449	99.50
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	1.0208	0.6516	0.6519	99.95

ตารางที่ 4.6 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ไฟโรฟอสเฟต ($Co_2P_2O_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์	น้ำหนักสารตั้งต้น(กรัม)	นน.สาร (g) จากการทดลอง	นน. สาร (g) จากทฤษฎี	ร้อยละผลผลิต
$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	0.5835	0.4735	0.4924	96.16
$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	1.0034	0.8137	0.8467	96.10
$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (ปรับ pH ด้วย NaOH)	1.0114	0.8209	0.8535	96.18
$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (ปรับ pH ด้วย NH_4OH)	1.0055	0.8259	0.8485	97.34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี รวมทั้งร้อยละผลผลิตของสารแมกนีเซียม(II)โคบอลต์(II)ไพโรฟอสเฟต ($MgCoP_2O_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์		น้ำหนักสารตั้งต้น (g)	นน.สารจากการทดลอง (g)	นน.สารตามทฤษฎี (g)	ร้อยละผลผลิต
ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co				
$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	1.2689	0.8193	0.8275	99.01
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	1.2217	0.7964	0.7967	99.96
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	1.2149	0.7913	0.7922	99.88

4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

จากการสังเคราะห์สารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต ที่เตรียมได้ทั้งหมด 10 ตัว ซึ่งมีสูตรโมเลกุล คือ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ ได้ถูกนำมาตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณโลหะด้วยเครื่อง atomic absorption spectrophotometer เพื่อตรวจหาปริมาณโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารที่สังเคราะห์ได้ แสดงวิธีคำนวณไว้ในภาคผนวก ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.8 และตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์		องค์ประกอบทางเคมี						
$Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$		% Mg		% Co		Mg (atom / formula)	Co (atom / formula)	Mg + Co (atom / formula)
ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co	Obs.	Theo.	Obs.	Theo.			
g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$	g $CoSO_4 \cdot 7H_2O$	8.52	7.81	19.54	18.94	0.55	0.51	1.06
g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$	g $CoCl_2 \cdot 6H_2O$	8.38	7.81	20.10	18.94	0.54	0.53	1.07
g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	8.48	7.81	20.60	18.94	0.54	0.54	1.08

หมายเหตุ Obs. จากการทดลอง; Theo. จากทฤษฎี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.9 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ของสาร
ทวิโลหะไพโรฟอสเฟต ($Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$		องค์ประกอบทางเคมี						
		% Mg		% Co		Mg	Co	Mg + Co
ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co	Obs.	Theo.	Obs.	Theo.	(atom / formula)	(atom / formula)	(atom / formula)
g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$	g $CoSO_4 \cdot 7H_2O$	9.96	9.45	41.60	22.91	0.94	0.91	1.88
g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$	g $CoCl_2 \cdot 6H_2O$	9.89	9.45	41.51	22.91	0.92	0.91	1.83
g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	9.42	9.45	42.23	22.91	0.97	0.92	1.89

หมายเหตุ Obs. จากการทดลอง; Theo. จากทฤษฎี

จากตารางที่ 4.8 และตารางที่ 4.9 สามารถระบุได้ว่าสารที่เตรียมได้ มีสูตรทางเคมีของทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตที่แน่นอน แสดงผลดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 สูตรทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$		สูตรทางเคมี (Observe)
ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co	
$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	$Mg_{0.55}Co_{0.51}HPO_4 \cdot H_2O$
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	$Mg_{0.54}Co_{0.53}HPO_4 \cdot H_2O$
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	$Mg_{0.54}Co_{0.54}HPO_4 \cdot H_2O$
ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$		สูตรทางเคมี (Observe)
ชนิดของ Mg	ชนิดของ Co	
$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	$Mg_{0.94}Co_{0.91}P_2O_7$
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	$Mg_{0.92}Co_{0.91}P_2O_7$
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	$Mg_{0.97}Co_{0.92}P_2O_7$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

ลำดับการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 6 ตัว ประกอบด้วย $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}_{1-x}\text{Co}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ MgCoP_2O_7 คือ เทคนิค DSC, ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้าง ด้วยเทคนิค FTIR และสุดท้ายตรวจสอบสัณฐานวิทยาเพื่อขนาดอนุภาค ด้วยเทคนิค SEM

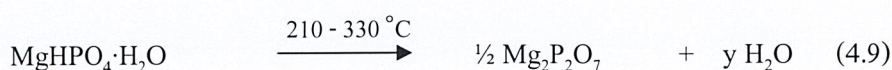
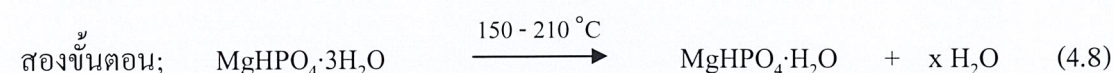
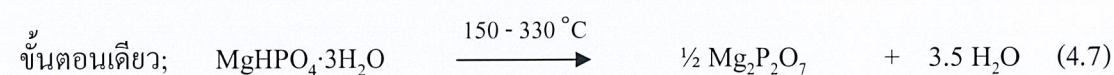
4.3.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 10 ตัวถูกตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning, DSC) ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน โดยแสดงข้อมูลไว้ในตารางที่ 4.11 – 4.13

ตารางที่ 4.11 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

$\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก	ข้อมูล						
	ขั้นตอนการ สลายตัว	อุณหภูมิการสลายตัว(°C)			ค่าเอนทัลปี (ΔH , J/g)		
		ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 3	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 3
$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	3	174	205	321	152.5	112.4	128
$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1	201	-	-	804	-	-
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2	160	203	-	22.17	693.3	-

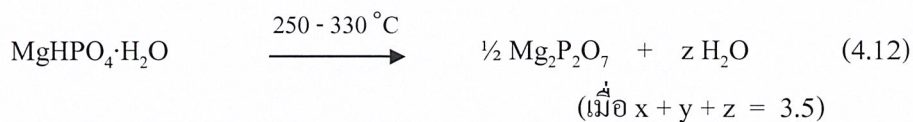
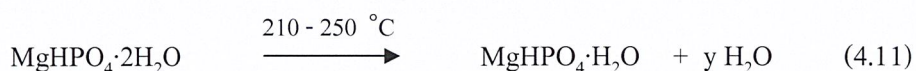
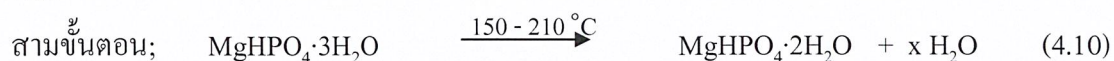
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ตัว สามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



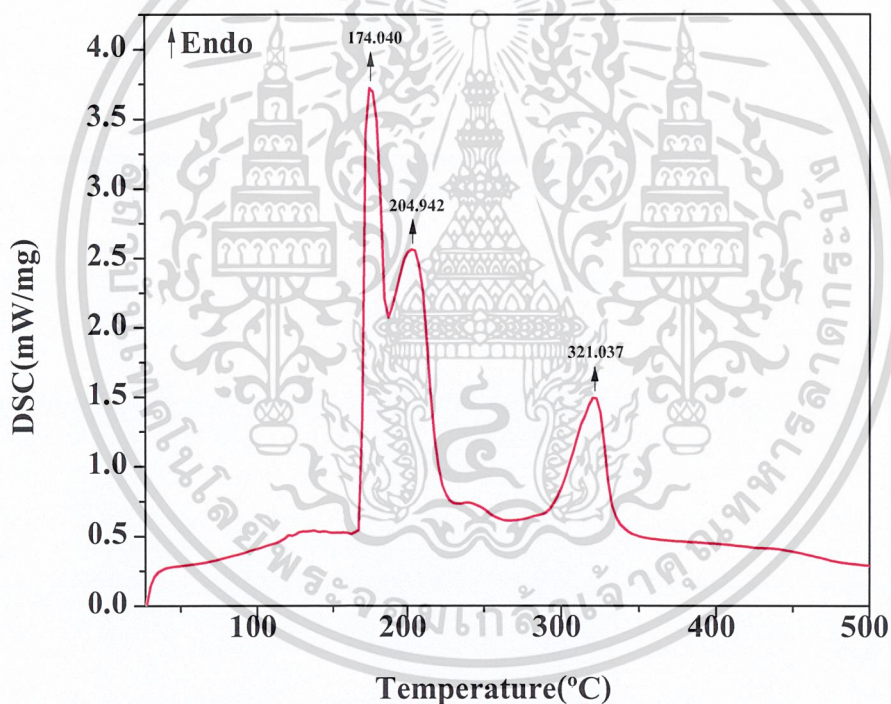
(เมื่อ $x + y = 3.5$)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรือ

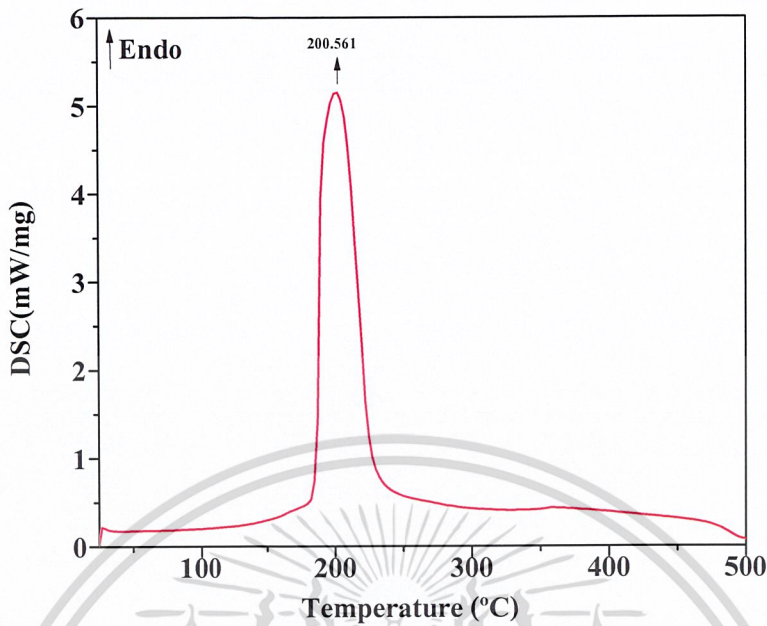


สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ตัว แสดงดังรูปที่ 4.1 – 4.3

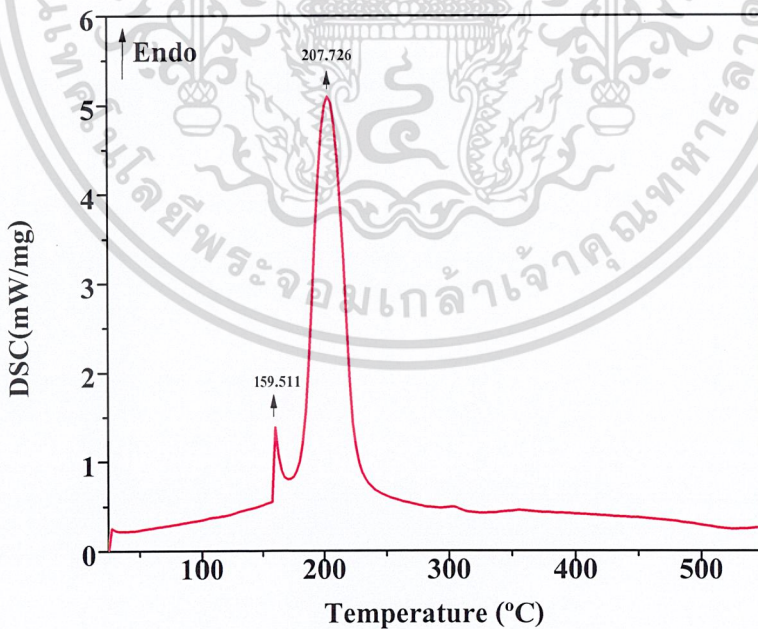


รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4647 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตรา การเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน



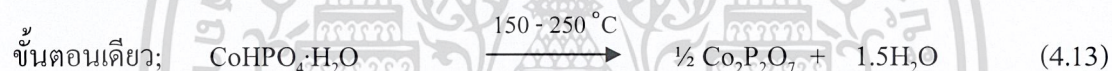
รูปที่ 4.3 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

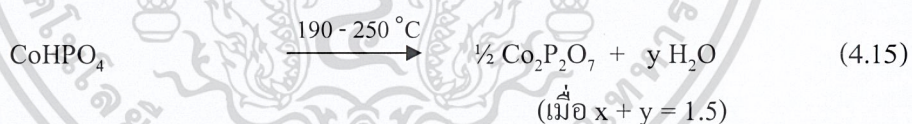
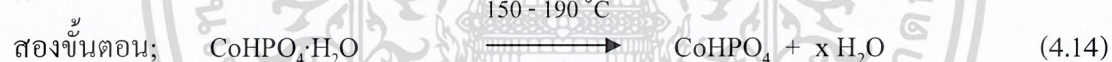
ตารางที่ 4.12 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

CoHPO ₄ ·H ₂ O ที่ได้จาก	ข้อมูล				
	ขั้นตอนการ สลายตัว	อุณหภูมิการสลายตัว(°C)		ค่าเอนทาลปี (ΔH, J/g)	
		ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2
CoSO ₄ ·7H ₂ O	1	222	-	753.2	-
CoCl ₂ ·6H ₂ O	2	147	172	143.2	278.3
Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O _NaOH	2	148	168	130.2	282.9
Co(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O _NH ₄ OH	2	161	209	178.8	89.57

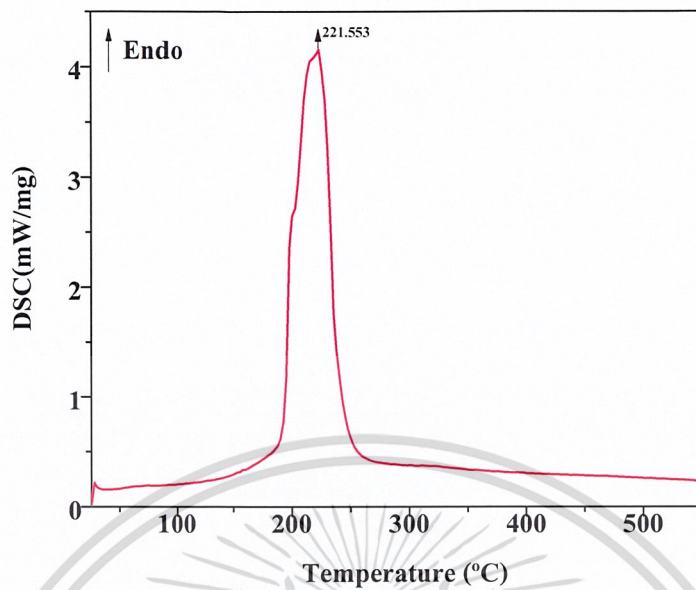
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



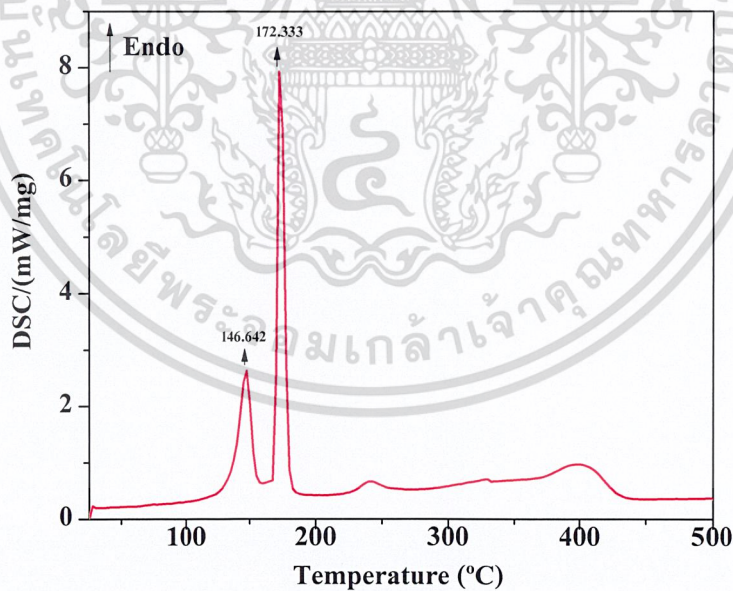
หรือ



สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัว แสดงดังรูปที่ 4.4 – 4.6

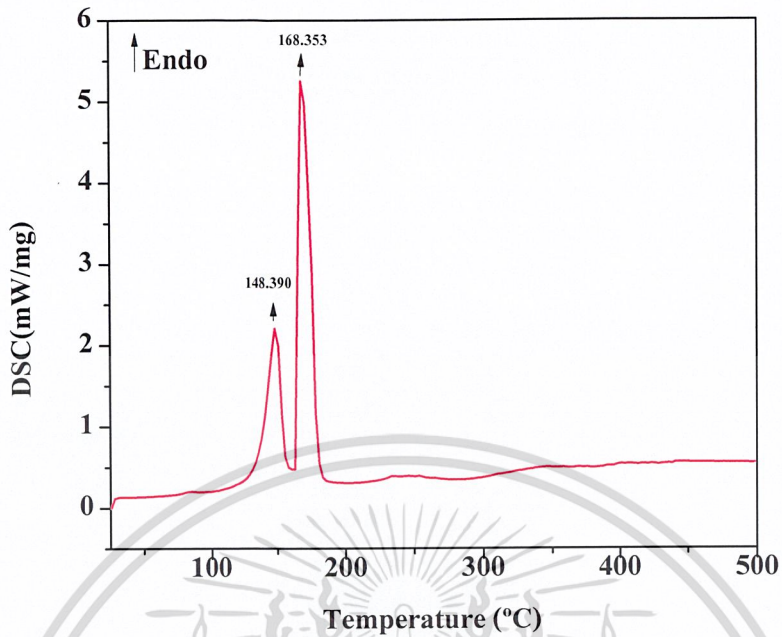


รูปที่ 4.4 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน

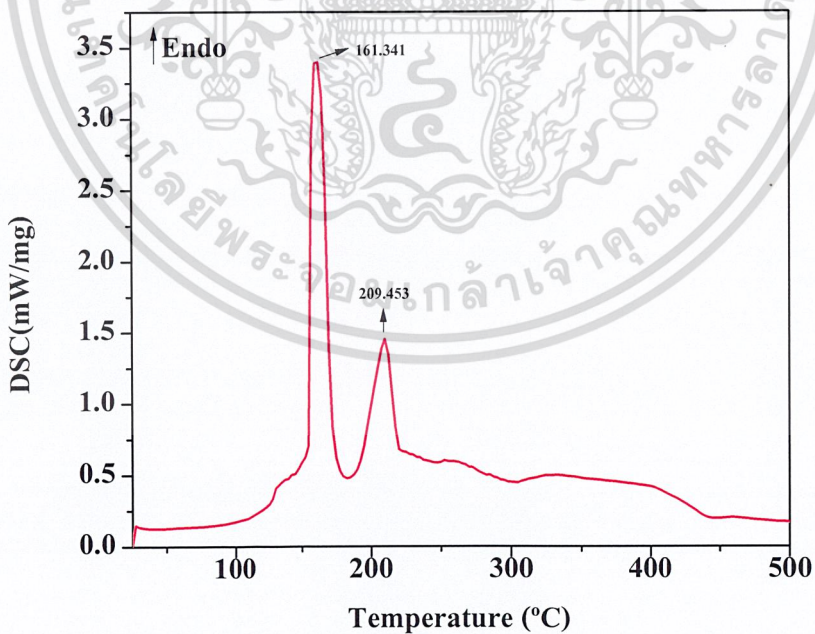


รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 mL H_2O + 10 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน



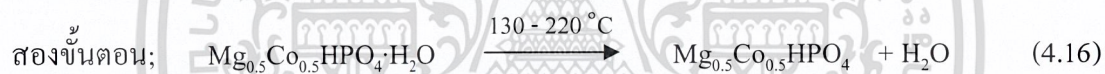
รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.9104 g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

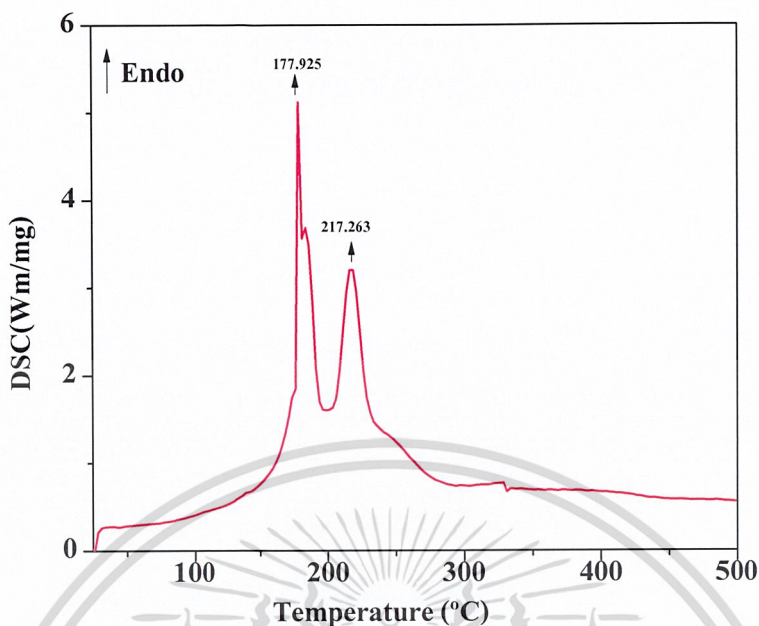
ตารางที่ 4.13 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$

$Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่ได้จาก	ข้อมูล				
	ขั้นตอนการ สลายตัว	อุณหภูมิการสลายตัว(°C)		ค่าเอนทาลปี (ΔH , J/g)	
		ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2	ขั้นที่ 1	ขั้นที่ 2
$MgSO_4 \cdot 7H_2O +$ $CoSO_4 \cdot 7H_2O$	2	178	217	222.4	152.9
$MgCl_2 \cdot 6H_2O +$ $CoCl_2 \cdot 6H_2O$	2	193	219	20.39	136.1
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O +$ $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	2	186	249	380	39.58

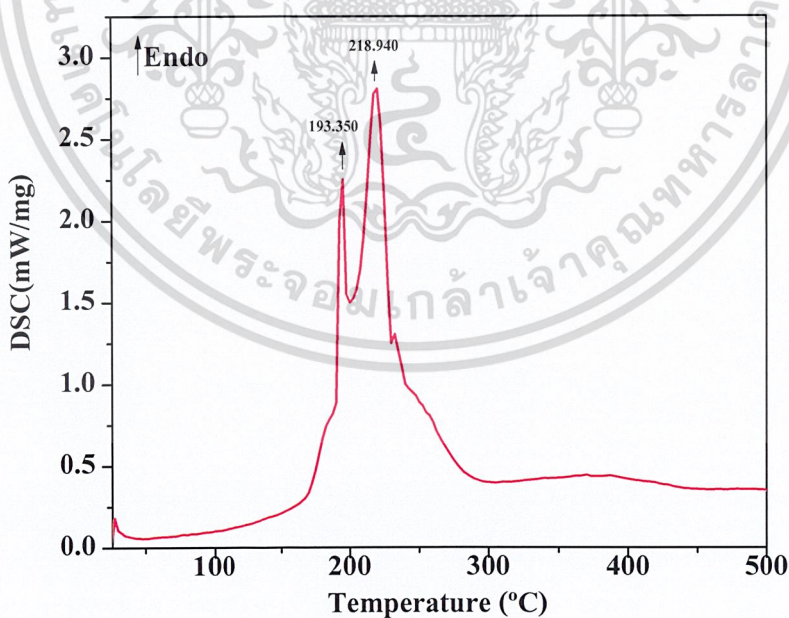
ขั้นตอนการสลายตัวของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดัง
สมการต่อไปนี้



สำหรับเทอร์โมแกรมของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ตัว แสดงดังรูปด้านล่าง

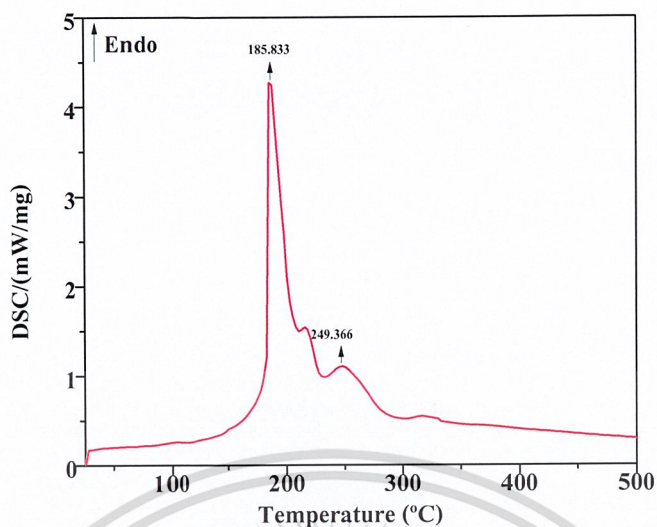


รูปที่ 4.8 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.4671 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ + 2.8110 g $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 K min^{-1}$ ในแก๊สไนโตรเจน

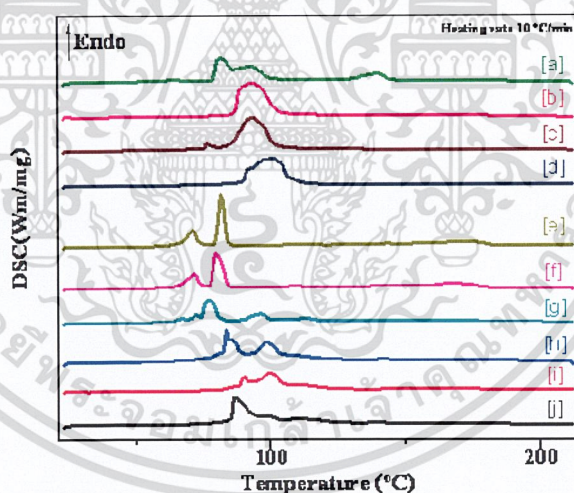


รูปที่ 4.9 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.0330 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ + 2.3793 g $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ + 25 mL H_2O + 20 mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย $NaOH$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 K min^{-1}$ ในแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 2.5641 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 2.9104$ g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 25$ mL $H_2O + 20$ mL 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NaOH ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊สไนโตรเจน



รูปที่ 4.11 เทอร์โมแกรม DSC ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [b] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [c] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [d] g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [e] g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [f] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [g] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NH_4OH , [h] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O +$ g $CoSO_4 \cdot 7H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NH_4OH , [i] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O +$ g $CoCl_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH, [j] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O +$ g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 1.0$ M H_3PO_4 1.0 M NaOH

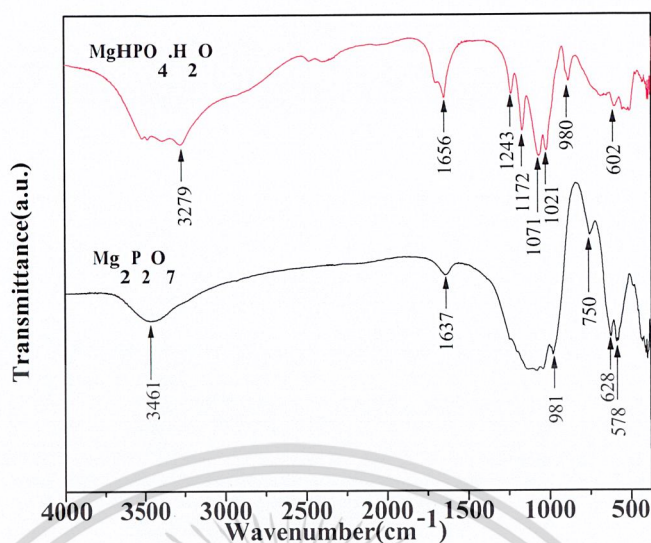
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ขออนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

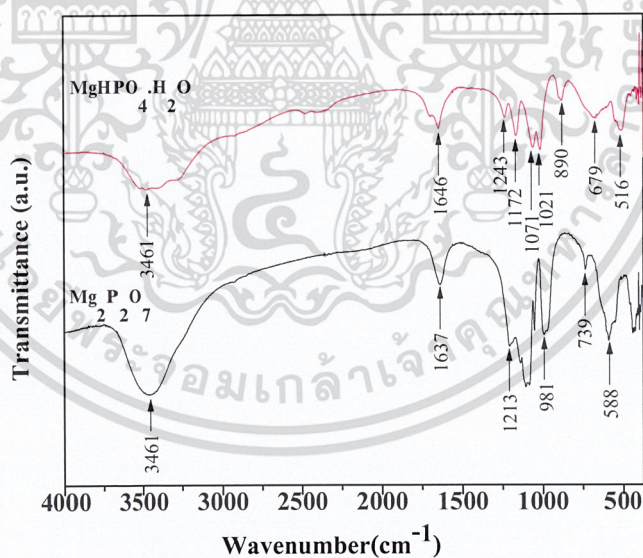
4.3.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร

ผลการบันทึกสเปกตรัม FTIR แสดงในรูปแบบที่ 4.12 – 4.21 สำหรับสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ MgCoP_2O_7 ตามลำดับ แบ่งการจำแนกรูปแบบการสั่นออกเป็น 3 รูปแบบการสั่น คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสั่น 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ (H_2O) ซึ่งรูปแบบการสั่นพื้นฐานของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์การสั่นที่ตำแหน่ง 300 – 500, 700 – 900, 1160 – 900, 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 ($\nu_{\text{OH}}, \text{HPO}_4^{2-}$), A band ($\nu_{\text{OH}}, \text{HPO}_4^{2-}$) และ ν_{OH} (ν_1 และ $\nu_3, \text{H}_2\text{O}$) ตามลำดับ ในขณะที่รูปแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น 3 รูปแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (ν_1), การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (ν_3) และการสั่นแบบโค้งงอ (ν_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3100 – 3146, 3200 – 3400, 1600 – 1700 cm^{-1} สำหรับแถบการสั่นและการจำแนกระบัพืดของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.14 – 4.16

สำหรับรูปแบบการสั่นของสารไพโรฟอสเฟต ที่มีหน่วยย่อยโครงสร้างเป็น $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ แอนไอออน จะประกอบไปด้วยรูปแบบการสั่น P – O stretching ที่ปรากฏในช่วง 1150 – 960 cm^{-1} แถบการสั่นปรากฏที่ 1000 – 1100, 1100 – 1200 และ 900 – 1000 cm^{-1} จำแนกเป็นรูปแบบการสั่นของ $\nu_{\text{sym}}(\text{PO}_2)$, $\nu_{\text{asym}}(\text{PO}_2)$ และ $\nu_{\text{sym}}(\text{POP})$ ตามลำดับ การปรากฏพิคที่ช่วง 400 – 230 cm^{-1} เป็นเอกลักษณ์การสั่นของ POP แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.17 – 4.19

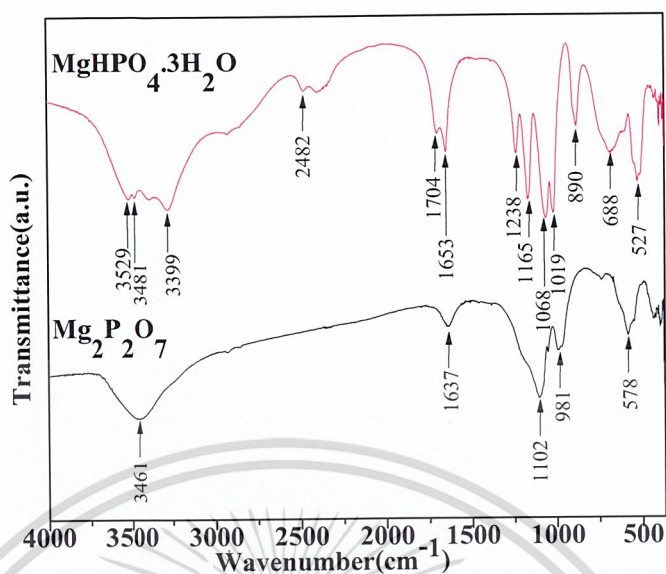


รูปที่ 4.12 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.4647 \text{ g MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

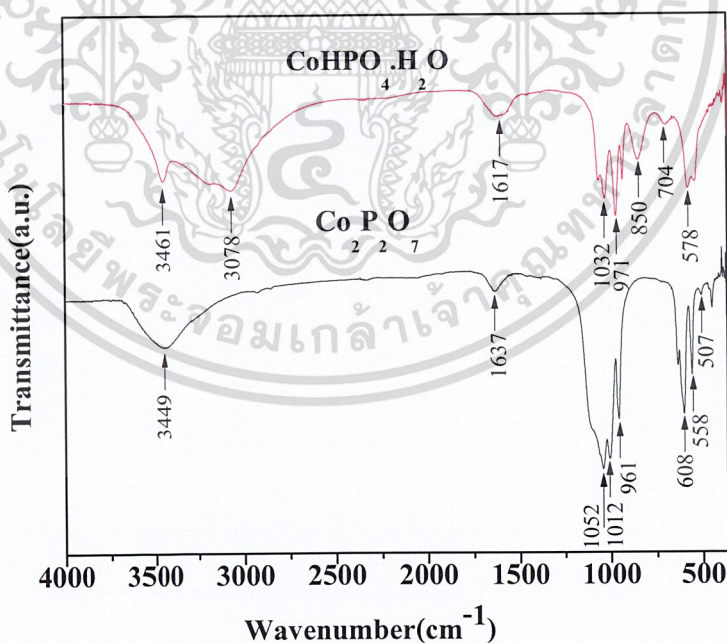


รูปที่ 4.13 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.0330 \text{ g MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

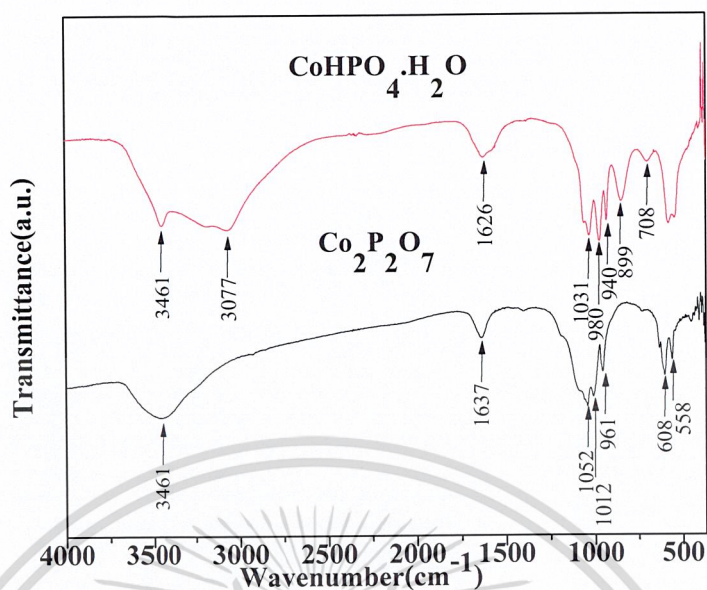


รูปที่ 4.14 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.5641 \text{ g Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

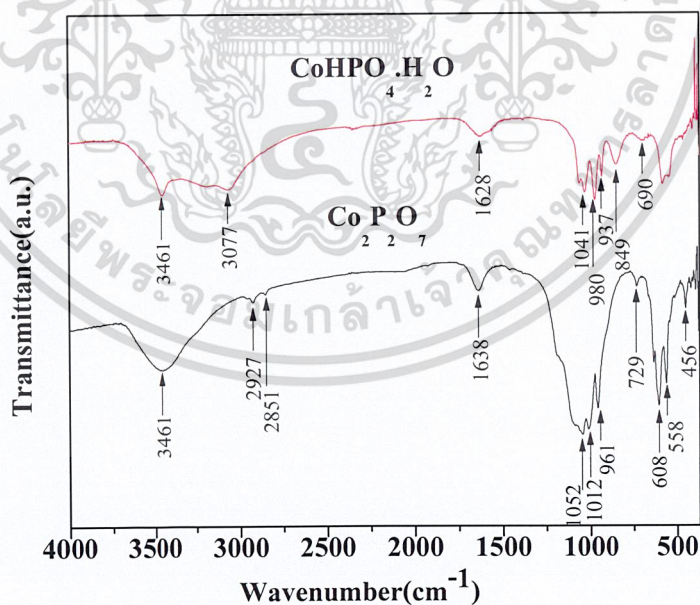


รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

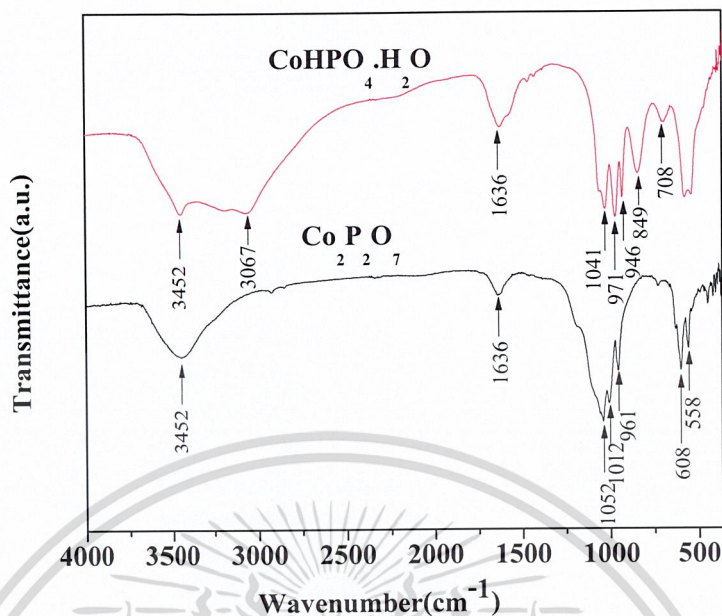


รูปที่ 4.16 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

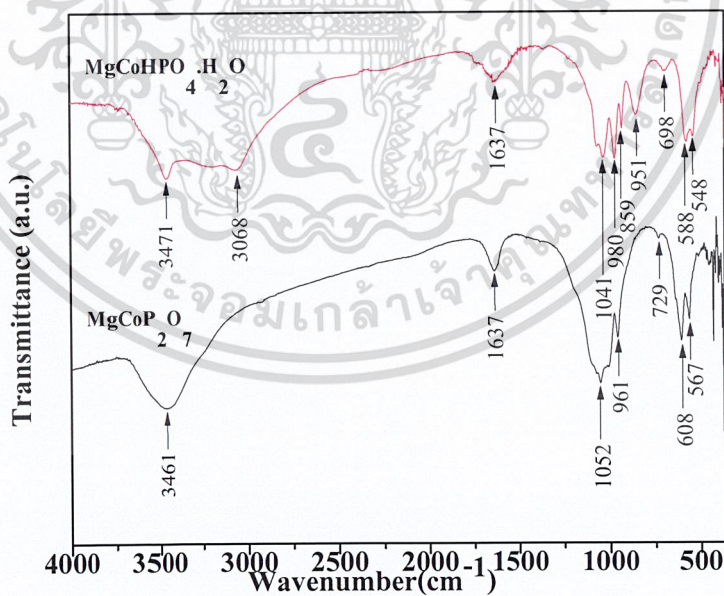


รูปที่ 4.17 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.9104 \text{ g Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

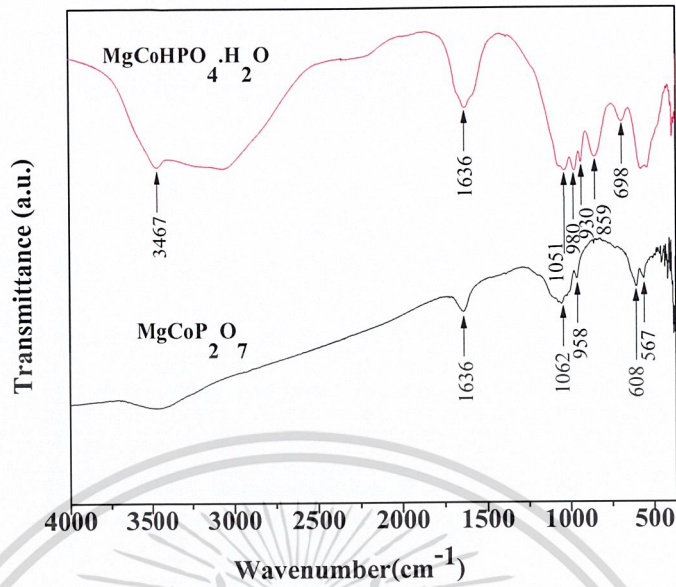


รูปที่ 4.18 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.9104 \text{ g Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

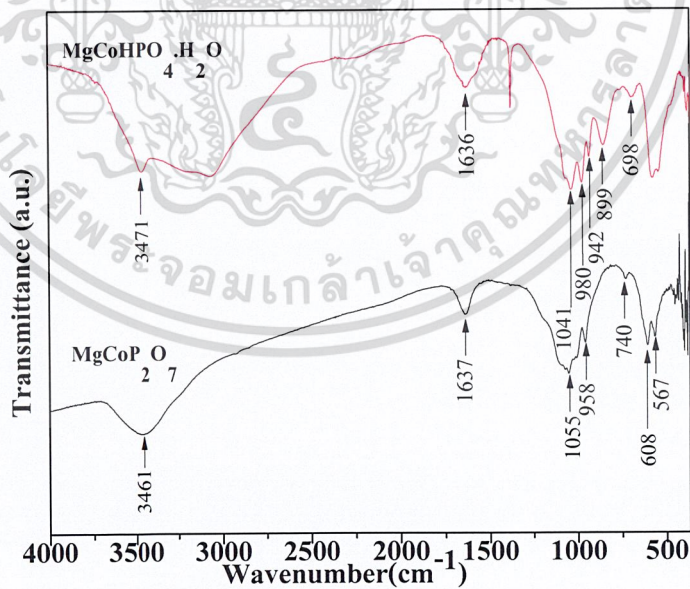


รูปที่ 4.19 สเปกตร้า FTIR ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.4671 \text{ g MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

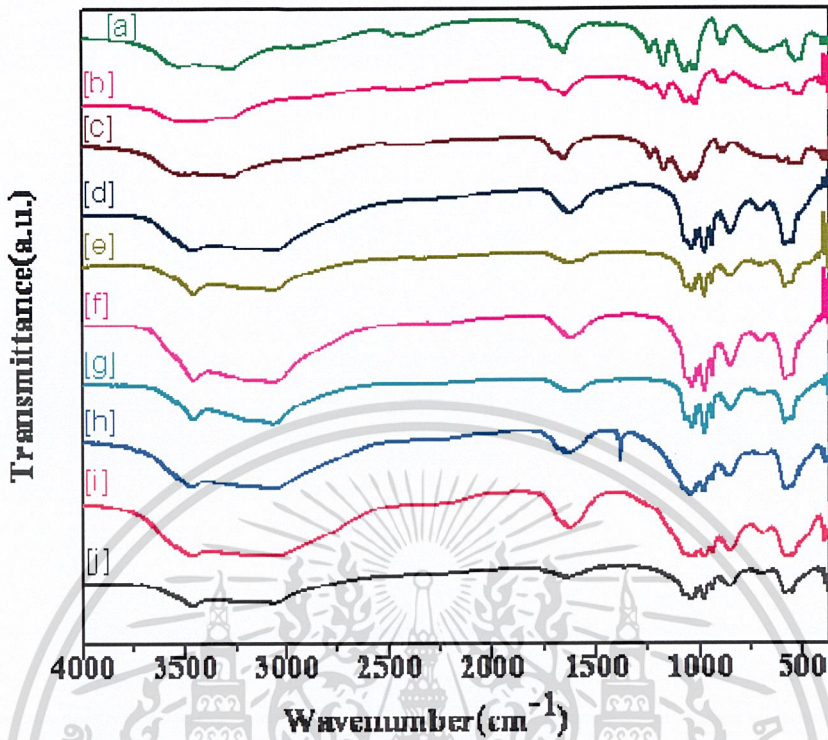


รูปที่ 4.20 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.0330 \text{ g MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH



รูปที่ 4.21 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{MgCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน MgCoP_2O_7 ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.5641 \text{ g Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 2.9104 \text{ g Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 25 \text{ mL H}_2\text{O} + 20 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

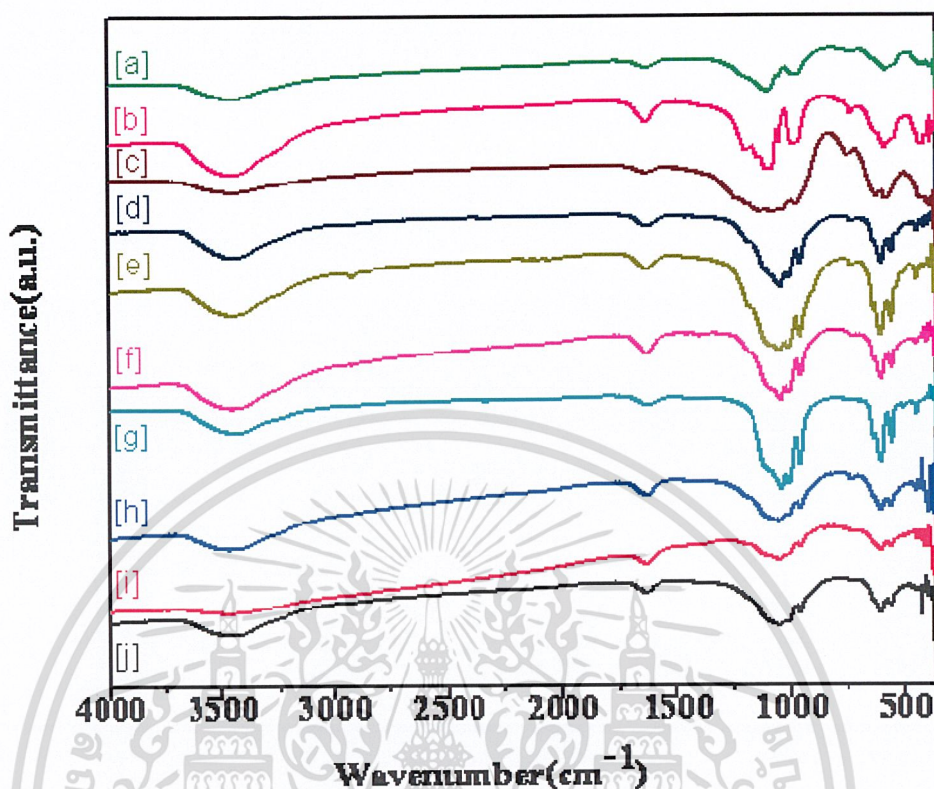
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.22 สเปกตรัม FTIR ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [b] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0M NaOH pH6, [c] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH7, [d] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NH_4OH pH6, [e] g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [f] g $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [g] g $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [h] g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [i] g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ + g $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ + 1.0 M H_3PO_4 1.0 M NaOH pH6, [j] g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ + g $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ + 1.0M H_3PO_4 1.0M NH_4OH pH6

จากรูปที่ 4.22 แสดงสเปกตรัม FTIR ของสารที่สังเคราะห์ได้รวมทั้งหมด 10 ตัว พบว่ามีแถบการสั่นของ Hydrogen Phosphate Anion (HPO_4^-) กับ H_2O เหมือนกันกับที่ได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น แต่จะสังเกตเห็นว่าที่ สเปกตรัม FTIR ของสารทวิโลหะแมกนีเซียม (II) โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ที่เตรียมจากสารตั้งต้น $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ นั้น มีพีคปรากฏที่เลขคลื่นประมาณ $1300 - 1400 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคของ NO_3^- สาเหตุที่มีพีคนี้ปรากฏขึ้นก็เนื่องมาจากการล้างสารตั้งต้นออกไม่หมดในขั้นตอนการเตรียมสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.23 สเปกตรัม FTIR ของสาร MgCoP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [b] g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [c] g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH7}$, [d] g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH pH6}$, [e] g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [f] g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [g] g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [h] g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{g Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [i] g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NaOH pH6}$, [j] g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH pH6}$

จากรูปที่ 4.23 แสดงสเปกตรัม FTIR ของสารที่สังเคราะห์ได้รวมทั้งหมด 10 ตัว พบว่ามีแถบการสั่นของสารโลหะฟอสเฟต เหมือนกันกับที่ได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.14 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \text{ - NaOH}$	ระบบการเตรียมสาร $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ - NaOH}$	ระบบการเตรียมสาร $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ - NaOH}$	
		3529	$\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$
3279			$\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$
	3461	3481	$\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$
		3399	$\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$
		2482	B band
		1704	C band
1656	1646	1653	$\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
1243	1243	1238	$\text{V}(\text{PO}_3)$
1172	1172	1165	$\text{V}(\text{PO}_3)$
1071	1071	1068	$\text{V}(\text{PO}_3)$
1021	1021	1019	$\text{V}(\text{PO}_3)$
980			$\delta(\text{POH})$
	890	890	$\gamma(\text{POH})$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.15 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$				Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ - NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ - NH_4OH	
3461	3461	3461	3452	$\nu_3(\text{H}_2\text{O})$
3078	3077	3077	3067	A band
1617	1626	1628	1636	$\nu_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
1032	1031	1041	1041	$\nu(\text{PO}_3)$
971	980	980	971	$\delta(\text{POH})$
	940	937	946	$\delta(\text{POH})$
850	899	849	849	$\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$
704	708		708	$\gamma(\text{POH})$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.16 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $MgSO_4 \cdot 7H_2O +$ $CoSO_4 \cdot 7H_2O - NH_4OH$	ระบบการเตรียมสาร $MgCl_2 \cdot 6H_2O +$ $CoCl_2 \cdot 6H_2O - NaOH$	ระบบการเตรียมสาร $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O +$ $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O - NaOH$	
3471	3467	3471	$V_3(H_2O)$
3068			A band
1637	1636	1636	$V_2(H_2O)$ or C band
1041	1051	1041	$V(PO_3)$
980	980	980	$\delta(POH)$
951		942	$\delta(POH)$
859	930	899	$V(PO_2(OH))$
	859		$V(PO_2(OH))$

ตารางที่ 4.17 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $Mg_2P_2O_7$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $Mg_2P_2O_7$			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $MgSO_4 \cdot 7H_2O - NaOH$	ระบบการเตรียมสาร $MgCl_2 \cdot 6H_2O - NaOH$	ระบบการเตรียมสาร $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O - NaOH$	
		1102	$V_{asym} PO_3$
981	981	981	$V_{asym} PO_3$
750	739		$V_s P-O-P$
628	588	578	δPO_3 & ρPO_3
578			δPO_3 & ρPO_3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.18 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$				Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ _ NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ _ NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ _ NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ _ NH_4OH	
1052	1052	1052	1052	$\nu_{\text{asym}} \text{PO}_3$
1012	1012	1012	1012	$\nu_{\text{asym}} \text{PO}_3$
961	961	961	961	$\nu_{\text{asym}} \text{PO}_3$
		729		$\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$
608	608	608	608	δPO_3 & ρPO_3
558	558	558		δPO_3 & ρPO_3
507		456		δPO_3 & ρPO_3

ตารางที่ 4.19 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร MgCoP_2O_7 โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นที่ต่างกัน

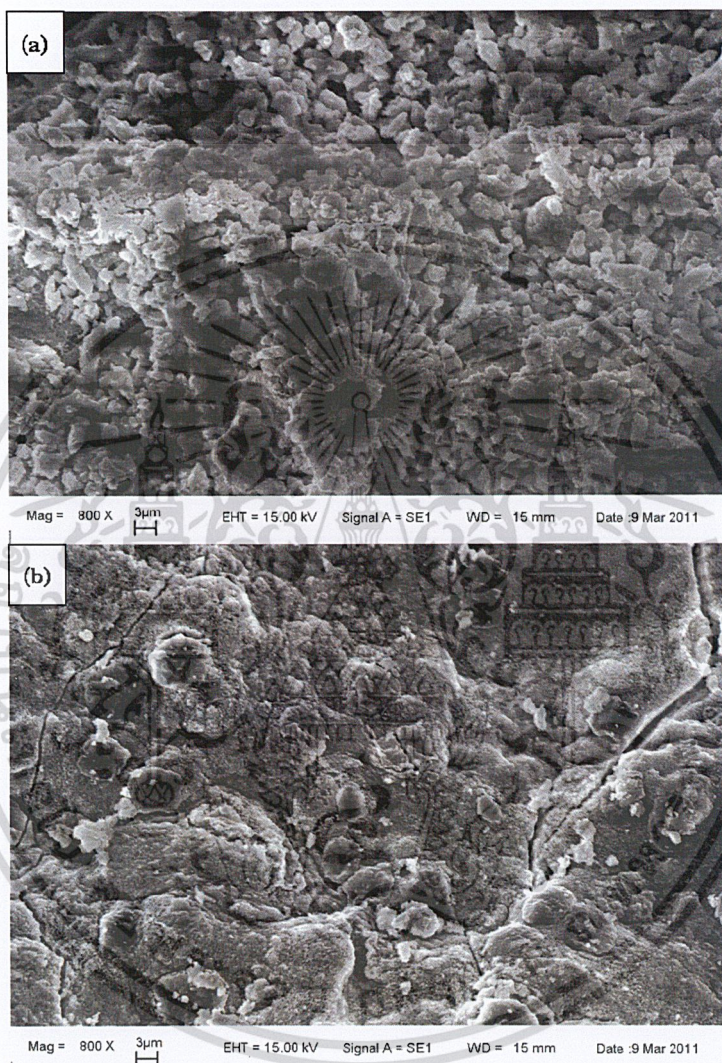
แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ MgCoP_2O_7			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} +$ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ _ NH_4OH	ระบบการเตรียมสาร $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} +$ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ _ NaOH	ระบบการเตรียมสาร $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} +$ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ _ NaOH	
1052	1062	1055	$\nu_{\text{asym}} \text{PO}_3$
961			$\nu_{\text{asym}} \text{PO}_3$
	958	958	$\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$
729		740	δPO_3 & ρPO_3
608	608	608	δPO_3 & ρPO_3
567	567	567	δPO_3 & ρPO_3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสาร

การตรวจสอบพฤติกรรมทางสัณฐานวิทยาของสารที่เตรียมขึ้นได้และอนุพันธ์ทางความร้อนของสารทั้งหมดแสดงดังภาพในรูปที่ 4.24 – 4.33 สำหรับสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ และ MgCoP_2O_7 ตามลำดับ



รูปที่ 4.24 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.4647 \text{ g MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.24 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน แสดงการจับรวมตัวกันของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่นจำนวนเล็กน้อย ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่มีรูปแบบแน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.25 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.0330 \text{ g MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.25 รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นแฉกทั้งขนาดเล็กและใหญ่ คล้ายดอกเข็ม ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงสัณฐานที่เป็นแฉก ลักษณะคล้ายดอกเข็ม

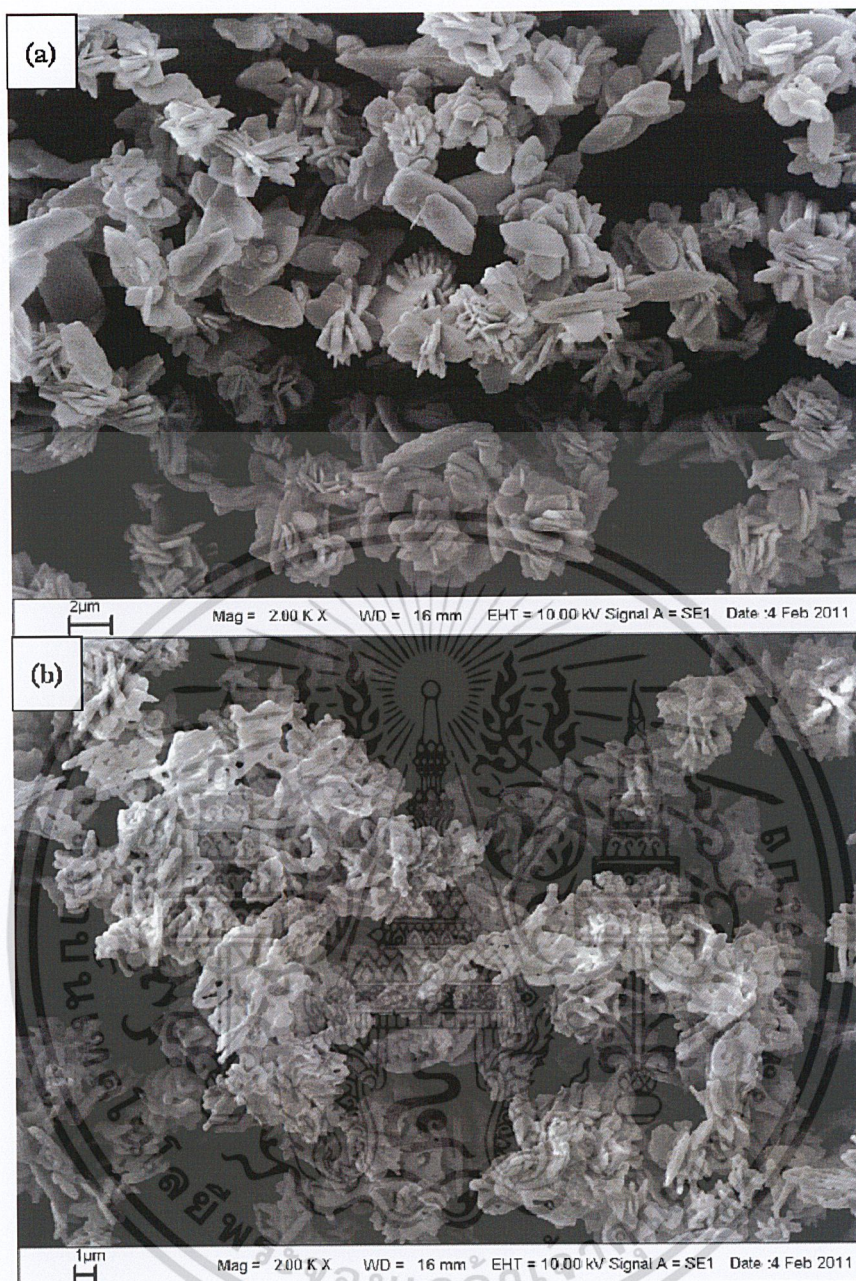
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.5641 \text{ g Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.26 รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นแฉกทั้งขนาดเล็กและใหญ่ คล้ายดอกเข็ม ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงสัณฐานที่เป็นแฉก ลักษณะคล้ายดอกเข็ม

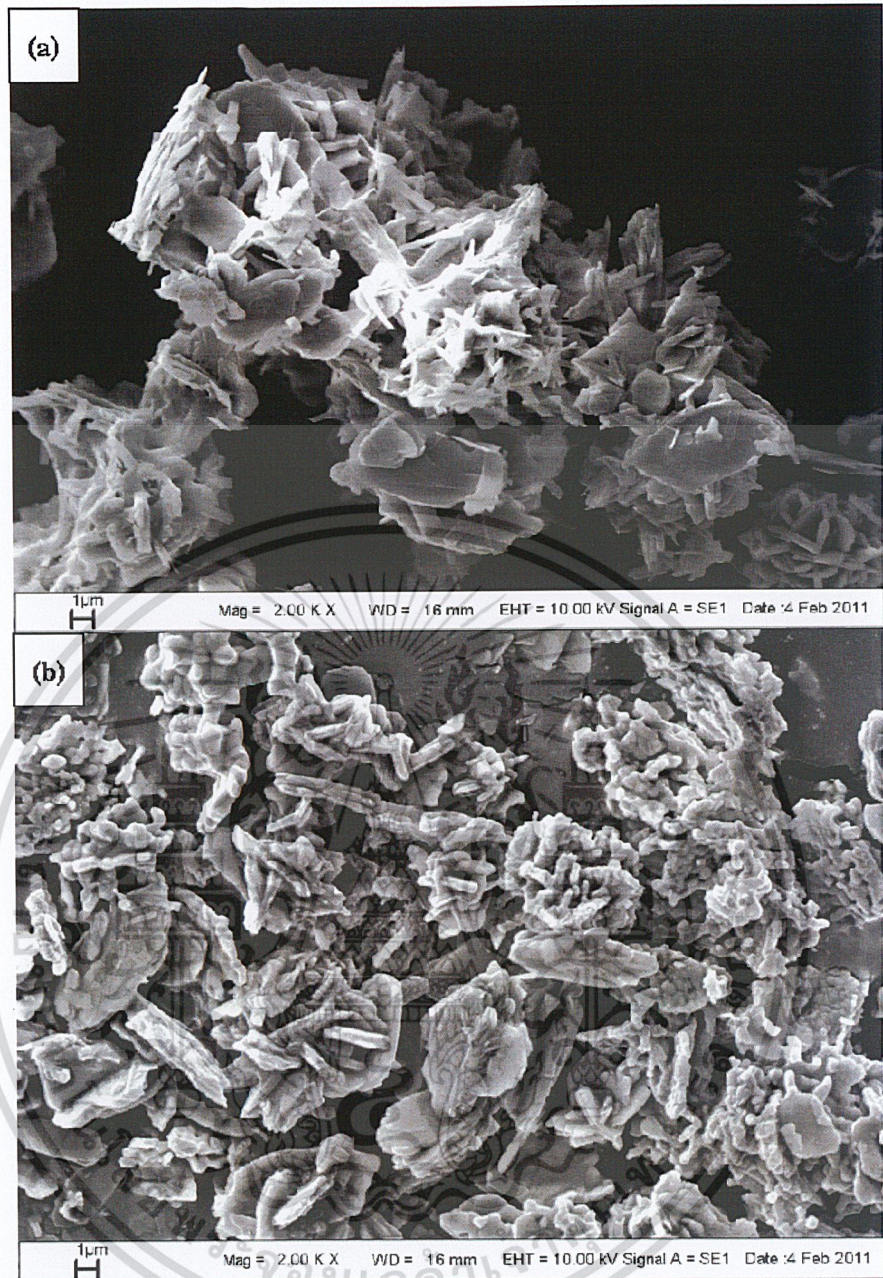
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.27 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.27 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวของความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่น ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนพร้อมมีรูพรุนบนพื้นผิว

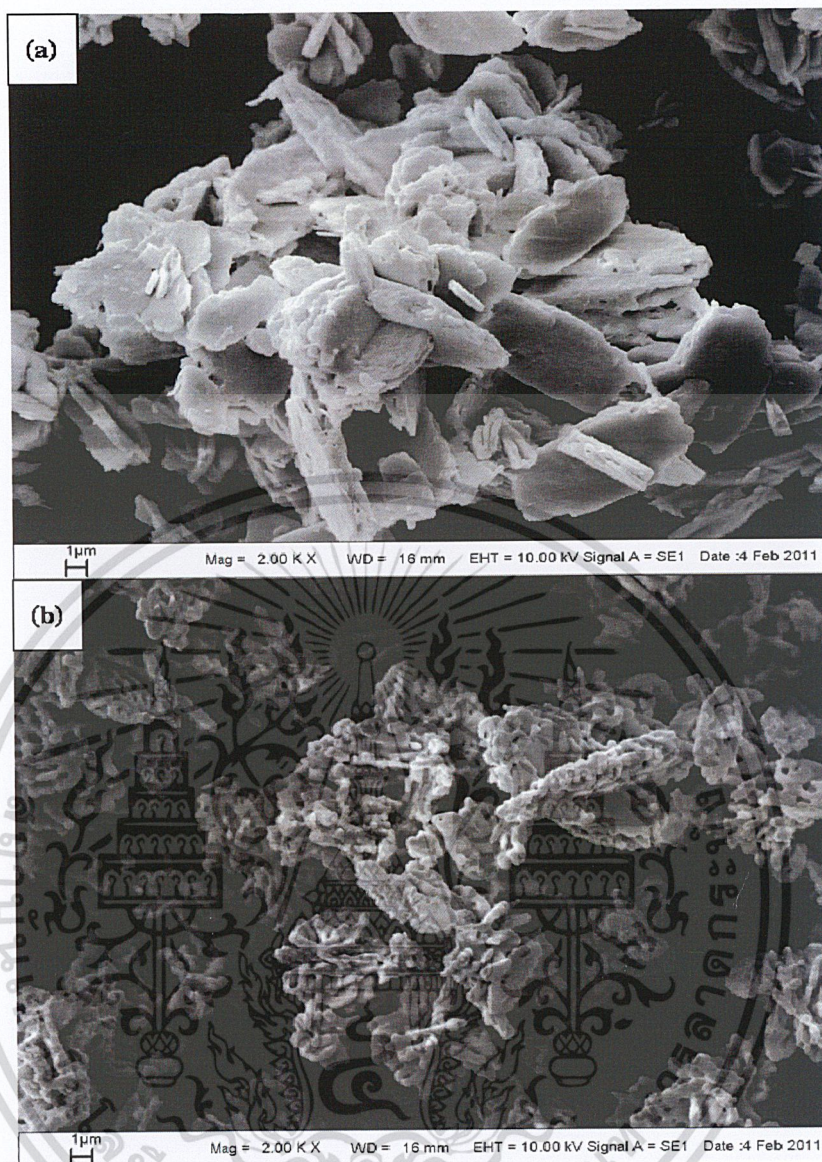
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.28 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.28 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่นและมีผิวเรียบ ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่

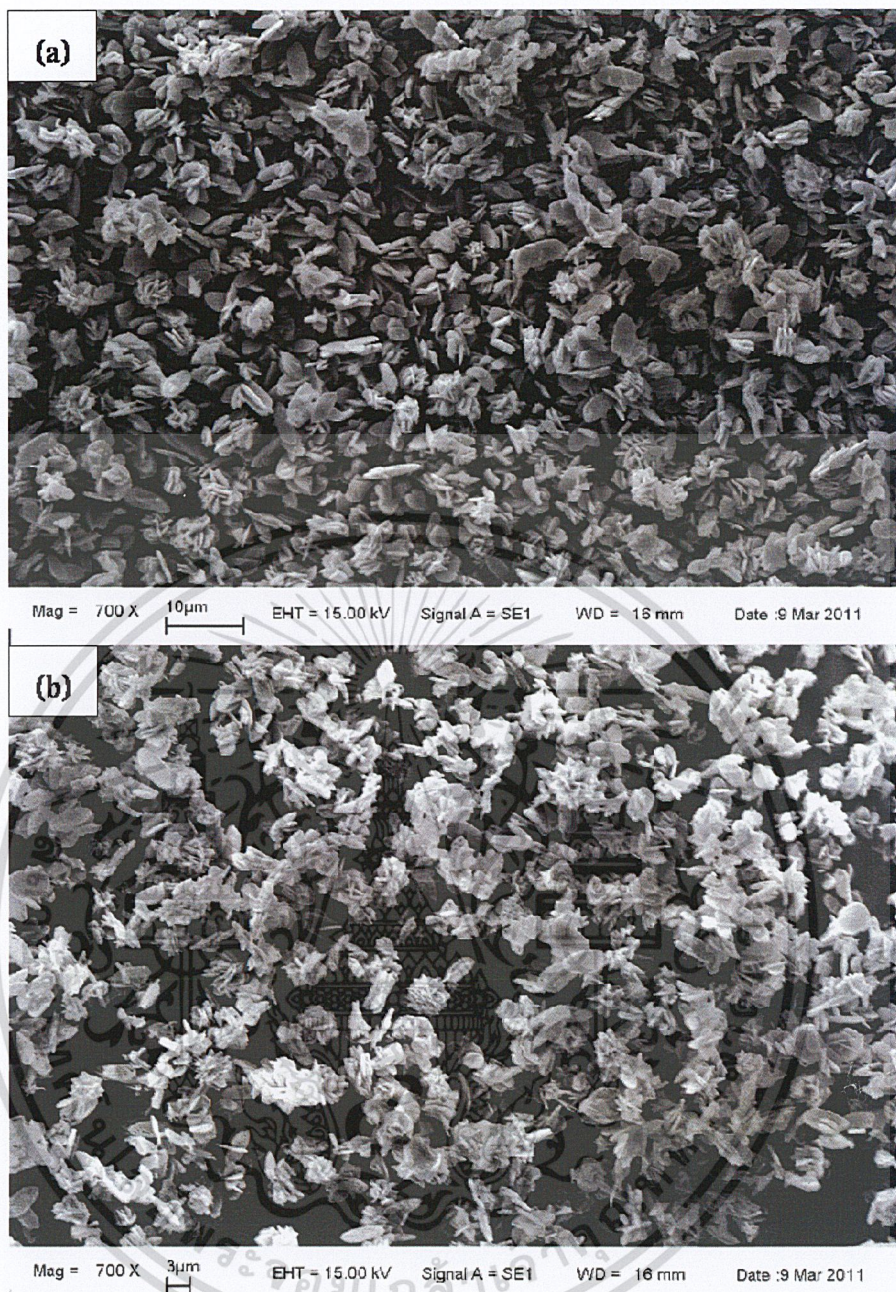
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.29 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.9104 \text{ g Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.29 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่นและมีผิวเรียบ ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่ พร้อมมีรูพรุนบนพื้นผิว

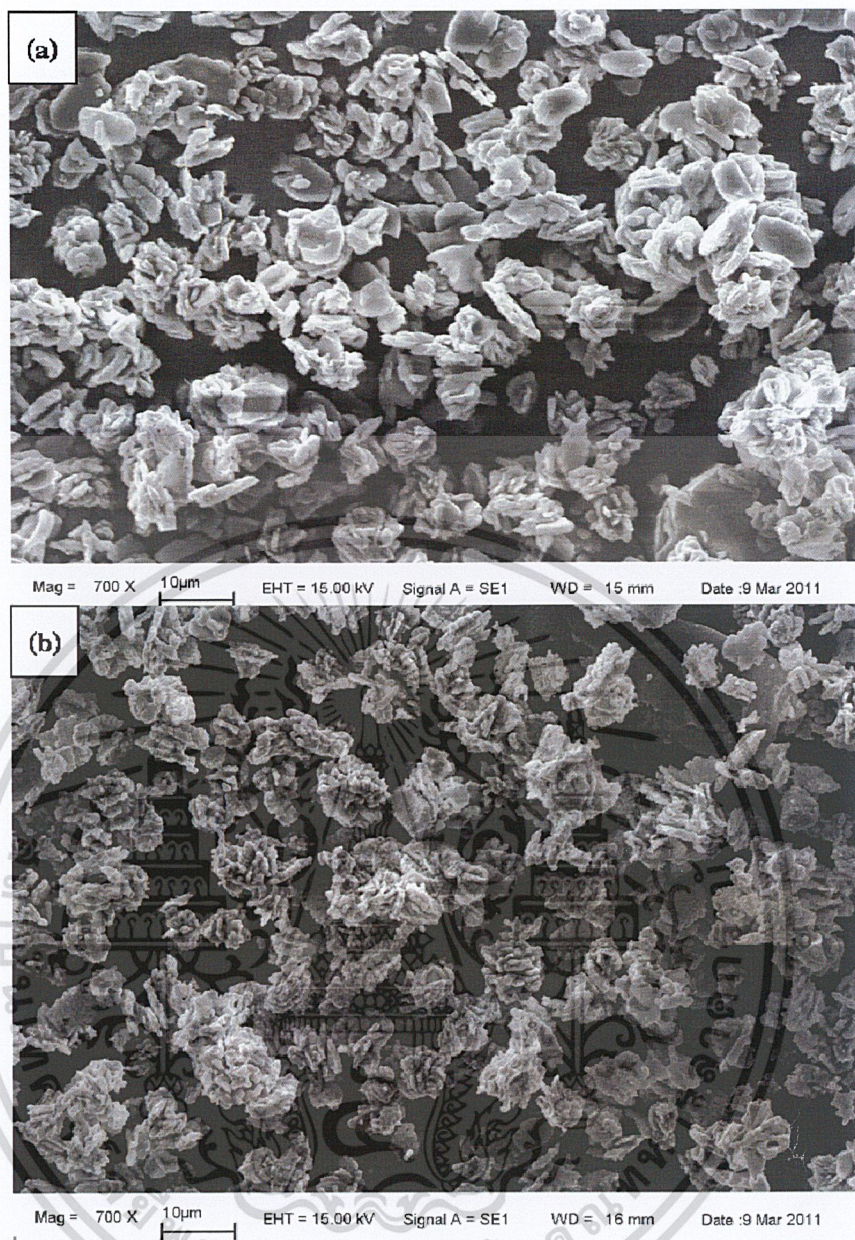
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.30 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.9104 \text{ g Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 10 \text{ mL H}_2\text{O} + 10 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ แสดงในรูปที่ 4.30 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่น ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อน

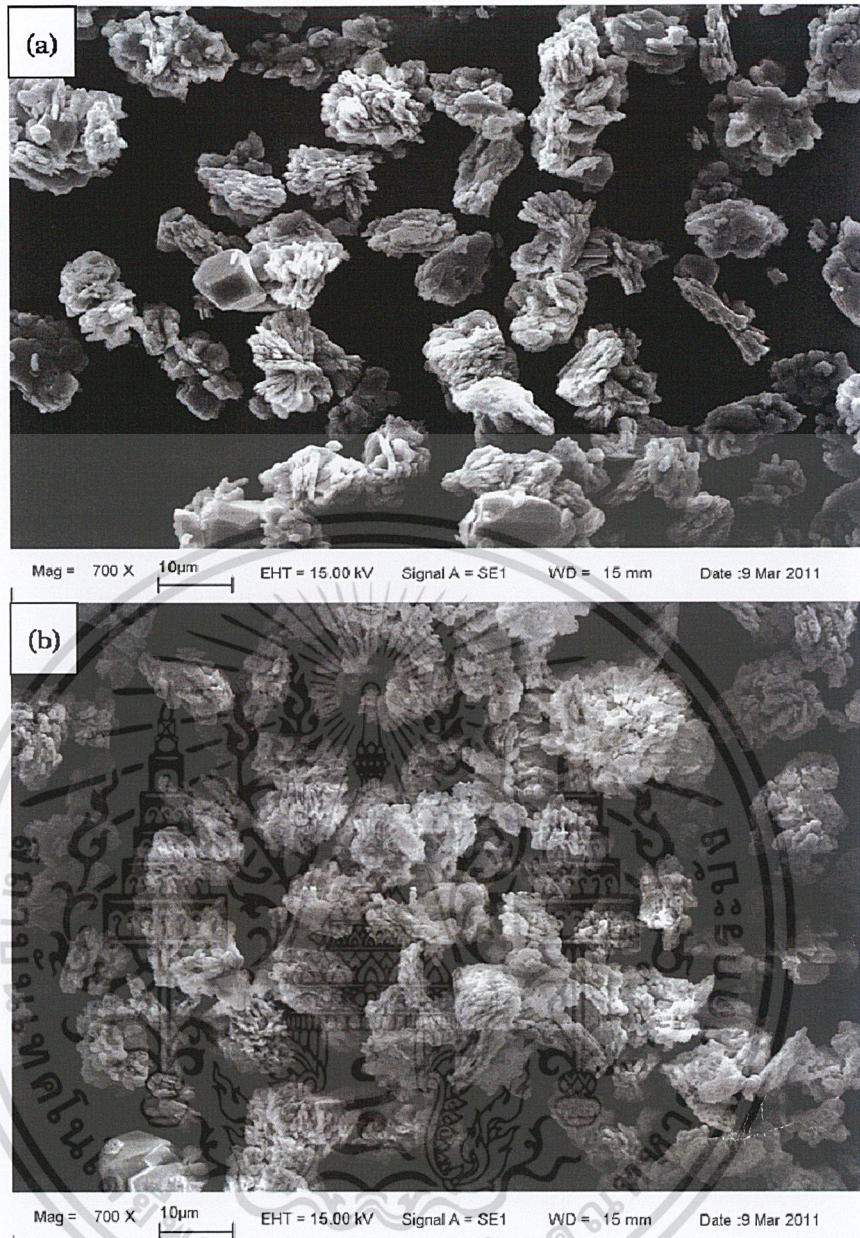
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.31 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $MgCoP_2O_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.4671 \text{ g } MgSO_4 \cdot 7H_2O + 2.8110 \text{ g } CoSO_4 \cdot 7H_2O + 25 \text{ mL } H_2O + 20 \text{ mL } 1 \text{ M } H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และ $MgCoP_2O_7$ แสดงในรูปที่ 4.31 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่นและมีผิวเรียบ ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $MgCoP_2O_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อน

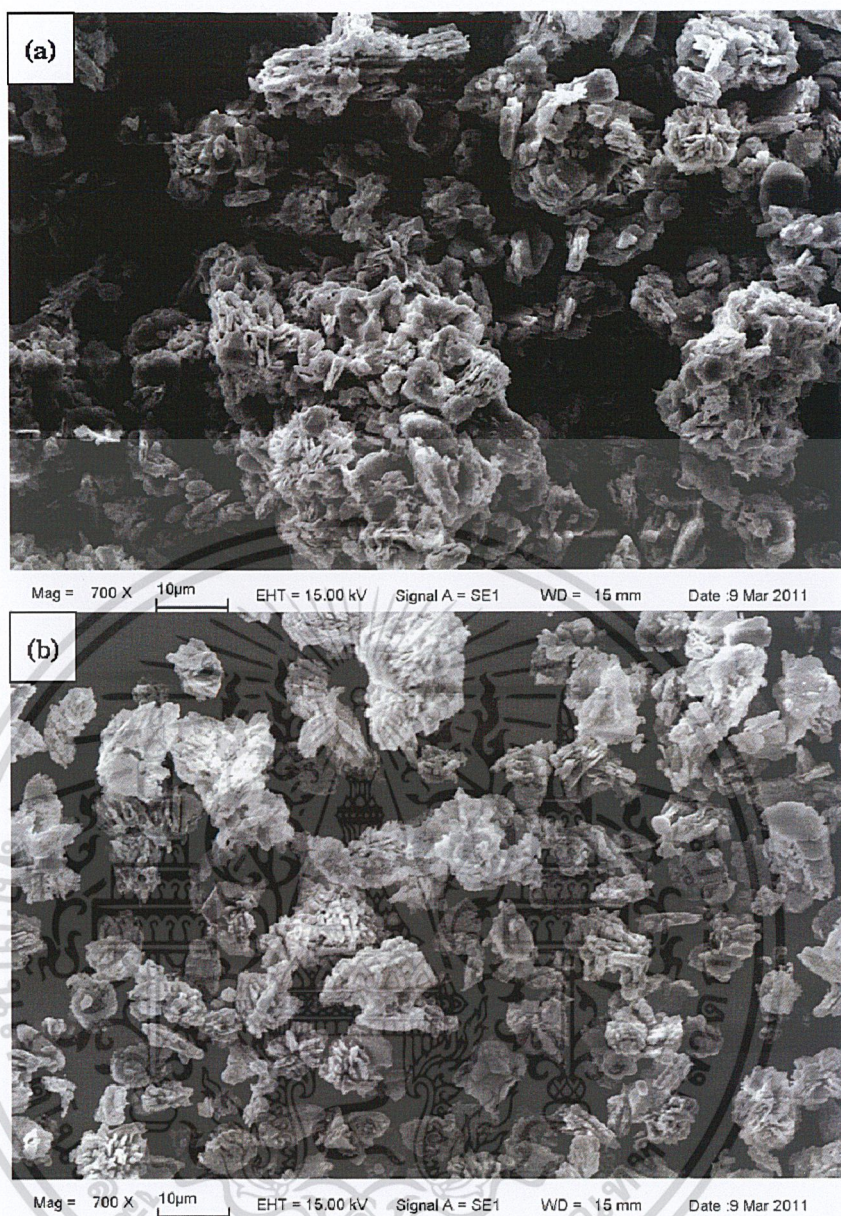
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.32 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $MgCoP_2O_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.0330 \text{ g } MgCl_2 \cdot 6H_2O + 2.3793 \text{ g } CoCl_2 \cdot 6H_2O + 25 \text{ mL } H_2O + 20 \text{ mL } 1 \text{ M } H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และ $MgCoP_2O_7$ แสดงในรูปที่ 4.32 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่น ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $MgCoP_2O_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่ และมีผิวขรุขระ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.33 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน $MgCoP_2O_7$ (b) ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $2.5641 \text{ g } Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 2.9104 \text{ g } Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + 25 \text{ mL } H_2O + 20 \text{ mL } 1 \text{ M } H_3PO_4$ ปรับ pH ด้วย NaOH

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และ $MgCoP_2O_7$ แสดงในรูปที่ 4.33 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอน ที่แสดงการจับกันรวมตัวของอนุภาคเป็นก้อนหนาแน่นและมีผิวขรุขระ ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $MgCoP_2O_7$ ก็แสดงรูปร่างสัณฐานที่ไม่แน่นอนที่จับรวมตัวกันเป็นก้อนใหญ่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการสังเคราะห์โลหะฟอสเฟต 3 ชนิด คือ $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$, $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ด้วยแหล่งของสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน โดยใช้แหล่งของแมกนีเซียมจาก $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และใช้แหล่งของโคบอลต์จาก $CoSO_4 \cdot 7H_2O$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$, $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ทำปฏิกิริยากับกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นสารตัวกลางในการปรับค่าพีเอชให้เท่ากับ 6 หรือ 7 ซึ่งถือว่าเทคนิคนี้เป็นเทคนิคในการสังเคราะห์สารที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้สารโลหะไฮดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้สลายตัวไปเป็นสารโลหะฟอสเฟต คือ $Mg_2P_2O_7$, $Co_2P_2O_7$ และ $MgCoP_2O_7$ และนำสารที่สังเคราะห์ได้รวม 10 ชนิดไปตรวจสอบองค์ประกอบและเอกลักษณ์ของสารผ่านเทคนิคต่างๆ เพื่อระบุสูตร โครงสร้างของโมเลกุลของสารทั้ง 10 ชนิด ซึ่งสูตรโมเลกุลได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น โดยในขั้นตอนการสลายตัวทางความร้อนของสารพบว่าเกิดปฏิกิริยาคูดความร้อน สำหรับร้อยละผลผลิตของ $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$, $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ อยู่ที่ประมาณ 41-99 % ส่วนสารกลุ่ม $Mg_2P_2O_7$, $Co_2P_2O_7$ และ $MgCoP_2O_7$ มีร้อยละผลผลิตอยู่ที่ประมาณ 33-97 %

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทั้ง 10 ตัวที่สังเคราะห์ขึ้นได้เรียงลำดับการวิเคราะห์คือ เริ่มต้นด้วยการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบของโลหะด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) จากนั้นตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารด้วยเทคนิคการวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริเมทรี (DSC) ต่อด้วยตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และสุดท้ายตรวจสอบรูปร่างสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของโลหะ

เทคนิค AAS ถูกใช้เพื่อตรวจหาปริมาณโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารที่สังเคราะห์ได้คือ $0.51 \leq x \leq 0.54$ สำหรับสาร $Mg_{1-x}Co_xHPO_4 \cdot H_2O$ และ $0.91 \leq y \leq 0.97$ สำหรับสาร $Mg_{2-y}Co_yP_2O_7$ สังเกตเห็นได้ว่า สูตรทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้มีค่าใกล้เคียงกับสูตรทางทฤษฎีที่กำหนดไว้คือ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ สำหรับสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และ $MgCoP_2O_7$ สำหรับสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต

5.2.2 สรุปผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

สารสามชนิด คือ $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$, $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีสูตรคล้ายๆ กัน ทำให้พฤติกรรมทางความร้อนและกลไกการสลายตัวทางความร้อนมีลักษณะเหมือนกัน กล่าวคือ สาร $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ มีขั้นการสลายตัวไปเป็น $Mg_2P_2O_7$ สามขั้นตอน คือขั้นตอนที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 150-210 °C ขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 210- 250 °C และขั้นที่สามอุณหภูมิประมาณ 250 – 330 °C , สาร $CoHPO_4 \cdot H_2O$ มีขั้นการสลายตัวไปเป็น $Co_2P_2O_7$ สองขั้นตอน คือขั้นแรกที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 150-190 °C และขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 190-250 °C ส่วนสาร $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีขั้นการสลายตัวไปเป็น $MgCoP_2O_7$ สองขั้นตอน คือ ขั้นแรกที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ 130-220 °C และขั้นที่สองที่อุณหภูมิ ประมาณ 220-250 °C ซึ่งการสลายตัวทางความร้อนที่เกิดขึ้น 2 ขั้นตอนนี้ อธิบายได้ว่าในขั้นตอนที่แรกเกิดการสูญเสียน้ำภายในโครงสร้างที่เรียกว่า “ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration reaction)” และในขั้นที่สองเกิดการสูญเสียน้ำเนื่องจากการสลายตัวของไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไอออนแล้วเกิดการควบรวมโมเลกุลของฟอสเฟต ที่เรียกว่า “deprotonated hydrogen phosphate reaction and polycondensation reaction”

5.2.3 สรุปผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน

สำหรับสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้ 10 ตัว คือ $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$ และ $Mg_2P_2O_7$, $CoHPO_4 \cdot H_2O$ และ $Co_2P_2O_7$, $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ และ $MgCoP_2O_7$ มีเอกลักษณ์ของการสั่นแบ่งเป็นการจำแนกการสั่นออกเป็น 3 รูปแบบการสั่น คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสั่น 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ (H_2O) ซึ่งรูปแบบการสั่นพื้นฐานของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์การสั่นที่ตำแหน่ง 300 – 500, 700 – 900, 1160 – 900, 840 – 930, 1000 – 1200, 2300 – 2400, 2800 – 3120 และ 3200 – 3500 cm^{-1} แจกชนิดแถบการสั่นคือ $\delta(PO_3)$, $\gamma(POH)$, $\delta(POH)$, $\nu(PO_2(OH))$, $\nu(PO_3)$, B band (ν_{OH}, HPO_4^{2-}), A band (ν_{OH}, HPO_4^{2-}) และ ν_{OH} (ν_1 และ ν_3, H_2O) ตามลำดับ ในขณะที่รูปแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น 3 รูปแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (ν_1), การสั่นแบบเอกซารันเป็นเอกซารันที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ยึดหดแบบอสมมาตร (V_3) และการสั่นแบบโค้งงอ (V_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3100 – 3146, 3200 – 3400, 1600 – 1700 cm^{-1} สำหรับรูปแบบการสั่นของสารไพโรฟอสเฟต ที่มีหน่วยย่อยโครงสร้างเป็น $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ แอนไอออน จะประกอบไปด้วยรูปแบบการสั่น P – O stretching ที่ปรากฏในช่วง 1150 – 960 cm^{-1} แถบการสั่นปรากฏที่ 1000 – 1100, 1100 – 1200 และ 900 – 1000 cm^{-1} จำแนกเป็นรูปแบบการสั่นของ $V_{\text{sym}}(\text{PO}_3)$, $V_{\text{asym}}(\text{PO}_3)$ และ $V_{\text{sym}}(\text{POP})$ ตามลำดับ การปรากฏพีกในช่วง 400 – 230 cm^{-1} เป็นเอกลักษณ์การสั่นของ POP

5.2.4 สรุปผลการตรวจสอบรูปร่างลักษณะพื้นฐานวิทยา

สำหรับผลการวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดมีขนาดอนุภาคแตกต่างกัน และมีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีพื้นผิวขรุขระ ลักษณะคล้ายดอกเข็ม และมีลักษณะเป็นรูพรุน ไม่มีรูปแบบพื้นฐานที่แน่นอน โดยสาเหตุน่าจะเนื่องจากเทคนิคการเตรียมที่ใช้เวลารวดเร็ว ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาค

5.3 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมสารขึ้น 2 กลุ่ม ๆ ละ 3 ตัว ได้แก่ $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และสารอนุพันธ์ที่หาความร้อน $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ MgCoP_2O_7 โดยมีข้อเสนอแนะดังนี้

5.3.1 ในขั้นตอนการซังสาร ควรจดน้ำหนักสารหลังจากซังไปแล้วสืบวินาทีทุกครั้ง เนื่องจากเครื่องซังไม่ได้มาตรฐานจึงต้องซังสารให้มีความถูกต้องที่สุด

5.3.2 ในขั้นตอนการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ในการปรับค่าพีเอช (pH) ไม่ควรหยุดเร็วเกินไป เนื่องจากอาจทำให้ไม่ได้ค่าพีเอชตามที่ต้องการ เมื่อหยุดแล้วควรรอให้ค่าพีเอชหยุดนิ่งถึงทำการหยุดครั้งต่อไป เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้มีความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด

5.3.3 ในขั้นตอนการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต เมื่อได้ค่าพีเอชตามที่ต้องการแล้วควรปั่นกวนสารก่อนนำไปกรองประมาณ 5 นาที เพื่อให้เกิดการตกตะกอนสมบูรณ์ และทำให้ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอ จากนั้นค่อยนำไปกรอง

5.3.4 ในขั้นตอนการกรองตะกอนควรเลือกใช้กระดาษกรองขนาด 2C เนื่องจากมีขนาดรูพรุนที่เหมาะสมที่ไม่ทำให้ตะกอนที่กรองตกลงไปยังบุษเนอร์

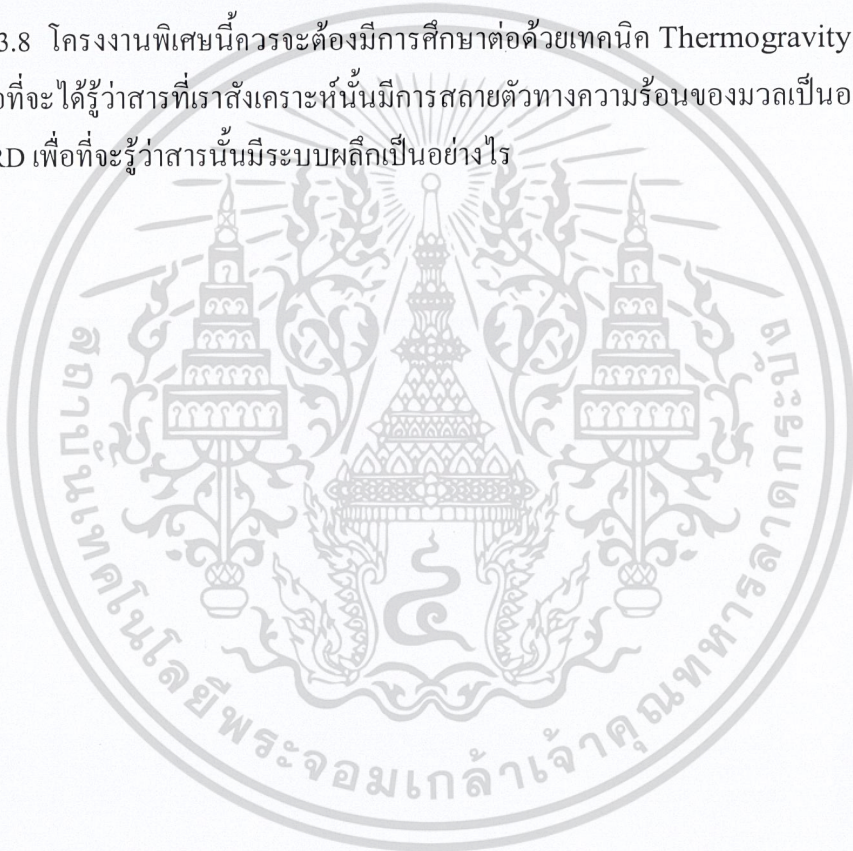
5.3.5 เมื่อกรองได้ตะกอนของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตแล้ว ไม่ควรนำเข้าเตาอบ ให้ทิ้งสารให้แห้งที่อุณหภูมิห้องและเก็บสารที่สังเคราะห์ได้ไว้ในโถสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3.6 ขนาดตะกอนของสารแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($MgHPO_4 \cdot H_2O$) มีขนาดเล็กกว่าขนาดรูของกระดาษกรองจึงทำให้ตะกอนสามารถผ่านกระดาษกรองไปได้ ค่าร้อยละผลผลิตที่ได้จึงมีค่าน้อยกว่าที่ควรจะเป็น ดังนั้นควรจะใช้กระดาษกรองที่มีขนาดรูที่เล็กกว่านี้ หรืออาจจะตั้งสารทิ้งไว้ 1 คืน แล้วค่อยนำมากรอง จะทำให้ได้ร้อยละผลผลิตที่สูงขึ้น

5.3.7 สารทวิโลหะแมกนีเซียม (II) โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตที่เตรียมจากสารตั้งต้น $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ จะพบว่ามี NO_3^- หลงเหลืออยู่ ซึ่งเกิดจากการล้างสารตั้งต้นออกไม่หมด และสามารถกำจัดออกได้ด้วยการล้างด้วยน้ำกลั่น โดยสามารถตรวจสอบได้ว่ามี NO_3^- เหลืออยู่หรือไม่ ด้วยการใช้อิออนเลือกอิเล็กโทรด ชนิด Nitrate electrode หรืออาจจะใช้ Nitrate Test kit ทดสอบก็ได้

5.3.8 โครงการพิเศษนี้ควรจะต้องมีการศึกษาต่อด้วยเทคนิค Thermogravimetry Analysis (TGA) เพื่อที่จะได้รู้ว่าสารที่เราสังเคราะห์นั้นมีการสลายตัวทางความร้อนของมวลเป็นอย่างไร และเทคนิค XRD เพื่อที่จะรู้ว่าสารนั้นมีระบบผลึกเป็นอย่างไร



เอกสารอ้างอิง

- [1] Banjong Boonchom. Synthesis, Kinetics and Thermodynamics of Thermal Decomposition of Metal Phosphate Hydrates.
- [2] [Online]. Available : <http://www.regionnews.org/social/536-2010-08-04-15-02-40.html>
- [3] Sahar Mousa. 2010. Study on synthesis of Magnesium Phosphate Materials. Inorganic Chem. Dept. 24, 16-21.
- [4] Bensalem, A. and Iyer, G. 1995. Ambient Pressure and Temperature Synthesis of New Layered Magnesium Phosphate: $MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$. Journal of solid state chemistry., 114, 598-600.
- [5] Mhamed Sadiq, 2008. Mohammed Bensitel, Carole Lamonier and Jacques Leglise, ScienceDirect Solid State Sciences. 10, 598-600.
- [6] Boonchom, B. and Danvirutai, C. 2008. A simple synthesis and thermal decomposition kinetics of $MnHPO_4 \cdot H_2O$ rod-like microparticles obtained by spontaneous precipitation route. Journal of Optoelectronics and Advanced Materials. 10, 492 – 499.
- [7] Boonchom, B. and Danvirutai, C. 2008. Synthesis of $MnNiP_2O_7$ and Nonisothermal Decomposition kinetics of a New Binary $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ Precursor Obtained from a Rapid Coprecipitation at Ambient Temperature. Ind. Eng. Chem. Res., 47, 5976 – 5981.
- [8] V.N. Viter & P.G. Nagorny. 2009, Synthesis 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] [Online]. Available : <http://www.maceducation.com/e-knowledge/2412212100/16.html>
- [10] 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.
- [11] จุฑามาศ ทีประเสริฐ และ ณิชกมล นิธิมัย, TiO_2 Preparation by Sol-Gel Technique for VOCs removal from waste Air.
- [12] Michael Z.-C. Hu, V.K., E. Andrew Payzant, Claudia J. Rawn, Rodney D. Hunt Wetchemical. 2-14. Synthesis of monodispersed barium titanate particles hydrothermal conversion of TiO_2 microspheres to nanocrystalline $BaTiO$. Powder Technology. 110

- [13] ดร.บรรจง บุญชม. 2554. โครงการ การสังเคราะห์, จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ของ การสลายตัวทางความร้อนสารโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (สกว.),
- [14] Ming Xu, Y.-n.L., Yun-fei Liu, Shu-zhe Shi, Tong-sheng Qian, Dou-you Lu. Solvothermal synthesis of monosized spherical BaTiO₃ particles. Powder Technology. 161, 137–140.
- [15] Higuchi et al., 2003
- [16] [Online].Available : <http://psc.pbru.ac.th/CHEM/FTIR.htm>
- 23 [17] Xu, J., Gilson, D.F.R., & Butler, I.S. (1998). FT-Raman and high-pressure FT-infrared spectroscopic investigation of monocalcium phosphate monohydrate, Ca(H₂PO₄)₂·H₂O. Spectrochim. Acta., 54A, 1869-1878.
- 24 [18] Cory C. Pye and Margaretha R. Michels. 2004. An ab Initio Investigation of Hydrogen Phosphate ion Hydration. Journal of Analytical Sciences and Spectroscopy.
- [19] V. N. Viter and P. G. Nagorny, 2009. Synthesis and Study of Solid Solutions between Cobalt and Nickel Phosphates with Varied Degree of Anion Protonation. Journal of Applied Chemistry, 82, 935–93
- [20] Al-Zahrani, S.M., Elbashir, N.O., Abasaed, A.E. and Abdulwahed, M., 2000. Oxidative dehydrogenation of isobutane over pyrophosphates catalytic systems. Catalysis Letters. 69, 65–70.
- [21] [Online].Available : http://www.siint.com/en/products/thermal/EXSTAR6000_DSC.html
- [22] [Online].Available : http://www.merck-chemicals.co.th/the-analytical-principle/thai/c_K2eb.s1OFCYAAAE dye1RbT2M
- [23] [Online].Available : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>
- [24] [Online].Available : http://www.science.mju.ac.th/chemistry/download/t_tangkuaram/CH311-AAS-1-53.pdf
- [25] [Online].Available : <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>
- [26] [Online].Available : <http://www.mne.eng.psu.ac.th/webboard/viewtopic.php?f=7&t=51>
- [27] [Online].Available : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [28] Bensalem, A. and Iyer, G. 1995. Ambient Pressure and Temperature Synthesis of New Layered Magnesium Phosphate: $MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$. *Journal of solid state chemistry*. 114, 598-600.
- [29] Ayumu Onda, Shuhei Ogo, Koji Kajiyoshi, Kazumichi Yanagisawa, 2008. *Materials Letters*, 62, 1406-1409.
- [30] Boonchom, B. and Danvirutai, C. 2008. A simple synthesis and thermal decomposition kinetics of $MnHPO_4 \cdot H_2O$ rod-like microparticles obtained by spontaneous precipitation route. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*. 10, 492 – 499.
- [31] Mhamed Sadiq, 2008. Mohammed Bensitel, Carole Lamonier and Jacques Leglise, *ScienceDirect Solid State Sciences*. 10, 434-437.
- [32] Boonchom, B. and Danvirutai, C. 2008. Synthesis of $MnNiP_2O_7$ and Nonisothermal Decomposition kinetics of a New Binary $Mn_{0.5}Ni_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ Precursor Obtained from a Rapid Coprecipitation at Ambient Temperature. *Ind. Eng. Chem. Res.* 47, 5976 – 5981.
- [33] Viter, V.N. and Nagorny, P.G. 2009. Synthesis and Study of Solid Solutions between Cobalt and Nickel Phosphates with Varied Degree of Anion Protonation. *Journal of Applied Chemistry*. 82, 935–939.
- [34] Jiasheng Xu, Jie Zhang and Jianhua Qian, 2010. *Journal of Alloys and Compounds*. 494, 319-322.
- [35] Brandova D., Trojan M., Arnold M., Paulik F. and Paulik J., 1988. MECHANISM OF THE DEHYDRATION OF $CoHPO_4 \cdot 1.5H_2O$. *Journal of Thermal Analysis*. 34, 673-678.
- [36] Rabatin, J.G., Gale, R.H. and Neerik, A.E. 1960, The Mechanism and kinetics of the dehydration of calcium hydrogen phosphate dihydrate. *Dehydration of calcium hydroden phosphate dihydrate*. 491-493.

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณค่า hydrate (n)

$\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ เมื่อเผาแล้วจะได้เป็น $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$
($\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ได้จากกรัมของ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

น้ำหนักครุฑิเบิลเปล่า (W_1 /g)	=	32.6526	g.	
น้ำหนักครุฑิเบิล + $\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (W_2 /g)	=	33.6567	g.	
น้ำหนัก $\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (W_3 /g)	=	$W_2 - W_1$		
	=	$33.6567 - 32.6526$		
	=	1.0041	g.	
น้ำหนักหลังจากเผา (W_4 /g)	=	33.2876	g.	
น้ำหนักที่หายไป (W_5 /g)	=	$W_2 - W_4$		
	=	$33.6567 - 33.2876$		
	=	0.3691	g.	
น้ำหนัก $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (W_6 /g)	=	$W_4 - W_1$		
	=	$33.2876 - 32.6526$		
	=	0.6350	g.	
$\text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{700^\circ\text{C}} 0.5\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7 + (n+0.5)\text{H}_2\text{O}$				
น้ำหนักจากการทดลอง	1.0041	0.6350	0.3691	g.
มวลโมเลกุล (Mw)	X	222.62	18.000	g/mol
โมล $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	=	0.0029	mol	
$\frac{\text{โมล } \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{โมล } \text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}}$	=	0.5		
$\frac{0.0029}{\text{โมล } \text{MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}}$	=	0.5		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{โมล MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} = 0.0057 \text{ mol}$$

$$\text{มวลโมเลกุลของ MgHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} = \frac{1.0041}{0.0057}$$

$$= 176.010 \text{ g/mol}$$



มวลโมเลกุล (Mw)	176.010	222.62	18.000 g/mol
น้ำหนักจากการทดลอง	1.0041	0.6350	0.3691 g.
จำนวนโมล	0.0057	0.0029	0.0205 mol
หารด้วยโมลของ MgHPO ₄ ·nH ₂ O	1.00	0.5	3.59

$$n + 0.5 = 3.59$$

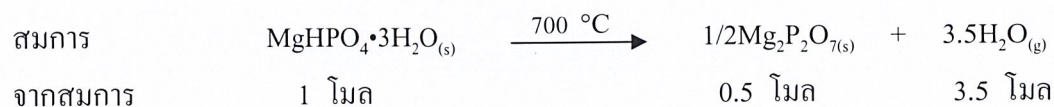
$$n = 3.09$$

ดังนั้นสารประกอบนี้มีสูตรเป็น $\text{MgHPO}_4 \cdot 3.09\text{H}_2\text{O}$

หมายเหตุ : สำหรับสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวอื่นก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกันแสดงผลไว้ในตารางที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณร้อยละผลผลิตของ $Mg_2P_2O_7$ เหนือที่ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$



$$0.5 \text{ โมล } MgHPO_4 \cdot 3H_2O = \text{โมล } Mg_2P_2O_7$$

$$0.5 \times \frac{\text{g ของ } MgHPO_4 \cdot 3H_2O}{Mw \text{ ของ } MgHPO_4 \cdot 3H_2O} = \frac{\text{g ของ } Mg_2P_2O_7}{Mw \text{ ของ } Mg_2P_2O_7}$$

$$g \text{ } Mg_2P_2O_7 \text{ (ตามทฤษฎี)} = 0.5 \times \frac{\text{g ของ } MgHPO_4 \cdot 3H_2O}{Mw \text{ ของ } MgHPO_4 \cdot 3H_2O} \times Mw \text{ } Mg_2P_2O_7$$

$$= 0.5 \times \frac{1,0041}{174.31} \times 222.62$$

$$= 0.6412 \text{ g.}$$

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{g. ของ } Mg_2P_2O_7 \text{ (จริง)}}{\text{g. ของ } Mg_2P_2O_7 \text{ (ทฤษฎี)}} \times 100\%$$

$$= \frac{W_2}{W_3} \times 100\%$$

$$= \frac{0.2691}{0.6412} \times 100\%$$

$$= 41.97\%$$

หมายเหตุ: สำหรับสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวอื่นก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกันแสดงผลไว้ในตารางที่ 4.5 ตารางที่ 4.6 และตารางที่ 4.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่างการคำนวณหาองค์ประกอบทางเคมี (Mg, Co) ของสารทวิโลหะ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$

การเตรียมตัวอย่าง $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะทำได้โดยการละลาย 0.01 กรัมของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ ใน 10 mL ของ 0.01 M HCl จากนั้นเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น หลังจากนั้นปิเปตสารละลายดังกล่าวมา 5 mL สำหรับหาปริมาณโลหะแมกนีเซียมและปิเปตสารละลายมา 7 mL สำหรับหาปริมาณโลหะโคบอลต์ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น และนำไปตรวจด้วยเครื่อง AAS ซึ่งได้ความเข้มข้นของโลหะแมกนีเซียมและโลหะโคบอลต์ คือ 0.852 และ 2.732 mg/L, ตามลำดับ (ตารางที่ 1)

การคำนวณหาปริมาณโลหะแมกนีเซียม :

สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 1 mL มีปริมาณ Mg	=	0.852×10^{-6} g
สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 50 mL มีปริมาณ Mg	=	$(0.852 \times 10^{-6}) \times 50$
	=	4.26×10^{-5} g
สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 5 mL มีปริมาณ Mg 4.26×10^{-5} g ดังนั้น		
สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 5 mL มีปริมาณ Mg	=	4.26×10^{-5} g
สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 100 mL มีปริมาณ Mg	=	$(\frac{4.26}{5.0} \times 10^{-5}) \times 100$
	=	8.52×10^{-4} g
สารละลาย $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ 100 mL ได้จากการละลาย 0.01 g ของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$		
0.01 g ของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีปริมาณ Mg	=	8.52×10^{-4} g
100 g ของ $Mg_{0.5}Co_{0.5}HPO_4 \cdot H_2O$ มีปริมาณ Mg	=	$(\frac{8.52}{0.01} \times 10^{-4}) \times 100$
	=	8.52 %
% Mg จากทฤษฎี	=	7.81 %

ถ้า Mg 7.81 % เท่ากับ Mg	=	0.5 atom / formula
Mg 8.52 % เท่ากับ Mg	=	$\frac{0.5}{7.81} \times 8.52$
ปริมาณของ Mg ตามปริมาณสารสัมพันธ์นี้	=	0.55 atom / formula

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณหาปริมาณโคบอลต์ :

$$\text{สารละลาย } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ 1 mL มีปริมาณ Co} = 2.732 \times 10^{-6} \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ 1 mL มีปริมาณ Co} &= (2.732 \times 10^{-6}) \times 50 \\ &= 1.366 \times 10^{-4} \text{ g} \end{aligned}$$

สารละลาย $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 7 mL มีปริมาณ Co 1.366×10^{-4} g ดังนั้น

$$\text{สารละลาย } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ 7 mL มีปริมาณ Co} = 1.366 \times 10^{-4} \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ 100 mL มีปริมาณ Co} &= \left(\frac{1.366}{7.0} \times 10^{-4} \right) \times 100 \\ &= 1.95 \times 10^{-3} \text{ g} \end{aligned}$$

สารละลาย $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 100 mL ได้จากการละลาย 0.01 g ของ $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$0.01 \text{ g ของ } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีปริมาณ Co} = 1.95 \times 10^{-3} \text{ g}$$

$$\begin{aligned} 100 \text{ g ของ } \text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีปริมาณ Co} &= \left(\frac{1.95}{0.01} \times 10^{-3} \right) \times 100 \\ &= 19.51 \% \end{aligned}$$

$$\% \text{ Co จากทฤษฎี} = 18.94 \%$$

$$\text{ถ้า Co 18.94 \% เท่ากับ Co} = 0.5 \text{ atom / formula}$$

$$\text{Co 19.51 \% เท่ากับ Co} = \frac{0.5}{18.94} \times 19.51$$

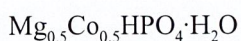
$$\text{ปริมาณของ Co ตามปริมาณสารสัมพันธ์} = 0.51 \text{ atom / formula}$$

ดังนั้นอัตราส่วนของ magnesium และ cobalt เป็น 0.55 และ 0.51 เท่ากับ 1.06

หมายเหตุ : การคำนวณของสารตั้งต้นตัวอื่นก็คำนวณเช่นเดียวกันนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 1 ข้อมูลของการวิเคราะห์หาปริมาณ Mg และ Co จากเครื่อง AAS ของสาร



สารตั้งต้น ปริมาณ Mg	g $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$	g $\text{MgCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$	g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$
ความเข้มข้น/ppm	0.852	0.837	0.848
1.0 mL in 25 mL	4.26×10^{-5}	4.19×10^{-5}	4.19×10^{-5}
5.0 mL in 100 mL	8.52×10^{-4}	8.38×10^{-4}	8.48×10^{-4}
น้ำหนักสารตัวอย่าง	0.01	0.01	0.01
% $\text{Mg}_{\text{obs.}}$	8.52	8.38	8.48
% $\text{Mg}_{\text{cal.}}$	7.81	7.81	7.81
Mg (atom/formula)	0.55	0.54	0.54
สารตั้งต้น ปริมาณ Co	g $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$	g $\text{MgCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$	g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$
ความเข้มข้น/ppm	2.732	2.813	2.871
1.0 mL in 25 mL	1.37×10^{-4}	1.41×10^{-4}	1.44×10^{-4}
7.0 mL in 100 mL	1.95×10^{-3}	2.01×10^{-3}	2.06×10^{-3}
น้ำหนักสารตัวอย่าง	0.01	0.01	0.01
% $\text{Co}_{\text{obs.}}$	19.54	20.10	20.60
% $\text{Co}_{\text{cal.}}$	18.94	18.94	18.94
Co (atom/formula)	0.51	0.53	0.54
Mg + Co	1.06	1.07	1.08

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณปริมาณโลหะแมกนีเซียม (Mg) และโคบอลต์ (Co) ในสาร MgCoP_2O_7 ,

การเตรียมสาร MgCoP_2O_7 สำหรับการวิเคราะห์สามารถเตรียมได้เหมือนกับการเตรียมของ $\text{Mg}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ความเข้มข้นของแมกนีเซียมและโคบอลต์คือ 1.825 และ 5.823 mg/L ตามลำดับ (ตารางที่ 2)

การคำนวณหาปริมาณโลหะแมกนีเซียม :

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 1 \text{ mL} \text{ มีปริมาณ Mg} &= 1.825 \times 10^{-6} \text{ g} \\ \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 50 \text{ mL} \text{ มีปริมาณ Mg} &= (1.825 \times 10^{-6}) \times 50 \\ &= 9.125 \times 10^{-5} \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 5.0 \text{ mL} \text{ มีปริมาณ Mg } 9.125 \times 10^{-5} \text{ g} \text{ ดังนั้น} \\ \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 5 \text{ mL} \text{ มีปริมาณ Mg} &= 9.125 \times 10^{-5} \text{ g} \\ \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 100 \text{ mL} \text{ มีปริมาณ Mg} &= \left(\frac{9.125}{5.0} \times 10^{-5} \right) \times 100 \\ &= 1.825 \times 10^{-3} \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย } \text{MgCoP}_2\text{O}_7, 100 \text{ mL} \text{ ได้จากการละลาย } 0.01 \text{ g} \text{ ของ } \text{MgCoP}_2\text{O}_7 \\ 0.01 \text{ g} \text{ ของ } \text{MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ มีปริมาณ Mg} &= 1.825 \times 10^{-3} \text{ g} \\ 100 \text{ g} \text{ ของ } \text{MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ มีปริมาณ Mg} &= \left(\frac{1.825}{0.01} \times 10^{-3} \right) \times 100 \\ &= 18.25 \% \end{aligned}$$

$$\% \text{ Mg จากทฤษฎี} = 9.45 \%$$

$$\text{ถ้า Mg } 9.45 \% \text{ เท่ากับ Mg} = 0.5 \text{ atom / formula}$$

$$\text{Mg } 9.96\% \text{ เท่ากับ Mg} = \frac{0.5}{9.45} \times 18.25$$

$$\text{ปริมาณของ Mg ตามปริมาณสารสัมพันธ์นี้} = 0.97 \text{ atom / formula}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณหาปริมาณโลหะโคบอลต์ :

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 1 mL มีปริมาณ Co} &= 5.823 \times 10^{-6} \text{ g} \\ \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 50 mL มีปริมาณ Co} &= (5.823 \times 10^{-6}) \times 50 \\ &= 2.912 \times 10^{-4} \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 7.0 mL มีปริมาณ Co } 2.912 \times 10^{-4} \text{ g} \text{ ดังนั้น} \\ \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 7 mL มีปริมาณ Co} &= 2.912 \times 10^{-4} \text{ g} \\ \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 100 mL มีปริมาณ Co} &= \left(\frac{2.912}{7.0} \times 10^{-4} \right) \times 100 \\ &= 4.16 \times 10^{-3} \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{สารละลาย MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ 100 mL ได้จากการละลาย 0.01 g ของ MgCoP}_2\text{O}_7 \\ \text{0.01 g ของ MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ มีปริมาณ Co} &= 4.16 \times 10^{-3} \text{ g} \\ \text{100 g ของ MgCoP}_2\text{O}_7 \text{ มีปริมาณ Co} &= \left(\frac{4.16}{0.01} \times 10^{-3} \right) \times 100 \\ &= 41.60\% \end{aligned}$$

$$\% \text{ Co จากทฤษฎี} = 22.91 \%$$

$$\begin{aligned} \text{ถ้า Co 22.91 \% \quad \text{เท่ากับ Co} &= 0.5 \text{ atom / formula} \\ \text{Co 41.60 \% \quad \text{เท่ากับ Co} &= \frac{0.5}{22.91} \times 41.60 \end{aligned}$$

$$\text{ปริมาณของ Co ตามปริมาณสารสัมพันธ์นี้} = 0.91 \text{ atom / formula}$$

ดังนั้นอัตราส่วนของ magnesium และ cobalt เป็น 0.97 และ 0.91 เท่ากับ 1.88

หมายเหตุ : การคำนวณของสารตั้งต้นตัวอื่นก็คำนวณเช่นเดียวกันนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2 ข้อมูลของการวิเคราะห์หาปริมาณ Mg และ Co จากเครื่อง AAS ของสาร



สารตั้งต้น ปริมาณ Mg	g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
ความเข้มข้น/ppm	1.784	1.732	1.825
1.0 mL in 25 mL	8.92×10^{-5}	8.66×10^{-5}	9.125×10^{-5}
5.0 mL in 100 mL	1.784×10^{-3}	1.732×10^{-3}	1.825×10^{-3}
น้ำหนักสารตัวอย่าง	0.01	0.01	0.01
% $\text{Mg}_{\text{obs.}}$	17.84	17.32	18.25
% $\text{Mg}_{\text{cal.}}$	9.45	9.45	9.45
Mg (atom/formula)	0.94	0.92	0.97
สารตั้งต้น ปริมาณ Co	g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + g $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
ความเข้มข้น/ppm	5.823	5.812	5.911
1.0 mL in 25 mL	2.912×10^{-4}	2.906×10^{-4}	2.956×10^{-4}
7.0 mL in 100 mL	4.16×10^{-3}	4.151×10^{-3}	4.223×10^{-3}
น้ำหนักสารตัวอย่าง	0.01	0.01	0.01
% $\text{Co}_{\text{obs.}}$	41.60	41.51	42.23
% $\text{Co}_{\text{cal.}}$	22.91	22.91	22.91
Co (atom/formula)	0.91	0.91	0.92
Mg + Co	1.88	1.83	1.89

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้