

**สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง**

การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะโคบอลต์ (II)  
คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )  
Synthesis and Characterization of Binary Cobalt (II) Copper (II)  
Hydrogenphosphate Hydrates ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )



T117151

พิรวัส สุวรรณประภา  
วิชา ชาญพิชิตวนิช  
สุบัญญัติ พรหมรัตน์

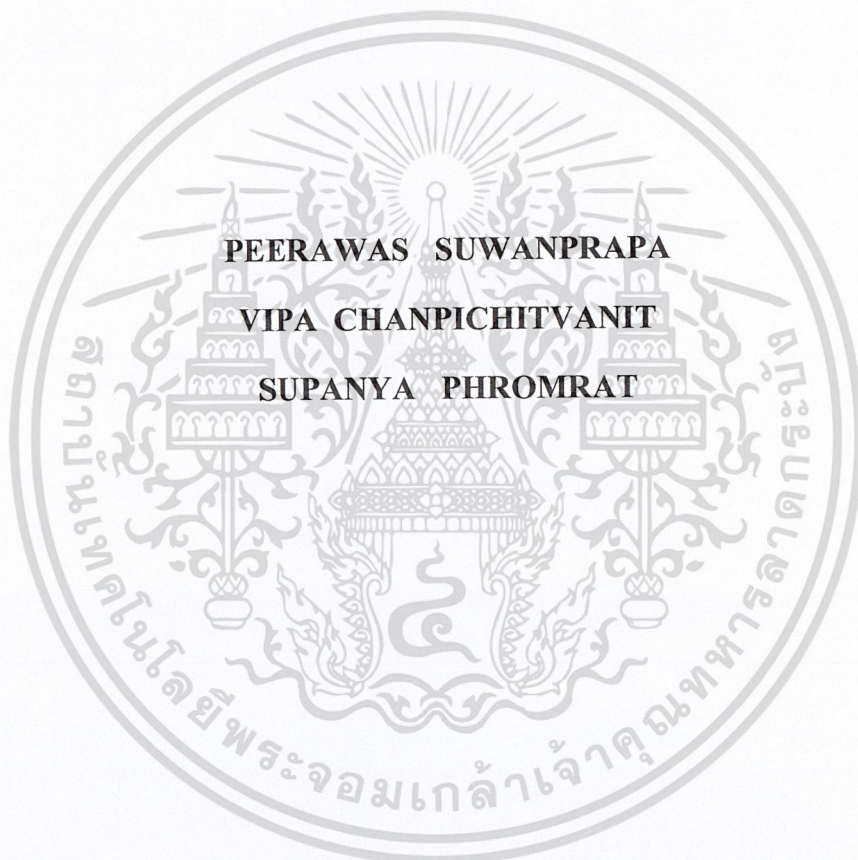
สงวน  
เลขทะเบียน 117151  
วัน,เดือน,ปี 19 ต.ค. 2554

b.....12312610  
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF BINARY COBALT (II)  
COPPER (II) HYDROGENPHOSPHATE HYDRATES  
(Co<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>HPO<sub>4</sub>·nH<sub>2</sub>O)**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILMENT OF  
THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE  
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY  
FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2010**


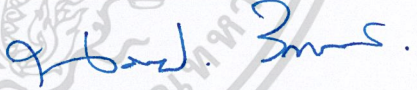

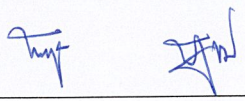
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**โครงการพิเศษ** การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )  
 Synthesis and Characterization of Binary Cobalt (II) Copper (II) Hydrogenphosphate Hydrates ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )

**นักศึกษา** นายพีรวัส สุวรรณประภา  
 นางสาววิภา ชาญพิชิตวนิช  
 นายสุปัญญา พรหมรัตน์

**ปริญญา** วิทยาศาสตร์บัณฑิต  
**สาขาวิชา** เคมีอุตสาหกรรม  
**ปีการศึกษา** 2553  
**อาจารย์ที่ปรึกษา** ดร.มนตรี ทองคำ  
**อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม** ดร.บรรจง บุญชม

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
 โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
 อุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2553

| คณะกรรมการตรวจสอบ        | ลายมือชื่อ   |
|--------------------------|--|
| รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย |  |
| ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร     |  |
| ดร.มนตรี ทองคำ           |  |
| ดร.บรรจง บุญชม           |  |

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                      |   |
|----------------------|---|
| หัวข้อโครงการพิเศษ   | การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )<br>(Synthesis and Characterization of Cobalt (II) Copper (II) Hydrogenphosphate Hydrates ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )) |
| ชื่อนักศึกษา         | นายพีรวัส สุวรรณประภา<br>นางสาววิภา ชาญพิชิตวนิช<br>นายสุปัญญา พรหมรัตน์  |
| ปริญญา               | วิทยาศาสตร์บัณฑิต   |
| สาขาวิชา             | เคมีอุตสาหกรรม  |
| ปีการศึกษา           | 2553  |
| อาจารย์ที่ปรึกษา     | ดร.มนตรี ทองคำ  |
| อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม | ดร.บรรจง บุญชม  |

### บทคัดย่อ

โครงการนี้ศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เมื่อ  $x=0.0, 0.5$  และ  $1.0$ ) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง ได้ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry, DSC) เพื่อหาอุณหภูมิในการเผา  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ไปเป็นสารทวิโลหะโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  เมื่อ  $y = 0.0, 1.0$  และ  $2.0$ ) จากนั้นได้ตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ) ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) ตรวจสอบเอกลักษณ์ทางโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ) ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และได้ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) สดุดท้ายสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้ทั้งหมดถูกรายงานในโครงการนี้เป็นครั้งแรก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                      |   |
|----------------------|---|
| <b>Title</b>         | Synthesis and Characterization of Cobalt (II) Copper (II) Hydrogenphosphate Hydrates ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) |
| <b>Students</b>      | MR. Peerawas Suwanprapa<br>Miss Wipa Chanpichitvanit<br>MR. Supanya Phromrat  |
| <b>Degree</b>        | Bachelor of Science   |
| <b>Major Program</b> | Industrial Chemistry  |
| <b>Academic Year</b> | 2010  |
| <b>Advisor</b>       | Dr. Montree Thongkam  |
| <b>Co-Advisor</b>    | Dr. Banjong Boonchom  |

### Abstract

This project studies on simple and rapid synthesis and characterization of binary cobalt (II) copper (II) hydrogen phosphate hydrate ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , when  $x = 0.0, 0.5$  and  $1.0$ ) at room temperature. Thermal behaviors of the studied materials are carried out by differential scanning calorimetry (DSC) which revealed calcined temperature of binary cobalt (II) copper (II) hydrogen phosphate hydrate ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , when  $x = 0.0, 0.5$  and  $1.0$ ) to transform binary cobalt (II) copper (II) pyrophosphate ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ , when  $y = 0.0, 1.0$ , and  $2.0$ ). Metal component analysis of synthetic substances ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ) are identified by atomic absorption spectroscopy (AAS) technique. Structural synthetic substances ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ) are characterized by fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and morphologies of all samples are checked by scanning electron microscopy (SEM). Finally, physical and chemical properties of all synthetic substances have been reported by the project for the first time.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จตามจุดประสงค์ที่ตั้งไว้ ได้รับความกรุณาจาก ดร.มนตรี ทองคำ ที่ให้โอกาสในการเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ และ ดร.บรรจง บุญชม ที่ให้โอกาสในการเป็น อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมโครงการพิเศษ เป็นผู้ให้ความรู้ สอนทักษะในการทำงาน และ คอยอบรมสั่งสอน จึงขอขอบพระคุณอย่างสูงมา ณ ที่นี้

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

ขอขอบคุณอาจารย์ สาขาวิชาเคมี และเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆ

ขอบคุณพี่ๆ ที่คอยให้คำแนะนำ ให้ความรู้ และคอยดูแลในเรื่องต่างๆ ที่เกี่ยวกับงานวิจัย ในครั้งนี้ จนสามารถทำงานชิ้นนี้ได้สำเร็จ

ขอบคุณเพื่อนๆ ที่คอยเป็นกำลังใจ เป็นที่ปรึกษาเวลาเกิดปัญหา รวมทั้งบุคคลรอบข้าง ที่ให้กำลังใจตลอดเวลาที่ต้องการ จนช่วยให้ผ่านช่วงเวลานั้นมาได้

ขอบคุณบุคคลที่ไม่อาจกล่าวชื่อได้สำหรับความปรารถนาดีที่มีให้มาตลอด ขอขอบคุณที่คอย ให้ที่พักในยามเหน็ดเหนื่อย เป็นแรงใจที่ดี คอยกระตุ้นให้ทำงานและคำแนะนำที่ช่วยให้ผ่านพ้น เรื่องราวต่างๆ มาได้ คอยกอดฉันให้มีความรับผิดชอบ ความอดทนอดกลั้น และความกล้า เป็น ตัวแรงให้ทุกอย่างผ่านไปได้ และบุคคลที่คอยโทรมาให้กำลังใจอยู่บ่อยครั้ง ที่เป็นแรงผลักดันให้ โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และทุกคนในครอบครัว ที่เป็นกำลังใจ คอยปลอบ ประโยมยามอ่อนล้า และให้โอกาสในการศึกษาและเรียนรู้ทุกสิ่งทุกอย่าง จนกระทั่งประสบความสำเร็จไปได้ด้วยดี

พีรวัส สุวรรณประภา

วิภา ชาญพิชิตวนิช

สุปัญญา พรหมรัตน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

|  | หน้า |
|--|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย  | ก    |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ   | ข    |
| กิตติกรรมประกาศ  | ค    |
| สารบัญ   | ง    |
| สารบัญตาราง  | ฉ    |
| สารบัญรูป  | ฎ    |
| <b>บทที่ 1 บทนำ</b>  |      |
| 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ                                  | 1    |
| 1.2 วัตถุประสงค์   | 2    |
| 1.3 ขอบเขตงานวิจัย   | 3    |
| 1.4 แผนการดำเนินงาน  | 3    |
| 1.5 ประโยชน์ที่ได้จากงานวิจัยนี้                               | 4    |
| <b>บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ</b>                                 |      |
| 2.1 โลหะฟอสเฟต (Metal Phosphate)                               | 5    |
| 2.2 วิธีการสังเคราะห์สาร (Synthesis Method)                    | 9    |
| 2.2.1 การตกตะกอน (Precipitation)                               | 9    |
| 2.2.2 ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)                             | 9    |
| 2.2.3 กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel)                      | 10   |
| 2.2.4 การสังเคราะห์โดยเทคนิคโซโนเคมีคอล (Sonochemical)         | 10   |
| 2.2.5 การสังเคราะห์โดยวิธีคอมบัสชัน (Combustion)               | 11   |
| 2.2.6 การสังเคราะห์แบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) | 11   |
| 2.3 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร โลหะฟอสเฟต                 | 12   |
| 2.3.1 ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี             | 12   |
| (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)               |      |
| 2.3.1.1 รูปแบบการสั่นของน้ำและไฮโดรเจนฟอสเฟต                   | 12   |
| (Water and Hydrogenphosphate Vibration)                        |      |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ ( ต่อ )

|   | หน้า |
|---|------|
| 2.3.1.2 รูปแบบการสั่นของไพโรฟอสเฟต (Pyrophosphate Vibration)  | 14   |
| 2.3.2 การวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) และแบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (Differential Thermal Analysis, DTA)  | 15   |
| 2.3.3 อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)   | 17   |
| 2.3.5.1 หลักการ   | 18   |
| 2.3.5.2 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี Atomic Absorption Spectrometer AAS   | 19   |
| 2.3.5.3 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์   | 20   |
| 2.3.5.4 กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization)   | 21   |
| 2.4.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)   | 21   |
| 2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง   | 23   |
| <b>บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย</b>   |      |
| 3.1 อุปกรณ์และสารเคมี   | 28   |
| 3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์  | 28   |
| 3.1.2 สารเคมี   | 29   |
| 3.2 ขั้นตอนการดำเนินการสังเคราะห์   | 30   |
| 3.2.1 การเตรียมสารเคมี  | 30   |
| 3.2.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) สารคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) และ โคบอลต์คอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) | 30   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ ( ต่อ )

|  | หน้า |
|--|------|
| 3.2.3 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )  | 39   |
| สารคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) และโคบอลต์-คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ )   |      |
| 3.2.3.1 การสังเคราะห์โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )   | 39   |
| 3.2.3.2 การสังเคราะห์คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )  | 39   |
| 3.2.3.3 การสังเคราะห์โคบอลต์-คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ )   | 39   |
| 3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้  | 40   |
| 3.3.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)  | 40   |
| 3.3.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC)  | 40   |
| 3.3.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)  | 41   |
| 3.3.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Co และ Cu ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)   | 41   |
| <b>บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล</b>  |      |
| 4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)  | 44   |
| 4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมี  | 47   |
| 4.2.1 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) | 47   |
| 4.2.2 การวิเคราะห์จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{nH}_2\text{O}$ )  | 50   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ ( ต่อ )

|   | หน้า |
|---|------|
| 4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)   | 51   |
| 4.2.1 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสารสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) | 51   |
| 4.2.2 ผลการตรวจลักษณะสัญญาณวิทยาของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)                                   | 64   |
| 4.4 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร   | 80   |
| 4.4.1 สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  | 80   |
| 4.4.2 สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )   | 82   |
| 4.4.3 สารโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  | 84   |
| <b>บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง</b>   |      |
| 5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)   | 87   |
| 5.2 สรุปผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต   | 87   |
| 5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)              | 87   |
| 5.2.2 สรุปผลการวิเคราะห์จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{nH}_2\text{O}$ )   | 88   |
| 5.3 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)  | 88   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ ( ต่อ )

|   | หน้า |
|---|------|
| 5.3.1 สรุปผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั้นของสารทวิโลหะ<br>ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต | 88   |
| 5.3.2 สรุปผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสารทวิโลหะไฮโดรเจน<br>ฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต          | 89   |
| 5.4 สรุปผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน   | 89   |
| 5.5 ข้อเสนอแนะ  | 90   |
| เอกสารอ้างอิง   | 91   |
| ภาคผนวก ก   | 96   |
| ภาคผนวก ข   | 98   |
| ภาคผนวก ค   | 103  |



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

|   | หน้า |
|---|------|
| ตารางที่ 2.1 แถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำภายในโครงสร้างของแข็ง (cm <sup>-1</sup> )  | 13   |
| ตารางที่ 2.2 รูปแบบการสั่นของ โมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต   | 14   |
| ตารางที่ 2.3 รูปแบบการสั่นของ โมเลกุลไพโรฟอสเฟต   | 14   |
| ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต<br>(CoHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O)   | 45   |
| ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต<br>(CuHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O)   | 45   |
| ตารางที่ 4.3 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต<br>ไฮเดรต (Co <sub>1-x</sub> Cu <sub>x</sub> HPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O)                | 45   |
| ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ไพโรฟอสเฟต (Co <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )  | 46   |
| ตารางที่ 4.5 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต (Cu <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )  | 46   |
| ตารางที่ 4.6 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II)ไพโรฟอสเฟต<br>(CoCuP <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )  | 47   |
| ตารางที่ 4.7 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะ โคบอลต์และ โลหะคอปเปอร์<br>ของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต (Co <sub>1-x</sub> Cu <sub>x</sub> HPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O) | 47   |
| ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะ โคบอลต์และ โลหะคอปเปอร์<br>ของสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต (Co <sub>2-y</sub> Cu <sub>y</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )         | 48   |
| ตารางที่ 4.9 สูตรทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและ<br>สารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค<br>อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโคปี (AAS)              | 49   |
| ตารางที่ 4.10 จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต<br>(nH <sub>2</sub> O)  | 50   |
| ตารางที่ 4.11 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร CoHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O<br>ด้วยวิธีการซั่งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M                                   | 59   |
| ตารางที่ 4.12 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร CuHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O<br>ด้วยวิธีการซั่งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M                                   | 59   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง (ต่อ)

|  | หน้า |
|--|------|
| ตารางที่ 4.13 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>ด้วยวิธีการซั้ง               | 60   |
| ตารางที่ 4.14 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>ด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M | 61   |
| ตารางที่ 4.15 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoP}_2\text{O}_7$ ด้วยวิธีการซั้ง<br>และสารละลายความเข้มข้น 1.0 M     | 62   |
| ตารางที่ 4.16 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CuP}_2\text{O}_7$ ด้วยวิธีการซั้ง<br>และสารละลายความเข้มข้น 1.0 M     | 62   |
| ตารางที่ 4.17 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$<br>ด้วยวิธีการซั้ง                                | 63   |
| ตารางที่ 4.18 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$<br>ด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M                  | 63   |
| ตารางที่ 4.19 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$                                     | 80   |
| ตารางที่ 4.20 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$                                     | 82   |
| ตารางที่ 4.21 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$                                   | 84   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

|  | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 2.1 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  | 6    |
| รูปที่ 2.2 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  | 7    |
| รูปที่ 2.3 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$   | 8    |
| รูปที่ 2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์<br>(Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR)   | 12   |
| รูปที่ 2.5 Vibration modes ของ โมเลกุลน้ำ  | 13   |
| รูปที่ 2.6 Vibrational modes ของ โมเลกุล Tetrahedral, $\text{XY}_4$  | 14   |
| รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน<br>โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry,<br>DSC)                     | 16   |
| รูปที่ 2.8 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล<br>(Differential thermal analysis, DTA)  | 16   |
| รูปที่ 2.9 เครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (DTA)   | 17   |
| รูปที่ 2.10 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (DSC)   | 17   |
| รูปที่ 2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน<br>โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry,<br>DSC) | 17   |
| รูปที่ 2.12 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง AAS   | 19   |
| รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน<br>(Scanning Electron Microscopy, SEM)   | 22   |
| รูปที่ 2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscopy,<br>SEM)   | 22   |
| รูปที่ 2.15 ลักษณะโครงของสายโซ่วงแหวน (A) และสายโซ่ตรง (B) ของ $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$  | 24   |
| รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะ<br>ของสาร   | 42   |
| รูปที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะ<br>ของสาร  | 43   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

|  | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 4.1 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 52   |
| รูปที่ 4.2 FTIR spectra ของ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 52   |
| รูปที่ 4.3 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | 53   |
| รูปที่ 4.4 FTIR spectra ของ $\text{CoP}_2\text{O}_7$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 53   |
| รูปที่ 4.5 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$   | 54   |
| รูปที่ 4.6 FTIR spectra ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$   | 54   |
| รูปที่ 4.7 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  | 55   |
| รูปที่ 4.8 FTIR spectra ของ $\text{CuP}_2\text{O}_7$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$   | 55   |
| รูปที่ 4.9 FTIR spectra ของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  | 56   |
| รูปที่ 4.10 FTIR spectra ของ $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  | 56   |
| รูปที่ 4.11 FTIR spectra ของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [e] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [f] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [g] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [h] 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 57   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

|   | หน้า |
|---|------|
| <p><b>รูปที่ 4.12</b> FTIR spectra ของ <math>\text{CoCuP}_2\text{O}_7</math> ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> + 2.4968 g <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math>, [b] 1.0 M <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> + 1.0 M <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math>, [c] 2.8110 g <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> + 2.4160 g <math>\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}</math>, [d] 1.0 M <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> + 1.0 M <math>\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}</math>, [e] 2.3793 g <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> + 2.4968 g <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math>, [f] 1.0 M <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> + 1.0 M <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math>, [g] 2.3793 g <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> + 2.4160 g <math>\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}</math>, [h] 1.0 M <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> + 1.0 M <math>\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}</math></p> | 58   |
| <p><b>รูปที่ 4.13</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 2.8110 g <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 1000 และ 2000 เท่าตามลำดับ</p>  | 64   |
| <p><b>รูปที่ 4.14</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 1.0 M <math>\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 2000 เท่า</p>  | 65   |
| <p><b>รูปที่ 4.15</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 2.3793 g <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 2500 เท่า</p>   | 66   |
| <p><b>รูปที่ 4.16</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 1.0 M <math>\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 1500 เท่า</p>  | 67   |
| <p><b>รูปที่ 4.17</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 2.4968 g <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 1000 และ 2000 เท่า ตามลำดับ</p>   | 68   |
| <p><b>รูปที่ 4.18</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 1.0 M <math>\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 500 และ 1000 เท่า ตามลำดับ</p>   | 69   |
| <p><b>รูปที่ 4.19</b> สัณฐานวิทยา SEM ของสาร <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และอนุพันธ์ทางความร้อน <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่ได้จาก 2.4160 g <math>\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}</math> โดยภาพ (ก) <math>\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}</math> และ (ข) <math>\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7</math> ที่กำลังขยาย 1000 เท่า</p>  | 70   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

|   | หน้า |
|---|------|
| รูปที่ 4.20 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า  | 71   |
| รูปที่ 4.21 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า               | 72   |
| รูปที่ 4.22 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า                     | 73   |
| รูปที่ 4.23 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า    | 74   |
| รูปที่ 4.24 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ กับ 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 2000 เท่า          | 75   |
| รูปที่ 4.25 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า               | 76   |
| รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า                     | 77   |
| รูปที่ 4.27 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า    | 78   |
| รูปที่ 4.28 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 4000 และ 7000 เท่า | 79   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

|   | หน้า |
|---|------|
| รูปที่ 4.29 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วย $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | 81   |
| รูปที่ 4.30 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] = $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [c] = $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 81   |
| รูปที่ 4.31 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วย $2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  | 83   |
| รูปที่ 4.32 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] = $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [c] = $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ [d] = $1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$   | 83   |
| รูปที่ 4.33 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วย $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  | 85   |
| รูปที่ 4.34 เทอร์โมแกรมโดยรวมของ $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10 \text{ K min}^{-1}$ ในแก๊ส $\text{N}_2$ จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] = $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] = $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [c] = $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [d] = $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [e] = $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [f] = $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [g] = $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และ [h] = $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 86   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ปัจจุบันสารกลุ่มโลหะฟอสเฟตได้รับความสนใจและมีการศึกษากันอย่างกว้างขวาง เพราะสารกลุ่มนี้ถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลายด้าน เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผงสี ตัวแลกเปลี่ยนไอออน เซลล์เชื้อเพลิง สารชักล้าง สารเติมแต่งในอาหาร สีเคลือบผิววัสดุเซรามิกหรือโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อน ใช้เป็นปุ๋ย รวมถึงการประยุกต์ใช้งานด้านอื่นๆ [1] ซึ่งสารกลุ่มโลหะฟอสเฟตถือเป็นสารในกลุ่มที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ยังสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และมีประโยชน์ทางอ้อมเมื่อสารกลุ่มนี้ถูกทิ้งหรือปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อมคือสามารถให้ธาตุอาหารกับพืชต่างๆ การใช้โลหะฟอสเฟตเป็นสารให้สีนั้นมีข้อได้เปรียบ คือ จะมีเสถียรภาพทั้งในด้านความร้อนและสภาพทางเคมี เช่น ทนต่อความเป็นกรดหรือเบส สูงกว่าการใช้สารที่ให้สีประเภทอื่นๆ นอกจากนี้โลหะแต่ละชนิดยังให้เฉดสีที่แตกต่างกัน [2] ทำให้สามารถเลือกผสมโลหะแต่ละชนิดเข้าด้วยกันได้เพื่อให้ได้เฉดสีตามที่ต้องการได้ สารประกอบกลุ่มโลหะฟอสเฟตนั้นมีที่มาจาก 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ เรียกว่า แร่ธาตุกลุ่มฟอสเฟต โดยเกิดขึ้นผ่านกระบวนการตามธรรมชาติที่ต้องใช้เวลาและสภาวะที่เหมาะสม โดยการตกตะกอนเกิดจากฟอสฟอรัสที่ มาจากปุ๋ยฟอสเฟตกับโลหะที่เป็นจุลธาตุอาหารของพืช สารประกอบโลหะฟอสเฟตที่เกิดขึ้นนี้ค่อนข้างจะมีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยหรือแทบจะไม่ละลายน้ำเลย จึงก่อให้เกิดปัญหาทำให้ดินจับกันแน่นแข็ง พืชไม่สามารถดูดซับธาตุฟอสฟอรัสและโลหะที่เป็นจุลธาตุอาหารไปใช้ประโยชน์ได้ เมื่อเกิดการตกตะกอนของโลหะฟอสเฟตนี้ ก็จะส่งผลทำให้เกิดปัญหาของการเสื่อมโทรมของดิน ที่มาของโลหะฟอสเฟตแหล่งที่สองนั้น มาจากการเตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ วิธีการเตรียมก็มีอยู่หลายวิธี อาทิเช่น การเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน (precipitation) การตกตะกอนร่วม (co-precipitation) แบบไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) การสังเคราะห์สารแบบ โซลเจล (sol gel method) และวิธีอื่นๆ โดยพบว่า สารประกอบฟอสเฟตถูกแบ่งออกตามโครงสร้างหน่วยย่อยของฟอสเฟต คือ  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  และ  $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$  เป็นต้น โดยสามารถที่จะเปลี่ยนแปลงรูปโครงสร้างของหน่วยย่อยตามความเสถียรที่ขึ้นกับสภาวะอุณหภูมิที่เหมาะสม ซึ่งเป็นคุณสมบัติเฉพาะตัวของสารตั้งต้นแต่ละตัวทำให้ความหลากหลายของการใช้งานของสารในกลุ่มฟอสเฟตเพิ่มสูงมากขึ้น ด้วยเหตุนี้เองที่ทำให้เกิดความสนใจในการสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตที่อยู่ในรูปแบบหนึ่งก่อน จากนั้นใช้ความร้อนในการทำให้สารกลุ่มที่สังเคราะห์ได้เกิดการสลายตัวกลายเป็นสารโลหะฟอสเฟตอีกรูปแบบหนึ่ง อย่างไรก็ตาม ในการสังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตก็มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับสารในกลุ่มนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาเป็นอย่างมากแต่ส่วนใหญ่เป็นวิธีการที่ยุ่งยากและใช้เวลานาน โครงการนี้จึงพยายามศึกษาหาวิธีสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตดังกล่าวด้วยวิธีการที่สะดวก รวดเร็ว และประหยัด พร้อมกันนั้นกระบวนการเตรียมต้องไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารโลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่แตกต่างกันก็ได้ถูกรายงานในโครงการนี้ด้วย

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

## 1.2 วัตถุประสงค์

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้มุ่งศึกษาการเตรียมสารใหม่ในกลุ่มโลหะฟอสเฟตสองชนิด คือ ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เมื่อ  $x = 0.0, 0.5$  และ  $1.0$ ) และศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากการสลายตัวจนได้สารกลุ่มใหม่อีกชนิดหนึ่ง คือ สารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  เมื่อ  $y = 0.0, 1.0$  และ  $2.0$ ) ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จึงแบ่งวัตถุประสงค์ออกเป็น 4 ข้อ คือ

1.2.1 สังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เมื่อ  $x = 0.0, 0.5$  และ  $1.0$ ) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ  $700^\circ\text{C}$  เพื่อให้ได้สารอนุพันธ์ทางความร้อน คือ โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  เมื่อ  $y = 0.0, 1.0$  และ  $2.0$ )

1.2.2 ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคอะตอมมิก-แอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

1.2.3 ศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) กลายเป็นโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ ) ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

1.2.4 ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  ด้วยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็วโดยศึกษาสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งประกอบด้วยชนิดของสารตั้งต้น ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ค่าพีเอช (pH = 6) และสารปรับพีเอช (NaOH)

1.3.2 ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อน ณ ช่วงอุณหภูมิของการสลายตัวจาก  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ไปเป็น  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) และนำสารกลุ่มนี้ไปเผาเพื่อให้ได้สารกลุ่ม  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$

1.3.3 ศึกษาสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้ ทั้งสมบัติทางด้านเคมี เช่น รูปแบบของการสั่นของสาร รวมถึงองค์ประกอบของธาตุ และสมบัติทางด้านกายภาพ เช่น พฤติกรรมทางความร้อน และลักษณะพื้นฐานวิทยา

### 1.4 แผนการดำเนินงาน

| เดือน   | 2553  |      |      |      |      |      |      | 2554 |      |       |
|---|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
|   | มิ.ย. | ก.ค. | ส.ค. | ก.ย. | ต.ค. | พ.ย. | ธ.ค. | ม.ค. | ก.พ. | มี.ค. |
| 1. ศึกษาหาข้อมูล ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง                   | ←     | →    |      |      |      |      |      |      |      |       |
| 2. ออกแบบการทดลอง พร้อมจัดซื้ออุปกรณ์ และสารเคมี                  |       |      | ←    | →    |      |      |      |      |      |       |
| 3. ทำการสังเคราะห์สาร   |       |      |      | ←    | →    |      |      |      |      |       |
| 4. ตรวจสอบเอกลักษณ์ของ สารที่สังเคราะห์ได้ ทั้งหมดด้วยเทคนิคต่างๆ |       |      |      |      |      |      | ←    | →    |      |       |
| 5. วิเคราะห์ผลการทดลอง สรุปและรายงานผลการ ทดลอง                   |       |      |      |      |      |      |      |      | ←    | →     |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.5 ประโยชน์ที่ได้จากงานวิจัยนี้

เมื่องานวิจัยนี้เสร็จสมบูรณ์ คาดว่าจะได้รับข้อมูลที่เป็นประโยชน์ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1.5.1 ได้สารทั้งหมด 6 ตัว คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เมื่อ  $x = 0.0, 0.5, 1.0$  และ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  เมื่อ  $y = 0.0, 1.0$  และ  $2.0$  พร้อมกับสถานะต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น สารตั้งต้น ค่าพีเอช ชนิดของตัวปรับพีเอช สำหรับสาร  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอุณหภูมิหรือเวลาที่ใช้ในการเผา  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เพื่อให้ได้สาร  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$

1.5.2 ได้สัดส่วนขององค์ประกอบของสารทั้ง 6 ตัว คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$

1.5.3 ได้รูปแบบพฤติกรรมทางความร้อนของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด

1.5.4 ได้รูปแบบการสั่นของสารที่ประกอบด้วย  $\text{HPO}_4^-$  กับ  $\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$  และสามารถจำแนกระบบโครงสร้างของผลึก รวมถึงทราบลักษณะสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด จากข้อมูลต่างๆที่ได้รับจากงานวิจัยนี้ ในอนาคตน่าจะมีโอกาสถูกนำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการเลือกใช้สารที่ศึกษานี้ เพื่อใช้ประโยชน์ทั้งระดับภาคการศึกษาและระดับอุตสาหกรรมต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

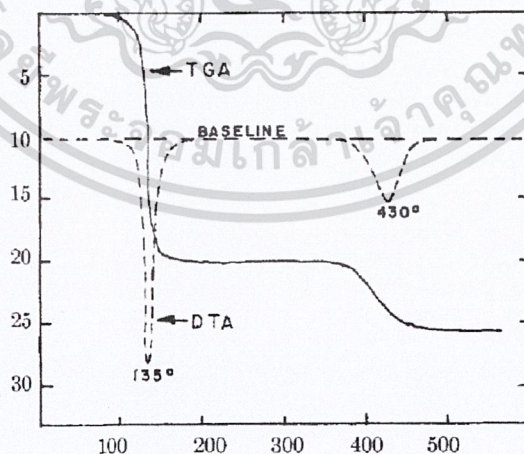
ในบทนี้กล่าวถึงข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับโลหะฟอสเฟตรวมถึงเทคนิคและวิธีการต่างๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์สารโลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 2.1 โลหะฟอสเฟต (Metal Phosphate)

โลหะฟอสเฟต (Metal Phosphates) คือ สารชนิดหนึ่งที่เกิดจากการรวมตัวกันของแร่ในกลุ่มฟอสเฟตกับโลหะ มีการนำไปใช้ประโยชน์กันอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวแลกเปลี่ยนไอออน สีเคลือบป้องกันการกัดกร่อน สารชักล้าง ปุ๋ยที่มีคุณภาพสูง และอื่นๆ อีกมากมาย [3] โลหะฟอสเฟตนั้นสามารถจัดเรียงตัวได้หลายรูปแบบ [4] ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และการขจัดน้ำที่อุณหภูมิสูงทำให้มี ชื่อเรียกที่แตกต่างกันไปแต่ที่พบบ่อยคือ ออร์โทฟอสเฟต (Orthophosphate,  $\text{PO}_4^{3-}$ ) ไฮโดรเจนฟอสเฟต (Hydrogenphosphate,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ) ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Dihydrogenphosphate,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ) ไพโรฟอสเฟต (Pyrophosphate,  $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ ) และไซโคลเตตระฟอสเฟต (Cyclotetraphosphate,  $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$ ) การที่โลหะฟอสเฟตจะจัดเรียงตัวอยู่ในรูปแบบใดนั้น ขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะ อัตราส่วนของฟอสฟอรัสต่อโลหะ ค่าพีเอช สารของตัวปรับค่าพีเอช รวมถึงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา แหล่งที่มาของโลหะฟอสเฟตนั้นหลักๆ แล้วได้จากสองแหล่งที่สำคัญคือ จากธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ การเกิดของโลหะฟอสเฟตในธรรมชาตินั้นเกิดจากแร่ในกลุ่มฟอสเฟตซึ่งมาจากปุ๋ยฟอสฟอรัสเกิดการรวมตัวกับโลหะที่มีอยู่ทั่วไปในดินสุดท้ายก็จะเกิดเป็นโลหะฟอสเฟต ซึ่งมักจะปนอยู่กับหินแร่ชนิดอื่นๆ ซึ่งยากที่จะแยกออกมาใช้งาน ส่วนแหล่งที่มาของโลหะฟอสเฟตแหล่งที่สองคือ ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งถือว่าเป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตในรูปแบบที่ต้องการได้ ที่ผ่านมามีผู้สังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตที่มีรูปแบบต่างๆ มากมาย เช่น ในปีค.ศ. 1998 I.L.shashkova et al. [5] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมและแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and  $\text{MgHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) จากโดโลไมต์ (Dolomite) ซึ่งเป็นหินที่มีส่วนประกอบของ  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  หาได้ง่ายตามธรรมชาติและราคาถูก การทดลองเริ่มจากนำโดโลไมต์ไปร่อนเพื่อนำสิ่งเจือปนออก จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดเป็นผงและนำมาผสมกับ 10-20% กรดฟอสฟอริกพร้อมปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาหลายชั่วโมง จากนั้นนำมากรองและนำไปอบ ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แต่สารที่ได้นั้นมีสิ่งเจือปนอื่นๆ ปนอยู่บ้างเนื่องจากวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้นั้นได้จากธรรมชาติ ต่อมาปีค.ศ.2004 Han E. และ Lundager

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

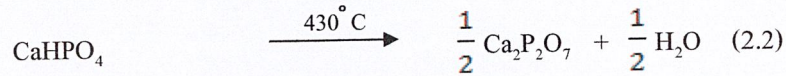
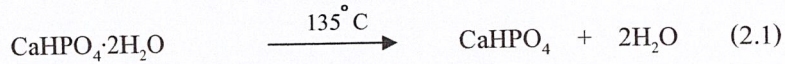
Madsen [6] ศึกษาการสังเคราะห์สารในกลุ่มคอปเปอร์ฟอสเฟต โดยใช้สารละลายคอปเปอร์ (II) ไนเตรต ( $\text{CuNO}_3$ ) กับสารละลายแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) ที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน ปั่นกวนพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ  $37^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 7 วัน สุดท้ายแล้วได้สารคอปเปอร์ฟอสเฟตที่อยู่ใน 3 รูปแบบ ได้แก่  $\text{CuHPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuMH}_4\text{PO}_4$  และ  $\text{Cu}_2\text{OHPO}_4$  และในปีค.ศ. 2006 V.N. Viter และ P.G.Nagorny [7] เห็นว่ายังไม่มีการสังเคราะห์สารโลหะฟอสเฟตที่ประกอบด้วยโลหะมากกว่าหนึ่งชนิดในสารโลหะตัวเดียวฟอสเฟต จึงทดลองสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตในกลุ่มของ คอปเปอร์ฟอสเฟต ขึ้นหลายตัวด้วยการแทนที่โลหะนิกเกิลหรือโคบอลต์ลงไปเพื่อทำให้เกิดเป็นสารละลายของแข็ง (Solid solution) โดยการผสมคอปเปอร์ (II) คาร์บอเนต ( $\text{CuCO}_3$ ) โคบอลต์ (II) คาร์บอเนต ( $\text{CoCO}_3$ ) หรือนิกเกิล (II) คาร์บอเนต ( $\text{NiCO}_3$ ) กับกรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ที่สัดส่วนโมลของ Cu:M:P (เมื่อ M คือ โลหะนิกเกิลหรือโคบอลต์) ต่างๆ ทำการผสมโดยการปั่นกวนที่อุณหภูมิ  $170^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น และนำไปอบที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  ผลการทดลองพบว่าได้สารโลหะฟอสเฟตที่มีสูตรเป็น  $(\text{Cu}_{1-x}\text{Co}_x)_3(\text{PO}_4)_2\cdot\text{H}_2\text{O}$  ( $0 \leq x \leq 0.20$ ,  $0.55 \leq x \leq 0.65$ ) และ  $(\text{Cu}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2\cdot\text{H}_2\text{O}$  ( $0 \leq x \leq 0.12$ ) หลังจากนั้นเป็นเวลา 2 ปี V.N. Viter [8] คนเดิมสนใจที่จะสังเคราะห์โคบอลต์ (II) นิกเกิล (II) ฟอสเฟต โดยผสมโคบอลต์ (II) และนิกเกิล (II) คาร์บอเนต ( $\text{CoCO}_3$  and  $\text{NiCO}_3$ ) กับกรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ที่สัดส่วนโมลของ Co:Ni:P ต่างๆ กันที่อุณหภูมิ  $90^\circ\text{C}$  เป็นเวลาประมาณ 30 วัน ผลปรากฏว่าได้สารโคบอลต์นิกเกิลฟอสเฟต 3 กลุ่ม คือ  $\text{Co}_x\text{Ni}_{1-x}\text{HPO}_4\cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  และ  $(\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x)_3(\text{PO}_4)_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$  เมื่อ ( $0 \leq x \leq 1.00$ ) หลังจากนั้นในปีต่อๆ มาเริ่มมีการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของสารโลหะฟอสเฟตขึ้น โดย J.G. Rabatin et al. [9] ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CaHPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) แสดงดังรูป 2.1



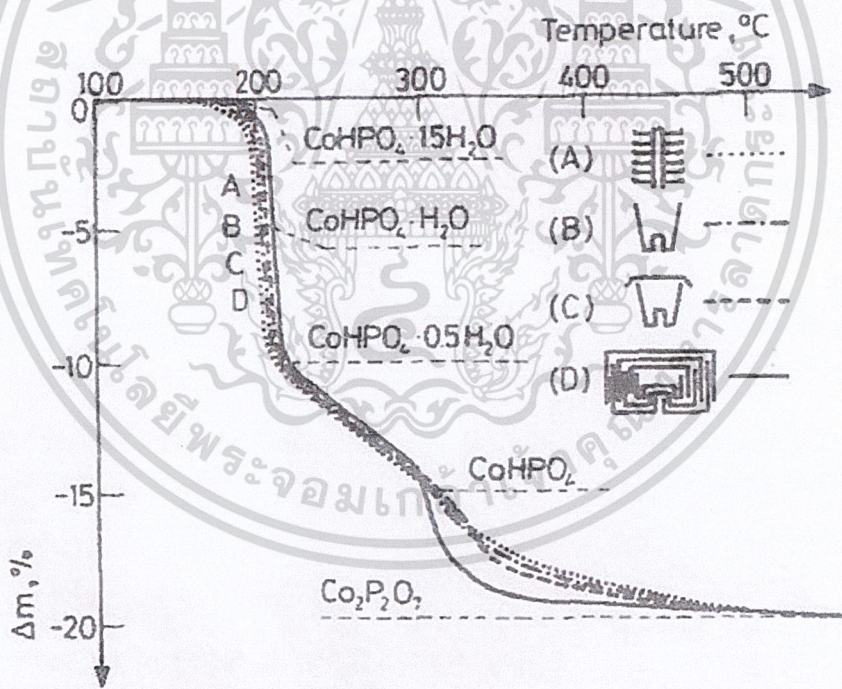
รูปที่ 2.1 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ  $\text{CaHPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากเทอร์โมแกรมที่ได้ อธิบายได้ว่า  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  นั้นเริ่มเกิดการสูญเสียโมเลกุลน้ำสองโมเลกุลแรกที่อุณหภูมิ  $135^\circ\text{C}$  และสูญเสียอีกหนึ่งโมเลกุลต่อมาที่อุณหภูมิประมาณ  $430^\circ\text{C}$  เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็น ไพโรฟอสเฟต ซึ่งแสดงขั้นตอนการสลายตัวได้ดังสมการ



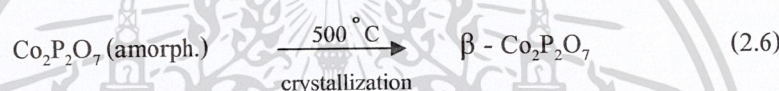
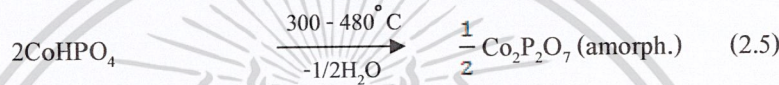
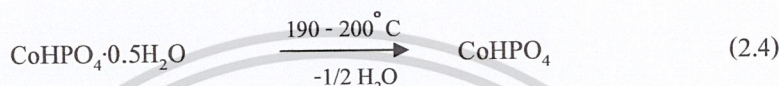
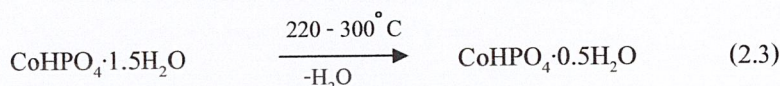
การศึกษากลไกและจลนพลศาสตร์ของการสลายตัวทางความร้อนของสารโลหะฟอสเฟตเริ่มได้รับความสนใจและการยอมรับขึ้นเรื่อยๆ เริ่มต้น D.Bradowa และคณะ [10] ได้ศึกษากลไกการสลายตัวทางความร้อนของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  โดยใช้ platinum crucibles ชนิดต่างๆ คือ (A) multiplate sample holder, (B) open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



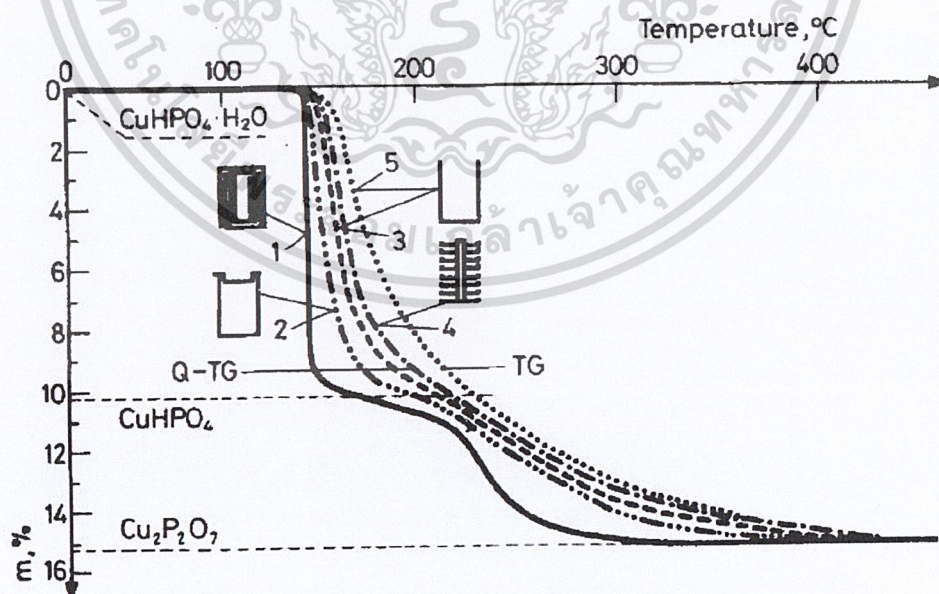
รูปที่ 2.2 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  [10]

การทดสอบการสลายตัวทำภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริก ในขั้นตอนแรกสาร  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  เกิดการสลายตัวให้โมเลกุลของน้ำ 1 โมเลกุล แต่อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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



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



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

## 2.2 วิธีการสังเคราะห์สาร (Synthesis Method)

วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารนั้นมีอยู่มากมายหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดก็มีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไป ซึ่งแน่นอนว่าสารตัวเดียวกันแต่ใช้วิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ย่อมทำให้สมบัติทั้งทางกายภาพและทางเคมีแตกต่างกันด้วยในบางกรณี ตัวอย่างและรายละเอียดของแต่ละวิธี มีดังวิธีต่อไปนี้

### 2.2.1 การตกตะกอน (Precipitation) [12]

การตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภทปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative Analysis) แบบเปียกประเภทหนึ่งที่มีมานานและถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ต่างๆ ได้อย่างมากมาย การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกจากสารละลาย โดยอาศัยการเติมสารเคมีที่ทำให้เกิดการตกตะกอนที่เรียกว่า ปริซิพพิแทนท์ (Precipitant) การตกตะกอนประกอบไปด้วยกลไกสำคัญคือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแน่นอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้อัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซโทรปี (Anisotropy) สำหรับสารโลหะฟอสเฟตนั้นอาจจะตกตะกอนในสถานะที่เป็นกรดหรือเบสก็ได้ขึ้นอยู่กับโครงสร้างหน่วยย่อยของฟอสเฟต เช่น การสังเคราะห์  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  จากระบบสารตั้งต้น  $1.0\text{ M CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} + 1.0\text{ M H}_3\text{PO}_4$  ที่  $\text{pH} = 6$  ด้วย  $1.0\text{ M NaOH}$

### 2.2.2 ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) [13, 14]

ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นกระบวนการในการสังเคราะห์สารเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผงโลหะต่างๆ ที่อยู่ในรูปของสารละลายหรือสารแขวนลอย (ปกติจะใช้น้ำ) ด้วยอุณหภูมิและความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวจะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous Powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก (โดยทั่วๆ ไป) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไปจะมีขนาดประมาณ 10 ถึง 12 นาโนเมตร) มีการกระจายตัวของอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และเป็นเนื้อเดียวกัน เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล มีการใช้อุณหภูมิและความดันสูงในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะอยู่ใกล้กับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤตของน้ำ และความดันที่ใช้จะอยู่ในช่วงประมาณ 20 เมกะพาสคัล (MPa) จึงต้องทำการเตรียมในหม้อความดัน (Autoclave) ทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแรงทนทานและสามารถทนอุณหภูมิได้สูง โดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในของหม้อความดันด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย สำหรับตัวอย่างการสังเคราะห์สาร โลหะฟอสเฟตด้วยวิธีนี้ เช่น การสังเคราะห์  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  โดยการผสม  $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  กับ  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  และน้ำลงใน Autoclave โดยผสมตามสัดส่วนโมลของสาร จากนั้นนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิสูง พร้อมกำหนดระยะเวลา

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

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ และนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) ตัวดูดซับ (Adsorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin films) การฉาบผิววัสดุ (Coatings) เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ (Nuclear fuel) แผ่นกรองและเส้นใยเซรามิกแก้วชนิดพิเศษ ผงขัด และวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) ต่างๆ คำว่า “โซล-เจล” เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล คือ กระบวนการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งอยู่ในรูปคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร ไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นวัสดุที่มีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล” ข้อดีของเทคนิคโซลเจล คือ มีการรวมตัวกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคขนาดเล็กละเอียด อยู่ในช่วง 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลึกเพื่อให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ

### 2.2.4 การสังเคราะห์โดยเทคนิคโซโนเคมีคอล (Sonochemical) [16]

เทคนิคโซโนเคมี (sonochemical) จะว่าด้วยการใช้อัลตราซาวด์กับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนี้ ทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติกคาวิตชัน (Acoustic cavitation) คาวิตชัน (Cavitation) คือการเกิดการชนกันอย่างรุนแรงของฟองในของเหลว ทำให้เกิดความร้อนถึงประมาณ 5000 องศาเซลวิน ก่อให้เกิดความดันประมาณ 1000 บรรยากาศ ก่อให้เกิดการเพิ่มความร้อน (หรือการลด) ด้วยอัตรามหาศาลมากกว่า 10<sup>9</sup> องศาเซลวินต่อวินาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเกิดไมโครเจ็ต ที่ความเร็ว 400 กิโลเมตรต่อชั่วโมง ฟองที่เกิดควิเดชันเป็นฟองของสุญญากาศ สุญญากาศจะเกิดจากการที่พื้นผิวที่เคลื่อนที่เร็ว (A Fast Moving Surface) ด้านหนึ่งสวนทางกับของเหลวที่เฉื่อย (Inert Liquid) ทำให้เกิดผลต่างของความดันที่มหาศาลที่สามารถเอาชนะแรงดึงดูดภายในโมเลกุลของของเหลว ควิเดชันอาจเกิดจาก นอซเซิลเวินจูรี (Nozzles Venturi) จากหัวฉีดความดันสูง จากการหมุนอย่างรวดเร็ว หรือจากการเหนี่ยวนำด้วยอุลตราซาวด์ ในระบบที่กล่าวมาทั้งหมดนี้ พลังงานที่ถูกใช้ (เป็นพลังงานอินพุท) จะถูกเปลี่ยนเป็น ความเสียหาย ความปั่นป่วน คลื่น และ ควิเดชัน สัดส่วนของพลังงานอินพุทที่ถูกเปลี่ยนเป็นควิเดชันจะขึ้นอยู่กับหลายๆ ปัจจัยที่อธิบายการเคลื่อนที่ของอุปกรณ์ที่ทำให้เกิดควิเดชัน ความเข้มของความเร่งเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญมากอันหนึ่งที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงพลังงานเป็นควิเดชันอย่างมีประสิทธิภาพ ความเร่งที่สูงจะก่อให้เกิดผลต่างของความดันที่มากมาย สิ่งนี้จะไปทำให้เกิดฟองสุญญากาศที่มากขึ้นแทนที่จะเกิดการเคลื่อนที่ผ่านของเหลวของคลื่นอุลตราซาวด์ ดังนั้น ยังมี ความเร่งสูงๆ ก็จะมี สัดส่วนที่สูงของ (พลังงานที่จะเปลี่ยนเป็น) ควิเดชัน (Cavitation)

### 2.2.5 การสังเคราะห์โดยวิธีคอมบัสชัน (Combustion) [17]

วิธีการคอมบัสชัน (Combustion) หลักการทำงานจะอาศัยการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox Reaction) โดยจะมีการใช้สารจำพวกไนเตรต และ เชื้อเพลิงที่เป็นสารอินทรีย์ในการเกิดปฏิกิริยา ในการใช้เชื้อเพลิงที่เป็นสารอินทรีย์นั้นเมื่อเกิดการสลายตัวแล้วจะคายความร้อนออกมาในปริมาณที่สูง ซึ่งความร้อนที่ได้นี้จะนำมาใช้เป็นพลังงานในการเกิดปฏิกิริยาในเทคนิคคอมบัสชัน ซึ่งข้อดีของการสังเคราะห์สารโดยวิธีคอมบัสชันนี้คือ ไม่ต้องอาศัยแหล่งพลังงานจากภายนอก และเกิดปฏิกิริยาได้เร็วอันเป็นผลเนื่องมาจากพลังงานความร้อนที่สูง ส่วนข้อเสียของเทคนิคนี้คือ มีความอันตรายสูงเนื่องจากเกิดการสลายตัวของเชื้อเพลิงซึ่งจะปลดปล่อยพลังงานความร้อนออกมา และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนั้นได้สารผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่น้อย

### 2.2.6 การสังเคราะห์แบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) [18]

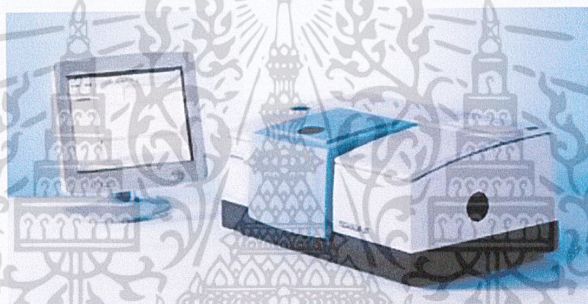
การที่เราจะสามารถนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างสารโลหะฟอสเฟตทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ที่เรียกว่า ทวิโลหะฟอสเฟต (Binary metal phosphates) ได้นั้นจะใช้วิธีนี้ ซึ่งหลักการของวิธีการนี้ก็คล้ายกับวิธีการตกตะกอนธรรมดา แต่ใช้สารตั้งต้นเป็นโลหะสองชนิดโดยเตรียมเป็นสารละลายโลหะสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งของฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสมเพื่อให้เกิดตะกอน เช่นการสังเคราะห์  $Mn_xMg_{1-x}HPO_4 \cdot 3H_2O$  จากระบบสารตั้งต้น  $0.1 M MnCl_2 \cdot 4H_2O + 0.1 M MgCl_2 \cdot 6H_2O + 0.1 M H_3PO_4$  ปรับความเป็นเบสที่  $pH = 7$  ด้วย  $0.1 M NaOH$  โดยสัดส่วน  $x$  เปลี่ยนแปลงตามสูตรโครงสร้างของสารทวิโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.3 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารโลหะฟอสเฟต

### 2.3.1 ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบ พิสูจน์ และศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร ซึ่งอาจอยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว หรือก๊าซ ข้อมูลที่ได้จากวิธีนี้เป็นข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการเกิดการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของโมเลกุลเมื่อได้รับรังสีอินฟราเรด โมเลกุลจะถูกกระตุ้นเป็นโมเลกุลที่มีพลังงานสูงกว่าที่อยู่สถานะพื้น ซึ่งเป็นพลังงานพอที่จะทำให้โมเลกุลเกิดการสั่นและเกิดการหมุนได้ โดยพลังงานในช่วงอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง คือ ช่วงอินฟราเรดใกล้ ช่วงอินฟราเรดกลาง และช่วงอินฟราเรดไกล สำหรับช่วงอินฟราเรดที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์พื้นฐานการสั่นของสาร โดยทั่วไปมักจะเป็นช่วงกลางที่มีความยาวคลื่นประมาณ  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  สำหรับวิธีการเตรียมสารตัวอย่างนั้น ใช้วิธีการนำสารตัวอย่างมาบดกับเกลือ KBr โดยใช้ปริมาตรของเกลือ KBr ต่อสารตัวอย่างเท่ากับ 9:1 อัดสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ เพื่อให้แสงผ่านได้



รูปที่ 2.4 เครื่องฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) [19]

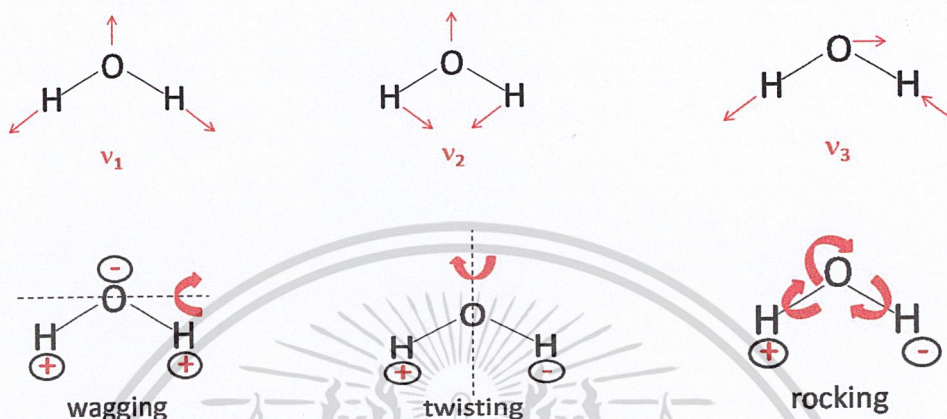
สำหรับรูปแบบการสั่นของสารที่สังเคราะห์ขึ้นที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค FTIR นี้แบ่งรูปแบบการสั่นออกเป็นสองรูปแบบ คือ

#### 2.3.1.1 รูปแบบการสั่นของน้ำและไฮโดรเจนฟอสเฟต (Water and Hydrogenphosphate Vibration)

โมเลกุลของน้ำที่อยู่ในผลึกเมื่อดูดซับรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$  แล้วจะเกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งน้ำประกอบด้วย 3 อะตอมจะมีรูปแบบการสั่นทั้งหมด  $3N - 6 = 3(3) - 6 = 3$  รูปแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (Symmetric stretching :  $V_1$ ) การสั่นแบบยืดหดไม่สมมาตร (Asymmetric stretching :  $V_2$ ) และการสั่นแบบโค้งงอ หรือการผิดรูป (Deformation) เกิดจากการเปลี่ยนแปลงมุมระหว่างพันธะ 2 อันที่เรียกว่า Scissoring ( $V_2$ ) แล้วยังมี การหมุนที่ถูกขัดขวาง (Hindered rotation) หรือที่เรียกว่า “ไลเบรชัน (Libration)” เกิดจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การหมุนแบบกลับไปกลับมา (Rotational oscillations) ของโมเลกุลน้ำซึ่งเกิดอันตรกิริยากับอะตอมข้างเคียง แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ขึ้นอยู่กับทิศทางของแกนหมุนหลัก ได้แก่ Rocking ( $R_x$ ), Wagging ( $R_y$ ) และ Twisting ( $R_z$ ) ซึ่งรูปและแถบการสั่นของรูปแบบต่างๆ แสดงดังรูปที่ 2.5 และตารางที่ 2.1



รูปที่ 2.5 Vibration modes ของโมเลกุลน้ำ [20]

ตารางที่ 2.1 แถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำภายในโครงสร้างของแข็ง ( $\text{cm}^{-1}$ )

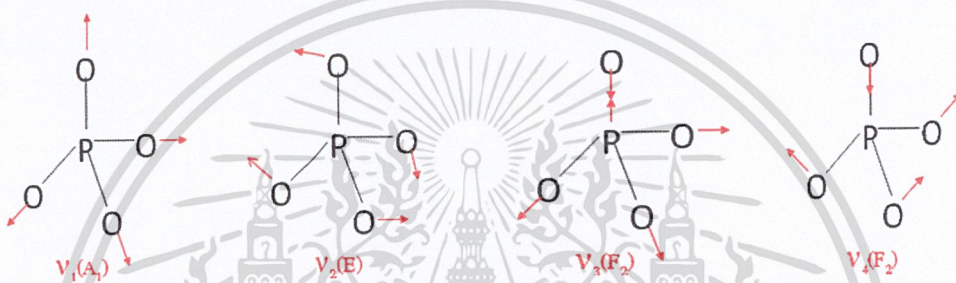
|                            |                  |
|----------------------------|------------------|
| Solid hydrate              | H <sub>2</sub> O |
| Stretching modes ( $\nu$ ) | 3600-3000        |
| Bending modes ( $\delta$ ) | 1660-1590        |
| Librations ( $\rho$ )      | 900-350          |
| Translatory modes (T)      | 350-100          |

สำหรับโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{HPO}_4^{2-}$ ) ซึ่งมีจำนวนอะตอมทั้งหมด 6 อะตอมทำให้มีจำนวนรูปแบบการสั่นทั้งหมด  $3(6)-6 = 12$  รูปแบบแต่เกิดการซ้อนทับกันในบ้างจึงเหลือรูปแบบหลักๆ ที่สามารถสังเกตเห็นได้ชัดเจนอยู่ 6 รูปแบบด้วยกัน [21] ซึ่งแสดงดังตารางที่ 2.2 อีกทั้งโมเลกุลของไฮโดรเจนฟอสเฟตมีการจัดเรียงลักษณะโมเลกุลเป็นเตตระฮีดรอล (Tetrahedral,  $\text{XY}_4$ ) จึงมี Vibration modes ดังแสดงรูปที่ 2.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 รูปแบบการสั่นของโมเลกุลไฮโดรเจนฟอสเฟต

| รูปแบบการสั่น                 | แถบของการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) |
|-------------------------------|------------------------------------|
| $\nu_{\text{as}}(\text{P-O})$ | 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 2.6 Vibrational modes ของโมเลกุล Tetrahedral,  $\text{XY}_4$  [22]

### 2.3.1.2 รูปแบบการสั่นของไพโรฟอสเฟต (Pyrophosphate Vibration)

ไพโรฟอสเฟต ( $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ ) มีรูปแบบของการสั่นทั้งหมด  $3(9) - 6 = 21$  รูปแบบและเกิดการซ้อนทับเช่นกัน ทำให้สังเกตแถบการสั่นหลักๆ ได้ 6 รูปแบบแสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 รูปแบบการสั่นของโมเลกุลไพโรฟอสเฟต

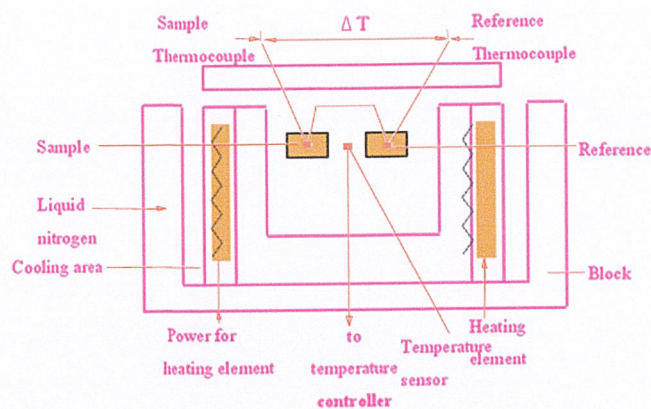
| รูปแบบการสั่น                  | แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) |
|--------------------------------|---------------------------------|
| $\nu_{\text{as}}(\text{PO}_3)$ | 1108 s                          |
| $\nu_{\text{s}}(\text{PO}_3)$  | 1050 s                          |
| $\nu_{\text{as}}(\text{POP})$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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

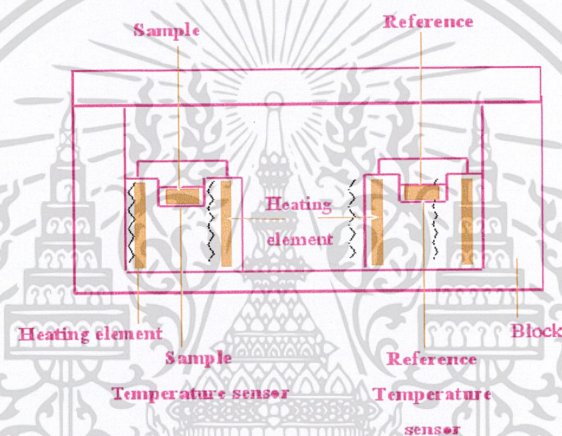
### 2.3.2 การวิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) และแบบดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอล (Differential Thermal Analysis, DTA)

DSC และ DTA เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่เกี่ยวข้องกับอุณหภูมิของสารตัวอย่าง แต่ DSC เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมมากกว่า ทั้ง DTA และ DSC มีหลักการทำงานเหมือนกัน คือ สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงที่เนื่องต่อการเกิดปฏิกิริยา ที่บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (ทองแดง หรือ แกรไฟต์) ใช้สำหรับการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °C) จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศในโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิในตัวอย่างจะถูกตรวจวัด และแปรผลขนาดของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.5 - 1.0 มิลลิกรัม ถึงแม้ว่าทั้งสองเทคนิคนี้ให้ข้อมูลที่คล้ายกัน แต่มีข้อแตกต่างที่สำคัญคือ ในเทคนิค DTA สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานที่เดียวกันและความแตกต่างของอุณหภูมิ ( $\Delta T$ ) ระหว่างสารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกบันทึก เมื่อเริ่มให้ความร้อน ถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน (Endothermic) แต่ถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างสูงกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน (Exothermic) สำหรับเทคนิค DSC สารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานสองแหล่งที่แยกกัน ค่าพลังงานความร้อน ( $d\Delta Q/dt$ ) ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้ ข้อมูลที่ถูกนำมาพลอตกราฟกับอุณหภูมิคือ  $\Delta dQ/dt$  (สำหรับ DSC) หรือ  $\Delta T$  (สำหรับ DTA) กราฟที่ได้เรียกว่า เทอร์โมแกรม (Thermogram) ข้อมูลที่ได้จากเทอร์โมแกรมของ DSC โดยตรงคือค่าเอนทัลปี (Enthalpy,  $\Delta H$ ) ซึ่งจะสัมพันธ์โดยตรงกับพื้นที่ใต้กราฟ ค่าเอนทัลปีนี้สามารถบ่งบอกได้ว่าปฏิกิริยาการสลายตัวของโลหะฟอสเฟตจากรูปแบบหนึ่งไปเป็นอีกรูปแบบหนึ่งนั้นดูดหรือคายความร้อน โดยถ้าค่าเอนทัลปีเป็นบวกก็แสดงว่าเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อน แต่ถ้าติดลบแสดงว่าปฏิกิริยานั้นคายความร้อน ค่าเอนทัลปีที่ได้นั้นสามารถนำมาคำนวณหาค่าความจุความร้อนของสารได้ ค่าเอนโทรปี ( $\Delta S$ ) และพลังงานอิสระของกิบส์ ( $\Delta G$ ) ก็สามารถหาได้จากเทคนิค DSC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อนแบบดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) [23]



รูปที่ 2.8 ส่วนประกอบหลักของเครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียลเทอร์มอด (Differential Thermal Analysis, DTA) [24]

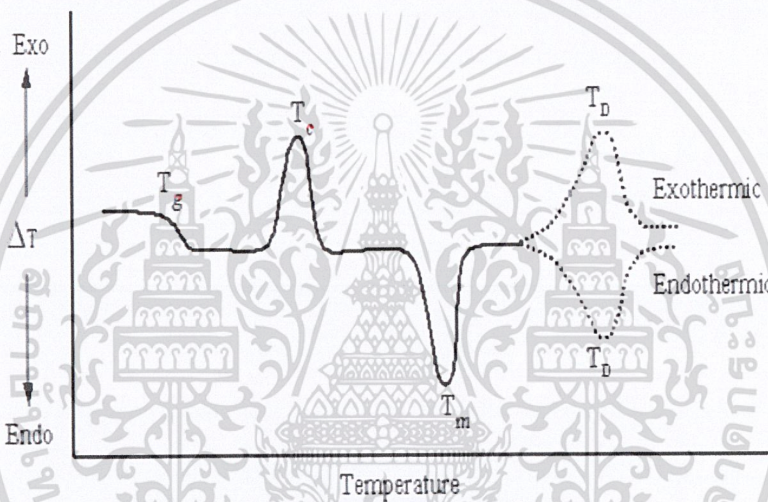
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 เครื่องวิเคราะห์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียล เทอร์มอล (DTA) [25]



รูปที่ 2.10 เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน ดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter) [26]



รูปที่ 2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อน (Differential Scanning Calorimetry , DSC) [27]

2.3.3 อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) [28]

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

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ โดยการใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer, AAS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุอย่างหนึ่ง ซึ่งสามารถทำได้ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ที่ได้รับความนิยมมากวิธีหนึ่ง เพราะเป็นเทคนิคที่สะดวก รวดเร็ว มีความเที่ยงความแม่นยำ มีสภาพไวสูง และเป็นเทคนิคที่เฉพาะดีมาก สามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโลหะที่มีจำนวนน้อยๆ ดังนั้นห้องปฏิบัติการวิเคราะห์โดยทั่วไปมักนิยมใช้เทคนิคนี้ กันมาก

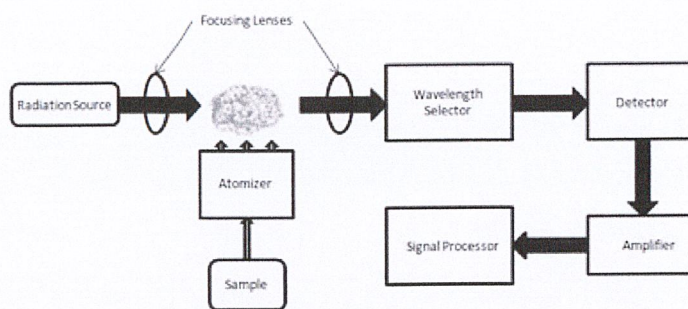
### 2.3.5.1 หลักการ

นำสารละลายตัวอย่างที่เตรียมมาดูด (Aspirate) เข้าไปในเปลวไฟ Air-Acetylene ของเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้สารละลาย ตัวอย่างเกิดกระบวนการ แยกตัว (Dissociation) หรือเปลี่ยนให้เป็นไอ (Vaporization) หรืออาจ แยกตัวเป็นอะตอม (Atomization) อยู่ที่สถานะพื้น อะตอมที่สถานะพื้นจะเปลี่ยนสถานะไปสู่สถานะ กระตุ้น โดยการดูดกลืนแสงที่ผ่านมาจากแหล่งกำเนิดภายนอก (Hollow Cathode Lamp) ที่ความยาว กลิ่นที่เฉพาะเจาะจง ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับของพลังงานแตกต่างกัน จึงมี การดูดกลืนพลังงานแตกต่างกัน ซึ่งธาตุแต่ละตัวจะดูดกลืนแสง ได้ดีในช่วงความยาวคลื่นต่างกัน เช่น อะตอมของโซเดียมจะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 589 nm เพราะแสงที่ความยาวคลื่นนี้ เป็นแสงที่มีพลังงานพอดีที่จะทำให้อิเล็กตรอนของโซเดียมอะตอมเกิดการเปลี่ยนสถานะจาก สถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น สำหรับการวัดตัวอย่างการดูดกลืนแสงจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับ ความเข้มข้นของธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ซึ่งความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่างจะ หาได้โดยการวัดเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โดยค่าการดูดกลืนแสงมี ความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะ เมื่อโลหะมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงาน แสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากโลหะมีปริมาณน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสง ได้น้อยซึ่งเป็นไปตาม กฎของเบียร์-แลมเบอร์ต (Beer-Lambert law)

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

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง AAS [29]

ในการวิเคราะห์จะต้องเปลี่ยนรูปของโลหะที่ปนอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ให้กลายเป็นอะตอมโดยใช้พลังงานจากเปลวไฟด้วยส่วนสร้างอะตอม (atomizer) อะตอมที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนพลังงานแสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง (radiation source) หลังจากนั้นแสงที่ผ่านการดูดกลืนแล้ว จะถูกเลือกเฉพาะความยาวคลื่นที่จำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด และถูกตรวจวัดด้วยดีเทคเตอร์ (detector) เพื่อเปลี่ยนจากสัญญาณแสงเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า จากนั้นเข้าไปที่หน่วยขยายสัญญาณ (amplifier) สิ้นสุดกระบวนการด้วยการประมวลผลด้วยคอมพิวเตอร์ (signal processor)

### 2.3.5.2 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี Atomic Absorption Spectrometer (AAS) [30]

เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุนั้นสามารถทำได้หลายวิธี คือ

1. ใช้ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม
2. ใช้ Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมได้ด้วยความร้อนจากกระแสไฟฟ้า (Electrothermal atomizer หรือ graphite furnace) โดยสามารถโปรแกรมให้อุณหภูมิของการเผาไหม้ค่าต่างๆ กัน และใช้เวลาต่างๆ กันได้
3. ใช้ Hydride Generation Technique เนื่องจากมีธาตุบางชนิดจะเปลี่ยนให้เป็นอะตอม โดยตรงด้วยเทคนิค 1 และ 2 ไม่ได้จำเป็นต้องใช้วิธีทำให้แตกตัวในบรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจนเพื่อป้องกันการรวมตัวกับออกซิเจนของธาตุเหล่านี้ ดังนั้น จึงต้องใช้วิธีทำให้ธาตุเหล่านี้กลายเป็นไอได้ง่ายๆ ที่อุณหภูมิห้องด้วยการรีดิวซ์ให้เป็นไฮไดรด์ แล้วให้ไฮไดรด์นั้นผ่านเข้าไปในเปลวไฟไฮโดรเจน ความร้อนจากเปลวไฟไฮโดรเจนทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรีได้ เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ As, Se, Te, Ge, Bi, Sb

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ใช้ Cold Vapor Generation Technique สำหรับเทคนิคนี้เหมาะที่จะใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ธาตุบางชนิดที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอได้ง่ายๆ ซึ่งได้แก่ การวิเคราะห์ปรอทที่มีปริมาณน้อยโดยเฉพาะ

### 2.3.5.3 องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆ ของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

มี 5 ส่วนด้วยกัน คือ

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

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

5.1.1 ลักษณะของ HCL ประกอบด้วยขั้วแคโทด ซึ่งเป็นโลหะทำเป็นรูปทรงกระบอกกลวงหรือรูปถ้วยฉาบด้วยโลหะหรือเป็นผงโลหะที่ต้องการให้ถูกกระตุ้น เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่มี resonance lines ส่วนขั้วแอโนด anode ทำด้วยโลหะนิเกิล หรือ ทังสเตน หรือ โซเดียมเป็นแท่งเล็กๆ ภายในหลอดแก้วบรรจุด้วยแก๊สนีออน หรืออาร์กอนที่ความดันประมาณ 4-10 torr. หรือ window อาจเป็นแก้วไฟรังก์ซ์หรือควอร์ตซ์ ถ้าสเปกตรัมอยู่ในช่วงยูวี window ต้องทำด้วยควอร์ตซ์หรือซิลิกา ถ้าสเปกตรัมอยู่ในช่วงวิสิเบิลก็อาจใช้ แก้วไฟรังก์ซ์ หรือ ควอร์ตซ์ ในการใช้หลอด HCL window จะต้องสะอาด จะต้องใช้กระแสไฟฟ้า อยู่ในช่วง 3-30 mA ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ เมื่อใช้กระแสไฟฟ้ามากๆ จะทำให้อายุของหลอดสั้นเข้า แต่ได้แสงมีความเข้มสูงเป็นการเพิ่ม S/N ratio

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

5.2 ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (The Atomization Process หรือ Atomizer) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น จะประสบความสำเร็จมากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณของอะตอมเสรีของธาตุที่ทำให้เกิดขึ้น เพราะอะตอมเสรีเป็นตัวดูดกลืนแสงที่จะทำการวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยเลือกใช้ความยาวคลื่นของแสงที่เหมาะสมผ่านเข้าไป ดังนั้น ความสำคัญจึงอยู่ที่การทำให้ธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมเสรีที่สถานะพื้นได้มาก ๆ วิธีที่นิยมใช้กันคือ

#### 2.3.5.4 กระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization)

กระบวนการนี้สารตัวอย่างจะต้องเป็นสารละลายที่เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ ตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้ กระบวนการ atomization มี 5 ขั้นตอน คือ

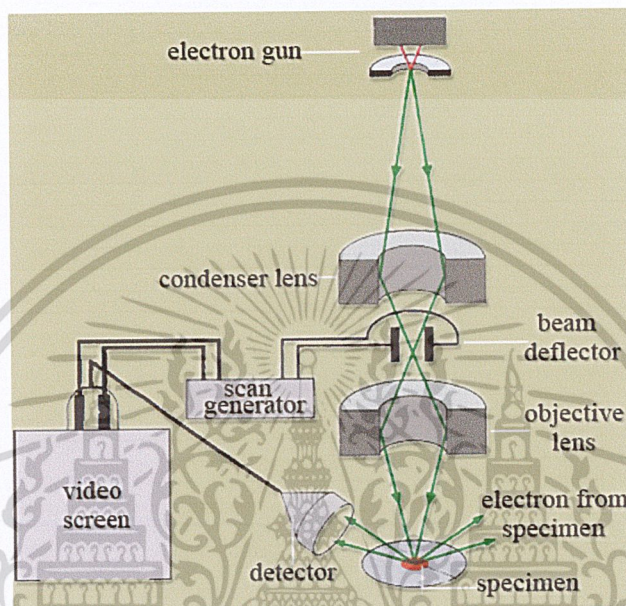
1. Nebulization เป็นกระบวนการที่เปลี่ยนของเหลวให้เป็นละอองเล็กๆ (Mist) ด้วยเครื่องเรียกว่า Nebulizer
2. Droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายรวมกันเป็นหยดสารละลายโต ไม่สามารถจะลอยอยู่ในอากาศได้ จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง (Drain)
3. Mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กๆ ของสารละลายเกิดผสมกับแก๊สเชื้อเพลิง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

#### 2.3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง (ประมาณ 10 นาโนเมตร) การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาพื้นฐานวิทยาศาสตร์และรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัส โดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงาน จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป



รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) [31]



รูปที่ 2.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) [32]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

I.L.shashkova et al. [33] ได้ทำการเตรียมแคลเซียมและแมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮดรต ( $\text{CaHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  and  $\text{MgHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) จากโดโลไมต์ (Dolomite) ซึ่งเป็นหินที่มีส่วนประกอบของ  $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$  หาได้ง่ายตามธรรมชาติและราคาถูก การทดลองเริ่มจากนำโดโลไมต์ไปร่อนเพื่อนำสิ่งเจือปนออก จากนั้นนำมาบดให้ละเอียดเป็นผงและนำมาผสมกับ 10-20% กรดฟอสฟอริก พร้อมปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาหลายชั่วโมง จากนั้นนำมากรองและนำไปอบ ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แต่สารที่ได้นั้นมีสิ่งเจือปนอื่นๆ ปนอยู่บ้างเนื่องจากวัตถุดิบตั้งต้นที่ใช้นั้นได้จากธรรมชาติ สารที่สังเคราะห์ถูกนำไปใช้เป็นปุ๋ยที่สามารถปลดปล่อยธาตุฟอสฟอรัสออกมาได้อย่างช้าๆ

Hans E. and Lundager Madsen [34] ได้ศึกษาจลนพลศาสตร์การเกิดผลึกของ คอปเปอร์ (II) ฟอสเฟต โดยผสมสารละลายของคอปเปอร์ (II) ในกรดกับแอมโมเนียมฟอสเฟต และบันทึกค่า pH ตั้งแต่เริ่มต้น พร้อมทั้งควบคุมอุณหภูมิที่  $37^\circ\text{C}$  ผลคือได้ตะกอนของผลิตภัณฑ์ 3 ตัว ได้แก่  $\text{CuNH}_4\text{PO}_4$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}_2\text{OHPO}_4$  โดยสองตัวแรกนั้นผลึกเป็นสเฟียรูไลท์ ส่วนตัวหลังสุดเป็นผลึกเดี่ยว โดยพบว่าอัตราการเติบโตของผลึกนั้นเป็นฟังก์ชันของการอิมิตวียังยวดที่ถูกคำนวณจากค่าที่บันทึกไว้ ซึ่งค่าอัตราการเติบโตของผลึกนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการ

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

เมื่อ S คือ การอิมิตวียังยวดต่อไอออน

$\alpha$  คือ รากที่สามของปริมาตรต่อหนึ่งหน่วยสูตรในผลึก

K คือ ค่าคงที่อัตรา

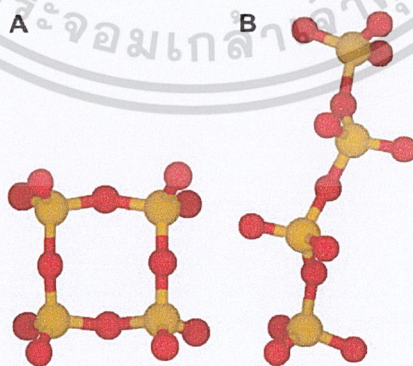
$\lambda$  คือ พลังงานอิสระที่ขอบผลึก

O.A. Lukyanchenko and V.V. Samuskevich [35] (1999) ได้ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของโคบอลต์ไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮดรต [ $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] (Thermal transformations of  $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ด้วยเทคนิค DTA โดยเริ่มจากเตรียม [ $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] ด้วยการผสม 23 กรัม ของ  $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  กับ 100 มิลลิลิตร ของกรดฟอสฟอริก 75 เปอร์เซ็นต์ และกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นล้างตะกอนที่ได้ด้วยอะซิโตนแล้วนำไปอบจนแห้ง นำสารที่ได้ไปทดสอบการสลายตัวทางความร้อนที่ 3 สภาวะคือ นอนไอโซเทอร์มอล (บรรยากาศของอากาศ) ไอโซเทอร์มอล (สุญญากาศ) และในสภาวะที่มีไอน้ำ ผลการทดลองคือ ที่สภาวะนอนไอโซเทอร์มอลและไอโซเทอร์มอลนั้นพบว่าการเกิดการผสมของฟอสเฟตเอกซ์เรย์อสัญฐาน (X-ray-amorphous phosphates) ที่องค์การควมแน่นต่างๆ จากนั้น ได้นำของผสมเหล่านี้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสซึ่งสุดท้ายได้ผลิตภัณฑ์เป็นโคบอลต์พอลิฟอสเฟตที่เป็นสายโซ่ [ $\text{Co}(\text{PO}_3)_2$ ]<sub>n</sub>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Hiroaki Onoda et al. (2005) [36] ได้เตรียมผงสีต่างๆ ที่อยู่ในรูปของโคบอลต์ฟอสเฟตที่มีรูปแบบที่แตกต่างกัน เริ่มจากการผสมแอมโมเนียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ), โคบอลต์คาร์บอเนต ( $\text{CoCO}_3$ ) และธาตุที่หายากเช่น  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  เข้าด้วยกันด้วยสัดส่วนโมลที่แตกต่างกัน เมื่อได้สารผลิตภัณฑ์ที่แต่ละสัดส่วนโมลแล้วก็ทดสอบด้วย Differential Thermal Analyses (DTA), X-ray Powder Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Scanning Electron Microscopy (SEM), Particle Size Distribution (PSD), Specific Surface Area, UV-Vis Reflectance Spectra และ Fluorescence Spectra ซึ่งผลการทดลองคือได้โคบอลต์ฟอสเฟตที่อยู่ในรูปของโคบอลต์ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) ไชโคลเตตระฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ) และอโทฟอสเฟต ( $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ ) การทนทานต่อกรดและเบสของสารสังเคราะห์ขึ้นก็ได้ถูกทดสอบด้วยเช่นกัน โดยพบว่าเมื่อใส่ธาตุที่หายากผสมเข้าไปแล้วทำให้สมบัติการทนกรดและเบสดีขึ้น

บรรจง บุญชม และคณะ (พ.ศ. 2550) [37] ก็ได้มีการศึกษาเตรียมสารในกลุ่มโลหะไซโคลเตตระฟอสเฟต เพื่อใช้ทดแทนสีเคลือบโลหะออกไซด์ และสามารถผลิตได้ง่ายภายในประเทศ มีหลากหลายเฉดสีให้เลือก ที่สำคัญด้านคุณภาพและข้อดีอาจจะมีมากกว่าสีดั้งเดิมที่ใช้อยู่ และมีเหตุผลอธิบายมากมาย อาทิเช่น เตรียมขึ้นใช้งานง่าย ประหยัดต้นทุน เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม คุณภาพดี ทนการกัดกร่อนของกรดแก่และเบสแก่ ทนการใช้งานที่สภาพอุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส เหมาะกับการนำไปใช้งานหลายๆ ด้าน โลหะ (II) ไชโคลเตตระฟอสเฟตมีหน่วยโครงสร้างทางเคมี คือ ประกอบด้วย โลหะในกลุ่มทรานซิชัน (Transition) หรือธาตุเรพรีเซนต์ที่ฟ (Representative) ที่มีเลขออกซิเดชัน เท่ากับ  $2+$  สร้างพันธะกับ  $\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$  แอนไอออน (Anion) โดยที่แอนไอออนมีโครงสร้างทางเคมี แบ่งออกเป็น 2 ชนิดด้วยกัน คือ โพลีเตตระฟอสเฟต (Polytetraphosphate) และไซโคลเตตระฟอสเฟต (Cyclotetraphosphate) โดยรูปร่างโครงสร้างทางเคมีแสดงดังรูปที่ 2.15



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยในลักษณะของโครงสร้างแบบวงแหวน เรียกว่า ไฮโคเลตตระฟอสเฟตนั้นจะนิยมเตรียมขึ้น เพื่อเป็นสียเคลือบเซรามิกซ์ ด้วยเหตุผลที่เป็นโครงสร้างที่มีความแข็งแรง มีความเสถียรทนต่อสภาพ ความร้อนที่อุณหภูมิสูงได้ดี และทนการกัดกร่อนของกรดแก่และเบสแก่ได้เป็นอย่างดี โดยไม่สูญเสียสภาพของโครงสร้าง ในการเตรียมสารโลหะเดียวไฮโคเลตตระฟอสเฟตนั้นเตรียมได้สองวิธีได้โดยวิธีแรกคือ ทำการเตรียมด้วยสารตั้งต้นที่เป็นโลหะคาร์บอเนต ( $MCO_3$ ;  $M = Ba, Ca, Cu, Mn, Co, Ni$ ) ผสมกับกรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ) โดยเทคนิคการสังเคราะห์ด้วยความร้อนแบบสองขั้นตอน (two step thermal synthesis) ผสมสารที่อุณหภูมิประมาณ 100-200 องศาเซลเซียส จนสารที่ผสมกันเหลือเฉพาะของแข็งเท่านั้น แล้วค่อนำของแข็งที่ได้ออกมาบดให้ละเอียด แล้วนำไปเผาต่อที่อุณหภูมิประมาณ 600-800 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์สุดท้ายก็จะได้สารโลหะไฮโคเลตตระฟอสเฟตที่ต้องการ ส่วนอีกวิธีหนึ่งคือ นำสารในกลุ่มโลหะไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต (Metal dihydrogen hydrate,  $M(H_2PO_4)_2 \cdot nH_2O$ ) ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สารตั้งต้นก็จะสลายตัวไปเป็นสารโลหะไฮโคเลตตระฟอสเฟตได้เช่นเดียวกัน โดยวิธีการก็เหมือนกับหลักการผสมแม่สี หากอยากได้สารที่มีเจดสีใด ก็ทำการผสมโลหะสองตัวที่จะให้เจดสีที่เกิดจากการผสมของเจดสีของโลหะเดี่ยวลงไป โดยจะมีสีตามส่วนผสมของโลหะแต่ละชนิดในปริมาณต่างกัน ตัวอย่างสารที่ศึกษาไปแล้วนั้น เช่น  $Mn_{2-x}Co_xP_4O_{12}$  (ชมพูอ่อน)  $Mn_{2-x}Cu_xP_4O_{12}$  (ชมพูอมฟ้า)  $Mn_{2-x}Fe_xP_4O_{12}$  (ชมพูอมเหลือง) และ  $Mn_{2-x}Ca_xP_4O_{12}$  (ชมพูอมเทา)

Hiroaki Onoda et al. [38] ได้อธิบายถึงการพัฒนาและลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาของสารโลหะฟอสเฟตที่หายากต่างๆ ทำการสังเคราะห์โดยผสม oxide ของธาตุที่หายาก ได้แก่ La Ce Pr Nd Sm Yb และ Y กับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตหรือกับกรดฟอสฟอริกโดยใช้อุณหภูมิสูงที่อัตราส่วนของฟอสฟอรัสต่างๆ กัน หลังจากนั้นตรวจสอบเอกลักษณ์และองค์ประกอบของธาตุต่างๆ โดยใช้ X-ray Powder Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) และ Thermogravimetric / Differential Thermal Analysis (TG-DTA) นอกจากนี้ยังพบว่าธาตุหายากฟอสเฟตนี้แสดงสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรด ซึ่งการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทนี้จะขึ้นกับชนิดของธาตุหายากนั้นรวมถึงชนิดของฟอสเฟต ซึ่งในทางปฏิบัติพบว่า cerium phosphates ( $CePO_4$ ) แสดงสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพมากที่สุด

Banjong Boonchom et al. (2008). [39] สังเคราะห์  $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  ด้วยวิธีการตกตะกอน ที่ง่ายและรวดเร็ว โดยใช้กรดฟอสฟอริก แมงกานีสและโคบอลต์คาร์บอเนต ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนของสารที่สังเคราะห์ได้ พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนที่ซับซ้อนและได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็น  $MnCoP_4O_{12}$  ซึ่งการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ  $MnCoP_4O_{12}$  นี้มีลักษณะที่คล้ายกันกับ  $M(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  และ  $M_2P_4O_{12}$  (เมื่อ M คือ Mn และ Co)  $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  ที่สังเคราะห์ได้และ  $MnCoP_4O_{12}$  ที่ได้จากการสลายตัว

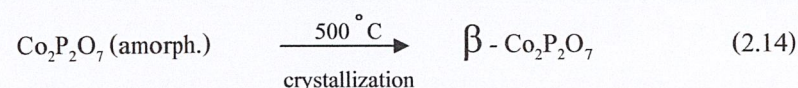
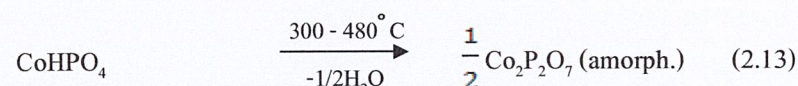
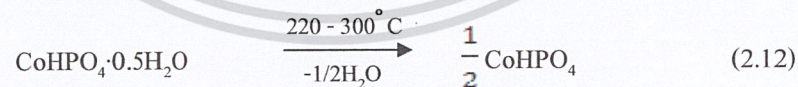
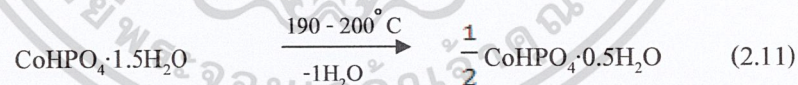
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทางความร้อนนี้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการใช้เป็นปุ๋ยที่มีอนุภาคขนาดเล็กสามารถให้ธาตุฟอสฟอรัสออกมาทีละน้อยและเป็นเวลานาน หรืออาจใช้เป็น ผงสี ส่วนประกอบที่ป้องกันการกัดกร่อนรวมถึงการประยุกต์ใช้อื่นๆ ที่ต้องการความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

J.G. Rabatin et al. (1960). [40] ศึกษาการสลายตัวของแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) จากเทอร์โมแกรมที่ได้ อธิบายได้ว่า  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  นั้นเริ่มเกิดการสูญเสียโมเลกุลน้ำสองโมเลกุลแรกที่อุณหภูมิ  $135^\circ\text{C}$  และสูญเสียอีกหนึ่งโมเลกุลต่อมาที่อุณหภูมิประมาณ  $430^\circ\text{C}$  เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็นไพโรฟอสเฟต ซึ่งแสดงขั้นตอนการสลายตัวได้ดังสมการ



D. Bradova (1988). [41] และคณะได้ศึกษาการสลายตัวของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  โดยใช้ platinum crucibles ชนิดต่างๆ คือ (A) multiplate sample holder, (B) open crucible, (C) crucible with a lid และ (D) a labyrinth crucible โดยทดสอบภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริก คือในขั้นตอนแรกสาร  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  เกิดการสลายตัวให้โมเลกุลของน้ำ 1 โมเลกุล แต่อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวในขั้นตอนนี้จะแตกต่างกันไปตาม crucibles ชนิดต่างๆ ที่ใช้ คือ  $208^\circ$  (A),  $212^\circ$  (B),  $216^\circ$  (C) และ  $220^\circ$  (D) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิของการสลายตัวแปรเปลี่ยนตามการลดลงของความดันย่อยของ ไอ้ไอน้ำภายใน crucible การสูญเสียน้ำส่วนสุดท้ายของโมเลกุล  $\text{CoHPO}_4 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$  เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการควบแน่นทำให้เกิดเป็น  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ซึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ  $300^\circ\text{C}$  และสิ้นสุดที่ประมาณ  $500^\circ\text{C}$  โดยสามารถสรุปเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

D.Bradowa (1988). [42] และคณะเดิมศึกษาการสลายตัวของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ภายใต้สภาวะไอโซเทอร์มอลกับไอโซบาริกและใช้ crucible ชนิดต่างๆ กันอีกเช่นกัน (labyrinth crucible : curve 1, covered crucible : curve 2, uncover crucible : curve 3, multiplate sample holder : curve 4) ซึ่ง D.Bradowa สรุปว่าการสลายตัวของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  นั้นเกิดขึ้น 2 ขั้นตอน ในขั้นแรกสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เกิดการสูญเสียน้ำในโครงสร้างผลึกที่อุณหภูมิประมาณ  $145^\circ\text{C}$  และเกิดการสูญเสียน้ำในขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ  $230^\circ\text{C}$  และเมื่อใช้ crucible ต่างกันก็ส่งผลให้กราฟเกิดการเลื่อนเปลี่ยนตำแหน่งของอุณหภูมิไปด้วย โดยกราฟที่ใช้ labyrinth crucible ซึ่งเกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำน้อยที่สุดจะเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าการใช้ multiplate sample holder ที่เกิดการสะสมของความดันย่อยของน้ำมากที่สุด

A.Bensalem and G.Iyer 1994. [43] และคณะกล่าวถึงการสังเคราะห์และลักษณะของสารใหม่ที่เป็นกรดและมีโครงสร้างเหมือน  $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$  ซึ่งมีลักษณะเป็นเยื่อ (Layered) ซึ่งตัวอย่างเตรียมที่ความดันและอุณหภูมิห้อง ด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่าง  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  และกรดฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ที่  $\text{pH} = 6.0$  สรุปว่า ได้สารที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด หลังจากทำการระเหย (drying) สารที่ตกตะกอน (มีลักษณะคล้ายฝุ่น) ซึ่งมี orthorhombic unit cell คือ  $a = 9.295\text{\AA}$ ,  $b = 8.038\text{\AA}$ ,  $c = 10.482\text{\AA}$  เมื่อเทียบแล้วมีขนาดผลึกต่างจาก  $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$  เล็กน้อย ซึ่งได้ทำการเตรียม  $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2\text{H}_2\text{O}$  โดยปฏิกิริยาผันกลับของ Hydration ที่อุณหภูมิสูงถึง  $200^\circ\text{C}$  และจากการวิเคราะห์ TGA และ DTA แสดงผลตรงกัน คือ มีตำแหน่ง ดูดความร้อน 3 ช่วง กับมีตำแหน่งสารเกิดการสลายตัว (weight loss) 3 ครั้ง

ครั้งที่ 1 เกิดการสลายตัวคือ 2 % ที่  $100^\circ\text{C}$

ครั้งที่ 2 เกิดการสลายตัวคือ 8.5 % ที่  $180^\circ\text{C}$

ครั้งที่ 3 เกิดการสลายตัวคือ 7.5 % ที่  $300^\circ\text{C}$

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะอธิบายการทดลองที่ใช้ในการสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) และสารทวิโลหะโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว โดยใช้สารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ ทำปฏิกิริยากับ 1.0 M กรดฟอสฟอริก และปรับ pH = 6 ด้วย 1.0 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Component) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) และการตรวจสอบสัณฐานวิทยา (Morphology) โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

### 3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

#### 3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ประเทศไทย  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น Leo1455VP บริษัท LEO ประเทศอังกฤษ
11. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) รุ่น AA-680 บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
12. อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ

### 3.1.2 สารเคมี

1. โคบอลต์ซัลเฟต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
2. โคบอลต์คลอไรด์ ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
3. คอปเปอร์ซัลเฟต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
4. คอปเปอร์ (II) ไนเตรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ ) ความบริสุทธิ์ 98 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RANKEM ประเทศอินเดีย
6. ออโทฟอสฟอริก ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) ความบริสุทธิ์ 85 เปอร์เซ็นต์ 85 %w/w เกรดวิเคราะห์ CARLO ERBA ประเทศฝรั่งเศส
7. อะซีโตน ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ RCL Labscan Limited ประเทศไทย
8. โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide, KBr) spectroscopy grade
9. สารมาตรฐานโคบอลต์ความเข้มข้น 1000 ppm (Standard solution of Co 1000 ppm) บริษัท Ajax Finechem Pty Ltd. ประเทศนิวซีแลนด์
10. สารมาตรฐานคอปเปอร์ความเข้มข้น 1000 ppm (Standard solution of Co 1000 ppm) บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
11. ไฮโดรคลอริก (HCl) ความบริสุทธิ์ 35.4 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ Loba chemie PVT. LTD. ประเทศอินเดีย
12. น้ำกลั่น (Distilled water)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2 ขั้นตอนการดำเนินการสังเคราะห์

#### 3.2.1 การเตรียมสารเคมี

การเตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

ปิเปตกรดฟอสฟอริก 85% ปริมาตร 40.96 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้น  
ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 6.0 M ปริมาตร 100 mL)



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



ปิเปตกรดฟอสฟอริก 3.0 M ปริมาตร 83.34 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร  
จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 250 mL)

การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

ชั่งเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จำนวน 10.0000 กรัม ละลายเม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยน้ำกลั่น จนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายโลหะโคบอลต์ ( $\text{Co}^{2+}$ ) ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

- ชั่งโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , Mw = 281.10 g/mol) 70.2800 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , Mw = 237.93 g/mol) 59.4830 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายโลหะคอปเปอร์ ( $\text{Cu}^{2+}$ ) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

- ชั่งคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , Mw = 249.68 g/mol) 62.4200 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น จนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

- ชั่งคอปเปอร์ (II) ไนเตรตไตรไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , Mw = 241.60 g/mol) 60.4000 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

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

สารคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) และโคบอลต์ (II)

คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

ถูกแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ผ่านการดำเนินการใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้แก่  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

2. วิธีการสังเคราะห์สารผ่านสารละลายของสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

ได้แก่  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

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

## 1. การสังเคราะห์สารโดยการชั่งสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

### 1.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ด้วย

#### โคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )

จากปฏิกิริยา



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

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

### 1.2 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ด้วย

#### โคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )

จากปฏิกิริยา



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

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้งานเฉพาะเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน

- นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

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

จากปฏิกิริยา



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

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

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

จากปฏิกิริยา



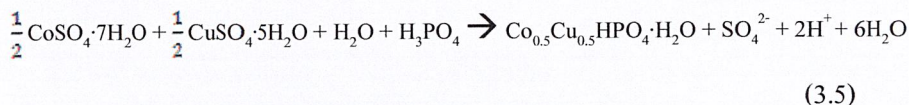
ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**1.5 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และ คอปเปอร์ (II)  
ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



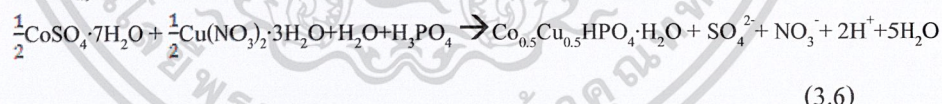
(3.5)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (281.10 g/mol) 2.8110 g และ  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (249.68 g/mol) 2.4968 g ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. บีบกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกอุณหภูมิจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

**1.6 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และ คอปเปอร์ (II) ไนเตรต  
ไตรไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



(3.6)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

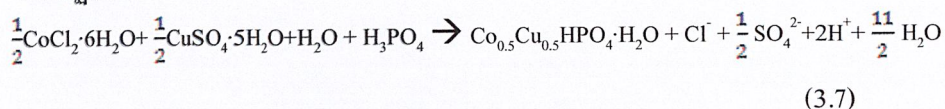
1. ชั่งสาร  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (281.10 g/mol) 2.8110 g และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (241.60 g/mol) 2.4160 g ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. บีบกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกอุณหภูมิจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
วิเคราะห์ต่อไป

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**1.7 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยโคบอลต์ (II) กลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) และ คอปเปอร์ (II)  
ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



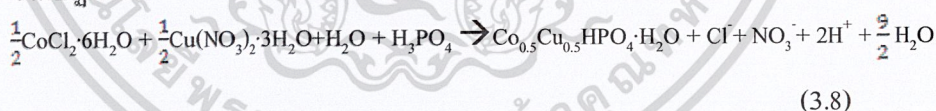
(3.7)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (237.93 g/mol) 2.3493 g และ  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (249.68 g/mol) 2.4968 g ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. บีเบตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางตั้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

**1.8 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยโคบอลต์ (II) กลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) และ คอปเปอร์ (II)  
ไนเตรตไตรไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



(3.8)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งสาร  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (237.93 g/mol) 2.3493 g และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  (241.60 g/mol) 2.4160 g ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. บีเบตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางตั้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
วิเคราะห์ต่อไป

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. วิธีการสังเคราะห์สารผ่านสารละลายของสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะกอปเปอร์

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

จากปฏิกิริยา



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

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

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

จากปฏิกิริยา



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

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ด้วย  
สารละลายคอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )

จากปฏิกิริยา



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

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

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

จากปฏิกิริยา



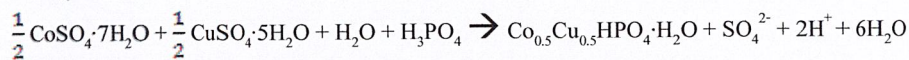
ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**2.5 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และ  
คอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



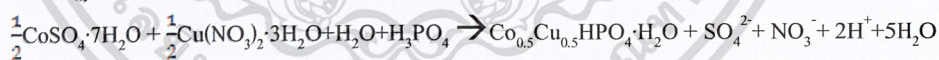
(3.13)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL และ ปิเปต  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

**2.6 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และ คอปเปอร์ (II)  
ไนเตรตไตรไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



(3.14)

ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL และ ปิเปต  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมปั่นกวนจนกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไป

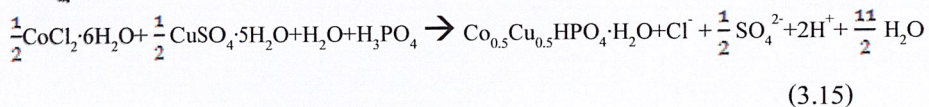
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนักผู้ใดเห็นาเบ้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิเคราะห์ต่อไป

**2.7 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) และ  
คอปเปอร์ (II) ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา

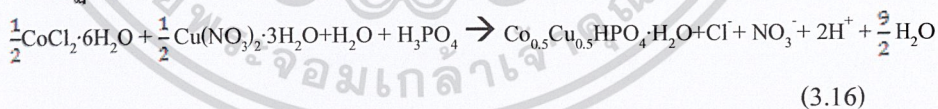


ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL และ ปิเปต  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกวजनกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน
5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

**2.8 การสังเคราะห์โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )  
ด้วยสารละลายโคบอลต์ (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) และ  
คอปเปอร์ (II) ไนเตรตไตรไฮเดรต ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )**

จากปฏิกิริยา



ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีวิธีการดังนี้

1. ปิเปต  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL และ ปิเปต  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ 250 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 20.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH = 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกวजनกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จากนั้นล้างด้วยอะซิโตน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

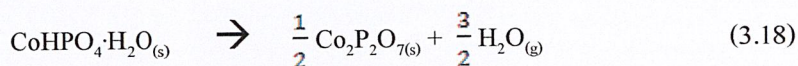
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. นำตะกอนที่ได้วางผึ่งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน จากนั้นเก็บตะกอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป

### 3.2.3 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) สารคอปเปอร์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) และโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ )

#### 3.2.3.1 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )

จากปฏิกิริยา

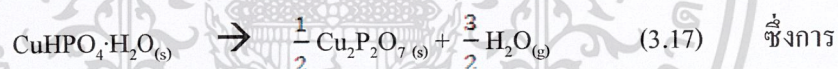


ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  มีวิธีการดังนี้

1. ชั่งด้วยกระเบื้องแล้วจัดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 0.2-5 g ใส่องไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจัดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่องไป (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ  $700^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดม แล้วจัดบันทึกน้ำหนัก

#### 3.2.3.2 การสังเคราะห์สารคอปเปอร์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )

จากปฏิกิริยา



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

1. ชั่งด้วยกระเบื้องแล้วจัดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ชั่งสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 0.2-5 g ใส่องไปในถ้วยกระเบื้องพร้อมจัดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ใส่องไป (ทำสองซ้ำ)
3. นำถ้วยกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ  $700^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดม แล้วจัดบันทึกน้ำหนัก

#### 3.2.3.3 การสังเคราะห์สารโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ )

จากปฏิกิริยา



ซึ่งการสังเคราะห์  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  มีวิธีการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ชั่งด้วยกระเบื้องแล้วจัดบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ชั่งสาร  $\text{CuCoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 0.2-5 g ไล่ลงไปในตัวกระเบื้องพร้อมจดบันทึกน้ำหนักผลรวมของสารที่ไล่ลงไป (ทำสองซ้ำ)
3. นำตัวกระเบื้องจากข้อ 2 ไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 3 ชม.
4. เมื่อครบแล้วปล่อยให้เย็น แล้วนำตัวกระเบื้องพร้อมสารที่เหลืออยู่มาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งอินเดียม แล้วจดบันทึกน้ำหนัก

### 3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

#### 3.3.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

##### การ calibrate ความยาวคลื่น

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

##### การเตรียม Pellet (Pressed disk)

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

##### การ Identification

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

#### 3.3.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียล

##### สแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.3 ศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

#### (Scanning Electron Microscope, SEM)

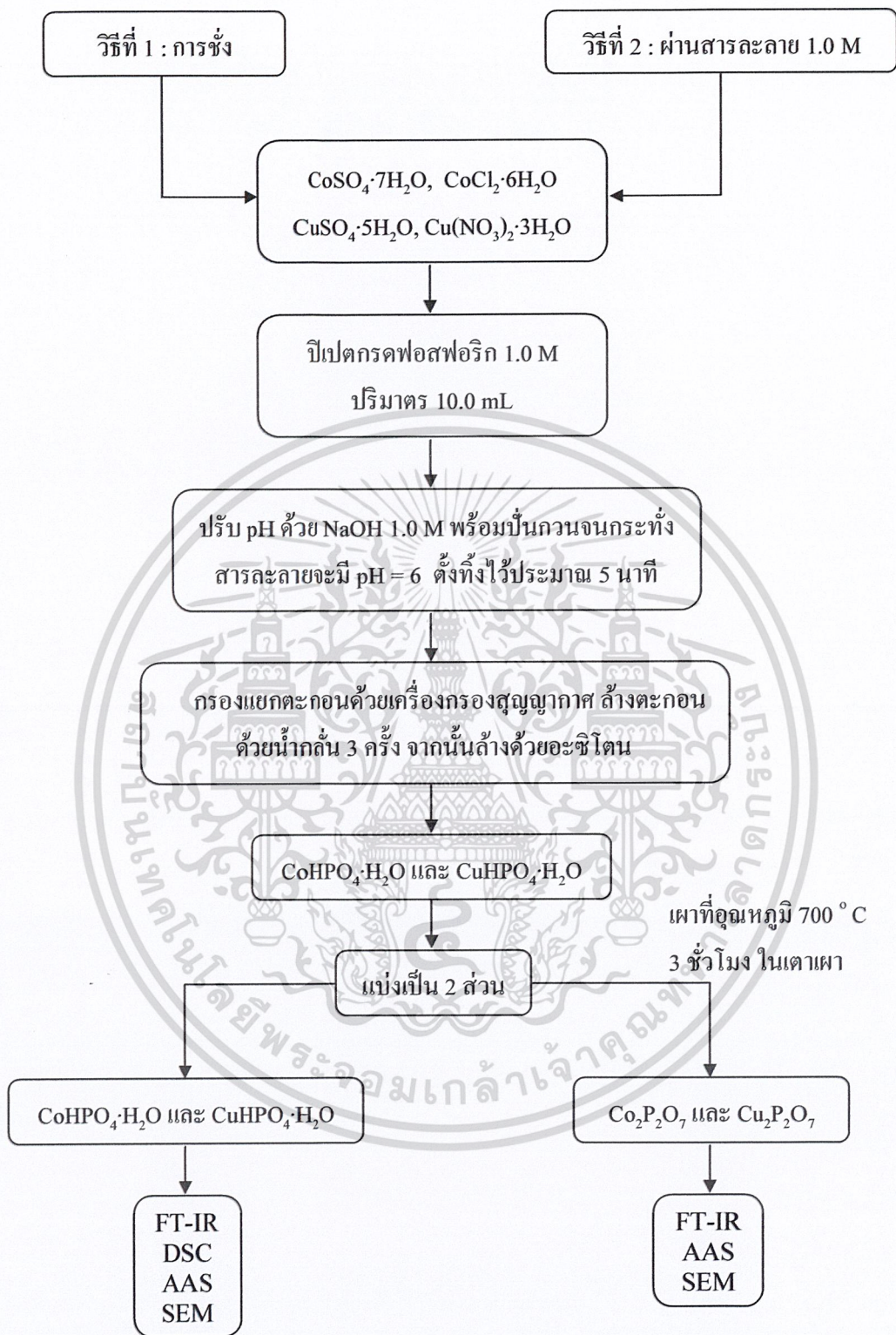
นำตัวอย่างที่ได้ขจัดให้สะอาดแล้วไปเคลือบผิวด้วยทอง ด้วยเครื่อง ion sputtering ใช้กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์เป็นเวลา 6 นาที นำเข้าเครื่อง SEM จากนั้นถ่ายภาพวิเคราะห์จุลโครงสร้างที่กำลังขยายที่ต้องการ

### 3.3.4 การตรวจสอบปริมาณโลหะ Co และ Cu ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

#### สเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

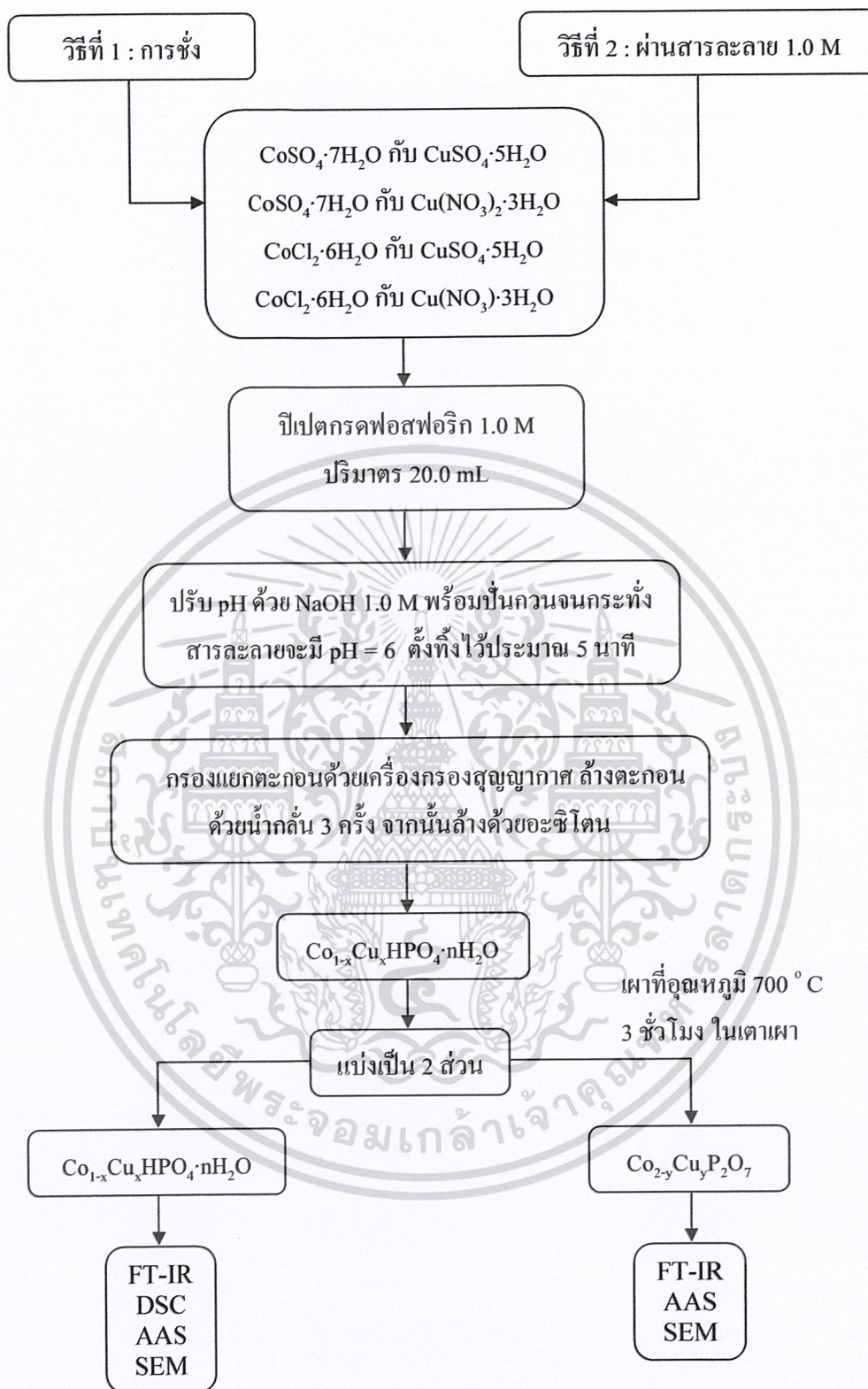
ใช้ Calibration Method โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานของ Co และ Cu ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนประมาณ 5 ความเข้มข้นแล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาเขียนกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ calibration curve จากนั้นละลายสารตัวอย่างที่เป็น  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  ใน 0.01 M ของกรดไฮโดรคลอริก (HCl) แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปเทียบกับ calibration curve เพื่อหาค่าความเข้มข้นของ Co และ Cu จากนั้นคำนวณกลับเพื่อหาสัดส่วนของ Co ต่อ Cu ในสาร binary phosphate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองที่ได้จากสังเคราะห์สาร โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) และสารทวิโลหะโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) โดยวิธีการตกตะกอนที่ง่ายและรวดเร็ว และกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น องค์ประกอบทางเคมี (Chemical Component) สมบัติทางกายภาพ (Physical properties) และการตรวจสอบสัณฐานวิทยา (Morphology) โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

#### 4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการเตรียมสารสำหรับโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการเตรียมสารใหม่ในกลุ่มโลหะฟอสเฟตสองชนิด คือ ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เมื่อ  $x = 0.0, 0.5$  และ  $1.0$ ) และศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากการสลายตัวจนได้สารกลุ่มใหม่อีกชนิดหนึ่ง คือ สารกลุ่มไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  เมื่อ  $y = 0.0, 1.0$  และ  $2.0$ ) โดยได้ทำการสังเคราะห์จาก สารตั้งต้น คือ โลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ (Metal (c)) ได้แก่  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ที่ได้จากการชั่งและในรูปสารละลายความเข้มข้น  $1.0 \text{ M}$  ซึ่งนำไปทำปฏิกิริยากับ  $1.0$  โมลาร์ กรดฟอสฟอริก และปรับพีเอช (pH) ด้วย  $1.0$  โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้  $\text{pH} = 6$  พร้อมปั่นกววน จากนั้นปั่นกววนทิ้งไว้ประมาณ  $5$  นาที แสดงดังปฏิกิริยา คือ



สำหรับโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการเตรียมสาร ทั้งหมด  $16$  ตัว โดยได้ทำการสังเคราะห์สารโลหะตัวเดียวไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (จากสารโลหะโคบอลต์ คือ  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) และ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (จากสารโลหะคอปเปอร์ คือ  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) และสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต คือ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (จากสารโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ คือ  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่ใช้วิธีการชั่งและวิธีสารละลายเข้มข้น  $1.0 \text{ M}$  ซึ่งสามารถคำนวณร้อยละผลผลิต และสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.1-ตารางที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

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

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

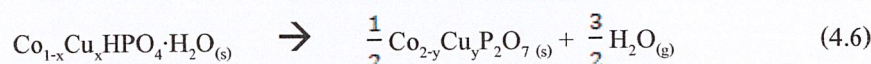
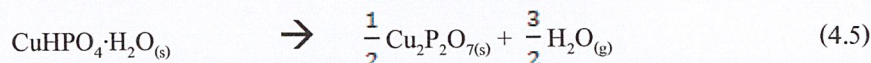
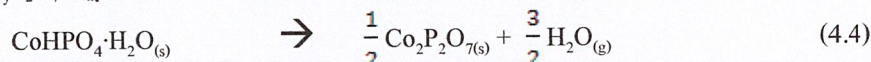
| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>/ ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL) | นน.สาร<br>$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>จากการทดลอง(g) | นน.สาร<br>$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>ตามทฤษฎี(g) | ร้อยละ<br>ผลผลิต |
|---|---|--|------------------|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

ตารางที่ 4.3 ร้อยละผลผลิตของสารโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต  
( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$<br>/ ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL) |  | นน.สาร<br>จากการ<br>ทดลอง (g) | นน.สาร<br>ตามทฤษฎี<br>(g) | ร้อยละ<br>ผลผลิต |
|---|--|-------------------------------|---------------------------|------------------|
| ชนิดของ Co  | ชนิดของ Cu   |                               |                           |                  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / 2.8095 g  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / 2.4973 g               | 3.3581                        | 3.5048                    | 95.81            |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / 2.8134 g  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ / 2.4108 g    | 2.8754                        | 3.5048                    | 82.04            |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / 2.3771 g  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / 2.4968 g               | 2.5197                        | 3.5048                    | 71.89            |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / 2.3820 g  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ / 2.4160 g    | 3.4498                        | 3.5048                    | 98.43            |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL   | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL            | 3.4869                        | 3.5048                    | 99.49            |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL | 3.3988                        | 3.5048                    | 96.98            |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL   | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL            | 2.4520                        | 3.5048                    | 69.96            |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ / 10 mL | 2.5383                        | 3.5048                    | 72.42            |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารอีกกลุ่มที่เตรียมได้ในโครงการพิเศษนี้ เกิดจากการสลายตัวทางความร้อนของ สารโลหะตัวเดียวไฮโดรเจนฟอสเฟต และสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต ที่อุณหภูมิ 700 °C กลายเป็นสารกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟต โดยสารกลุ่มนี้มีสูตรทั่วไป คือ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  และ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{P}_2\text{O}_7$  ปฏิกิริยารวมทั่วไปของการสลายตัวทางความร้อน คือ



สำหรับสารในกลุ่มโลหะไพโรฟอสเฟตนี้ ทำการสังเคราะห์ได้ทั้งหมด 16 ตัว ที่ได้จากเผาสาร  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต คือ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ซึ่งสามารถคำนวณร้อยละผลผลิต และสรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.4-ตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )

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

ตารางที่ 4.5 ร้อยละผลผลิตของสารคอปเปอร์ (II) ไพโรฟอสเฟต ( $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ )

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไพรอโรฟอสเฟต ( $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$ )

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์              |   | นน.สาร<br>$\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4$<br>$\cdot\text{H}_2\text{O}$ (g) | นน.สาร<br>$\text{CoCuP}_2\text{O}_7$<br>จากการ<br>ทดลอง (g) | นน.สาร<br>$\text{CoCuP}_2\text{O}_7$<br>ตามทฤษฎี<br>(g) | ร้อยละ<br>ผลผลิต |
|--|---|---|---|---|------------------|
| ชนิดของ Co                                     | ชนิดของ Cu  |   |   |   |                  |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$       | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 1.0065  | 0.5757  | 0.8513  | 67.63            |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 1.0446  | 0.5740  | 0.8835  | 64.97            |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$       | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 1.0015  | 0.5676  | 0.8470  | 67.01            |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 1.0059  | 0.5655  | 0.8489  | 66.47            |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 1.0194  | 0.6139  | 0.8622  | 71.20            |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.0117  | 0.5494  | 0.8557  | 64.21            |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 1.0155  | 0.5772  | 0.8589  | 67.20            |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.0177  | 0.5517  | 0.8607  | 64.10            |

## 4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมี

### 4.2.1 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต

ไฮเดรตและสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

จากการสังเคราะห์สารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่ใช้วิธีการชั่งและวิธีสารละลายความเข้มข้น 1.0 M เตรียมได้ทั้งหมด 16 ตัว ซึ่งมีสูตรโมเลกุล คือ  $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  ถูกนำมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อตรวจหาปริมาณโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งแสดงผลดังตารางที่ 4.7 และตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.7 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ )

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์<br>$\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |  | องค์ประกอบทางเคมี |       |       |       |                           |                           |                              |
|--|--|-------------------|-------|-------|-------|---------------------------|---------------------------|------------------------------|
|  |  | % Co              |       | % Cu  |       | Co<br>(atom /<br>formula) | Cu<br>(atom /<br>formula) | Co+Cu<br>(atom /<br>formula) |
| ชนิดของ Co   | ชนิดของ Cu                               | Obs.              | Theo. | Obs.  | Theo. |                           |                           |                              |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | 18.66             | 16.82 | 17.45 | 18.13 | 0.55                      | 0.48                      | 1.03                         |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์<br>$\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |   | องค์ประกอบทางเคมี |       |       |       |                  |                  |                  |
|--|---|-------------------|-------|-------|-------|------------------|------------------|------------------|
|  |   | % Co              |       | % Cu  |       | Co               | Cu               | Co+Cu            |
| ชนิดของ Co   | ชนิดของ Cu  | Obs.              | Theo. | Obs.  | Theo. | (atom / formula) | (atom / formula) | (atom / formula) |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$          | 17.09             | 16.82 | 16.45 | 18.13 | 0.51             | 0.45             | 0.96             |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                     | 23.20             | 16.82 | 19.66 | 18.13 | 0.69             | 0.54             | 1.23             |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$          | 18.66             | 16.82 | 16.09 | 18.13 | 0.55             | 0.44             | 0.99             |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M<br>$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 24.46             | 16.82 | 19.83 | 18.13 | 0.73             | 0.55             | 1.28             |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M<br>$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 17.77             | 16.82 | 15.43 | 18.13 | 0.53             | 0.43             | 0.96             |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M<br>$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 20.51             | 16.82 | 19.55 | 18.13 | 0.61             | 0.54             | 1.15             |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M<br>$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 25.20             | 16.82 | 21.90 | 18.13 | 0.75             | 0.60             | 1.35             |

ตารางที่ 4.8 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ของสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต ( $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ )

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์<br>$\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$ |   | องค์ประกอบทางเคมี |       |       |       |                  |                  |                  |
|---|---|-------------------|-------|-------|-------|------------------|------------------|------------------|
|   |   | % Co              |       | % Cu  |       | Co               | Cu               | Co+Cu            |
| ชนิดของ Co  | ชนิดของ Cu  | Obs.              | Theo. | Obs.  | Theo. | (atom / formula) | (atom / formula) | (atom / formula) |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                     | 41.35             | 19.88 | 44.95 | 21.44 | 1.04             | 1.05             | 2.09             |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$          | 40.68             | 19.88 | 37.38 | 21.44 | 1.02             | 0.87             | 1.89             |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                     | 36.39             | 19.88 | 31.83 | 21.44 | 0.92             | 0.74             | 1.66             |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$          | 36.06             | 19.88 | 32.71 | 21.44 | 0.91             | 0.76             | 1.67             |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                                       | 1.0 M<br>$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 37.26             | 19.88 | 32.21 | 21.44 | 0.94             | 0.75             | 1.69             |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                                       | 1.0 M<br>$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 51.58             | 19.88 | 40.07 | 21.44 | 1.30             | 0.93             | 2.23             |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$                                       | 1.0 M<br>$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 43.22             | 19.88 | 38.49 | 21.44 | 1.09             | 0.90             | 1.99             |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$                                       | 1.0 M<br>$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 36.36             | 19.88 | 37.01 | 21.44 | 0.91             | 0.86             | 1.77             |

หมายเหตุ\* Obs. คือ ได้จากการทดลอง และ Theo. คือ ตามทฤษฎี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.7 และตารางที่ 4.8 สามารถระบุว่าสารทั้ง 16 ตัวมีสูตรทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโพสเฟตที่แน่นอน ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) แสดงผลดังตารางที่ 4.9

**ตารางที่ 4.9** สูตรทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโพสเฟตที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

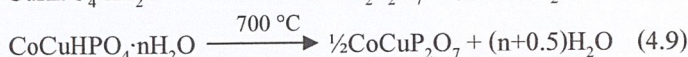
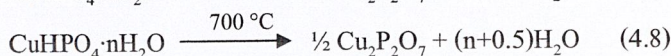
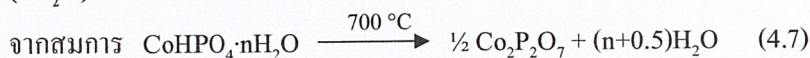
| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์<br>$\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |   | สูตรทางเคมี<br>(Observe)  |
|--|---|---|
| ชนิดของ Co   | ชนิดของ Cu  |   |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | $\text{Co}_{0.55}\text{Cu}_{0.48}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Co}_{0.51}\text{Cu}_{0.45}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | $\text{Co}_{0.69}\text{Cu}_{0.54}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Co}_{0.55}\text{Cu}_{0.44}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | $\text{Co}_{0.73}\text{Cu}_{0.55}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{Co}_{0.55}\text{Cu}_{0.43}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | $\text{Co}_{0.61}\text{Cu}_{0.54}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{Co}_{0.75}\text{Cu}_{0.60}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ |
| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์<br>$\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$                |   | สูตรทางเคมี<br>(Observe)  |
| ชนิดของ Co   | ชนิดของ Cu  |   |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | $\text{Co}_{1.04}\text{Cu}_{1.05}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Co}_{1.02}\text{Cu}_{0.87}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | $\text{Co}_{0.92}\text{Cu}_{0.74}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | $\text{Co}_{0.91}\text{Cu}_{0.76}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | $\text{Co}_{0.94}\text{Cu}_{0.75}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{Co}_{1.30}\text{Cu}_{0.93}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | $\text{Co}_{1.09}\text{Cu}_{0.90}\text{P}_2\text{O}_7$                |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{Co}_{0.91}\text{Cu}_{0.86}\text{P}_2\text{O}_7$                |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.9 จะสังเกตเห็นว่า สูตรทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้มีค่าใกล้เคียงกับ สูตรทางทฤษฎีที่กำหนดไว้คือ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  สำหรับสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต ไฮเดรต และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  สำหรับสารทวิโลหะโพสเฟต

#### 4.2.2 การวิเคราะห์จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต

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



ซึ่งแสดงผลไว้ดังตารางที่ 4.10 ดังนี้

ตารางที่ 4.10 จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $n\text{H}_2\text{O}$ )

| ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{MHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$<br>(M= Co, Cu, CoCu) |  | ค่า n |
|--|--|-------|
| ชนิดของ Co   | ชนิดของ Cu   |       |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | -  | 2.23  |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | -  | 2.22  |
| -  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 1.86  |
| -  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 1.31  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 2.08  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 1.32  |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 1.86  |
| $\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$   | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 2.05  |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | -  | 2.31  |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | -  | 2.45  |
| -  | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 2.26  |
| -  | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.57  |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 2.24  |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.54  |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 1.97  |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$   | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 2.18  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.10 จะสังเกตเห็นว่า จำนวนโมลของน้ำ (n) อยู่ในช่วง 1.31-2.45 ซึ่งในทางทฤษฎี n=1 จะมีความเสถียร ในทางธรรมชาติ เหตุที่เป็นเช่นนี้อาจเนื่องมาจากสารที่เตรียมได้อาจดูความชื้น ทำให้ค่า n ที่ได้ไม่เป็นไปตามทฤษฎีที่กำหนดไว้

#### 4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

##### 4.2.1 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสันของสารสารทวิโลหะไฮโดรเจน

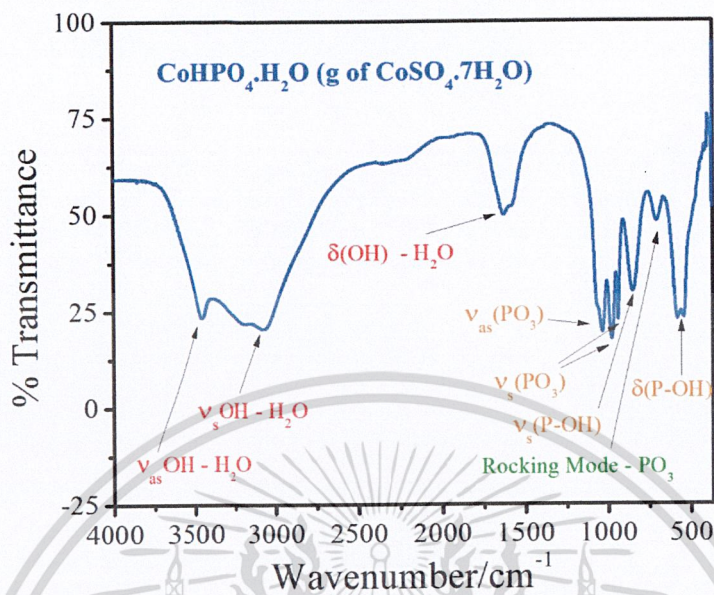
ฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์

แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

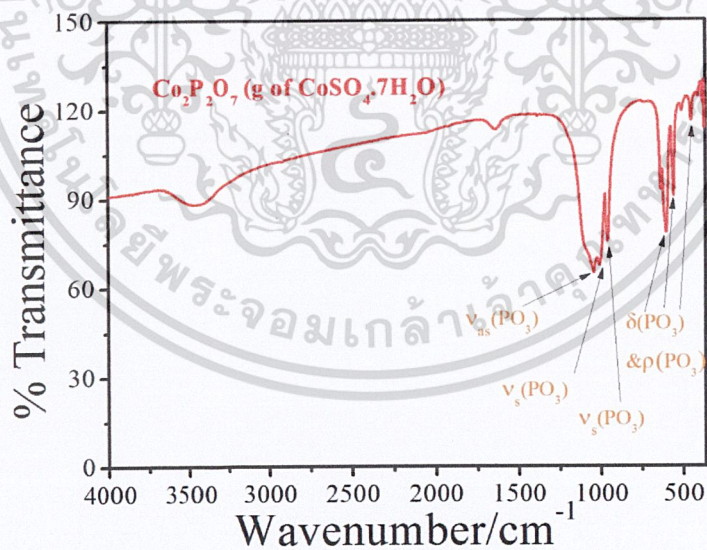
ผลการบันทึกสเปกตรัม FTIR แสดงในรูปที่ 4.1-4.12 สำหรับสารสารทวิโลหะไฮโดรเจน ฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ (Metal (c)) ได้แก่  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ที่ใช้วิธีการชั่งสารและวิธีสารละลายความเข้มข้น 1.0 M แบ่งการจำแนกรูปแบบการสันออกเป็น 3 พื้นฐานการสัน คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสัน 2 แบบ คือ  $\text{HPO}_4^{2-}$  แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ ( $\text{H}_2\text{O}$ ) รูปแบบการสันพื้นฐานของหน่วยย่อย  $\text{HPO}_4^{2-}$  แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์การสันที่ตำแหน่ง 300-500, 700-900, 900-1160, 840-930, 1000-1200, 2300-2400, 2800-3120 และ 3200-3500  $\text{cm}^{-1}$  แยกชนิดแถบการสันคือ  $\delta(\text{PO}_3)$ ,  $\gamma(\text{POH})$ ,  $\delta(\text{POH})$ ,  $\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$ ,  $\nu(\text{PO}_3)$ , B band ( $\text{VOH HPO}_4^{2-}$ ), A band ( $\text{VOH HPO}_4^{2-}$ ) และ  $\text{VOH}$  ( $\nu_1$  and  $\nu_3 \text{H}_2\text{O}$ ), ตามลำดับ ในขณะที่รูปแบบการสันของโมเลกุลน้ำ ( $\text{H}_2\text{O}$ ) จะแสดงเอกลักษณ์การสันแบบยืดหดแบบอสมมาตร ( $\nu_3$ ) และการสันแบบโค้งงอ ( $\nu_2$ ) โดยจะพบแถบการสันในช่วง 3200-3400 และ 1590-1700  $\text{cm}^{-1}$  สำหรับแถบการสันและการจำแนกรูปแบบการสันของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.11-ตารางที่ 4.14

สำหรับรูปแบบการสันของสารไพโรฟอสเฟต ที่มีหน่วยย่อยโครงสร้างเป็น  $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$  [44] แอนไอออน จะประกอบไปด้วยรูปแบบการสันที่ปรากฏในช่วง 975-1300  $\text{cm}^{-1}$  คือ การสันแบบอสมมาตร ( $\nu_{\text{as}} \text{PO}_3$ ) และการสันแบบสมมาตร ( $\nu_{\text{s}} \text{PO}_3$ ) ส่วนแถบการสันที่ปรากฏที่ 917  $\text{cm}^{-1}$  และ 710  $\text{cm}^{-1}$  คือ แถบการสันแบบยืดหดแบบอสมมาตร ( $\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$ ) และแถบการสันแบบยืดหดแบบสมมาตร ( $\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$ ) ส่วนแถบการสันที่ปรากฏในช่วง 400-700  $\text{cm}^{-1}$  คือ  $\delta \text{PO}_3$  และ  $\rho \text{PO}_3$  และการจำแนกรูปแบบการสันของสาร กลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.15-ตารางที่ 4.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

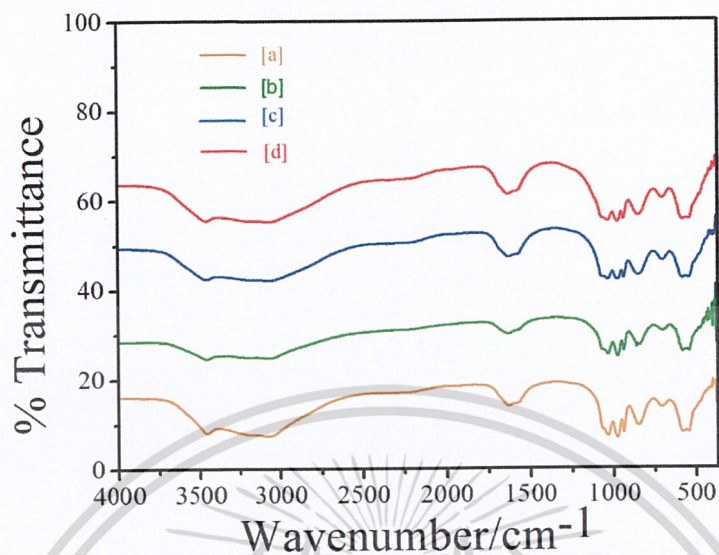


รูปที่ 4.1 FTIR spectra ของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

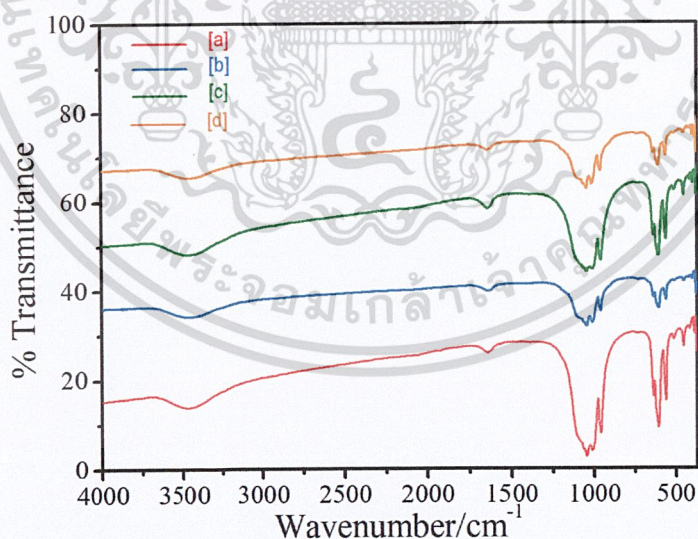


รูปที่ 4.2 FTIR spectra ของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



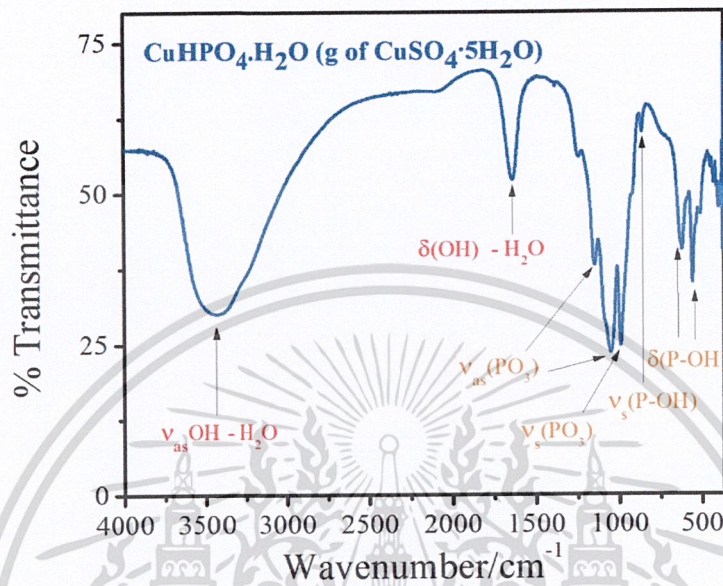
รูปที่ 4.3 FTIR spectra ของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



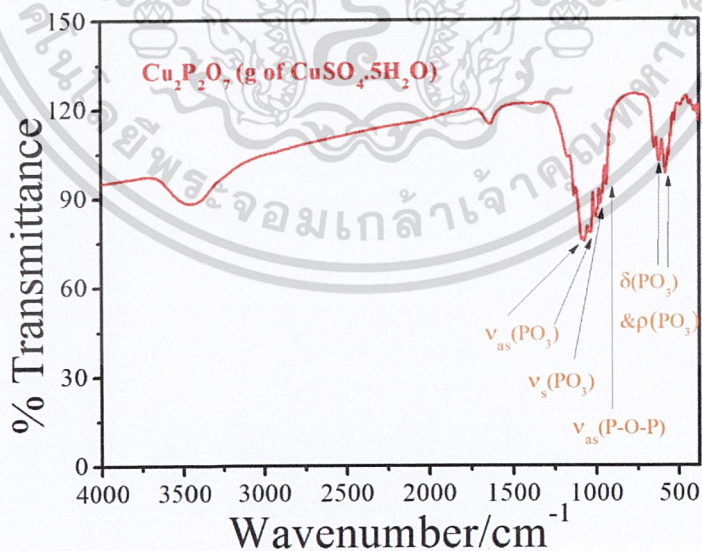
รูปที่ 4.4 FTIR spectra ของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.3 และ รูปที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบ FTIR spectra ของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ตามลำดับ โดยการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น สังเกตเห็นได้ว่า แนวโน้มของแถบการสั่นมีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน

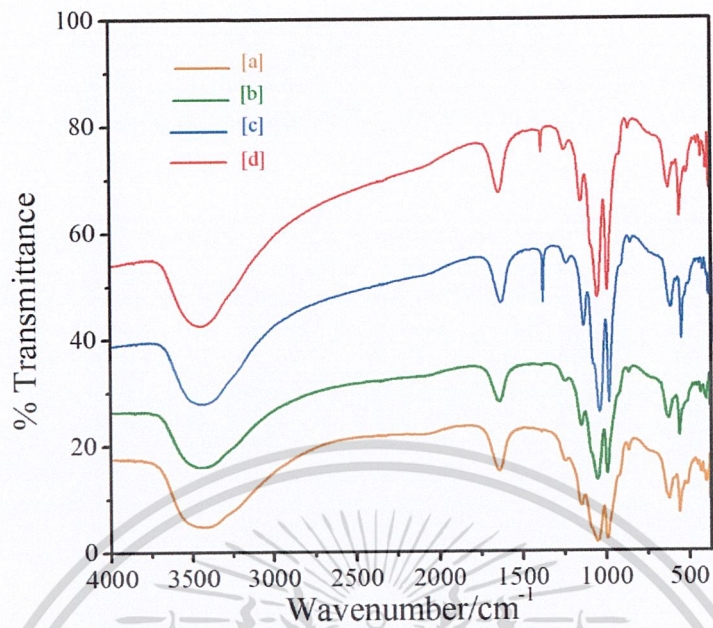


รูปที่ 4.5 FTIR spectra ของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

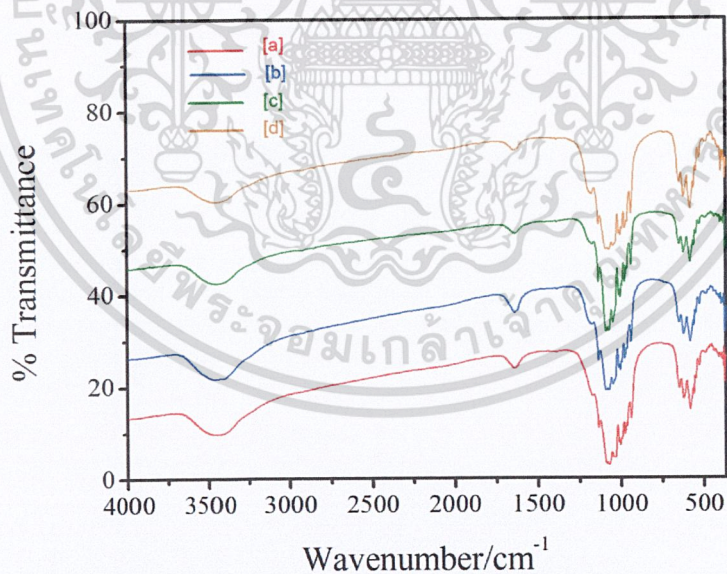


รูปที่ 4.6 FTIR spectra ของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



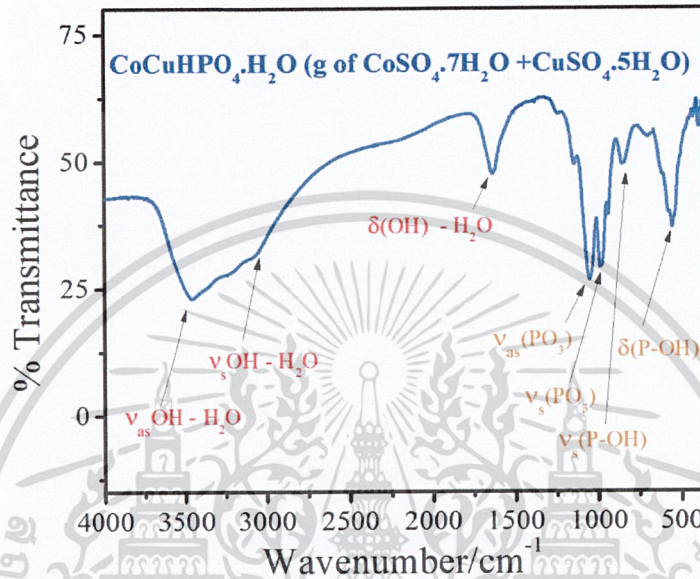
รูปที่ 4.7 FTIR spectra ของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$



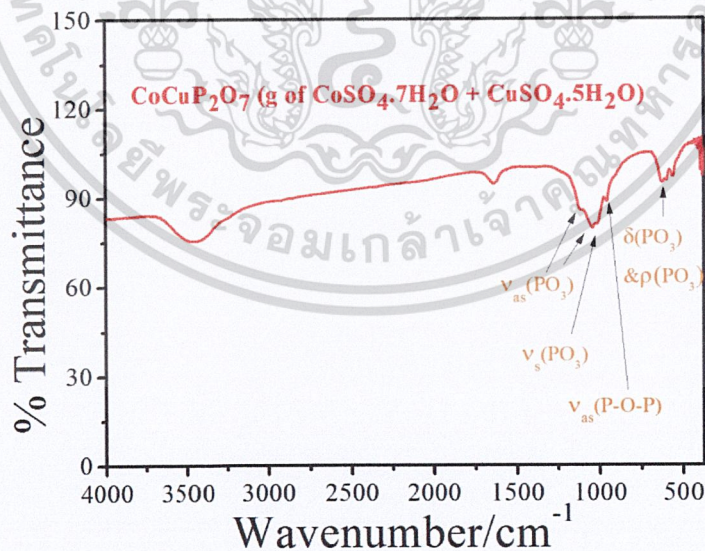
รูปที่ 4.8 FTIR spectra ของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.7 และ รูปที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบ FTIR spectra ของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ตามลำดับ โดยการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น สังเกตเห็นได้ว่า แนวโน้มของแถบการสั่นมีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน แต่เมื่อสังเคราะห์ด้วยสารตั้งต้น 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  และ 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  จะพบว่าที่แถบการสั่นประมาณ  $1300\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$  ของสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  จะแสดงถึงแถบการสั่นของไนเตรตแอนไอออน ( $\text{NO}_3^-$ ) เป็นผลมาจากการล้างตะกอนของสารน้อยเกินไป

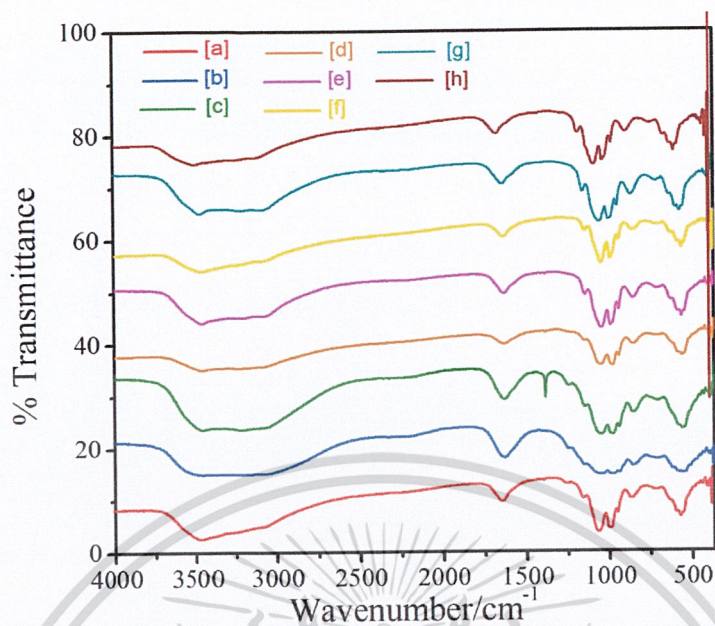


รูปที่ 4.9 FTIR spectra ของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$



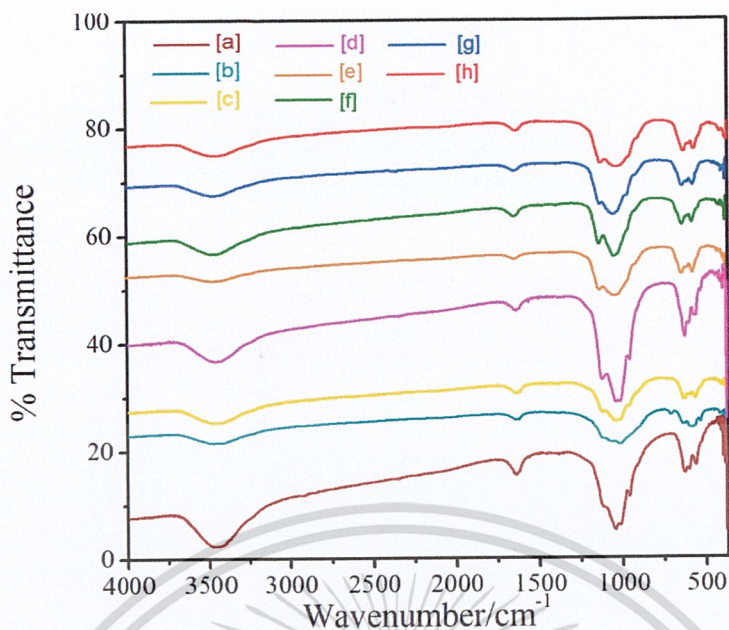
รูปที่ 4.10 FTIR spectra ของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 FTIR spectra ของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [e] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [f] 1.0 M  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [g] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [h] 1.0 M  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 FTIR spectra ของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น ระหว่าง [a] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] 1.0 M  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [c] 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [d] 1.0 M  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [e] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [f] 1.0 M  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [g] 2.3793 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [h] 1.0 M  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

จากรูปที่ 4.11 และรูปที่ 4.12 แสดงการเปรียบเทียบ FTIR spectra ของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ตามลำดับ โดยการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้น สังเกตเห็นได้ว่า แนวโน้มของแถบการสั่นมีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน แต่เมื่อสังเคราะห์ด้วยสารตั้งต้น 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  + 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  จะพบว่าที่แถบการสั่นประมาณ  $1300\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$  ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  จะแสดงถึงแถบการสั่นของไนเตรตแอนไอออน ( $\text{NO}_3^-$ ) เช่นกัน ซึ่งสอดคล้องกับเหตุผลที่เคยบรรยายไว้เช่นเดียวกันกับสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.11 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ด้วยวิธีการซั้งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |   |   |   | Possible assignment                        |
|---|---|---|---|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง  |   | ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M  |   |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                                     | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 3463  | 3411                                      | 3457  | 3463  | $\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$           |
| 3061  | 3049                                      | 3040  | 3041  | $\text{V}_1(\text{H}_2\text{O})$           |
| 1628  | 1631                                      | 1633  | 1628  | $\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band |
| -   | -   | -   | -   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 1034  | 1058                                      | 1033  | 1042  | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 974   | 965                                       | 980   | 965   | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| 939   | 939                                       | 939   | 939   | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| 851   | 860                                       | 853   | 844   | $\text{V}_s(\text{P-OH})$                  |
| 707   | 707                                       | 716   | 698   | Rocking Mode ( $\text{PO}_3$ )             |
| 560   | 566                                       | 570   | 560   | $\delta(\text{P-OH})$                      |

ตารางที่ 4.12 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ด้วยวิธีการซั้งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |  |   |  | Possible assignment                        |
|---|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง  |  | ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M  |  |  |
| $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                                     | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 3430  | 3464   | 3440  | 3456   | $\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$           |
| -   | -  | -   | -  | $\text{V}_1(\text{H}_2\text{O})$           |
| 1643  | 1643   | 1642  | 1642   | $\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |  |  |  | Possible assignment                 |
|---|--|--|--|-------------------------------------|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง  |  | ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย<br>ความเข้มข้น 1.0 M |  |                                     |
| $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                                     | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$    | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |                                     |
| 1154  | 1145   | 1145   | 1154   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$ |
| 1059  | 1042   | 1050   | 1059   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$ |
| 991   | 991  | 991  | 991  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$           |
| -   | -  | -  | -  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$           |
| 862   | -  | -  | -  | $\text{V}_s(\text{P-OH})$           |
| -   | -  | -  | -  | Rocking Mode ( $\text{PO}_3$ )      |
| 561   | 630<br>561   | 630<br>561   | 630<br>553   | $\delta(\text{P-OH})$               |

ตารางที่ 4.13 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ด้วยวิธีการชั่ง

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |  |   |  | Possible assignment                        |
|---|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง  |  |   |  |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                       | $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 3456  | 3463   | 3464  | 3464   | $\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$           |
| 3060  | 3078   | 3061  | 3045   | $\text{V}_1(\text{H}_2\text{O})$           |
| 1635  | 1626   | 1626  | 1635   | $\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band |
| -   | -  | 1145  | 1145   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 1059  | 1059   | 1042  | 1042   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 982   | 982  | 991   | 982  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| -   | 939  | 939   | 939  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| 895   | 847  | 845   | 853  | $\text{V}_s(\text{P-OH})$                  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |  |   |  | Possible assignment            |
|---|--|---|--|--------------------------------|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง  |  |   |  |                                |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                       | $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |                                |
| -   | 707  | 707   | 707  | Rocking Mode ( $\text{PO}_3$ ) |
| 561   | 561  | 561   | 561  | $\delta(\text{P-OH})$          |

ตารางที่ 4.14 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ด้วยสารละลาย ความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |  |   |  | Possible assignment                        |
|---|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M  |  |   |  |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                       | $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 3482  | 3464   | 3473  | 3481   | $\text{V}_3(\text{H}_2\text{O})$           |
| 3062  | 3086   | 3060  | 3052   | A band                                     |
| 1635  | 1626   | 1643  | 1635   | $\text{V}_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band |
| -   | -  | 1145  | -  | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 1059  | 1050   | 1050  | 1050   | $\text{V}_{\text{as}}(\text{PO}_3)$        |
| 982   | 973  | 991   | 991  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| 939   | 939  | 939   | 939  | $\text{V}_s(\text{PO}_3)$                  |
| 853   | 845  | 845   | 853  | $\text{V}_s(\text{P-OH})$                  |
| 707   | -  | -   | -  | Rocking Mode ( $\text{PO}_3$ )             |
| 553   | 561  | 561   | 561  | $\delta(\text{P-OH})$                      |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.15 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ด้วยวิธีการซั้งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CoP}_2\text{O}_7$ |   |   |   | Possible assignment                          |
|--|---|---|---|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง                             |   | ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M  |   |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                    | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 1042   | 1042                                      | 1042  | 1042  | $\nu_{\text{as}} \text{PO}_3$                |
| 1008   | 999                                       | 1007  | 1008  | $\nu_{\text{s}} \text{PO}_3$                 |
| 956  | 956                                       | 965   | 956   | $\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$               |
| -  | -   | -   | -   | $\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$                |
| 612  | 603                                       | 605   | 603   | $\delta \text{PO}_3$ &<br>$\rho \text{PO}_3$ |
| 560  | 560                                       | 562   | 560   |  |
| 448  | 448                                       | 450   | 448   |  |

ตารางที่ 4.16 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ด้วยวิธีการซั้งและสารละลายความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CuP}_2\text{O}_7$ |  |   |  | Possible assignment                          |
|--|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง                             |  | ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M  |  |  |
| $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                    | $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | 1.0 M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 1078   | 1085   | 1085  | 1080   | $\nu_{\text{as}} \text{PO}_3$                |
| 1042   | 1042   | 1050  | 1042   |  |
| 973  | 1008   | 973   | 973  | $\nu_{\text{s}} \text{PO}_3$                 |
| 928  | 939  | 928   | 928  | $\nu_{\text{as}} \text{P-O-P}$               |
| -  | -  | -   | -  | $\nu_{\text{s}} \text{P-O-P}$                |
| 613  | 630  | 621   | 621  | $\delta \text{PO}_3$ &<br>$\rho \text{PO}_3$ |
| 578  | 587  | 581   | 578  |  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.17 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ด้วยวิธีการซั้ง

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$                      |  |   |  | Possible assignment                          |
|---|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการซั้ง  |  |   |  |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 1042  | 1119<br>1042   | 1128<br>1033  | 1128<br>1042   | $\text{V}_{\text{as}} \text{PO}_3$           |
| -   | -  | -   | -  | $\text{V}_s \text{PO}_3$                     |
| 956   | 956  | -   | 951  | $\text{V}_{\text{as}} \text{P-O-P}$          |
| -   | -  | -   | -  | $\text{V}_s \text{P-O-P}$                    |
| 629   | 630<br>570   | 630<br>570  | 630<br>570   | $\delta \text{PO}_3$ &<br>$\rho \text{PO}_3$ |

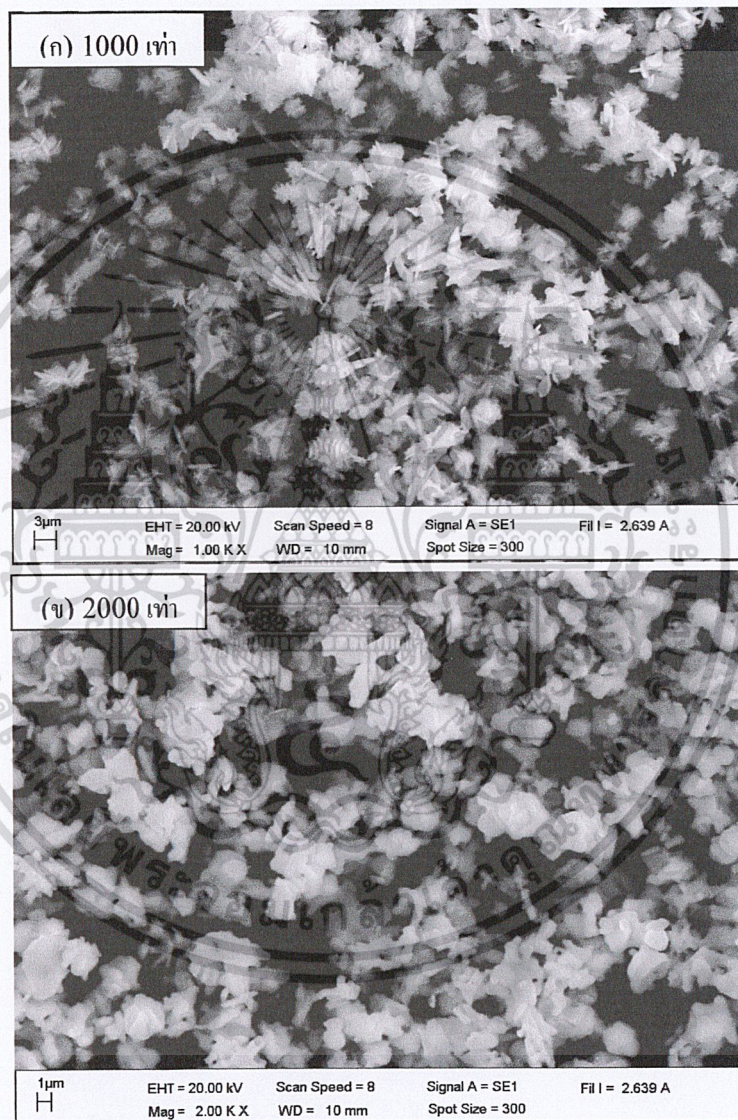
ตารางที่ 4.18 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ด้วยสารละลาย ความเข้มข้น 1.0 M

| แถบการสั่น ( $\text{cm}^{-1}$ ) ของ $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$                      |  |   |  | Possible assignment                          |
|---|--|---|--|--|
| ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M                                      |  |   |  |  |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ | $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ |  |
| 1085  | 1128   | 1128<br>1042  | 1128   | $\text{V}_{\text{as}} \text{PO}_3$           |
| 1017  | 1016   | -   | 1033   | $\text{V}_s \text{PO}_3$                     |
| -   | 956  | -   | -  | $\text{V}_{\text{as}} \text{P-O-P}$          |
| 707   | -  | -   | -  | $\text{V}_s \text{P-O-P}$                    |
| 639<br>587  | 630  | 638<br>570  | 630<br>570   | $\delta \text{PO}_3$ &<br>$\rho \text{PO}_3$ |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.2 ผลการตรวจลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารทิวไรโอโครเจนฟอสเฟตไฮเดรต และสารทิวไรโอโครเจนไฮโปฟอสเฟตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

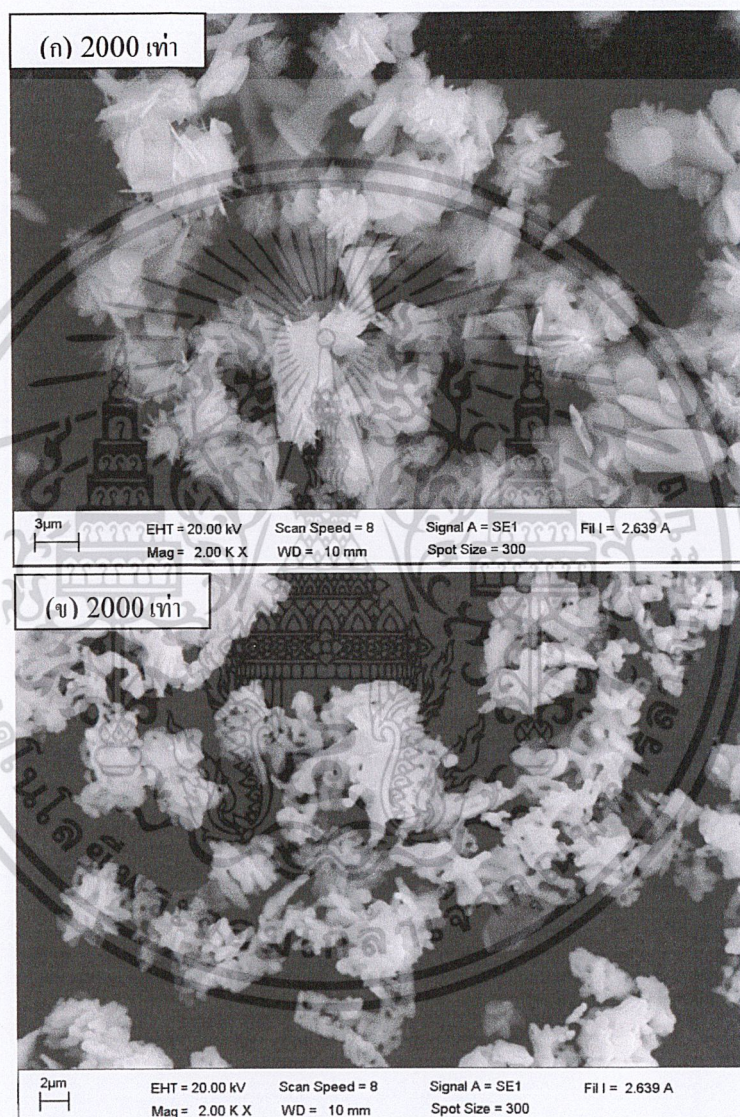
การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้และอนุพันธ์ทางความร้อนของสารทั้งหมดแสดงดังภาพในรูปที่ 4.13-4.28 โดยเรียงลำดับเป็นคู่ๆ คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ตามลำดับ



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

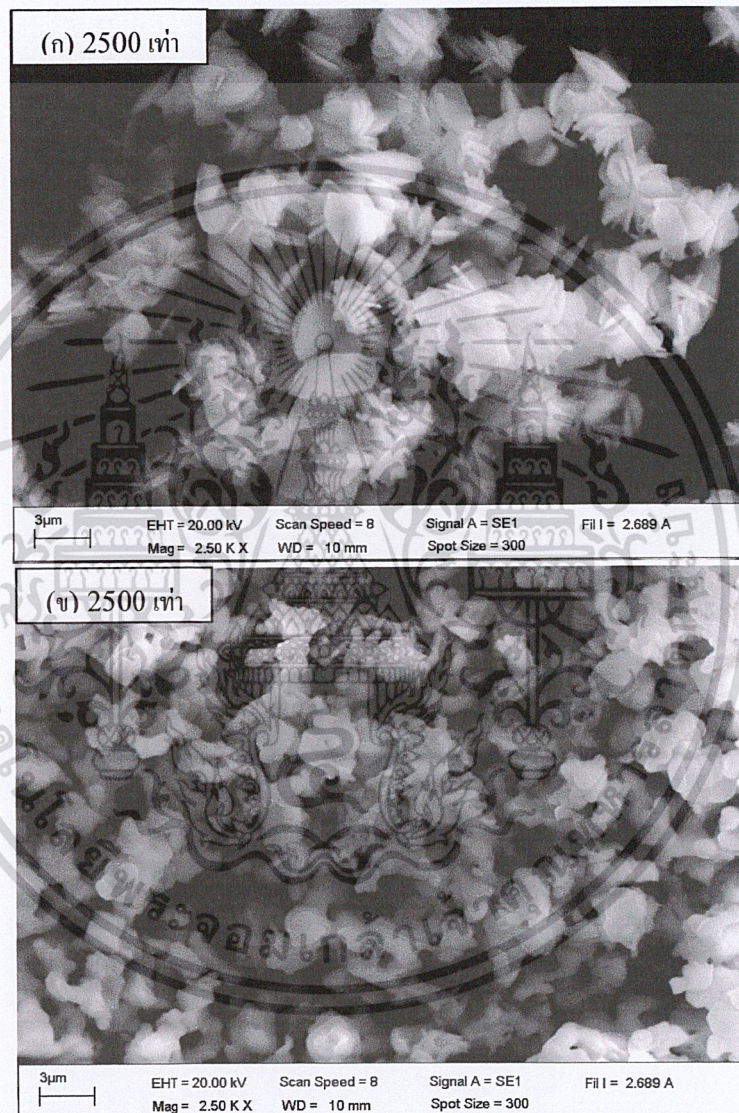
รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ในรูปที่ 4.13 นั้นมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กซึ่งจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน แต่ละกลุ่มก้อนมีเหลี่ยมมุมที่ชัดเจน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเช่นกัน แต่มีบางส่วนที่เป็นแท่งทรงกลมปะปนอยู่บ้าง และมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอกว่า



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

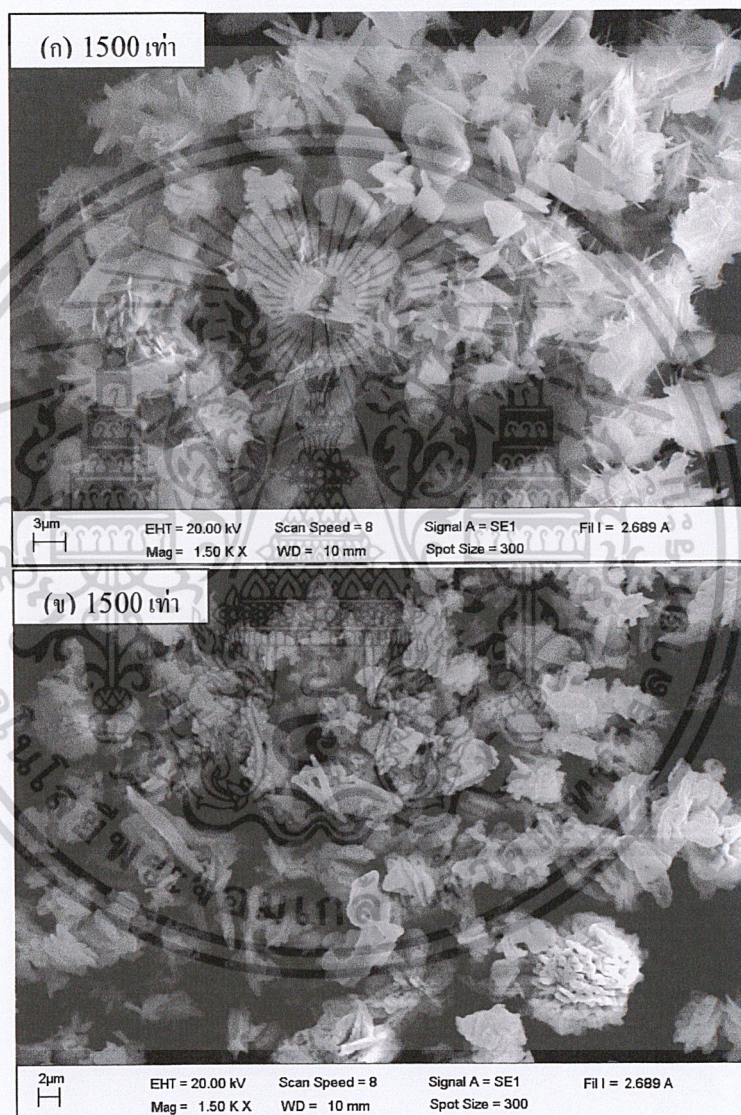
รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.14 มีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกัน เนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นแผ่นหนานขนาดใกล้เคียงกันจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน และมีลักษณะคล้ายเข็มปะปนอยู่เล็กน้อย ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดเล็กปะปนกับแท่งทรงกระบอก



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

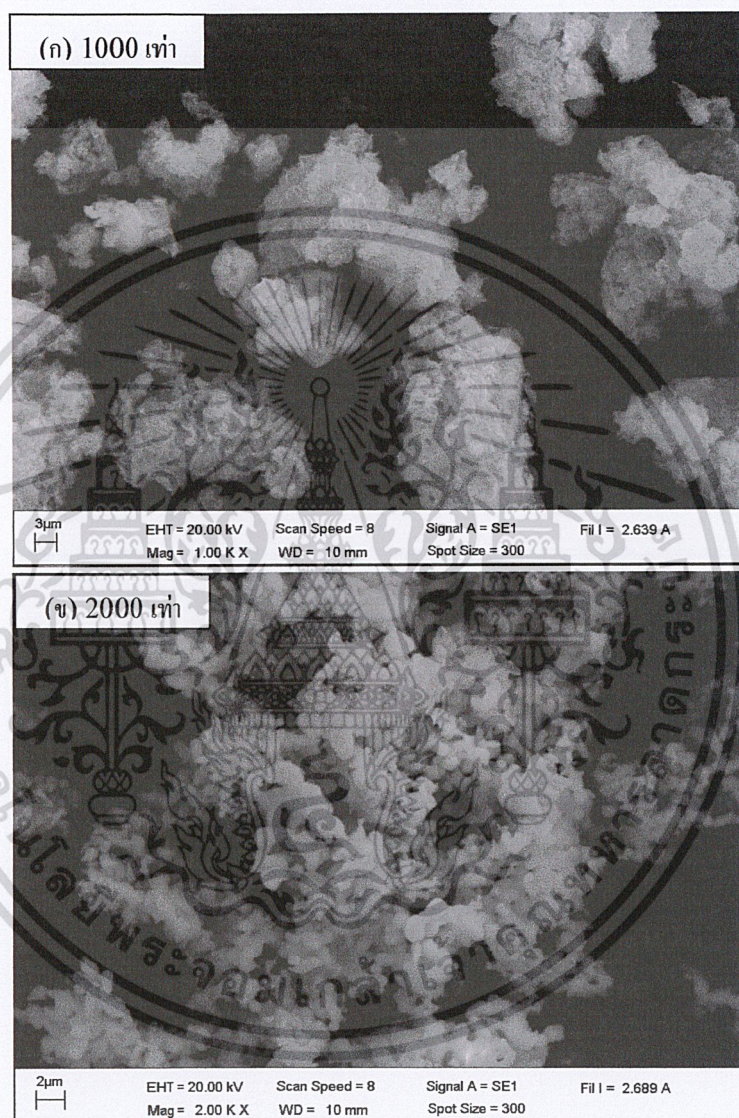
รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.15 นั้นมีขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีขนาดที่ไม่แน่นอน มีลักษณะเป็นแผ่นหนาๆ เรียงตัวติดกัน แต่ละแผ่นจะมีเหลี่ยมมุมเล็กน้อย ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ก็แสดงรูปร่างสัณฐานมีลักษณะไม่เป็นรูปร่างที่แน่นอนเช่นกัน และมีขนาดเล็กกว่า  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  บางส่วนมีรูปร่างกลม บางส่วนมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกขนาดเล็ก และมีการจับตัวของอนุภาคกันอย่างหนาแน่น



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

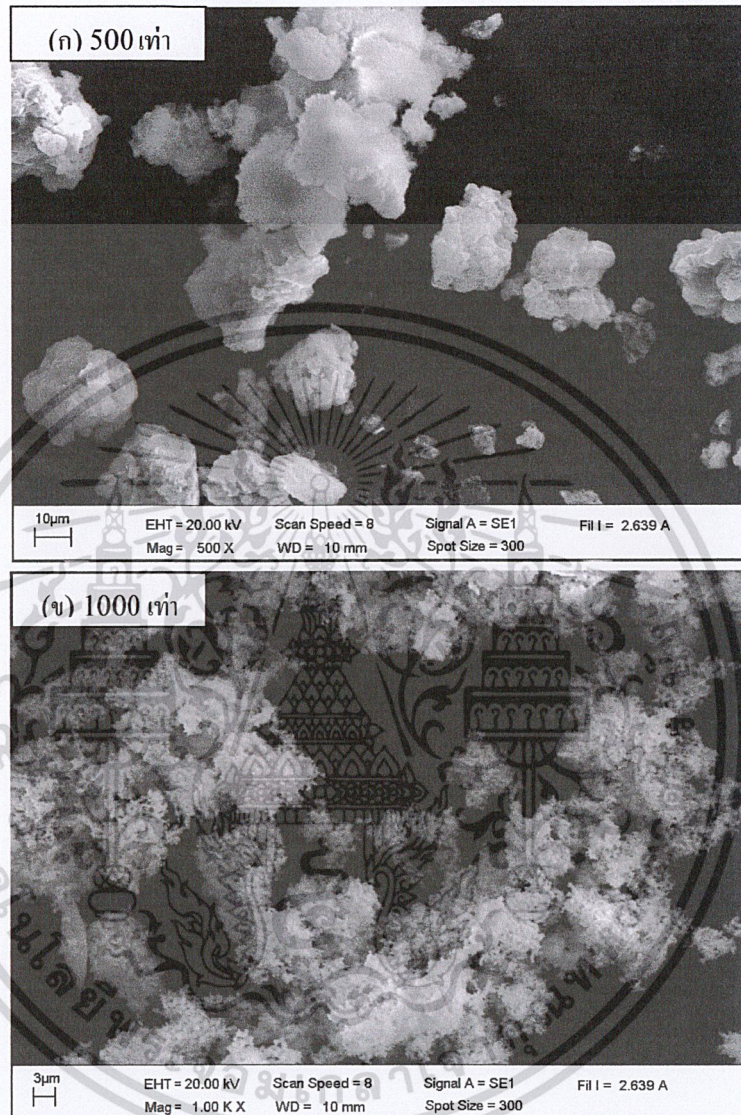
รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.16 นั้น มีขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกัน โดย  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีบางส่วนเป็นแผ่นหนา บางส่วนเป็นแผ่นบางและยาว บางส่วนมีลักษณะเหมือนรูปเข็ม มีการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น ในขณะที่รูปร่างของ  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นแผ่นบางขนาดเล็กจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่



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

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.17 มีขนาดและรูปร่างอนุภาคที่แตกต่างกัน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  นั้นมีรูปร่างเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่แน่นอน มีการเกาะกลุ่มเป็นก้อน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  เกิดอนุภาคทรงกลมเล็กๆ ที่มีขนาดใกล้เคียงกันจับตัวกันเรียงต่อเป็นกลุ่มก้อน

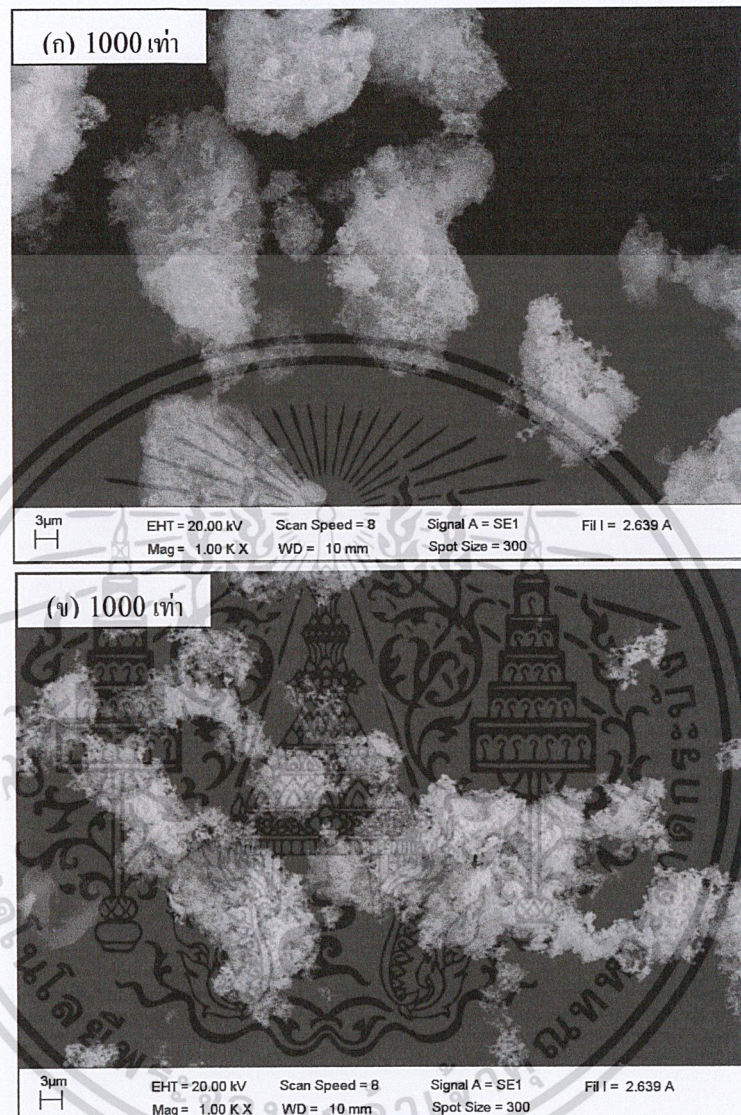


รูปที่ 4.18 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 1.0 M  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย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

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.18 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

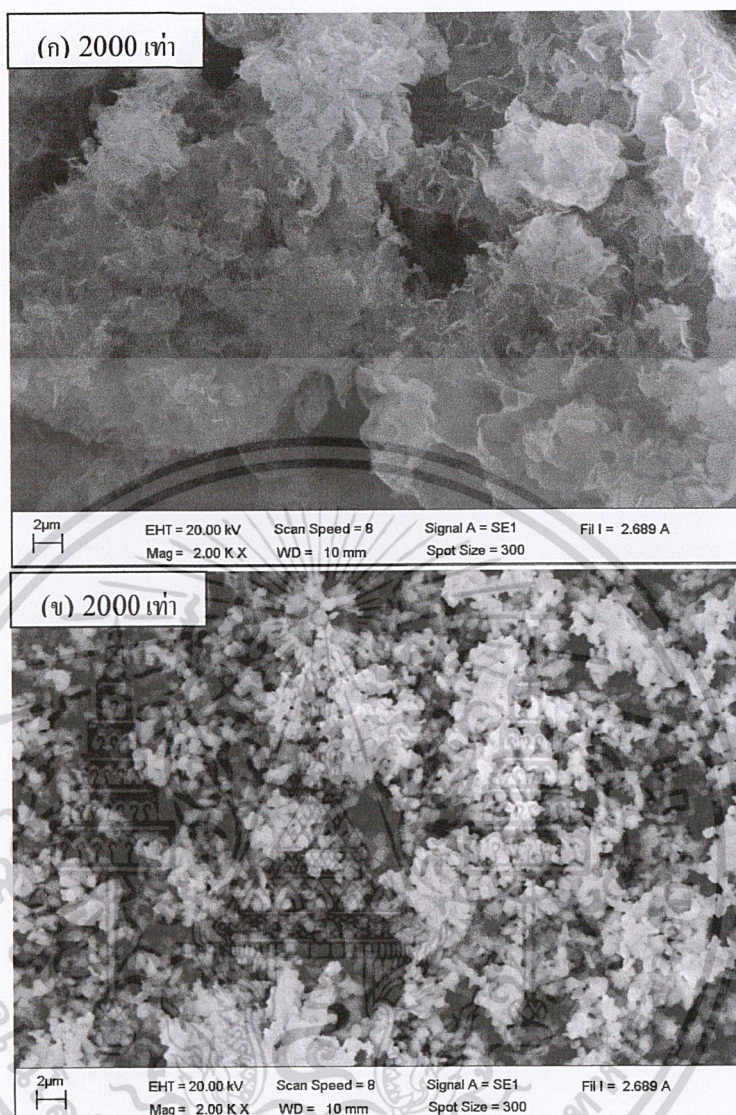
$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดใหญ่ ซึ่งมีพื้นผิวขรุขระ ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ขนาดอนุภาคเล็กละเอียด และมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน รวมตัวเป็นกลุ่มก้อนหนาแน่น



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

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.19 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกัน โดยรูปร่างของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน มีการเกาะกลุ่มเป็นก้อน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  ขนาดอนุภาคเล็ก จับตัวเป็นกลุ่มก้อน และมีการกระจายตัวมากกว่า

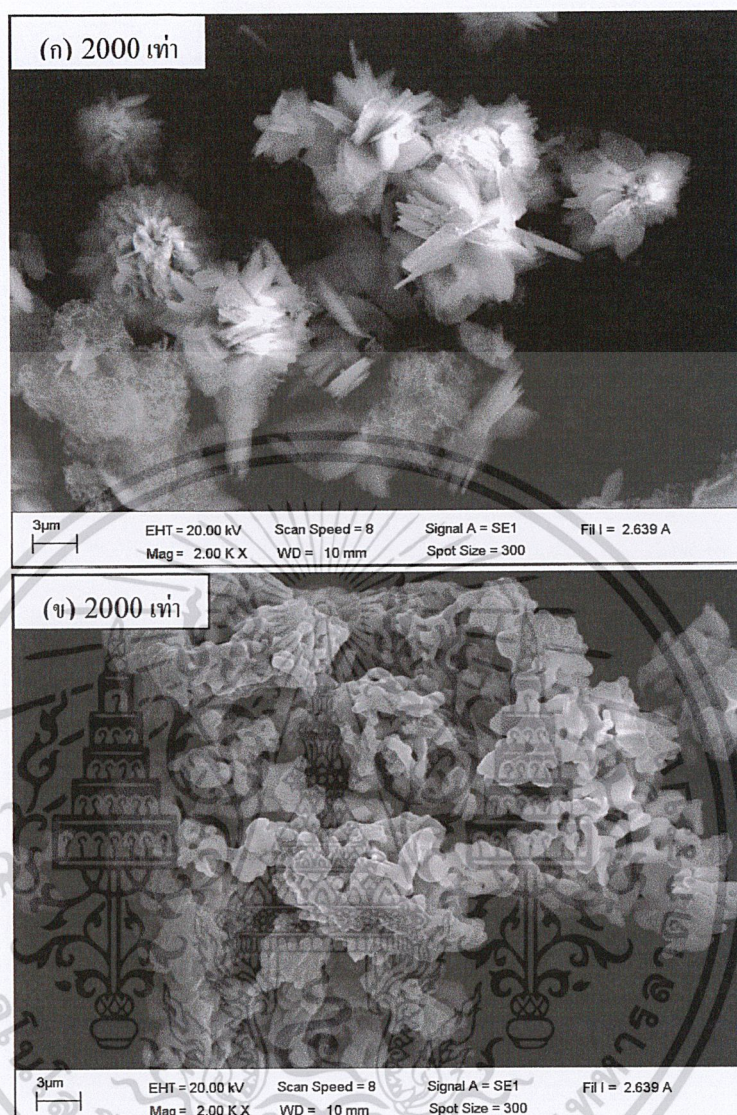
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



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

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.20 มีขนาดและรูปร่างอนุภาคที่แตกต่างกันอีกเช่นกัน อันเนื่องมาจากการสลายตัวของความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีรูปร่างเป็นแผ่นบาง มีริ้ว มีขอบ เรียงตัวต่อกันเป็นชั้นยาว ในขณะที่รูปร่างของ  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  เป็นทรงกลมขนาดเล็กเรียงตัวติดกันอย่างหนาแน่น

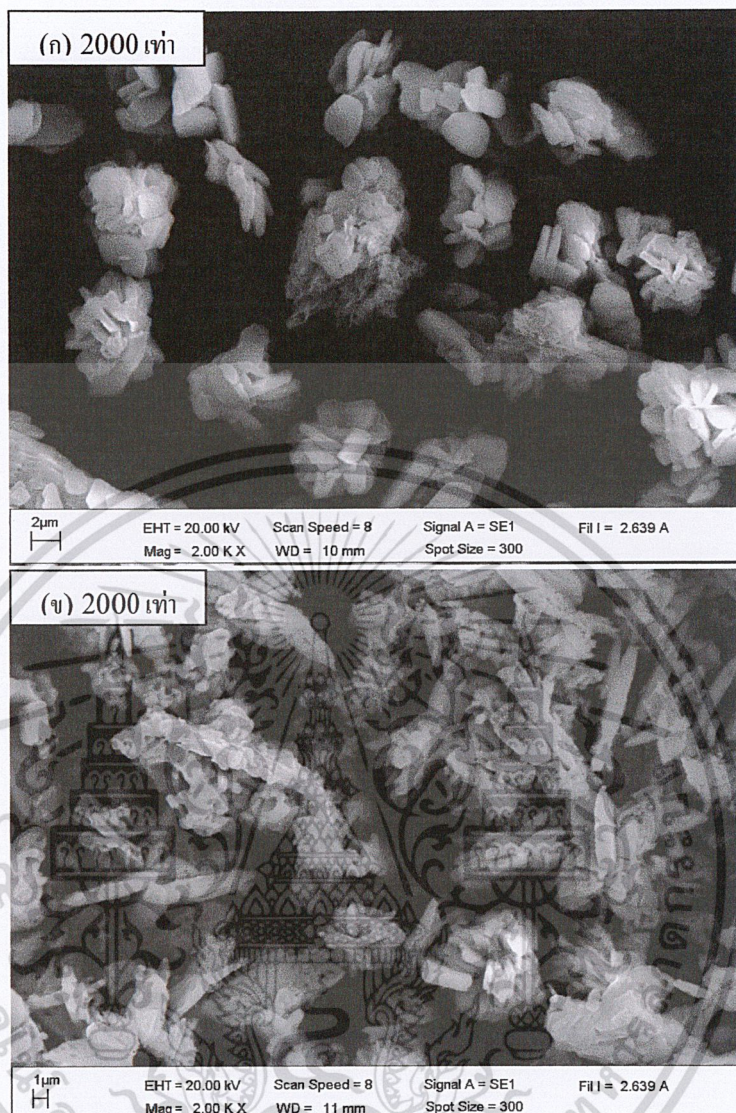
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.21 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  กับ 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

รูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่แสดงในรูปที่ 4.21 มีรูปร่างเป็นแผ่นจับตัวกันเป็นก้อนกลม ทำให้เกิดเป็นเส้นแหลมๆ รอบก้อนกลม ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีการจับตัวของผลึกที่รูปร่างค่อนข้างกลมเป็นกลุ่มก้อนอย่างหนาแน่น

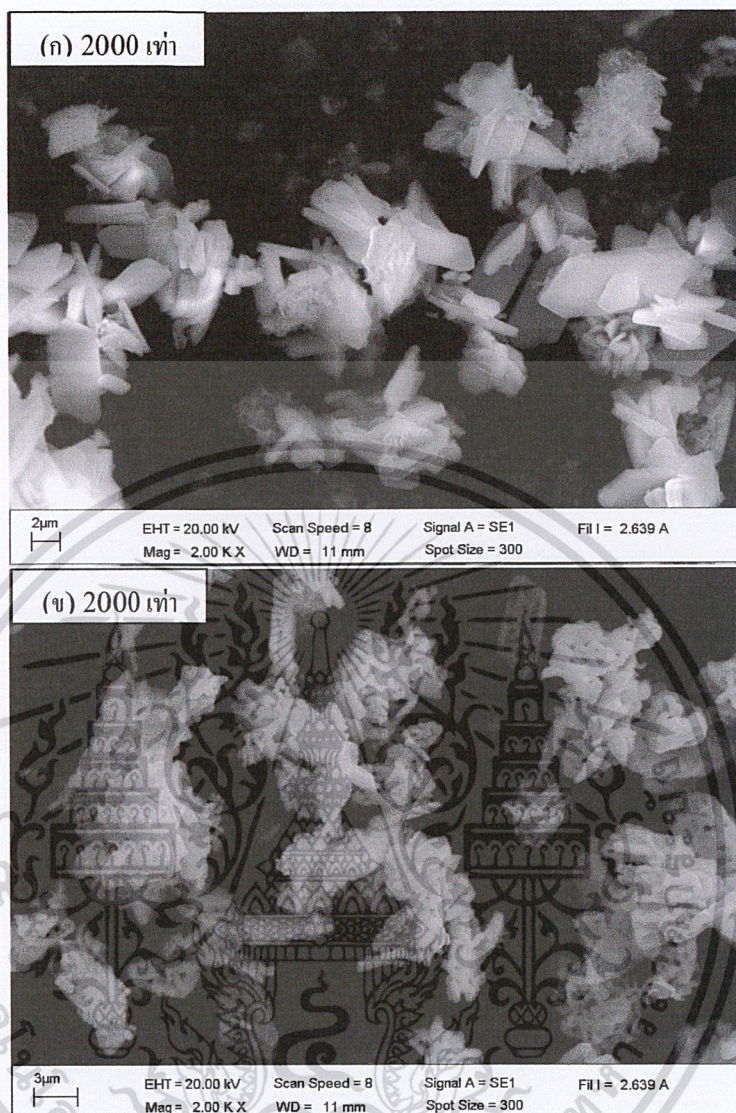
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.22 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก  $1.0\text{ M CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และ  $1.0\text{ M CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.22 มีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกัน รูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะเป็นแผ่นหน้าซึ่งมีการจับตัวกลุ่มเป็นก้อน ในขณะที่รูปร่างของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นแท่งยาวและสั้นปะปนกัน อีกทั้งยังกระจายตัวเป็นกลุ่มเป็นก้อนหนาแน่นกว่า  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$

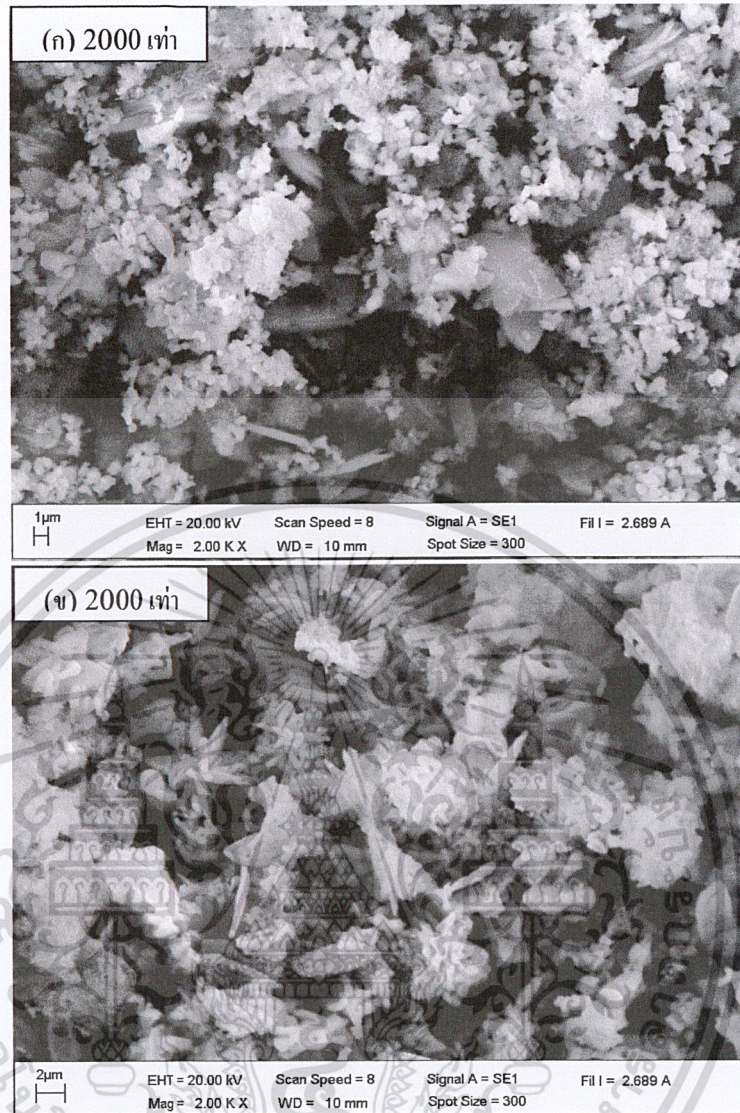
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.23 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 2.8110 g  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และ 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่แสดงในรูปที่ 4.33 มีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกัน เนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีรูปร่างสัณฐานเป็นแผ่นหนา มีเหลี่ยมมุม มีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ ในขณะที่รูปร่างของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นรูพรุน แต่มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน มีขนาดเล็กและบางกว่า  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

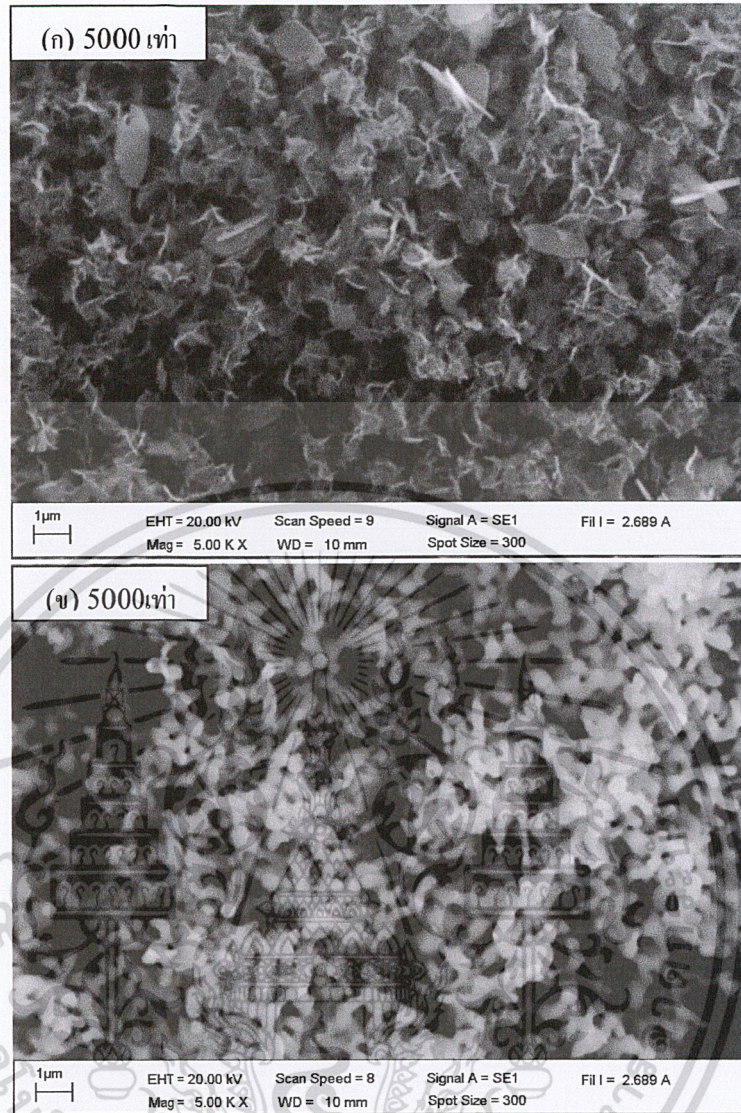
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.24 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 1.0 M  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$  กับ 1.0 M  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.24 นั้นมีขนาดและรูปร่างอนุภาคที่แตกต่างกันอีกเช่นกัน เนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  เป็นก้อนทรงกลมขนาดเล็กปะปนอยู่กับพื้นผิวที่เป็นแผ่นหนา ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ขนาดอนุภาคเป็นก้อนกลมที่มีพื้นผิวขรุขระ และมีลักษณะคล้ายเข็มแหลมปะปน

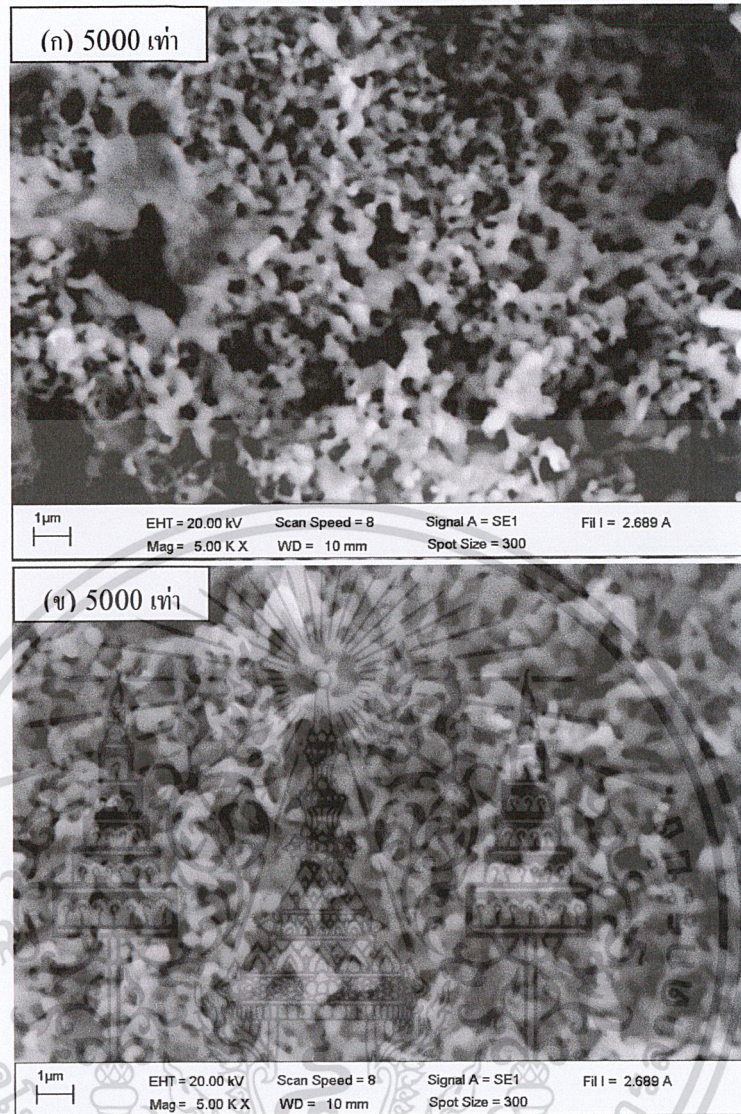
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.25 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 2.3793 g  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  และ 2.4968 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.25 มีขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกัน รูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระ มีแผ่นบางๆ แทรกอยู่เล็กน้อย ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นปุ่มกลมๆ เรียงต่อกันและการกระจายตัวของขนาดมีความสม่ำเสมอมากกว่า

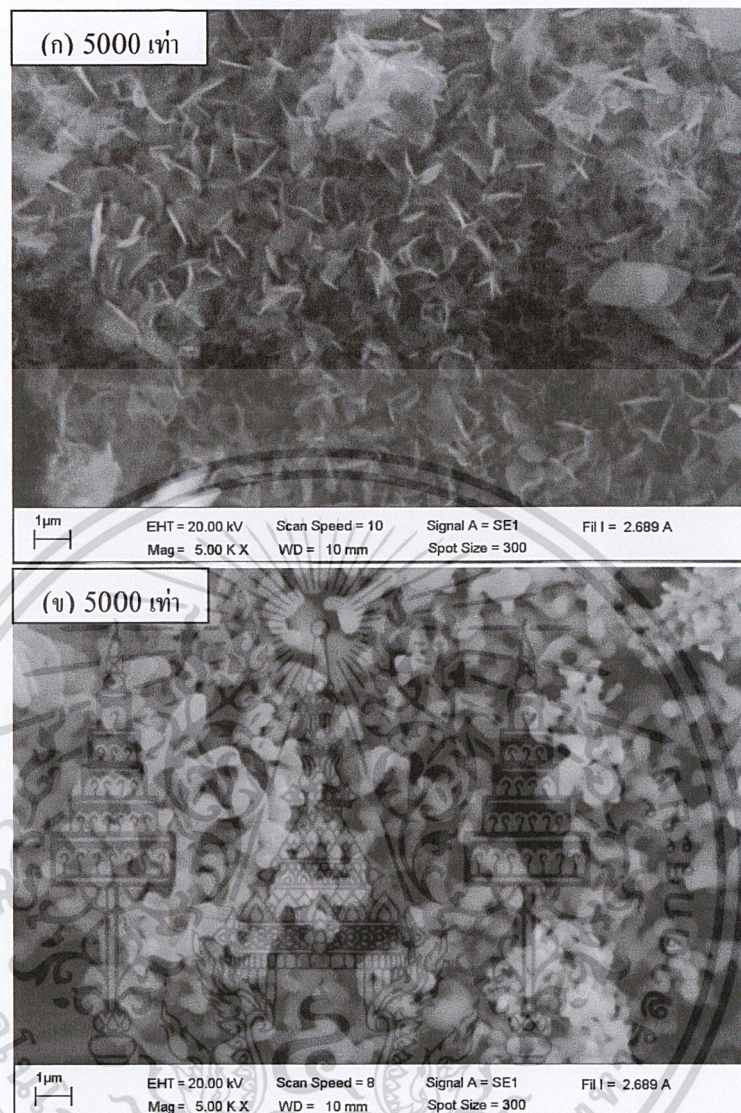
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก  $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  กับ  $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.26 มีทั้งขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกัน โดยรูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะเป็นก้อนทรงกลมขนาดเล็กจับตัวกันเป็นร่างแห ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ก็มีลักษณะคล้าย  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  มากแต่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า

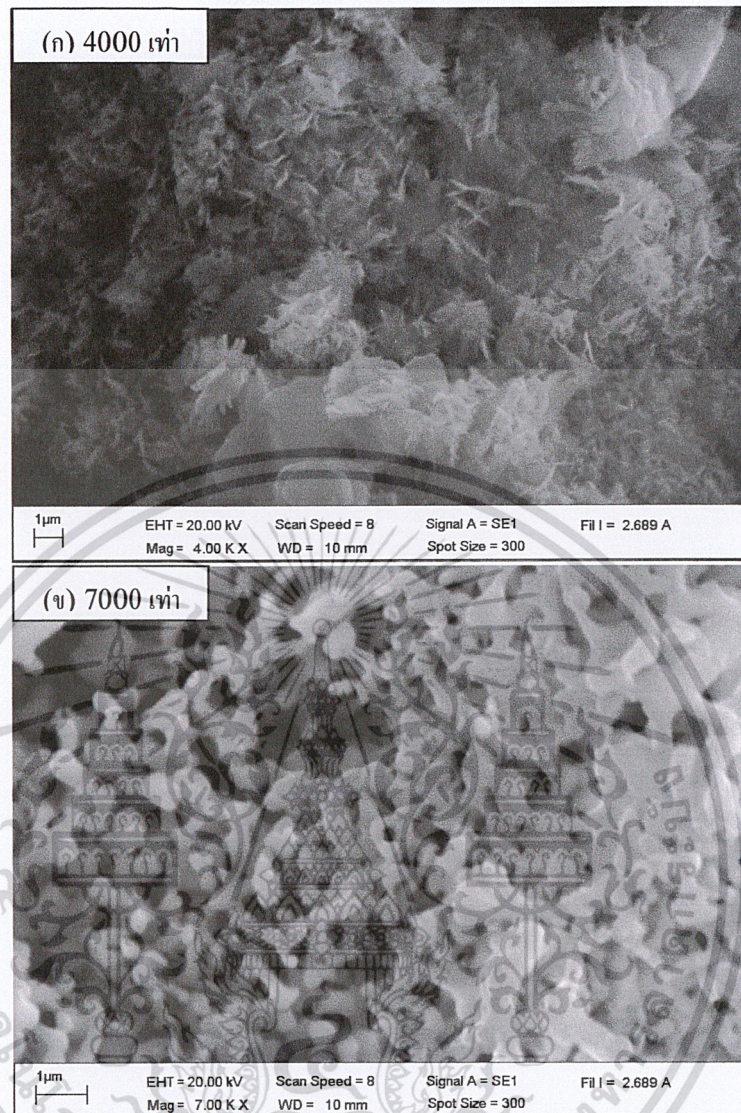
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.27 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก 2.3793 g  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  และ 2.4160 g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ (ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.27 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  มีรูปร่างสัณฐานมีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ จะเห็นเส้นริ้วๆ เด่นชัด ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีลักษณะเป็นแท่งซึ่งปลายแท่งจะเป็นปุ่มกลม ขนาดใกล้เคียงกัน มีการกระจายตัวสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.28 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่ได้จาก  $1.0\text{ M CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  กับ  $1.0\text{ M Cu(NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  โดยภาพ

(ก)  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และ (ข)  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ที่กำลังขยาย 4000 และ 7000 เท่า ตามลำดับ

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  แสดงในรูปที่ 4.28 ขนาดรูปร่างอนุภาคแตกต่างกันเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อน รูปร่างของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  มีลักษณะเป็นแผ่นบางๆ จับตัวกลุ่มก้อนหนาแน่น มีเส้นบางๆ ลักษณะคล้ายเข็มปะปนอยู่บางส่วน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  ลักษณะพื้นผิวเป็นก้อนกลมจัดเรียงตัวต่อกัน และมีรูพรุนเป็นจำนวนมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.4 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 16 ตัวถูกตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  โดยแสดงผลตามชนิดของสารที่สังเคราะห์ได้ แบ่งเป็น 3 กลุ่มดังนี้

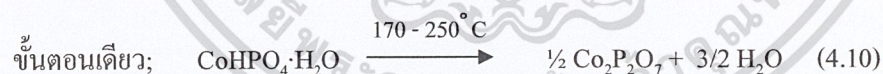
##### 4.4.1 สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

$\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 4 ตัวมีรายละเอียดผลจากเทคนิค DSC สรุปได้ดังตารางที่ 4.19

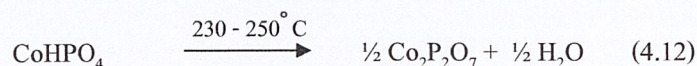
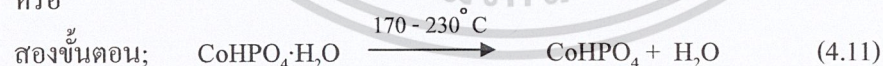
ตารางที่ 4.19 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค (Differential Scanning Calorimetry, DSC) ของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

| CoHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O ที่ได้<br>จาก | ข้อมูล                |                         |           |                                 |           |
|--|-----------------------|-------------------------|-----------|---------------------------------|-----------|
|  | ขั้นตอนการ<br>สลายตัว | อุณหภูมิการสลายตัว (°C) |           | ค่าเอนทัลปี ( $\Delta H$ , J/g) |           |
|  |                       | ขั้นที่ 1               | ขั้นที่ 2 | ขั้นที่ 1                       | ขั้นที่ 2 |
| CoSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O               | 1                     | 214                     | -         | 716.6                           | -         |
| CoCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O               | 1                     | 223                     | -         | 647.7                           | -         |
| 1.0 M CoSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O         | 1                     | 178                     | -         | 530.5                           | -         |
| 1.0 M CoCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O         | 2                     | 216                     | 244       | 424.8                           | 15.68     |

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

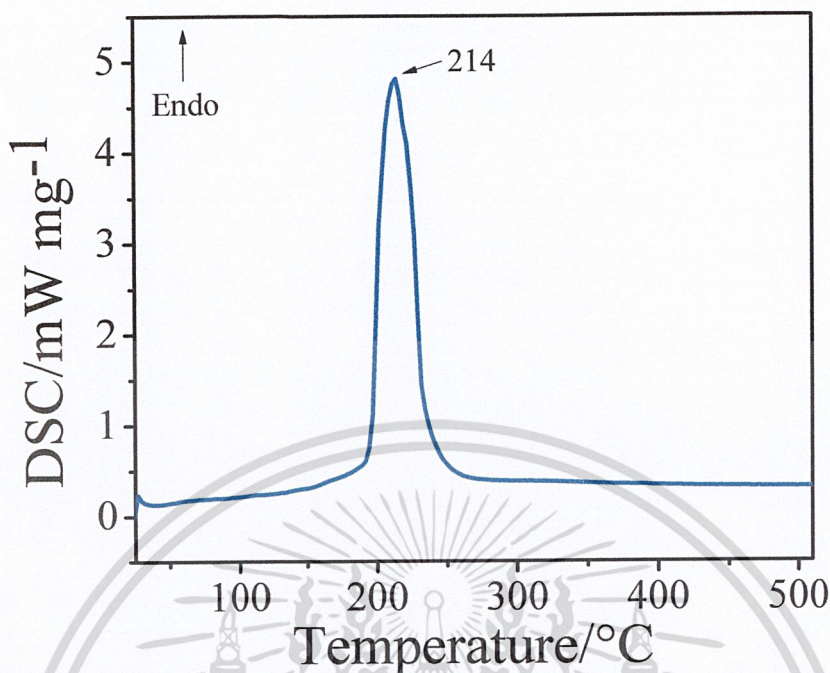


หรือ

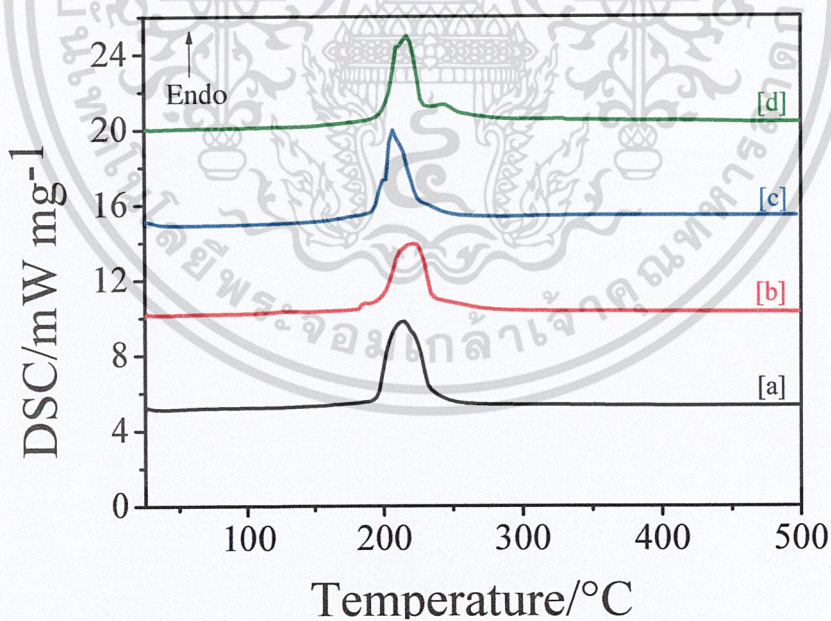


สำหรับเทอร์โมแกรมของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.29 เทอร์โมแกรมของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  จากการเตรียมด้วย  $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .



รูปที่ 4.30 เทอร์โมแกรมของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] =  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , [b] =  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , [c] =  $1.0 \text{ M CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  และ [d] =  $1.0 \text{ M CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากเทอร์โมแกรมของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่ได้พบว่ามีขั้นการสลายตัวไปเป็น  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  เพียงขั้นตอนเดียวที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ  $200\text{-}250^\circ\text{C}$  และเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อน

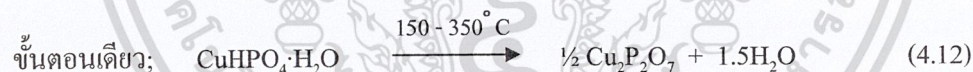
#### 4.4.2 สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

$\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 4 ตัวมีรายละเอียดผลจากเทคนิค DSC สรุปได้ดังตารางที่ 4.20

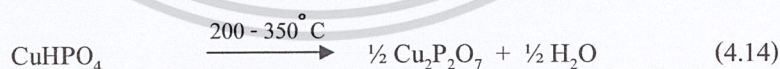
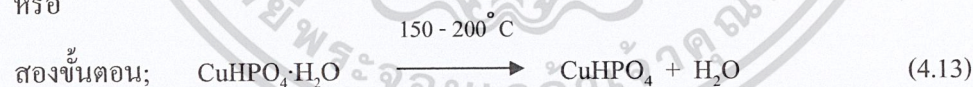
ตารางที่ 4.20 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค (Differential Scanning Calorimetry, DSC) ของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

| CuHPO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O ที่ได้จาก             | ข้อมูล            |                        |           |                       |           |
|--|-------------------|------------------------|-----------|-----------------------|-----------|
|  | ขั้นตอนการสลายตัว | อุณหภูมิการสลายตัว(°C) |           | ค่าเอนทัลปี (ΔH, J/g) |           |
|  |                   | ขั้นที่ 1              | ขั้นที่ 2 | ขั้นที่ 1             | ขั้นที่ 2 |
| CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O                       | 1                 | 178                    | -         | 137.8                 | -         |
| Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·3H <sub>2</sub> O       | 1                 | 174                    | -         | 96.31                 | -         |
| 1.0 M CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O                 | 1                 | 193                    | -         | 58.54                 | -         |
| 1.0 M Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ·3H <sub>2</sub> O | 2                 | 152                    | 344       | 123.3                 | 51.58     |

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

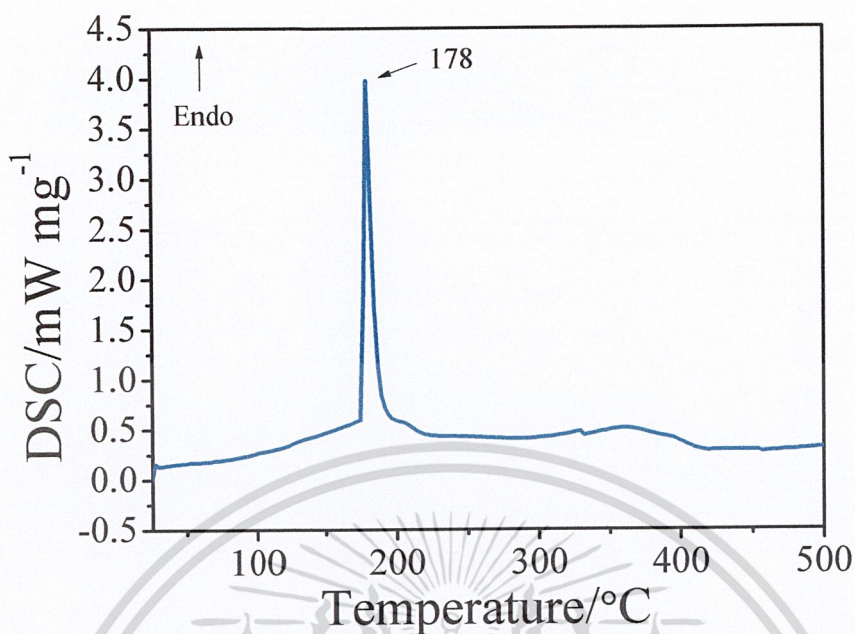


หรือ

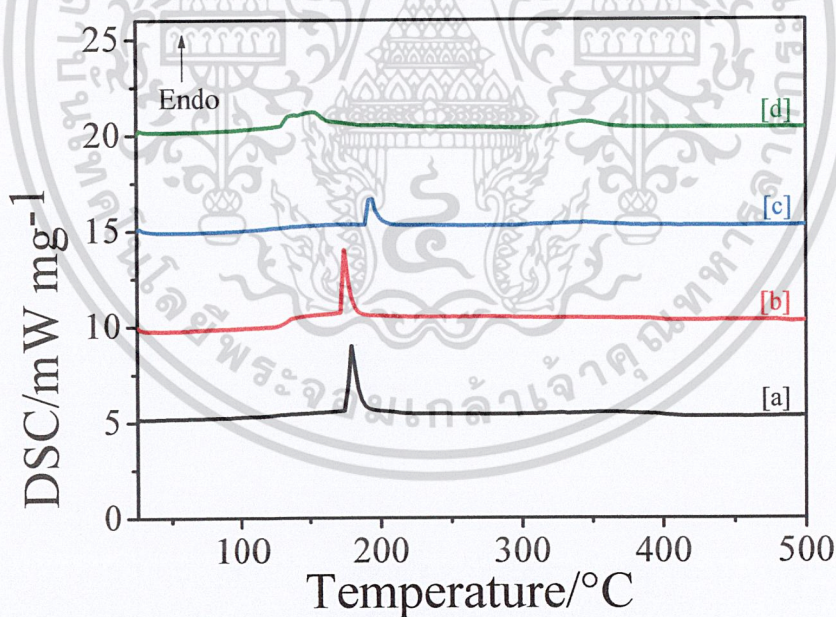


สำหรับเทอร์โมแกรมของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.31 เทอร์โมแกรมของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  จากการเตรียมด้วย  $2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 4.32 เทอร์โมแกรมของ  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] =  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] =  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [c] =  $1.0 \text{ M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ [d] =  $1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

#### 4.4.3 สารโคบอลต์ (II) คอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

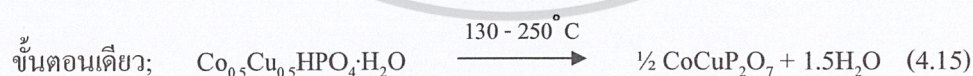
$\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 8 ตัวมีรายละเอียดผลจากเทคนิค DSC สรุปได้ตารางที่ 4.21

ตารางที่ 4.21 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค (Differential Scanning Calorimetry, DSC) ของ

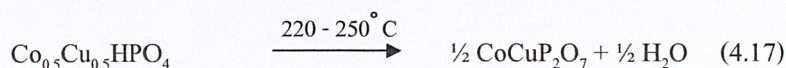
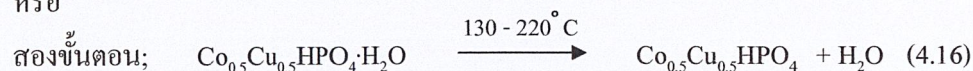
$\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

| $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก  | ขั้นตอนการสลายตัว | ข้อมูล                                  |           |                                 |           |
|--|-------------------|---|-----------|---------------------------------|-----------|
|  |                   | อุณหภูมิการสลายตัว ( $^\circ\text{C}$ ) |           | ค่าเอนทาลปี ( $\Delta H$ , J/g) |           |
|  |                   | ขั้นที่ 1                               | ขั้นที่ 2 | ขั้นที่ 1                       | ขั้นที่ 2 |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 2                 | 191                                     | 211       | 24.88                           | 228.6     |
| $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$       | 1                 | 189                                     | -         | 281.2                           | -         |
| $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$                  | 1                 | 219                                     | -         | 337                             | -         |
| $\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$        | 2                 | 130                                     | 205       | 7.23                            | 250       |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 2                 | 164                                     | 178       | 119.1                           | 305.1     |
| 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 2                 | 193                                     | 207       | 2.56                            | 260.6     |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$            | 2                 | 158                                     | 215       | 25.65                           | 287.9     |
| 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  | 2                 | 162                                     | 205       | 33.76                           | 267.9     |

ขั้นตอนการสลายตัวของ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 8 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้

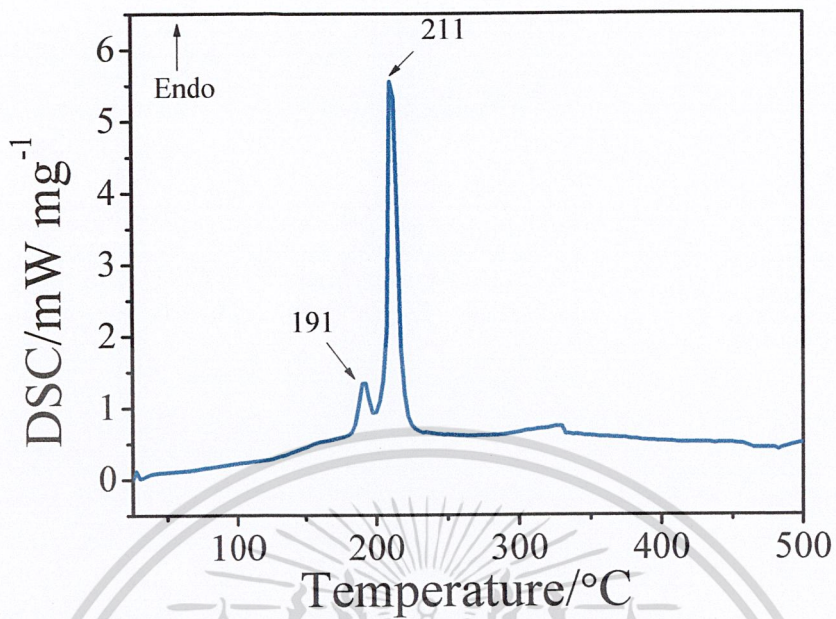


หรือ



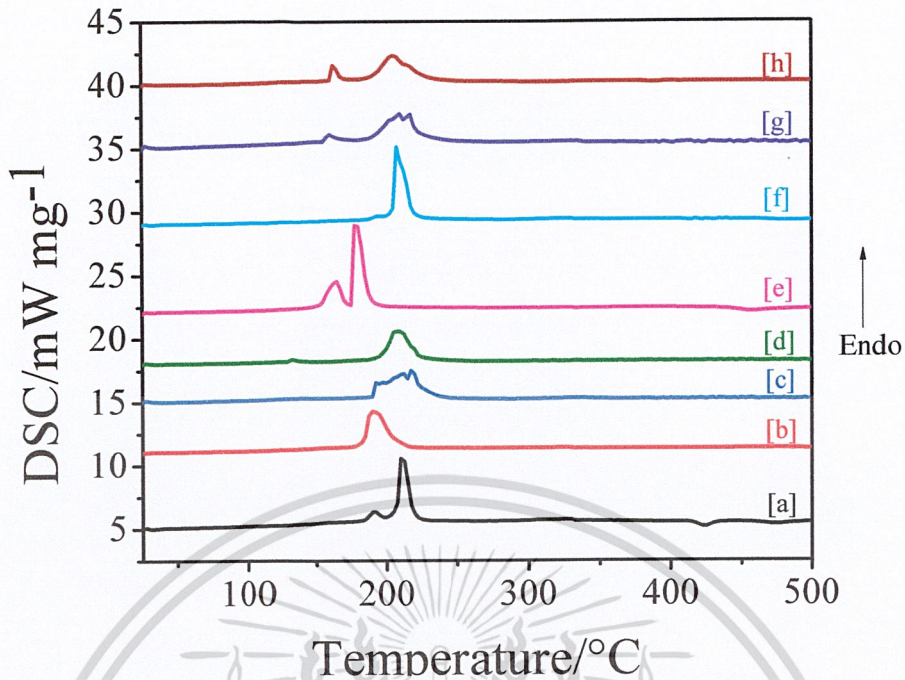
สำหรับเทอร์โมแกรมของ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.33 เทอร์โมแกรมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$   
จากการเตรียมด้วย  $2.8110\text{ g CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O} + 2.4968\text{ g CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.34 เทอร์โมแกรมโดยรวมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10 \text{ K min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{N}_2$  จากการเตรียมด้วยระบบต่างๆ โดย [a] =  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [b] =  $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [c] =  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [d] =  $\text{CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [e] =  $1.0 \text{ M CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , [f] =  $1.0 \text{ M CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , [g] =  $1.0 \text{ M CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  และ [h] =  $1.0 \text{ M CoCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Cu}(\text{NO}_3)_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$

จากเทอร์โมแกรมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ที่ได้พบว่ามีขั้นตอนการสลายตัวไปเป็น  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  สองขั้นตอนในช่วงอุณหภูมิประมาณ  $150\text{-}250 \text{ }^\circ\text{C}$  และเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการทดลอง

### 5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

จากการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต สามชนิด คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  โดยใช้แหล่งของโลหะโคบอลต์จาก  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  และแหล่งของโลหะคอปเปอร์จาก  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ทำปฏิกิริยากับกับกรดฟอสฟอริก เข้มข้น 1.0 โมลาร์ และใช้ 1.0 โมลาร์  $\text{NaOH}$  เป็นสารช่วยตกตะกอนที่ค่าพีเอช (pH) เท่ากับ 6 และอุณหภูมิห้อง ซึ่งถือว่าเป็นเทคนิคที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ  $700^\circ\text{C}$  เพื่อให้สารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้เกิดการสลายตัวกลายเป็นสารโลหะฟอสเฟตอีกกลุ่มหนึ่ง คือ โลหะไพโรฟอสเฟต ( $\text{M}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , เมื่อ M คือ Cu หรือ Co) ทำให้สามารถได้สารโลหะฟอสเฟตถึง 2 กลุ่ม ซึ่งสารโลหะฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 2 กลุ่มนี้อาจจะนำไปใช้ประโยชน์ในการใช้เป็นปุ๋ยที่มีอนุภาคขนาดเล็กสามารถให้ธาตุฟอสฟอรัสออกมาที่ละน้อย และเป็นเวลานาน หรืออาจใช้เป็นผงสี ส่วนประกอบที่ป้องกันการกัดกร่อนรวมถึงการประยุกต์ใช้อื่นๆ ที่ต้องการความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ในขั้นตอนการสังเคราะห์นั้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนที่ไม่รุนแรง จึงไม่เป็นอันตรายขณะสังเคราะห์ ซึ่งร้อยละผลผลิตของ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  อยู่ที่ประมาณ 70-95 ส่วนสารกลุ่ม  $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$  และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  มีร้อยละผลผลิตอยู่ที่ประมาณ 60-90 ซึ่งถือว่ามีความเหมาะสม จึงเหมาะที่จะนำเทคนิคนี้ไปใช้เตรียมสารข้างต้นในระดับอุตสาหกรรมในอนาคตต่อไป

### 5.2 สรุปผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจน

#### ฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต

#### 5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต

ไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชัน

สเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS)

เทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) ถูกใช้เพื่อตรวจหาปริมาณโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารที่สังเคราะห์ได้คือ  $0.25 \leq x \leq 0.60$  สำหรับสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $0.70 \leq y \leq 1.05$  สำหรับสาร  $\text{Co}_{2-y}\text{Cu}_y\text{P}_2\text{O}_7$  สังเกตเห็นได้ว่า สูตรทางเคมีของสารที่สังเคราะห์ได้มีค่าใกล้เคียงกับสูตรทางทฤษฎีที่กำหนดไว้คือ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  สำหรับสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  สำหรับสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต

### 5.2 สรุปผลการวิเคราะห์จำนวนโมลของน้ำในผลึกของสารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ( $n\text{H}_2\text{O}$ )

จากการนำสาร โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{MHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) ที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ  $700^\circ\text{C}$  แล้วคำนวณจำนวนโมลของน้ำในผลึก ( $n\text{H}_2\text{O}$ ) สามารถสรุปได้ว่า สารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้นั้นมีจำนวนโมลของน้ำอยู่ในช่วงประมาณ 1.31 ถึง 2.45 ( $1.31 \leq n \leq 2.45$ ) ซึ่งน่าจะมีผลมาจากสารที่สังเคราะห์ได้นั้นไม่แห้งสนิท เนื่องจากไม่นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปอบแห้งในตู้อบ (Oven) หลังจากกรองเสร็จ และอาจเกิดจากการที่สารนี้สามารถดูดน้ำได้เมื่อวางไว้ที่อุณหภูมิห้อง ส่งผลให้ค่าจำนวนโมลของน้ำในผลึกมีค่ามากกว่าปกติ

### 5.3 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทั้ง 6 ชนิดที่สังเคราะห์ขึ้น ได้เรียงลำดับการวิเคราะห์ คือ เริ่มต้นการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) และตรวจสอบรูปร่างสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ผลที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

#### 5.3.1 สรุปผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟต

สารประกอบที่เตรียมขึ้นได้ 6 ชนิด 2 กลุ่ม คือ  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และอีกกลุ่มคือ  $\text{CoP}_2\text{O}_7$ ,  $\text{CuP}_2\text{O}_7$  และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  เอกลักษณ์การสั่นของสารประกอบไปด้วยหน่วยย่อย คือ  $\text{HPO}_4^{2-}$  แอนไอออน และโมเลกุลน้ำ ( $\text{H}_2\text{O}$ ) เอกลักษณ์ที่บ่งบอกได้ชัดเจนของหน่วยย่อย  $\text{HPO}_4^{2-}$  แอนไอออน คือ การมีรูปแบบการสั่นที่ตำแหน่ง 3040-3086, 1033-1154, 939-991, 844-895, 698-716 และ  $553-630\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นชนิดแถบการสั่นของ ก ชนิดแถบการสั่นคือ  $\text{V}_1$  ( $\text{H}_2\text{O}$ ),

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$V_{as}(PO_3)$ ,  $V_s(PO_3)$ ,  $V_s(P-OH)$ , Rocking Mode ( $PO_3$ ) และ  $\delta(P-OH)$  ตามลำดับ และต้องมีรูปแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำที่ประกอบด้วย 2 รูปแบบ คือ การสั่นแบบยึดหดแบบอสมมาตร ( $V_3(H_2O)$ ) และการสั่นแบบโค้งงอ ( $V_2(H_2O)$ ) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง  $3411-3482$  และ  $1626-1643$   $cm^{-1}$  ตามลำดับ

สำหรับสารกลุ่มที่สองคือ  $Co_2P_2O_7$ ,  $Cu_2P_2O_7$  และ  $CoCuP_2O_7$  จะมีเอกลักษณ์การสั่นของหน่วยย่อยของ  $[P_2O_7]^{4-}$  แอนไอออน โดยจะพบว่าแถบการสั่นที่ปรากฏในช่วง  $1000-1200$   $cm^{-1}$  คือ การสั่นแบบอสมมาตร ( $V_{as}PO_3$ ) และการสั่นแบบสมมาตร ( $V_sPO_3$ ) จะปรากฏแถบการสั่นแยกออกมา 1-2 พีค แถบการสั่นของ  $V_{as}P-O-P$  จะมีแถบการสั่นที่ประมาณ  $900-980$   $cm^{-1}$  ส่วนแถบการสั่นของ  $V_sP-O-P$  จะมีแถบการสั่นที่ประมาณ  $700-750$   $cm^{-1}$  และแถบการสั่นของ  $\delta PO_3$  และ  $pPO_3$  จะปรากฏในช่วง  $448-630$   $cm^{-1}$

### 5.3.2 สรุปผลการตรวจลักษณะพื้นฐานวิทยาของสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะโพโรฟอสเฟต

สำหรับผลการวิเคราะห์พื้นฐานด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดมีขนาดอนุภาคใหญ่ และมีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีพื้นผิวขรุขระ ไม่มีรูปแบบพื้นฐานที่แน่นอน โดยสาเหตุน่าจะเนื่องจากเทคนิคการเตรียมที่ใช้เวลารวดเร็ว ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาค

### 5.4 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารสามชนิด คือ  $CoHPO_4 \cdot H_2O$ ,  $CuHPO_4 \cdot H_2O$  และ  $CoCuHPO_4 \cdot H_2O$  มีสูตรคล้ายๆ กัน ทำให้พฤติกรรมทางความร้อนและกลไกการสลายตัวทางความร้อนมีลักษณะเหมือนกัน กล่าวคือ สาร  $CoHPO_4 \cdot H_2O$  มีขั้นการสลายตัวไปเป็น  $Co_2P_2O_7$  มีเพียงขั้นตอนเดียวที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ  $200-250$   $^{\circ}C$  สาร  $CuHPO_4 \cdot H_2O$  มีขั้นการสลายตัวไปเป็น  $Cu_2P_2O_7$  เพียงขั้นตอนเดียวเช่นกันที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ  $150-200$   $^{\circ}C$  ส่วนสาร  $CoCuHPO_4 \cdot H_2O$  มีขั้นการสลายตัวไปเป็น  $CoCuP_2O_7$  สองขั้นตอน คือ ขั้นแรกที่ช่วงอุณหภูมิประมาณ  $130-220$   $^{\circ}C$  และขั้นที่สองที่อุณหภูมิประมาณ  $220-250$   $^{\circ}C$  ซึ่งการสลายตัวทางความร้อนที่เกิดขึ้น 2 ขั้นตอนนี้ อธิบายได้ว่าในขั้นตอนแรกเกิดการสูญเสียภายในโครงสร้างที่เรียกว่า “ปฏิกิริยาคีไฮเดชัน (dehydration reaction)” และในขั้นที่สองเกิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสูญเสียน้ำเนื่องการสลายตัวของไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไฮไดรต์แล้วเกิดการควมรวมโมเลกุลของฟอสเฟต ที่เรียกว่า “Deprotonated hydrogen phosphate reaction and polycondensation reaction”

## 5.5 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยได้ทำการเตรียมสารขึ้น 2 กลุ่มๆ ละ 3 ตัว ได้แก่  $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CoCuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  และสารอนุพันธ์ทางความร้อน  $\text{CoP}_2\text{O}_7$ ,  $\text{CuP}_2\text{O}_7$  และ  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  โดยมีข้อเสนอแนะดังนี้

5.5.1 ในขั้นตอนการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ควรใช้เวลาปั่นกวนให้มากขึ้น เพื่อให้เกิดการตกตะกอนที่สมบูรณ์และทำให้ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอ

5.5.2 เมื่อกรองได้ตะกอนของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตแล้ว ควรนำเข้าเตาอบ ทำการอบให้แห้งด้วยเตาอบ (Oven) และเก็บสารที่สังเคราะห์ได้ให้ปราศจากความชื้น

5.5.3 ในขั้นตอนการชั่งสาร ควรชั่งอย่างรวดเร็ว เนื่องจากสารอาจดูดความชื้น ทำให้ผลการทดลองเกิดความผิดพลาดได้

5.5.4 จาก spectrum ของ FT-IR พบว่ายังเกิด peak ของไอออนไนเตรต ( $\text{NO}_3^-$ ) ซึ่งมาจากแอนไฮไดรต์ของสารตั้งต้น ดังนั้นขณะกรองเอาตะกอนสาร ควรล้างน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง และควรนำน้ำที่ผ่านการกรองแล้วไปตรวจสอบคว่ายังมีแอนไฮไดรต์เหล่านี้ตกค้างอยู่หรือไม่

5.5.5 ในโครงการวิจัยนี้ ใช้สัดส่วนของโลหะโคบอลต์ต่อโลหะคอปเปอร์เป็น 1:1 แต่ผลการตรวจสอบด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) พบว่าสารทวิโลหะที่ได้มีสัดส่วนของโลหะโคบอลต์มากกว่าโลหะคอปเปอร์ ดังนั้นหากต้องการให้สัดส่วนของโลหะโคบอลต์ต่อโลหะคอปเปอร์เป็น 1:1 ตามทฤษฎีที่กำหนดไว้ ควรใช้สัดส่วนของโลหะโคบอลต์น้อยกว่าโลหะคอปเปอร์ในการสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] Brandova, D., Trojan M., Arnold M., Paulik F. and Paulik J. (1988). "MECHANISM OF DEHYDRATION AND CONDENSATION OF  $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ". **Journal of Thermal Analysis.** 34, 1449-1454.
- [12] van der Gijp, S., M.H.J.E., Winnubst A.J.A. and Verweij, H. "Preparation of  $\text{BaTiO}_3$  by Homogeneous Precipitation". **Journal of the European Ceramic Society.** 19, 1683-1690.
- [13] Michael, Z.-C. Hu, V.K., Andrew Payzant, E., Claudia, J., Rawn Rodney, Hunt Wetchemical, D. "Synthesis of monodispersed barium titanate particles hydrothermal conversion of  $\text{TiO}_2$  microspheres to nanocrystalline  $\text{BaTiO}_3$ ". **Powder Technology.** 110, 2-14.
- [14] Xiao Wei, G.X., Zhaohui Ren, Yonggang Wang, Ge Shen, Gaorong Han. "Size-controlled synthesis of  $\text{BaTiO}_3$  nanocrystals via a hydrothermal route". **Materials Letters.** 62, 3666-3669.
- [15] Wei Li, Z.X., Ruiqing Chu, Peng Fu, Jigong Hao. "Structure and electrical properties of  $\text{BaTiO}_3$  prepared by sol-gel process". **Journal of Alloys and Compounds.** 482, 137-140.
- [16] Ming Xu, Y.-n.L., Yun-fei Liu, Shu-zhe Shi, Tong-sheng Qian, Dou-you Lu. "Sonochemical synthesis of monosized spherical  $\text{BaTiO}_3$  particles". **Powder Technology.** 161, 185-189.
- [17] Shaohua Luo, Z.T., Weihua Yao, Zhongtai Zhang. "Low-temperature combustion synthesis and characterization of nanosized tetragonal barium titanate powders". **Microelectronic Engineering.** 66, 147-15.
- [18] ดร.บรรจง บุญชม. (2554). โครงการ การสังเคราะห์ จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ของการสลายตัวทางความร้อนสารโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (สกว.).
- [19] Available from : <http://www.bbelab.co.za/ftir.htm>
- [20] ดร.บรรจง บุญชม. (2554). โครงการ การสังเคราะห์ จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ของการสลายตัวทางความร้อนสารโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (สกว.).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [21] Xu, J., Gilson, D.F.R., and Butler, I.S. (1998). "FT-Raman and high-pressure FT-infrared spectroscopic investigation of monocalcium phosphate monohydrate,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ". **Spectrochim. Acta.** 54A, 1869-1878.
- [22] ดร.บรรจง บุญชม. (2554). โครงการ การสังเคราะห์ จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ ของการสลายตัวของความร้อนสารโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับ สมบูรณ์ (สกว.).
- [23] Available from : [http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer\\_Chemistry/image\\_file/chapter5\\_2.html](http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_file/chapter5_2.html)
- [24] Available from : [http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer\\_Chemistry/image\\_file/chapter5\\_2.html](http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_file/chapter5_2.html)
- [25] Available from : [http://www.linseis.net/html\\_en/thermal/dta/dta\\_.php](http://www.linseis.net/html_en/thermal/dta/dta_.php)
- [26] Available from : <http://203.185.131.25/lab/viewTool.php?toolId=17>
- [27] Available from : [http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer\\_Chemistry/image\\_files/chapter5\\_2.html](http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_files/chapter5_2.html)
- [28] Available from : [http://www.merck-chemicals.co.th/the-analytical-principle/thai/c\\_K2eb.s1OFCYAAAE dye1RbT2M](http://www.merck-chemicals.co.th/the-analytical-principle/thai/c_K2eb.s1OFCYAAAE dye1RbT2M)
- [29] Available from : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>
- [30] Available from : <http://www2.diw.go.th/research/%E0%CD%A1%CA%D2%C3%E0%BC%C2%E1%BE%C3%E8%E0%A4%C3%D7%E8%CD%A7AAS.pdf>
- [31] Available from : <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook/nanotech/Page/Unit4-5.html>
- [32] Available from : <http://www.jeolusa.com/PRODUCTS/ElectronOptics/ScanningElectronMicroscopesSEM/SEM-FIB/JIB4500MultiBeam/tabid/496/Default.aspx>
- [33] Shashkova, I.L., Kitikova, N.V., Rat'ko, A.I., and D'yachenko, A.G. (1998). "Preparation of calcium and Magnesium Hydrogen Phosphates from Natural Dolomite and Their Sorptive Properties". **Inorganic Material.** 36, 990-994
- [34] Hans, E. and Madsen, L. (2005). "Crystal growth kinetics of copper phosphate from acid solution at 37 °C". **Journal of Crystal Growth.** 275, 191-196.
- [35] Lukyanchenko, O.A. and Samuskevich, V.V. (1999). "Thermal transformations of  $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ". **Thermochimica Acta.** 327, 181-189.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [36] Hiroaki Onoda, Kei Yokouchi, Kazuo Kojima and Hiroyuki Nariai. (2005). "Addition of rare earth cation on formation and properties of various cobalt phosphates". **Materials Science and Engineering B**. 116, 189-195.
- [37] Boonchom, B. "Cyclotetraphosphate for ceramic coating"
- [38] Hiroaki Onoda, Hiroyuki Nariai, Ai Moriwaki, Hideshi Maki and Itaru Motooka. (2002). "Formation and catalytic characterization of various rare earth phosphates". **Journal of material chemistry**. 12, 1754-1760.
- [39] Boonchom, B., and Danvirutai, C. (2008). "A rapid co-precipitation and non-isothermal decomposition kinetics of new binary  $Mn_{0.5}Co_{0.5}(H_2PO_4)_2 \cdot 2H_2O$ ". **Solid State Sciences**. 10, 129-136.
- [40] Rabatin, J. G., Gale, R. H. and Neerik, A.E. "The Mechanism and kinetics of the dehydration of calcium hydrogen phosphate dihydrate". **Dehydration of calcium hydroden phosphate hydrate**. 1960, 491-493
- [41] 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.
- [42] Brandova, D., Trojan, M., Arnold, M., Paulik, F. and Paulik, J. (1988). "MECHANISM OF DEHYDRATION AND CONDENSATION OF  $CuHPO_4 \cdot H_2O$ ". **Journal of Thermal Analysis**. 34, 1449-1454.
- [43] 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.
- [44] Bih, H., Saadoun, I. and Mansori, M. (2006). "The lamellar  $Na_2CoP_2O_7$  pyrophosphate: Preparation, structural and spectroscopic studies". **M. J. CONDENSED MATER**. 7, 74-76.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

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

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



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

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

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

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

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

$$= \frac{2.4160 \times 177.528}{241.60}$$

$$= 1.7753 \text{ กรัม}$$

$$\text{ร้อยละผลผลิต } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} = \frac{\text{กรัม } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} (\text{ที่ได้})}{\text{กรัม } \text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} (\text{คำนวณ})} \times 100$$

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

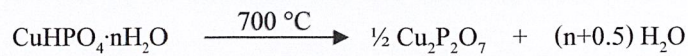
$$= 89.53$$

หมายเหตุ\* การคำนวณร้อยละของ  $\text{MHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่ได้จากสารโลหะอื่นๆ ทำปฏิกิริยากับ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. การคำนวณร้อยละผลผลิตของโลหะไฟโรฟอสเฟต ( $M_2P_2O_7$ )

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



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

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

$$\begin{aligned} \text{กรัม } Cu_2P_2O_7 \text{ (คำนวณ)} &= \frac{0.5 \times \text{กรัมของ } CuHPO_4 \cdot H_2O}{\text{มวลโมเลกุล } CuHPO_4 \cdot H_2O} \times \text{มวลโมเลกุล } Cu_2P_2O_7 \\ &= \frac{0.5 \times 1.0008 \times 301.033}{177.528} \end{aligned}$$

$$= 0.8485 \text{ กรัม}$$

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

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

$$= 97.05$$

หมายเหตุ\* การคำนวณร้อยละของ  $MP_2O_7$  ที่ได้จากสารโลหะอื่นๆ ทำปฏิกิริยากับ  $H_3PO_4$  ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### 1. การคำนวณหาองค์ประกอบของโลหะใน $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$

การเตรียม  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  เพื่อหาปริมาณโลหะเริ่มโดยการละลาย 0.0100 กรัมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ใน 10 มิลลิลิตรของ 0.01 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก (0.01 M HCl) จากนั้นเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปีเปตสารละลายที่ได้มา 7.0 มิลลิลิตรใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เช่น ความเข้มข้นของโคบอลต์และคอปเปอร์ที่ได้จากเทคนิค AAS คือ 2.613 และ 2.443 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับคำนวณได้โดย

สำหรับโคบอลต์ :

$$\begin{aligned}
 1.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= 2.613 \times 10^{-6} \text{ กรัม} \\
 50.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= (2.613 \times 10^{-6}) \times 50 \\
 &= 1.307 \times 10^{-4} \text{ กรัม} \\
 1.307 \times 10^{-4} \text{ กรัมของโคบอลต์ที่ได้จาก } 7.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ ดังนั้น} & \\
 7.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= 1.307 \times 10^{-4} \text{ กรัม} \\
 100.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= \left( \frac{1.307}{7.0} \times 10^{-4} \right) \times 100 \\
 &= 1.867 \times 10^{-3} \text{ กรัม} \\
 100 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ ซึ่งได้จาก } 0.0100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} & \\
 0.0100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= 1.867 \times 10^{-3} \text{ กรัม} \\
 100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} &= \left( \frac{1.867}{0.0100} \times 10^{-3} \right) \times 100 \\
 &= 18.67 \%
 \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|  |   |   |
|--|---|---|
| เปอร์เซ็นต์ของโคบอลต์ตามทฤษฎี  | = | 16.82 %   |
| ถ้า โคบอลต์ 16.82 %  | = | 0.5 อะตอม / สาร 1 โมเลกุล                                     |
| โคบอลต์ 18.67 %  | = | $\frac{0.5}{16.82} \times 18.67$                              |
| ดังนั้นปริมาณโคบอลต์ในสารนี้   | = | 0.55 อะตอม / สาร 1 โมเลกุล                                    |
| สำหรับคอปเปอร์;  |   |   |
| 1.0 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์  | = | $2.443 \times 10^{-6}$ กรัม                                   |
| 50.0 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์   | = | $(2.443 \times 10^{-6}) \times 50$                            |
|  | = | $1.222 \times 10^{-4}$ กรัม                                   |
| $1.222 \times 10^{-4}$ กรัมของคอปเปอร์ที่ได้จาก 7.0 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ดังนั้น   |   |   |
| 7.0 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์  | = | $1.222 \times 10^{-4}$ กรัม                                   |
| 100.0 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์  | = | $\left(\frac{1.222}{7.0} \times 10^{-4}\right) \times 100$    |
|  | = | $1.746 \times 10^{-3}$ กรัม                                   |
| 100 มิลลิลิตรของสารละลาย $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ซึ่งได้จาก 0.0100 กรัมของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ |   |   |
| 0.0100 กรัมของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์  | = | $1.746 \times 10^{-3}$ กรัม                                   |
| 100 กรัมของ $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีคอปเปอร์   | = | $\left(\frac{1.746}{0.0100} \times 10^{-3}\right) \times 100$ |
|  | = | 17.45 %   |
| เปอร์เซ็นต์ของคอปเปอร์ตามทฤษฎี   | = | 18.13 %   |
| ถ้า คอปเปอร์ 18.13 %   | = | 0.5 อะตอม / สาร 1 โมเลกุล                                     |
| คอปเปอร์ 17.45 %   | = | $\frac{0.5}{18.13} \times 17.45$                              |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นปริมาณคอปเปอร์ในสารนี้ = 0.48 อะตอม / สาร 1 โมเลกุล

หมายเหตุ\* การคำนวณปริมาณ โลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ใน  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่ได้  
จากสารโลหะอื่นๆ ทำปฏิกิริยากับ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. การคำนวณหาองค์ประกอบของโลหะใน $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$

การเตรียม  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$  เพื่อหาปริมาณ โลหะมีวิธีการเตรียมเช่นเดียวกับการเตรียม  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เช่น ความเข้มข้นของโคบอลต์และคอปเปอร์ที่ได้จากเทคนิค AAS คือ 5.789 และ 6.293 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ คำนวณได้โดย

สำหรับโคบอลต์:

$$1.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{CoCuP}_2\text{O}_7 \text{ มีโคบอลต์} = 5.789 \times 10^{-6} \text{ กรัม}$$

$$50.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{CoCuP}_2\text{O}_7 \text{ มีโคบอลต์} = (5.789 \times 10^{-6}) \times 50$$

$$= 2.895 \times 10^{-4} \text{ กรัม}$$

$1.307 \times 10^{-4}$  กรัมของโคบอลต์ที่ได้จาก 7.0 มิลลิลิตรของสารละลาย  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ดังนั้น

$$7.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} = 1.307 \times 10^{-4} \text{ กรัม}$$

$$100.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} = \left( \frac{1.307}{7.0} \times 10^{-4} \right) \times 100$$

$$= 1.867 \times 10^{-3} \text{ กรัม}$$

100 มิลลิลิตรของสารละลาย  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ซึ่งได้จาก 0.0100 กรัมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

$$0.0100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} = 1.867 \times 10^{-3} \text{ กรัม}$$

$$100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \text{ มีโคบอลต์} = \left( \frac{1.867}{0.0100} \times 10^{-3} \right) \times 100$$

$$= 18.67 \%$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์ของโคบอลต์ตามทฤษฎี} = 16.82 \%$$

$$\text{ถ้า โคบอลต์ } 16.82 \% = 0.5 \text{ อะตอม / สาร 1 โมเลกุล}$$

$$\text{โคบอลต์ } 18.67 \% = \frac{0.5}{16.82} \times 18.67$$

$$\text{ดังนั้นปริมาณโคบอลต์ในสารนี้} = 0.55 \text{ อะตอม / สาร 1 โมเลกุล}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับคอปเปอร์;

$$1.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = 2.443 \times 10^{-6} \text{ กรัม}$$

$$50.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = (2.443 \times 10^{-6}) \times 50$$

$$= 1.222 \times 10^{-4} \text{ กรัม}$$

$1.222 \times 10^{-4}$  กรัมของคอปเปอร์ที่ได้จาก 7.0 มิลลิลิตรของสารละลาย  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ดังนั้น

$$7.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = 1.222 \times 10^{-4} \text{ กรัม}$$

$$100.0 \text{ มิลลิลิตรของสารละลาย } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = \left(\frac{1.222}{7.0} \times 10^{-4}\right) \times 100$$

$$= 1.746 \times 10^{-3} \text{ กรัม}$$

100 มิลลิลิตรของสารละลาย  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$  ซึ่งได้จาก 0.0100 กรัมของ  $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$

$$0.0100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = 1.746 \times 10^{-3} \text{ กรัม}$$

$$100 \text{ กรัมของ } \text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O} \text{ มีคอปเปอร์} = \left(\frac{1.746}{0.0100} \times 10^{-3}\right) \times 100$$

$$= 17.45 \%$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์ของคอปเปอร์ตามทฤษฎี} = 18.13 \%$$

$$\text{ถ้า คอปเปอร์ } 18.13 \% = 0.5 \text{ อะตอม / สาร 1 โมเลกุล}$$

$$\text{คอปเปอร์ } 17.45 \% = \frac{0.5}{18.13} \times 17.45$$

$$\text{ดังนั้นปริมาณคอปเปอร์ในสารนี้} = 0.48 \text{ อะตอม / สาร 1 โมเลกุล}$$

หมายเหตุ\* การคำนวณปริมาณโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ใน  $\text{CoCuP}_2\text{O}_7$

ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค

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

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

$$\text{น้ำหนักครุฑชีเบ็ด (w1/กรัม)} = 23.2172 \text{ กรัม}$$

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

$$\text{น้ำหนัก CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O (w3/กรัม)} = w2 - w1$$

$$= 24.2180 - 23.2172 \text{ กรัม}$$

$$= 1.0008 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักหลังจากเผา (w4/กรัม)} = 24.0407 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักที่หายไป (w5/กรัม)} = w2 - w4$$

$$= 24.2180 - 24.0407 \text{ กรัม}$$

$$= 0.1773 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนัก Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 \text{ (w6/กรัม)} = w4 - w1$$

$$= 24.0407 - 23.2172 \text{ กรัม}$$

$$= 0.8235 \text{ กรัม}$$

จากสมการ



$$\text{น้ำหนักจากการทดลอง: } 1.008 \text{ g} \qquad 0.0235 \text{ กรัม} \qquad 0.1773 \text{ กรัม}$$

$$\text{มวลโมเลกุล: } \text{(ยังไม่ทราบ)} \qquad 301.092 \text{ กรัม/โมล} \qquad 18.0 \text{ กรัม/โมล}$$

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

$$\frac{0.0027}{\text{โมล CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}} = 0.5$$

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned} \text{มวลโมเลกุล CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} &= \frac{1.0008}{0.0055} \\ &= 182.959 \text{ กรัม/โมล} \end{aligned}$$

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

หารด้วยโมลของ-

$$\text{CuHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O} \quad 1.00 \quad 0.5 \quad 1.80$$

$$n + 0.5 = 1.80$$

$$n = 1.30$$

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

หมายเหตุ\* การคำนวณปริมาณน้ำ ( $n\text{H}_2\text{O}$ ) ของ  $\text{MHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ที่ได้จากสารโลหะอื่นๆ  
ทำปฏิกิริยากับ  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ก็ใช้วิธีการคำนวณนี้เช่นเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้