

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

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

3.1.2 สารเคมี

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

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

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการสังเคราะห์

3.2.1 การเตรียมสารเคมี

การเตรียมกรดฟอสฟอริก ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาณ 250 มิลลิลิตร

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 จากนั้น
 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น (ได้สารละลายกรดฟอสฟอริก 3.0 M ปริมาตร 100 mL)



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

การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 250 มิลลิลิตร

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

การเตรียมสารละลายโลหะโคบอลต์ (Co^{2+}) ความเข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 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 (Cu^{2+}) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 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 ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และสารคอปเปอร์

ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ถูกแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ

1. วิธีการสังเคราะห์สารโดยการชั่งสารตั้งต้น คือ โลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์
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 พร้อมปั่นกว่น จากนั้นปั่นกว่นทิ้งไว้ 5 นาที ทำการกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรอง
สุญญากาศ จะได้ตะกอนของสารที่ต้องการ

1. การสังเคราะห์สารโดยการสังเคราะห์ตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

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

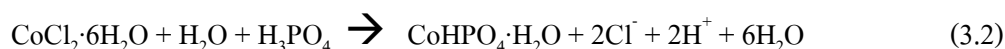


ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

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

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



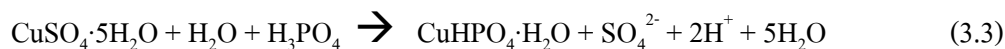
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

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

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

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

จากปฏิกิริยา



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

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

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

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

จากปฏิกิริยา



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

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

2. วิธีการสังเคราะห์สารผ่านสารละลายของสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์

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

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

จากปฏิกิริยา



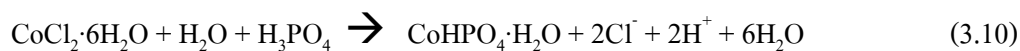
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. เปิด $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. เปิดกรดฟอสฟอริก 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

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

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

จากปฏิกิริยา



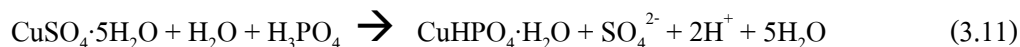
ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ มีวิธีการดังนี้

1. เปิด $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. เปิดกรดฟอสฟอริก 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

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

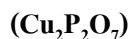
จากปฏิกิริยา



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

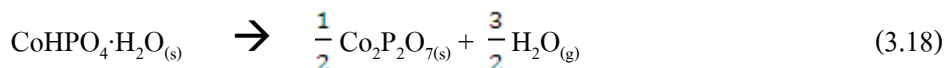
1. ปิเปต $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์ขนาด 100 mL
2. ปิเปตกรดฟอสฟอริก 1.0 M ปริมาตร 10.0 mL ใส่บีกเกอร์สารละลายในข้อ 1 จะได้สารละลาย pH 1-3
3. ค่อย ๆ ปรับ pH ด้วย NaOH 1.0 M พร้อมบันทึกอุณหภูมิกระทั่งสารละลายจะมี pH = 6
4. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที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

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



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

จากปฏิกิริยา

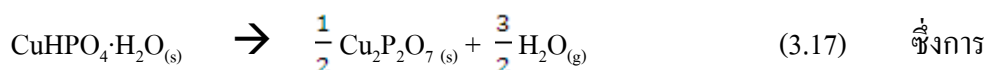


ซึ่งการสังเคราะห์ $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีวิธีการดังนี้

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

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

จากปฏิกิริยา



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

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

3.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูริเยร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตเมทรี (Fourier

Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

การ calibrate ความยาวคลื่น

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

การเตรียม Pellet (Pressed disk)

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

การ Identification

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

3.3.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์เชิงความร้อนแบบดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง

แคลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

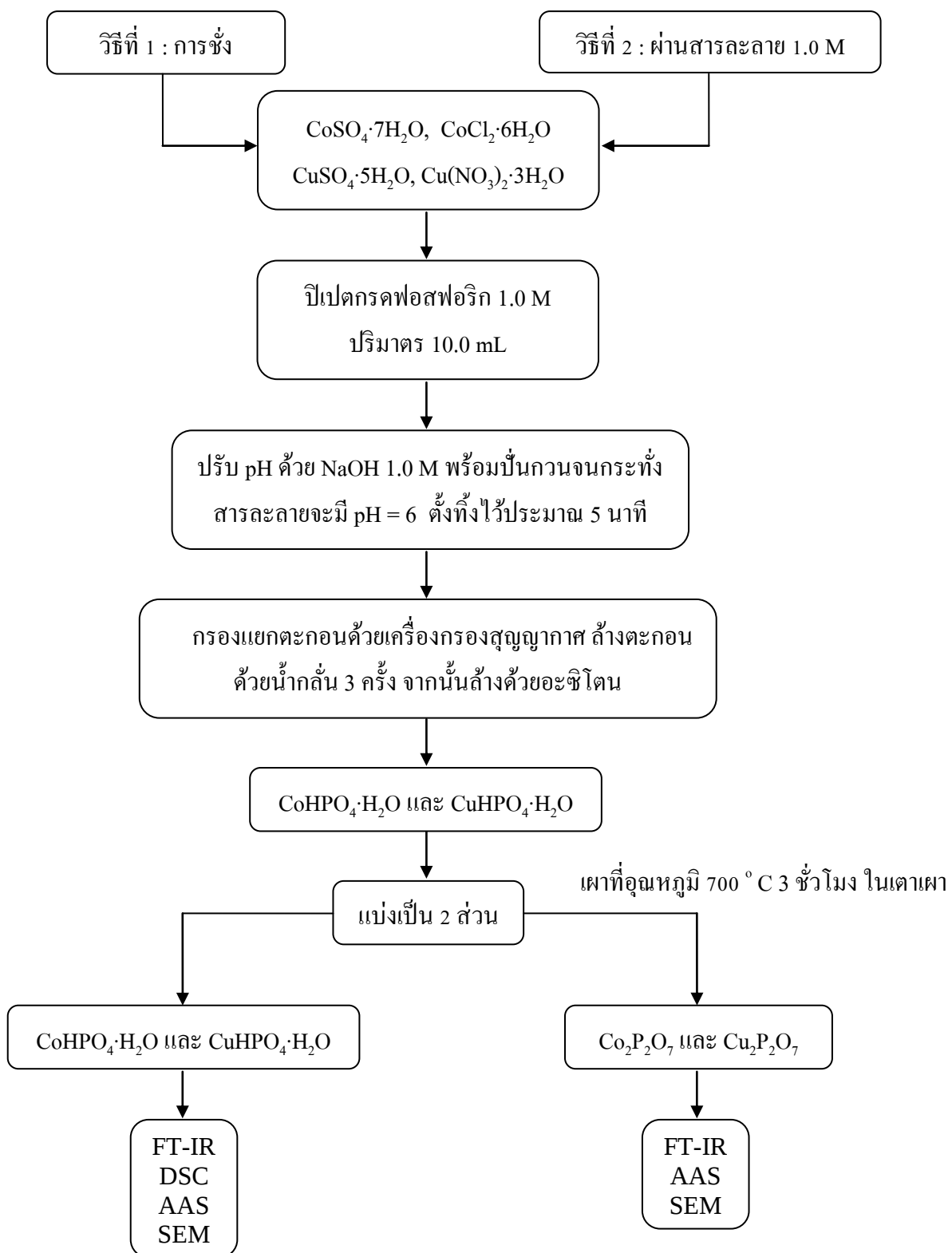
ชั่งน้ำหนักตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม ให้มีน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) ในสภาวะไนโตรเจนโดยให้ความร้อนด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องจนถึง 500 องศาเซลเซียส จากนั้นลดอุณหภูมิด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิห้อง

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

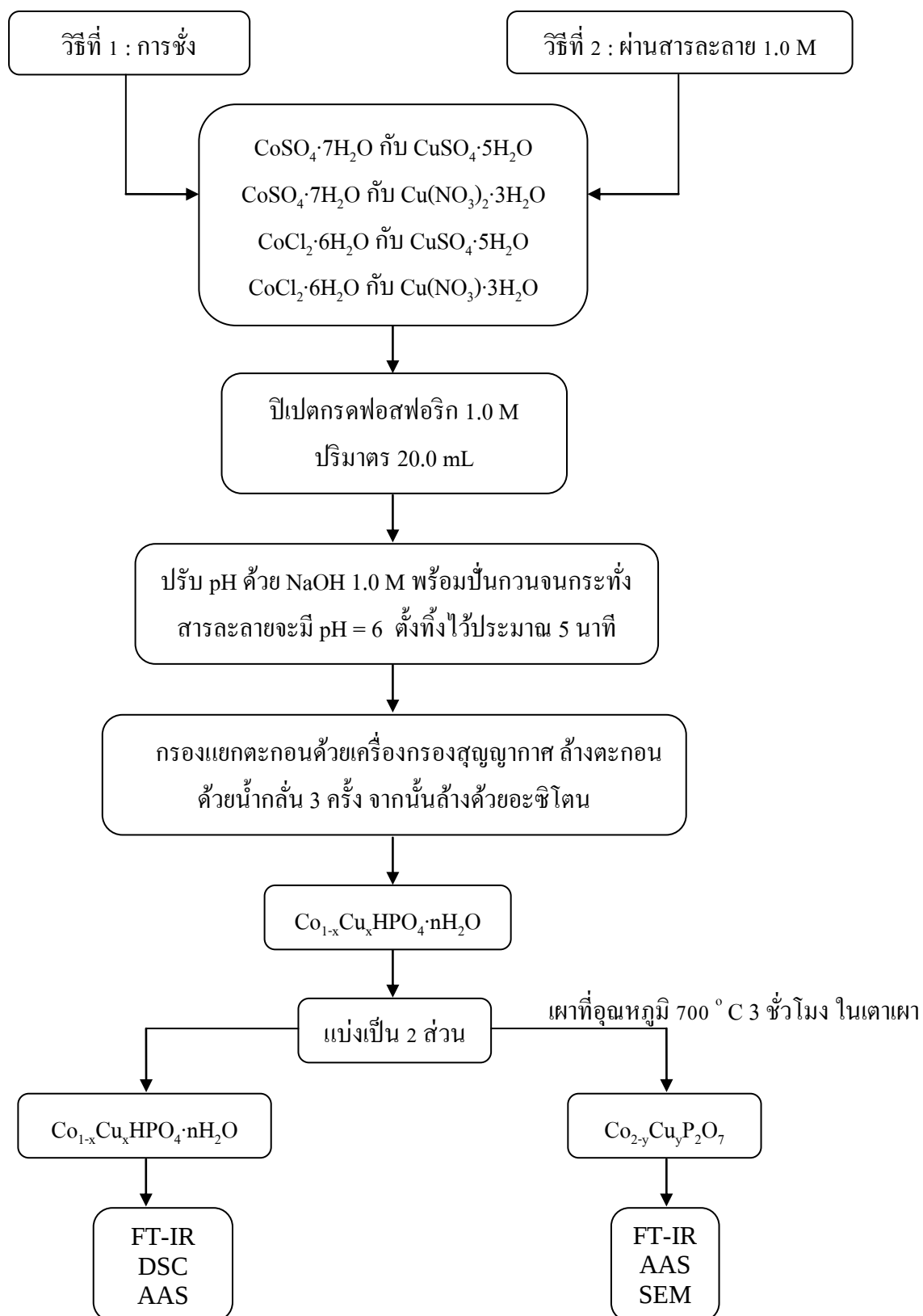
นำตัวอย่างที่ได้จัดให้ละเอียดแล้วไปเคลือบผิวด้วยทอง ด้วยเครื่อง ion sputtering ใช้กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์เป็นเวลา 6 นาที นำเข้าเครื่อง SEM จากนั้นถ่ายภาพวิเคราะห์จุลโครงสร้างที่กำลังขยายที่ต้องการ

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

ใช้ Calibration Method โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานของ Co และ Cu ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนประมาณ 5 ความเข้มข้นแล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาเขียนกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ calibration curve จากนั้นละลายสารตัวอย่างที่เป็น $\text{Co}_x\text{-Cu}_x\text{HPO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$ 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



ภาพที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์สารตัวเดียวและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร



ภาพที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์สารทวิโลหะและการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะของสาร