

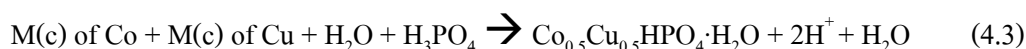
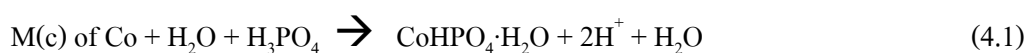
บทที่ 4

ผลการการวิจัย

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

4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

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



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

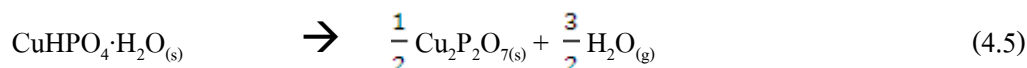
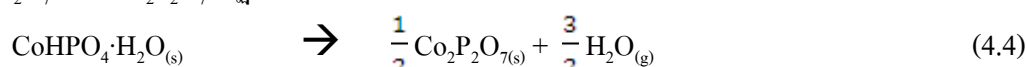
ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลผลิตของสาร โคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL)	นน.สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากการทดลอง(g)	นน.สาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ตามทฤษฎี(g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / 2.8121 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 $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / ปริมาณสารตั้งต้น (นน. (g) หรือ mL)	นน.สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากการทดลอง(g)	นน.สาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ตามทฤษฎี(g)	ร้อยละ ผลผลิต
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ / 2.4976 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

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



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

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

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

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

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

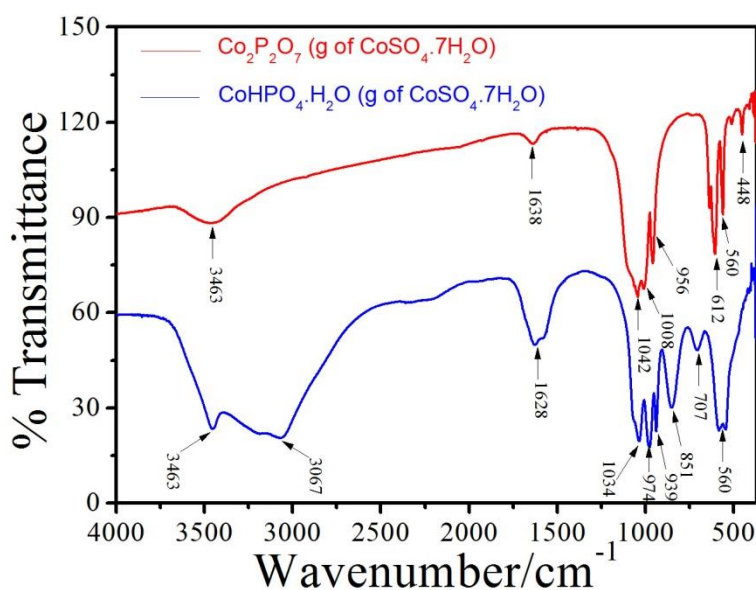
4.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

4.2.1 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสารสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต และสารทวิโลหะโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์แตรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

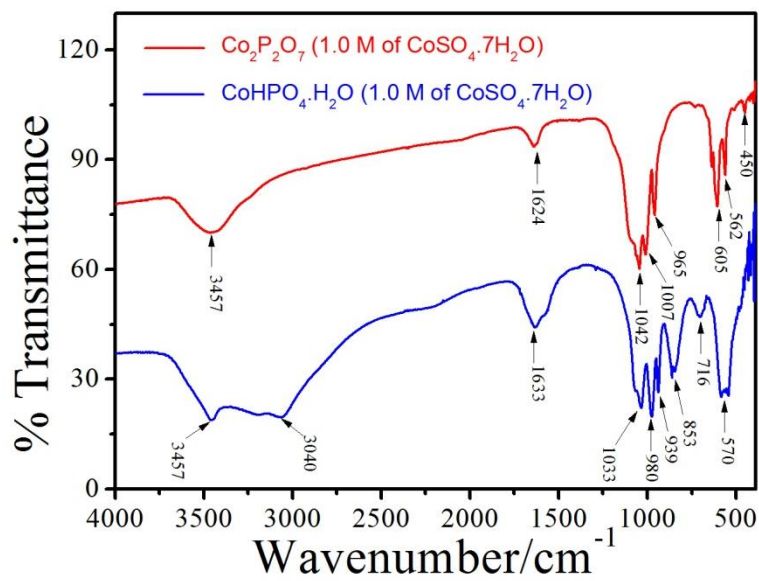
ผลการบันทึกสเปกตรัม FTIR แสดงในภาพที่ 4.1-4.12 สำหรับสารสารทวิโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตและสารทวิโลหะไพโรฟอสเฟต โดยสังเคราะห์จากสารตั้งต้นโลหะโคบอลต์และโลหะคอปเปอร์ (Metal (c)) ได้แก่ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$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

ตำแหน่ง 300-500, 700-900, 900-1160, 840-930, 1000-1200, 2300-2400, 2800-3120 และ 3200-3500 cm^{-1} แจกชนิดแถบการสั่นคือ $\delta(\text{PO}_3)$, $\gamma(\text{POH})$, $\delta(\text{POH})$, $\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$, $\nu(\text{PO}_3)$, B band (VOH HPO_4^{-2}), A band (VOH HPO_4^{-2}) และ VOH (V_1 and $\text{V}_3 \text{H}_2\text{O}$), ตามลำดับ ในขณะที่ภาพแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น ภาพแบบ การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (V_3) และการสั่นแบบโค้งงอ (V_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3200-3400 และ 1590-1700 cm^{-1} สำหรับแถบการสั่นและการจำแนกระบุพีคของสารกลุ่มนี้ แสดงไว้ในตารางที่ 4.10–ตารางที่ 4.13

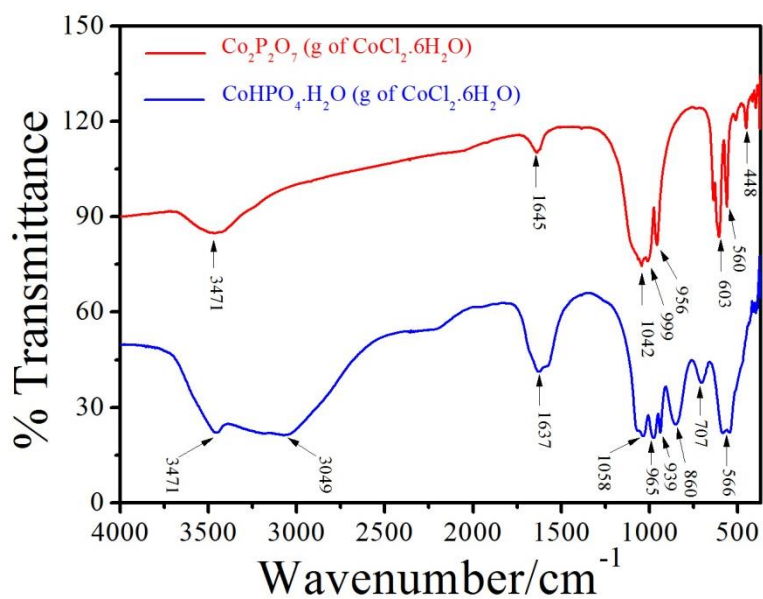
สำหรับภาพแบบการสั่นของสารไพโรฟอสเฟต ที่มีหน่วยย่อยโครงสร้าง เป็น $[\text{P}_2\text{O}_7]^{4-}$ [42] แอนไอออน จะประกอบไปด้วยภาพแบบการสั่นที่ปรากฏในช่วง 975-1300 cm^{-1} คือ การสั่นแบบอสมมาตร ($\text{V}_{\text{as}} \text{PO}_3$) และการสั่นแบบสมมาตร ($\text{V}_{\text{s}} \text{PO}_3$) ส่วนแถบการสั่นที่ปรากฏที่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



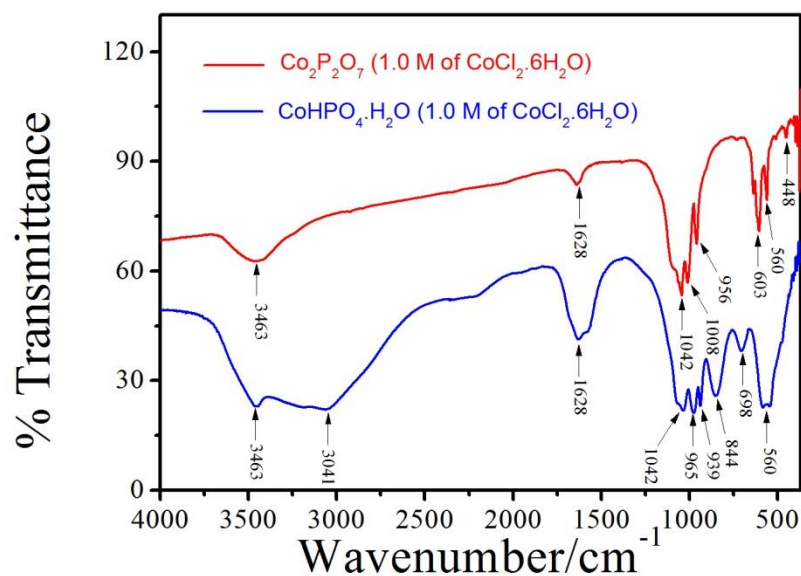
ภาพที่ 4.1 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$



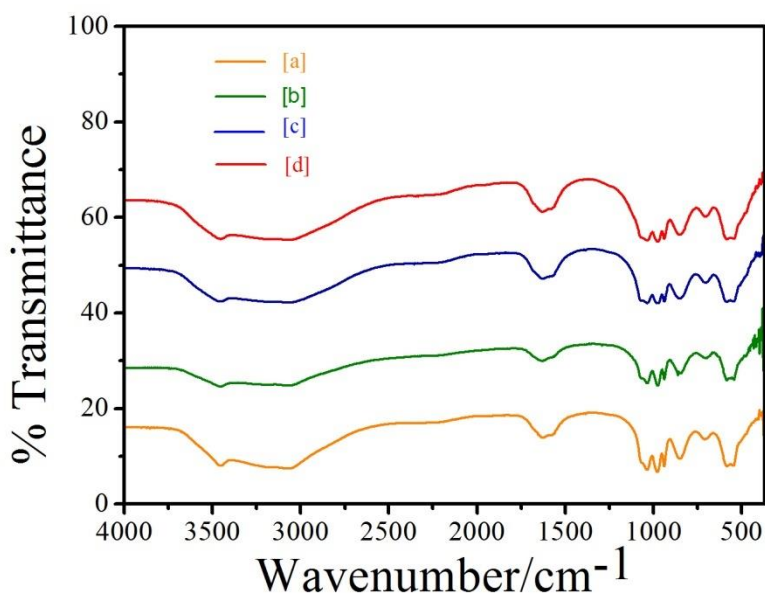
ภาพที่ 4.2 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$



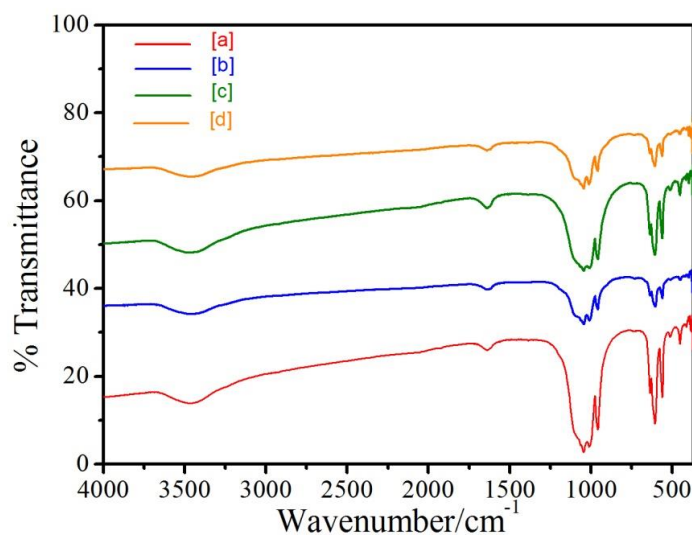
ภาพที่ 4.3 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$



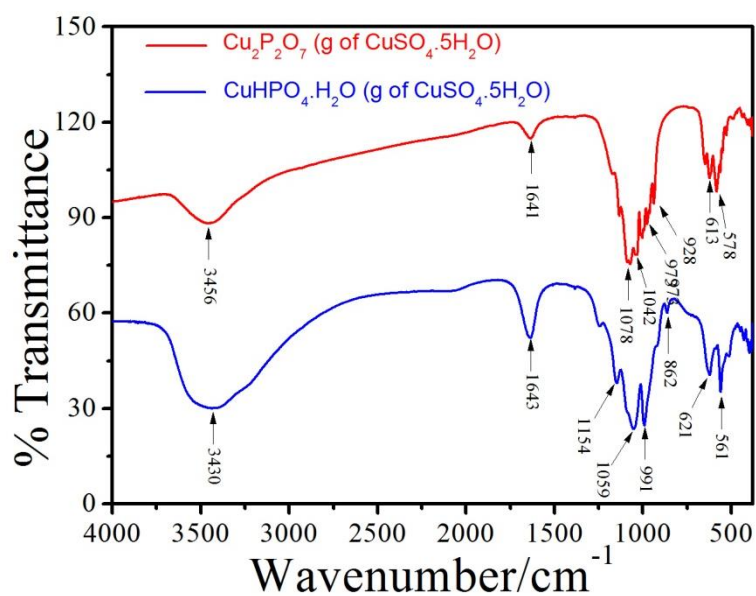
ภาพที่ 4.4 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$



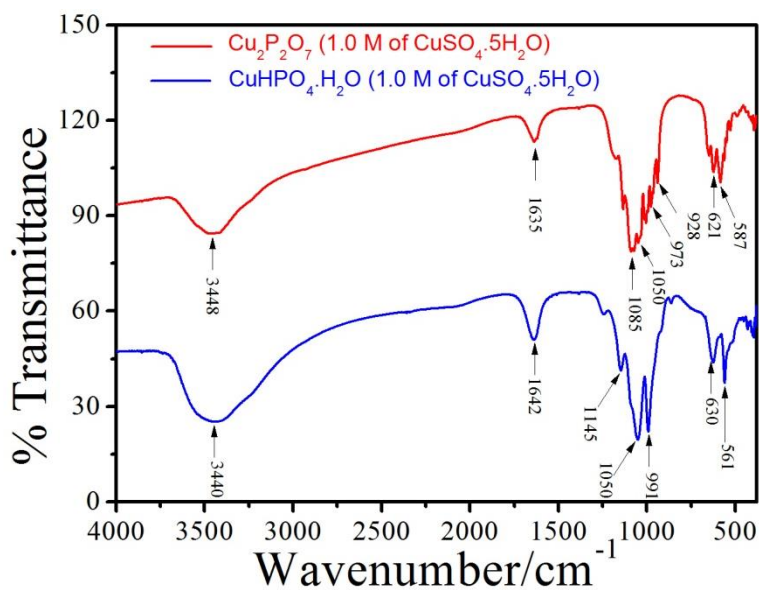
ภาพที่ 4.5 FTIR spectra ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M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



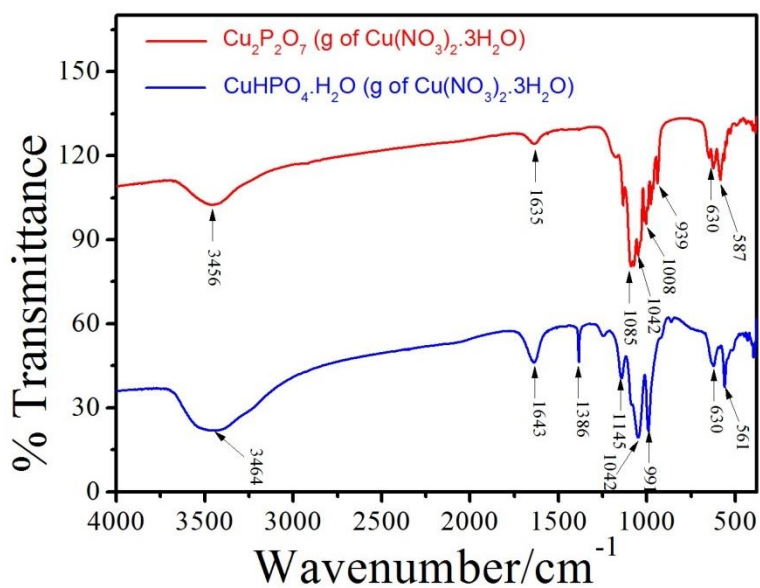
ภาพที่ 4.6 FTIR spectra ของ CoP_2O_7 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นระหว่าง
 [a] 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [b] 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, [c] 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, [d] 1.0 M
 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



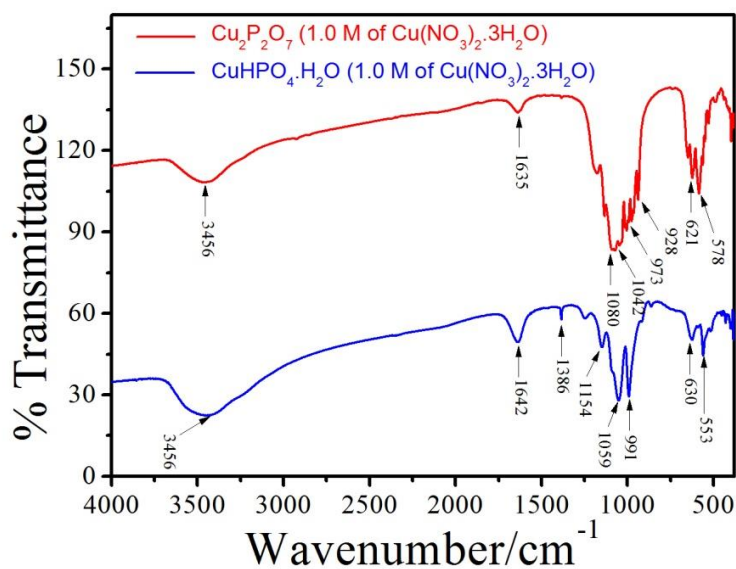
ภาพที่ 4.7 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์
 อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$



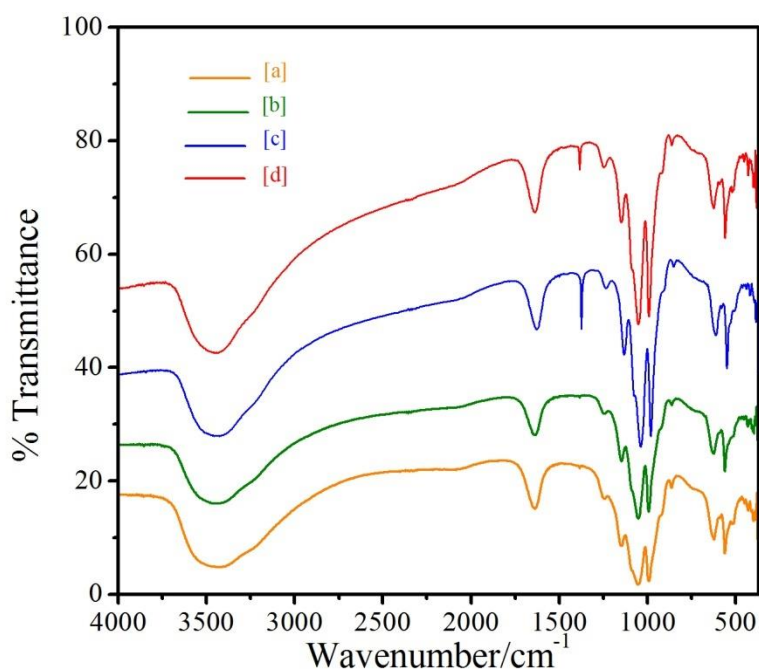
ภาพที่ 4.8 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$



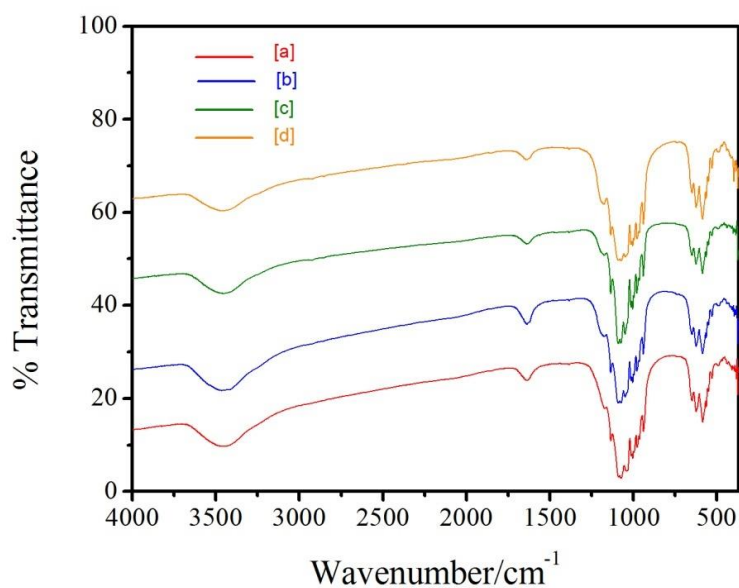
ภาพที่ 4.9 FTIR spectra ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 2.4160 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และสารผลิตภัณฑ์อนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$



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



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



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

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

แถบการสั่น (cm ⁻¹) ของ CoHPO ₄ •H ₂ O				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลายความเข้มข้น 1.0 M		
CoSO ₄ •7H ₂ O	CoCl ₂ •6H ₂ O	1.0 M CoSO ₄ •7H ₂ O	1.0 M CoCl ₂ •6H ₂ O	
3463	3411	3457	3463	V ₃ (H ₂ O)
3061	3049	3040	3041	A band
1628	1631	1633	1628	V ₂ (H ₂ O) or C band
-	-	-	-	V(PO ₃)
1034	1058	1033	1042	V(PO ₃)

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

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

แถบการสั่น (cm ⁻¹) ของ CuHPO ₄ ·H ₂ O				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการชั่ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย ความเข้มข้น 1.0 M		
CuSO ₄ ·5H ₂ O	Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	1.0 M CuSO ₄ ·5H ₂ O	1.0 M Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	
3430	3464	3440	3456	V ₃ (H ₂ O)
-	-	-	-	A band
1643	1643	1642	1642	V ₂ (H ₂ O) or C band
1154	1145	1145	1154	V(PO ₃)
1059	1042	1050	1059	V(PO ₃)
991	991	991	991	δ(POH)
-	-	-	-	δ(POH)
862	-	-	-	V(PO ₂ (OH))
-	-	-	-	γ(POH)

ตารางที่ 4.7 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร CoP_2O_7 ด้วยวิธีการซังและสารละลาย

แถบการสั่น (cm ⁻¹) ของ CoP ₂ O ₇				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการแห้ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย ความเข้มข้น 1.0 M		
CoSO ₄ ·7H ₂ O	CoCl ₂ ·6H ₂ O	1.0 M CoSO ₄ ·7H ₂ O	1.0 M CoCl ₂ ·6H ₂ O	
1042	1042	1042	1042	
1008	999	1007	1008	$\text{V}_{\text{s}}\text{PO}_3$
956	956	965	956	$\text{V}_{\text{as}}\text{P-O-P}$
-	-	-	-	$\text{V}_{\text{s}}\text{P-O-P}$
612	603	605	603	δPO_3 & ρPO_3
560	560	562	560	
448	448	450	448	

ตารางที่ 4.8 แถบการสั่นและจำแนกภาพแบบการสั่นของสาร CuP_2O_7 ด้วยวิธีการซังและสารละลาย
ความเข้มข้น 1.0 M

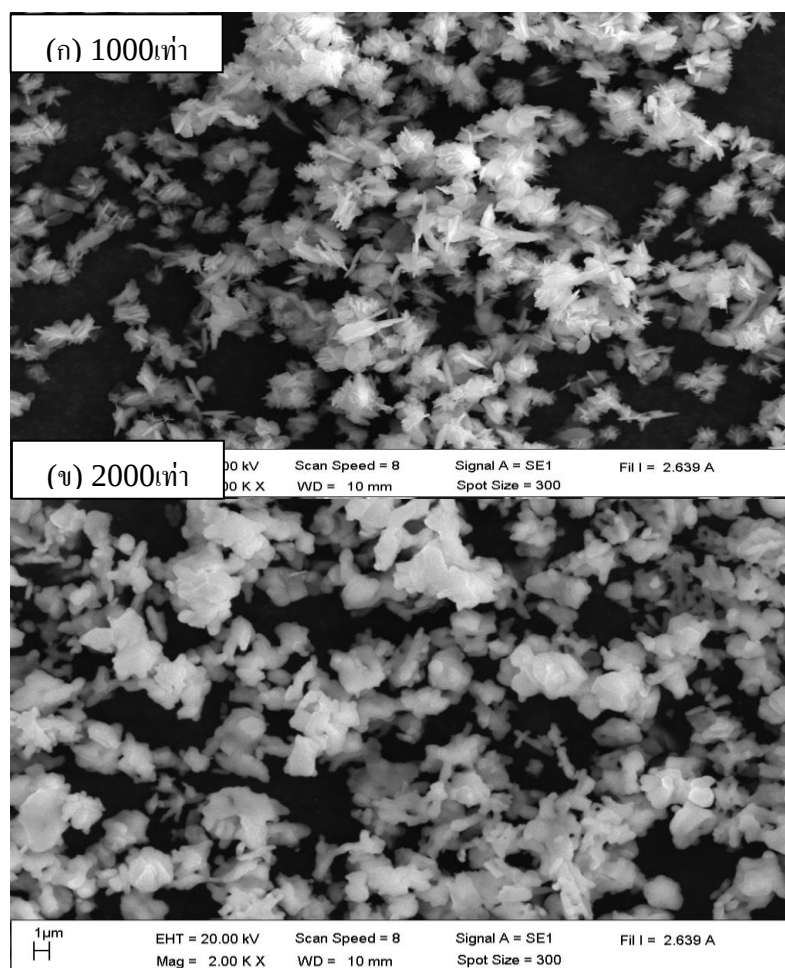
แถบการสั่น (cm ⁻¹) ของ CuP ₂ O ₇				Possible assignment
ชนิดของสารตั้งต้นด้วยวิธีการแห้ง		ชนิดของสารตั้งต้นด้วยสารละลาย ความเข้มข้น 1.0 M		
CuSO ₄ ·5H ₂ O	Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	1.0 M CuSO ₄ ·5H ₂ O	1.0 M Cu(NO ₃) ₂ ·3H ₂ O	
1078	1085	1085	1080	
1042	1042	1050	1042	
973	1008	973	973	
928	939	928	928	
-	-	-	-	
613	630	621	621	
578	587	581	578	

4.2.2 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต

และสารโลหะไพโรฟอสเฟตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

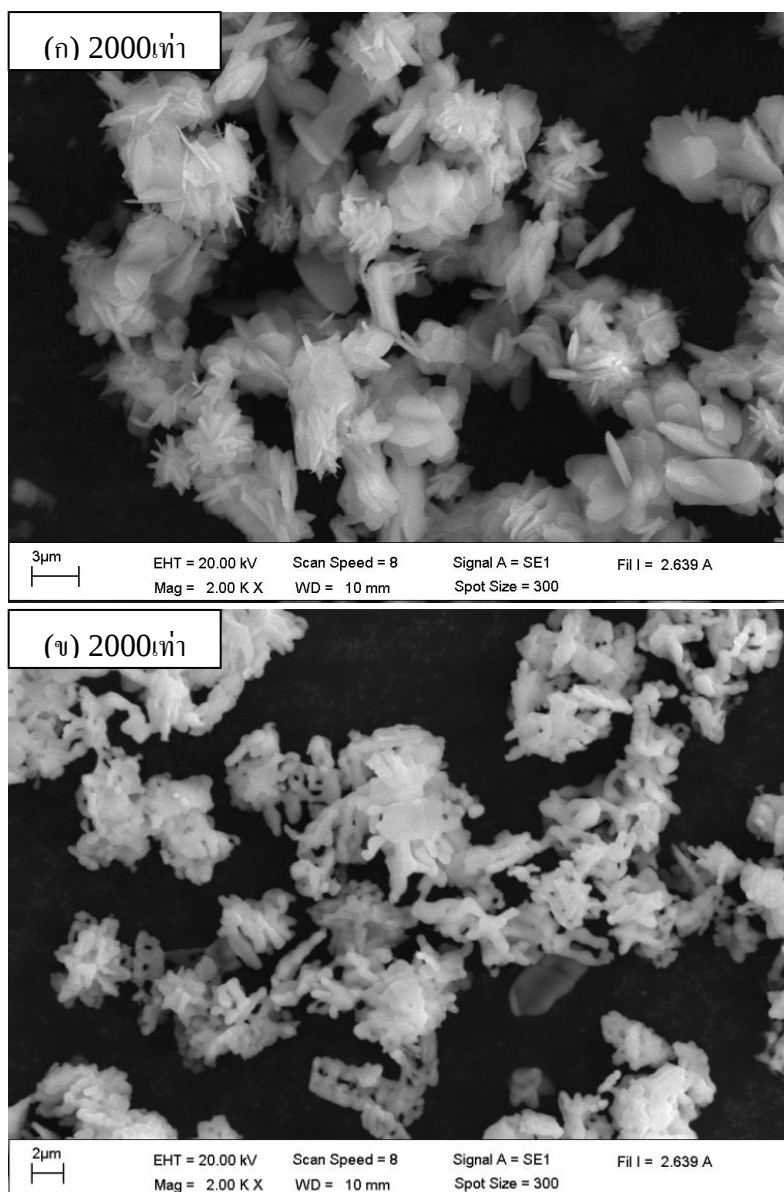
(Scanning Electron Microscopy, SEM)

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



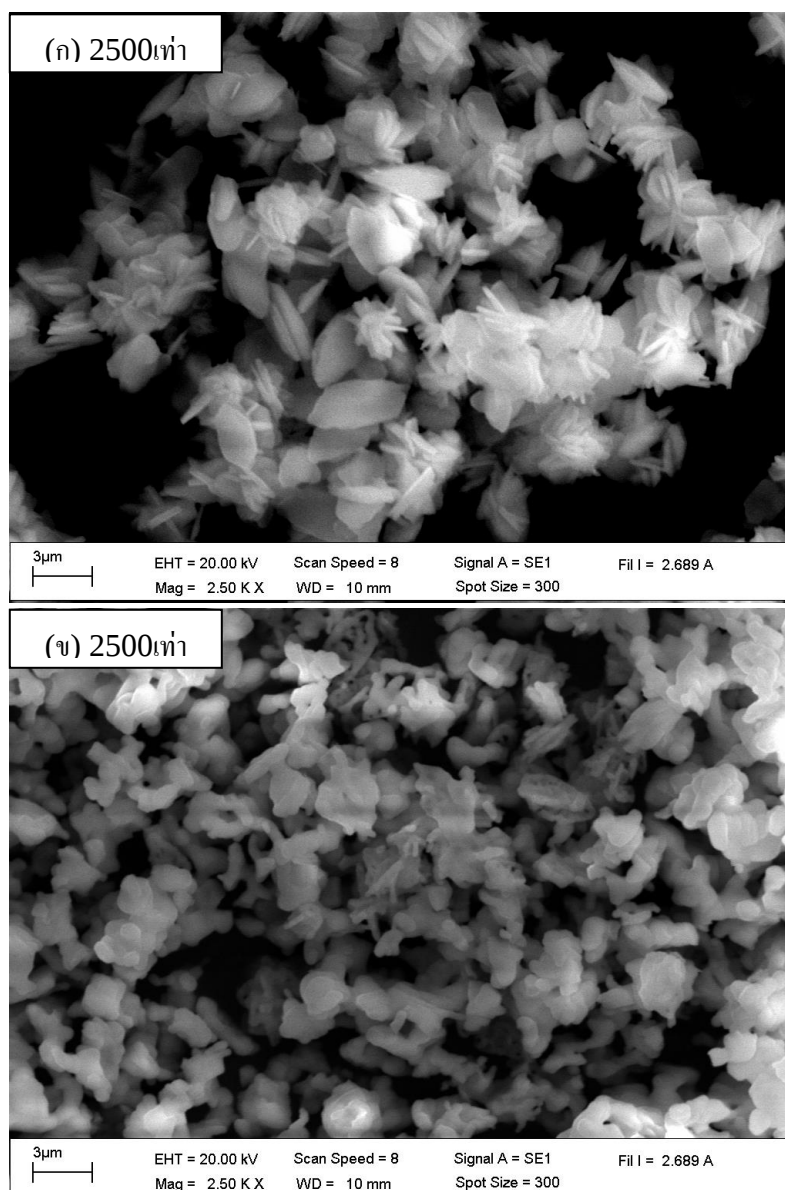
ภาพที่ 4.13 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.8110 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย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

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



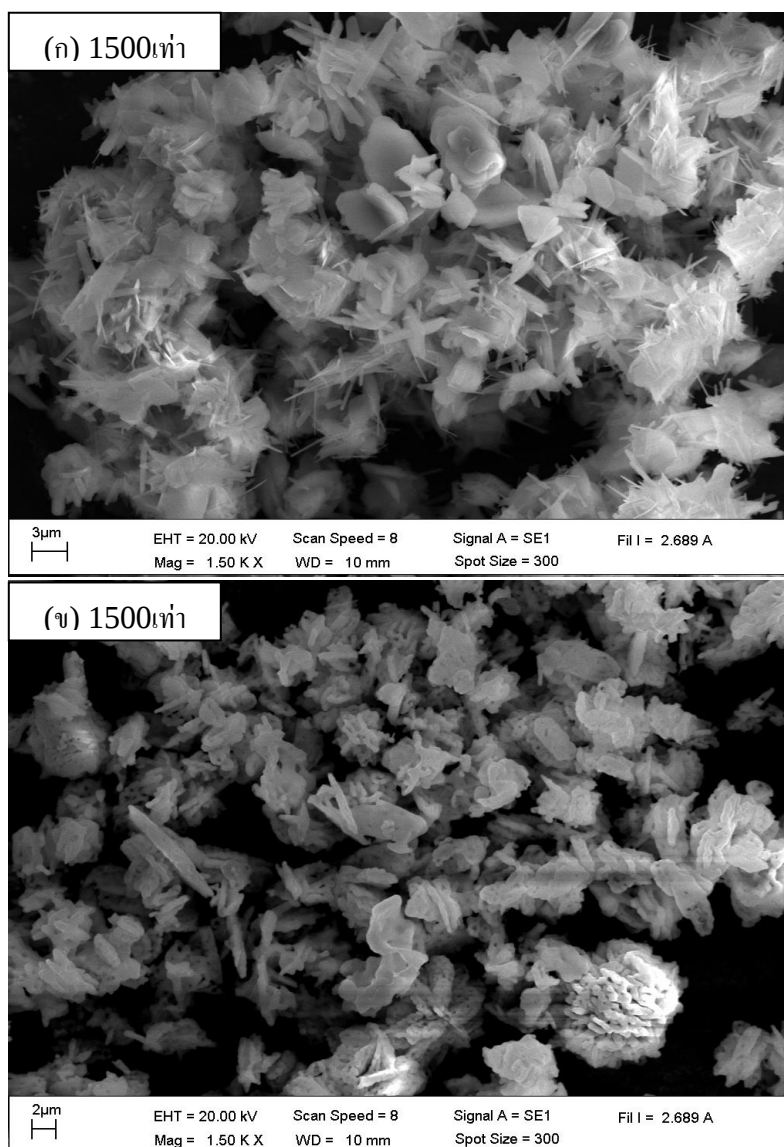
ภาพที่ 4.14 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) เป็น $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) เป็น $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย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

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



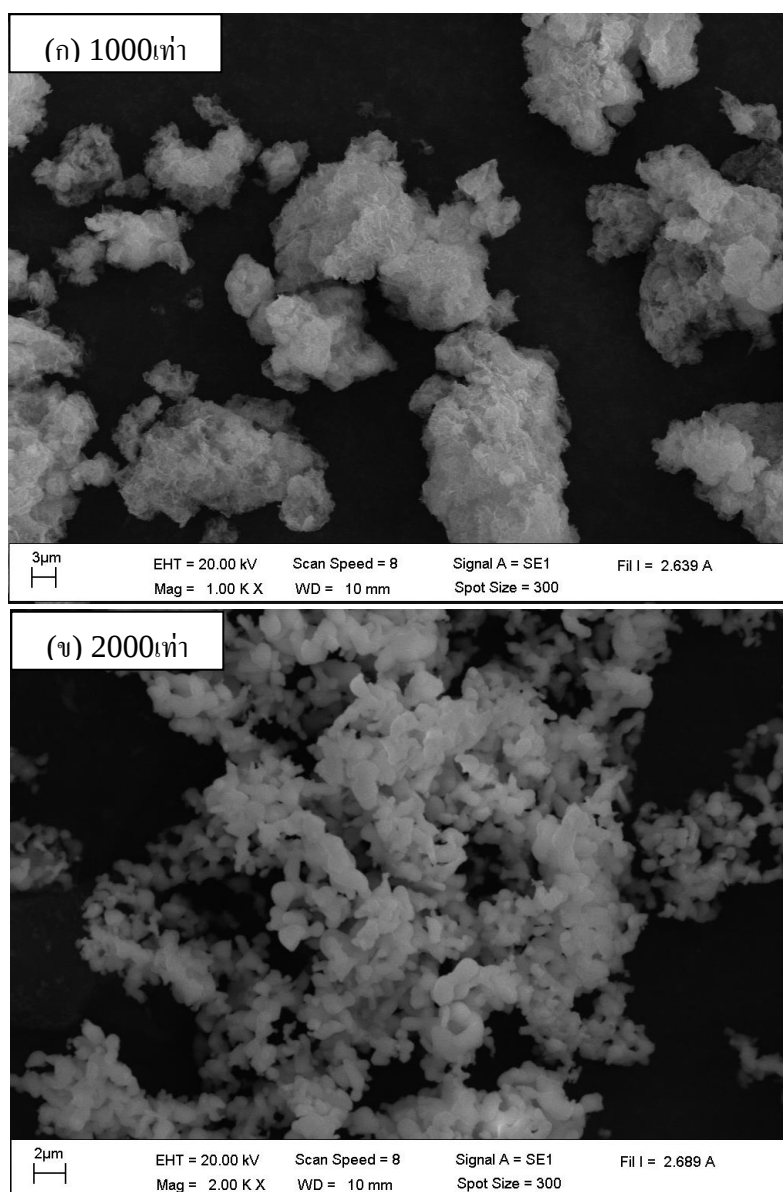
ภาพที่ 4.15 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.3793 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย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

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



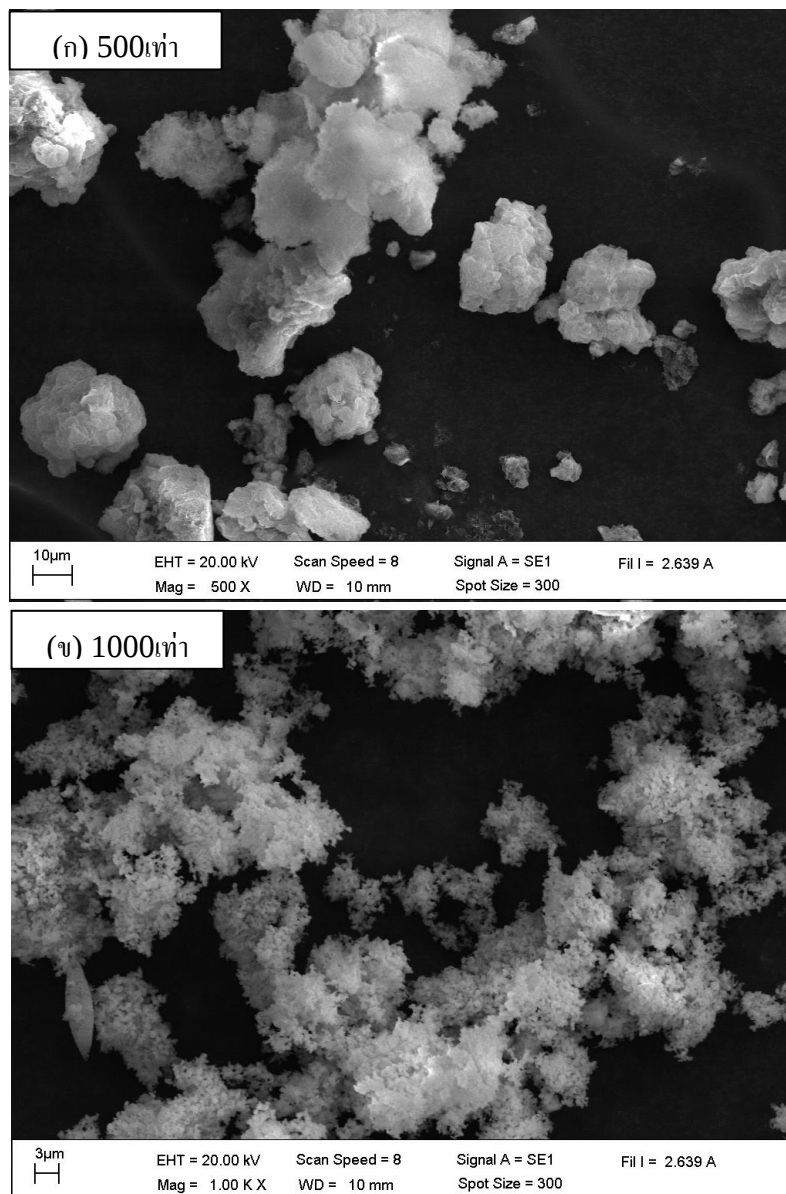
ภาพที่ 4.16 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Co}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 1500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

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



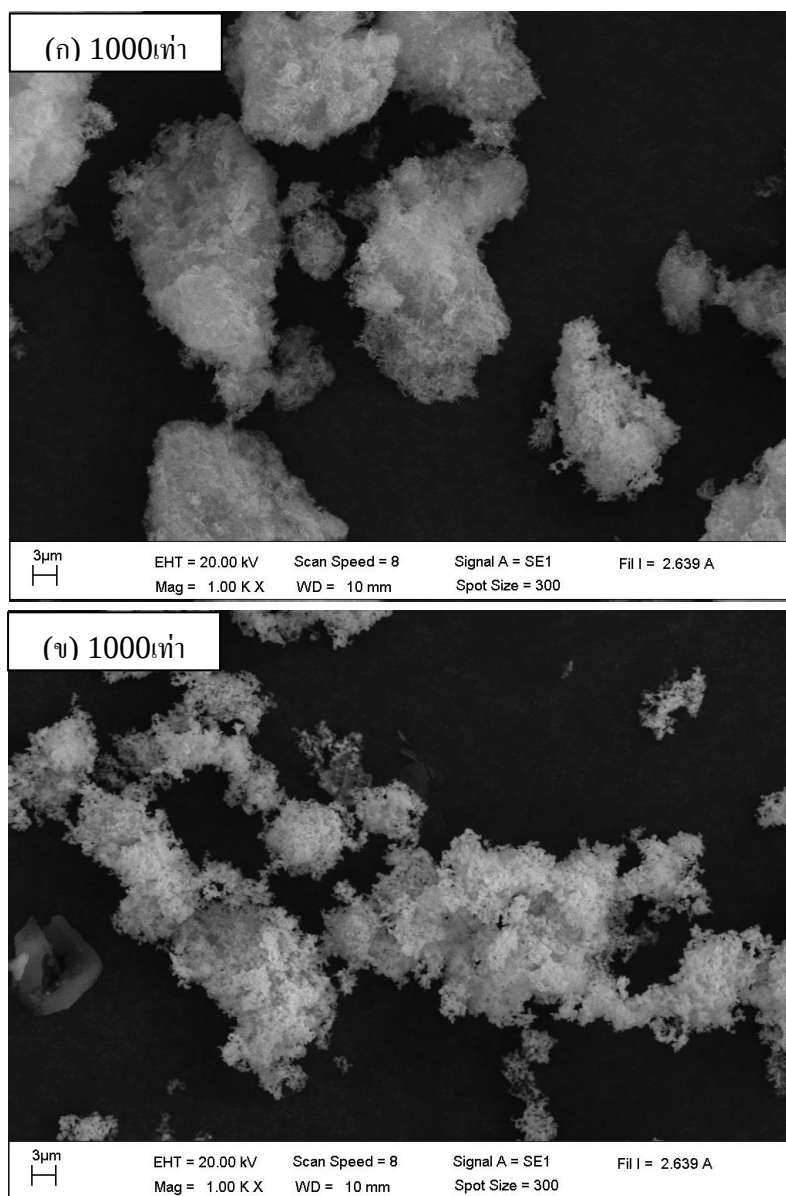
ภาพที่ 4.17 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 2.4968 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย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

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



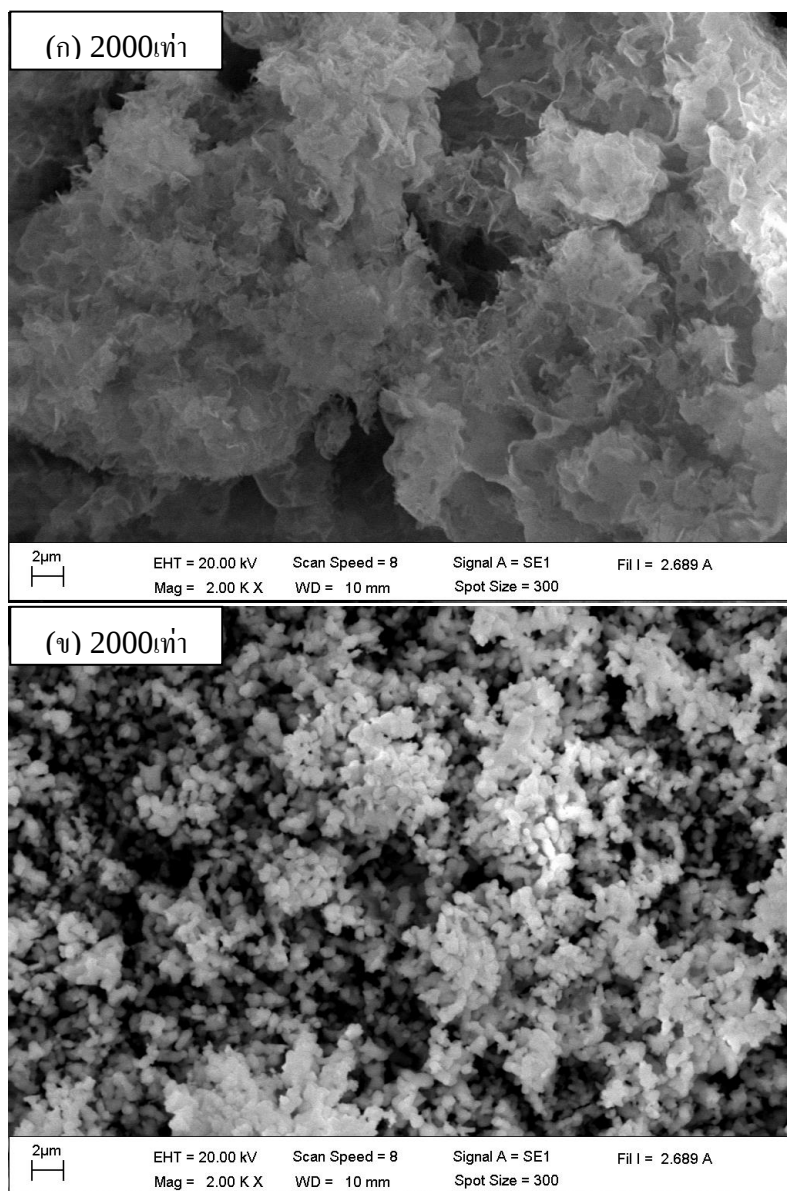
ภาพที่ 4.18 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่ได้จาก 1.0 M $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ โดยภาพ (ก) $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ และ (ข) $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ที่กำลังขยาย 500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

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



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

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



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

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

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

4.3 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

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

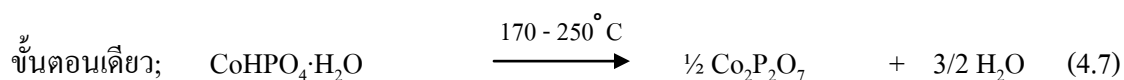
4.3.1 สารโคบอลต์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

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

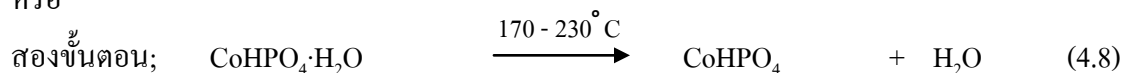
ตารางที่ 4.9 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

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

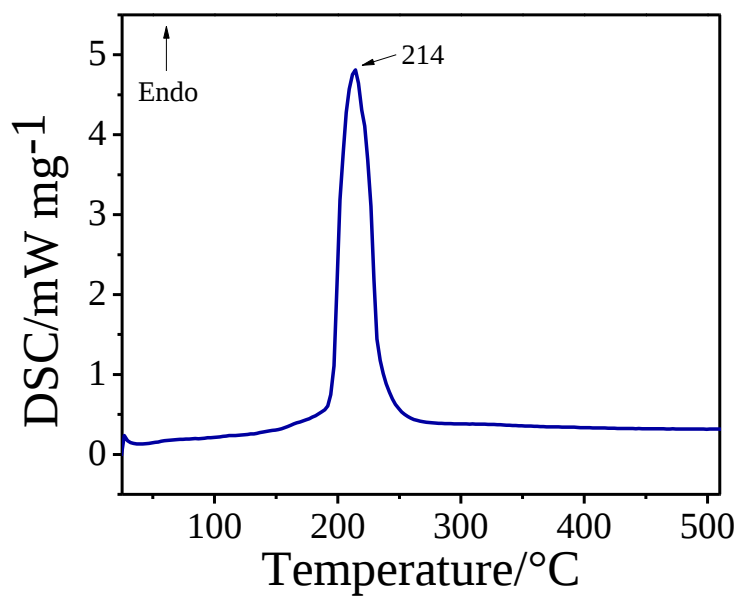
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



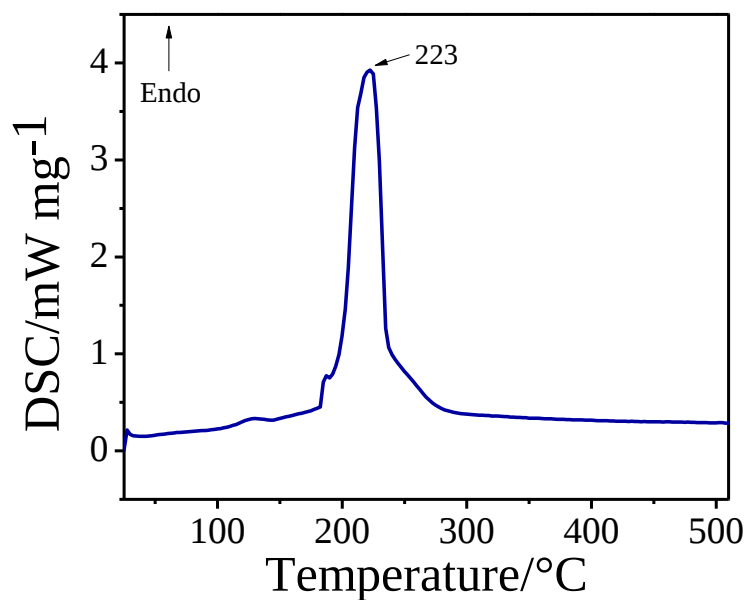
หรือ



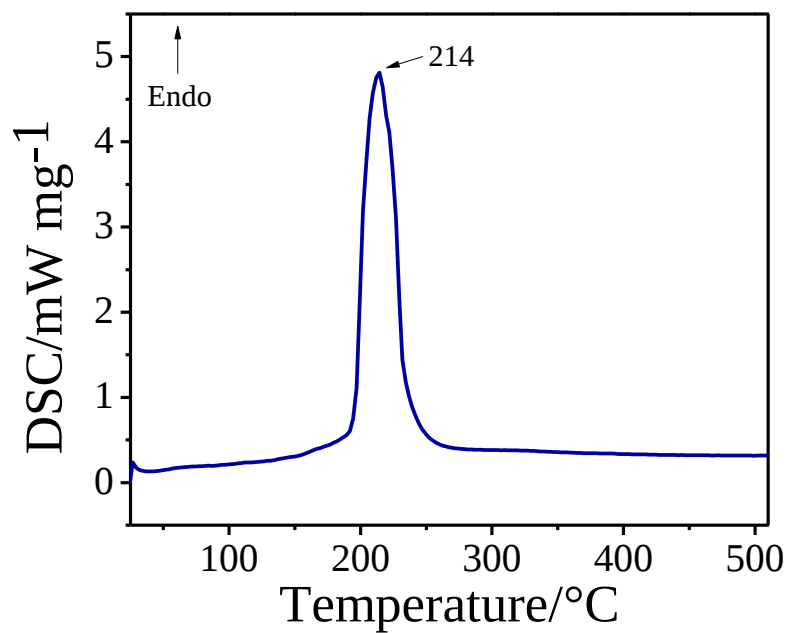
สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัว แสดงดังภาพ



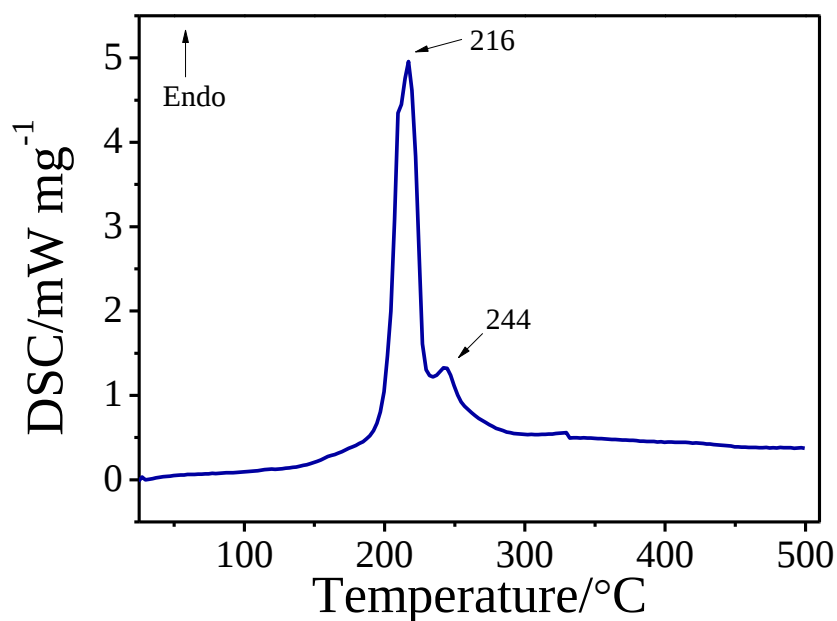
ภาพที่ 4.21 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.8110 \text{ g CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



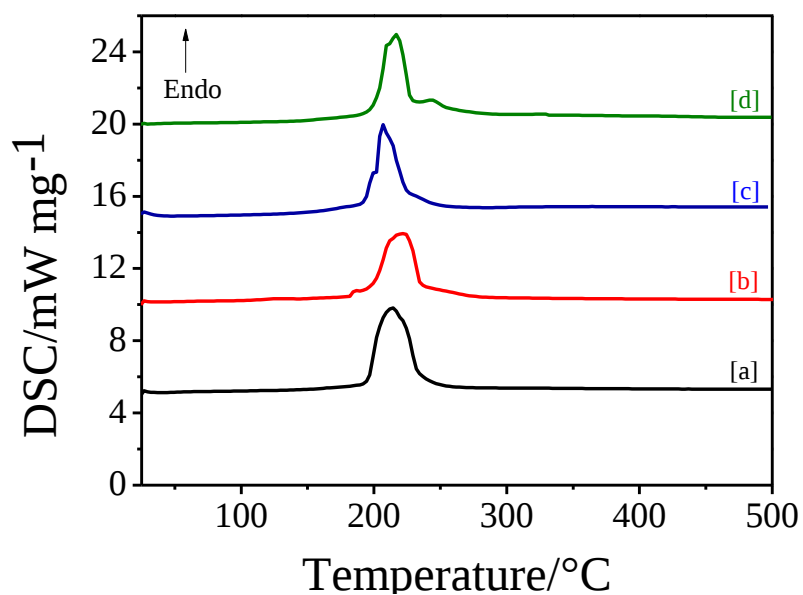
ภาพที่ 4.22 เทอร์โมแกรมของ $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.3793 \text{ g CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



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



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



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

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

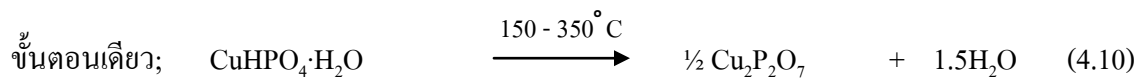
4.3.2 สารคอปเปอร์ (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

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

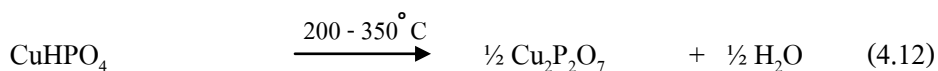
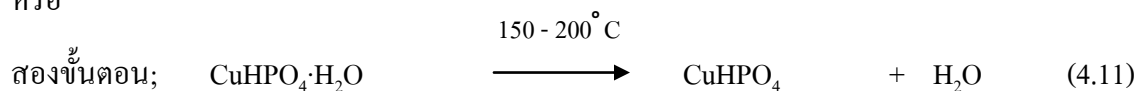
ตารางที่ 4.10 ข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค DSC ของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

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

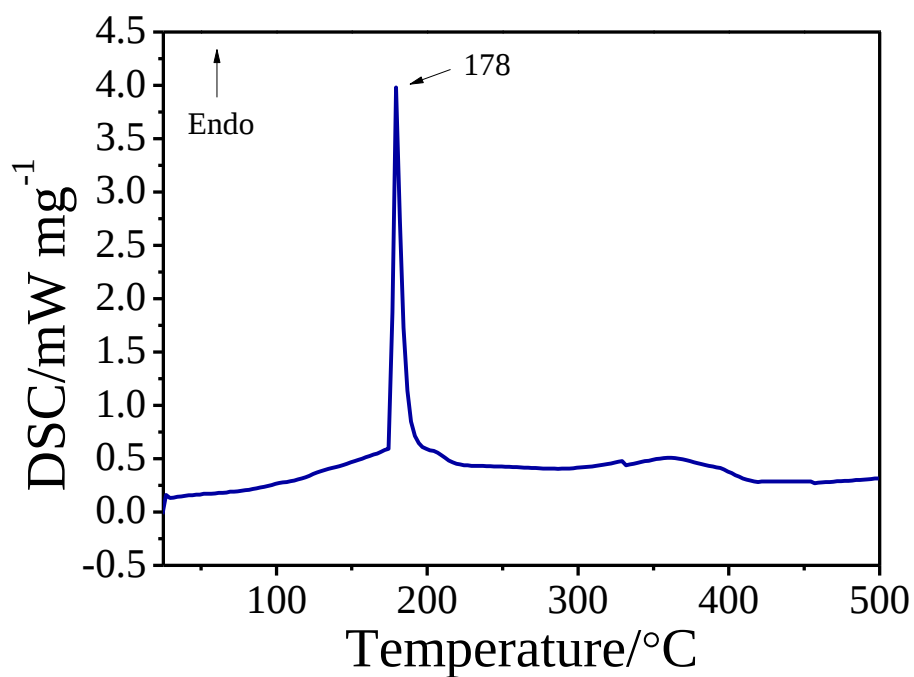
ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัวนั้นสามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



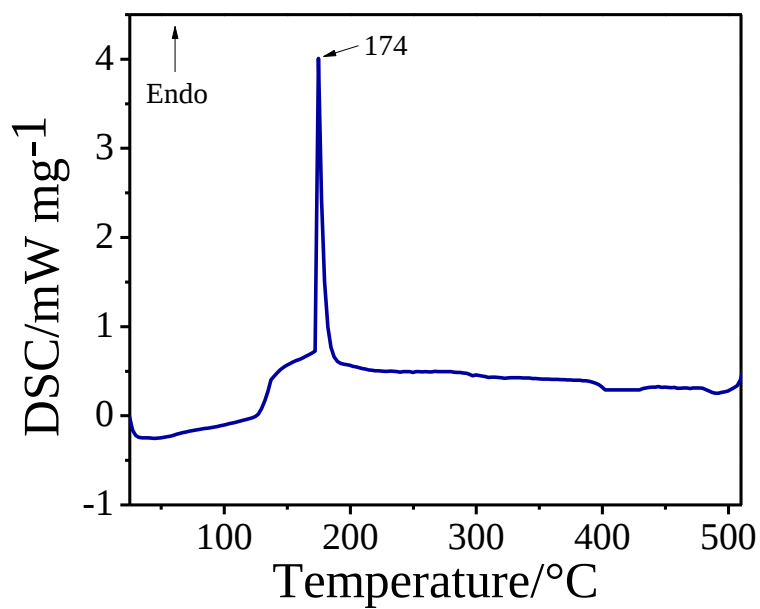
หรือ



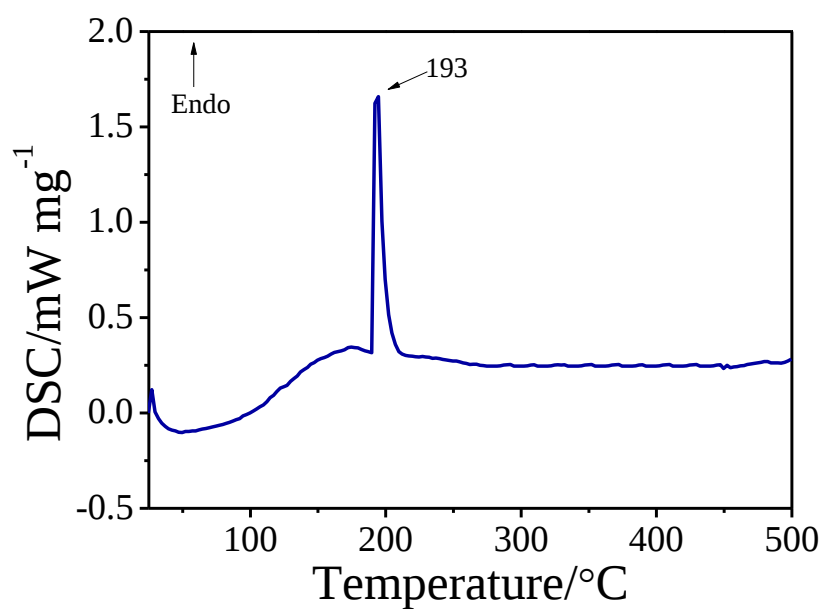
สำหรับเทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ตัว แสดงดังด้านล่าง



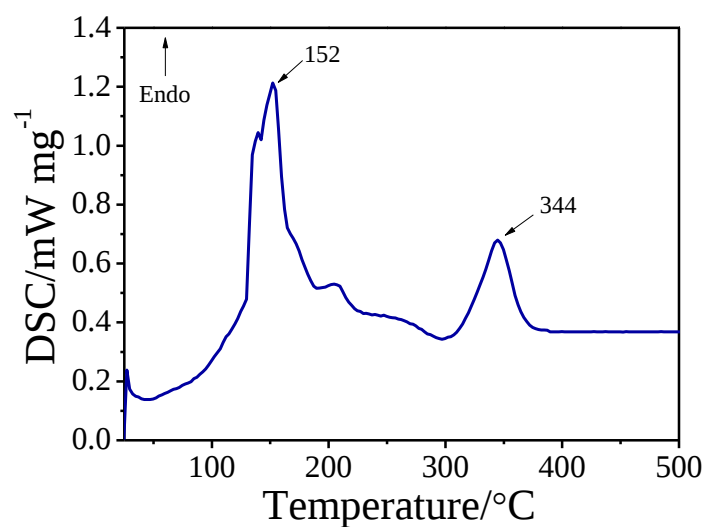
ภาพที่ 4.26 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4968 \text{ g CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$



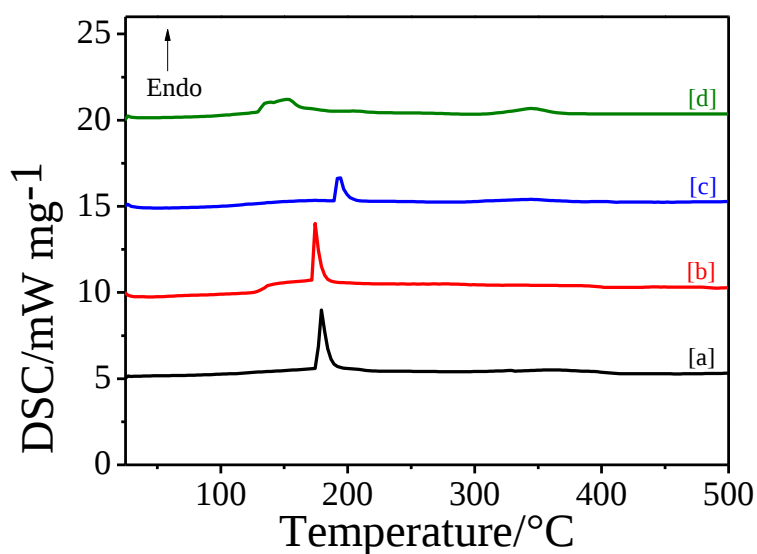
ภาพที่ 4.27 เทอร์โมแกรมของ $\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 K min^{-1} ในแก๊ส N_2 จากการเตรียมด้วย $2.4160 \text{ g Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$



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



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



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

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