

## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

ผลการวิจัยการสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบที่มีซิงค์ฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบหลักนี้ ได้ค้นคว้าและออกแบบการสังเคราะห์สาร 2 ชนิด คือ ซิงค์ฟอสเฟตไฮเดรต  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส  $Zn_3(PO_4)_2$  ด้วยวิธีที่ง่ายและสะดวกรวดเร็ว ประหยัดต้นทุนในการสังเคราะห์ จึงได้เลือกเทคนิคการตกตะกอนแบบง่าย ๆ เพียงใช้เวลาไม่เกิน 30 นาที และไม่ใช้ตัวปรับให้ตกตะกอน โดยตะกอนจะเกิดขึ้นเองเมื่อผสมสารที่เป็นแหล่งของสังกะสี และฟอสฟอรัส เข้าได้กันเพียงเท่านั้น จากสารที่เตรียมได้นั้นจะได้สารไฮเดรตจำนวน 12 ตัวอย่าง จากระบบสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน และเมื่อนำสารไฮเดรตนี้ไปวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องการวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermogravimetry, TGA) จะทราบว่าสารที่เป็นอนุพันธ์ทางความร้อนเป็น ซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส  $Zn_3(PO_4)_2$  แล้วเมื่อนำสารไฮเดรตไปเผาในสภาวะอากาศปกติที่อุณหภูมิที่ได้จากข้อมูลการวิเคราะห์เชิงความร้อน เป็นเวลา 3 ชม. ก็จะได้สารแอนไฮดรัสเพิ่มอีก 12 ตัวอย่าง ซึ่งก็เป็นเทคนิคการเตรียมสาร ซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส  $Zn_3(PO_4)_2$  อีกวิธีหนึ่งนั่นเอง แล้วจากสารที่เตรียมขึ้นได้ทั้งหมด จะมี 24 ตัวอย่าง ที่ต้องนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ เริ่มด้วยการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิครังสีเอกซ์ (XRD) ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของหน่วยย่อยภาคในโมเลกุล ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการสั่น (FTIR) สูดทำขการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งผลการวิจัยในหัวข้อที่กล่าวมาข้างบนนี้ จะกล่าวอย่างละเอียดดังต่อไปนี้

#### 4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis results)

ซิงค์ฟอสเฟตไฮเดรต  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  โดยเลือกวิธีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอน จะเลือกสารตั้งต้น คือ แหล่งสารตั้งต้นซิงค์ (Zn) เป็น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  และแหล่งสารตั้งต้นฟอสฟอรัส (P)  $K_2HPO_4$ ,  $Na_2HPO_4$ ,  $(NH_4)_2HPO_4$  พบว่าเป็นเทคนิคที่ง่าย สะดวก และรวดเร็ว โดยขั้นตอนการเตรียมง่ายแค่ผสมสารละลายของสารที่เป็นแหล่งของฟอสฟอรัสและแหล่งของสังกะสีเข้าด้วยกันแล้วปั่นกวนอย่างสม่ำเสมอหรือใช้การผสมด้วยเครื่องโซโนเคมี อัตราการปั่นกวนผสมและการใช้คลื่นโซโน จะทำให้ได้อนุภาคของซิงค์ฟอสเฟตที่ได้แตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับทั้งแรงและสารตั้งต้น โดยสารที่เตรียมได้รวมทั้งสิ้น 12 ตัวอย่าง ตามปฏิกิริยาเคมีตารางที่ 3.1 ซึ่งวิธีการเตรียมด้วยสารตั้งต้นที่แตกต่างกันจะถูกเปรียบเทียบผลที่ได้ ซึ่งน่าจะเป็นข้อมูลที่เป็นประโยชน์และ

เหมาะที่จะนำเทคนิคนี้ไปใช้เตรียมสารข้างต้น ในระดับอุตสาหกรรมในอนาคต แล้วเมื่อได้สารที่เตรียมขึ้นได้นี้ ได้ศึกษาการสลายตัวทางความร้อน พบว่าสารทั้งหมดสลายตัวที่อุณหภูมิสูงสุด 300 °C กลายเป็นซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส  $Zn_3(PO_4)_2$  จะได้สารนี้สอดคล้องกับตัวไฮเดรตอีก 12 ตัวอย่าง จากตัวอย่างที่เตรียมขึ้นได้นั้น คำนวณหาร้อยละผลผลิตที่ได้จากการเตรียมสารแบ่งออกเป็นสองกลุ่ม ตัวอย่างการคำนวณดังด้านล่างนี้ และผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.1 โดยจะเห็นว่า มีร้อยละการผลิตประมาณ 80-99 ซึ่งถือบางวิธีให้ค่าสูงมาก ถือว่าเป็นระบบที่น่านำไปใช้ในการผลิตในโรงงานอุตสาหกรรมได้จริง

### ตัวอย่างการคำนวณหาร้อยละผลผลิตที่ได้

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  จากสารตั้งต้นระบบ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O - K_2HPO_4$



จากสมการ 3 โมล                      2 โมล    1 โมล                      .....

$$[ \text{meq } Zn^{2+} ] \qquad \qquad \qquad = \text{meq } Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$$

$$\frac{1}{3} \left[ \frac{V_{ZnCl_2 \cdot 4H_2O} (mL) \times M_{ZnCl_2 \cdot 4H_2O} (mol/L)}{1000 \text{ mL}} \right] = \left[ \frac{g_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O}}{MW_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O}} \right]$$

$$g_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O} = \frac{1}{3} \left[ \frac{V_{ZnCl_2 \cdot 4H_2O} (mL) \times M_{ZnCl_2 \cdot 4H_2O} (mol/L)}{1000 \text{ mL}} \right] \times MW_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O}$$

$$= \frac{1}{3} \left[ \frac{30.00 \text{ mL} \times 1 \text{ mol/L}}{1000 \text{ mL}} \right] \times 458.14 = 4.5814 \text{ กรัม}$$

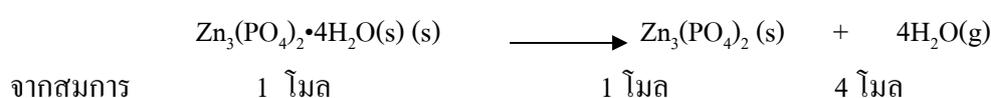
$$\% \text{ yield} = \frac{g_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O} (\text{observed})}{g_{Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O} (\text{cal.})} \times 100$$

$$= \frac{4.0121}{4.5814} \times 100 = 87.57 \%$$

หมายเหตุ : ส่วนสารที่ถูกเตรียมได้ด้วยระบบอื่นสามารถคำนวณได้ด้วยลักษณะคล้ายกันนี้ ดังแสดงผลไว้ในตารางที่ 4.1

ตัวอย่างการคำนวณหาร้อยละและผลผลิตที่ได้ แสดงดังนี้

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของสาร  $Zn_3(PO_4)_2(s)$



$$\text{meq } Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O(s) = \text{meq } Zn_3(PO_4)_2(s)$$

$$\left[ \frac{\text{g } Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O}{\text{MW}} \right] = \left[ \frac{\text{g } Zn_3(PO_4)_2}{\text{MW}} \right]$$

$$\text{g } Zn_3(PO_4)_2 = \left[ \frac{\text{g } Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O}{\text{MW}} \right] \times \text{MW } Zn_3(PO_4)_2 = \frac{2.1220}{458.14} \times 386.14 = 1.7885 \text{ กรัม}$$

$$\% \text{ yield} = \left[ \frac{Zn_3(PO_4)_2(\text{observed})}{Zn_3(PO_4)_2(\text{Cal.})} \right] \times 100 = \frac{1.7680}{1.7885} \times 100 = 98.85 \%$$

หมายเหตุ : สำหรับอัตราส่วนอื่นๆ ก็สามารถคำนวณได้ในทำนองเดียวกันนี้ ผลดังแสดงในตารางที่ 4.1

**ตารางที่ 4.1** ร้อยละผลผลิตของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และ  $Zn_3(PO_4)_2$  พร้อมจำนวนโมลของน้ำในโครงผลึก จากข้อมูล TGA

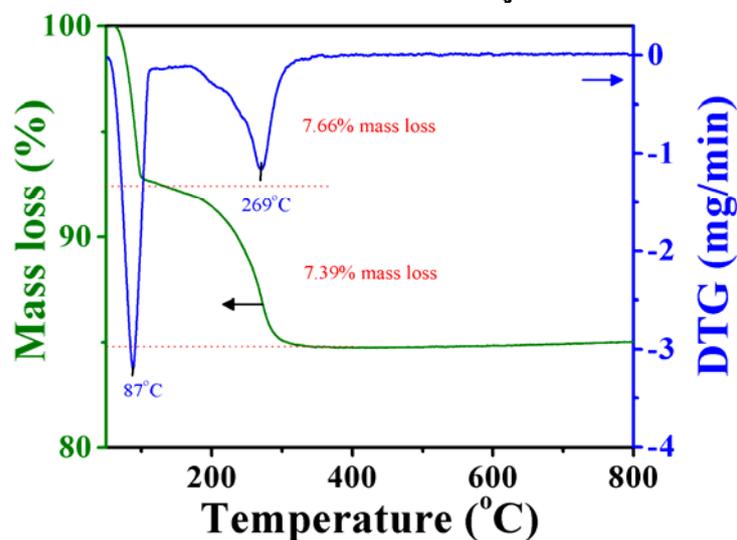
ลำดับ	ระบบสารตั้งต้น	ร้อยละผลผลิต	จำนวนโมลน้ำ	ร้อยละผลผลิต
		$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$	ในโครงผลึก	$Zn_3(PO_4)_2$
1	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$	89.03	3.83	98.78%
2	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$	82.74	3.89	98.74%
3	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	86.41	3.87	98.33%
4	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$	89.38	3.54	98.35%
5	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$	86.95	4.04	98.72%
6	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	83.87	3.87	98.72%
7	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$	97.34	3.80	98.71%
8	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$	93.93	3.80	98.25%
9	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	91.03	3.85	97.98%
10	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$	83.32	1.61	98.29%
11	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$	80.89	3.64	98.72%
12	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	79.70	3.62	98.74%

#### 4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)

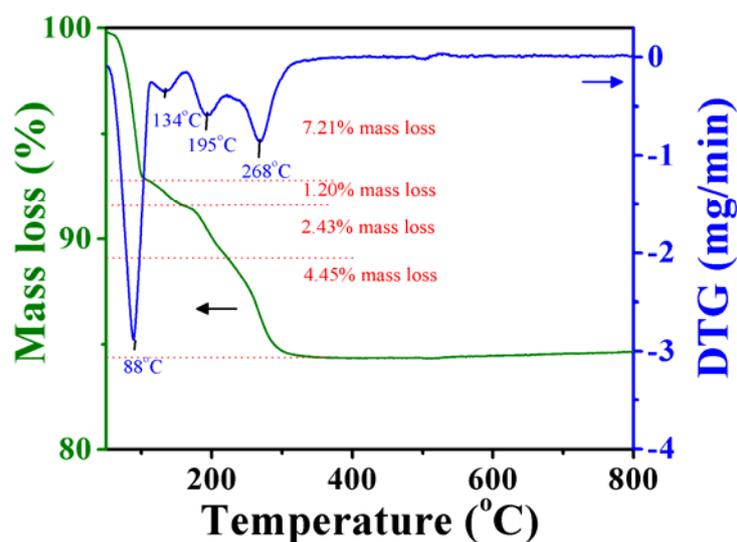
ลำดับการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทั้ง 2 ชนิด คือ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และอนุพันธ์ทางความร้อน  $Zn_3(PO_4)_2$  รวมสารที่ต้องตรวจสอบเอกลักษณ์ทั้งสิ้น 24 ตัวอย่าง จะเริ่ม การตรวจวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน ด้วยเทคนิค TGA (ตรวจเฉพาะไฮเดรตเท่านั้น) ตรวจสอบโครงสร้างสารด้วยเทคนิค XRD ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้าง ด้วยเทคนิค FTIR และสุดท้ายตรวจสอบสัณฐานวิทยา เพื่อขนาดอนุภาค ด้วยเทคนิค SEM

#### 4.2.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

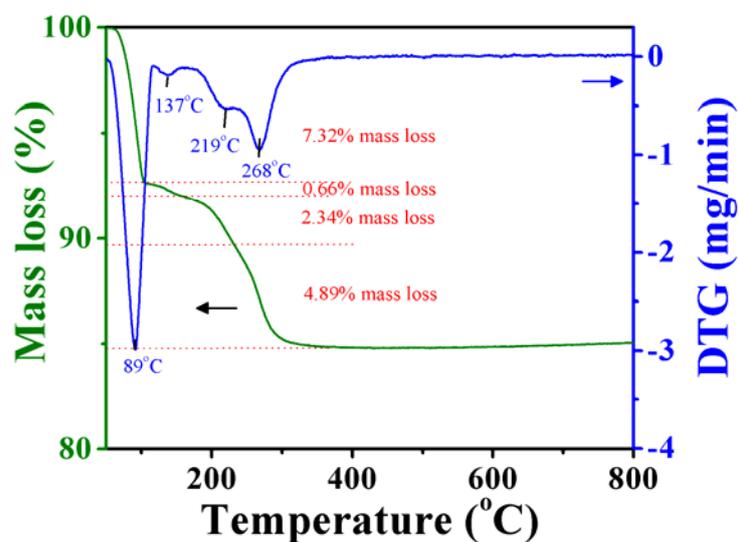
เทอร์โมแกรมของการสลายตัวทางความร้อนของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมขึ้นได้นี้มีตัวอย่างทั้งสิ้น 24 ตัวอย่าง ๆ ละ 12 ตัวอย่าง ผลที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.1-4.12



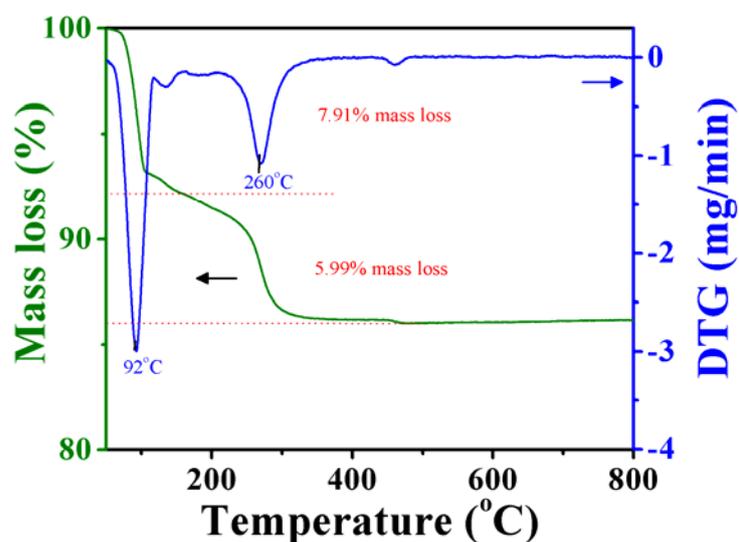
รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



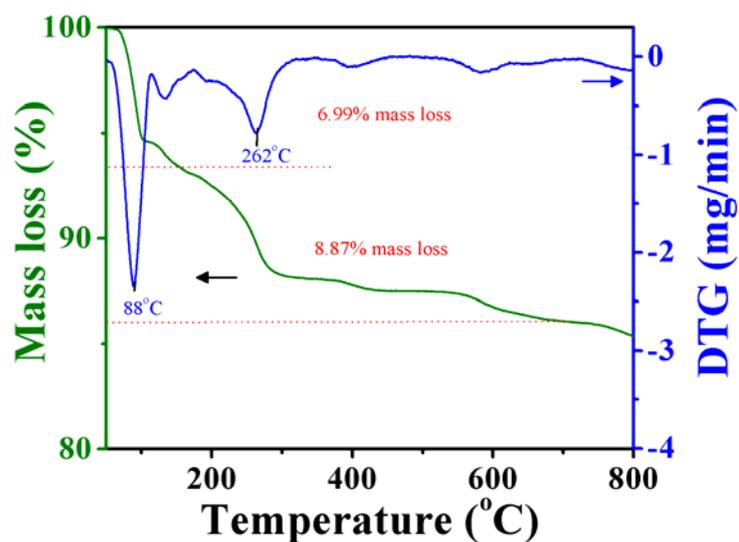
รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



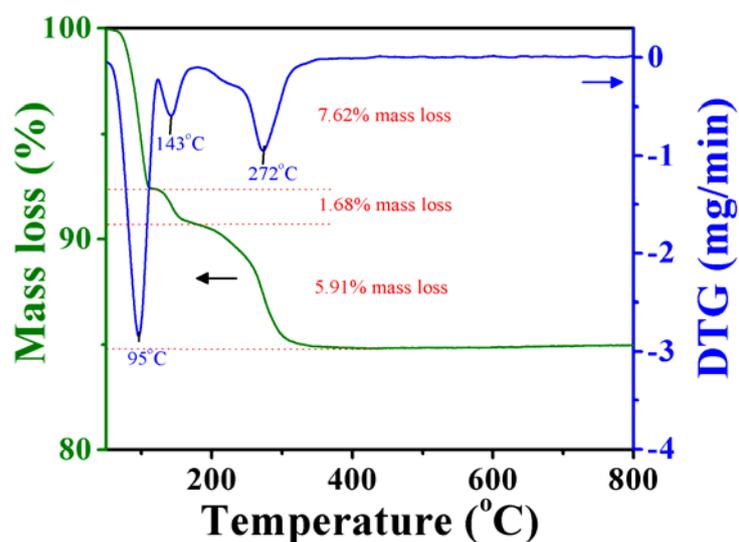
รูปที่ 4.3 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ C \text{ min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



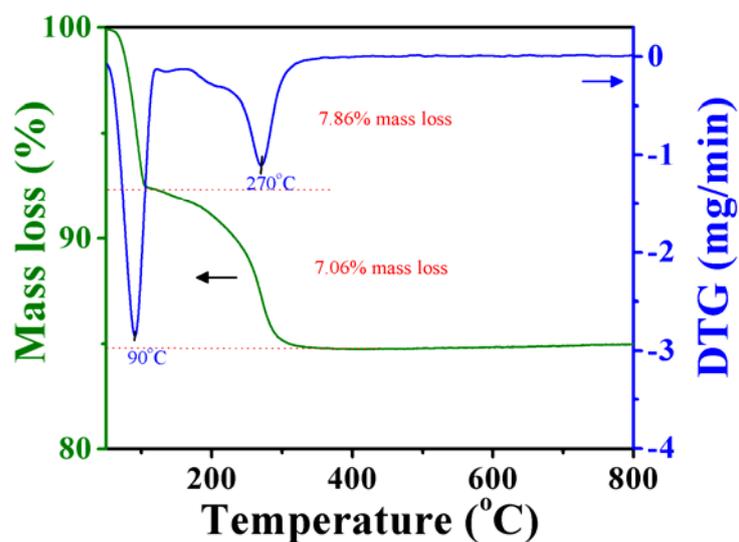
รูปที่ 4.4 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ C \text{ min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



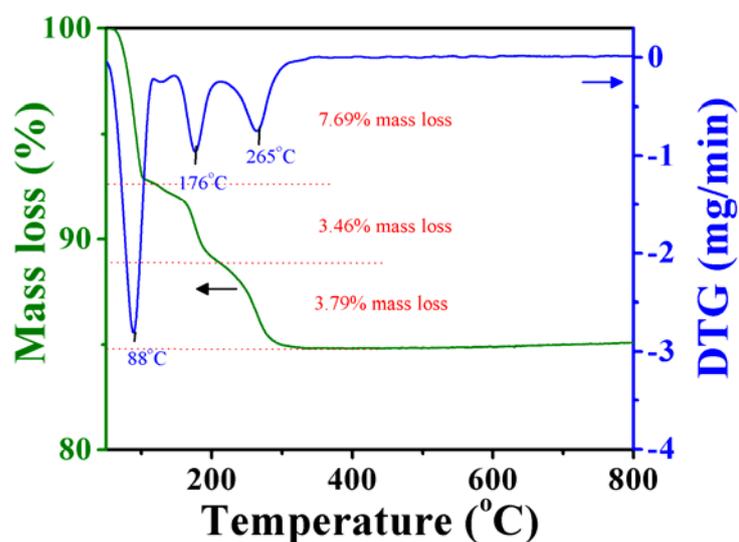
รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



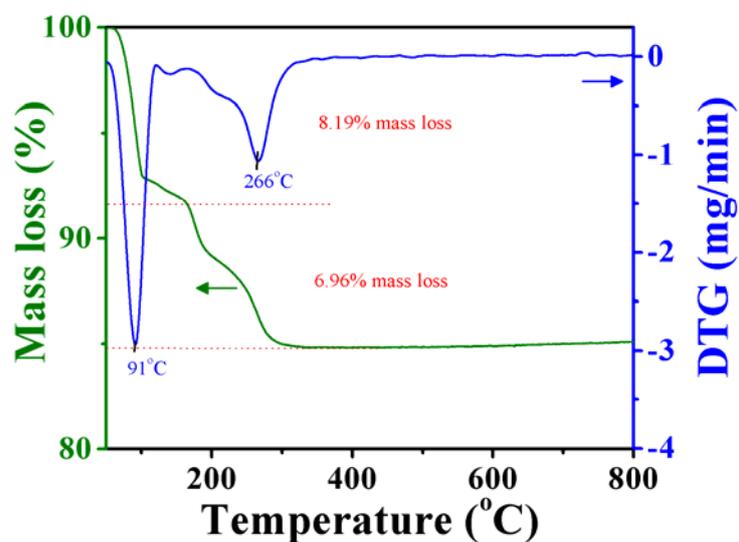
รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



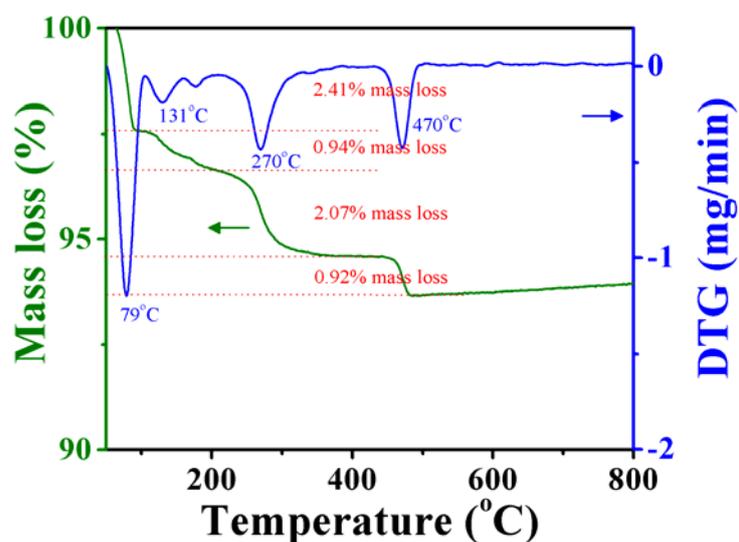
รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  +  $\text{K}_2\text{HPO}_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{O}_2$



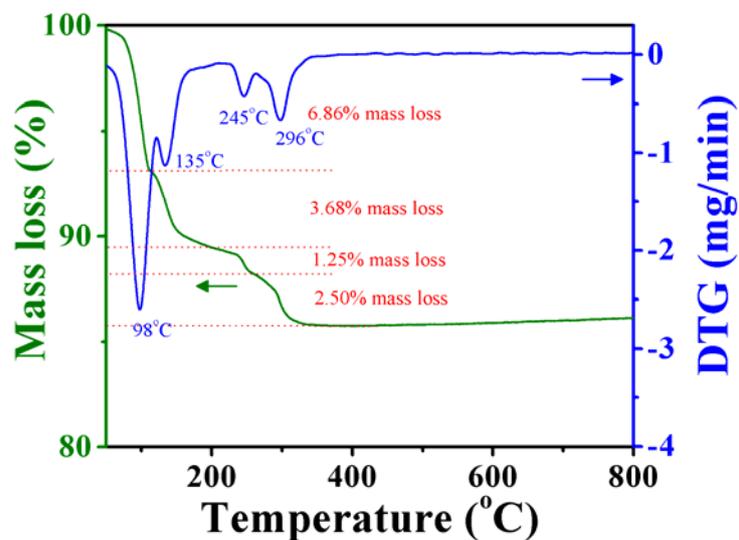
รูปที่ 4.8 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  +  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $\text{O}_2$



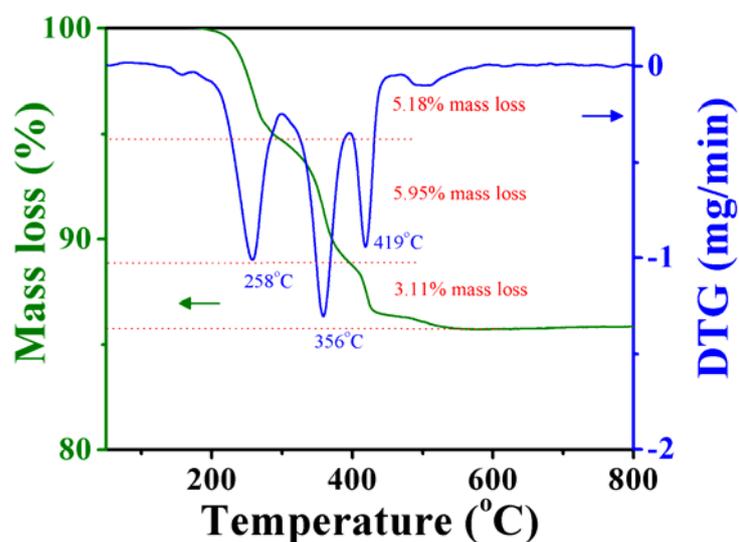
รูปที่ 4.9 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  +  $(NH_4)_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



รูปที่ 4.10 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  +  $K_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10\text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$

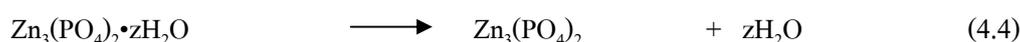
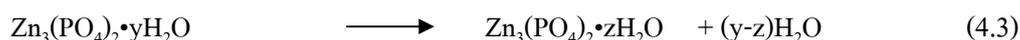
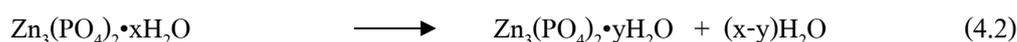
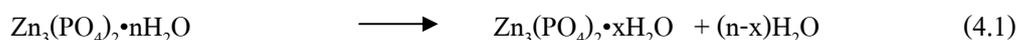


รูปที่ 4.11 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ C \text{ min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$



รูปที่ 4.12 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^\circ C \text{ min}^{-1}$  ในแก๊ส  $O_2$

จากรูปที่ 4.1-4.12 สามารถสรุปกลไกการสลายตัวทางความร้อนของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่เตรียมขึ้นได้จากสารตั้งต้นและวิธีการเตรียมสองแบบได้ โดยทั่วไป คือ



จากกลไกที่นำเสนอทั้งสี่กลไกนี้ สารที่ถูกเตรียมขึ้นได้บางตัวเกิดการสลายตัวเพียงสองกลไก บางตัวสลายตัวผ่าน สามกลไก และสารบางตัวสลายตัวผ่านสี่กลไกย่อย จำนวนน้ำผลึกภายในโมเลกุลถึงจะสลายตัวออกไปจนหมดแล้วเหลือสารเป็นแอนไฮดรัส  $Zn_3(PO_4)_2$  เป็นผลิตภัณฑ์ท้าย โดยจะขอสรุปกลไกการสลายตัวทางความร้อนของแต่ละระบบดังนี้

ระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.1) จะเกิดผ่านกลไก 2 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-110 และ 100-320 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 87 และ 269 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.66 และ 7.39% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.95 และ 1.88 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.83

ระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.2) จะเกิดผ่านกลไก 4 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-100, 100-150, 150-250 และ 250-320 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 88, 134, 195 และ 268 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.21, 1.20, 2.43 และ 4.45% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.83, 0.31, 0.62 และ 1.13 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.89

ระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.3) จะเกิดผ่านกลไก 4 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-100, 100-150, 150-250 และ 250-320 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 89, 137, 219 และ 268 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.32, 0.66, 2.34 และ 4.89% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.86, 0.17, 0.60 และ 1.24 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.87

ระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.4) จะเกิดผ่านกลไก 2 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-150 และ 150-330 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 92 และ 260 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.91 และ 5.99% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 2.01 และ 1.52 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.54

ระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.5) จะเกิดผ่านกลไก 2 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-150 และ 250-700 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 88 และ 262 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 6.99 และ 8.89% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.78 และ 2.26 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 4.04

ระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.6) จะเกิดผ่านกลไก 4 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-100, 100-150, 150-250 และ 250-320 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 89, 137, 219 และ 268 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.62, 1.68 และ 5.91% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.94, 0.43 และ 1.50 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.87

ระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_2)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.7) จะเกิดผ่านกลไก 2 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-150 และ 150-330 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 90 และ 270 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.86 และ 7.06% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 2.00 และ 1.82 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.80

ระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_2)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.8) จะเกิดผ่านกลไก 3 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-150, 150-220 และ 220-350 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 88, 176 และ 265 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 7.69, 3.46 และ 3.79% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.96, 0.88 และ 0.96 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.80

ระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_2)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.9) จะเกิดผ่านกลไก 2 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-100 และ 150-320 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 91 และ 266 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 8.19 และ 6.96% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 2.08 และ 1.77 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.85

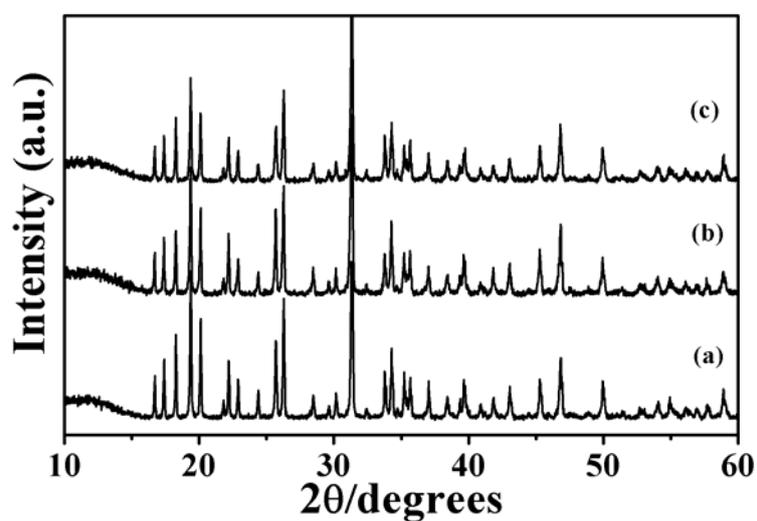
ระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.10) จะเกิดผ่านกลไก 4 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-120, 120-200, 200-330 และ 330-500 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 79, 131, 270 และ 470 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 2.41, 0.94, 2.07 และ 0.92% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 0.61, 0.24, 0.53 และ 0.23 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 1.61

ระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.11) จะเกิดผ่านกลไก 4 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 80-120, 120-150, 150-250 และ 250-350 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 98, 135, 245 และ 296 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 6.86, 3.68, 1.25 และ 2.50% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.75, 0.94, 0.32 และ 0.64 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.64

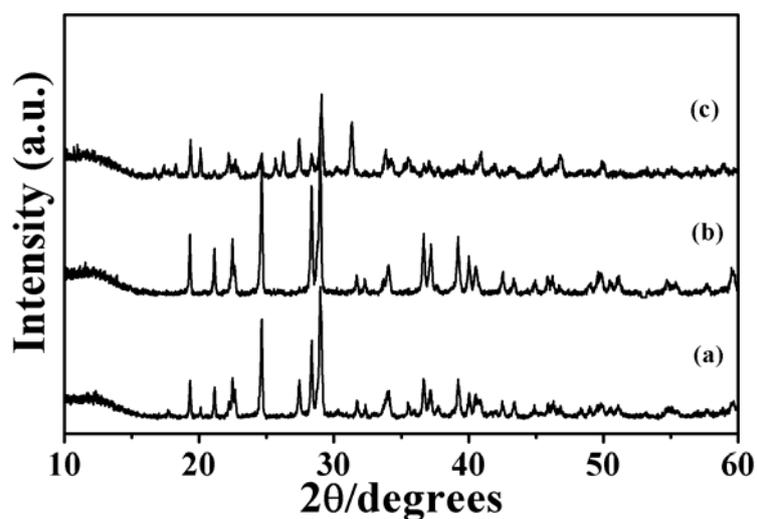
ระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  ด้วยวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา (รูปที่ 4.12) จะเกิดผ่านกลไก 3 ขั้นตอน ในช่วงอุณหภูมิ 200-300, 300-400 และ 400-600 °C เกิดที่พีค DTG ที่ 258, 356 และ 419 °C สัมพันธ์กับมวลสูญหาย 5.18, 5.95 และ 3.11% สอดคล้องกับจำนวนโมลของน้ำผลึก คือ 1.32, 1.51 และ 0.79 ตามลำดับ จำนวนโมลน้ำผลึกรวมเท่ากับ 3.62

#### 4.2.2 ผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของสาร

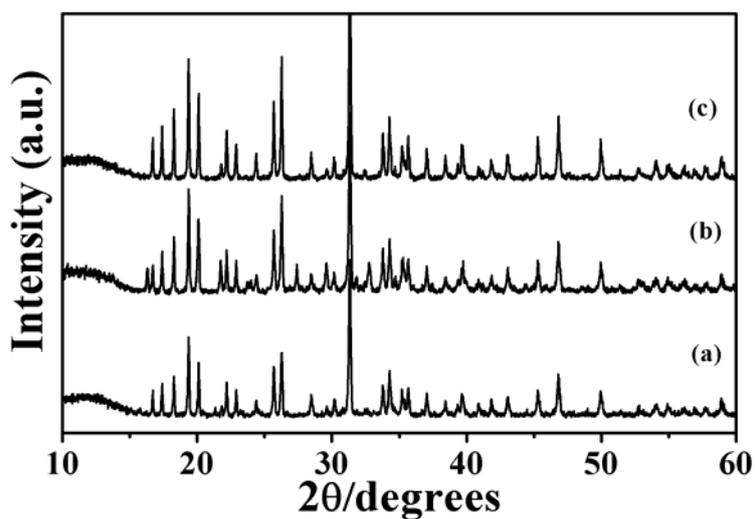
การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสี X-Ray ได้รูปแบบการสะท้อนรังสี X-Ray แสดงในรูปที่ 4.13-4.20 สำหรับสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และอนุพันธ์ทางความร้อน คือ  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ถูกเตรียมขึ้นด้วยสารตั้งต้นระบบต่าง ๆ และด้วยเทคนิคการเตรียม 2 แบบ ตามลำดับ จากผลกราฟที่ได้นำไปคำนวณแอสตีสมิทาร์มิเตอร์และขนาดผลึกได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.2 จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD รูปแบบที่ได้ สอดคล้องกับ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐาน (PDF no. 77-1297) ของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ซึ่งมีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก เมื่อนำไปคำนวณหาค่าแอสตีสมิทาร์มิเตอร์ของสารที่เตรียมได้ สรุปไว้ในตารางที่ 4.3 นอกจากนี้ยังพบว่า ผลึกที่ทำการสังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากไม่ตรวจพบเฟสแปลกปลอมอื่นใด ส่วนผลึกที่ผ่านการเผา ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า สอดคล้องกับ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐาน (PDF no. 76-0518) ของ  $Zn_3(PO_4)_2$  โดยมีลักษณะโครงสร้างแบบมอนอกlinik โดยมีค่าแอสตีสมิทาร์มิเตอร์คำนวณได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4 พบว่า ผลึกที่ผ่านการเผาจะกลายเป็น  $Zn_3(PO_4)_2$  อย่างสมบูรณ์ โดยไม่พบการเปลี่ยนแปลงเป็นเฟสอื่นเลย ผลึกที่เตรียมได้ทั้ง  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และ  $Zn_3(PO_4)_2$  มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) ไม่พบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้น



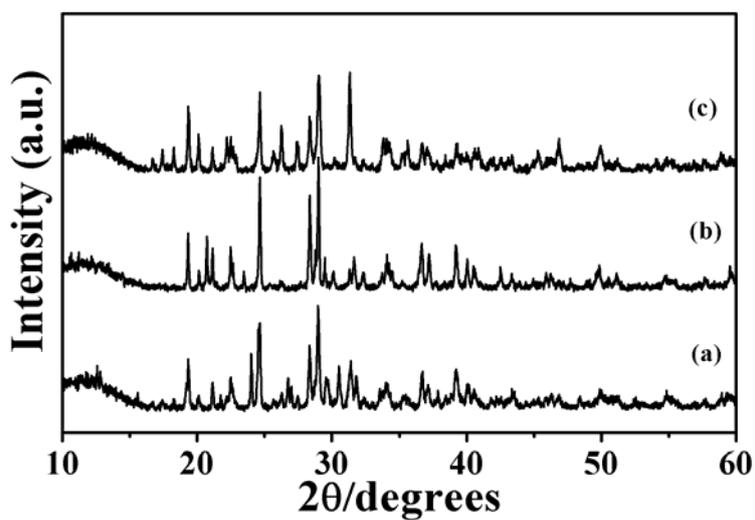
รูปที่ 4.13 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ (b), และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



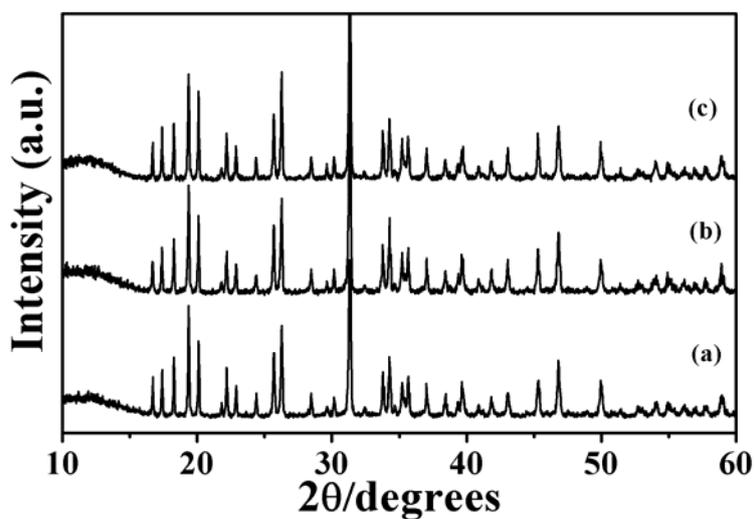
รูปที่ 4.14 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}C$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ (b), และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



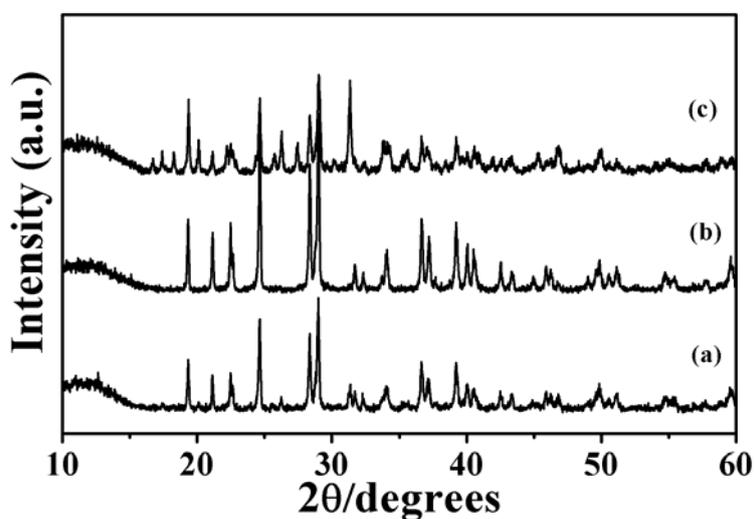
รูปที่ 4.15 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



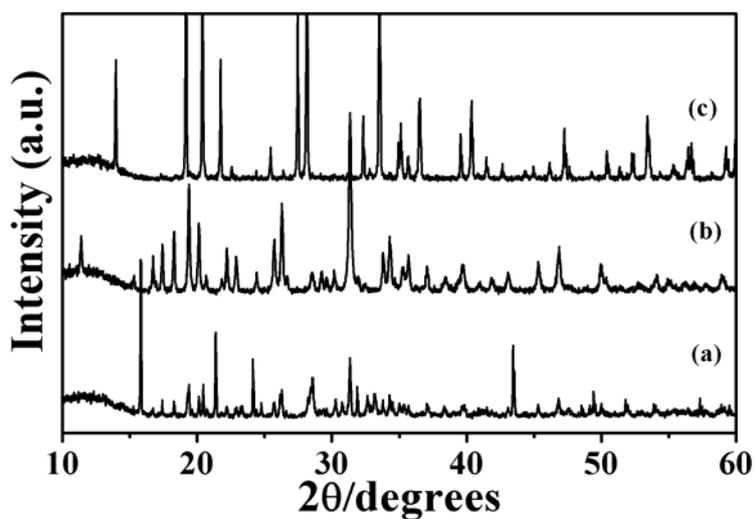
รูปที่ 4.16 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



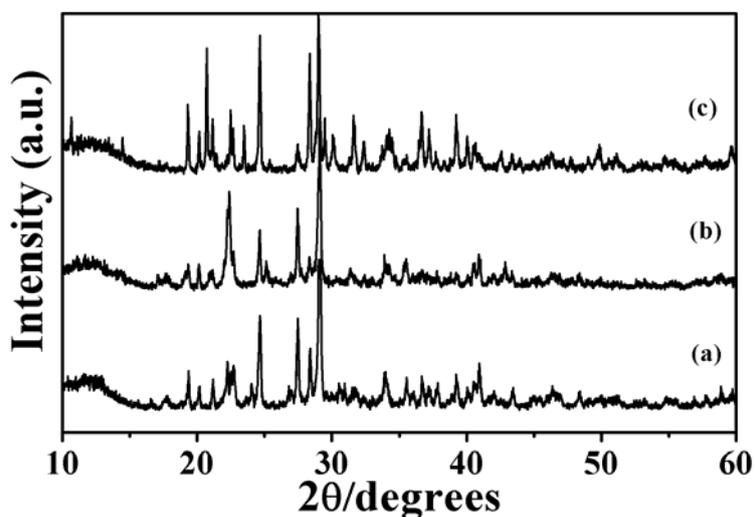
รูปที่ 4.17 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.18 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.19 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.20 รูปแบบ XRD ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}C$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)

ตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกและแลตติสพารามิเตอร์ ที่คำนวณได้จากรูปแบบการสะท้อนรังสี X-ray  
สำหรับสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$

ลำดับ	ระบบสารตั้งต้น	a (Å)	b(Å)	c(Å)	ขนาดผลึกเฉลี่ย (nm)
1	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$	1.059	1.826	0.501	84±18
2	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$	1.053	1.817	0.499	76±16
3	$ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	1.043	1.798	0.494	89±16
4	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$	1.048	1.807	0.496	77±23
5	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$	1.055	1.820	0.500	84±15
6	$ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	1.059	1.826	0.501	70±16
7	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$	1.052	1.815	0.498	87±19
8	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$	1.062	1.831	0.503	76±16
9	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	1.049	1.809	0.497	84±18
10	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$	1.056	1.821	0.500	80±14
11	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$	1.052	1.814	0.498	85±22
12	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$	1.055	1.820	0.500	88±17

#### 4.2.3 ผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร

ผลการบันทึกสเปกตร้า FTIR แสดงในรูปแบบที่ 4.21-4.28 สำหรับสารที่เตรียมขึ้นได้ทั้งหมด แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และ  $Zn_3(PO_4)_2$  โดยหน่วยย่อยที่เป็นองค์ประกอบทางโครงสร้าง ประกอบไปด้วย  $PO_4^{3-}$ ,  $ZnO_6$ , และ  $H_2O$  สำหรับสารไฮเดรต และ  $PO_4^{3-}$  และ  $ZnO_6$  สำหรับสารที่เป็นไฮเดรตนั้น มีน้ำผลึกที่มีพื้นฐานของการสั่นภายในโมเลกุล 3 แบบ คือ H-O-H bending band ( $\nu_1$ ) ตรวจพบที่  $1630\text{ cm}^{-1}$ , O-H symmetric stretching vibration ( $\nu_1$ ) ตรวจพบในช่วง  $3000-3300\text{ cm}^{-1}$  และ O-H asymmetric stretching vibration ( $\nu_3$ ) ตรวจพบในช่วง  $3300-3500\text{ cm}^{-1}$  โดยพบว่าแถบการสั่นของน้ำนี้จะไม่ปรากฏในสเปกตร้าของสารแอนไฮเดรต  $Zn_3(PO_4)_2$  และกับสารไฮเดรต ในระบบสารตั้งต้นทุกตัว คือ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

+Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>•2H<sub>2</sub>O +(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, รวม 12 ระบบ พบว่า สารที่เกิดขึ้นเป็นสาร ไฮเดรตที่แถบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลของในช่วงคั้งที่กล่าวไว้ข้างต้น แต่จะมีการเลื่อนไปสูงหรือต่ำกว่าค่าตามทฤษฎีเพียงเล็กน้อยไม่เกิน 10 cm<sup>-1</sup>

**ตารางที่ 4.3** ขนาดผลึกและแลตติสพารามิเตอร์ ที่คำนวณได้จากรูปแบบการสะท้อนรังสี X-ray สำหรับสารอนุพันธ์ทางความร้อน Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

ลำดับ	ระบบสารตั้งต้น	a (Å)	b(Å)	c(Å)	β (°)	ขนาดผลึกเฉลี่ย (nm)
1	ZnCl <sub>2</sub> •4H <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.810	0.560	1.496	104.60	74±16
2	ZnCl <sub>2</sub> •4H <sub>2</sub> O + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.806	0.557	1.489	104.08	72±14
3	ZnCl <sub>2</sub> •4H <sub>2</sub> O + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.798	0.552	1.474	103.03	78±16
4	ZnSO <sub>4</sub> •7H <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.802	0.555	1.481	103.55	72±10
5	ZnSO <sub>4</sub> •7H <sub>2</sub> O + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.807	0.558	1.492	104.29	74±15
6	ZnSO <sub>4</sub> •7H <sub>2</sub> O + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.810	0.560	1.496	104.60	72±16
7	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> •6H <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.805	0.557	1.487	103.97	77±13
8	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> •6H <sub>2</sub> O + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.812	0.562	1.501	104.92	71±11
9	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> •6H <sub>2</sub> O + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.802	0.555	1.483	103.64	74±12
10	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> •2H <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.808	0.559	1.493	104.34	70±14
11	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> •2H <sub>2</sub> O + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.805	0.557	1.487	103.95	75±17
12	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> •2H <sub>2</sub> O + (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0.807	0.558	1.491	104.25	78±13

สำหรับแถบการสั่นพื้นฐานของ Zn-O ในหน่วยย่อย ZnO<sub>6</sub> นั้น จะมี การสั่น คือการสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (symmetric stretching) ปรากฏในช่วง 200-400 cm<sup>-1</sup> และ การสั่นแบบยืดหดแบบไม่สมมาตร (symmetric stretching) ปรากฏในช่วง 400-550 cm<sup>-1</sup> สำหรับสารไฮเดรต Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>•4H<sub>2</sub>O พบว่ารูปแบบการสั่นของ Zn-O จะถูกซ้อนทับด้วยแถบการสั่นของฟอสเฟต PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> และในส่วนของการสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (symmetric stretching) จะปรากฏในช่วงความถี่ที่ต่ำกว่าขีดจำกัดของเครื่อง FTIR สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จะตรวจวัดได้ แต่สำหรับสารแอนไฮดริส Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> นั้น รูปแบบการสั่นพื้นฐานของ Zn-O ในหน่วยย่อย ZnO<sub>6</sub> จะปรากฏเด่นชัดมาก พบว่า มีการสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (symmetric

stretching) ปรากฏในช่วง  $200-400\text{ cm}^{-1}$  และ การสั่นแบบยืดหดแบบไม่สมมาตร (symmetric stretching) ปรากฏในช่วง  $400-550\text{ cm}^{-1}$  โดยปรากฏพิคการสั่นที่แยกการซ้อนทับของพันธะ Zn-O ออกเป็นหลายพิค อันเป็นผลจากการจัดเรียงตัวภายใน โครงสร้างสารดังกล่าว มีความเป็นระเบียบแตกต่างกันทำให้ความยาว พันธะแตกต่างกันตามสิ่งแวดล้อมที่ล้อมรอบพันธะดังกล่าวนี้ จากที่กล่าวมา สามารถแบ่งชนิดของสารแอนไฮดริส  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  ตามรูปแบบการสั่นออกเป็น 2 กลุ่ม แล้วให้รูปแบบการสั่นคล้ายกัน โดยจัดตามระบบสารตั้งต้นที่ใช้เตรียม คือ

กลุ่มที่ 1 สารตั้งต้นจำนวน 11 ระบบ :  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$

กลุ่มที่ 2 สารตั้งต้นจำนวน 1 ระบบ :  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

ความแตกต่างของรูปแบบการสั่นของสารแอนไฮดริสทั้งหมดแสดงไว้ในรูปที่ 4.21-4.28 ตามลำดับ

สำหรับฟอสเฟต  $\text{PO}_4^{3-}$  นั้นเป็นหน่วยย่อยหลัก ของสารทั้งสารไฮเดรต  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และแอนไฮดริส  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  จากทฤษฎีแล้วหน่วยย่อยฟอสเฟต  $\text{PO}_4^{3-}$  จะตรวจพบโหมดการสั่นอยู่สี่โหมด คือ P-O symmetric stretching vibration band ( $\nu_1$ ) ตรวจพบที่  $930$  และ  $950\text{ cm}^{-1}$  (ในช่วง  $900-1000\text{ cm}^{-1}$ ) จะเป็นการสั่นที่ไม่มีการซ้อนสภาวะ O-P-O symmetric bending band ( $\nu_2$ ) ตรวจพบที่  $\sim 385$   $410$   $428$   $455$  และ  $470\text{ cm}^{-1}$  (ในช่วง  $370-480\text{ cm}^{-1}$ ) เป็นการสั่นที่มีการซ้อนสภาวะพลังงาน 2 สภาวะ P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) ตรวจพบที่  $1000$   $1025$   $1066$   $1105$   $1130$  และ  $1156\text{ cm}^{-1}$  (ในช่วง  $1000-1200\text{ cm}^{-1}$ ) เป็นการสั่นที่มีการซ้อนสภาวะพลังงาน 3 สภาวะ และ O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) ตรวจพบที่  $500$   $524$   $561$   $576$   $600$  และ  $635\text{ cm}^{-1}$  (ในช่วง  $500-650\text{ cm}^{-1}$ ) เป็นการสั่นที่มีการซ้อนสภาวะพลังงาน 3 สภาวะ ตามทฤษฎีจึงกำหนดหาพลังงานการสั่นของฟอสเฟตนี้ได้ทั้งสิ้น 9 แถบการสั่น แต่ความเป็นจริง การซ้อนสภาวะการสั่นอาจไม่แยกให้เห็น โดยอาจเกิดเป็นแถบการสั่นเพียงหนึ่งเดี่ยวก็น่าได้ ขึ้นอยู่กับสิ่งแวดล้อม และการจัดเรียงตัวทางโครงสร้างของสารที่เตรียมขึ้นได้ รูปแบบการสั่นของฟอสเฟต  $\text{PO}_4^{3-}$  ของสารไฮเดรต  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และแอนไฮดริส  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน อธิบายได้โดย การรูปแบบการสั่นสำหรับ  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  จะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มที่มีความคล้ายกัน คือ

กลุ่มที่ 1 มีแถบการสั่น P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) อยู่ในช่วง  $900-1250\text{ cm}^{-1}$  ประมาณ 3 พิค และมีไหล่พิค 1-2 ไหล่ และ O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) อยู่ในช่วง  $450-650\text{ cm}^{-1}$  ประมาณ 2 พิคคู่กัน ที่เรียกว่า doublet peaks สารนี้เกิดขึ้นจากการเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้นจำนวน 11 ระบบ :  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$

กลุ่มที่ 2 มีแถบการสั่น P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) อยู่ในช่วง 900-1250  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 2-3 พีค O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) อยู่ในช่วง 450-650  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 2 พีค และมีพีคที่ตำแหน่ง 1400-1500  $\text{cm}^{-1}$  เกิดขึ้นมาอีก 2 พีค น่าจะเป็นการสั่นแบบโอเวอร์โทน P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) หรือการสั่นแบบควมร่วมของ P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) และ O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) สารนี้เกิดขึ้นจากการเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น จำนวน 1 ระบบ :  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

สำหรับการสั่นของฟอสเฟต  $\text{PO}_4^{3-}$  ของแอนไฮดริส  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  จะปรากฏการแยกของรูปแบบการสั่นของทั้ง 4 โหมดการสั่นอย่างชัดเจนและมีความซับซ้อนมาก โดยแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ

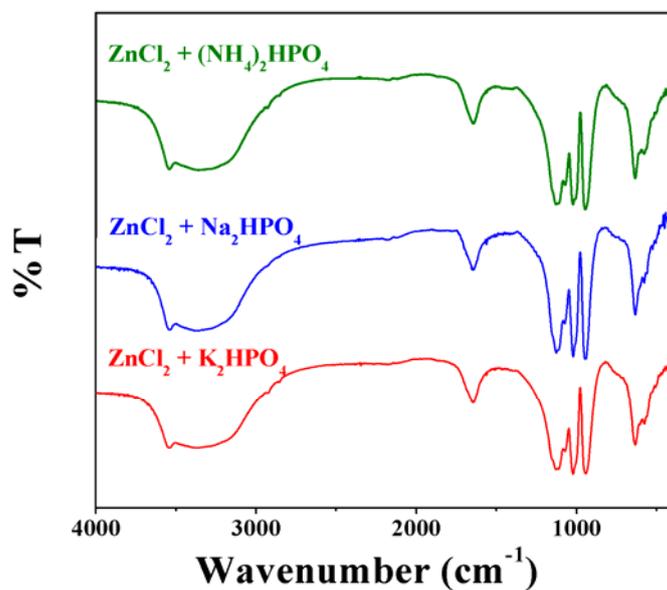
กลุ่มแรกมีแถบการสั่น P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) ที่ตำแหน่ง 1200-900  $\text{cm}^{-1}$  จำนวน 6 พีค O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) อยู่ในช่วง 450-650  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 3-4 พีค และมี O-P-O symmetric bending band ( $\nu_2$ ) อยู่ในช่วง 450-400  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 1 พีค สารแอนไฮดริสนี้ ถูกเตรียมได้จากสารตั้งต้นจำนวน 11 ระบบ :  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{HPO}_4$

ส่วนกลุ่มที่สองมีแถบการสั่น P-O antisymmetric stretching vibration band ( $\nu_3$ ) ที่ตำแหน่ง 1200-900  $\text{cm}^{-1}$  จำนวน 6 พีค P-O symmetric stretching vibration band ( $\nu_1$ ) ที่ตำแหน่ง 900-700  $\text{cm}^{-1}$  จำนวน 2 พีค O-P-O antisymmetric bending band ( $\nu_4$ ) อยู่ในช่วง 450-650  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 6 พีค และมี O-P-O symmetric bending band ( $\nu_2$ ) อยู่ในช่วง 450-400  $\text{cm}^{-1}$  ประมาณ 1 พีค สารแอนไฮดริสนี้ ถูกเตรียมได้จากสารตั้งต้น จำนวน 1 ระบบ :  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

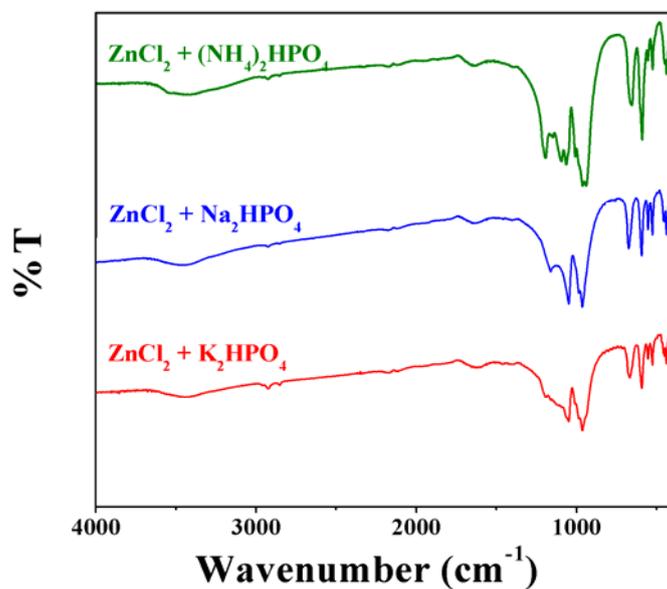
จากผลที่การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการสั่น ทำให้เราทราบว่า รูปแบบการสั่นของสารที่ถูกเตรียมขึ้นผ่านระบบสารตั้งต้นและขั้นตอน หรือเทคนิคการเตรียมที่แตกต่างกัน จะส่งผลให้มีแถบการสั่นที่ตรวจวิเคราะห์ทางเครื่องมือแตกต่างกันไปด้วย ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.21-4.28 เป็นการยืนยันว่าเทคนิคที่วิเคราะห์นี้สามารถจำแนกเอกลักษณ์ของสารที่กำลังศึกษาได้อย่างดี และมีประสิทธิภาพอย่างมาก ทั้งที่เป็นเทคนิคง่ายและสะดวกรวดเร็ว

#### 4.2.4 ผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสาร

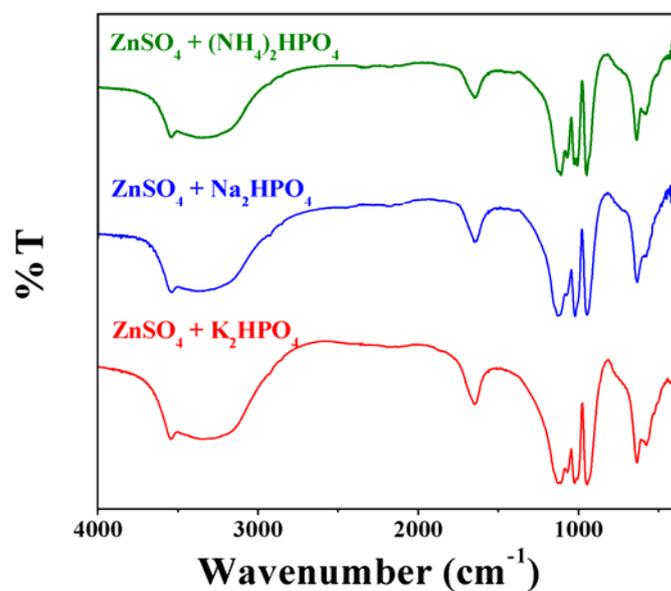
การตรวจสอบพฤติกรรมทางสัณฐานวิทยาของสารที่เตรียมขึ้นได้และอนุพันธ์ทางความร้อนของสารทั้งหมดแสดงดังภาพในรูปที่ 4.29-4.36 สำหรับสาร  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$  จากรูป SEM ดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าสารที่เตรียมขึ้นแม้จะเป็นสารชนิดเดียวกัน มีโครงสร้างอันเดียวกัน และมีรูปแบบการสั่นของหน่วยย่อยเหมือนกัน แต่ หากเตรียมจากสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน จะส่งผลให้รูปร่างทางสัณฐานวิทยา มีความแตกต่างกันไปด้วย



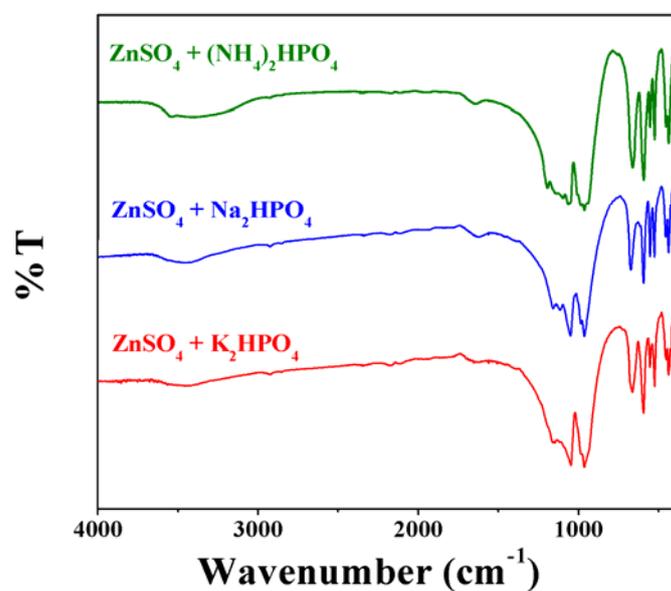
รูปที่ 4.21 FTIR สเปกตร้าของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



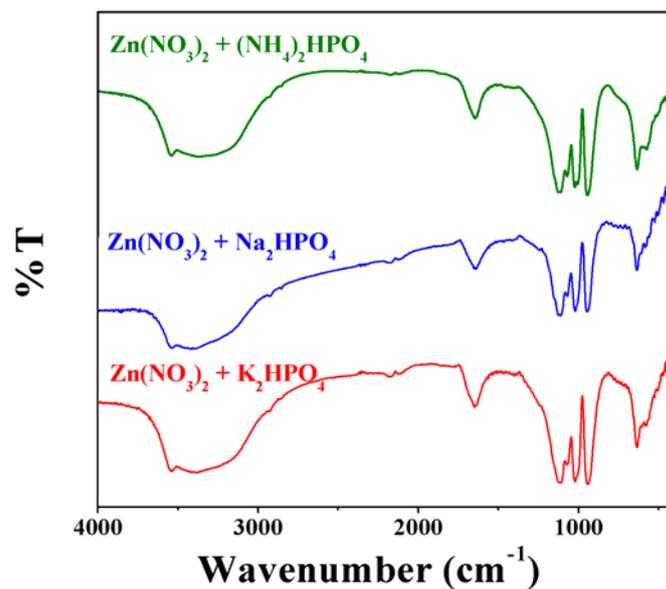
รูปที่ 4.22 FTIR สเปกตร้าของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



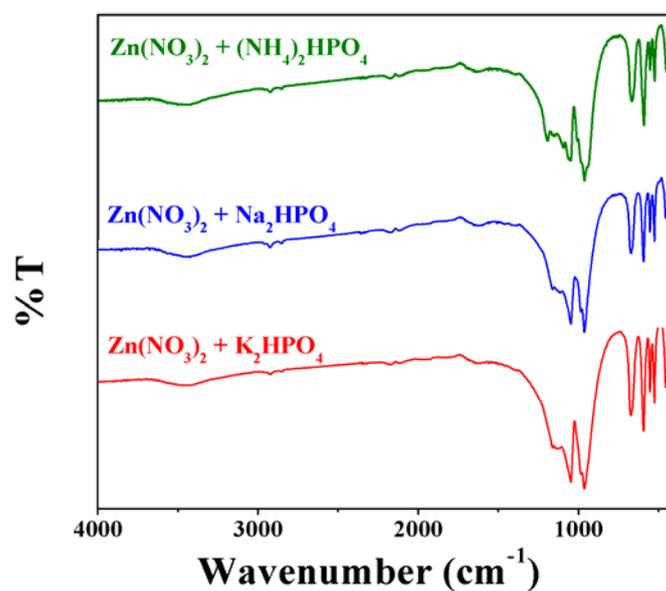
รูปที่ 4.23 FTIR สเปกตรัมของสาร Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O +K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> , ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O+Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, และ ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O+(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>



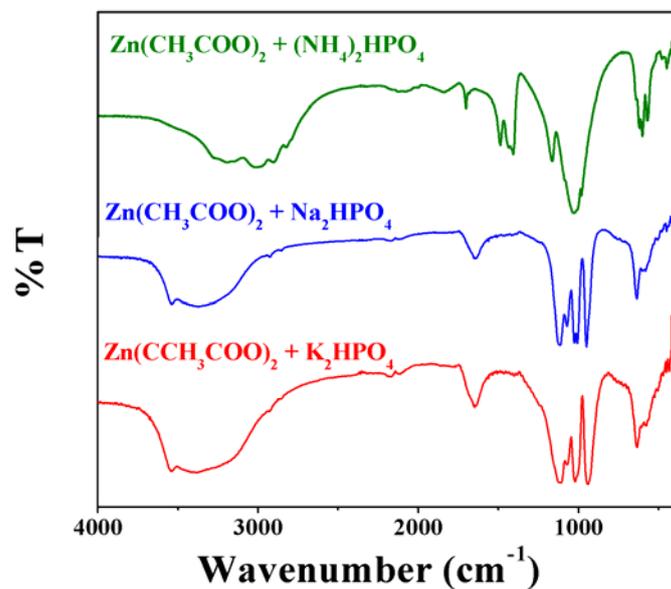
รูปที่ 4.24 FTIR สเปกตรัมของสาร Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร Zn<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O +K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O+Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, และ ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O+(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>



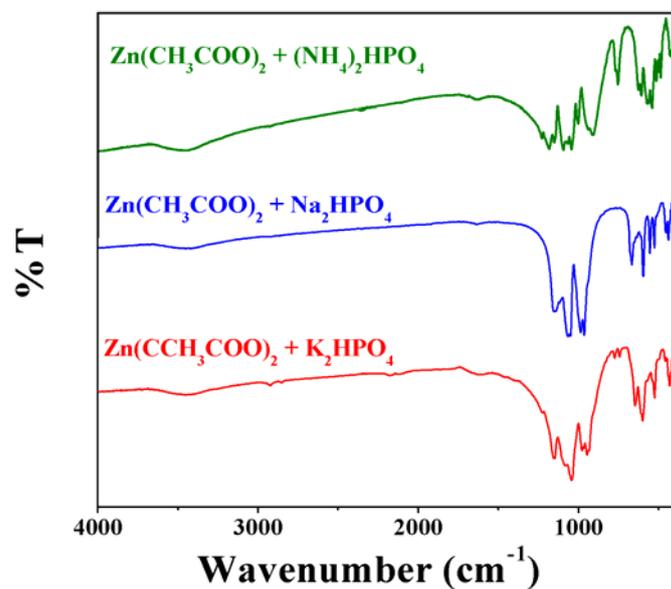
รูปที่ 4.25 FTIR สเปกตร้าของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



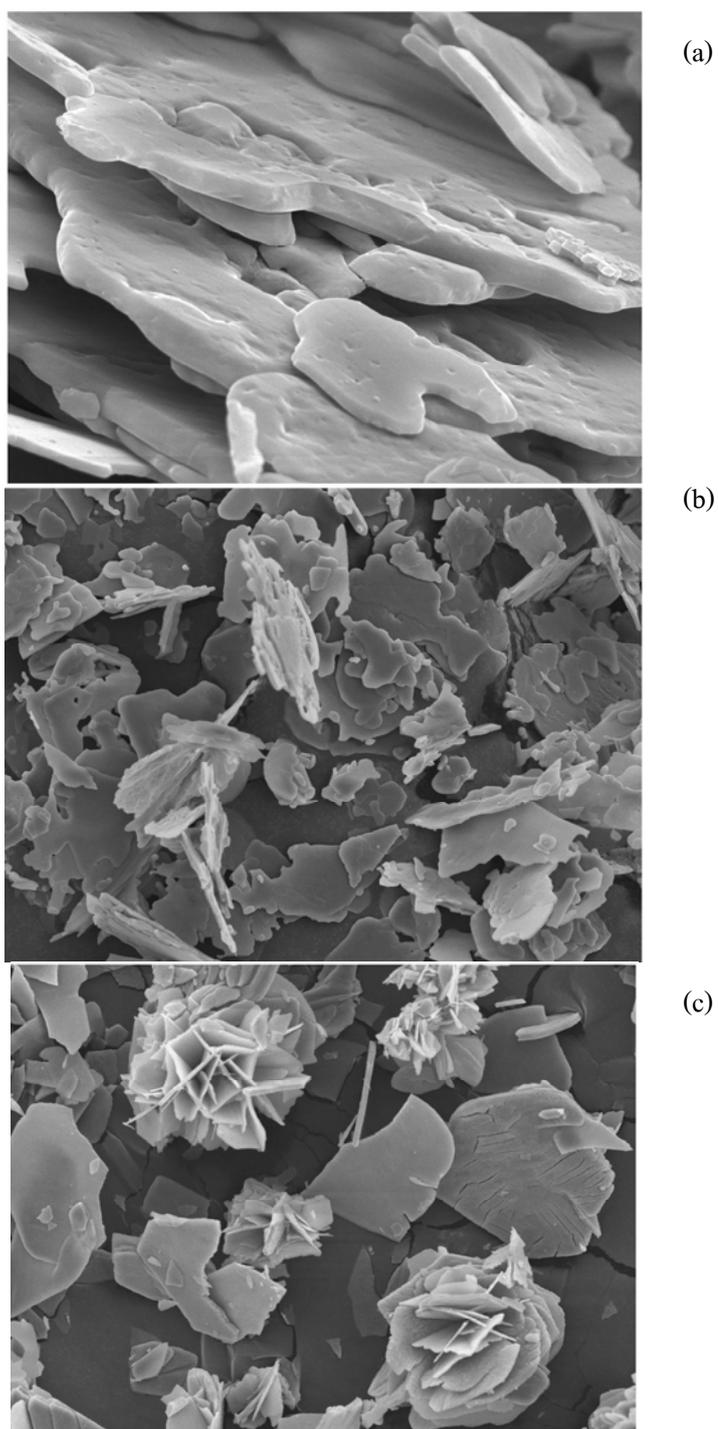
รูปที่ 4.26 FTIR สเปกตร้าของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



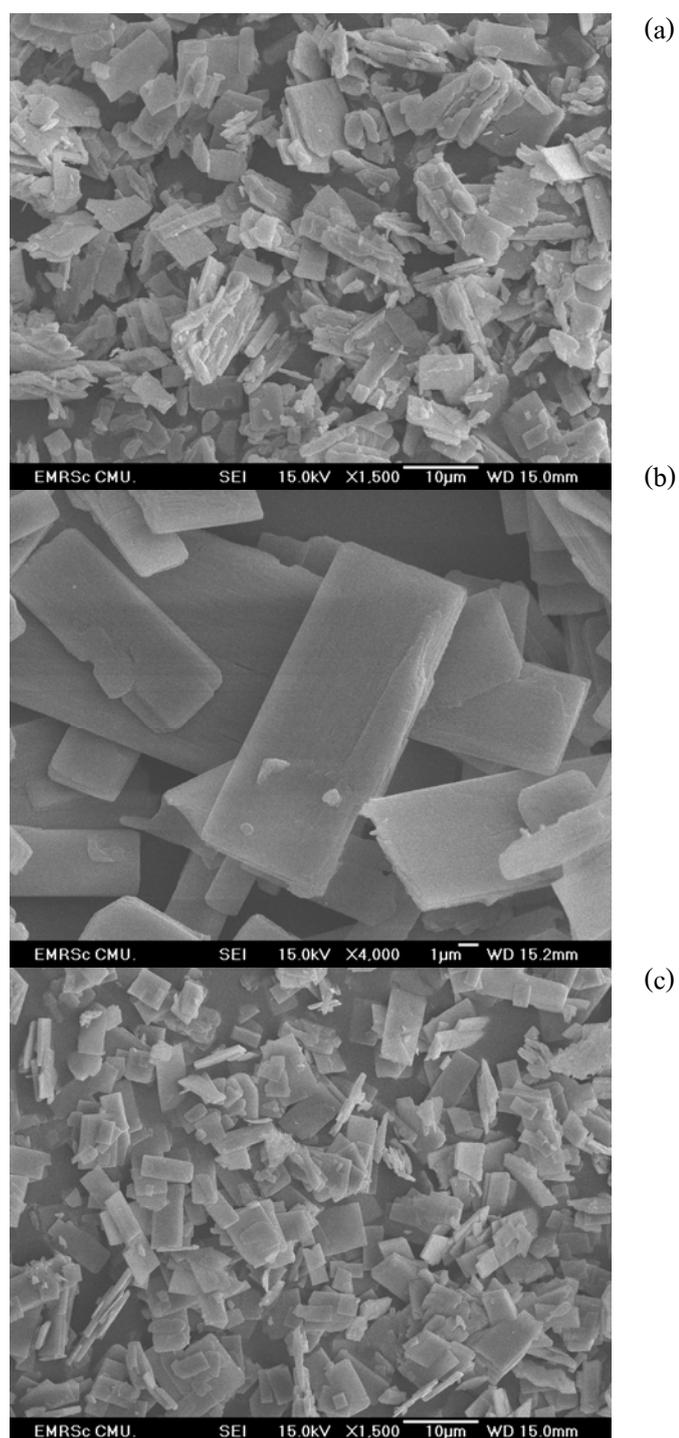
รูปที่ 4.27 FTIR สเปกตราของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  +  $K_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



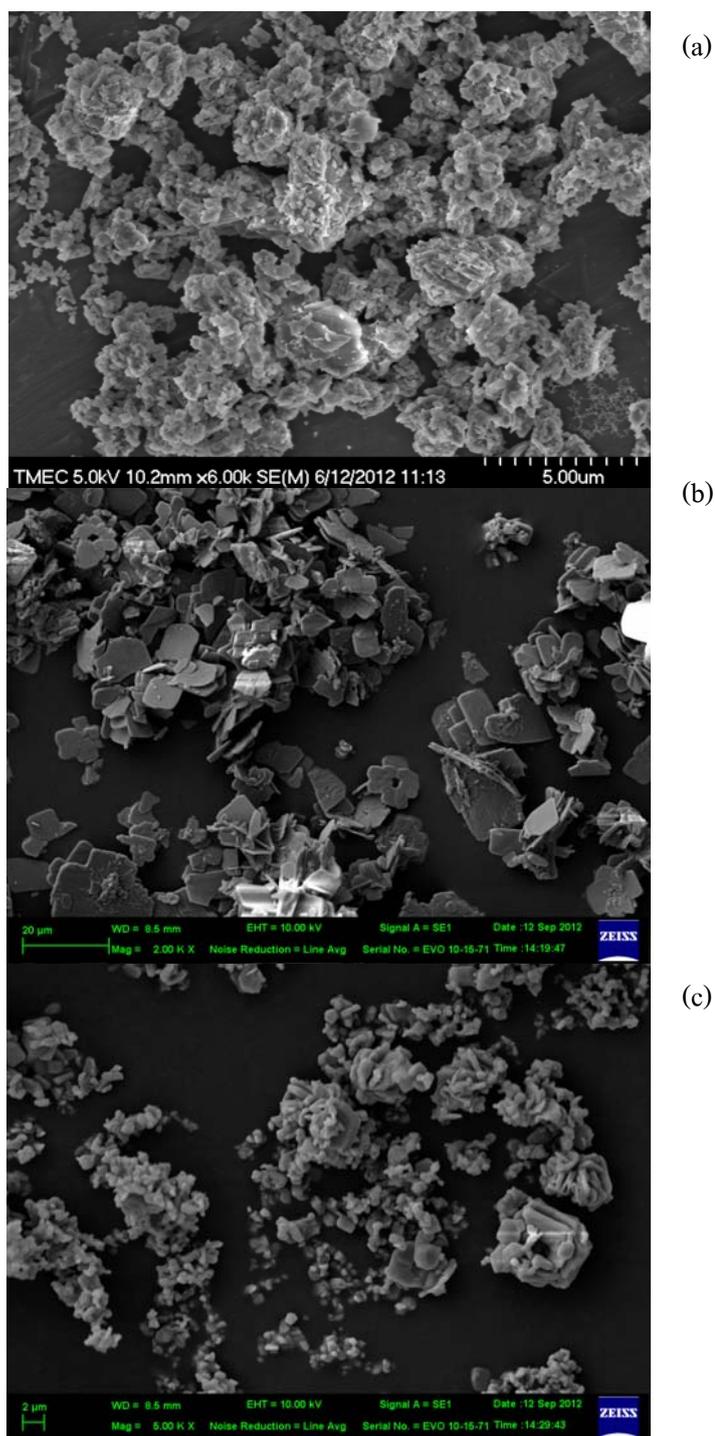
รูปที่ 4.28 FTIR สเปกตราของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่ 200 °C 2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$



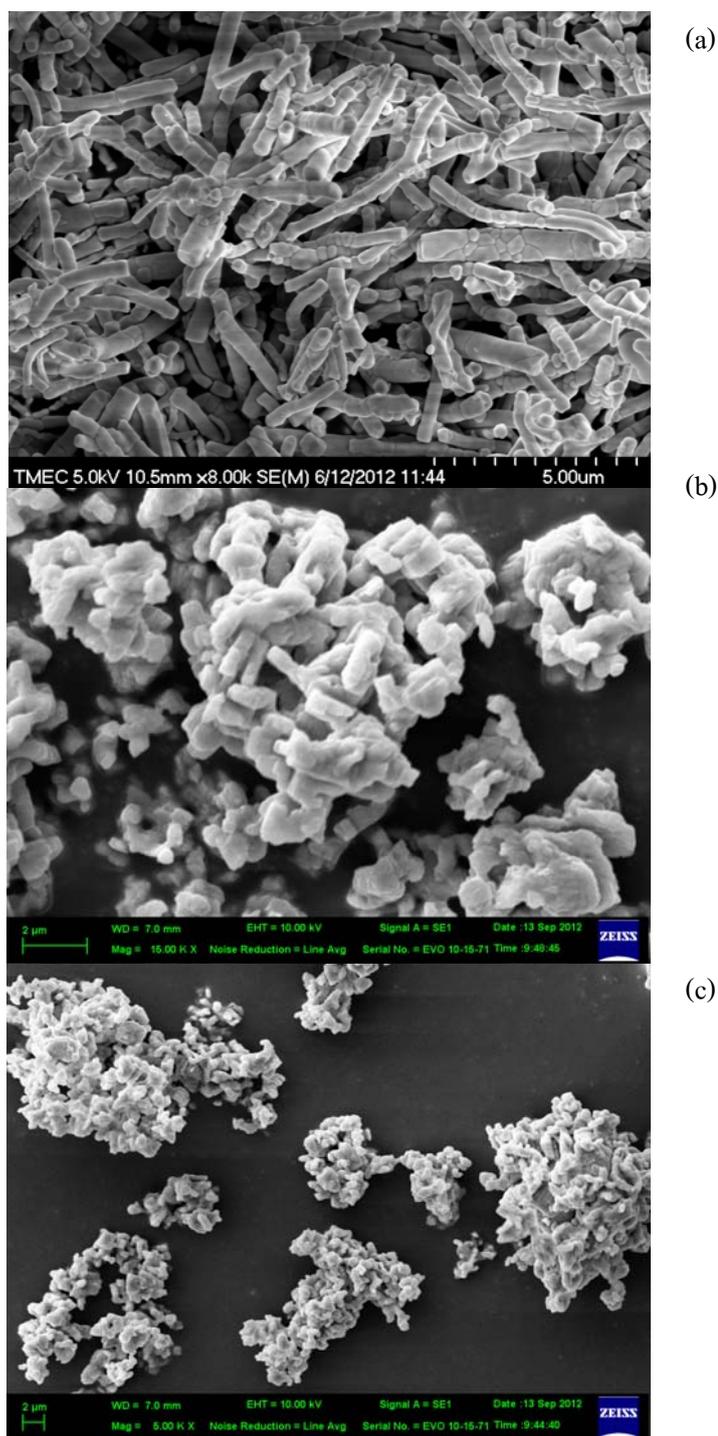
รูปที่ 4.29 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



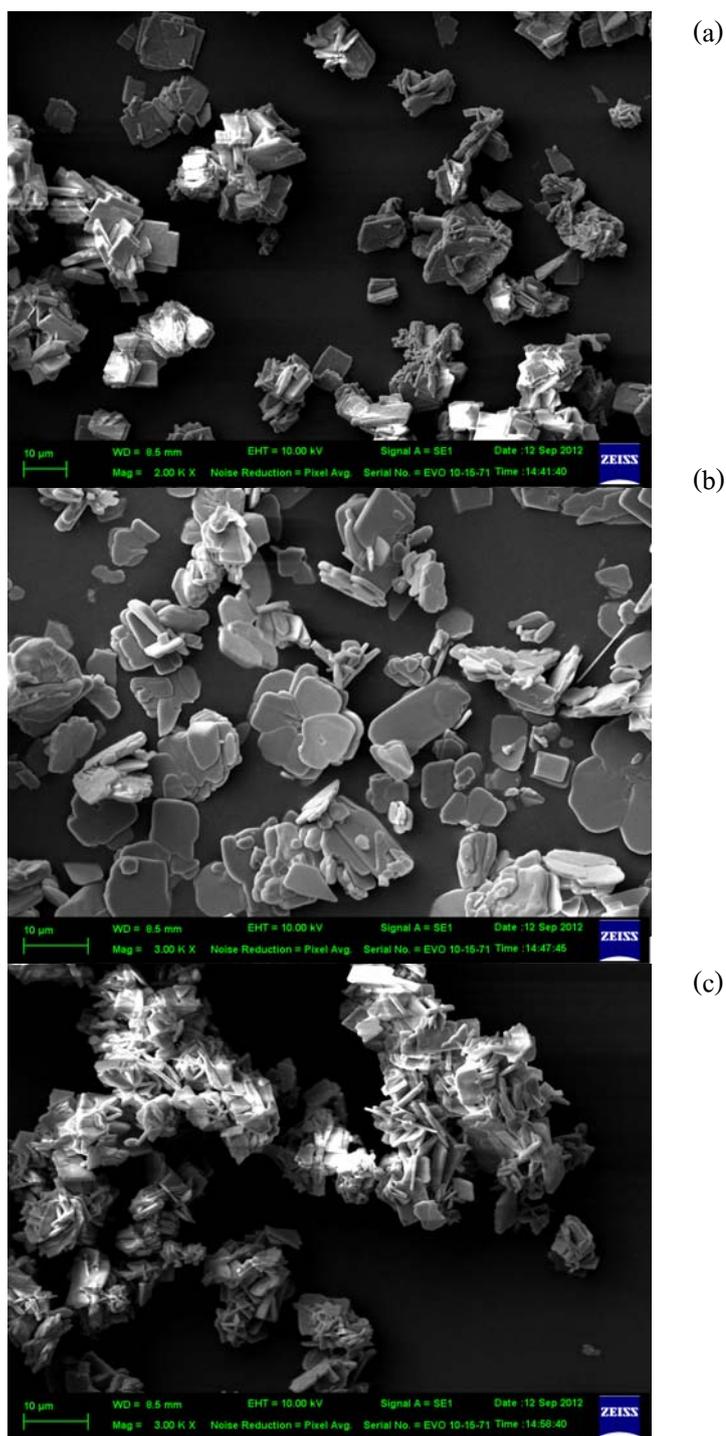
รูปที่ 4.30 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



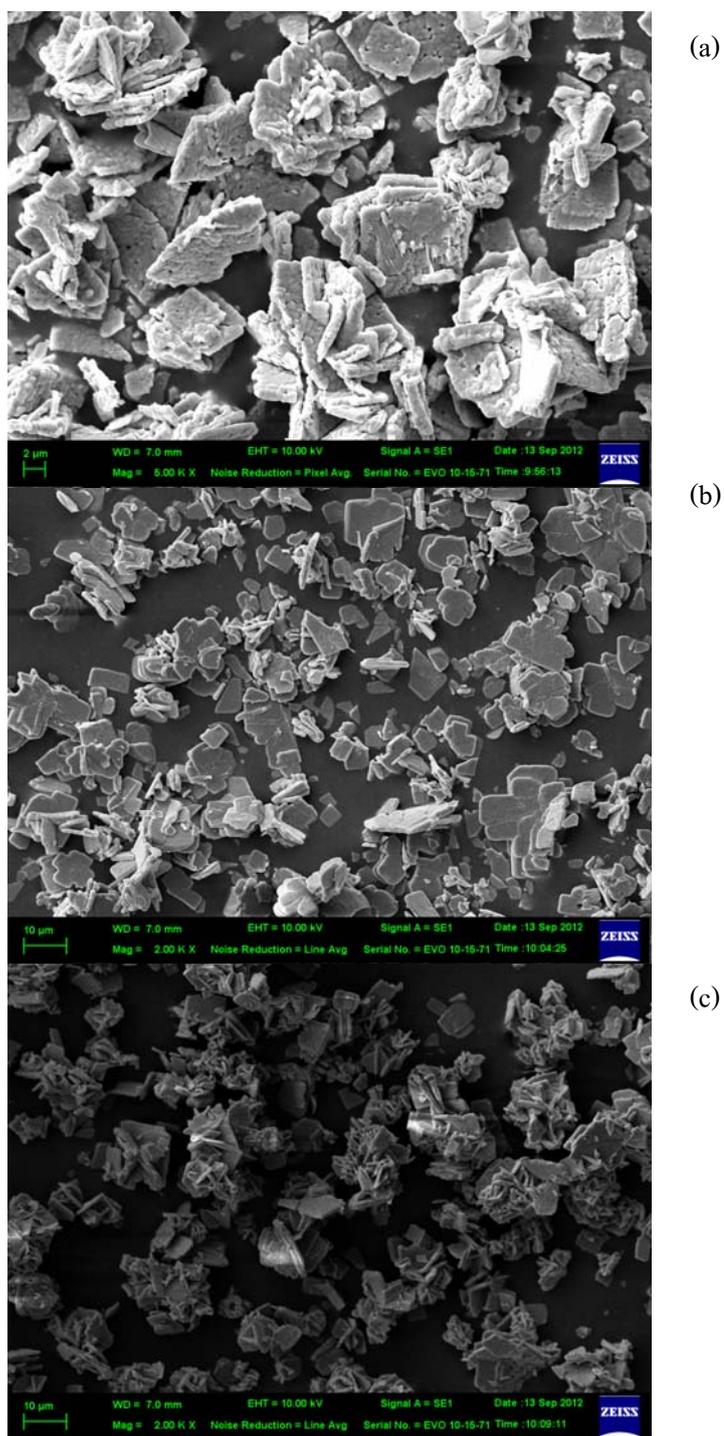
รูปที่ 4.31 ลักษณะวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



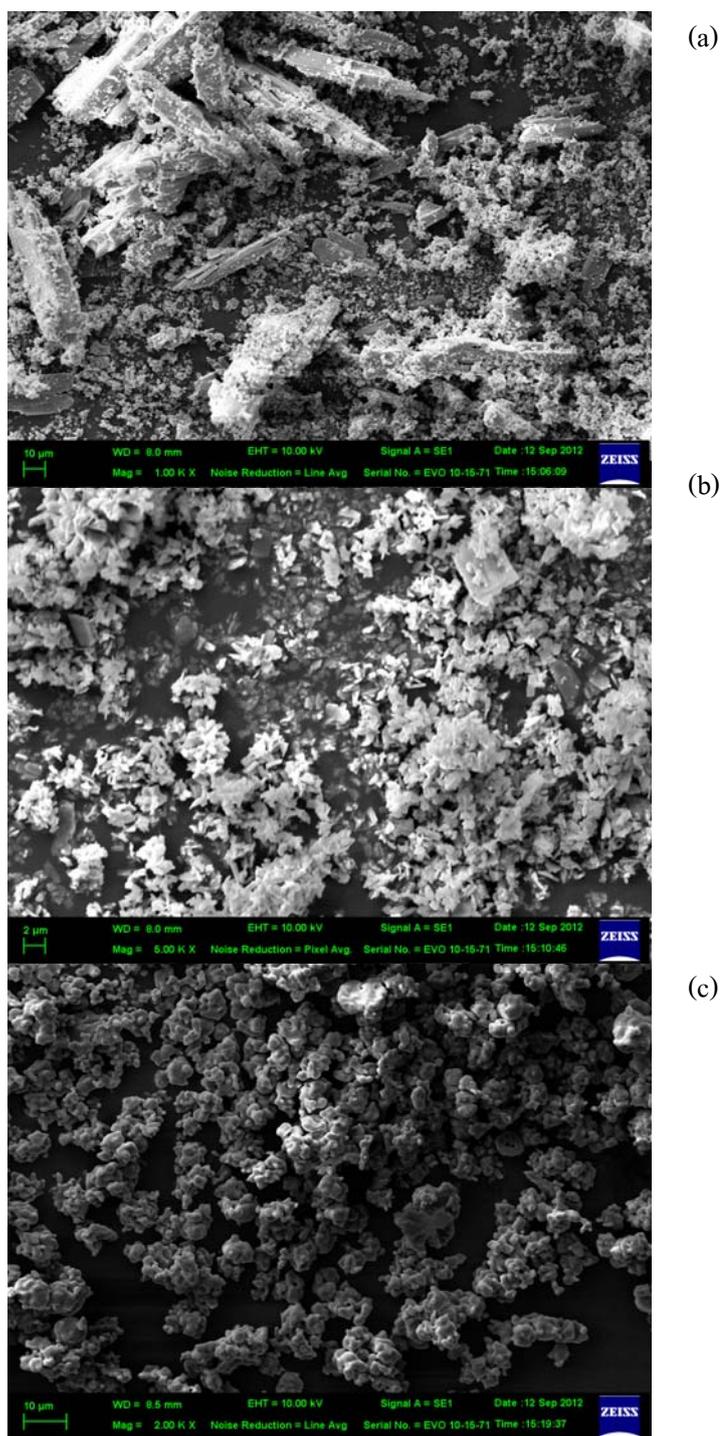
รูปที่ 4.32 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$  (a), และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$  (b),  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



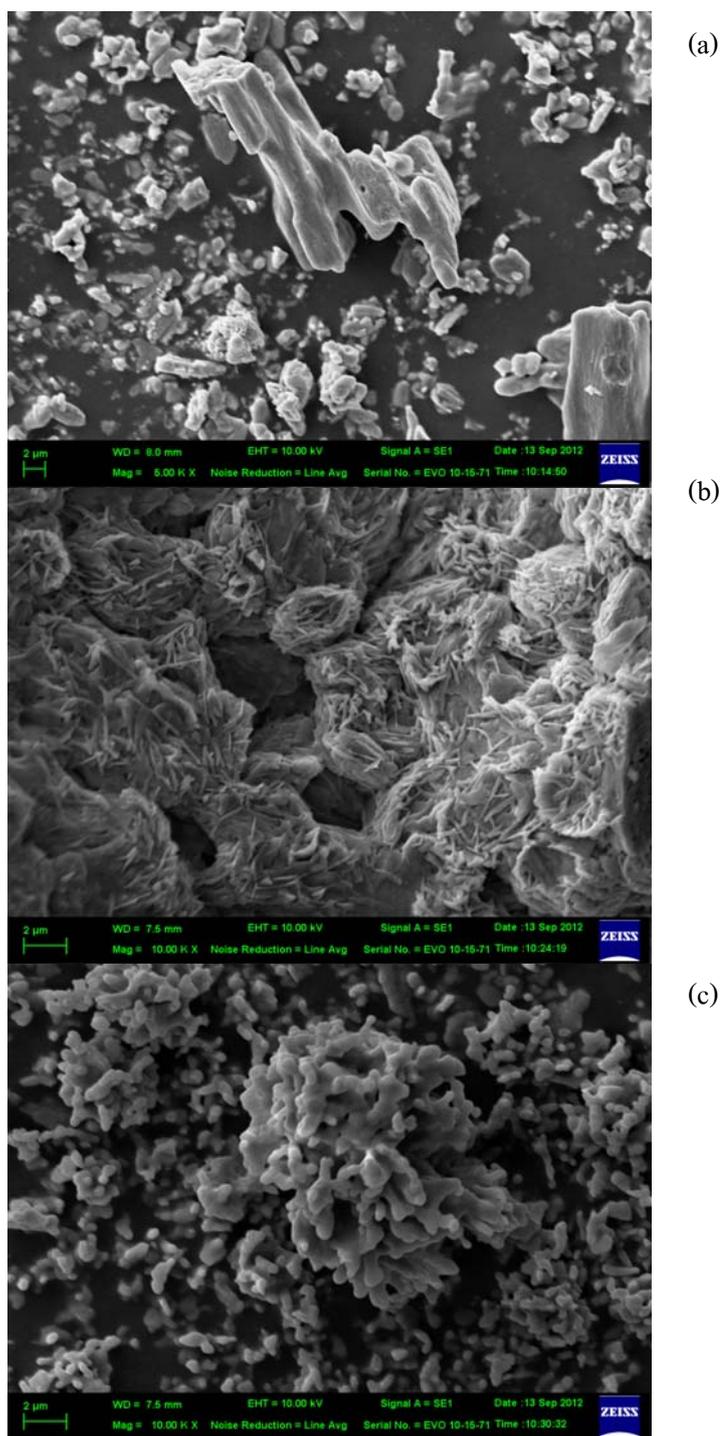
รูปที่ 4.33 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.34 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.35 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)



รูปที่ 4.36 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$  (a),  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$  (b), และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (c)

จากรูปที่ 4.29-4.36 รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  และ  $Zn_3(PO_4)_2$  จำแนกรูปร่างได้ตามระบบการเตรียมได้ คือ รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.29) ลักษณะเป็นแผ่น ๆ ขนาดที่แตกต่างกัน ในระดับไมโครเมตร พร้อมทั้งมีพื้นที่ผิวขรุขระ ไม่เรียบบนปรากฏบนแต่ละแผ่น รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnCl_2 \cdot 4H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.30) ลักษณะเป็นแผ่น ๆ ขนาดที่แตกต่างกัน ในระดับไมโครเมตร พร้อมทั้งมีพื้นที่ผิวขรุขระ ไม่เรียบบนปรากฏบนแต่ละแผ่น จะมีรูปร่างคล้ายกับตัวไฮดรต ที่ยังไม่ผ่านการเผา แต่มีความรูปร่างจะมีการกระจายตัว ที่สม่ำเสมอกว่า

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น ต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.31) ลักษณะเป็นก้อนเหลี่ยม ๆ หลายเหลี่ยม และส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยม และมีการรวมตัวเป็นก้อนขนาดใหญ่ขึ้น รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + K_2HPO_4$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.32) ลักษณะคล้ายตัวหนอนยาว และยังมีลักษณะเป็นเหมือนตัวหนอนขนาดเล็ก ไมโครเมตร คล้าย ๆ ทั้งสามระบบของสารตั้งต้น

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น ต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.33) ลักษณะเป็นก้อนเหลี่ยม ๆ หลายเหลี่ยม คล้ายก้อนดินบาง ๆ แต่มีขนาดของก้อนที่แตกต่างกัน ไม่สม่ำเสมอ ของขนาดบางก้อนใหญ่ บางก้อนเล็ก รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.34) ลักษณะก้อนที่ไม่มีขอบ และมีพื้นที่ผิวขรุขระ หยาบ ที่ไม่รูปร่างที่ไร้ระเบียบ

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ที่ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้น ต้น  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.35) ลักษณะรูปร่างเป็นผงหยาบ ๆ คล้ายดิน แต่มีขนาดของก้อนที่แตกต่างกัน รูปร่างสัณฐานวิทยาของ  $Zn_3(PO_4)_2$  ที่ได้จากการเผาที่  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  2 ชม. ของสาร  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  ถูกเตรียมด้วยระบบสารตั้ง  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + K_2HPO_4$ ,  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + Na_2HPO_4$ , และ  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O + (NH_4)_2HPO_4$  (รูปที่ 4.36) ลักษณะก้อนกลมม้วนไม่มีขอบ จับรวมกัน