บทที่ 5
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยการสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบที่มีซิงค์ฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบหลักนี้ ได้ค้นคว้าและออกแบบการสังเคราะห์สาร 2 ชนิด คือ ซิงค์ฟอสเฟตไฮเดรต $Zn_3(PO_4)_2•4H_2O$ และซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส $Zn_3(PO_4)_2$ ด้วยวิธีที่ง่ายและสะดวกรวดเร็ว ประหยัดต้นทุนในการสังเคราะห์ ที่ได้เลือกเทคนิคการตกตะกอนแบบง่าย ๆ และใช้เวลาไม่เกิน 30 นาที และไม่ใช้ตัวปรับให้ตกตะกอน โดยตะกอนจะเกิดขึ้นเองเมื่อผสมสารที่เป็นแหล่งของสังกะสี และฟอสฟอรัส เข้าได้กันเพียงเท่านั้น จากสารที่เตรียมได้นั้นตะได้สารไฮเดรตจำนวน 12 ตัวอย่าง จากระบบสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน และเมื่อนำไปเผาเพื่อสังเคราะห์แอนไฮดรัส จะได้สารอนุพันธ์ทางความร้อน คือ ซิงค์ฟอสเฟตแอนไฮดรัส $Zn_3(PO_4)_2$ จะได้สารอีกชนิดหนึ่งอก 12 ตัวอย่าง รวมแล้วงานวิจัยการสังเคราะห์สารซิงค์ฟอสเฟตนี้จะได้สารตัวอย่างรวมทั้งสิ้น 24 ตัวอย่าง จึงได้นำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ในลำดับถัดไป คือ การตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิครังสีเอกส์ (XRD) ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของหน่วยย่อยภาคในโมเลกุล ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีการสั่น (FTIR) สุดท้ายการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศ์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งผลการวิจัยในรายละเอียดที่กล่าวมานั้น จะอธิบายผลที่ได้รับดังต่อไปนี้

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthetic results)

จากการสังเคราะห์ซิงค์ฟอสเฟตไฮเดรต $Zn_3(PO_4)_2•4H_2O$ ด้วยระบบสารตั้งต้น 12 ระบบได้แก่ $ZnCl_2•4H_2O$-K_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $ZnSO_4•7H_2O$-K_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-K_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-Na_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-K_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-Na_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$ พบว่าสารที่เตรียมได้สารไฮเดรตมีร้อยละของการสังเคราะห์อยู่ในช่วง 79-97 % โดยพบว่าการเตรียมด้วยระบบสารตั้งต้นเป็น $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$ + $(NH_4)_2HPO_4$ จะให้ผลผลิตต่ำที่สุด คือร้อยละ 79 ส่วนการเตรียมด้วยระบบ $Zn(NO_3)_2•6H_2O$ + K_2HPO_4 จะให้ร้อยละผลผลิตสูงที่สุด คือ 97 ส่วนการเตรียมด้วยระบบสารตั้งอื่นที่เหลือ จะมีค่าใกล้เคียงกัน คือ ร้อยละ 82 เหตุผลของการที่ระบบสารตั้งต้นที่ให้ผลผลิตน้อยที่สุด อาจจะมาจากสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ อาจไม่บริสุทธิ์มีสารอื่นหรือเฟสอื่นเจือปน และจากการนำสารไฮเดรตที่เตรียมได้นี้ 12 ตัวอย่างไปเผาที่ 300 ^oC เป็นเวลา 3 ชม จะได้สารแอนไฮดรัส

พบว่า ได้ร้อยละผลผลิตอยู่ในช่วง 97-98 ซึ่งทุกระบบของสารตั้งต้นจะให้ร้อยละการผลิตที่ใกล้เคียงกันอย่างมาก บ่งบอกถึงว่า สารแอนไฮดรัสที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ ค่อนข้างสูงไร้การเจือปนหรือปนเปื้อนของเฟสอื่น ๆ ซึ่งก็เป็นผลจากการให้ความร้อนสูง ไปกำจัดเฟสเจือปนให้สลายไปตามความร้อน ซึ่งก็ถือว่าเป็นเทคนิคหนึ่งของการทำให้สารมีความบริสุทธิ์สูงขึ้น จากตัวอย่างที่เตรียมขึ้นได้ในงานวิจัย การคำนวณหาร้อยละผลผลิตที่ได้จากการเตรียมสารทั้งสองชนิดนี้ จะเป็นข้อมูลที่เป็นประโยชน์ในการจะเลือกระบบสารตั้งต้นใด ที่มีความคุ้มทุนในการจะผลิตขึ้นมาใช้ในระดับอุตสาหกรรม เพราะต้นทุนของสารตั้งต้นเอง จะเป็นตัวควบคุมราคาของผลิตภัณฑ์ที่จะถูกนำไปใช้ในท้องตลาด อีกทั้งเทคนิคการผลิตด้วยการตกตะกอนของสารในระบบที่ได้รายงานนี้ ยังเป็นเทคนิคที่ง่าย และใช้สารตั้งต้นเพียงสองชนิดเท่านั้น และแค่ผสมก็เกิดเป็นตะกอนสของซิงค์ฟอสเฟตไฮเดรตแล้ว คาดว่างานวิจัยนี้จะถูกใช้ได้จริงในอนาคตอันใกล้ ภายในประเทศไทย

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่าง ๆ (Characteristic materials and Identification method)

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารหกชนิดที่เตรียมขึ้นได้เรียงลำดับการวิเคราะห์ คือ เริ่มต้นด้วยการวิเคราะห์เชิงความร้อน TGA จากนั้นนำสารไปตรวจสอบเอกลักษณ์ทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกส์ แล้วตรวจสอบรูปแบบการสั่นภายในโมเลกุล และสุดท้ายตรวจสอบรูปร่างสัณฐานวิทยา ผลที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

5.2.1 สรุปผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสาร

สารไฮเดรตที่นำไปศึกษาการสลายตัวทางความร้อนเพื่อดูการเปลี่ยนแปลงไปเป็นแอนไฮดรัส คือ สาร $Zn_3(PO_4)_2•4H_2O$ ที่เตรียมได้จากระบบสารตั้งต้น 12 ระบบได้แก่ $ZnCl_2•4H_2O$-K_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $ZnSO_4•7H_2O$-K_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-K_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-Na_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-K_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-Na_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$ พบว่ากลไกการสลายตัวทางความร้อนของสารทั้ง 12 ตัวอย่างจาก 12 ระบบสารตั้งต้น มีกลไกการสลายตัวแบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ใหญ่ คือ กลุ่มที่แรกสลายตัวทางความร้อน 2 กลไก กลุ่มที่สอง สลายตัวทางความร้อน 3 กลไก และกลุ่มสุดท้ายมีการสลายตัวมากกว่า 3 กลไก แต่ทั้งหมดล้วนสลายตัวทางความร้อนไปเป็น $Zn_3(PO_4)_2$ ที่อุณหภูมิสูงกว่า 300 ^oC และช่วงการการสลายตัวในแต่ละขั้นตอนจะอยู่ในช่วงใกล้เคียงกัน หรือ อยู่ในช่วงเดียวกัน แต่มีสารหนึ่งตัวที่เตรียมจากระบบสารตั้งต้นเป็น $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O + K_2HPO_4$ ที่มีลักษณ์การสลายตัวทางร้อนที่แตกต่างจากสารอื่นชัดเจน และมีจำนวนโมลของน้ำผลึกที่วิเคราะห์ได้ต่ำกว่าที่ควรจะเป็น คือ 1.61 โมลน้ำ ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากสารที่เตรียมได้นั้นอาจไม่ใช้สารตั้งต้นเป็นซิงค์ฟอสเฟต หรือเป็นสารที่มีการปนเปื้อนของเฟสอื่นสูงนั่นเอง ส่วนสารที่เตรียมจากระบบสารตั้งต้นอื่น ๆ พใบว่า มีจำนวนโมลของน้ำผลึกอยู่ในช่วง 3.62-4.04 โดยพบว่าระบบสารตั้งต้นที่ใช้

โลหะสังกะสี เป็นอะซิเตทจะให้ปริมาณจำนวนโมลน้ำน้อย อีกทั้งยังสอดรับกับข้อมูลร้อยละผลผลิตที่น้อยกว่าสารตั้งต้นระบบอื่น ๆ ด้วย

5.2.2 สรุปผลการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของสาร

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ทำให้ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีของสารทั้งหมดที่เตรียมขึ้นได้ทั้ง 24 ตัวอย่าง ซึ่งนำมาวิเคราะห์โครงสร้าง โดยการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานของสารซิงค์ฟอสเฟตในตารางที่ 2.1 ถึงแม้ว่าสารซิงค์ฟอสเฟตนี้จะมีหลายฟอร์ม แต่ในการเตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนนี้ และสารตั้งต้น 12 ระบบ คือ $ZnCl_2$•$4H_2O$-K_2HPO_4, $ZnCl_2$•$4H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnCl_2$•$4H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $ZnSO_4$•$7H_2O$-K_2HPO_4, $ZnSO_4$•$7H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnSO_4$•$7H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-K_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-Na_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-K_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-Na_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกส์ จะมีลักษณะที่คล้าย ๆ กัน และเมื่อนำไปเทียบกับไฟล์มาตรฐานของ XRD จึงสามารถสรุปได้ว่าสารที่เตรียมได้นี้ มีโครงสร้างแบบ แบบออร์โธรอมบิก (Orthorhombic) ใกล้เคียงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐาน ของ PDF no. 77-1297 และยังสามารถคำนวณแลตติสพารามิเตอร์ (Lattice parameters)ได้ใกล้เคียงกับไฟล์มาตรฐานเป็นอย่างดี ในขณะที่สารแอนไฮดรัสนั้น รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกส์มีความคล้ายคลึงอย่างมากกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มาตรฐานของ PDF no. 76-0518 แสดงว่าเป็นโครงสร้างแบบมอนอคลินิก (Monoclinic) โดยมีค่าแลททิซพารามิเตอร์ (Lattice parameters) คำนวณได้ใกล้เคียงกับไฟล์มาตรฐานเช่นเดียวกัน จากข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์บ่งบอกให้ทราบว่าสารที่เตรียมขึ้นได้มีความบริสุทธิ์สูงมาก มีเฟสของสารอื่นเจือปนน้อยมาก

5.2.3 สรุปผลการตรวจเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร

จากสารที่เตรียม $Zn_3(PO_4)_2$•$4H_2O$ จากระบบสารตั้งต้น 12 ระบบได้แก่ $ZnCl_2$•$4H_2O$-K_2HPO_4, $ZnCl_2$•$4H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnCl_2$•$4H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $ZnSO_4$•$7H_2O$-K_2HPO_4, $ZnSO_4$•$7H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnSO_4$•$7H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-K_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-Na_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2$•$6H_2O$)-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-K_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-Na_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$ พบว่าสารมมีรูปแบบการสั่นคล้ายคลึงกัน ยกเว้น $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$ +$(NH_4)_2HPO_4$ ที่ความแตกต่าง คือการปรากฏพีคที่ตำแหน่ง 1500-1400 cm^{-1} ซึ่งมีความเป็นไปตามว่าสารตั้งต้น คือ แอมโมเนียมไอออน ยังทำปฏิกิริยา เสร็จสิ้นไม่สมบูรณ์ เพราะตำแหน่งของการสั่นนี้เป็นตำแหน่งการสั่นของ N-H ซึ่งก็สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์อื่นๆ ว่า สารที่เตรียมจากระบบนี้ มีร้อยละผลิตน้อยและมีปริมาณน้ำในโครงผลึกน้อยไปด้วย ส่วนสารที่ถูกเตรียมด้วยระบบอื่น ก็จะแสดงรูปแบบการสั่นที่เป็นเอกลักษณ์ของ หน่วยย่อย คือ PO_4^{3-}, ZnO_6, และ H_2O โดย ผลของ FTIR วิเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ คล้ายกันอย่างมากกับงานวิจัยอื่น ๆ ที่เคยศึกษาสารตัวนี้มาก่อน สำหรับสารแอนไฮดรัส $Zn_3(PO_4)_2$•$4H_2O$ ที่ได้จากเผาสารไฮเดรตทั้ง 12 ตัวอย่างนั้น จะมีรูปแบบการสั่นที่คล้ายคลึงกันมาก ยกเว้น สารที่ถูกเตรียมจากระบบ $Zn(CH_3COO)_2$•$2H_2O$

+$(NH_4)_2HPO_4$ ซึ่งก็สอดคล้องกับผลการเตรียม $Zn_3(PO_4)_2•4H_2O$ ที่มีเฟสอื่นเจือปน ไม่บริสุทธิ์นั่นเอง แต่ถึงอย่างไร จากผล FTIR ก็ยังแสดงว่าสาร แอนไฮดรัสที่ได้จากระบบนี้ เป็น $Zn_3(PO_4)_2$ ที่มีโครงสร้างแตกจากระบบสารตั้งต้นอื่น ๆ ที่เหลือ และผลจากวิเคราะห์ FTIR จากงานวิจัย มีลักษณะของสเปกตราการสั่นที่ใกล้เคียงกับงานวิจัยที่เคยศึกษามาในอดีตเป็นอย่างดี

5.2.4 สรุปผลการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาของสาร

สำหรับผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเลคตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าสารที่เตรียมได้ทั้งหมดมีขนาดอนุภาคใหญ่ และมีการจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีพื้นผิวขรุขระ ไม่มีรูปแบบสัณฐานที่แน่นอน และจากการเตรียมด้วยสารตั้งต้นที่ต่างกัน ก็ส่งผลให้เห็นชัดเจนว่า สัณฐานวิทยา รูปร่าง ขนาดอนุภาค แตกต่างกันอย่างเห็นได้ ชัด จากข้อมูลที่ได้ จะเป็นแนวทางที่จะนำเอาระบบสารตั้งต้นเหล่านี้ไปประยุกต์ในการเตรียม เพื่อให้ได้สารกลุ่มนี้ให้มีระดับอนุภาคขนาดนาโนเมตร ที่กำลังเป็นที่สนใจในปัจจุบัน

5.3 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยในหัวข้อ “การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบที่มีซิงค์ฟอสเฟตเป็นองค์ประกอบหลักนี้” ได้ออกแบบการเตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนที่ปราศจากตัวปรับให้ตกตะกอนและใช้สารตั้งต้น 12 ระบบ ประกอบด้วย $ZnCl_2•4H_2O$-K_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnCl_2•4H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $ZnSO_4•7H_2O$-K_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-Na_2HPO_4, $ZnSO_4•7H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-K_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-Na_2HPO_4, $Zn(NO_3)_2•6H_2O$)-$(NH_4)_2HPO_4$, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-K_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-Na_2HPO_4, $Zn(CH_3COO)_2•2H_2O$-$(NH_4)_2HPO_4$ พบว่าระบบสารตั้งต้นและเทคนิคการเตรียม สามารถทำได้ง่าย ประหยัด รวดเร็ว และผู้ทำการสังเคราะห์เอง ไม่ต้องมีความรู้ความเชี่ยวชาญ ก็สามารถทำได้ ยังพบอีกว่า การใช้สารตั้งต้นเพียงสองชนิดในการทำปฏิกิริยาแล้วเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ถือได้ว่าเป็นข้อดีในหลาย ๆ แง่ คือประหยัดสารตั้งต้น แต่ในด้านของคุณสมบัติทางกายภาพที่ต้องการอาทิ เช่น ขนาดอนุภาค การสลายตัวที่อุณหภูมิสูง หรือต่ำ หรือการคงสภาพ นั้น ยังเป็นสิ่งที่ต้องศึกษาต่อในอนาคต ตัวอย่างเช่น อาจจะมีการเปลี่ยนแลงเทคนิคการเตรียมเป็นการเตรียมด้วยวิธีทางโซโนเคมี หรือการเตรียมแอนไฮดรัส ด้วยวิธี ทางโซล-เจล โดยจุดหมายเพื่อให้ได้สารซิงค์ฟอสเฟตนี้มีขนาดอนุภาคนาโนเมตร หรือมีรูปร่างทางสัณฐานวิทยาแปลกใหม่ เพื่อให้เหมาะที่จะไปประยุกต์ใช้ในอนาคต อีกทั้งที่ควรจะดำเนินการวิจัยต่อ คือการผสมโลหะชนิดอื่น ๆ เช่น Ca, Mg, Mn, Cu, Fe, Ni, หรือ อื่น ๆ ลงไปในโครงสร้างทั้งตัวไฮเดรตและแอนไฮดรัสเอง ซึ่งกำลังเป็นที่สนใจศึกษากันอยู่ในปัจจุบัน ด้วยเหตุผลเพื่อให้ได้สารตัวใหม่ที่มีโครงสร้างเดิม แต่ให้สมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมที่จะถูกเลือกไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ ในอนาคต และที่ต้องทำต่อไป คือ **การใช้ข้อมูลจากงานวิจัยนี้เขียนตีพิมพ์ในวารสารทั้งระดับชาติและระดับนานาชาติต่อไป**