ภาคผนวก

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University

ภาคผนวก ก

1. การคำนวณหา % ผลได้

ผลได้ทางทฤษฎี (the theoretical yield) หมายถึง ผลได้ที่เกิดจากปฏิกิริยาเคมี ถ้าปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม ถ้าสารตั้งต้น (starting material) เปลี่ยนไปเป็นผลิตภัณฑ์ (product) หมดโดยไม่สูญหายไปโดยขบวนการแยก และ ทำให้บริสุทธิ์

ผลได้จริง (Actual yield) หมายถึง ผลได้ที่เกิดขึ้นจริง ซึ่งก็คือปริมาณของผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ ที่แยกออกมานั่นเอง

ดังนั้น % ผลได้ สามารถคำนวณได้จากอัตราส่วนระหว่างน้ำหนักของผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ที่เตรียมได้กับน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่คำนวณทางทฤษฎี ดังสมการ

$$\% \text{ ผลได้} = \frac{\text{ผลได้จริง}}{\text{ผลได้ทางทฤษฎี}} \times 100$$

ตัวอย่าง การคำนวณหา ผลได้ของ $Cd(tcta)_2$

สารตั้งต้นที่ใช้คือ	$Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$	+	$Na(C_8H_7S_2)$
อัตราส่วนที่ใช้	1	:	4

ในการสังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนเราได้ใช้ลิแกนด์มากเกินพอ เพราะฉะนั้นถือว่า $Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$ เป็นสารกำหนดปริมาณ (Limiting agent)

วิธีคำนวณหาผลได้ทางทฤษฎี

ใช้ $Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$ = 1.1425 g

$Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$ มีมวลโมเลกุล = 266.52

$Cd(tcta)_2$ มีมวลโมเลกุล = 446.96

$Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$ 266.52 g สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนได้ 446.96 g

$Cd(CH_3COO)_2.2H_2O$ 1.1425 g สังเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนได้ $\frac{446.96 \times 1.1425}{266.52}$

ผลได้ทางทฤษฎี ของสารประกอบเชิงซ้อน = 1.9160 g

ผลได้จริงของสารประกอบเชิงซ้อน = 1.7167 g

$$\% \text{ ผลได้} = \frac{\text{ผลได้จริง}}{\text{ผลได้ทางทฤษฎี}} \times 100$$

$$= \frac{1.7167}{1.9160} \times 100$$

% ผลได้ ของ $Cd(tcta)_2$ = 89.60

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Chiang Mai University

2. การหาปริมาณโลหะโดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometry

ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการหาปริมาณโลหะที่เป็นองค์ประกอบของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมขึ้นโดยหาปริมาณโลหะทั้งหมด 8 ชนิด คือ เหล็ก,โคบอลต์, นิกเกิล, ทองแดง, สังกะสี, แคดเมียม, ปรอท และตะกั่ว

ตัวอย่างวิธีการคำนวณการหาปริมาณเหล็กด้วยวิธี standard addition

นำสารตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 0.1460 g มา ย่อยด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 5- 10 ml จนเกือบแห้ง แล้วนำมาปรับปริมาตรเป็น 100 mlด้วยกรดไนตริกเจือจาง 1 % เตรียมสารละลายมาตรฐานเหล็กความเข้มข้น 0, 2, 4, 6 และ 8 ppm แต่ละความเข้มข้นมีปริมาณ 25.00 ml. แล้วปิเปตสารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ จำนวน 2 ml ลงในสารละลายมาตรฐานเหล็กที่เตรียม นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 248.3 nm จากกราฟมาตรฐานของการหาปริมาณเหล็กของสารประกอบเชิงซ้อน กราฟตัดแกน X ที่ 1.030 ppm นั่นคือ ปิเปตสารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 27 ml มีสารละลายเหล็กเข้มข้น 1.030 ppm

ดังนั้นสารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 1000 ml มีเหล็กอยู่ 1.030 mg

สารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 27 ml มีเหล็กอยู่ $\frac{27 \times 1.030}{1000} = 0.0278$ mg

ปิเปตสารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 2 ml มีเหล็กอยู่ 0.0278 mg

สารละลายตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 100 ml มีเหล็กอยู่ $\frac{0.0278 \times 100}{2} = 1.390$ mg

ชั่งสารตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 0.1460 g มีเหล็กอยู่ 1.390×10^{-2} g

ชั่งสารตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ 100 g มีเหล็กอยู่ $\frac{1.390 \times 10^{-2} \times 100}{0.1460} = 9.52$ g

เปอร์เซนต์ของเหล็กในสารตัวอย่าง $Fe(tcta)_3$ = 9.52 w/w

สำหรับการหาปริมาณโลหะอื่น ก็คำนวณในลักษณะเดียวกัน

3. การหาค่าแมกเนติก โมเมนต์ของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้ [16,17]

ในการทดลองนำสารตัวอย่างมาบดให้ละเอียดด้วย ครกหินอ่อน บรรจุสารลงในหลอดใส่สาร โดยค่อย ๆ ใสสารตัวอย่างทีละน้อย ๆ จนกระทั่งสารตัวอย่างมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันอยู่ในหลอดใส่สาร แล้วนำมาวัดหาค่าแมกเนติกซัสเซปซิบิลิตี้โดยใช้ Magnetic suscepsibiliy balance (JMC)

ในการวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็กของสารประกอบเชิงซ้อนจะต้องทำการ calibrate เครื่องมือที่ใช้ ก่อนโดยการใช้ Mercury tetrathiocyanatocobaltate (II) [$Hg(Co(NCS)_4]$ ซึ่งเป็นสารมาตรฐาน แล้วนำค่าที่วัดได้คือค่า R_0 และ R คำนวณหาค่า χ_g ของสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้โดยใช้สูตร

$$\chi_g = \frac{Cl\,(R - R_0)}{10^9\, m}$$

χ_g = กรัมแมกเนติกซัสเซปซิบิลิตี้

l = ความสูงของสารที่ใส่ในหลอดใส่สารมีหน่วยเป็น เซนติเมตร

C = ค่าคงที่ของเครื่องมือ

R = ค่าที่อ่านได้จากเครื่องมือของสารตัวอย่างที่ใช้ศึกษา

$\mathbf{R_0}$ = ค่าที่อ่านได้จากเครื่องมือของหลอดใส่สาร

m = น้ำหนักสารที่ใช้มีหน่วยเป็นกรัม

แล้วหาค่า χ_m (molar magnetic succesbility) โดย

χ_m = χ_g X MW (มวลโมเลกุลของสารประกอบที่วัดความเป็นแม่เหล็ก)

แล้วหาค่า χ_m^{corr} (correct magnetic succesbility) โดยหาค่า diamagnetic correction ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารที่มี (χ_d)

χ_m^{corr} = χ_m − χ_d (diamagnetic correction ของสารประกอบเชิงซ้อน)[27]

คำนวณ μ_{eff} (โมเมนต์แม่เหล็กยังผล) ในหน่วยโบรแมกนีตรอน (B.M.) โดย