

การทดลอง

2.1 สารเคมี

การทดลองเตรียมและการศึกษาสารประกอบเชิงซ้อนทั้งหมดในการวิจัยครั้งนี้ใช้สารเคมีทั้ง analar grade, laboratory grade และ commercial grade ซึ่งผลิตโดยบริษัทต่าง ๆ ดังนี้

1. Acetic acid glacial, Lab ;  $\text{CH}_3\text{COOH}$

ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England

2. Acetone, A.R.;  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$

ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England

3. Acetone 99 % ;  $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$

ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England

4. Ammonium carbonate, A.R.,  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

ผลิตโดยบริษัท Riedel-Dehaën AG. Seelze-Hannover

5. Ammonium chloride, A.R.,  $\text{NH}_4\text{Cl}$

ผลิตโดยบริษัท Fluka AG, Buchs SG

6. Ammonium thiocyanate, A.R.,  $\text{NH}_4\text{SCN}$

ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England

7. 2,2'-Bipyridine, A.R.,  $\text{N}:\text{CHCH}:\text{CHCH}:\text{CC}:\text{CHCH}:\text{CHCH}:\text{N}$

ผลิตโดยบริษัท Fluka AG, Buchs SG., Switzerland

8. Cobalt chloride hexahydrate, A.R.,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt

9. 1,4-Diaminobutane, AR.,  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_4\text{NH}_2$   
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG. Buchs SG., Switzerland
10. 1,6-Diaminohexane, Lab,  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2$   
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England
11. Diethyl ether, Extra pure,  $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$   
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt
- 
12. Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate, purum  
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG., Buchs SG., Switzerland
13. Dowex-50W x 8 ( $\text{H}^+$  form) ขนาด 50/100 mesh  
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG., Buchs SG., Switzerland
14. Ethanol 95 %,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$   
ผลิตที่จังหวัดขอนแก่น
15. Ethanol absolute, Lab,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$   
ผลิตโดยบริษัท May & Baker Ltd., Dagenham England
16. Ethylenediamine, AR.,  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$   
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG., Buchs SG., Switzerland
17. Hexamethylenetetramine, AR.  
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt
18. Hydrogen peroxide 30 %, AR.,  $\text{H}_2\text{O}_2$   
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt

19. Methanol, Extra pure,  $\text{CH}_3\text{OH}$   
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt
20. Nitric acid, AR.,  $\text{HNO}_3$   
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt
21. Perchloric acid 60 %, AR.,  $\text{HClO}_4$   
ผลิตโดยบริษัท Ajax Chemicals Ltd., Sydney-Melbourne
- 
22. Potassium chloride, Lab,  $\text{KCl}$   
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England
23. Potassium hydrogen carbonate, AR.,  $\text{KHCO}_3$   
ผลิตโดยบริษัท Hopkin & Williams Ltd.
24. Potassium nitrite, Lab,  $\text{KNO}_2$   
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England
25. Phosphorus pentoxide, AR.,  $\text{P}_2\text{O}_5$   
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG. Buchs SG.
26. Pyridine, AR.,  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$   
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt
27. Sodium nitrite, AR.,  $\text{NaNO}_2$   
ผลิตโดยบริษัท Riedel-De haen AG. Seelze-Hammover
28. Sulphuric acid 98 %, Lab,  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole England

29. Xylenol orange, AR.

ผลิตโดยบริษัท Fluka AG. Buchs SG.

## 2.2 การศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของสารประกอบเชิงซ้อน

### 2.2.1 Infrared spectra

เครื่องมือที่ใช้ได้แก่ Perkin Elmer model 735 B double beam infrared spectrophotometer โดยใช้ KBr disc technique และ calibrate เครื่องมือด้วย polystyrene film

### 2.2.2 Electronic absorption spectra

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ Pye Unicam SP.8000 ศึกษาในช่วง 300-800 nm โดยทำการทดลองในรูปของ solid state diffuse reflectance (Dr)

### 2.2.3 Magnetic susceptibility

นำเอาสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้มาหา magnetic susceptibility โดยใช้ Gouy balance แบบ Electromagnetic type C ของบริษัท Newport instruments method ที่อุณหภูมิ 295.5 องศาเซลวิน และก่อนทำการทดลองทุกครั้งต้อง calibrate sample tube ที่ใช้ด้วย  $\text{HgCo(SCN)}_4$  ซึ่งให้ค่า  $\chi^V = 206.6 \times 10^{-12}$  SI unit ที่ 293 องศาเซลวิน และ  $\chi^V$  จะมีค่าลดลง  $0.629 \times 10^{-12}$  SI unit เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นทุก ๆ 1 องศาเซลวิน

## 2.2.4 การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะในสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้

การหาปริมาณ cobalt ในสารประกอบเชิงซ้อนได้ทำการ

ศึกษา 2 วิธีคือ

### 2.2.4.1 Gravimetric analysis by pyridine method (11)

นำสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้มาประมาณ 0.1-0.2 g (ซึ่งให้ทราบ น.น. แน่นอน) นำไปละลายในกรดไนตริกเข้มข้น 15-25 ml เพื่อให้สารประกอบเชิงซ้อนแตกตัวเป็นไอออน ตั้งทิ้งไว้สักครู่แล้วนำไปตั้งบน hot plate โดยใช้อุณหภูมิไม่สูงนัก เพื่อให้กรดระเหยไปอย่างช้า ๆ จนเกือบหมด เติมน้ำกลั่น 100 ml แล้วทำให้สารละลายเป็นกลางด้วยการเติมสารละลาย NaOH ลงไปที่ละหยด ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส และ pH paper จากนั้นเติม  $\text{NH}_4\text{SCN}$  1 g ลงในสารละลายที่เป็นกลางแล้วนำขึ้นตั้งบน hot plate จนเดือด เติม pyridine 1-2 ml ขณะเคี่ยวคนแรง ๆ ประมาณ 5 วินาที ยกลงจาก hot plate ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องจะโคตะกอนสีชมพู <sup>ของ  $\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4(\text{SCN})_2$</sup>  กรองตะกอนโดยใช้ sintered glass crucible No.4 ล้างตะกอนด้วยสารละลายที่เตรียมไว้\* ตั้งให้แห้งใน desiccator ประมาณ 20 นาที นำมาชั่งจนได้ น.น. ที่แน่นอน นำผลที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณของโลหะ

\* หมายเหตุ.- วิธีเตรียมสารละลายในการล้างตะกอนโดย pyridine method

สารละลายที่ 1 น้ำกลั่น 100 ml,  $\text{NH}_4\text{SCN}$  0.5 g, pyridine 0.7 ml

" 2 " 85.5 ml, alc.95 % 13.0 ml,  $\text{NH}_4\text{SCN}$  0.1 g

" 3 absolute alc. 25 ml pyridine 2 ml

" 4 absolute ether (sodium dried) 30 ml pyridine 4 หยด

### 2.2.4.2 Complexation titration by EDTA (11)

ชั่งสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมไว้มาประมาณ 0.1-0.2 g (ซึ่งให้ทราบ น.น. แนนอน) แล้วทำการย่อยสารประกอบเชิงซ้อนให้แตกตัวเป็นไอออนเหมือนข้อ 2.2.4.1 จนกระทั่งกรดระเหยไปเกือบหมด จากนั้นเติมน้ำกลั่นแล้วทำสารละลายให้เป็นกลางโดยใช้สารละลาย NaOH และเติมน้ำกลั่นจนสารละลายมีปริมาตร 100 ml ใน Volumetric flask

ดูดสารละลายมาครั้งละ 25 ml ใส่ลงใน conical flask

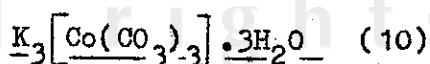
เติมน้ำจมีปริมาตร 100 ml หยด xylenol orange ลงไป 3 หยด เพื่อเป็น indicator ตามด้วยกรดซัลฟูริกเจือจางทีละหยด จนกระทั่งสีของสารละลายเปลี่ยนจากแดงเป็นเหลือง เติมน้ำ hexamine ลงไปครั้งละเล็กน้อยพร้อมทั้งเขย่าจนกระทั่งสารละลายเป็นสีแดงเหมือนเดิม นำสารละลายไปอุ่นจนอุณหภูมิเป็น 40 °C แล้วไทเทรตด้วยสารละลาย EDTA มาตรฐาน เมื่อถึง end point สีจะเปลี่ยนจากแดงเป็นเหลืองส้ม นำผลไปคำนวณหาปริมาณโลหะต่อไป

### 2.2.4.3 การเตรียม sintered glass crucible ก่อนที่จะนำไปใช้

นำมาล้างให้สะอาดแช่ไว้ใน cleaning solution แล้วล้างแช่ไว้ในน้ำกลั่น นำไปอบที่แห้งที่ 100-140 °C ประมาณ 1 ชั่วโมง นำมาทิ้งให้เย็นใน desiccator อย่างน้อยประมาณ 10-15 นาที จึงนำไปใช้ได้

## 2.3 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อน

### 2.3.1 Potassium tris(carbonato)cobaltate(III) trihydrate;



สารนี้ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารประกอบต่าง ๆ ซึ่งมี



### การเตรียมโคคังนี้

สารละลาย ก. ใช้โพแทสเซียมไฮโคโรเจนคาร์โบเนต 20 g (0.2 mol)

ละลายในน้ำ 20 ml ทำให้เย็นใน ice-bath

ข. ใช้โคบอลต์คลอไรด์ ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 10 g (0.042 mol)

ละลายในน้ำ 10 ml เติมไฮโคโรเจนเปอร์ออกไซด์ (30 %)

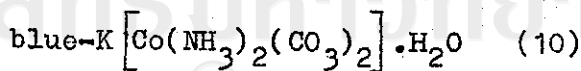
5 ml

นำสารละลาย ข. ค่อย ๆ เผลงในสารละลาย ก. จะปรากฏ  
สารละลายสีเขียวเกิดขึ้นทันที หลังจากนั้นนำไปคนด้วย magnetic stirrer นาน  
30 นาที กรองด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 จะได้สารละลายสีเขียว  
ใสซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโพแทสเซียม ทริส(คาร์โบเนต)โคบอลต์(III) ;  
 $\text{K}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3]$  ใช้เป็นสารตั้งต้น

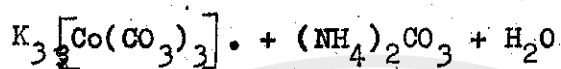
#### หมายเหตุ.-

ในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนของโพแทสเซียม ทริส(คาร์โบ  
เนต)โคบอลต์(III) กับไนโคโรเจนโคเนอร์ลิแกนด์แต่ละครั้งควรเตรียม  
สารตั้งต้นใหม่ทุกครั้ง ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายสีเขียวที่ได้นั้นไวต่อแสง  
ถ้ายังไม่ใช้ในทันทีควรเก็บไว้ในที่มืดและทำให้เย็น

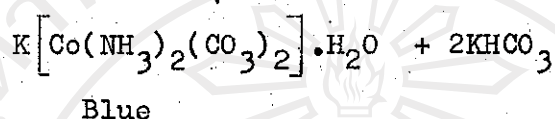
#### 2.3.2 Potassium bis(carbonato)diamminecobaltate(III) monohydrate;



ปฏิกิริยาการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนสารนี้ เป็นปฏิกิริยาการ  
แทนที่หมู่คาร์โบเนต ในสารประกอบเชิงซ้อน Potassium tris(carbonato)cobalt(III);  
 $\text{K}_3[\text{Co}(\text{CO}_3)_3]$  ด้วย ammonia ซึ่งปฏิกิริยานี้เขียนสมการได้ดังนี้

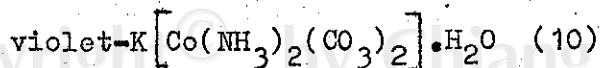


อุณหภูมิประมาณ 10 นาที



ใช้สารประกอบเชิงซ้อน  $K_3[Co(CO_3)_3] \cdot$  ที่เตรียมได้ทั้งหมด จากข้อ 2.3.1 ซึ่งเป็นสารละลายสีเขียวผสมกับ ammonium carbonate 5 g (0.05 mol) นำไปอุ่นบน water bath จนกระทั่งสีเขียวเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน นำสารละลายจุ่มใน ice-bath ทันที ตั้งทิ้งไว้จะมีผลึกเกิดขึ้น กรองผลึกด้วย sintered glass crucible เบอร์ 4 filtrate ที่ได้นำมาเติมเอทานอลเล็กน้อยจนมีผลึกเกิดขึ้น กรองผลึกออกเหมือนครั้งแรก สำหรับ filtrate ที่เหลืออาจจะทำให้ตกผลึกในลักษณะเดียวกันเช่นนี้เรื่อย ๆ ไปจนไม่มีผลึกเกิดขึ้นอีก นำผลึกที่กรองได้ทั้งหมดมารวมกันแล้ว recrystallized ด้วยน้ำกลั่น แล้วปล่อยให้ตกผลึกผลึกที่ได้มีสีน้ำเงิน นำมากรองแล้วล้างผลึกที่ได้ด้วย ethanol (95 %) สุดท้ายทำให้แห้งและเก็บสารไว้ใน vacuum desiccator ที่บรรจุกรดซัลฟูริกได้ yield 72.1 %

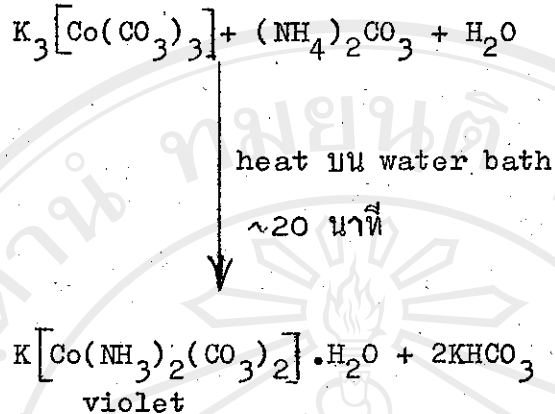
### 2.3.3 Potassium bis(carbonato)diamminecobaltate(III) monohydrate;



ปฏิกิริยาการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนนี้อาจเขียนเป็นสมการ

เคมีได้ดังนี้





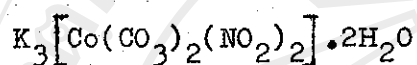
ใช้สารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 ผสมกับ ammonium carbonate 5 g (0.05 ml) นำไปอุ่นบน water bath จนกระทั่งสีเขียวเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินและเปลี่ยนเป็นสีม่วงในที่มืด นำสารละลายสีม่วงที่ได้ไปทำให้เย็นใน ice bath และเติม ethanol (95 %) จำนวนมากพอควรลงไปจะมีผลึกสีม่วงเกิดขึ้น กรองและล้างผลึกด้วย ethanol (95 %) และ ether ตามลำดับ ทำให้แห้งโดยเก็บไว้ใน vacuum desiccator ที่มีกรดซัลฟูริกบรรจุอยู่ได้ yield 45.7 %

2.3.4 Potassium carbonatotrinitroamminecobaltate(III) monohydrate ;  $\text{K}_2[\text{CoCO}_3(\text{NO}_2)_3\text{NH}_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$  (9)

ใช้ ammonium chloride 1.6 g (0.03 mol) และ sodium nitrite 10 g (0.15 mol) เติมลงในสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากหัวข้อ 2.3.1 นำไปอุ่นบน water bath จนกระทั่งสีเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลม่วง ทำสารละลายให้เป็นกรดด้วย 6 N acetic acid 20 ml สีเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลส้ม นำไปอุ่นบน water bath อุณหภูมิประมาณ 50°C จนกระทั่งสารละลายขุ่นมีตะกอนเกิดขึ้น กรองด้วย sintered glass crucible no.4, ปล่อยให้ filtrate ให้เย็นลงจะมีตะกอนสีน้ำตาลส้มเกิดขึ้น กรอง และนำตะกอนที่กรองได้มาละลายด้วยน้ำอุ่นเล็กน้อยแล้วกรอง

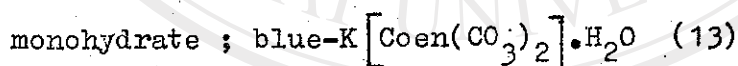
เอาสิ่งเจือปนออก filtrate เก็บไว้ในตู้เย็นตลอดคืน ได้ผลึกสีน้ำตาลส้ม กรอง ล้าง  
ผลึกด้วย ethanol ปริมาณเล็กน้อยเก็บและทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่  
บรรจุ  $P_2O_5$  ได้ yield 30.5 %

2.3.5 Potassium bis(carbonato)dinitrocobaltate(III) dihydrate ;



ชั่งโพแทสเซียมไนไตรต์ 10 g (0.12 mol) เติมลงในสาร  
ละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 นำมาอุ่นบน water bath จนสีเปลี่ยน  
เป็นสีแดงเข้ม นำสารละลายไปแช่ใน ice bath ทันทีจะมีตะกอนเกิดขึ้นซึ่งอาจเป็น  
ตะกอนของโพแทสเซียมไนไตรต์ กรองตะกอนออก นำ filtrate ใส่ใน petri-  
dish ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1-2 วัน จะมีผลึกสีแดงเข้มเกิดขึ้น กรอง และ  
ล้างผลึกด้วย ethanol (95 %) และ ether การเก็บและทำให้สารแห้งเหมือนข้อ  
2.3.4 ได้ yield 65.7 %

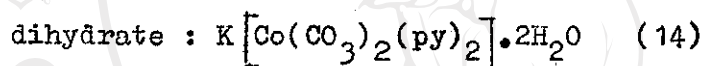
2.3.6 Potassium bis(carbonato)ethylenediaminecobaltate(III)



นำสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 ตั้งทิ้งไว้  
1 ชั่วโมง แล้วเติม 1 M en (0.05 mol) และ 2 M  $HClO_4$  อย่างละ 8 ml  
stir ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1 ชั่วโมง หลังจากนั้น heat  $40^\circ C$  2 ชั่วโมง จะได้  
สารละลายสีม่วงทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง กรองเพื่อกำจัด  $K_3[Co(CO_3)_3]$  ซึ่งมีสีเขียว  
และเป็นส่วนที่ไม่ทำปฏิกิริยา จากนั้นนำ filtrate ไปทำให้เข้มข้นขึ้นโดยใช้ Rotary  
evaporator และผ่านลงบน Dowex 50W-X8 column 50-100 mesh,  $K^+$  form

(ใช้ Dowex 50W-X8, H<sup>+</sup> form นำมาเปลี่ยนเป็น K<sup>+</sup> form) จะเห็นสีแดงของ Co(en)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub><sup>+</sup> ที่คอกอยู่บน column ส่วนสีน้ำเงินของ Co(en)(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>-</sup> ล้างด้วยน้ำกลั่น เก็บสารละลายสีน้ำเงินที่ล้างออกมาจาก column ไว้ หลังจากนั้นทำให้เหลือปริมาตร 2.5 ml โดยใช้ Rotary evaporator แล้วทำให้เย็น กรองเอาตะกอนของ KHCO<sub>3</sub> ออกเติม absolute ethanol เล็กน้อย ตั้งทิ้งไว้ค้างคืนจะมีตะกอนสีน้ำเงินเกิดขึ้น กรองและล้างตะกอนด้วย absolute ethanol เก็บและทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่มี P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> อยู่ด้วยได้ yield 0.7 %

### 2.3.7 Potassium bis(carbonato)bis(pyridine)cobaltate(III)



เติม pyridine 5 ml (0.062 mol) ลงในสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 stir ใน ice-bath ประมาณ 20 นาที สีของสารละลายเปลี่ยนเป็นสีม่วง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 100 ชั่วโมง (4-5 วัน) หลังจากนั้นเติม ice-cold acetone ลงไปประมาณ 200 ml และ stir 30 นาที จะมีตะกอนสีม่วงเข้มเกิดขึ้นเทั่วทำละลาย (อะซิโตน) ออกล้างด้วย anhydrous acetone ประมาณ 100 ml 3 ครั้ง extracted ด้วย ice-cold ethanol จำนวนน้อย ๆ (ประมาณ 30 ml) ได้สารละลายสีม่วงน้ำเงินเกิดขึ้น เติสารละลายนี้ลงใน ice-cold anhydrous acetone 200 ml จะมีตะกอนสีม่วงน้ำเงินเกิดขึ้น กรองและล้างตะกอนด้วย anhydrous acetone และทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่มี P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ได้ yield 9.7 %

All rights reserved

2.3.8 Potassium bis(carbonato)(2,2'-bipyridine)cobaltate(III)  
monohydrate ; K [Co(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>(bipy)]·H<sub>2</sub>O

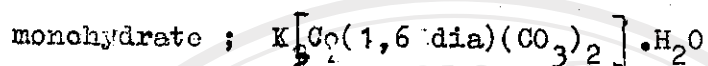
นำสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 มาเติม 2,2'-bipyridine 3 g (0.02 mol) ซึ่งละลายในเอทานอล 7 ml คนนานประมาณ 30 นาที สีเปลี่ยนจากเขียวเป็นสีส้มมีตะกอนเกิดขึ้น กรองเอาตะกอนสีส้มออก นำมาละลายในเอทานอล (95 %) เติลงใน acetone ที่เย็น stir 30 นาที กรองเอาตะกอนสีส้มออกล้างด้วย acetone และทำให้แห้งใน vacuum desiccator ได้ yield 44.9 %

หนึ่งในการเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนนี้มีอีกวิธีหนึ่งซึ่งเตรียมได้ดังนี้ นำสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 เติม 2,2'-bipyridine 3 g (0.02 mol) ซึ่งละลายในเอทานอล 7 ml อุณหภูมิ water bath พร้อมกับเขย่าจนสารละลายเข้ากันดี สีของสารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลแดง นำไปจุ่มใน ice bath ทันที ทั้งทิ้งไว้มีผลึกสีส้มเกิดขึ้น กรองและล้างผลึกด้วยเอทานอล (95 %) และ acetone ทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่มี P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> อยู่ได้ yield 39.4 %

2.3.9 Potassium bis(carbonato)1,4-diaminobutanecobaltate(III)  
monohydrate ; K [Co(1,4-dia)(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]·H<sub>2</sub>O

นำสารละลายสีเขียวที่เตรียมได้ทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 มาเติม 1,4-diaminobutane 5 g (0.06 mol) นำไปอุณหภูมิ water-bath พร้อมกับเขย่าแรง ๆ สีเปลี่ยนจากเขียวเป็นสีน้ำเงิน หลังจากนั้นนำไปทำให้เข้มข้นขึ้นโดยใช้ Rotary evaporator ที่อุณหภูมิต่ำ ๆ จนสารละลายแห้งและมีตะกอนสีน้ำเงินเกิดขึ้น เทเอาตะกอนออก ล้างตะกอนด้วย acetone และทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่บรรจุ P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ได้ yield 71.9 %

2.3.10 Potassium bis(carbonato)1,6-diaminohexanecobaltate(III)



นำสารละลายสีเขียวทั้งหมดจากข้อ 2.3.1 มาเติม 1,6-diaminohexane 5 g (0.04 mol) หลังจากนั้นเติม ice-cold acetone 50 ml คนประมาณ 30 นาที จะมีตะกอนสีน้ำเงินเกิดขึ้น กรองตะกอนออกนำมาละลายในเอทานอลที่เย็นจะได้สารละลายสีน้ำเงิน จากนั้นเทลงใน ice-cold acetone stir นาน 30 นาที ได้ตะกอนสีน้ำเงิน กรองและล้างตะกอนด้วย anhydrous acetone 2 ครั้ง ทำให้แห้งใน vacuum desiccator ที่บรรจุ  $P_2O_5$  ได้ yield 46.9 %