การหาโครงสร้างของโคบอลต์ทังสเตทโดยวิธีดิฟแฟรกชันของรังสีเอกซ์

นางสาวอัญชรี มีทอง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. ๒๕๑๙

STRUCTURAL DETERMINATION OF COBALT TUNGSTATE BY X-RAY DIFFRACTION METHOD

MISS UNCHAREE METHONG

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1976

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfilment of the requirements for the degree of Master of Science.

.....
(Professor Dr. Visid Prachuabmoh)
Dean

Thesis Committee..... Chairman
(Assistant Professor Dr. Salag Dhabanandana)

..... Adviser
(Assistant Professor Supanich Pramatus)

..... Member
(Assistant Professor Surang Anugul)

..... Member
(Assistant Professor Dr. Phathana Phavanantha)

..... Member
(Mr. Narong Sukapaddhanadhi)

Thesis Advisor: Assistant Professor Supanich Pramatus

Thesis Title : Structural Determination of Cobalt Tungstate by X-ray Diffraction Method

By : Miss Uncharee Methong

Department : Chemistry

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การหาโครงสร้างของโคบอลต์ทังสเตทโดยวิธีดิฟแฟรกชันของรังสีเอกซ์

ชื่อ นางสาวอัญชรี มีทอง แผนกวิชาเคมี

ปีการศึกษา ๒๕๑๙

บทคัดย่อ

โคบอลต์ทังสเตท($CoWO_4$) ที่ผลึกให้ละเอียดมีโมโนคลินิก โดยมีค่ามิติของเซลล์ a = 4.678 $\pm$ 0.001, b = 5.684 $\pm$ 0.001, c = 4.949 $\pm$ 0.001 ยังสตรอม β = 90.04 $\pm$ 0.03 องศา, ปริมาตรของเซลล์ = 131.61 ลูกบาศก์อังสตรอม ค่าความหนาแน่น D_m = 7.75 $\pm$ 0.02 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรที่อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส D_x = 7.744 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หมู่สมมาตรสามมิติ P2/c และ Z = 2 การหาโครงสร้างโดยดิฟแฟรกชันของรังสีเอกซ์ใช้วิธีฟูเรียร์และอะตอมหนัก (Fourier and heavy atom methods) ตำแหน่งอะตอมของออกซิเจนได้จากการสังเคราะห์ ΔF การปรับค่าอย่างละเอียดของตำแหน่งและพารามิเตอร์เนื่องจากความร้อนแบบไอโซโทรปิคของอะตอมต่าง ๆ ใช้วิธีลีสสแควร์เมทริกครบล้วน (full matrix least squares method) ซึ่งให้ค่า R = 0.09 สำหรับ $I_{obs} > 2.5\sigma(I)$ จากการทดลอง

ผลการทดลองพบว่า อะตอมของออกซิเจนจะจัดตัวซ้อนกันแบบเฮคซะโกนอลที่บิดไป (distorted hexagonal close packing) โดยมีอะตอมของโคบอลต์และทังสเตนบรรจุอยู่ในหนึ่งในสี่ของช่องออคตะฮีดรอน ออคตะฮีดรอนของ CoO_6 หรือ WO_6 อย่างเดียวกันจะเชื่อมกันด้วยขอบ แต่ถ้าต่างชนิดกันจะเชื่อมกันด้วยมุม

Thesis Title Structural Determination of Cobalt Tungstate by X-ray Diffraction Method.

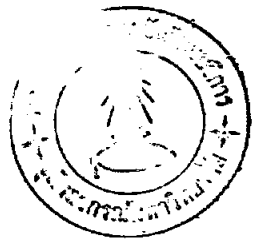
Name Miss Uncharee Methong Department of Chemistry

Academic Year 1976

ABSTRACT

Cobalt tungstate, $CoWO_4$, crystallizes in the monoclinic system with cell dimensions a = 4.678 ± 0.001, b = 5.684 ± 0.001, c = 4.949 ± 0.001 Å, β = 90.04 ± 0.03°, V = 131.61 Å^3, D_m = 7.75 ± 0.02 g.cm^{-3} at 28°C, D_x = 7.744 g.cm^{-3}, space group P2/c and Z = 2. The structure has been determined by X-ray diffraction using Fourier and heavy atom methods. The difference synthesis was used to locate the oxygen atoms. Positional and isotropic thermal parameters were refined by the full matrix least squares method to a final R index of 0.09 for 225 independent observed reflections.

The structure of $CoWO_4$ is based on a distorted hexagonal close packing of oxygen atoms with cobalt and tungsten atoms each occupying one-fourth of the octahedral interstices. The similar octahedra of CoO_6 or WO_6 are joined by edges and the different octahedra by corners.



Acknowledgements

I wish to express my sincere thanks to Assistant Professor Supanich Pramatus for her constant encouragement and much valuable advice during all stages of this work. I am greatly indebted to Assistant Professor Dr. Salag Dhabanandana for special assistance and closely following this research. I am grateful to Archan Chaon Pontchour for her stimulating interest as well as for many useful suggestions. I also wish to express my appreciation to Assistant Professor Dr. Phathana Phavanantha, Assistant Professor Surang Anugul and Assistant Professor Srinuan Thanomkul for many valuable suggestions. Grateful appreciation and thanks are due to Archan Rosna Achakit who provides the basis of the Structural Inorganic Chemistry and many helpful suggestions in this research. I would like to acknowledge the contributions of Assistant Professor Dr. Bhiyayo Panyarjun for his kindness to improve the microdensitometer for intensity measurement. I also wish to express my deep gratitude to Mr. Pramode Chalugune, Mr. Narongsak Chaichit and many other friends who assisted me in various ways.

I greatly appreciate the kindness of Professor Vichai Hayodom, Head of Physics Department, for his permission to use the X-ray Laboratory. Appreciation and thanks are due to Assistant Professor Somchai Thayarnyong and Computer Service Center, Chulalongkorn University, for lending me the magnetic tapes used in the calculations and providing facilities in using NEAC compu-

ter. Thanks are also due to the Staff of the Bangkok Data Center Co. Ltd. for good cooperation in running CDC 3100 computer.

All computing programs and some basic equipments are provided by Professor R. Liminga and Professor S. Rundqvist, Institute of Chemistry, financial support by International Seminar, University of Uppsala, Uppsala, Sweden. These are gratefully acknowledged.

I am grateful to the University Development Commission for financial support for this work.

CONTENTS

LIST OF TABLES

TABLE PAGE

LIST OF FIGURES

FIGURE PAGE