

การเตรียมนิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลต

เพื่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโน

PREPARATION OF NICKEL-IRON GLYCEROLATE

FOR NANOPARTICLE SYNTHESIS



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ปีการศึกษา 2565 นี้ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION OF NICKEL-IRON GLYCEROLATE

FOR NANOPARTICLE SYNTHESIS



CHANISARA SUMUNGKALANURUK

SOOMYANISA MITWONG

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR

THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)

DEPARTMENT OF CHEMISTRY, SCHOOL OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ACADEMIC YEAR 2022
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเตรียมนิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตเพื่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโน
ชื่อนักศึกษา	นางสาวชนิสรา สุ่มังคลานุรักษ์ รหัสนักศึกษา 62050273 นางสาวโสมย์ญาณิศา มิตรวงศ์ รหัสนักศึกษา 62050352
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2565
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตเพื่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโนจากกลีเซอรอลและสารตั้งต้นโลหะที่เป็นไอรอน (III) ในเตรทโนนะไฮเดรตและนิกเกิล (II) ในเตรทเฮกซีไฮเดรต อัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารตั้งต้นไอรอน (III) ในเตรทโนนะไฮเดรตและนิกเกิล (II) ในเตรทเฮกซีไฮเดรตกับกลีเซอรอล 1:1, 1:2, 1:4, 1:200 และ 1:400 ด้วยการให้ความร้อน 2 วิธี ได้แก่ เต้าหุุมให้ความร้อนและไม่โครเวฟ โดยใช้เวลาและอุณหภูมิแตกต่างกันเพื่อนำมาเปรียบเทียบร้อยละผลผลิต รวมถึงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM-EDS, FT-IR และ TGA แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนโมลที่ 1:200 และ 1:400 สามารถสังเคราะห์เป็นนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตได้ ยืนยันจากพีคที่ปรากฏขึ้นในสเปกตรัม วิธีการให้ความร้อน อุณหภูมิและอัตราส่วนโมลจากสารตั้งต้นมีผลต่อร้อยละผลผลิต โดยอัตราส่วนที่สังเคราะห์ได้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดคือ 1:200 ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส โดยการให้ความร้อนด้วยเต้าหุุม และเมื่อคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยหลังการเผาเพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนที่ 500 และ 700 องศาเซลเซียส ขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่เล็กที่สุดหลังการเผาคือ 2.59 นาโนเมตร สังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนโดยโมล 1:200 ให้ความร้อนด้วยเต้าหุุมและเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

คำสำคัญ : กลีเซอรอล, เมทัลกลีเซอโรเลต, สารตั้งต้น, เต้าหุุม, ไมโครเวฟ, รีฟลักซ์, อนุภาคนาโน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Preparation of nickel-iron glycerolate for nanoparticle synthesis
Students	Miss Chanisara Sumungkalanuruk Student ID 62050273 Miss Soomyanisa Mitwong Student ID 62050352
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)
Department	Chemistry
School	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2022
Advisor	Asst.Prof.Dr. Pesek Rungrojchaipon

Abstract

This work is studying about preparation of nickel-iron glycerolate for nanoparticle synthesis from reacting glycerol with iron (III) nitrate nonahydrate and nickel (II) nitrate hexahydrate. The molar ratios between iron (III) nitrate nonahydrate and nickel (II) nitrate hexahydrate with glycerol were 1:1, 1:2, 1:4, 1:200, and 1:400. The reactions were conducted using heating mantle and microwave heating methods, with different times and temperatures to compare the percentage of yield. Including XRD, SEM-EDS, FT-IR and TGA analysis showed that 1:200 and 1:400 molar ratio synthesis can synthesize nickel-iron glycerolate. Confirmed by peaks appearing in the spectrum. The heating method, temperature, and molar ratios of precursor had an impact on the percent yield. The ratio that yielded the highest percentage of synthesis was 1:200 at 200 °C by heating mantle. When calculating the average particle size after sintering for the synthesis of nanoparticles at 500 and 700 °C, the smallest average particle size was 2.59 nm, synthesized by molar ratio of 1:200 and heated by heating mantle. It was found that calcined at 500 °C had the smallest nanoparticles.

Keywords : glycerol, metalglycerolate, precursor, heating mantle, microwave, reflux, nanoparticle

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีและมีความถูกต้องในเนื้อหา เนื่องจากความช่วยเหลือและความร่วมมือของบุคคลหลาย ๆ ฝ่าย ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาในโครงการพิเศษนี้ที่คอยให้คำปรึกษาดูแลและให้คำแนะนำที่ดีตลอดจนให้ความกรุณาช่วยเหลือในการตรวจสอบและแก้ไขเนื้อหาที่มีความบกพร่องในโครงการพิเศษนี้จนกระทั่งเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณ ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล และรศ.ดร.มนตรี ทองคำ ผู้เป็นคณะกรรมการให้กับโครงการพิเศษฉบับนี้ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและข้อเสนอแนะตลอดจนแก้ไขข้อผิดพลาดเพิ่มเติมในการทำโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์สารด้วยเครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric Analyzer, TGA) และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ให้ความอนุเคราะห์ในการตรวจวิเคราะห์สารด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer, XRD) เพื่อตรวจวิเคราะห์ผลของตัวอย่างในโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ปฏิบัติการเคมีและเจ้าหน้าที่ห้องธุรการภาควิชาเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการทำโครงการพิเศษนี้ให้สำเร็จไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณบิดา-มารดา ที่ให้โอกาสได้รับการศึกษา ตลอดจนคอยเลี้ยงดูและอบรมสั่งสอนเป็นกำลังใจสำคัญรวมทั้งเป็นแรงผลักดันในการทำโครงการพิเศษนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี และขอบคุณเพื่อน ๆ รวมถึงบุคคลอื่น ๆ ที่ไม่ได้กล่าวมา ที่คอยให้ความช่วยเหลือต่าง ๆ คณะผู้จัดทำโครงการพิเศษขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

ชนิสรา สุ่มังคลานุรักษ์
โสมย์ญาณิศา มิตรวงศ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 กลีเซอรอล.....	5
2.1.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอล.....	5
2.2 ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต.....	5
2.2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต.....	5
2.3 นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต.....	6
2.3.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต.....	6
2.4 การนำเมทัลลิกซีโรเลตไปใช้ประโยชน์.....	6
2.5 การให้ความร้อนปฏิกิริยา.....	7
2.5.1 การให้ความร้อนด้วยเตาหลุมให้ความร้อน.....	8
2.5.2 การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ.....	8
2.6 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	9
2.6.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	9
2.6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	9
2.6.3 เครื่องฟลูอริเมตริคอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	10
2.6.4 เครื่อง Thermogravimetric Analysis.....	11
2.6.5 เครื่องวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค.....	12
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1 วัสดุอุปกรณ์	23
3.2 สารเคมี	23
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์	24
3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	25
3.4.1 การสังเคราะห์นิกเกิล-ไฮดรอกไซด์ด้วยเตาหลุม (heating mantle)	26
3.4.2 การสังเคราะห์นิกเกิล-ไฮดรอกไซด์ด้วยไมโครเวฟ (Microwave).....	27
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	29
4.1 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลและอุณหภูมิที่ แตกต่างกันด้วยเตาหลุม	30
4.2 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลและอุณหภูมิที่ แตกต่างกันด้วยไมโครเวฟ	33
4.3 การตรวจวัดเอกลักษณ์ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์	34
4.3.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้ด้วย เครื่อง X-ray diffraction (XRD).....	34
4.3.2 การวิเคราะห์ขนาดผลึกของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้ด้วย เครื่อง Scanning electron microscopy (SEM)	39
4.3.3 การวิเคราะห์ขนาดผลึกของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้ด้วย กล้องจุลทรรศน์ (microscope).....	42
4.3.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้ด้วย เครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)	43
4.3.5 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA)	45
4.3.6 การวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ด้วยเครื่อง Particle Analyzer	47
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	50
5.1 สรุปผลการวิจัย	50
5.2 ข้อเสนอแนะ	50
เอกสารอ้างอิง	52
ภาคผนวก.....	57
ภาคผนวก ก.....	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สภาวะในการเตรียมเมทัลลิสเซอโรเลตในการนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ.....	7
3.1 แสดงสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุม	27
3.2 แสดงสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยไมโครเวฟ	28
4.1 แสดงร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตในสภาวะที่แตกต่างกัน ด้วยเตาหลุม	29
4.2 แสดงร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตในสภาวะที่แตกต่างกัน ด้วยไมโครเวฟ	32
4.3 แสดงขนาดของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ในสภาวะที่แตกต่างกัน	35
4.4 แสดงขนาดของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้และนำไปผ่านการเผาเพื่อ สังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคนาโน.....	37
4.5 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่ สังเคราะห์ได้ด้วยสภาวะที่แตกต่างกัน	48
4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่ สังเคราะห์ได้และผ่านการเผาเพื่อสังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคนาโนด้วยสภาวะที่แตกต่างกัน.....	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 โครงสร้างของกลีเซอรอล.....	1
1.2 การสังเคราะห์โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น.....	2
1.3 การประยุกต์ใช้เมทัลกลีเซอโรเลตในด้านต่าง ๆ.....	3
2.1 โครงสร้างของกลีเซอรอล.....	5
2.2 โครงสร้างของไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต.....	6
2.3 โครงสร้างของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต.....	6
2.4 เตาทลุมให้ความร้อน (Heating mantle).....	8
2.5 เครื่องไมโครเวฟทางเคมี (Microwave chemical reactor).....	8
2.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิงค์กลีเซอโรเลต.....	12
2.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ a) CaCO_3 , b) Ca(OH)_2 , c) CaO and d) CaDG และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วจากการทดลอง e) CaCO_3 , f) Ca(OH)_2 , g) CaO and h) CaDG ..	13
2.8 กลไกสำหรับการเกิด CaG ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์ PGs จากกลีเซอรอล.....	13
2.9 โครงสร้างของ a.ซิลิกอนเตตระกลีเซอโรเลต b.โบรอนปิสกลีเซอโรเลต c.ซิงค์โมโนกลีเซอโรเลต.....	15
2.10 โครงสร้างของซิลิกอน-ซิงค์-โบรอนกลีเซอโรไฮโดรเจล.....	16
2.11 กลไกการเจริญเติบโตของการฉายรังสีไมโครเวฟของสารตั้งต้นอนินทรีย์สามชนิดที่แตกต่างกันในตัวทำละลายกลีเซอรอล.....	17
2.12 การสแกนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ Zn(gly) ที่เตรียมได้.....	18
2.13 รูปแบบ XRD ของแมงกานีส (II) กลีเซอโรเลต.....	18
2.14 รูปแบบ XRD ของการเตรียมไอรอนกลีเซอโรเลตและภาพ SEM ของไอรอนกลีเซอโรเลต.....	19
2.15 รูปแบบของวิธีการเตรียมเมทัล (นิกเกิล-โครเมียม-ไอรอน) กลีเซอโรเลต.....	20
2.16 รูปแบบ XRD ของเมทัล (La, Fe และ Al) กลีเซอโรเลต.....	21
2.17 ภาพแสดงแผนผังการเติบโตของวัสดุ $\text{CoG@Ni}_3(\text{NO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_4$	21
2.18 รูปแบบ XRD ของนิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลต.....	22
2.19 ภาพ SEM ของนิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลต.....	22
4.1 FTIR spectrum ของการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่อัตราส่วน 1:2 ที่อุณหภูมิ 100 °C เทียบจากงานวิจัยอ้างอิง.....	30
4.2 XRD pattern ของ ก) อัตราส่วนโดยโมล 1:2 ให้ความร้อนจากเตาทลุมที่อุณหภูมิ 100 °C ข) เทียบกับงานวิจัยอ้างอิง.....	31

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิล
ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 32

4.4 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิล
ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:400 33

4.5 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิลไอรอน
กลีเซอโรเลตด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 34

4.6 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล
1:200 ที่อุณหภูมิ 200 °C..... 35

4.7 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วนโมล
1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C 35

4.8 XRD pattern ของ NiFe₂O₄ nanoparticles จากงานวิจัยอ้างอิง 37

4.9 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมและผ่านการเผาที่
อุณหภูมิ 500 และ 700 °C..... 37

4.10 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้จากไมโครเวฟและผ่านการ
เผาที่อุณหภูมิ 500 และ 700 °C..... 38

4.11 SEM image ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ที่(ก) และ ข) ด้วยเตาหลุม
อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ค) และ ง) ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วน 1:400
อุณหภูมิ 200 °C, จ) และ ฉ) ไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 °C 39

4.12 SEM image ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ที่นำไปเผาแล้ว
a), b) และ c) ที่อุณหภูมิ 500°C d), e) และ f) ที่อุณหภูมิ 700°C..... 40

4.13 EDX maps ของ ก) นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล
1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ข) sum spectrum ของ นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้
ด้วยเตาหลุม ที่อัตราส่วนโมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C 41

4.14 EDX map ของ ค) นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วนโมล
1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ง) sum spectrum ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วย
วิธีไมโครเวฟ ที่อัตราส่วนโมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C 41

4.15 นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 10 เท่า
ก) สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 160°C, ข) 180°C, ค) 200°C,
ง) สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วน 1:400 อุณหภูมิ 160°C, จ) 180°C, ฉ) 200°C,
ช) สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 160°C, ซ) 180°C, ฅ) 200°C..... 42

4.16 FTIR spectrum ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล
1:200 ในอุณหภูมิที่แตกต่างกัน..... 43

4.17 FTIR spectrum ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:400 ในอุณหภูมิที่แตกต่างกัน..... 44

4.18 FTIR spectrum ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 ในอุณหภูมิที่แตกต่างกัน..... 44

4.19 TGA-DTG ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 180 °C..... 45

4.20 TGA-DTG ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:400 200 °C..... 46

4.21 สารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยผ่านการ Sonication a) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C, b) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C, c) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C, d) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C, e) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C, f) สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C..... 48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

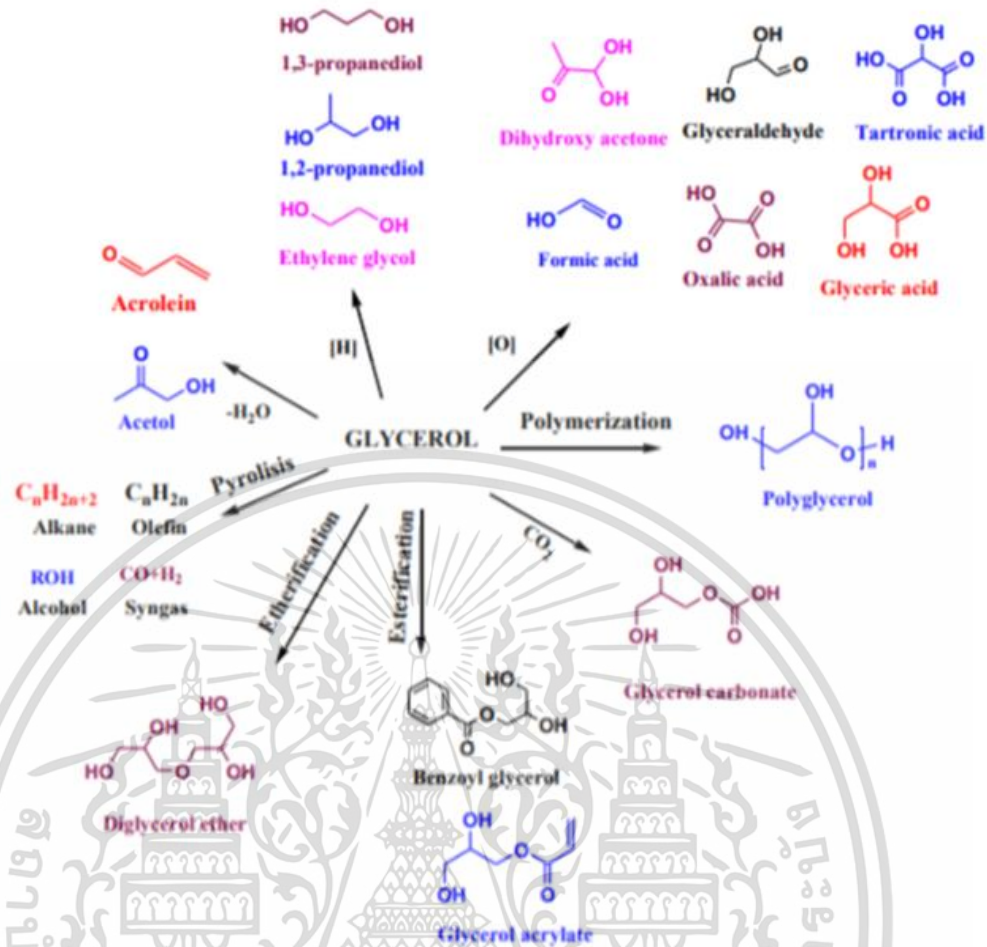
1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

การปล่อยก๊าซเรือนกระจกซึ่งมาจากกิจกรรมของมนุษย์นั้นเป็นส่วนหนึ่งของการเกิดภาวะโลกร้อน หนึ่งในนั้นคือการผลิตเชื้อเพลิงเพื่อเป็นแหล่งพลังงาน เช่น เชื้อเพลิงฟอสซิล ซึ่งเป็นแหล่งพลังงานที่ก่อให้เกิดผลกระทบตามมา เพื่อลดผลกระทบดังกล่าวจึงต้องใช้เชื้อเพลิงที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากขึ้นหนึ่งในนั้น คือ เชื้อเพลิงชีวภาพได้แก่ ไบโอดีเซล การผลิตไบโอดีเซลนั้นสามารถผลิตได้หลายวิธีแต่วิธีที่นิยมได้แก่ปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอริฟิเคชันซึ่งเกิดเป็นผลิตภัณฑ์กลีเซอรอลด้วย [1]



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของกลีเซอรอล [1]

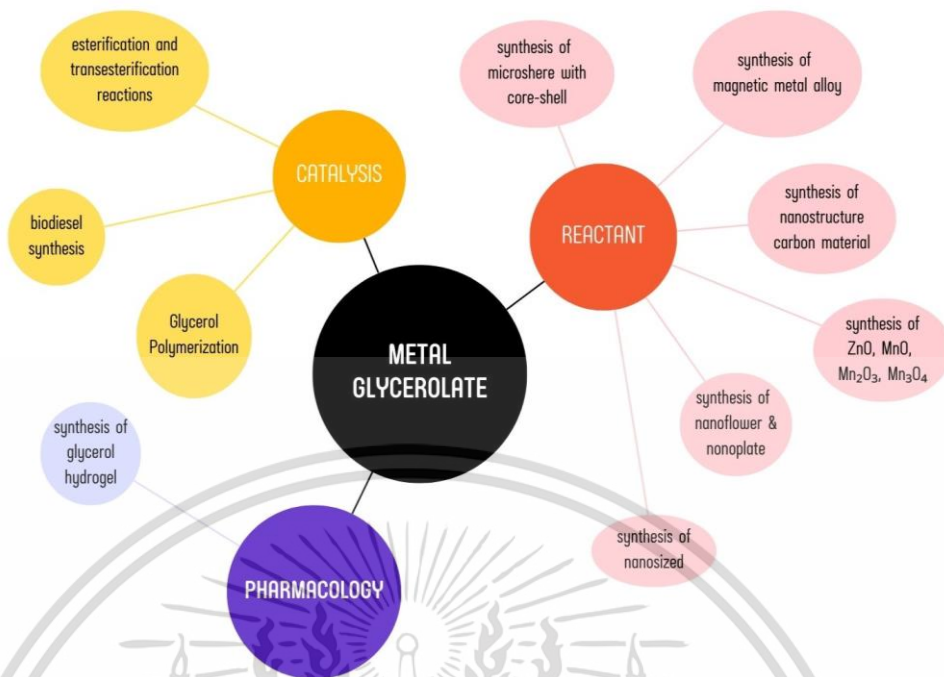
การผลิตไบโอดีเซลที่เพิ่มสูงขึ้นเนื่องจากความต้องการที่มากขึ้นจึงส่งผลให้ปริมาณของกลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้นด้วยเช่นกัน แต่กลีเซอรอลนั้นมีมูลค่าที่ค่อนข้างต่ำเพื่อใช้ประโยชน์สูงสุดจากกลีเซอรอลจึงได้มีการทำให้กลีเซอรอลนั้นมีมูลค่าที่เพิ่มมากขึ้นหลากหลายวิธี



รูปที่ 1.2 การสังเคราะห์โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น [1]

หนึ่งในวิธีที่น่าสนใจคือการใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์เมทัลลิกซีโอโรเลต ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้โดยการให้ความร้อนแกโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์หรือเกลือบางชนิดด้วย กลีเซอรอลที่อุณหภูมิสูงกว่า 110 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดสารเชิงซ้อนของโลหะที่เป็นผลึก [2] เมทัลลิกซีโอโรเลตสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆได้อย่างหลากหลาย เช่น การประยุกต์ใช้เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา ทางด้านเภสัชวิทยา การนำไปใช้เป็นสารตั้งต้น เป็นต้น ในบทความนี้ได้รวบรวมการ นำเมทัลลิกซีโอโรเลตด้วยสารประกอบโลหะต่าง ๆ ไปใช้ประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมต่าง ๆ เพื่อจะ เป็นประโยชน์สำหรับผู้ทำการศึกษาและวิจัยต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1.3 การประยุกต์ใช้เมทัลกลีเซอโรเลตในด้านต่าง ๆ

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

- 1) เพื่อศึกษากระบวนการสังเคราะห์เมทัลกลีเซอโรเลตจากสารตั้งต้น Iron(III) nitrate nonahydrate และ Nickel(II) nitrate hexahydrate
- 2) เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จากสภาวะที่แตกต่างกัน
- 3) เพื่อศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาในกระบวนการสังเคราะห์เมทัลกลีเซอโรเลต

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1) ศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตโดยการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมที่อุณหภูมิแตกต่างกัน โดยใช้อัตราส่วนโดยโมล 1:1, 1:2, 1:4 ที่อุณหภูมิ 100, 150 และ 200 องศาเซลเซียสตามลำดับและใช้อัตราส่วนโดยโมล 1:200 และ 1:400 ที่อุณหภูมิ 160, 180 และ 200 องศาเซลเซียสตามลำดับ
- 2) ศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตโดยการให้ความร้อนด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลจากการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมและใช้อุณหภูมิ 100, 150,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 200 และที่อุณหภูมิ 160, 180 และ 200 องศาเซลเซียสตามลำดับ ซึ่งประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีต่างๆ ได้แก่ วิเคราะห์เอกลักษณ์เพื่อตรวจสอบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ตามสภาวะต่าง ๆ เป็นนิกเกิล ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเครื่อง XRD SEM FTIR TGA และ Particle analyzer

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเพื่อการสังเคราะห์เมทัลกลีเซอโรเลตจากการใช้สารตั้งต้นโลหะที่เป็นไอรอน (III) ไนเตรท โนบะไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรท เฮกซีไฮเดรตกับกลีเซอรอลที่มีประสิทธิภาพสูงสุด
- 2) สามารถนำเมทัลกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเพื่อใช้ประโยชน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

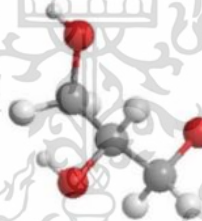
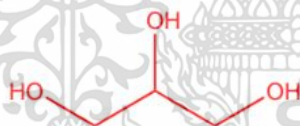
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กลีเซอรอล

2.1.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอล

กลีเซอรอล (glycerol) หรือ กลีเซอริน (glycerin, glycerine) ชื่อที่มาจากคำในภาษากรีกว่า glykys หมายถึงความหวาน สารประกอบอินทรีย์ที่มีสูตรเคมีคือ $C_3H_8O_3$ เป็นของเหลวที่ไม่มีสี มีความหนืดและมีรสหวาน ละลายได้ดีทั้งในน้ำ เมทานอล เอทานอล ไอโซ-เมอร์ของโพรพานอล บิวทานอล เพนทานอล รวมทั้งฟีนอลไกลคอล โพรเพนไดออลเอมีน และสารประกอบที่เป็นเฮเทอโรไซคลิกไดเอทิลอีเทอร์ เอทิลเอสเทอร์ และ ไดออกเซน ไม่ละลายในตัวทำละลายจำพวกเฮโลเจน กลีเซอรอลประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล 3 หมู่ ซึ่งใน 2 หมู่เป็นของไฮดรอก-ซิลปฐมภูมิ (Primary hydroxyl) และหมู่ไฮดรอกซิลทุติยภูมิ (Secondary hydroxyl) 1 หมู่ ก่อนนำมาใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ จำเป็นต้องทำให้เป็นกลีเซอรินบริสุทธิ์ก่อน [17]



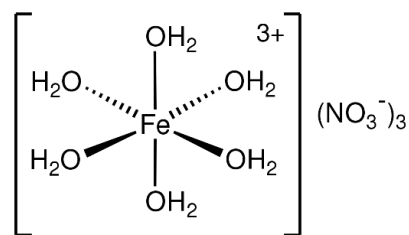
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของกลีเซอรอล [1]

2.2 ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต

2.2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต

ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรตหรือ Iron (III) nitrate nonahydrate มีสูตรโมเลกุล คือ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ น้ำหนักโมเลกุล 403.95 g/mol มีลักษณะเป็นผลึกสีม่วงซีด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

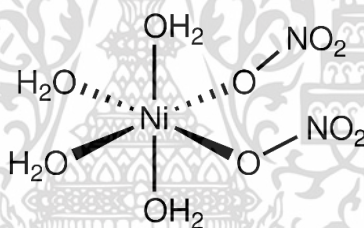


รูปที่ 2.2 โครงสร้างของไอออน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต [29]

2.3 นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซ์ไฮเดรต

2.3.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซ์ไฮเดรต

นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซ์ไฮเดรต หรือ Nickel(II) nitrate hexahydrate มีสูตรโมเลกุล คือ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ น้ำหนักโมเลกุล 290.79 g/mol มีลักษณะผลึกสีเขียวอมรกต



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซ์ไฮเดรต [30]

2.4 การนำเมทัลลิกซีโรเลตไปใช้ประโยชน์

เมทัลลิกซีโรเลตสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลายด้านดังต่อไปนี้

- 1) ใช้เป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาต่างๆ เช่น ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของกลีเซอรอลการสังเคราะห์ ไบโอดีเซล เป็นต้น
- 2) ใช้เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารประกอบเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในด้านอื่นๆต่อไป
- 3) ใช้ในทางเภสัชวิทยา โดยใช้ในการสังเคราะห์ Glycerohydrogel เพื่อรักษาแผลและสร้างคุณสมบัติในการต่อต้านจุลินทรีย์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 สภาวะในการเตรียมเมทัลลิกซีโอโรเลตในการนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ

		Process				
Reactant	Molar ratio	Step 1	Temp (°C)	Time	Yield (%)	Reference
Zn(CH ₃ COO) ₂ ·H ₂ O : Gly	1:68	Reactor	100	1 h	-	[9]
CaO ₂ : Gly	1:4	Heated	60	4 h	91	[10]
Mn(CH ₃ COO) · 4H ₂ O : Gly	1:17	Microwave	250 w	2 h	-	[11]
C ₂ H ₈ O ₃ Si : Gly	1:7	Trans esterification	130	3 h	-	[12] [13]
ZnO : Gly	1:7	Heated	130	24 h	-	
H ₃ BO ₃ : Gly	1:2	Trans esterification	110	4 h	-	
Zn(Ox) : Gly	2:1	Microwave	750 w	7 min	-	[14]
Zn(CH ₃ COO) ₂ · H ₂ O : Gly	4:1	Heated under reflux	160	1 h	-	[15]
Mn(NO ₃) : Gly	1:1	reflux	-	3 h	-	[16]
Fe(NO ₃) ₃ : Gly	2:1	reflux	-	5 h	-	[17]
Zn(HCOO) ₂ · H ₂ O : Gly	1:1	Heated	150	-	-	[18]
Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O + Cr(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O : Gly	1:2	Heated under reflux	-	2.5 h	-	[19]
Al(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O + La(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O : Gly	1:1	Heated	200	2 h	-	[20]
Co(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O : Gly	4:1	Autoclave	-	6 h	-	[21]
Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O + Ni(NO ₃) ₂ · 6 H ₂ O : Gly	1:2	Reflux	-	4 h	-	[22]
Fe(CH ₃ COO) ₂ :Gly	1:100	Microwave	200	2 h	-	[23]
CaO : Gly	1:20	Water bath	40	7 d	-	[24]
CaO : Gly	1:1	Reflux	60	4 h	-	
ZnO : Gly	1:4	Hot air oven	120	7 d	-	
SrO : Gly	1:4	Hot air oven	120	7 d	-	
BaO : Gly	1:4	Hot air oven	120	7 d	-	

2.5 การให้ความร้อนปฏิกิริยา

อัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เพิ่มสูงขึ้นเป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาซึ่งการให้ความร้อนกับปฏิกิริยามีผลทำให้เกิดปฏิกิริยาที่มากขึ้น เนื่องจากทำให้อุณหภูมิมีพลังงานจลน์ที่เพิ่มขึ้นเป็นการเพิ่มโอกาสในการชนกันที่เร็วขึ้นรวมถึงการชนกันอย่างถูกต้องทิศทางของอนุภาค ซึ่งทำให้เกิดปฏิกิริยาที่มาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ขึ้นในงานวิจัยนี้ได้นำเสนอการให้ความร้อนจากเครื่องให้ความร้อนและการให้ความร้อนจากไมโครเวฟ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ยกเว้นที่มิมีเหตุแบบสงวนเนื้อหา และต้องอ้างอิงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มาใช้

2.5.1 การให้ความร้อนโดยเตาหลุมให้ความร้อน (Heating mantle) [25][26]

เตาหลุมให้ความร้อนเป็นอีกหนึ่งทางเลือกของการให้ความร้อนภายในห้องปฏิบัติการที่มีความปลอดภัยและความคงที่ของอุณหภูมิสูงซึ่งไม่เกิดเปลวไฟ ใช้ระยะเวลาในการทำความร้อนที่สั้น โดยองค์ประกอบของเตาหลุมมีการหุ้มฉนวนจึงช่วยลดโอกาสที่ภาชนะจะแตกเนื่องจากการให้ความร้อนที่เตาหลุมสัมผัสกับภาชนะโดยตรง



รูปที่ 2.4 เตาหลุมให้ความร้อน (Heating mantle) [26]

2.5.2 การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ (Microwave chemical reactor) [27]

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่ช่วง 1 GHz ถึง 300 GHz ให้ความร้อนได้จากอันตรกิริยาระหว่างวัสดุหรือสารตัวอย่างและคลื่นไมโครเวฟซึ่งให้อัตราความร้อนที่สูงแต่พลังงานที่ใช้และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยานั้นลดลงโดยที่จะไม่มีการให้ความร้อนแก่อากาศเป็นเพียงการให้ความร้อนแก่วัสดุหรือสารตัวอย่างเท่านั้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น รูปที่ 2.5 เครื่องไมโครเวฟทางเคมี (Microwave chemical reactor) [28] การนำไปใช้

2.6 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

2.6.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) [3]

เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก รวมถึงการจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ โดยเป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive analysis) อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของลำรังสีเอกซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของลำรังสีที่สะท้อนทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ ซึ่งผลึกของสารตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ออกมาแตกต่างกันทำให้สามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ โครงสร้างผลึกของวัสดุหรือสารตัวอย่างนั้นๆได้

2.6.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy) [4]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดใช้ในการศึกษารายละเอียดของโครงสร้างภายนอกหรือผิวของตัวอย่าง โดยภาพที่ได้จากเครื่องเป็นลักษณะของภาพเสมือน 3 มิติที่มีระยะชัดลึกสูง สร้างภาพได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่าง นอกจากนี้ยังสามารถตรวจสอบการเรียงตัวของผลึก รวมถึงวิเคราะห์ธาตุต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ด้วย

ส่วนประกอบของเครื่อง SEM [5]

1) ปืนอิเล็กตรอน (Electron Gun) เป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนเรียกว่า แคโทด เนื่องจากเป็นขั้วลบ วัสดุที่ใช้ทำต้องมีเสถียรภาพสูง โดยใช้กลไกของการกำเนิดอิเล็กตรอนแบ่งประเภทได้ดังนี้

- การปล่อยเนื่องจากความร้อน ได้แก่ ไส้หลอดทังสเตน (Tungsten filament) และผลึกแลนทานัมเฮกซะโบไรด์ (Lanthanum hexaboride crystal source, LaB₆) ซึ่งชนิดที่ได้รับความนิยมมากที่สุดคือ ไส้หลอดทังสเตนเนื่องจากราคาถูกแต่อายุการใช้งานรวมถึงความสามารถในการแยกแยะรายละเอียดภาพของผลึกแลนทานัมเฮกซะโบไรด์ดีกว่า
- การปล่อยเนื่องจากสนามไฟฟ้า (Field Emission) ได้แก่ โคลด์ฟิลด์อิมิชชัน (Cold field emission source) เป็นแคโทดที่มีราคาสูงกว่าชนิดอื่น กำลังแยกแยะสูงกว่าและความสว่างของลำอิเล็กตรอนมากกว่า 100 เท่า

2) เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Lens) ทำหน้าที่ในการลดขนาดของลำอิเล็กตรอนที่เกิดจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 ไมโครเมตร ทำให้เหลือประมาณ 5 นาโนเมตร โดยใช้เลนส์ 2 ชุด หรือ 3 ชุด ในการลดขนาด ประกอบด้วย

- เลนส์ 1 : เลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) มีหน้าที่ควบคุมกระแสของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สร้างขึ้นมาเพื่อการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เลนส์ 2: เลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) มีหน้าที่ควบคุมเส้นผ่านศูนย์กลางของลำอิเล็กตรอน
- เลนส์ 3: เลนส์วัตถุ (Objective lens) มีหน้าที่โฟกัสลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงาน

3) แท่นวางตัวอย่าง (Sample Stage) มีหลายรูปแบบ หลายขนาดขึ้นอยู่กับรุ่นและยี่ห้อของเครื่อง SEM โดยทั่วไปแล้วจะสามารถเคลื่อนที่ได้ 5 แนว และสามารถทำมุมได้ถึง 360 องศา

4) อุปกรณ์ตรวจจับ (Detector) เป็นสิ่งที่กำหนดประสิทธิภาพของเครื่องมือ ซึ่งโดยทั่วไปทุกเครื่องจะต้องมีอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ในขณะที่บางเครื่องอาจมีอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Back Scattered Electron) และอุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณรังสีเอกซ์ (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)

หลักการทำงานของ SEM [5]

แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนปล่อยอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary Electron) ออกมาซึ่งถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (100 ถึง 30000 อิเล็กตรอนโวลต์หรือมากกว่า) จากนั้นจะถูกดูดลงสู่ด้านล่างโดยแผ่นแอโนด (Anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ 10^{-5} ถึง 10^{-7} ทอร์ และมีชุดเลนส์คอนเดนเซอร์ช่วยในการปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลงทำให้ความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงด้านล่างผ่านเลนส์วัตถุที่ทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนให้มีจุดโฟกัสบนผิววัตถุซึ่งควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนโดยชุดขดลวดควบคุมการกวาด (Scan coil) โดยกำหนดทิศทางผ่านชุดควบคุม (Control unit) เมื่อลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยาเกิดขึ้นระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของธาตุในตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกระดับต่างๆจากพื้นผิว ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆออกมา สัญญาณดังกล่าวจะถูกนำมาใช้เพื่อการศึกษา วิเคราะห์ธาตุและลักษณะพื้นผิวต่อไป

2.6.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR Micro-Spectrometer)[6]

เทคนิค Infrared spectroscopy เป็นเทคนิคที่อาศัยการสั่นและการหมุนของโมเลกุลเพื่อใช้ในการวิเคราะห์โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงในช่วงอินฟราเรด ซึ่งในแต่ละหมู่ฟังก์ชันนั้นจะมีค่าความถี่ของการสั่นเฉพาะตัวแตกต่างกันจึงสามารถวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันตัวอย่างได้ โดยเทคนิคนี้สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง 3 สถานะได้แก่ ของแข็ง ของเหลว ก๊าซ อีกทั้งเป็นเทคนิคที่ง่าย รวดเร็ว และยังสามารถใช้ร่วมกับเทคนิคทาง imaging อื่นๆ เพื่อเพิ่มข้อมูลและความถูกต้องด้วย

ส่วนประกอบของเครื่อง FTIR [7][8]

1) แหล่งกำเนิดแสง ทำหน้าที่ให้รังสีอินฟราเรด โดยมีวัสดุจากใยเนิร์นสต์ (Optic nerve) ทำเอกสารนี้เจ้ากอกอไซด์ของเซอร์โคเนียม (ZrO_2) ทอเรียม (ThO_2) และซีเรียม (CeO_2) ำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) เซลล์ตัวอย่าง ตัวอย่างบางชนิดต้องบรรจุในเซลล์ตัวอย่าง โดยเซลล์ตัวอย่างทำมาจากเกลือของแฮไลด์

3) ตัวทำแสงเอกรงค์ ทำหน้าที่เลือกความยาวคลื่นซึ่งมีเฉพาะในเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์แบบกระจาย

4) เครื่องตรวจหา ทำหน้าที่เปลี่ยนความเข้มของรังสีที่ผ่านตัวอย่างเป็นสัญญาณไฟฟ้า โดยชนิดที่นิยมสำหรับเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์คือ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ซึ่งมีการตอบสนองสัญญาณไวกว่าเครื่องตรวจหาเทอร์คัปเปิล (Thermocouple detector)

5) เครื่องบันทึก ทำหน้าที่บันทึกสัญญาณที่ออกมาจากเครื่องตรวจหา

หลักการทำงานของ FTIR

การวัดค่าการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด อยู่ในช่วงเลขคลื่นประมาณ 12800 ถึง 10 cm^{-1} จำแนกออกเป็น 3 ช่วง คือ ย่านอินฟราเรดใกล้ Near IR ($4,000 - 12,800 \text{ cm}^{-1}$) ย่านอินฟราเรดกลาง Mid IR ($200 - 4,000 \text{ cm}^{-1}$) และย่านอินฟราเรดไกล Far IR ($10 - 200 \text{ cm}^{-1}$) เมื่อสารอินทรีย์ดูดกลืนรังสี ย่านอินฟราเรดกลางหรือเรียกว่าความถี่ ทำให้เกิดแทรนซิชันการสั่นพร้อม กับแทรนซิชันการหมุน เรียกเทคนิคนี้ว่า อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ซึ่งทรานซิชันการสั่นนี้จะทราบชนิดหมู่ทำหน้าที่ เช่น พันธะคู่ พันธะสาม หมู่คาร์บอนิล หมู่ไฮดรอกซิล หมู่อะมิโน หรือภายในโครงสร้างของสาร

2.6.4 เครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) [32]

เทคนิคนี้เป็นการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุ ได้แก่ พอลิเมอร์ เซรามิก จะนิยมใช้ในการวิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์ เมื่อสารตัวอย่างในรูปของแข็งได้รับความร้อน จะทำการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เครื่องนี้ใช้วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของสารตัวอย่างที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับก๊าซ เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ ซัลเฟอร์ หรือการระเหยของน้ำ หรือการที่มีโมเลกุลของน้ำอยู่ในโมเลกุล การแตกตัวของวัสดุ หรือการตกผลึกที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงเฟส

สารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์จะถูกวางไว้บนจานขนาดเล็กที่เชื่อมกับเครื่องชั่งที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสูง สิ่งเหล่านี้จะอยู่ในเตาที่ควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ เช่น บรรยากาศออกซิเดชัน เช่น อากาศหรือออกซิเจน หากอยู่ในบรรยากาศรีดักชัน ซึ่งอาจจะเป็นก๊าซเฉื่อยเช่น ไนโตรเจน เมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนที่เปลี่ยนแปลงไป จะเกิดสัญญาณการวัดที่สามารถแสดงผลในรูปแบบการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิต่อน้ำหนัก (TG) โดยน้ำหนักของสารเอกสารนี้ตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หายไปเกิดมาจากการระเหย การสลายหรือการเกิดปฏิกิริยา

2.6.5 เครื่องวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (Particle Analyzer) [36]

หลักการทำงานในการวัดขนาดอนุภาค คือ อนุภาคที่อยู่ในสารแขวนลอยจะมีการเคลื่อนที่แบบบราวเนียน (Brownian motion) และเมื่อทำการฉายแสงเลเซอร์ที่มีความยาวคลื่นเดี่ยวไปยังสารแขวนลอย จะเกิดการกระเจิงแสงที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับชนิดและขนาดของอนุภาคที่อยู่ในสารแขวนลอยนั้น จึงทำให้สามารถวัดขนาดอนุภาคได้

การวัดประจุที่ผิวของอนุภาคเมื่อให้สนามไฟฟ้าไปที่สารแขวนลอยของอนุภาคที่มีประจุ อนุภาคจะเกิดการเคลื่อนที่ไปที่ผิวของขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่มีประจุตรงกันข้าม โดยที่ความสามารถในการเคลื่อนที่ขึ้นอยู่กับปริมาณประจุของอนุภาค ซึ่งค่าความเป็นประจุ (Zeta potential) สามารถวัดได้โดยการวัดความเร็วในการเคลื่อนที่ของอนุภาค

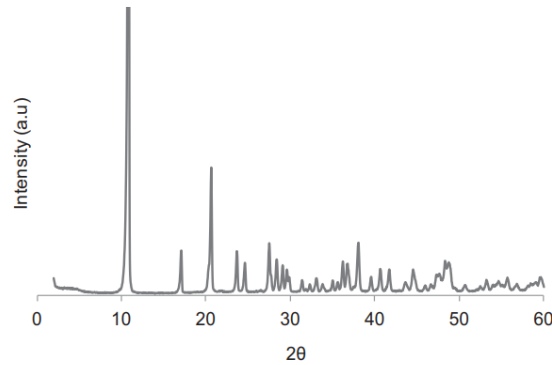
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.7.1 การประยุกต์ใช้เมทัลลิกซีโรเลตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1) การเตรียมซิงค์กลีเซโรเลตเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไบโอดีเซล

ในปี ค.ศ. 2013 Gabriela M. Tonetto และคณะ [9] ศึกษาการนำซิงค์กลีเซโรเลตมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์ไบโอดีเซล โดยการสังเคราะห์ซิงค์กลีเซโรเลตเริ่มต้นจากการเติมซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 0.05 โมลและกลีเซอรอลกับน้ำ 2% เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์และให้ความร้อน 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ 500 รอบต่อนาที หลังจากนั้นนำมากรองและล้างตะกอนที่ได้ด้วยเอทานอล นำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อนำซิงค์กลีเซโรเลตที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าพีคอยู่ที่ $2\theta = 10.9^\circ (1\ 0\ 0)$, $20.67^\circ (1\ 1\ 1)$, $17.12^\circ (0\ 0\ 1)$, และ $27.53^\circ (2\ 1\ 1)$ เป็นไปตาม JCPDS หมายเลข 23-1975 ซึ่งตรงกับคริสตัลเฟสของซิงค์โมโนกลีเซโรเลต

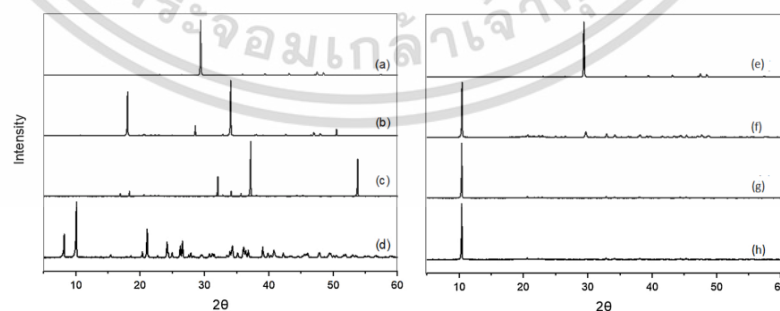
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิงค์กลีเซอโรเลต [9]

2) การเตรียมแคลเซียมไดกลีเซอออกไซด์เพื่อใช้ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของกลีเซอรอล

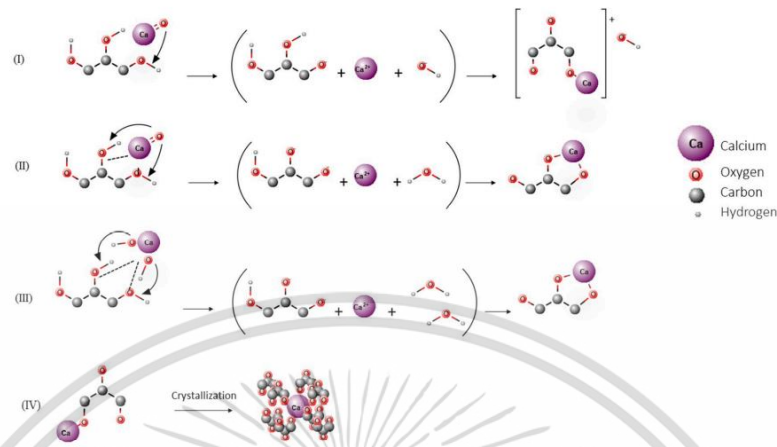
ในปี ค.ศ. 2021 S'ebastien Paul และคณะ [10] ศึกษาแคลเซียมไดกลีเซอโรเลตเป็นตัวเร่งในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของกลีเซอรอล แคลเซียมกลีเซอโรเลตที่ใช้นั้นเตรียมโดยการใช้เมทานอลกลีเซอรอล และแคลเซียมไดออกไซด์ให้ความร้อนที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำตะกอนที่ได้ล้างด้วยเมทานอลและทำการระเหยตัวทำละลายที่เหลือภายใต้สูญญากาศที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส โดยในการทดลองนี้มีการใช้เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าไม่มีการแสดงของพีคที่เกิดจาก $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (รูปที่ 2b) และ CaO (รูปที่ 2c) ในส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้ว ส่วนของ CaDG นั้นพีคยังคงแสดงชัดเจน ผลลัพธ์นี้บ่งชี้ถึงประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาที่สูงขึ้นของ CaO , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ และ CaDG เมื่อเปรียบเทียบกับ CaCO_3



รูปที่ 2.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ a) CaCO_3 , b) $\text{Ca}(\text{OH})_2$, c) CaO and d) CaDG และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วจากการทดลอง e) CaCO_3 , f) $\text{Ca}(\text{OH})_2$, g) CaO and h) CaDG [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งปฏิกิริยาในการก่อตัวของแคลเซียมกลีเซอโรเลตที่เกิดขึ้นแสดงได้ดังรูปต่อไปนี้



รูปที่ 2.8 กลไกสำหรับการเกิด CaG ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์ PGs จากกลีเซอรอล [10]

3) การเตรียมแมงกานีสกลีเซอโรเลตที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันและทรานเอสเทอร์ฟิเคชันพร้อมกันในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลและสารหล่อลื่นทางชีวภาพ

ในปี ค.ศ.2022 Tsz-Lung Kwong และคณะ [11] ศึกษาการเตรียมแมงกานีสกลีเซอโรเลตใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันและทรานเอสเทอร์ฟิเคชันพร้อมกันในการสังเคราะห์ไบโอดีเซลและสารหล่อลื่นทางชีวภาพ ซึ่งแมงกานีสกลีเซอโรเลตสังเคราะห์ได้ด้วยแมงกานีส (II) อะซิเตตเตตระไฮเดรตและกลีเซอรอล โดยการใช้ไมโครเวฟ 250 วัตต์ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปปั่นเหวี่ยง ล้างด้วยเอทานอล 3 ครั้งและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

4) การใช้เมทัลกลีเซอโรเลตสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลแบบขั้นตอนเดียวจากน้ำมันสบู่ดำเกรดต่ำที่ไม่ผ่านการกลั่นและไบโอเอทานอลดิบ

ในปี ค.ศ. 2016 Pak-Chung Lau และคณะ [23] ได้ศึกษาการนำเมทัลกลีเซอโรเลตไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลได้แก่ แมงกานีสกลีเซอโรเลต ไอรอนกลีเซอโรเลต โคบอลต์กลีเซอโรเลตและซิงค์กลีเซอโรเลต โดยผลลัพธ์ที่ได้คือแมงกานีสกลีเซอโรเลตมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสูงที่สุด ถัดมาเป็นซิงค์กลีเซอโรเลต โคบอลต์กลีเซอโรเลตและไอรอนกลีเซอโรเลตตามลำดับ จึงได้มีการนำแมงกานีสกลีเซอโรเลตไปตรวจสอบการเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเติมกับแบบจำลองปริมาณน้ำในเอทานอลที่มีปริมาณแตกต่างกันเนื่องจากน้ำเป็นหนึ่งในสาเหตุของการยับยั้งตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าแมงกานีสกลีเซอโรเลตมีความทนต่อน้ำสูงทำให้

ไบโอดีเซลที่ได้นั้นมีปริมาณมากกว่าและเมื่อดำเนินปฏิกิริยาด้วยระยะเวลาที่นานขึ้น % conversion ที่ได้รับเพิ่มสูงขึ้นไปด้วย นอกจากนี้แมงกานีสกลีเซอโรเลตยังสามารถนำมาใช้ซ้ำได้โดยที่ยังรักษาประสิทธิภาพไว้ได้อย่างน้อย 3 รอบ

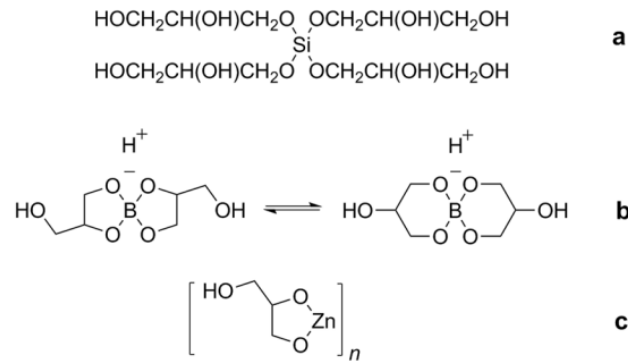
5) การใช้เมทัลกลีเซอโรเลตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกลั่นด้วยเมทานอลภายใต้สภาวะรีฟลักซ์

ในปีค.ศ. 2014 Fernando Wypych และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาการนำเมทัลกลีเซอโรเลตไปใช้ในปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันของน้ำมันถั่วเหลืองกลั่นด้วยเมทานอลภายใต้สภาวะรีฟลักซ์ ได้แก่ แคลเซียมโมโนกลีเซอโรเลต แคลเซียมไดโกลเลต ซิงค์โมโนกลีเซอโรเลต สตรอนเทียมโมโนกลีเซอโรเลตและแบเรียมโมโนกลีเซอโรเลต โดยจากการสังเคราะห์โมโนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูงยกเว้นแบเรียมที่มีการเจือปนของแบเรียมคาร์บอเนตเล็กน้อย จากเมทิลทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันพบว่าการเปลี่ยนแปลงเป็นเมทิลเอสเทอร์ของแคลเซียมไดกลีเซอโรเลตเฟสที่ 2 มีการเปลี่ยนแปลงได้ดีที่สุด ถัดมาเป็นสตรอนเทียมโมโนกลีเซอโรเลต แบเรียมโมโนกลีเซอโรเลต แคลเซียมไดกลีเซอโรเลตเฟสที่ 1 แคลเซียมโมโนกลีเซอโรเลตและซิงค์โมโนกลีเซอโรเลตตามลำดับ แต่เมื่อนำไปทดสอบการใช้ซ้ำมีเพียงแคลเซียมไดกลีเซอโรเลตที่ยังคงโครงสร้างและประสิทธิภาพที่ดีถึง 3 ครั้งการใช้งาน

2.7.2 การประยุกต์ใช้เมทัลกลีเซอโรเลตทางเภสัชวิทยา

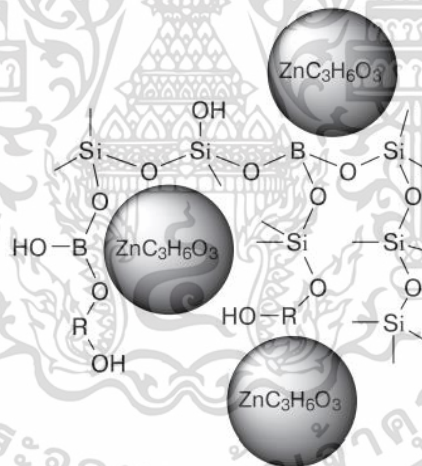
ในปี ค.ศ.2019 T.G. Khonina และคณะ [12][13] ศึกษาการนำซิลิกอน-ซิงค์-โบรอนกลีเซอโรเลตเป็น สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ Glycerohydrogel เนื่องจากมีสมบัติในการรักษาแผลและต่อต้านจุลินทรีย์โดยใช้ วิธีสังเคราะห์แบบ sol-gel method โดยจะมีการเตรียมซิลิกอนเตตระกลีเซอโรเลต ซิงค์โมโนกลีเซอโรเลต และโบรอนบิสกลีเซอโรเลต ซิลิกอนเตตระกลีเซอโรเลตสามารถเตรียมได้ด้วยวิธีทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตและกลีเซอรอล ด้วยอัตราส่วนโมล 1:7 ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซิงค์โมโนกลีเซอโรเลตเตรียมได้โดยการความร้อนผงซิงค์ออกไซด์กับกลีเซอรอลด้วยอัตราส่วนโมล 1:7 ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและโบรอนบิสกลีเซอโรเลตเตรียมได้ด้วยวิธีเอสเทอร์ริฟิเคชันระหว่างกรดบอริกและกลีเซอรอลด้วย อัตราส่วนโมล 1:2 ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยเมทัลกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 โครงสร้างของ a. ซิลิกอนเตตระกลีเซอโรเลต b. โบรอนบิสกลีเซอโรเลต c. ซิงค์โมโนกลีเซอโรเลต [13]

หลังจากที่สังเคราะห์สารตั้งต้นเมทัลกลีเซอโรเลตทั้ง 3 ชนิดเรียบร้อยแล้ว หลังจากนั้นจึงนำสารตั้งต้นที่ได้ไปใช้ในการสังเคราะห์กลีเซอโรไฮดรเจลซึ่งได้โครงสร้างดังรูปที่ 2.5 ซึ่งจะสังเกตเห็นได้ว่าซิงค์โมโนกลีเซอโรเลตนั้นไม่ได้เชื่อมกับโครงสร้าง 3 มิติของเจล



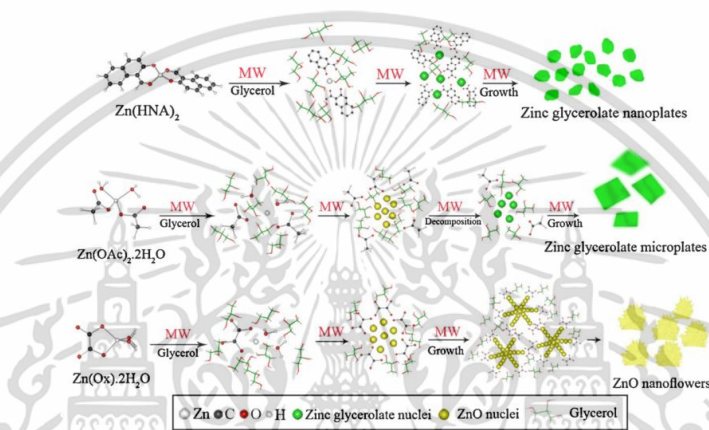
รูปที่ 2.10 โครงสร้างของซิลิกอน-ซิงค์-โบรอนกลีเซอโรไฮดรเจล [13]

2.7.3 การประยุกต์ใช้เมทัลกลีเซอโรเลตเป็นสารตั้งต้น

1) การเตรียมซิงค์กลีเซอโรเลตเพื่อสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ นาโนฟลาวเวอร์ใช้ในการประดิษฐ์โซลาร์เซลล์แสงอาทิตย์ที่มีความว่องไวต่อสีย้อม

ในปี ค.ศ.2011 Masoud Salavati-Niasari และคณะ [14] ศึกษาการนำซิงค์กลีเซอโรเลตเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ZnO nanoflowers ใช้ในการประดิษฐ์โซลาร์เซลล์แสงอาทิตย์ที่มีความไม่ว่องไวใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ว่องไวต่อสีย้อมซิงค์กลีเซอโรเลตเตรียมได้โดยใช้ $Zn(Ox)$ หรือ $Zn(HNA)_2$ หรือ $Zn(OAc)_2$ 0.5 กรัมใส่ในกลีเซอรอล 30 มิลลิลิตร ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นใส่ลงใน conical flask แบบปิดและใส่ไมโครเวฟ ดำเนินการ ที่ 750W เป็นเวลา 7 นาทีโดยใช้โหมดเปิด-ปิดด้วยช่วงเวลา 30 วินาที เมื่อครบเวลานำไปปั่นเหวี่ยงที่ 1000 รอบต่อนาที ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนและแอลกอฮอล์สัมบูรณ์หลายครั้งสุดท้ายนำไปอบภายใต้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ซึ่งกลไกการเจริญเติบโตโดยการฉายรังสีไมโครเวฟ

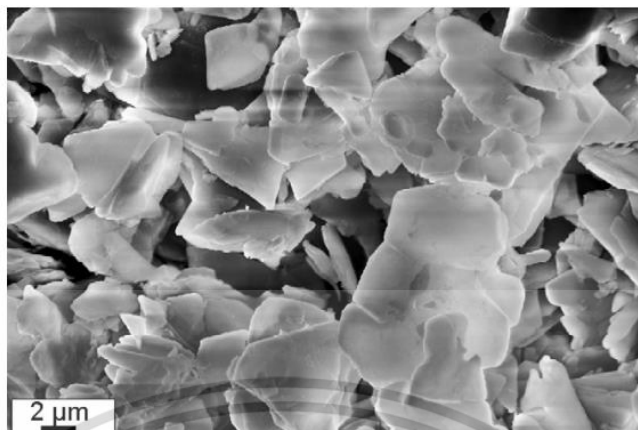


รูปที่ 2.11 กลไกการเจริญเติบโตของการฉายรังสีไมโครเวฟของสารตั้งต้นอนินทรีย์สามชนิดที่แตกต่างกันในตัวทำละลายกลีเซอรอล [14]

2) การเตรียมซิงค์กลีเซอโรเลตเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ซึ่งนำไปใช้งานได้ในการป้องกัน รังสีวีป้องกันแสงแดดหรือใช้ในการเร่งปฏิกิริยา

ในปี ค.ศ. 2011 Claus Feldmann และคณะ [15] ศึกษาการนำซิงค์กลีเซอโรเลตใช้ในการสังเคราะห์ ซิงค์ออกไซด์ซึ่งนำไปใช้งานในการป้องกันรังสีวี ป้องกันแสงแดดหรือใช้ในการเร่งปฏิกิริยาซิงค์กลีเซอโรเลตถูกเตรียมด้วยซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 2.00 กรัม กลีเซอรอล 50 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตรเติมลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 100 มิลลิลิตร ภายใต้กระแสของก๊าซอาร์กอนโดยให้ความร้อนถึง 160 องศาเซลเซียสและทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมงพร้อมปั่นกวนหลังจากนั้นปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง นำไปปั่นเหวี่ยงที่ 25,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 20 นาที เมื่อครบเวลา ล้างตะกอนที่ได้ด้วยเอทานอล 3 รอบโดยการปั่นเหวี่ยงและอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 60 นาที เมื่อนำซิงค์กลีเซอโรเลตที่ได้ไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

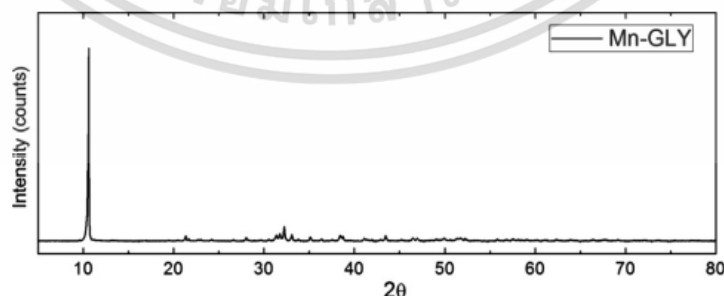
เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี การใช้ประโยชน์จากเอกสารนี้โดยไม่ได้รับอนุญาตถือว่าผิดกฎหมาย
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 การสแกนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ Zn(gly) ที่เตรียมได้ [15]

3) การเตรียมเมมเบรนีสกีสโชโรเลตเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ MnO Mn_2O_3 Mn_3O_4

ในปี ค.ศ. 2014 Vilem Bartunek และคณะ [16] ศึกษาการใช้เมมเบรนีสกีสโชโรเลตเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ MnO Mn_2O_3 Mn_3O_4 โดยสามารถเตรียมเมมเบรนีสกีสโชโรเลตได้โดยเติมกลีเซอรอลที่ปราศจากน้ำอย่างมากเกินพอในเมมเบรนีสไนเตรตภายใต้การรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติมสารละลายที่ได้ลงในน้ำกลั่นเพื่อนำไปปั่นเหวี่ยง ล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวนหลายครั้งและทำให้แห้งด้วยเครื่องระเหย เมื่อนำเมมเบรนีสกีสโชโรเลตที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบพีคที่ขึ้นชื่ออยู่ที่ $2\theta = 10.6$

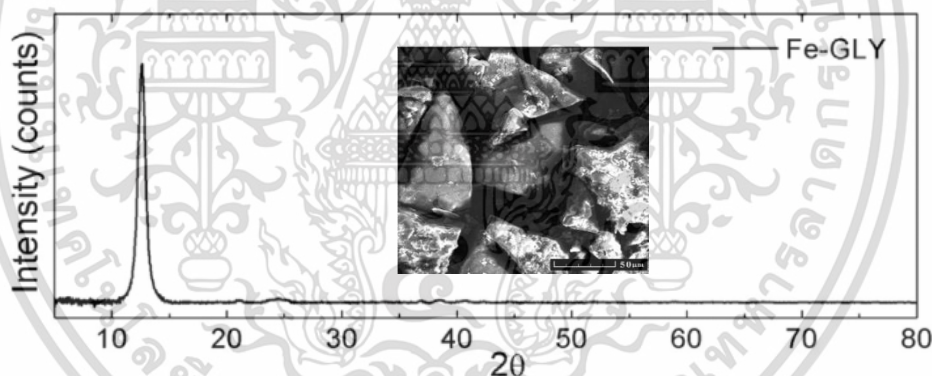


รูปที่ 2.13 รูปแบบ XRD ของเมมเบรนีส(II)กลีเซโรเลต [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4) การเตรียมไอรอนกลีเซอโรเลตเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไอรอนออกไซด์

ในปี ค.ศ. 2016 Vilem Bartunek และคณะ [17] ศึกษาการนำไอรอนกลีเซอโรเลตเพื่อใช้สังเคราะห์ ไอรอนออกไซด์โดยการสลายตัวทางความร้อน ซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย ไอรอนกลีเซอโรเลตเตรียมได้จากการเติมกลีเซอรอลปราศจากน้ำ 300 มิลลิลิตรอย่างมากเกินพอลลงในไอรอน(III)ไนเตรต 5 กรัม ภายใต้การรีฟลักซ์ของกลีเซอรอลที่เดือดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำสารละลายที่ได้ไปปั่นเหวี่ยงโดยใส่ลงในน้ำกลั่นที่ เติมน้ำกลั่นเล็กน้อย (20 มิลลิลิตร) โดยทำให้แห้งภายใต้แก๊สไนโตรเจนและเก็บรักษาภายใต้แก๊สออกซิเจน เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบพีคที่ขึ้นขีดอยู่ที่ $2\theta = 2.510$ และไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ได้ผลออกมาดังรูปจะเห็นได้ว่ามีลักษณะเกาะกลุ่มกันขนาดใหญ่ มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 50 มิลลิเมตร มีรูปร่างที่ผิดปกติซึ่งประกอบด้วยอนุภาคขนาดเล็กมาก



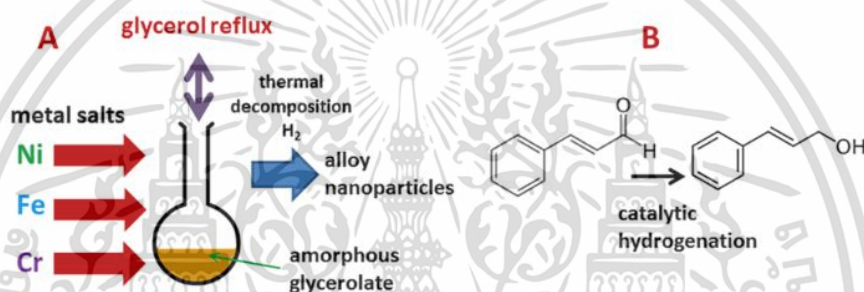
รูปที่ 2.14 รูปแบบ XRD ของการเตรียมไอรอนกลีเซอโรเลต และ ภาพ SEM ของไอรอนกลีเซอโรเลต [17]

5) การเตรียมซิงค์กลีเซอโรเลตเพื่อใช้สังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีโครงสร้างระดับนาโน

ในปี ค.ศ. 2020 V. Baklanova และคณะ [18] ศึกษาการนำซิงค์กลีเซอโรเลตเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นใน การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีโครงสร้างระดับนาโนซึ่งซิงค์กลีเซอโรเลตเตรียมได้โดยเพิ่มปริมาณของกลีเซอรอลในปริมาณสัมพันธ์กับสารละลายอิมตัวซิงค์ฟออร์เมตในเอทิลีนไกลคอลที่ร้อน หลังจากนั้นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จนตะกอนสีขาวก่อตัวขึ้น เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6) การเตรียมเมทัล (นิกเกิล-โครเมียม-ไอรอน) กลีเซอรอลเพื่อใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนที่เป็นโลหะของโลหะผสมแม่เหล็ก นิกเกิล-โครเมียม-ไอรอน

ในปี ค.ศ.2021 Vilem Bartunek และคณะ [19] ศึกษาการนำเมทัล (นิกเกิล-โครเมียม-ไอรอน) กลีเซอรอลเพื่อใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโน เพื่อนำไปใช้งานในด้านวิศวกรรมวัสดุและตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสังเคราะห์ได้โดยนำกลีเซอรอล 200 มิลลิลิตร น้ำ 10 มิลลิลิตร นิกเกิลไนเตรดเฮกซะไฮเดรต 4.05 กรัม โครเมียมไนเตรด 0.172 กรัม และไอรอน(III)ไนเตรดโนนะไฮเดรต 0.145 กรัม มาผสมกันหลังจากนั้นนำไปต้มภายใต้การรีฟลักซ์เป็นเวลา 2.30 ชั่วโมง ซึ่งมีวิธีการเตรียมแสดงดังรูป

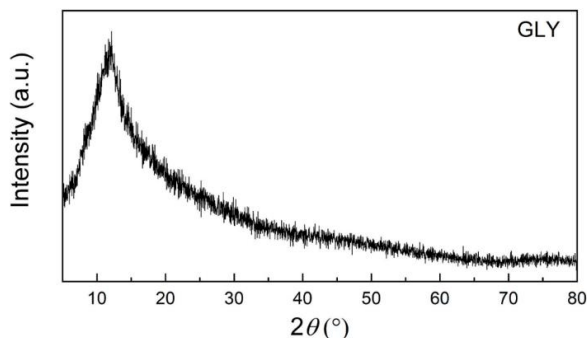


รูปที่ 2.15 รูปแบบของวิธีการเตรียมเมทัล (นิกเกิล-โครเมียม-ไอรอน) กลีเซอรอล [19]

7) การเตรียมเมทัลกลีเซอรอลเพื่อใช้ในการสังเคราะห์เฮกซะอะลูมินา $\text{LaFeAl}_{11}\text{O}_{19}$

ในปี ค.ศ.2021 Vilem Bartunek และคณะ [20] ศึกษาการนำเมทัลกลีเซอรอลเพื่อใช้ในการสังเคราะห์เฮกซะอะลูมินา $\text{LaFeAl}_{11}\text{O}_{19}$ โดยเมทัลกลีเซอรอลดังกล่าวสังเคราะห์ได้โดยใช้อะลูมิเนียม (III) ไนเตรดโนนะไฮเดรต 5.97 กรัม ไอรอน(III)ไนเตรด โนนะไฮเดรต 0.61 กรัม และแลนทานัม(III) ไนเตรด เฮกซะไฮเดรต 0.62 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ผสมกับกลีเซอรอล 120 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาปล่อยให้เย็นและเติมลงในน้ำ 2 ลิตร สารแขวนลอยที่ได้ถูกล้างตะกอนหลายรอบด้วยน้ำกลั่นซึ่งของแข็งที่ได้จะถูกทำให้แห้งในอากาศ เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าพิกที่ได้มีรูปร่างไม่เป็นผลึก

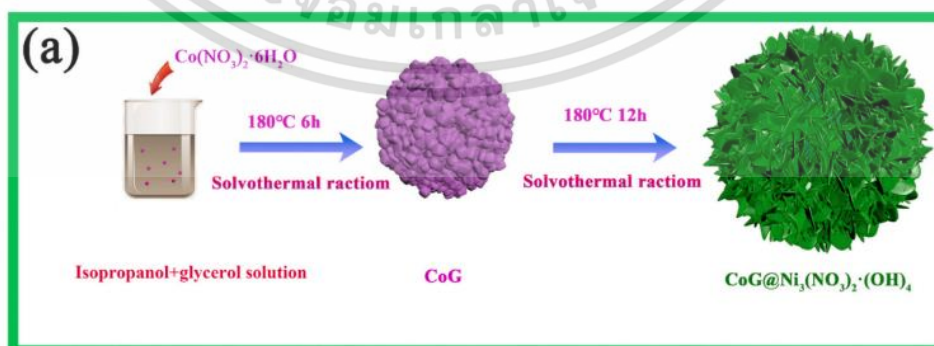
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 รูปแบบ XRD ของเมทัลล (La, Fe และ Al) กลีเซอรอล [20]

8) การเตรียมโคบอลต์กลีเซอรอลเพื่อใช้สังเคราะห์โครงสร้างเปลือกแกนกลางของ $\text{CoG@Ni}_3(\text{NO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_4$ ไมโครสเฟียร์

ในปี ค.ศ.2022 Shang Wu ,Qiong Su ,Quanlu Yang และคณะ [21] ศึกษาการเตรียมโคบอลต์กลีเซอรอลในการสังเคราะห์โครงสร้างเปลือกแกนกลางของ $\text{CoG@Ni}_3(\text{NO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_4$ ไมโครสเฟียร์ซึ่งมีคุณสมบัติจัดเก็บพลังงานเคมีที่ดี โคบอลต์กลีเซอรอลนั้นถูกเตรียมโดยใช้โคบอลต์ (II) ไนเตรต 582.06 มิลลิกรัม ถูกละลายในสารละลายผสมระหว่างกลีเซอรอล 10 มิลลิลิตรและไอโซโพรพานอล 20 มิลลิลิตร นำไปปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นย้ายไปใส่ในเครื่องปฏิกรณ์สแตนเลสสตีล (Teflon-line stainless steel autoclave) และรักษาอุณหภูมิที่ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ใช้เวลาข้ามคืนในการอบให้แห้งและปล่อยให้เย็นลงตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง นำไปปั่นเหวี่ยง ล้างด้วยเอทานอลและน้ำกลั่น 3-5 ครั้ง จากรูปจะแสดงให้เห็นการเจริญเติบโตของวัสดุ $\text{CoG@Ni}_3(\text{NO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_4$

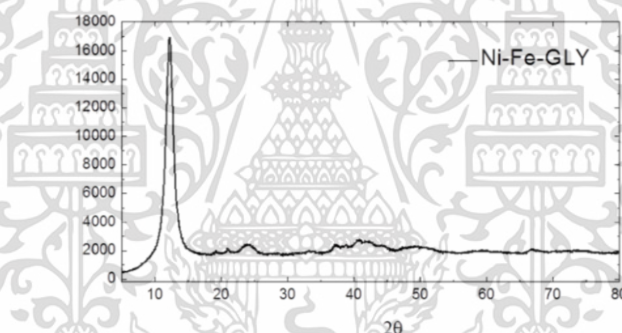


รูปที่ 2.17 ภาพแสดงแผนผังการเติบโตของวัสดุ $\text{CoG@Ni}_3(\text{NO}_3)_2 \cdot (\text{OH})_4$ [21]

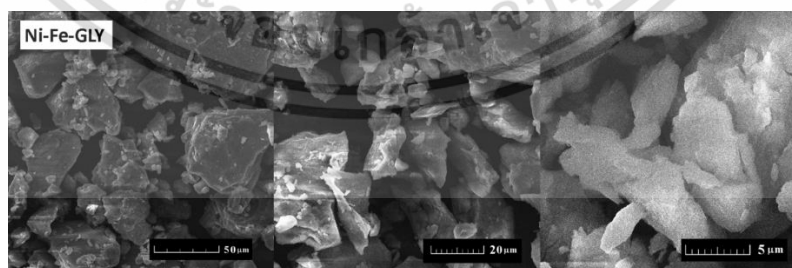
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9) การเตรียมนิกเกิล-ไฮดรอกไซด์เพื่อใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของ NiFe_2O_4

ในปีค.ศ. 2017 Vilem Bartunek และคณะ [22] ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของ NiFe_2O_4 โดยใช้นิกเกิล-ไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ โดยนิกเกิล-ไฮดรอกไซด์นั้นถูกเตรียมโดยการเติมไฮดรอกไซด์ (III) ในเตรตโนนาไฮเดรตและนิกเกิล (II) ในเตรตเฮกซีไฮเดรตลงในกลีเซอรอลปราศจากน้ำด้วยอัตราส่วนโมลาร์ 1:2 ภายใต้การรีฟลักซ์ด้วยกลีเซอรอลที่ถูกต้มเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ผสมสารละลายที่เย็นด้วยน้ำหลังจากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำและเอทานอลนำไปปั่นเหวี่ยงและทำให้แห้งในอากาศ เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าพีคที่ได้มีรูปร่างเป็นผลึกที่ $2\theta = 12.21$ และไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ได้ผลออกมาดังรูปจะเห็นได้ว่ามีขนาดอนุภาคประมาณ 20 ไมโครเมตร



รูปที่ 2.18 รูปแบบ XRD ของนิกเกิล-ไฮดรอกไซด์ [22]



รูปที่ 2.19 ภาพ SEM ของนิกเกิล-ไฮดรอกไซด์ [22]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) ปีกเกอร์ ขนาด 50, 100, 250 และ 1000 มิลลิลิตร Schott Duran
- 2) กระจกบอทวง ขนาด 10, 25 และ 100 มิลลิลิตร Pyrex
- 3) ขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 250 มิลลิลิตร Schott Duran
- 4) คอนเดนเซอร์
- 5) ขาดั่งและที่จับ
- 6) แท่งแม่เหล็กกวนสาร
- 7) กระจกนาฬิกา
- 8) กระจกครอบ เบอร์ 42
- 9) ชุดเครื่องกรองแบบลดความดัน
- 10) ซ้อนตักสาร
- 11) แท่งแก้วคนสาร
- 12) หลอดเซนติพีวัก ขนาด 50 มิลลิลิตร VWR
- 13) หลอดหยดและจุกยาง
- 14) เทอร์โมมิเตอร์
- 15) เครื่องปั่นกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อน รุ่น C-MAG HS 7 IKA
- 16) เครื่องชั่งดิจิทัล 4 ตำแหน่ง รุ่น BSA224S-CW Sartorius
- 17) เครื่องหมุนเหวี่ยง รุ่น PVS5903-0304 Provision Scientific
- 18) เครื่องไมโครเวฟ รุ่น MCR-3

3.2 สารเคมี

- 1) กลีเซอรอล ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 จาก Daejung
- 2) ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) จาก KEMAUS
- 3) นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซะไฮเดรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จาก Daejung

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของโรงเรียนเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นว่าเอกสารมีค่า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ERBA Reagents แปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

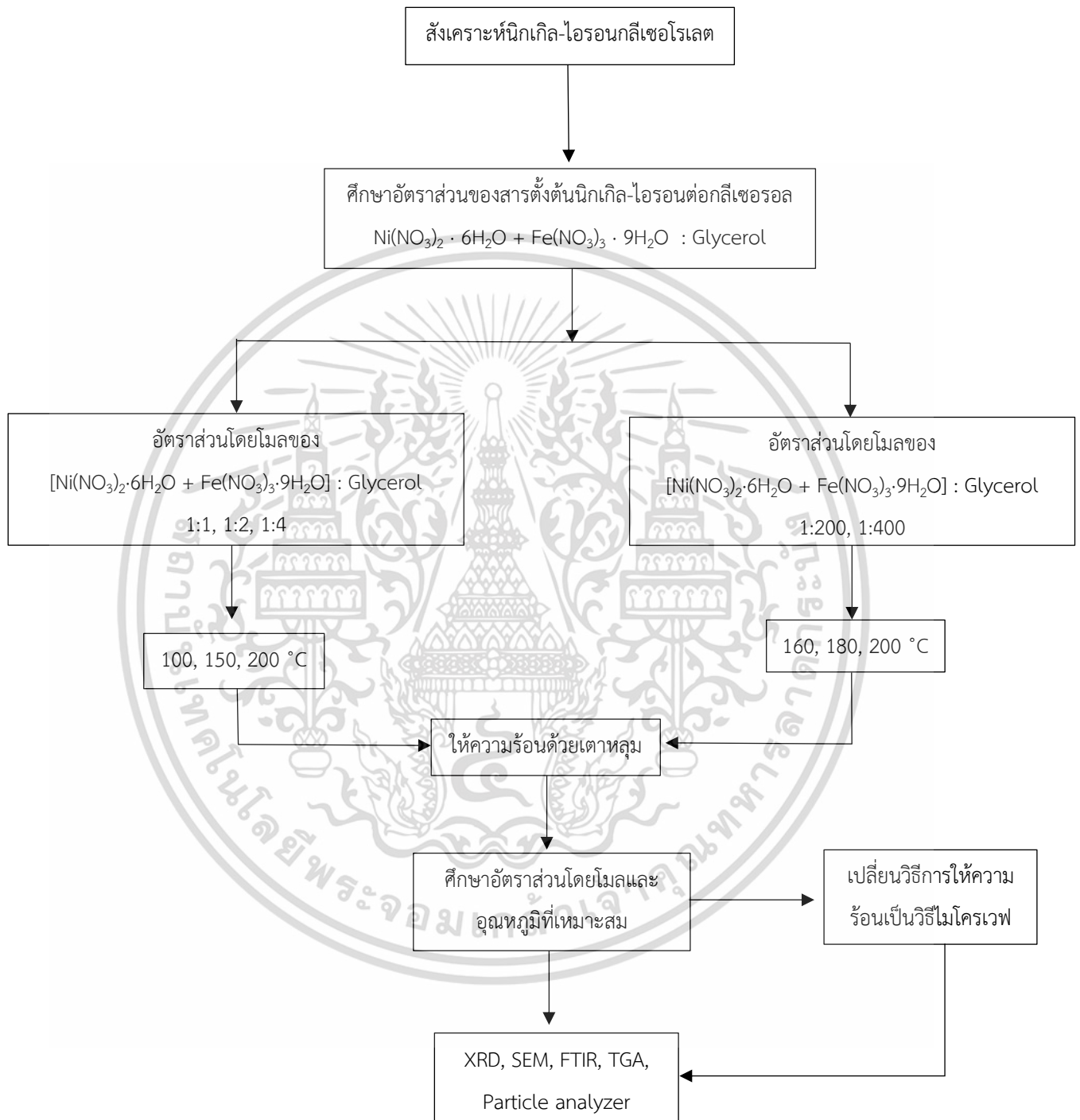
- 5) อะซิโตน (Acetone) Analytical grade จาก CARLO ERBA Reagents
- 6) น้ำกลั่น

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

- 1) เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer, XRD) Model D8-Discover, Bruke
- 2) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope, SEM) Model JEOL, JSM-6400
- 3) เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) IRAffinity-1S, Shimadzu
- 4) เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA) TG 209 F3, Tarsus
- 5) เครื่องวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (Particle Analyzer) Delsa Nano C, Beckman Coulter

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.1 การสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุม (Heating mantle)

1. เตรียม $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 7.270 กรัม $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 10.100 กรัม และ glycerol จำนวน 4.605, 9.210, 18.420 กรัม ตามอัตราส่วนโดยโมล คือ 1:1, 1:2, 1:4 ดังตารางที่ 3.1
2. เตรียม $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 0.727 และ 0.364 กรัม $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 1.010 และ 0.505 กรัม และ glycerol จำนวน 92.0938 กรัม ตามอัตราส่วนโดยโมล คือ 1:200 และ 1:400 ดังตารางที่ 3.1
3. ให้ความร้อนด้วยเตาหลุม เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง
4. นำสารละลายพักให้เย็นลง
5. นำไปนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาทีด้วยน้ำ 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 5 นาที จำนวน 2 รอบ
6. นำไปนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาทีด้วยเอทานอล 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 5 นาที จำนวน 2 รอบ
7. กรองสุญญากาศ ล้างสารด้วยเอทานอล 120 มิลลิลิตรและล้างด้วยอะซีโตน 5 มิลลิลิตร
8. นำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
9. ทำซ้ำการทดลองข้อที่ 1-8 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของการให้ความร้อนด้วยเตาหลุม ดังตารางที่ 3.1 ตามลำดับ
10. นำสารที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ XRD, SEM, FTIR, TGA และ Particle analyzer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 แสดงสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลอม (Heating mantle)

อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
[Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O] : Glycerol 1 : 1	4	100
		150
		200
[Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O] : Glycerol 1 : 2	4	100
		150
		200
[Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O] : Glycerol 1 : 4	4	100
		150
		200
[Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O] : Glycerol 1 : 200	4	160
		180
		200
[Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O] : Glycerol 1 : 400	4	160
		180
		200

3.4.2 การสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยไมโครเวฟ (Microwave)

- เตรียม Ni(NO₃)₂·6H₂O และ Fe(NO₃)₃·9H₂O และ glycerol ด้วยอัตราส่วนที่ดีที่สุดจากการให้ความร้อนด้วยเตาหลอม
- ให้ความร้อนด้วยวิธีไมโครเวฟที่ 100 องศาเซลเซียสและทำปฏิกิริยาเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- นำสารละลายพักให้เย็นลง
- นำไปนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาทีด้วยน้ำ 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 5 นาที จำนวน 2 รอบ
- นำไปนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาทีด้วยเอทานอล 30 มิลลิลิตร เป็นเวลา 5 นาที จำนวน 2 รอบ
- กรองสุญญากาศ ล้างสารด้วยเอทานอล 120 มิลลิลิตรและล้างด้วยอะซิโตน 5 มิลลิลิตร
- นำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น

8. ทำซ้ำการทดลองข้อที่ 1-7 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็นดังตารางที่ 3.2 ตามลำดับ
9. นำสารที่ได้ผลที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM, FTIR, TGA และ Particle analyzer

ตารางที่ 3.2 แสดงสถานะที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิล-ไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยไมโครเวฟ (Microwave)

อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
$[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}] : \text{Glycerol}$ 1 : x	1	100
		150
		250
$[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}] : \text{Glycerol}$ 1 : x	1	160
		180
		200

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์จากสารตั้งต้นไฮดรอกไซด์ (III) ไนเตรตไนอะไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรตเฮกซีไฮเดรต โดยศึกษาและเปรียบเทียบร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะที่ต่างกันและศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาในกระบวนการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์

ผลการศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์แบ่งออกได้ 2 ส่วน ได้แก่

ส่วนที่ 1 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ด้วยเตาหลุม โดยใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้นและอุณหภูมิที่ต่างกัน

ส่วนที่ 2 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยใช้อัตราส่วนของร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ดีที่สุดจากวิธีการให้ความร้อนด้วยเตาหลุม และใช้อุณหภูมิที่ต่างกัน

ร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ด้วยเตาหลุม โดยให้ความร้อนเป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมงสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.1 และร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไฮดรอกไซด์จากวิธีไมโครเวฟโดยให้ความร้อนเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมงสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.1 แสดงร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ในสภาวะที่ต่างกันด้วยเตาหลุม (Heating mantle)

อัตราส่วนโมล ของสารตั้งต้น	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละผลผลิต (%)			ร้อยละผลผลิต เฉลี่ย (%)
			1	2	3	
1:1 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: Glycerol	4	100	_*	_*	_*	_*
		150	_*	_*	_*	_*
		200	_*	_*	_*	_*
1:2 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: Glycerol	4	100	51.60	45.34	44.11	47.02±(4.02)**
		150	_*	_*	_*	_*
		200	_*	_*	_*	_*
1:4 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: Glycerol	4	100	_*	_*	_*	_*
		150	_*	_*	_*	_*
		200	_*	_*	_*	_*

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำไปใช้ประโยชน์ด้วยประการใด

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อัตราส่วนโมล ของสารตั้งต้น	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละผลผลิต (%)			ร้อยละผลผลิต เฉลี่ย (%)
			1	2	3	
1:200 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: Glycerol	4	160	49.65	56.91	53.45	53.34±(3.63)
		180	99.78	68.85	75.52	81.38±(16.27)
		200	81.99	73.01	94.64	83.21±(10.87)
1:400 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: Glycerol	4	160	37.11	50.93	33.97	40.67±(9.02)
		180	57.93	49.65	63.71	57.10±(7.07)
		200	73.26	52.48	86.51	70.75±(17.15)

* ไม่ได้ทำการทดลองเนื่องจากไม่สามารถสังเคราะห์เป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์

** ไม่สามารถสังเคราะห์เป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์

4.1 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลและอุณหภูมิที่แตกต่างกันด้วยเตาหลุม (Heating mantle)

การทดลองนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลที่ 1:1, 1:2 และ 1:4 ที่อุณหภูมิ 100, 150 และ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง จากตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อสังเคราะห์ที่อัตราส่วนโมล 1:2 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส และเกิดเป็นไอสีแดงขึ้น เมื่อให้ความร้อนจนครบเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าสารละลายมีปริมาณลดลงและเมื่อนำไปคำนวณหาร้อยละผลผลิตเฉลี่ยได้เท่ากับ 47.02% เมื่อนำนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ดังรูปที่ 4.1 ซึ่งไม่ปรากฏพีคการสั่นของ C-H stretching ที่ช่วง 3000 cm^{-1} ถึง 2800 cm^{-1} เมื่อเทียบกับวิจัยอ้างอิง [23] ดังนั้นจึงได้ทำการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่อัตราส่วนโมล 1:200 และ 1:400 ที่อุณหภูมิ 160, 180 และ 200 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง

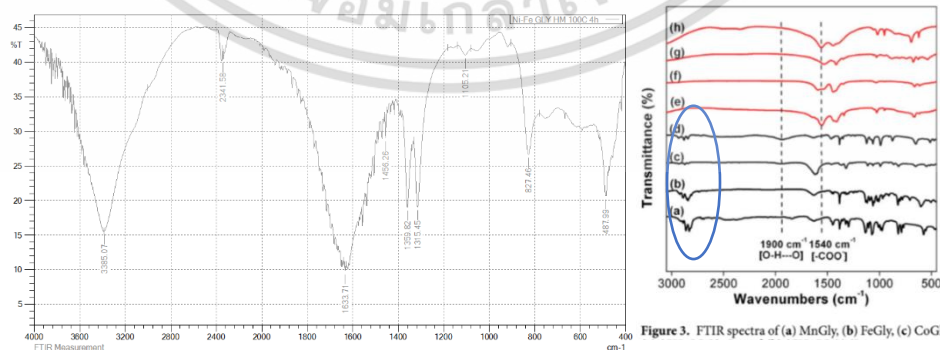
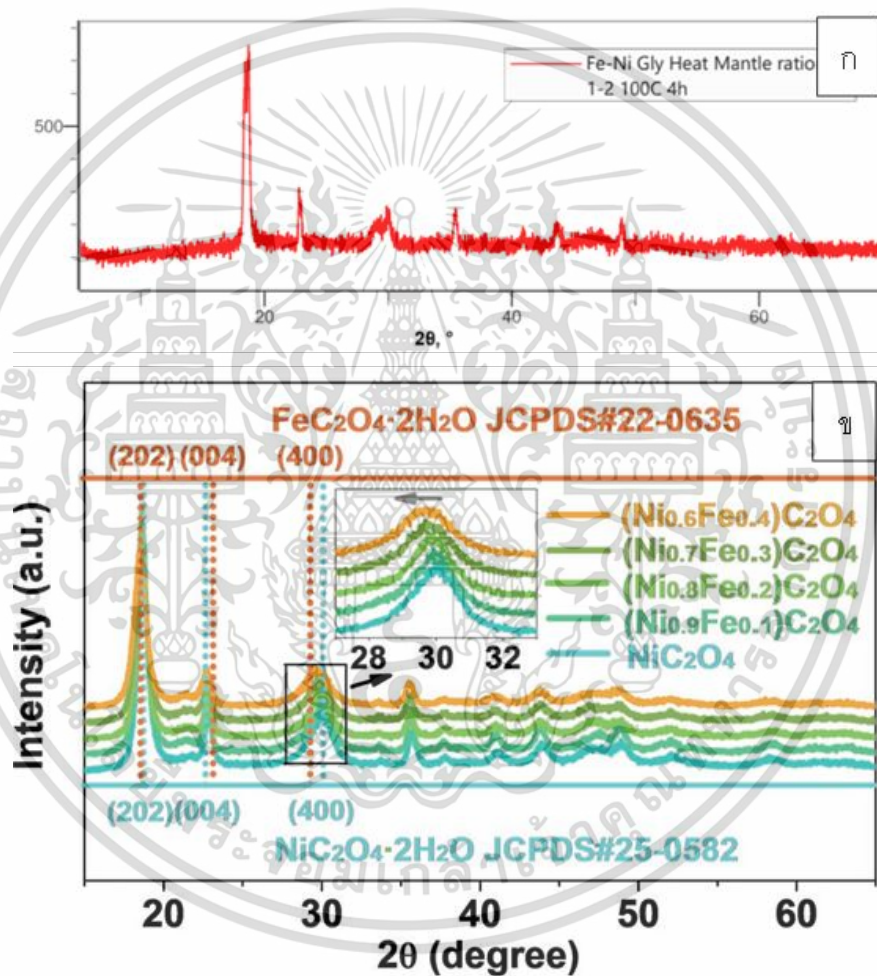


Figure 3. FTIR spectra of (a) MnGly, (b) FeGly, (c) CoGly,

รูปที่ 4.1 FTIR spectrum ของการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่อัตราส่วนโมล 1:2 ที่

อุณหภูมิ 100 °C เทียบจากงานวิจัยอ้างอิง [23] ศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

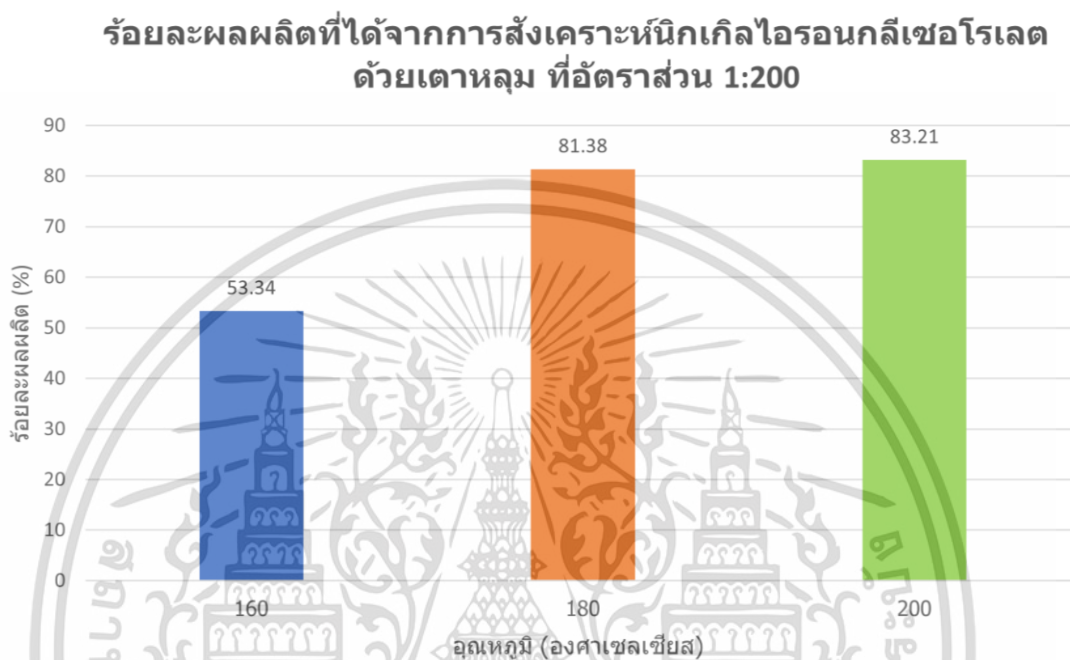
และจากรูปที่ 4.2 ในอัตราส่วนโมล 1:2 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสที่สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมนั้น เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) พบการสะท้อนที่ 2θ เท่ากับ 18.39, 18.67, 22.78, 29.99, 35.33 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอ้างอิง [34] พบว่ามีพีคการสะท้อนที่คล้ายคลึงกัน (JCPDS card no. 22-0635, no. 25-0582) และบ่งบอกได้ว่า ในอัตราส่วนโมล 1:2 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสที่สังเคราะห์ได้จากการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมสามารถสังเคราะห์ได้เป็นนิกเกิลไอรอนออกซาลेट (NiFeC_2O_4)



รูปที่ 4.2 XRD pattern ของ ก) อัตราส่วนโดยโมล 1:2 ให้ความร้อนจากเตาหลุมที่อุณหภูมิ 100 °C ข) เทียบกับงานวิจัยอ้างอิง [34]

จากตารางที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนโมลที่ 1:200 เมื่อความร้อนของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ทำให้ร้อยละเอกสารนี้ผลผลิตของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้พลังงานจลน์ของอนุภาคไม่พว่การอนุภาคข้อังสารเพิ่มมากขึ้น ทำให้อนุภาคเคลื่อนที่ได้เร็วและเกิดการชนกันมากขึ้น [31] โดยนิกเกิล

ไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ในอัตราส่วนโมล 1:200 ที่ได้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดอยู่ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส คือ 83.21% และที่อุณหภูมิ 180 และ 160 องศาเซลเซียส คือ 81.38% และ 53.34% ตามลำดับ

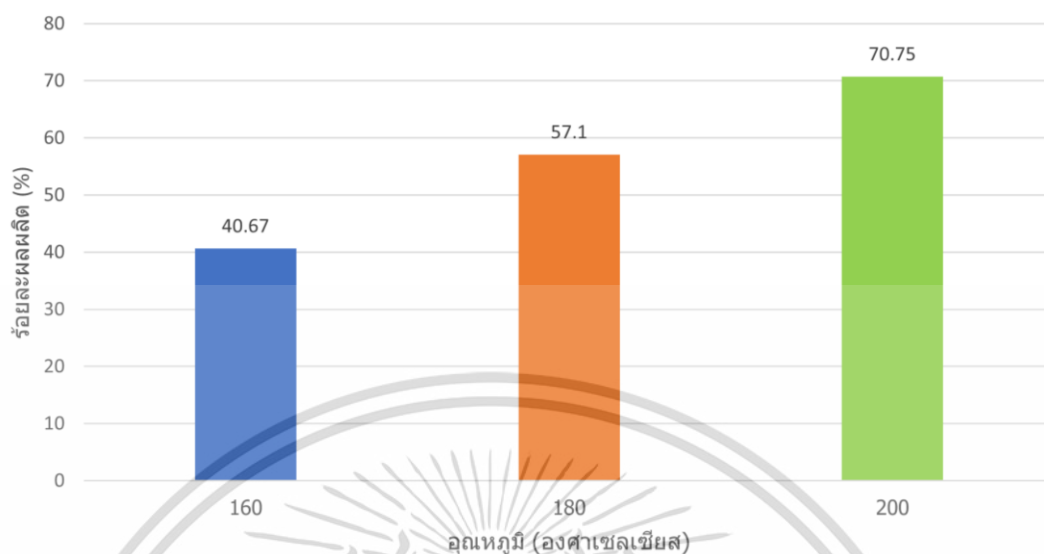


รูปที่ 4.3 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200

และจากตารางที่ 4.1 พบว่าอัตราส่วนโมลที่ 1:400 เมื่อความร้อนของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นทำให้ร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้พลังงานจลน์ของอนุภาคของสารเพิ่มมากขึ้น ทำให้อนุภาคเคลื่อนที่ได้เร็วและเกิดการชนกันมากขึ้น [31] โดยนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ในอัตราส่วนโมล 1:400 ที่ได้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดอยู่ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส คือ 70.75% และที่อุณหภูมิ 180 และ 160 องศาเซลเซียส คือ 57.10% และ 40.67% ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ร้อยละผลผลิตที่ได้จากการสังเคราะห์นิกเกิลกลีเซอโรเลต
ด้วยเตาหลุม ที่อัตราส่วน 1:400



รูปที่ 4.4 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:400

ตารางที่ 4.2 แสดงร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตในสภาวะที่แตกต่างกันด้วยไมโครเวฟ (Microwave)

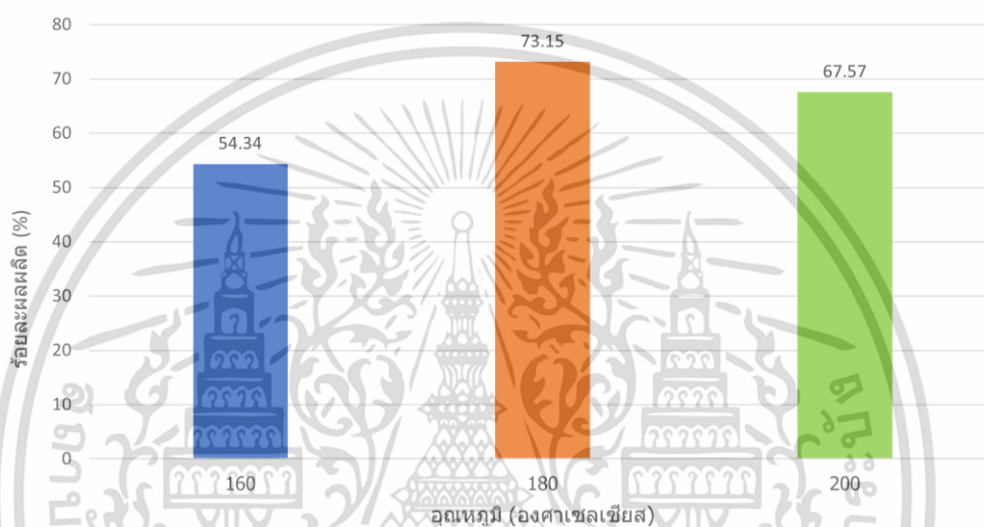
อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละผลผลิต (%)			ร้อยละผลผลิตเฉลี่ย (%)
			1	2	3	
Ni(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O + Fe(NO ₃) ₃ · 9H ₂ O : Glycerol	1	160	61.92	53.55	47.56	54.34±(7.21)
		180	65.15	74.92	79.39	73.15±(7.28)
		200	71.13	62.32	69.26	67.57±(4.64)

4.2 ผลการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตในอัตราส่วนโมลและอุณหภูมิที่แตกต่างกันด้วยไมโครเวฟ (microwave)

การทดลองนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตในอัตราส่วนโมลที่ 1:200 เนื่องจากอัตราส่วนนี้ได้ร้อยละผลผลิตจากการสังเคราะห์ด้วยเตาหลุมดีที่สุดและทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 160, 180 และ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง จากตารางที่ 4.2 พบว่า เมื่อให้ความร้อนของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นทำให้มีผลต่อร้อยละผลผลิต โดยนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟในอัตราส่วนโมล 1:200 ที่ได้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดที่ไม่ว่ากรณีอื่นๆ ทั้งนี้ ยังเห็นได้ว่ามีผลต่อสีของผลิตภัณฑ์และต้องอย่างองเองเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มาใช้

อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส คือ 73.15% รองลงมาที่อุณหภูมิ 200 และ 160 องศาเซลเซียส คือ 67.57% และ 54.34% และที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสมีร้อยละผลผลิตเฉลี่ยสูงที่สุดเนื่องจากอาจเกิดจากความคลาดเคลื่อนในขั้นตอนการทดลอง เช่น การล้างตะกอนที่อาจจะยังไม่สะอาดมากพอ

ร้อยละผลผลิตที่ได้จากการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตด้วยวิธีไมโครเวฟ ที่อัตราส่วน 1:200



รูปที่ 4.5 แผนภูมิแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200

4.3 การตรวจวัดเอกลักษณ์ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลต

โดยนิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปตรวจวัดด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) และ Thermogravimetric Analysis (TGA)

4.3.1 การวิเคราะห์เอกลักษณ์ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตที่ได้ด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD)

นิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตที่สังเคราะห์ได้นั้น เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) ได้ผลการศึกษาเป็นดิฟแฟรกโตแกรม โดยเป็นการพล็อตกราฟระหว่างค่า Intensity ในแกน Y และค่ามุม 2θ ในแกน X ดังรูปที่ 4.6 และ รูปที่ 4.7 ซึ่งจะพบการสะท้อนของนิกเกิลไฮดรอกไซด์เซโรเลตที่ 2θ เท่ากับ 10.60 ซึ่งมีความคล้ายคลึงกับงานวิจัยอ้างอิง [16] และเป็น

การบ่งบอกได้ว่านิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นน่าจะมีผลึกขนาดเล็กมากจนทำให้เกิด anisotropic broadening ของพีค XRD นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากค่า FWHM (Full Width at Half Maximum) ของพีคการเลี้ยวเบนที่สูงที่สุด ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.3 ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer's Equation) ดังนี้

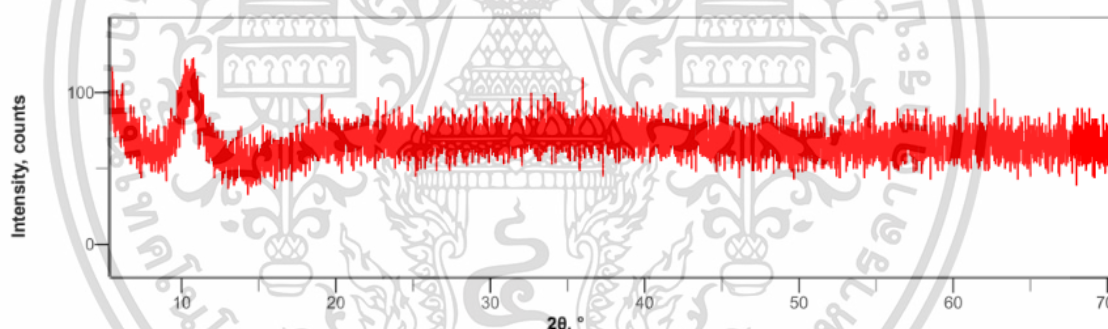
$$L = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta}$$

L = average crystallite size

λ = X-ray Wavelength

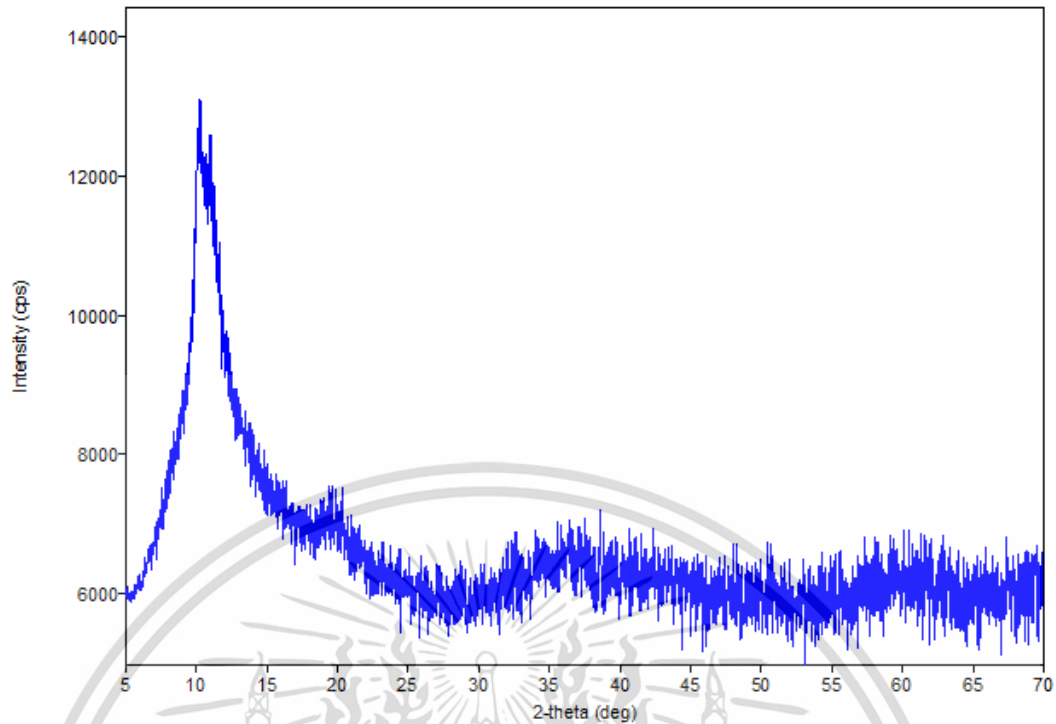
B = average full-width at half maximum of X-ray diffraction

θ = Bragg's angle



รูปที่ 4.6 XRD pattern ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 200°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 XRD pattern ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C

ตารางที่ 4.3 แสดงขนาดของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ในสถานะที่แตกต่างกัน

อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น	วิธีการให้ความร้อน	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย* (นาโนเมตร)
1:200	เตาหลุม	5.79
1:400	เตาหลุม	5.02
1:200	ไมโครเวฟ	1.74

*ขนาดอนุภาคเฉลี่ยคำนวณจากสมการ Scherrer's Equation

จากตารางที่ 4.3 พบว่าในวิธีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่าการให้ความร้อนด้วยเตาหลุม เนื่องจากการเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เมื่อเทียบจากงานวิจัยอ้างอิงพบว่าเวลามีผลต่อขนาดอนุภาค เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ทำให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น [35] ดังนั้นการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง ซึ่งใช้เวลาน้อยกว่าการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมที่ใช้เวลาถึง 4 ชั่วโมง จึงทำให้การสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟมี

ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุด คือ 1.74 นาโนเมตร

เมื่อนำนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูงแบบท่อ (Tube Furnace) ภายใต้บรรยากาศที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส เพื่อสังเคราะห์ต่อให้เป็นอนุภาคนาโน ดังรูปที่ 4.9 พบว่านิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมและเผาที่ 500 องศาเซลเซียส พบการสะท้อนที่ 2 θ เท่ากับ 10.36, 36.00, 43.54 และ 63.24 เมื่อเผาที่ 700 องศาเซลเซียส พบการสะท้อนที่ 2 θ เท่ากับ 10.20, 30.40, 35.98, 43.58 และ 63.26 และดังรูปที่ 4.10 ที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟเผาที่ 500 องศาเซลเซียส พบการสะท้อนที่ 2 θ เท่ากับ 9.98, 35.86 และ 63.60 เมื่อเผาที่ 700 องศาเซลเซียส พบการสะท้อนที่ 2 θ เท่ากับ 10.34, 30.48, 35.96, 43.64 และ 63.30 ซึ่งเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยอ้างอิง พบว่ามีความสอดคล้องกับพีคของ NiFe₂O₄ nanoparticles (JCPDS card no. 10-0325) [22] [33] และเมื่อนำไปคำนวณหาขนาดอนุภาคเฉลี่ย ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.4 ด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer's Equation) ดังนี้

$$L = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta}$$

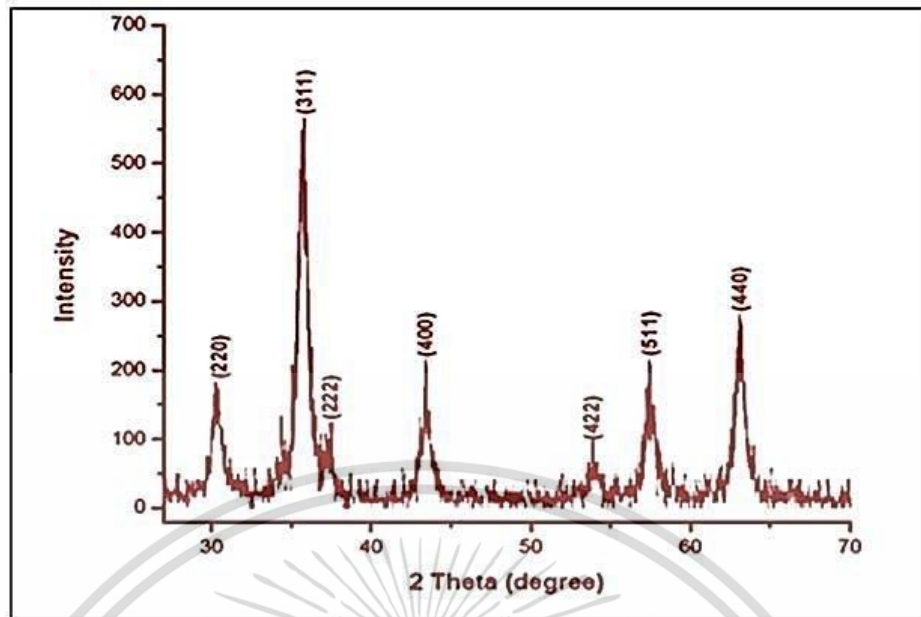
L = average crystallite size

λ = X-ray Wavelength

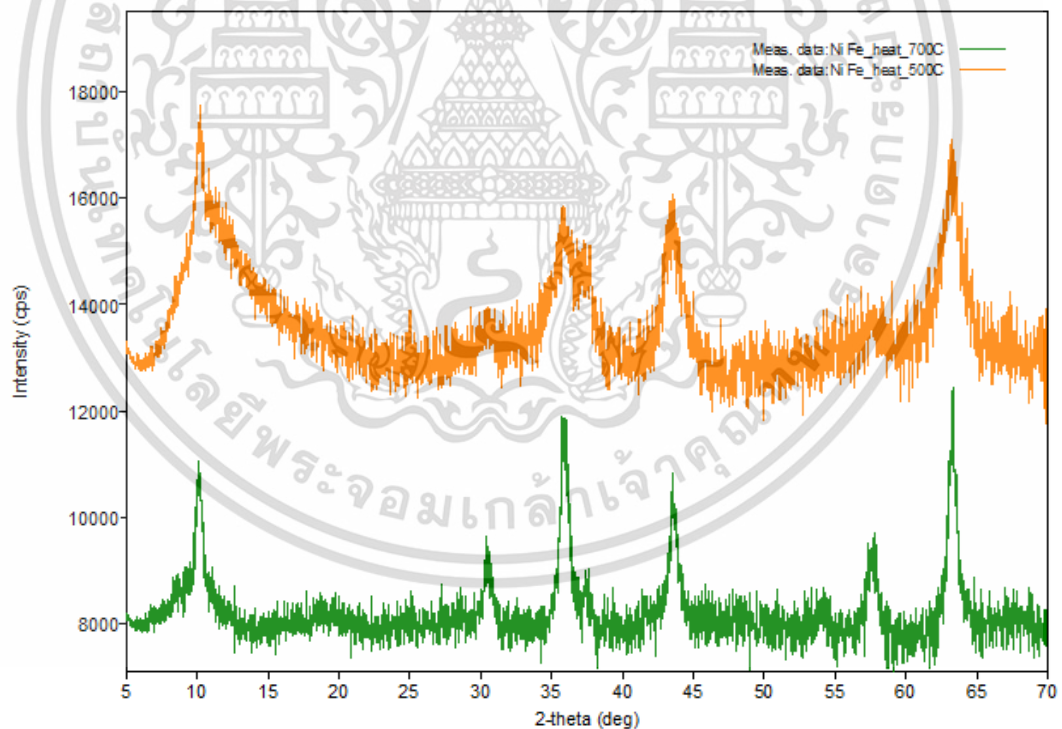
B = average full-width at half maximum of X-ray diffraction

θ = Bragg's angle

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

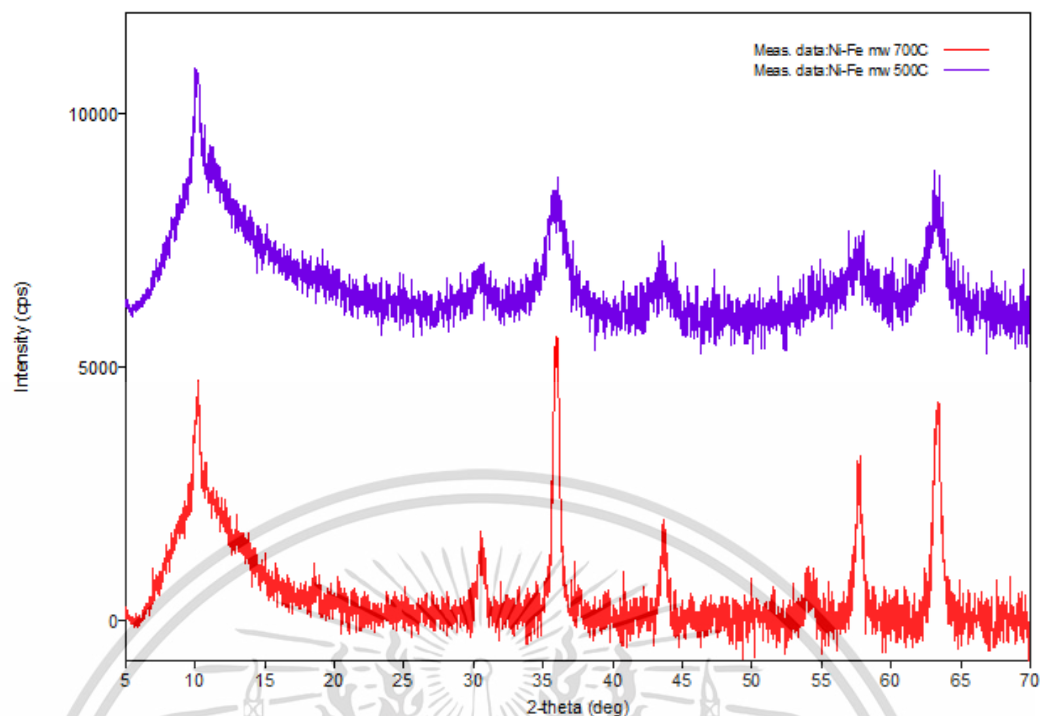


รูปที่ 4.8 XRD pattern ของ NiFe_2O_4 nanoparticles จากงานวิจัยอ้างอิง [33]



รูปที่ 4.9 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 และ 700 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 XRD pattern ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้จากไมโครเวฟและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 และ 700 °C

ตารางที่ 4.4 แสดงขนาดของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้และนำไปผ่านการเผาเพื่อสังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคนาโน

อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น	วิธีการให้ความร้อน	อุณหภูมิในการเผา (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย* (นาโนเมตร)
1:200	เตาหลุม	500	2.59
		700	9.46
1:200	ไมโครเวฟ	500	3.42
		700	12.03

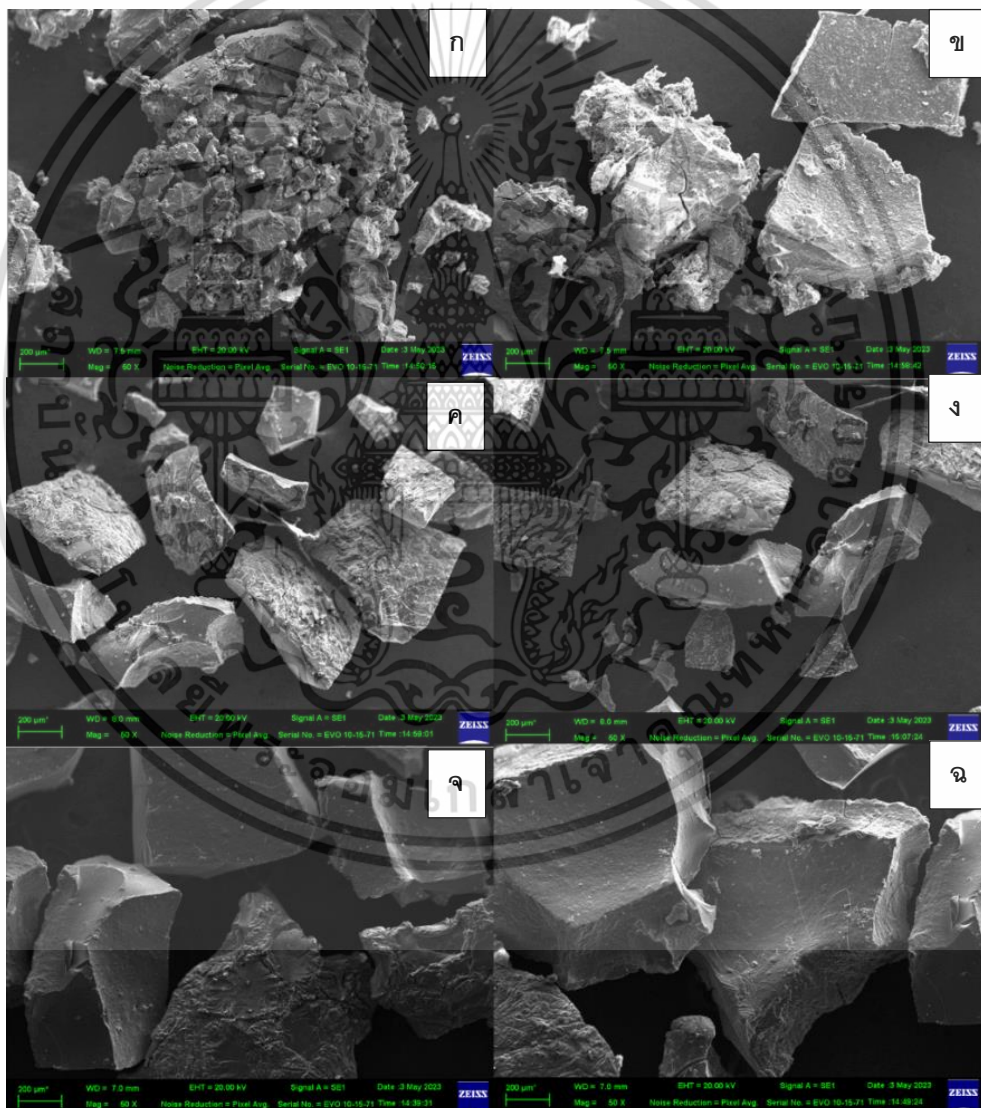
*ขนาดอนุภาคเฉลี่ยคำนวณจากสมการ Scherrer's Equation

จากตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นไป 700 องศาเซลเซียสจะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสในทั้งสองวิธีการให้ความร้อน ซึ่งการที่อุณหภูมิสูงขึ้นเอกสารนี้สามารถเพิ่มโอกาสในการชนกันของอนุภาคได้มากขึ้น เนื่องจากอนุภาคมีพลังงานจลน์เพิ่มขึ้นทำให้ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เคลื่อนที่ชนกันได้เร็วขึ้น โอกาสที่จะชนกันแล้วเกิดปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดเป็น NiFe_2O_4 nanoparticle ก็จะมีมากขึ้น อนุภาคนาโนที่เกิดขึ้นจึงมีขนาดใหญ่ขึ้น

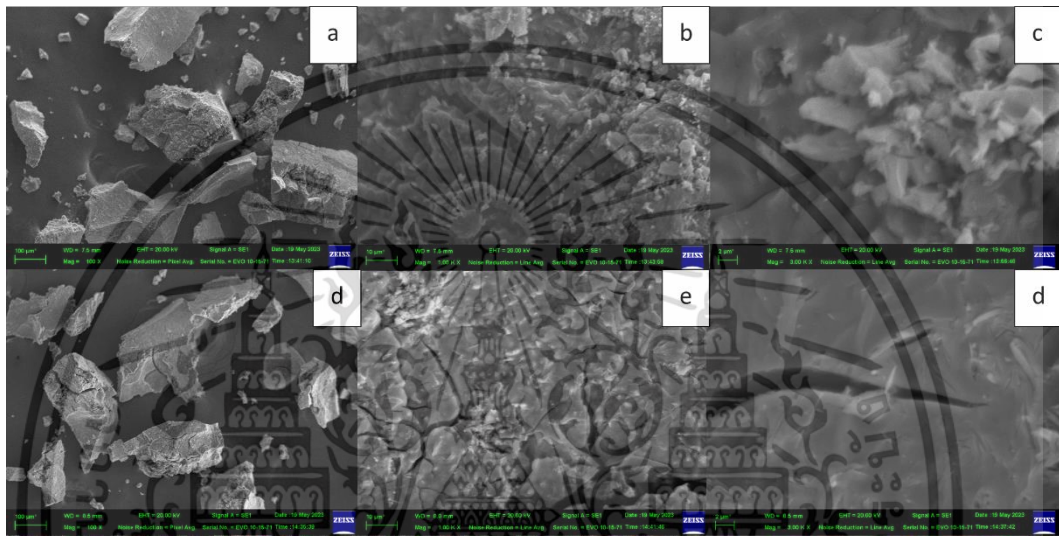
4.3.2 การวิเคราะห์ขนาดผลึกของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่ได้ด้วยเครื่อง The scanning electron microscopy (SEM)

นิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปวิเคราะห์ขนาดผลึกด้วยเครื่อง The scanning electron microscopy (SEM) ได้ขนาดผลึกดังรูปที่ 4.11 พบว่าอนุภาคมีการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนและมีขนาดผลึกที่รวมตัวกันมีขนาดใหญ่กว่า 200 ไมโครเมตร



รูปที่ 4.11 SEM image ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ ก) และ ข) ด้วยเตาหลอม อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ค) และ ง) ด้วยเตาหลอมที่อัตราส่วน 1:400 อุณหภูมิ 200 °C, จ) และ ฉ) ไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 °C ถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

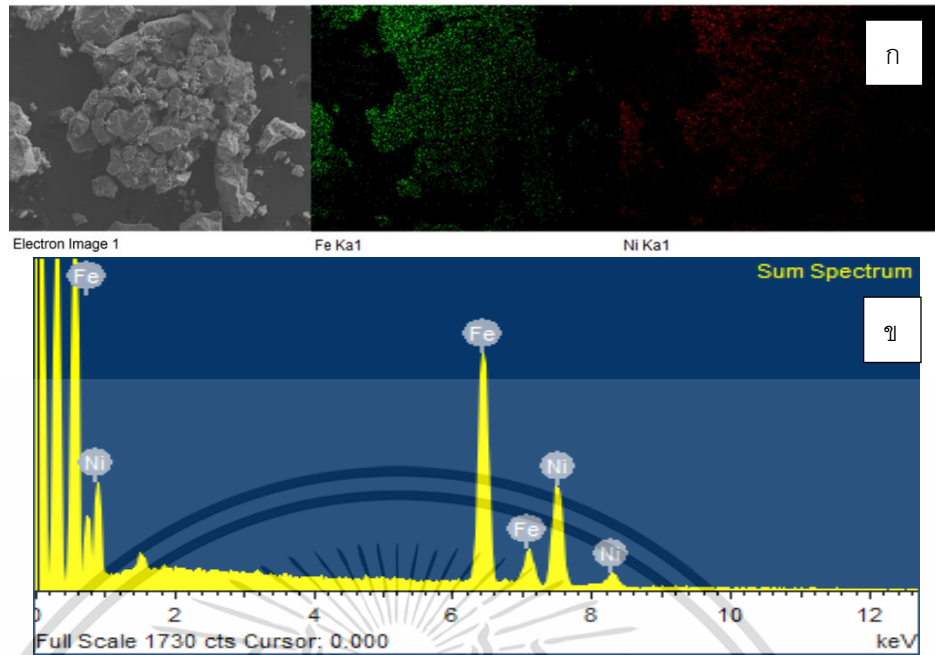
นำนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูงแบบท่อ (Tube Furnace) ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส เพื่อสังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคนาโน จากรูปที่ 4.11 พบว่ามีขนาดที่เล็กลงจากเดิมเมื่อเปรียบเทียบกับนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้แต่ยังไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง



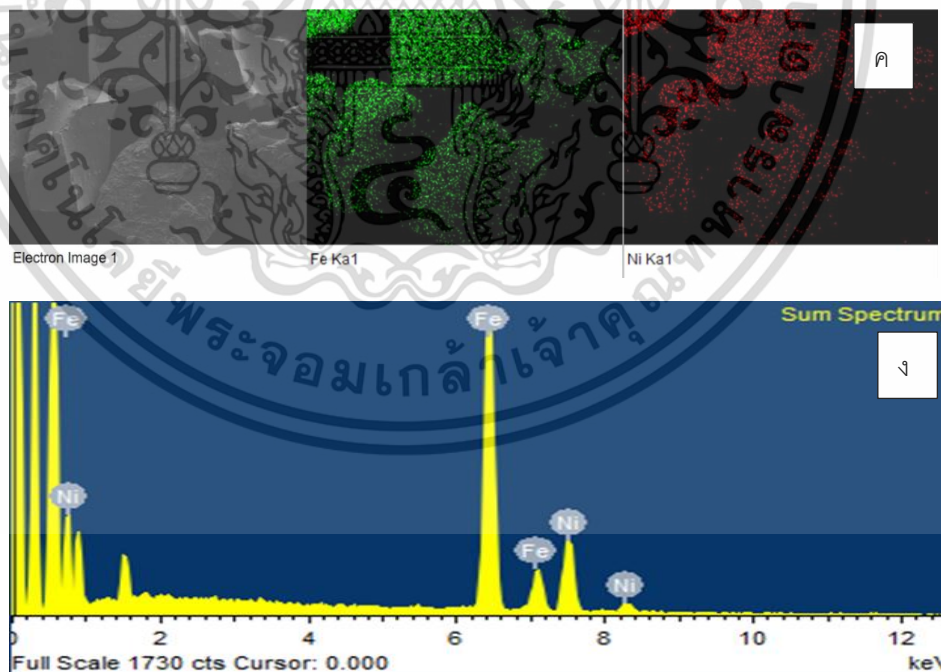
รูปที่ 4.12 SEM image ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ที่นำไปเผาแล้ว a), b) และ c) ที่อุณหภูมิ 500°C d), e) และ f) ที่อุณหภูมิ 700°C

และเมื่อนำไปวิเคราะห์ร่วมกับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy / EDS / EDX) ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้เพื่อต้องการหาองค์ประกอบของธาตุนิกเกิล (Ni) และไอรอน (Fe) ดังรูปที่ 4.13 และ 4.14 พบว่านิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุม ที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสมีการกระจายตัวของ Ni และ Fe อยู่ในตัวอย่างและมีอัตราส่วนของ Ni : Fe อยู่ที่ 0.72:1.03 และสังเคราะห์ได้ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส การกระจายตัวของ Ni และ Fe อยู่ในตัวอย่างเช่นกันและมีอัตราส่วนของ Ni : Fe อยู่ที่ 1.27:0.49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 EDX maps ของ ก) นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ข) sum spectrum ของ นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเตาหลุม ที่อัตราส่วนโมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C

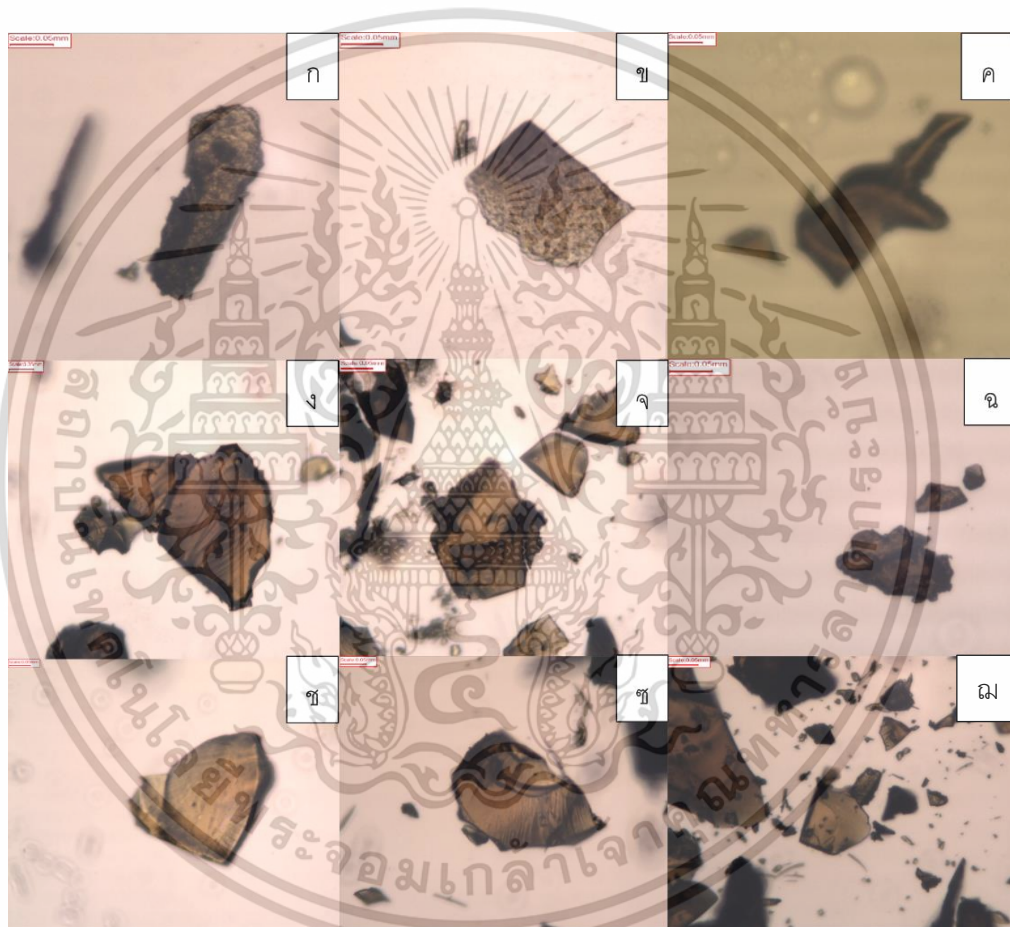


รูปที่ 4.14 EDX map ของ ค) นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน

โมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C, ง) sum spectrum ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
วิธีไมโครเวฟ ที่อัตราส่วนโมล 1:200 อุณหภูมิ 180 °C
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การวิเคราะห์ขนาดผลึกของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์ (microscope)

นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ (microscope) ได้ขนาดผลึกดังรูป 4.15 ที่กำลังขยาย 10 เท่า พบว่าอนุภาคมีความเป็นผลึก มีการรวมตัวกันของผลึก ทำให้มีขนาดใหญ่

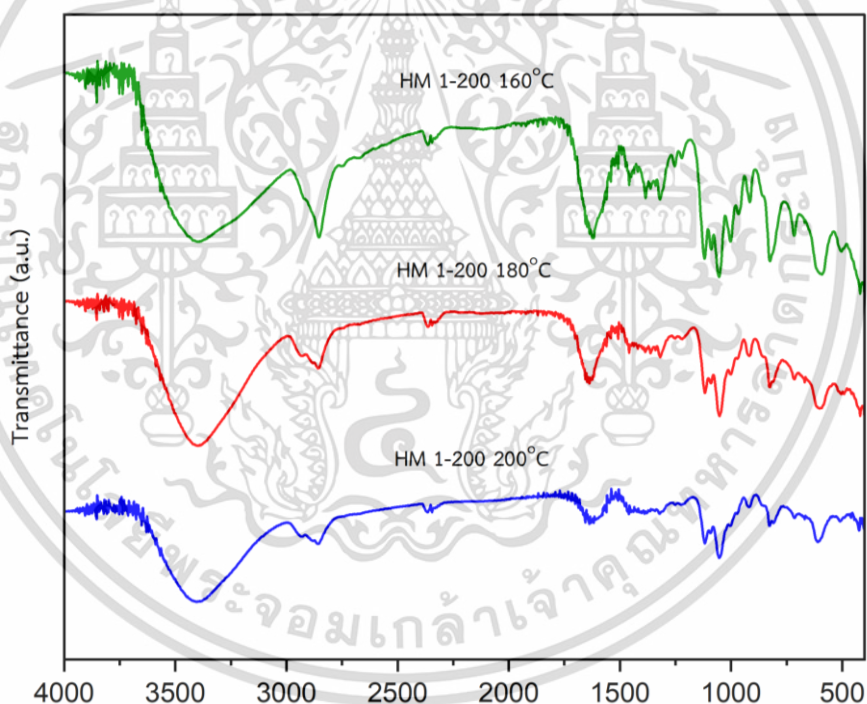


รูปที่ 4.15 นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 10 เท่า ก) สังเคราะห์ด้วยเตาหลอมที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 160°C, ข) 180°C, ค) 200°C, ง) สังเคราะห์ด้วยเตาหลอมที่อัตราส่วน 1:400 อุณหภูมิ 160°C, จ) 180°C, ฉ) 200°C, ช) สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ 160°C, ซ) 180°C, ฅ) 200°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

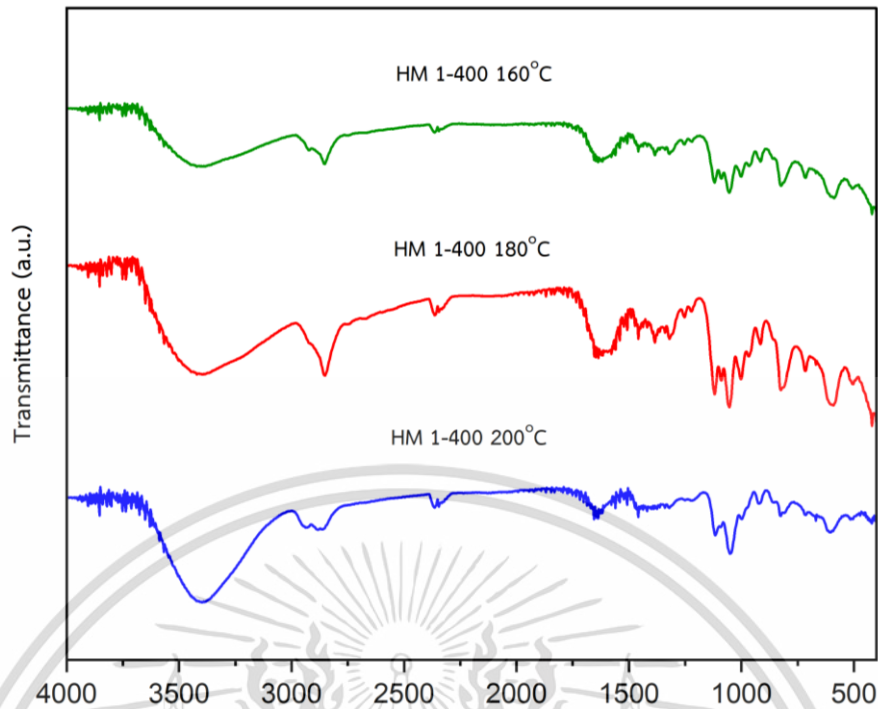
4.3.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของนิเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

จากการสังเคราะห์นิเกิลไฮดรอกไซด์ เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ดังรูปที่ 4.16 4.17 และ 4.18 พบว่านิเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนที่ต่างกัน สามารถสรุปได้ดังพิคเอกลักษณ์สำคัญ ดังนี้ ที่ตำแหน่งในช่วงประมาณ 3600 cm^{-1} ถึง 3000 cm^{-1} เป็นการสั่นยืดหยุ่นแบบตรงของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (O-H stretching) ที่ตำแหน่งในช่วง 3000 cm^{-1} ถึง 2840 cm^{-1} คือการสั่นแบบ C-H stretching ที่ตำแหน่งในช่วง 1650 cm^{-1} ถึง 1600 cm^{-1} เป็นการสั่นยืดหยุ่นแบบโค้งงอของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (O-H bending) และที่ตำแหน่งประมาณ 1120 cm^{-1} ถึง 990 cm^{-1} คือการสั่นแบบ C-O bending ซึ่งมีตำแหน่งของพิคใกล้เคียงกับผลของงานวิจัยอ้างอิง [17][24][23]

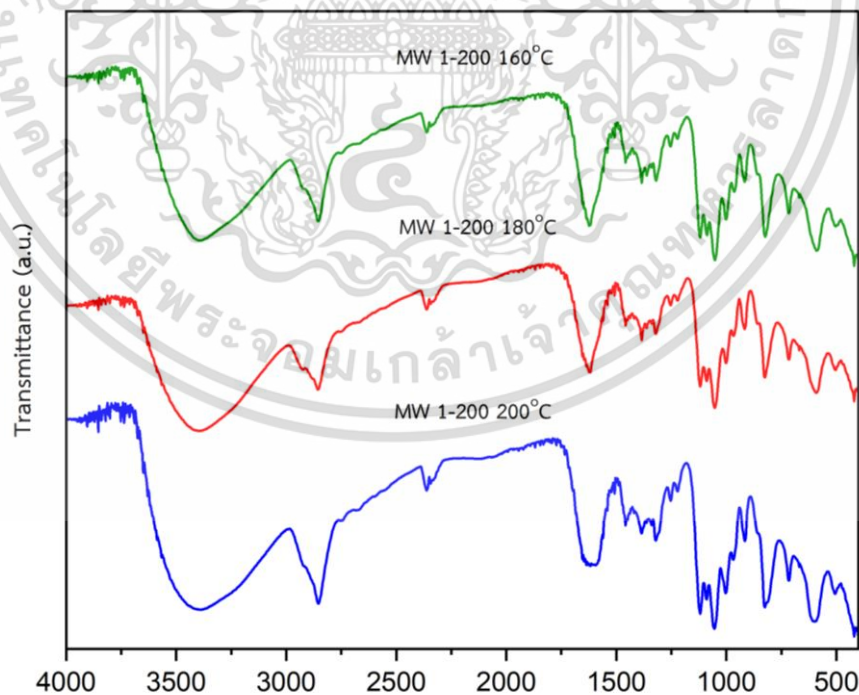


รูปที่ 4.16 FTIR spectrum ของนิเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 ในอุณหภูมิที่ต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 FTIR spectrum ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลอมที่อัตราส่วนโมล 1:400 ในอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

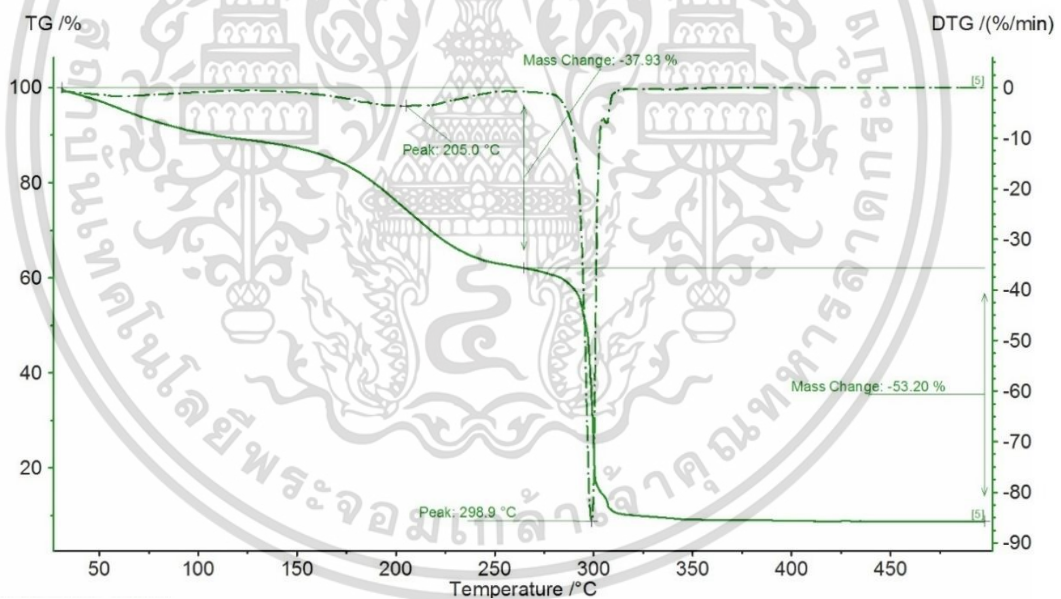


รูปที่ 4.18 FTIR spectrum ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากไมโครเวฟที่อัตราส่วน 1:200 ในอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.5 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA)

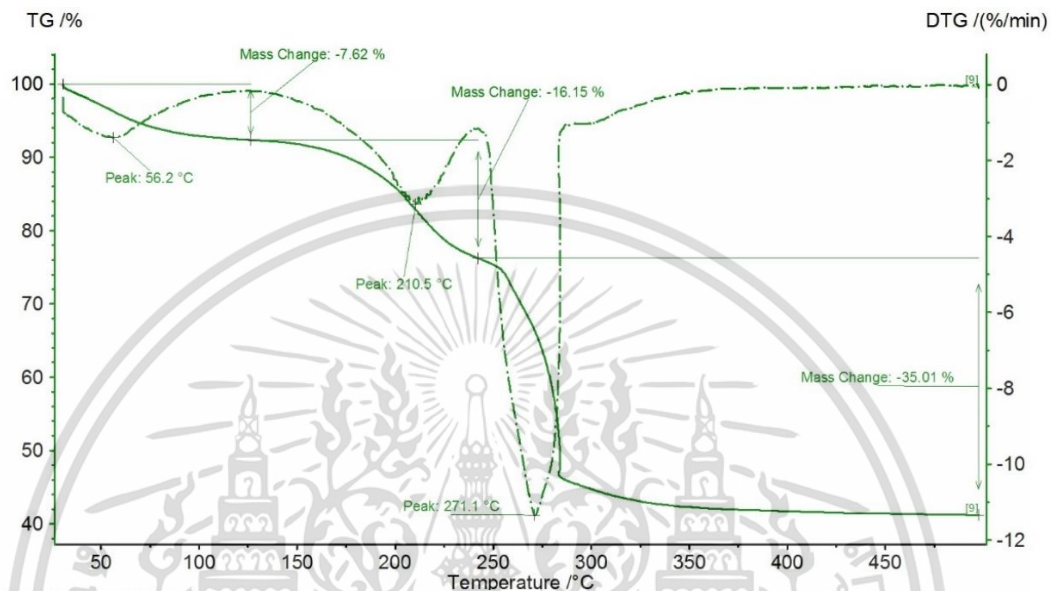
จากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) ได้ผลการทดลองแสดงในรูปแบบเทอร์โมแกรมแบบ TGA curve และ DTG (Derivative thermogram analysis) โดย TGA จะแสดงการเปลี่ยนแปลงมวลพล็อตระหว่างน้ำหนัก (mg) และอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$) และ DTG เป็นการพล็อตอัตราการสูญเสียมวลเทียบกับเวลา (dm/dt) และอุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$) ซึ่งการสลายตัวของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตได้ดังรูปที่ 4.19 ซึ่งถูกให้ความร้อนตั้งแต่ 30 ถึง 500 องศาเซลเซียส ที่อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อ นาที ภายใต้บรรยากาศ ในช่วงแรกมีน้ำหนักหายไป 37.93% ในช่วงสุดท้ายมีน้ำหนักหายไป 53.20% และอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุดอยู่ที่ 298.9 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.19 TGA-DTG ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:200 180°C

จากรูปที่ 4.20 พบว่าในช่วงแรกมีน้ำหนักหายไป 7.62% ในช่วงที่สองมีน้ำหนักหายไป 16.15% และในช่วงสุดท้ายมีน้ำหนักหายไป 35.01% อุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงมากที่สุดอยู่ที่ 271.1 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าทั้งสองรูป ในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 30 ถึง 125 องศาเซลเซียส ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อาจเกิดจากการสลายตัวของน้ำในสารตัวอย่าง ในช่วงที่อุณหภูมิ 125 ถึง 250 องศาเซลเซียสอาจเกิดจากการสลายตัวของกลีเซอรอลและในช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 250 ถึง 300 องศาเซลเซียสอาจเป็นการสลายตัวของกลีเซอโรเลต

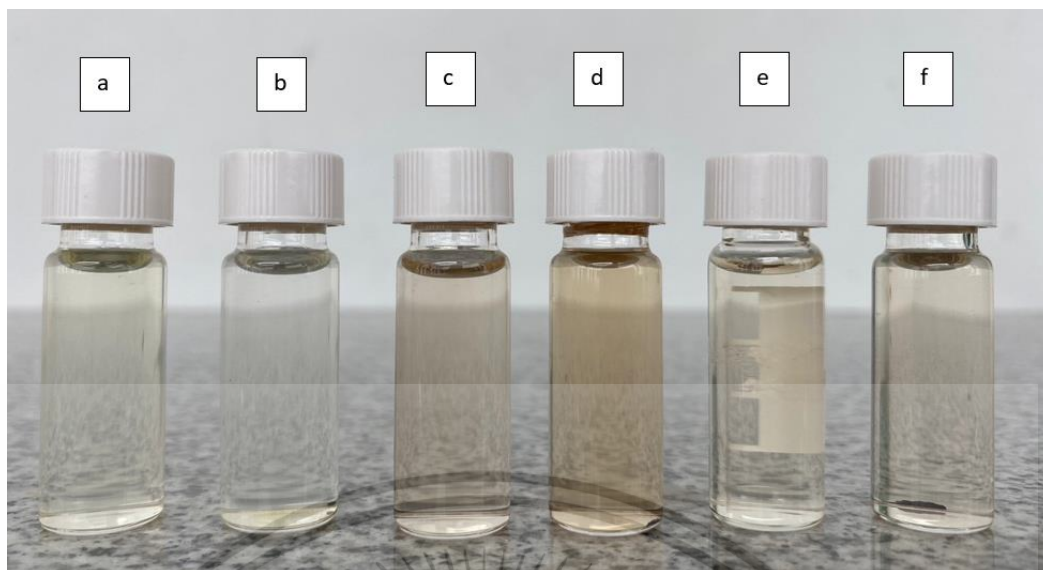


รูปที่ 4.20 TGA-DTG ของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโมล 1:400 200°C

4.3.6 การวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเครื่อง Particle Analyzer

จากการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตด้วยเครื่อง Particle Analyzer โดยมีการเตรียมสารตัวอย่างด้วยเอทานอลและใช้เทคนิค Sonication ทำให้เกิดการสั่นสะเทือนของสารตัวอย่าง สารที่เตรียมได้ ได้ดังรูปที่ 4.21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.21 สารตัวอย่างที่เตรียมได้โดยผ่านการ Sonication a) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C, b) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 °C, c) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C, d) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากเตาหลุมและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C, e) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C, f) สังกะระห์ด้วยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C

ตารางที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้ด้วยสภาวะที่แตกต่างกัน

อัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้น	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	วิธีการให้ความร้อน	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)	ค่าการกระจายตัว
1:200	180	เตาหลุม	259.90 ± (5.29)	0.14 ± (0.01)
1:200	180	ไมโครเวฟ	746.60 ± (115.25)	0.36 ± (0.04)

ดังกราฟที่ 4.5 พบว่าการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคอยู่ที่ 259.90 นาโนเมตรและมีค่าการกระจายตัวอยู่ที่ 0.14 และที่การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคอยู่ที่ 746.60 นาโนเมตรและมีค่าการกระจายตัวอยู่ที่ 0.36 จะเห็นได้ว่าทั้งสองสภาวะมีขนาดอนุภาคต่างกันมาก เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อนุภาคที่ใหญ่ อาจเกิดจากการที่อนุภาคมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ขนาดผลึกด้วยเครื่อง SEM

และเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงด้วย Tube furnace เพื่อสังเคราะห์ให้เป็น NiFe_2O_4 nanoparticle และนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัว ดังกราฟที่ 4.6 พบว่าอัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่ให้ความร้อนด้วยเตาหลุมและผ่านการเผาที่ 500 และ 700 องศาเซลเซียสมีขนาดอนุภาคอยู่ที่ 290.90 และ 197.57 นาโนเมตรตามลำดับและมีค่าการกระจายตัว 0.15 และ 0.26 ตามลำดับ อัตราส่วนโดยโมล 1:200 ที่ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟและผ่านการเผาที่ 500 และ 700 องศาเซลเซียสมีขนาดอนุภาคอยู่ที่ 634.13 และ 355.40 นาโนเมตรตามลำดับและมีค่าการกระจายตัวอยู่ที่ 0.32 และ 0.19 ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมก่อนนำไปเผา มีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคของการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมหลังเผาที่ 500 องศาเซลเซียสนั้นอาจเกิดจากสารตัวอย่างมีความเข้มข้นที่มากกว่า ซึ่งมีแนวโน้มที่จะเกิดการรวมตัวของอนุภาคที่มากกว่า

ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้และผ่านการเผาเพื่อสังเคราะห์ให้เป็นอนุภาคนาโนด้วยสภาวะที่แตกต่างกัน

อัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้น	วิธีการให้ความร้อน	เผาที่อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)	ค่าการกระจายตัว
1:200	เตาหลุม	500	290.90 ± (22.89)	0.15 ± (0.01)
		700	197.57 ± (0.95)	0.26 ± (0.02)
1:200	ไมโครเวฟ	500	634.13 ± (81.33)	0.32 ± (0.04)
		700	355.40 ± (89.85)	0.19 ± (0.04)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

- 1) จากการศึกษาการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์พบว่ามีไฮดรอกไซด์ (III) ไนเตรตโนนไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรตเฮกซีไฮเดรตสามารถนำไปสังเคราะห์เป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์ได้
- 2) จากการศึกษาผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์โดยใช้สารตั้งต้นไฮดรอกไซด์ (III) ไนเตรตโนนไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรตเฮกซีไฮเดรต อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยา คือ 200 องศาเซลเซียสสำหรับการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมและอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสสำหรับการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนโดยโมลคือ 1:200
- 3) จากการศึกษาผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์โดยใช้สารตั้งต้นไฮดรอกไซด์ (III) ไนเตรตโนนไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรตเฮกซีไฮเดรต อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยา ด้วยเตาหลุมคือ 200 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดคือ 83.21%
- 4) จากการศึกษาผลการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์โดยใช้สารตั้งต้นไฮดรอกไซด์ (III) ไนเตรตโนนไฮเดรตและนิกเกิล (II) ไนเตรตเฮกซีไฮเดรต อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยา ด้วยไมโครเวฟคือ 180 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลผลิตมากที่สุดคือ 73.15%
- 5) จากการศึกษาวิธีการให้ความร้อนในการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ พบว่าการให้ความร้อนด้วยเตาหลุมให้ร้อยละผลผลิตที่มากกว่าการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ แต่การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟมีอุณหภูมิคงที่มากกว่า ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่าและใช้เวลาในการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์น้อยกว่า

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) อุปกรณ์ให้ความร้อนในวิธีการรีฟลักซ์ควบคุมอุณหภูมิได้ค่อนข้างยาก จึงควรเปลี่ยนอุปกรณ์ให้ความร้อนเพื่อให้อุณหภูมิคงที่มากขึ้น
 - 2) ตรวจสอบขั้นตอนในการล้างตะกอนของผลิตภัณฑ์ให้มีความสะอาด เพื่อไม่ให้ส่งผลเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า กระทบต่อร้อยละผลผลิตที่ต้องการศึกษา
- ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์
- 4) ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับอัตราส่วนโมลใช้ในการสังเคราะห์นิกเกิลไฮดรอกไซด์
- 5) ศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับการสังเคราะห์เมทัลลิกไฮดรอกไซด์ด้วยการใช้โลหะหรือสารตั้งต้น

ชนิดอื่น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] Ana F. Cristino, Inês A.S. Matias, David E.N. Bastos, Rui Galhano dos Santos, Ana P.C. Ribeiro, and Luísa M.D.R.S. Martins. 2020. “Glycerol Role in Nano Oxides Synthesis and Catalysis.” *Catalysts* 2020. 10 : 1406.
- [2] กาญจนา ทรัพย์ศิริ สุชานาล ปานนุสา อภากร นวลแก้วและภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร. 2565. “การเพิ่มมูลค่ากลีเซอรอลด้วยการทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นโลหะเพื่อสังเคราะห์เมทัลกลีเซอโรเลต.” *วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง*, 31(1).
- [3] ศันศินีย์ รักไทยเจริญชีพ. 2558. “ประโยชน์จากเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ในงานทดสอบวัสดุดิบและผลิตภัณฑ์.” *กรมวิทยาศาสตร์บริการ*, 63(197).
- [4] Materials Innovation Center, Kasetsart University. 2012. **Scanning electron microscopy (SEM)**. [Online]. Available : http://mic.eng.ku.ac.th/facilitiesdetail.php?id_sub=42&id=39
- [5] ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. **หลักการการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง**. [Online]. Available : <https://www.mtec.or.th/technical-service-2/sem/>
- [6] วรางคณา อนุชิตโอฬาร. 2546. “FT-IR Imaging.” *MTEC*. 33 : 67-70
- [7] ศิรินิตย์ ธารธาดา และปฐมมาพร อำนาจอนันต์. 2561. “เทคโนโลยี Fourier Transform Infrared Spectroscopy: ทฤษฎีและการประยุกต์ใช้.” *วารสารวิทยาศาสตร์สุขภาพสัตว์และเทคโนโลยี*. 2(1)
- [8] อรุณรัตน์ สันฐิติกวินสกุล. 2022. **อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี**. [Online]. Available : <http://pws.npru.ac.th/arunrat/data/files/ch3%20IR.pdf>
- [9] Deborath M. Reinoso, Daniel E. Damiani and Gabriela M. Tonetto. 2014. “Zinc glycerolate as a novel heterogeneous catalyst for the synthesis of fatty acid methyl esters.” *Applied Catalysis B: Environmental*. 144 : 308–316.
- [10] Negisa Ebadi Pour, Franck Dumeignil, Benjamin Katryniok, Laurent Delevoye, Bertrand Revel and Sébastien Paul. 2021. “Investigating the active phase

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่ในอินเทอร์เน็ตโดยไม่มีการระบุชื่อผู้แต่งหรือชื่อผู้เผยแพร่
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำมาใช้

of Ca-based glycerol polymerization catalysts: On the importance of calcium glycerolate.” *Molecular Catalysis*. 507 : 111571.

- [11] Pak-Chung Lau, Tsz-Lung Kwong, and Ka-Fu Yung. 2022. “Manganese glycerolate catalyzed simultaneous esterification and transesterification: The kinetic and mechanistic study and application in biodiesel and bio-lubricants synthesis.” *Renewable Energy*. 189 : 549-558.
- [12] T.G. Khonina, O.N. Chupakhin, N.V. Kungurov, N.V. Zilberberg, N.P. Evstigneeva, M.M. Kokhan, A.I. Polishchuk, V.V. Permikin, E.V. Shadrina, E.Yu. Nikitina and L.P. Larionove. 2019. “Synthesis and pharmacological activity of a silicon–zinc–boron-containing glycerohydrogel.” *Russian Chemical Bulletin International Edition*. 68(8) : 1621-1628.
- [13] Tat'yana G. Khonina, Nikolay V. Kungurov, Natal'ya V. Zilberberg. Natal'ya P. Evstigneeva, Muza M. Kokhan, Anton I. Polishchuk, Elena V. Shadrina, Elena Yu. Nikitina, Vasily V. Permikin and Oleg N. Chupakhin. 2020. “Structural features and antimicrobial activity of hydrogels obtained by the sol–gel method from silicon, zinc, and boron glycerolates.” *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 95 : 682–692
- [14] Noshin Mir, Masoud Salavati-Niasari and Fatemeh Davar. 2012. “Preparation of ZnO nanoflowers and Zn glycerolate nanoplates using inorganic precursors via a convenient rout and application in dye sensitized solar cells.” *Chemical Engineering Journal*. 181–182 : 779–789.
- [15] Hailong Dong and Claus Feldmann. 2012. “Porous ZnO platelets via controlled thermal decomposition of zinc glycerolate.” *Journal of Alloys and Compounds*. 513 : 125–129.
- [16] Ondej Jankovský, David Sedmidubský, Petr Šimeka, Zdenek Sofera, Pavel Ulbrich and Vilém Bartunek. 2015. “Synthesis of MnO, Mn₂O₃ and Mn₃O₄ nanocrystal clusters by thermal decomposition of manganese glycerolate.” *Ceramics International*. 41 : 595–601.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่มอบให้สำหรับการใช้งานที่ภาควิชาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [17] Vilem Bartunek David Prucha Marie Svecova Pavel Ulbrich Stepan Huber David Sedmidubský Ondrej Jankovský 2016. “Ultrafine ferromagnetic iron oxide nanoparticles: Facile synthesis by low temperature decomposition of iron glycerolate.” *Materials Chemistry and Physics*.
- [18] V.N.Krasil’nikov, O.D.Linnikov, O.I.Gyrdasova, I.V.Rodina, A.P.Tyutyunnik, I.V. Baklanova, E.V. Polyakov, N.A. Khlebnikov and N.V. Tarakina, “Synthesis of nanostructured carbon materials with different morphology of aggregates and their sorption properties with respect to nickel(II) ions.” *Solid State Sciences*. 108 : 06429.
- [19] Vilem Bartunek, Pavel Ulbrich, Iva Paterova’. 2021. “Facile synthesis of the magnetic Ni-Cr-Fe alloy nanoparticles and its catalytic properties.” *Materials Science and Engineering B*. 267 : 11511.
- [20] Krystof Skrbek, Ondrej Jankovský, Michal Lojka, Filip Antončík, Vilem Bartnek. 2021. “Synthesis of nanosized LaFeAl₁₁O₁₉ hexaaluminate by mixed metal glycerolate method.” *Ceramics International*. 47 :29653–29659.
- [21] Tao Cui, Shang Wu, Sheng Zhou, Qiaoliang Feng, Xin Xu, Huanlei Zhao, Qiong Su, Yanbin Wang, Xiangfei Zhao and Quanlu Yang. 2022. “Three-dimensional microsphere-like cobalt-glycerolate strutted nickel hydroxidenitrate nanoflakes grown by hydrothermal method for asymmetric hybrid supercapacitors.” *Journal of Energy Storage*. 52 : 104730.
- [22] Ondrej Jankovský, Václav Rach, David Sedmidubský, Štěpán Huber, Pavel Ulbrich, Marie Švecová and Vilém Bartunek. 2017. “Simple synthesis of free surface nanostructured spinel NiFe₂O₄ with a tunable particle size.” *Journal of Alloys and Compounds*. 723 : 58-63.
- [23] Pak-Chung Lau, Tsz-Lung Kwong and Ka-FuYung. 2016. “Effective heterogeneous transition metal glycerolates catalysts for one-step biodiesel production from low grade non-refined Jatropha oil and crude aqueous bioethanol.” *Scientific Reports*.

- [24] Fernando Wypych, Fábio da Silva Lisboa, Fabiano Rosa da Silva, Claudiney Soares Cordeiro and Luiz Pereira Ramos. 2014. "Metal Glycerolates as Catalysts in the Transesterification of Refined Soybean Oil with Methanol under Reflux Conditions." *Journal of the Brazilian Chemical Society*. 25(9) : 1592-1600.
- [25] Lab Pro Inc. 2022. **What are the Differences Between a Hot Plate and a Heating Mantle.** [Online]. Available : <https://labproinc.com/blogs/laboratory-equipment/what-is-the-difference-between-a-hot-plate-and-a-heating-mantle>
- [26] My Medical Expo. 2022. **Heating mantle.** [Online] Available: https://en.wikipedia.org/wiki/Heating_mantle
- [27] Satnam Singh, Dheeraj Gupta, Vivek Jain, and Apurbba K. Sharma. 2014. "Microwave Processing of Materials and Applications in Manufacturing Industries: A Review." *Materials and Manufacturing Processes*. 30(1) : 1-29.
- [28] Zhengzhou Keda Machinery and Instrument Equipment. 2022. **Microwave Chemical Reactor.** [Online]. Available : https://www.alibaba.com/product-detail/The-New-Design-MCR-3-Microwave_835400252.html?spm=a2700.galleryofferlist.0.0.470c1ae30UBH62
- [29] Wikipedia. 2022. **Iron (III) nitrate nonahydrate.** [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Iron%28III%29_nitrate
- [30] Wikipedia. 2022. **Nickel (II) nitrate.** [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Nickel%28II%29_nitrate
- [31] พงศธร นันทนเศและสุนทร ภูรีปริชาเลิศ. 2023. **สารและสมบัติของสารม.4-ม.6.** [Online]. Available : <https://sites.google.com/site/saisamorn333/paccay-thi-mi-phl-tx-ptikiriya-khemi>
- [32] รัชดาภรณ์ ปันทธรส. 2021. **เครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA).** [Online]. Available : <https://erp.mju.ac.th/acticleDetail.aspx?qid=1229>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือที่สงวนสิทธิ์ในชื่อของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ โดยผู้จัดทำเอกสารนี้ขอสงวนสิทธิ์ในชื่อของเอกสารนี้โดยไม่มีการดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [33] P.V. Lakshmi Narayana and Tentu Manohra. 2019. "Synthesis and Characterization of Fe-TiO₂ and NiFe₂O₄ Nanoparticles and Its Thermal Properties." *Journal of Nanoscience and Technology*. 5(4) : 769-772
- [34] Wei Zhang, Rui Cao, Xueqing Gao, Dandan Chen, Jing Qi, Fang Li and Yanji Song 2019. "NiFe Oxalate Nanomesh Array with Homogenous Doping of Fe for Electrocatalytic Water Oxidation." *small*. 1904579
- [35] Masoud Salavati-Niasari, S. Mostafa Hosseinpour-Mashkan and Fatemeh Mohandes. 2015. "Effect of precursor, microwave power and irradiation time on the particle size of CuInS₂ nanoparticles." *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 26 : 7936–7947
- [36] ศูนย์บริการเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุและนาโนเทคโนโลยี. 2022. Particle Analyzer. [Online]. Available : <http://www.nano.kmitl.ac.th/particle-analyzer/>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรตกับกลีเซอรอล จะแสดงตัวอย่างการคำนวณโดยจะแบ่งอัตราส่วนโดยโมลของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรตกับกลีเซอรอลเป็นอัตราส่วนโดยโมล 1:1, 1:2, 1:4

หาน้ำหนัก (กรัม) อัตราส่วน 1:1 ของสารตั้งต้นที่ใช้

หาน้ำหนัก (กรัม) ของสารตั้งต้นที่ใช้ หาได้จากสูตร
$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } (\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต
$$0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{290.8000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 145.4000 กรัม

ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต
$$0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{404.0000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 202.0000 กรัม

กลีเซอรอล
$$1 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{92.0938(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า กลีเซอรอล 1 โมลจะเท่ากับ 92.0938 กรัม

ได้อัตราส่วนของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต : ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต : กลีเซอรอล อยู่ที่ 145.4000 : 202.0000 : 92.0938 กรัม เนื่องจากใช้จำนวนของสารเยอะเกินไปจึงทำการลดจำนวนสารลง 20 เท่า โดยอัตราส่วนจะอยู่ที่ 7.2700 : 10.1000 : 4.6050 กรัม

หาน้ำหนัก (กรัม) อัตราส่วน 1:2 ของสารตั้งต้นที่ใช้

หาน้ำหนัก (กรัม) ของสารตั้งต้นที่ใช้ หาได้จากสูตร
$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } (\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต
$$0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{290.8000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 145.4000 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไอรอน (III) ไนเตรทโนนะไฮเดรต
$$0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{404.0000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$
 ทั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ยกเว้นที่มีเหตุเปลี่ยนแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของลิขสิทธิ์

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 202.0000 กรัม

$$\text{กลีเซอรอล} \quad 2 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{92.0938 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า กลีเซอรอล 1 โมลจะเท่ากับ 184.1876 กรัม

ได้อัตราส่วนของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต : ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต : กลีเซอรอล อยู่ที่ 145.4000 : 202.0000 : 184.1876 กรัม เนื่องจากใช้จำนวนของสารเยอะเกินไปจึงทำการลดจำนวนสารลง 20 เท่า โดยอัตราส่วนจะอยู่ที่ 7.2700 : 10.1000 : 9.2094 กรัม

หาน้ำหนัก (กรัม) อัตราส่วน 1:4 ของสารตั้งต้นที่ใช้

$$\text{หาน้ำหนัก (กรัม) ของสารตั้งต้นที่ใช้ หาได้จากสูตร} \quad \text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight} \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

$$\text{นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต} \quad 0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{290.8000 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 145.4000 กรัม

$$\text{ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต} \quad 0.5 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{404.0000 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 202.0000 กรัม

$$\text{กลีเซอรอล} \quad 4 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{92.0938 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า กลีเซอรอล 1 โมลจะเท่ากับ 368.3752 กรัม

ได้อัตราส่วนของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต : ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต : กลีเซอรอล อยู่ที่ 145.4000 : 202.0000 : 368.3752 กรัม เนื่องจากใช้จำนวนของสารเยอะเกินไปจึงทำการลดจำนวนสารลง 20 เท่า โดยอัตราส่วนจะอยู่ที่ 7.2700 : 10.1000 : 18.4188 กรัม

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่สังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้น นิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรตกับกลีเซอรอล จะแสดงตัวอย่างการคำนวณโดยจะแบ่งอัตราส่วนโดยโมลของนิกเกิล (II) ไนเตรทเฮกซารีนนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรตกับกลีเซอรอลเป็นอัตราส่วนโดยโมล 1:200 และ 1:400

หาน้ำหนัก (กรัม) อัตราส่วน 1:200 ของสารตั้งต้นที่ใช้

หาน้ำหนัก (กรัม) ของสารตั้งต้นที่ใช้ หาได้จากสูตร
$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } (\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต
$$0.0025 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{290.8000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 0.7270 กรัม

ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต
$$0.0025 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{404.0000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 1.0100 กรัม

กลีเซอรอล
$$1 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{92.0938(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า กลีเซอรอล 1 โมลจะเท่ากับ 92.0938 กรัม

ได้อัตราส่วนของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต : ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต : กลีเซอรอล อยู่ที่ 0.7270 : 1.0100 : 92.0938 กรัม

หาน้ำหนัก (กรัม) อัตราส่วน 1:400 ของสารตั้งต้นที่ใช้

หาน้ำหนัก (กรัม) ของสารตั้งต้นที่ใช้ หาได้จากสูตร
$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } (\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต
$$0.00125 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{290.8000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 0.3635 กรัม

ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต
$$0.00125 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{404.0000(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 0.5 โมลจะเท่ากับ 0.5050 กรัม

กลีเซอรอล
$$1 \text{ Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{92.0938(\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ดังนั้น เมื่อแก้สมการจะได้ว่า กลีเซอรอล 1 โมลจะเท่ากับ 92.0938 กรัม
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดเบบสงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้อัตราส่วนของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต : ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต : กลีเซอรอล อยู่ที่ 0.3635 : 0.5050 : 92.0938 กรัม

การเตรียมสารเพื่อการทดลองในอัตราส่วน 1:200 ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เตรียม นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรต 0.7357 กรัม ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 1.0142 กรัมและ กลีเซอรอล 92.1411 กรัม เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นน้ำหนักของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่ได้ เท่ากับ 0.7321 กรัม โดยอิงสมการการเกิดปฏิกิริยาเพื่อคำนวณร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลต



กำหนดให้นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรตเป็นตัวกำหนดปฏิกิริยา โดยจะสูญเสียนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต 1 โมล และเกิดเป็นนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลต 1 โมล เริ่มต้นจากการคำนวณโมลของนิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตและไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรต

$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)} \quad \text{จะได้ Mole} = \frac{0.727 \text{ (g)}}{290.79 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

เมื่อแก้สมการในปฏิกิริยา นิกเกิล (III) ไนเตรทเฮกซีไฮเดรตจะมีค่า 0.0025 โมล

$$\text{Mole} = \frac{\text{weight (g)}}{\text{Molecular weight } \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)} \quad \text{จะได้ Mole} = \frac{1.01 \text{ (g)}}{403.95 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

เมื่อแก้สมการในปฏิกิริยา ไอรอน (III) ไนเตรทโนนไฮเดรตจะมีค่า 0.0025 โมล

โดยแทนลงในปฏิกิริยาจะได้น้ำหนักของนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตตามทฤษฎีเท่ากับ 0.7337 กรัม

$$\% \text{Yield} = \frac{\text{น้ำหนักสารที่สังเคราะห์ได้ (g)}}{\text{น้ำหนักสารตามทฤษฎี (g)}} \times 100$$

ดังนั้น เมื่อแทนค่าลงในสมการร้อยละผลผลิตนิกเกิลไอรอนกลีเซอโรเลตที่อัตราส่วน 1:200 อุณหภูมิ

$$180 \text{ องศาเซลเซียสจะได้เท่ากับ } \frac{0.7321 \text{ (g)}}{0.7337 \text{ (g)}} \times 100 = 99.781\%$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

