

### บทที่ 3

#### การทดลอง

#### 3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

##### 3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ในงานวิจัยนี้ ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{Ni/SiO}_2$  ได้ถูกเตรียมขึ้นมาโดยใช้ไมโครอิมัลชันโดยเปลี่ยนภาวะในการเตรียมไปต่าง ๆ สำหรับสารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้ในงานวิจัยนี้นั้นมีดังนี้

สารตั้งต้นของโลหะนิกเกิล :  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ตัวทำละลายอินทรีย์ : 1-hexanol

สารลดแรงตึงผิว : Polyethylene dodecyl ether (Brij-35)

Polyoxyethelene - *p* - nonylphenyl ether (NP-5)

Cetyltrimethylammonium chloride (CTAC)

สารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิล :

Hydrazine ( $\text{N}_2\text{H}_4$ )

Ethylenediamine ( $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ )

Dicyclopentadiene ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}$ )

อัลคอกไซด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นของซิลิกา : Tetraethylorthosilicate (TEOS)

สารที่ช่วยเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS : สารละลาย 30% ของแอมโมเนียใน

น้ำ

ทั้งนี้โครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวและรีเอเจนต์ที่ใช้ในการทดลอง เป็นไปดังแสดงไว้

ในภาพที่ 3.1

##### 3.1.2 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารต่าง ๆ ที่ใช้

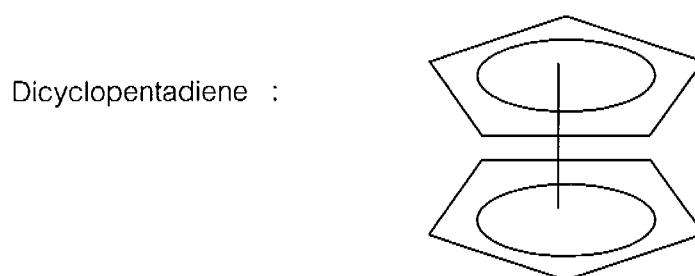
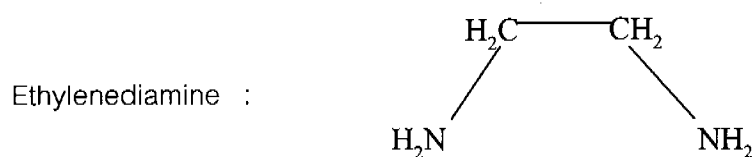
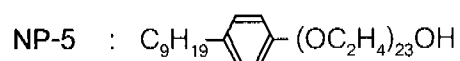
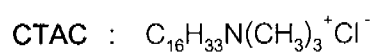
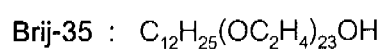
การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{Ni/SiO}_2$  โดยวิธีไมโครอิมัลชัน ใช้ปริมาณของสารต่าง ๆ

ดังนี้

ก. ในขั้นตอนการเตรียมไมโครอิมัลชัน

## ภาพที่ 3.1

โครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวและสารเคมีที่ใช้ในการทำให้เกิด  
สารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิลที่ใช้ในงานวิจัยนี้



ใช้น้ำ: สารลดแรงตึงผิว = 6 เท่าโดยโมล หรือค่าอื่นที่ระบุ

ข. ใช้สารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิล : Ni = 5 เท่าโดยโมล

ค. ใช้ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในตัวทำละลายอินทรีย์เป็น 0.5 M

ง. คำนวนปริมาณ TEOS ที่ใช้โดยสมมติว่าผลได้ (yield) ของซิลิกาจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS = 60 %

จ. ปริมาณของสารที่ใส่ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS

น้ำ: TEOS = 8 : 18.75 โดยปริมาตร

หรือ

สารละลาย 30% ของแอมโมเนีย น้ำ : TEOS = 6 : 3 : 18.75 โดยปริมาตร

หรือ

สารละลาย 30% ของแอมโมเนีย น้ำ : TEOS = 8 : 18.75 โดยปริมาตร

### 3.1.3 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

สำหรับขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยละเอียดนั้น จะขอยกตัวอย่างการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาตัวหนึ่ง ที่ในขั้นตอนการเตรียมนั้น ใช้ Brij-35 เป็นสารลดแรงตึงผิว ใช้ไฮดราซีนเป็นสารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน และไม่ใส่สารละลายแอมโมเนียลงไปพร้อม ๆ กันกับ TEOS เลย ให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนัก 3 กรัม ที่มีอัตราส่วนของ Ni 1.0 wt% ดังนี้

1. เตรียมสารละลายนิกเกิลคลอไรด์ 0.4 M ปริมาตร 1.278 ml ใส่ลงในบีกเกอร์
2. ใส่สารละลาย Brij-35 ใน 1-เฮกซานอล ปริมาตร 23.6 ml ลงในบีกเกอร์ในข้อแรก ตั้งกวนบนตัวกวนแม่เหล็กเพื่อให้ได้ของผสมเป็นไมโครอิมัลชัน
3. เติมหีดราซีนปริมาตร 124  $\mu$ l ลงไปในของผสมไมโครอิมัลชันข้างต้นให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิลไฮดราซีนขึ้นในริเวสไมเซลของไมโครอิมัลชัน
4. เติม TEOS และน้ำปริมาตร 18.75 และ 8 ml ตามลำดับ ลงในบีกเกอร์ในข้อ 3 กวน 2 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ แล้วได้ซิลิกาจับเอาสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิลไฮดราซีนตกตะกอนลงมา
5. แยกเอาตะกอนออกแล้วนำไปล้างด้วย 2-โพรพานอล 3 ครั้ง แล้วอบทิ้งไว้ 1 คืน

6. นำตะกอนแห้งที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 550°C ในสภาวะอากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 450°C ในสภาวะไฮโดรเจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/SiO<sub>2</sub> ที่เตรียมโดยใช้ไมโครอิมัลชันที่พร้อมใช้งานแล้วออกมา แล้ว

7. คำนวณอัตราส่วนที่แท้จริงของนิกเกิลภายในตัวเร่งปฏิกิริยาจากน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้

### 3.1.4 การเปลี่ยนแปลงปัจจัยในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

#### 3.1.4.1 การศึกษาผลกระทบจากค่าความเป็นเบสในขั้นตอนไฮโดรไลซิสของ TEOS

วิธีการทำให้ได้ค่าความเป็นเบสต่างๆ : ใช้อัตราส่วนการผสมระหว่างปริมาตรของน้ำและปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30% ในน้ำ ตามที่เขียนในข้อ จ. ในข้อ 3.1.2

#### 3.1.4.2 การศึกษาผลกระทบจากการเปลี่ยนปริมาณของสารละลายนิกเกิล

วิธีการทำให้ได้ปริมาณสารละลายนิกเกิลต่างๆ : ใส่สารละลายนิกเกิลในขั้นตอนการเกิดไมโครอิมัลชันเพื่อให้อัตราส่วนระหว่างน้ำและสารลดแรงตึงผิวเป็น 6 12 และ 30 เท่า

#### 3.1.4.3 การศึกษาผลกระทบจากการเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายนิกเกิล

วิธีการทำให้ได้ความเข้มข้นของสารละลายนิกเกิลต่างๆ : ใช้สารละลายนิกเกิลในขั้นตอนการเกิดไมโครอิมัลชันที่ 0.4 และ 1.0 M โดยให้ปริมาณน้ำคงที่

#### 3.1.4.4 การศึกษาผลกระทบจากการเปลี่ยนสารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบ

##### เชิงซ้อนของนิกเกิล

วิธีการให้ได้สารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิลต่างๆ กัน : ใช้สารเคมีที่ใช้ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน 3 ชนิด คือ ไฮดรารซีน เอทิลีนไดอามีน และ ไดไซโคลเพนตะไดอีน

#### 3.1.4.5 การศึกษาผลกระทบจากการเปลี่ยนสารลดแรงตึงผิว

วิธีการให้ได้สารลดแรงตึงผิวต่างๆ กัน : ใช้สารเคมีลดแรงตึงผิว 3 ชนิด คือ โพลีออกซีเอทิลีน โดเดซิลอีเทอร์ (Brij-35) โพลีออกซีเอทิลีน โนนิลฟีนิลอีเทอร์ (NP-5) และ ซิติลไทรเมทริคแอมโมเนียมคลอไรด์ (CTAC)

### 3.2 การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง TEM

ศึกษาลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เครื่องวิเคราะห์จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) รุ่น JEM 2010 บริษัท JEOL ของศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ซึ่งยิงลำแสงอิเล็กตรอนด้วยความต่างศักย์ 200 กิโลโวลต์ ด้วยฟิลาเมนต์ที่ทำจาก LAB<sub>6</sub>

ชิ้นงานเตรียมขึ้นมาโดยการนำไมโครกริดที่โครงเป็นทองแดง ตัวฉาบเป็นคาร์บอน จุ่มลงไปในของผสมที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณน้อยมาก (ประมาณ 0.03 กรัม) ถูกส่งให้กระจายตัวอยู่ในเอธานอลปริมาณมาก (ประมาณ 10 มิลลิลิตร) ด้วยเครื่องสั่นโดยใช้คลื่นอัลตราโซนิค โดยใช้เวลาในการจุ่มสั่นมาก ๆ ซึ่งทำได้โดยการเอาปากคีบหนีบไมโครกริดเอาไว้ แล้วใช้ปากคีบจุ่มกริดนั้นลงไปของผสมที่วุ้นนั้นแต่พอให้กริดสัมผัสกันกับของเหลว แล้วก็รีบยกกริดขึ้นมาเลย หลังจากนั้นก็ผึ่งกริดนั้นไว้ในเดซิกเคเตอร์อย่างน้อย 1 คืนก่อนที่จะนำไปถ่ายภาพ TEM