

ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ 2 ขั้นตอน เส้นใย SiO_2 จะถูกฉีดออกมาโดยการเตรียมสารละลายของ เทตระเอทิล ออโทซิลิเกต (tetraethyl orthosilicate) โดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ที่ค่าความต่างศักย์สูง 15.0 kV เส้นใยที่ฉีดได้มีลักษณะสม่ำเสมอ จากนั้นสารประกอบ Ni ชนิดต่างๆ เช่น NiCl_2 , NiSO_4 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ จะถูกนำมาใช้ในกระบวนการฝังตัวแบบเปียกเพื่อสร้างหมู่ NiO โดยการแปรผันร้อยละของปริมาณ Ni ต่อ Si เท่ากับ 70, 80 และ 90 ตามลำดับ ในทุกๆ ตัวอย่างจะถูกนำมาแช่ในสารละลายดังกล่าวเป็นเวลาข้ามคืน หลังจากนั้นจะถูกนำม อบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า พบว่าผิวของตัวอย่างที่ได้จะมีความหยาบและขรุขระมากขึ้นเมื่อค่าร้อยละของปริมาณ Ni ต่อ Si มากขึ้น และสามารถคำนวณค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้ทุกตัวอย่างประมาณ $0.38\ \mu\text{m}$ ผลจากเครื่อง XRD ได้แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของ NiO ปรากฏขึ้นบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จากสารประกอบ NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ แต่กลับไม่ปรากฏบนตัวอย่างที่สังเคราะห์จาก NiSO_4 เช่นเดียวกับผลของ XRF ที่ได้ระบุว่าร้อยละโดยปริมาณของ NiO บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 มีค่าเท่ากับ 57.19, 70.88 และ 87.71 ตามลำดับและมีค่าเท่ากับ 71.04, 79.84 และ 89.08 สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ แต่สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiSO_4 เครื่อง XRF ไม่สามารถค้นหาปริมาณ NiO ได้ นอกจากนี้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยในขั้นตอนเดียว สารประกอบ Ni ถูกผสมลงไปในสารละลายเทตระเอทิล ออโทซิลิเกต โดยการแปรผันค่าร้อยละโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si เท่ากับ 2.5, 5 และ 10 ตามลำดับ โดยใช้เงื่อนไขสภาวะในการฉีดเส้นใยเช่นเดียวกับการสังเคราะห์ใน 2 ขั้นตอน ผลที่ได้ปรากฏว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ไม่สามารถถูกฉีดออกมาเป็นเส้นใยได้ที่ค่าร้อยละโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si เท่ากับ 5 และ 10 แต่ตัวอย่างที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ สามารถถูกฉีดออกมาได้ทุกกรณี ดังนั้นหลังจากกระบวนการฉีดเส้นใย จะได้ตัวอย่างทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ซึ่งทั้งหมดจะถูกนำไปผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลจากเครื่อง XRD แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของ NiO ปรากฏขึ้นในทุกๆ ตัวอย่าง โดยเฉพาะตัวอย่างที่สังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ จะมีค่า intensity สูงขึ้นตามค่าร้อยละดดยน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น เช่นเดียวกันกับผลของ XRF ซึ่งแสดงปริมาณ NiO ที่ปรากฏอยู่บนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยเช่นกัน นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณของ SiO_2 ที่ปรากฏก็มีปริมาณสูงเช่นกัน ซึ่งการวิเคราะห์เชิงตัวเลขของเครื่อง EDS ทำให้ทราบว่าร้อยละโดยปริมาณของ NiO ที่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาสังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ เท่ากับ 2.9, 4.8 และ 8.8 ตามลำดับ แต่สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ จะพบว่ามีค่าร้อยละของ NiO เท่ากันที่ 2.4 ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่ผลิตแบบขั้นตอนเดียวนี้นี้ปรากฏค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ $2\ \mu\text{m}$

In the two steps method, the SiO_2 fiber was prepared from tetraethyl orthosilicate (TEOS) by electrospinning technique at high voltage condition of 15.0 kV. The synthesized fiber showed uniformly morphology. Nickel oxide was impregnated on SiO_2 fiber by wet impregnation process; using several types of solution such as NiCl_2 , NiSO_4 and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ with various weight percentage of Ni to Si as 70, 80 and 90, respectively. Each sample was impregnated in Ni compound solution for overnight and then dried for 8 hours at 110°C . Finally, dried SiO_2 fibers were calcined at 500°C for 3 hours. The results of SEM at 1,500 times magnification showed that the surface roughness of nickel oxide catalyst fiber increased with an increase in weight percentage and the average diameter of these catalyst fibers were about $0.38\text{ }\mu\text{m}$. The results of XRD showed the structure of NiO appears on catalyst fibers that prepared from NiCl_2 and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ except that from NiSO_4 . Similarly, the results of XRF indicated that the percentages of NiO on these catalyst fibers increased with an increase in weight percentage as 57.19, 70.88 and 87.71 prepared from NiCl_2 solution and 71.04, 79.84 and 89.08 from $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ solution. On the other hand, there was no NiO on catalyst fibers that prepared from NiSO_4 . In the one step method, the several types of Ni compound were mixed into the TEOS solution before the spinning process by varying weight percentage of Ni to Si as 2.5, 5 and 10, respectively. It was found that the mixture of NiCl_2 or $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ at the weight percentage 5 and 10 couldn't be spun to fiber structure. After spinning process, the synthesized fibers were calcined at 350°C for 2 hours. The results of XRD showed the appearance of NiO on each catalyst fiber. Especially, the intensity of catalyst fiber from $(\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2)$ increase with increasing of the weight percentage. The same as XRD results, the XRF found the stretching of NiO on each fiber. Moreover, it was found that not only NiO appear on catalyst fiber, also SiO_2 is the main composite. The amount of fiber composite was analyzed by EDS. It was demonstrated that the amount of NiO on catalyst fiber from $(\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2)$ were 2.9, 4.8 and 8.8%, respectively. While, preparation of NiCl_2 or $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ were the same results as 2.4%. The morphology of the catalyst fiber was uniform structure and the average diameter was around $2\text{ }\mu\text{m}$.