

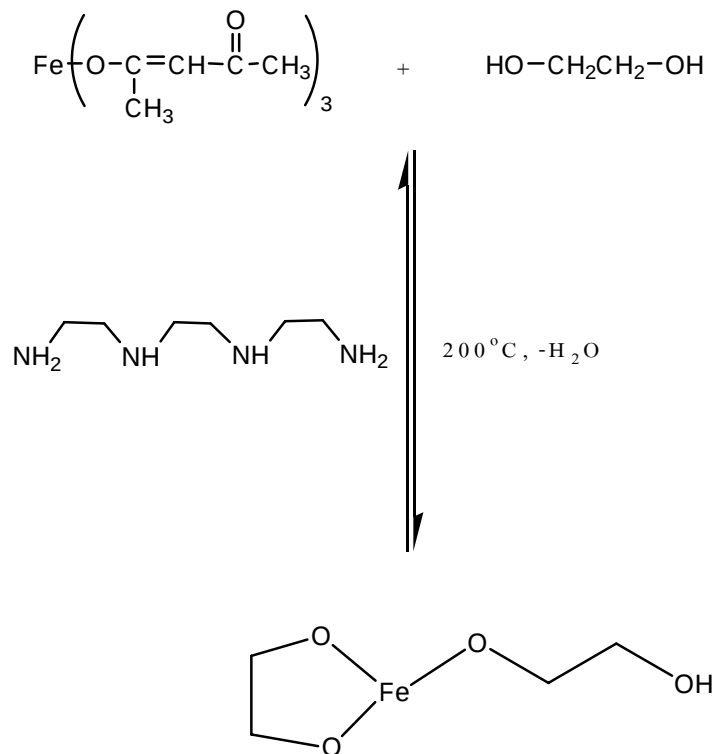
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 ผลการวิเคราะห์สารไกลโคลาโดเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการขั้นตอนเดียว (One pot process)

ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์สารไกลโคลาโดเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้และเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis) เพื่อเป็นการศึกษาสมบัติทางความร้อนและเป็นการหาค่าประกอบของสารอินทรีย์ที่มีในโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ โดยเปรียบเทียบกับค่าทางทฤษฎีที่ได้จากการคำนวณของโครงสร้างที่คาดหวังไว้ นอกจากนี้ยังใช้ศึกษาเปอร์เซ็นต์เซรามิกที่ได้หลังจากการผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide ($\text{DMSO}-d_6$) และเทคนิค Muldi-TOF Mass Spectroscopy เพื่อเป็นการยืนยันโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ร่วมกับข้อมูลที่ได้จากเทคนิคอื่น ๆ

ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารไกลโคลาโดเฟอร์เรทที่คาดว่าจะเกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 4.1

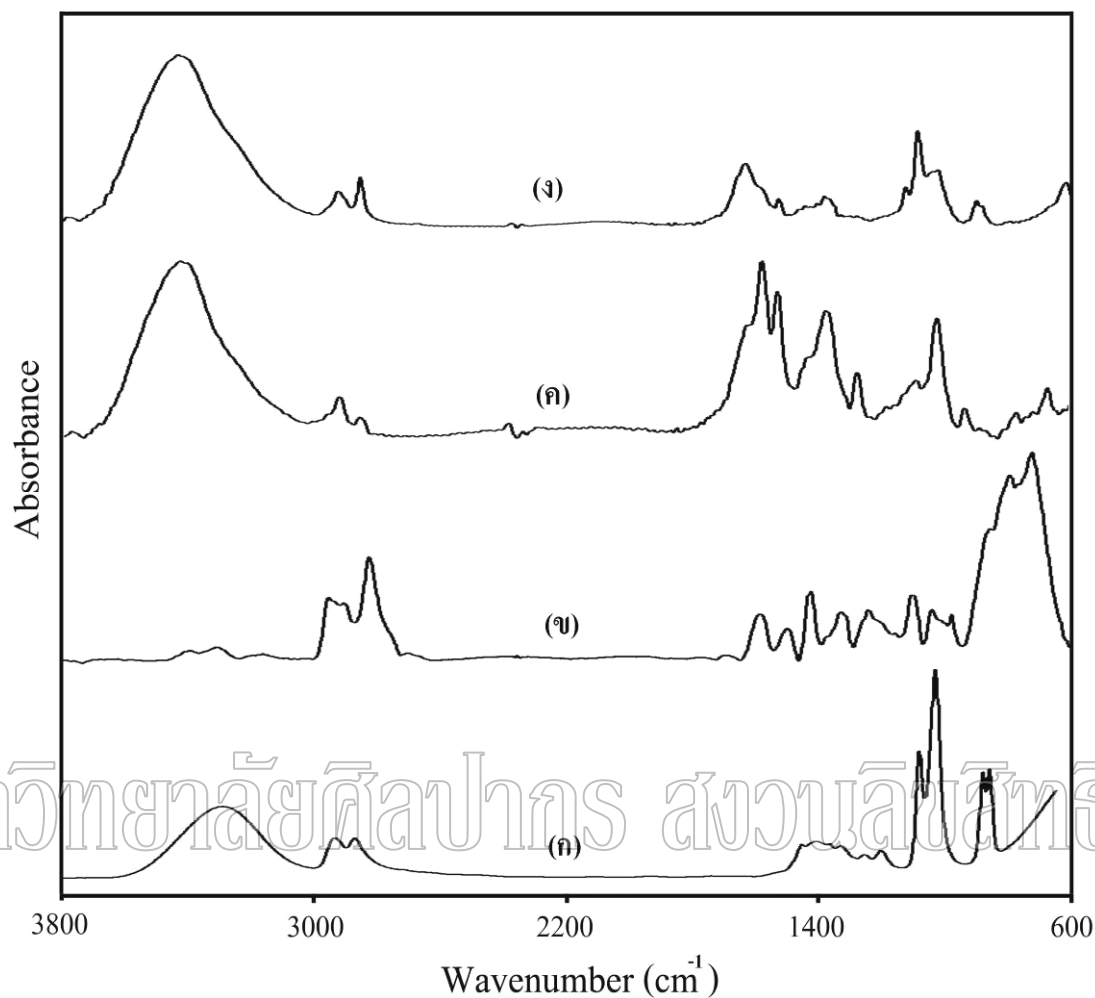


(4.1)

มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนวนิลขสิทธิ์

4.1.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ฟูเรียร์แตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตั้งต้นที่ใช้ได้แก่ เหล็กอะซิโตนอะซิโตนเอทิลีนไกลคอล และไดเรทิลีนเทรอะเอมีน กับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้คือ การยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3,000-3,681 เซนติเมตร⁻¹ การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 2,806-2,977 เซนติเมตร⁻¹ การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,030-1,085 เซนติเมตร⁻¹ และการยืดเหล็ก-ออกซิเจน-คาร์บอน (Fe-O-C) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,000-1,060 เซนติเมตร⁻¹ [29,32] การปรากฏตำแหน่งเลขคลื่นที่สอดคล้องกับการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) แสดงให้เห็นว่านอกจากในโครงสร้างของผลิตภัณฑ์มีหมู่ไฮดรอกซิลแล้ว สารผลิตภัณฑ์อาจเกิดการดูดซึมน้ำ (Water absorption) ได้อีกด้วย ตารางที่ 4.1 สรุปผลการเปรียบเทียบของหมู่ฟังก์ชันในสารตั้งต้นกับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้



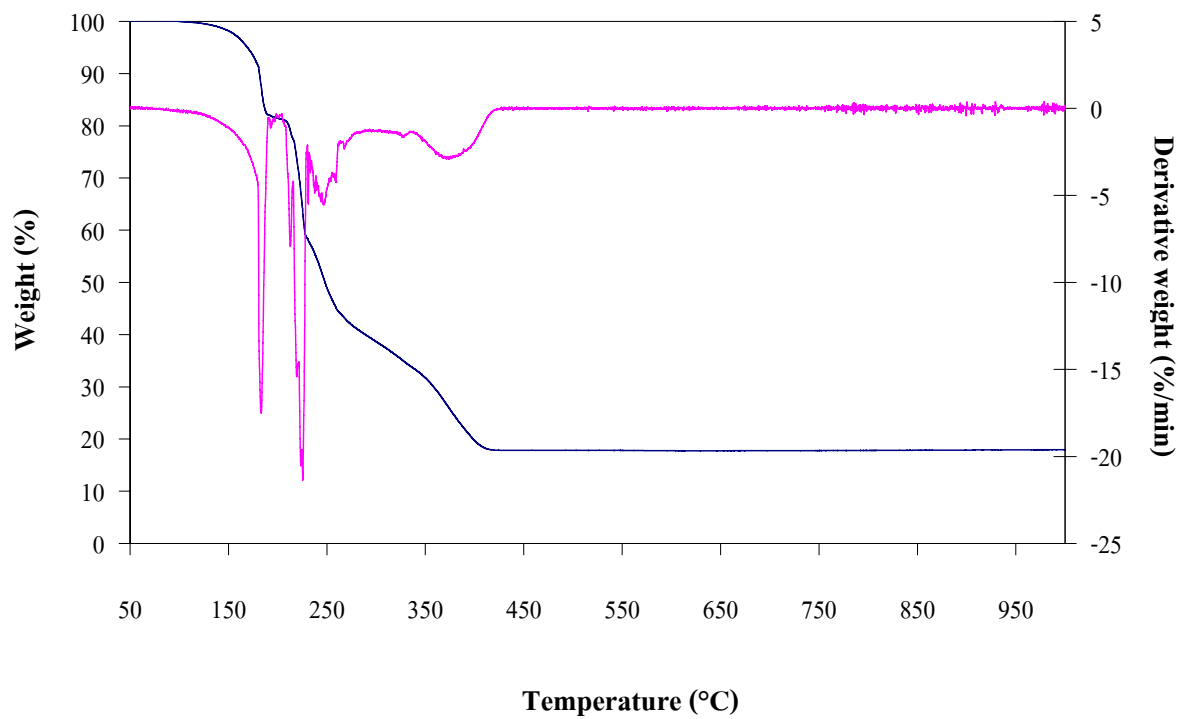
รูปที่ 4.1 ฟิวรีร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) เอทิลลีนไกลคอล, (ข) ไตรเอทิลลีนเททระเอมีน, (ค) เหล็กอะซีทิลอะซีโทเนต, (ง) สารไกลโคลาโดเฟอร์เรทที่ได้จากกระบวนการขึ้นตอนเดียว (One-pot process)

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งเลขคลื่นและหมู่ฟังก์ชันของสารตั้งต้นและสาร ไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้

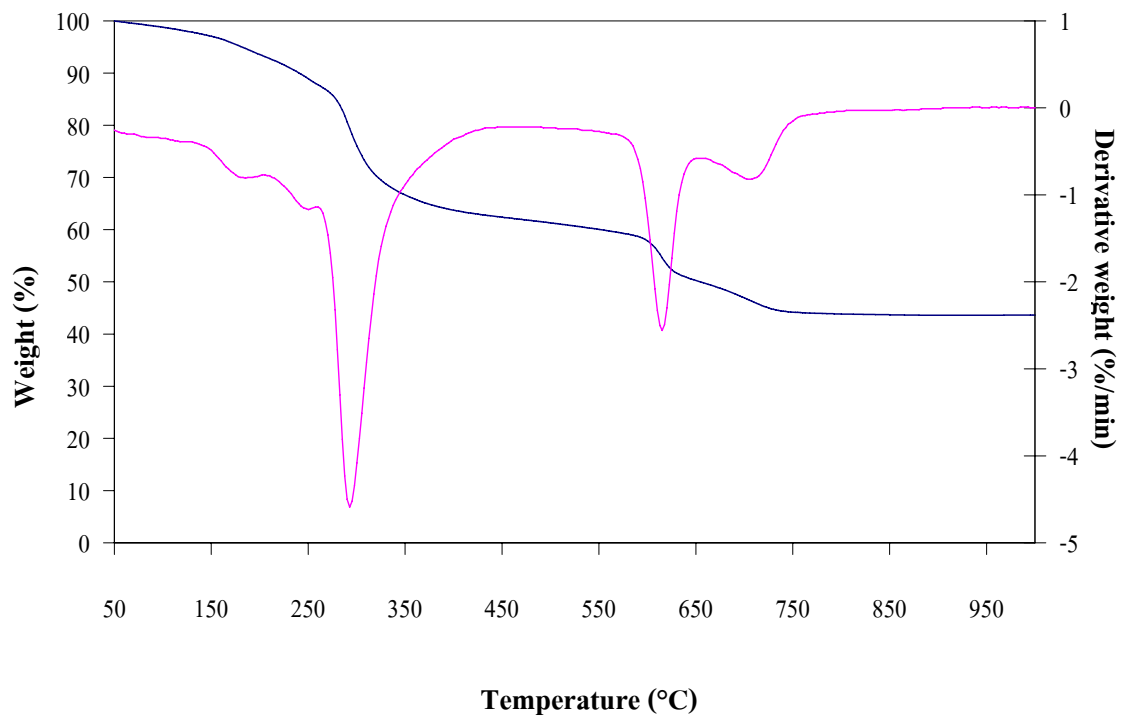
หมู่ฟังก์ชัน	เอทิลีนไกลคอล	ไตรเอทิลีนเททระเอมีน	เหล็กอะซิโตนะซีโตน	สารไกลโคลาโตเฟอร์เรท
OH stretching	3,100-3,700	-	3,000-3,688	3,000-3,681
CH stretching	2,890-2,960	2,843-2,845	2,817-2,918	2,806-2,977
C-H bending	1,450	1,469	1,575	1,200-1,400
OH bending	1,650	-	-	1,632
C-C stretching	800-1200	-	950-1,200	900-1,150
C-O stretching	1,030-1,070	-	930-1,200	1,030 – 1,085
C-N stretching	-	1,130-1,270	-	-
Fe-O-C stretching	-	-	1,018-1,086	1,000 – 1,060

4.1.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก

รูปที่ 4.2 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของสารตั้งต้นเหล็กอะซิโตนะซีโตน ส่วนรูปที่ 4.3 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ จากรูปที่ 4.3 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 250-430 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของเอทิลีนไกลคอลที่เป็นตัวทำละลายและลิแกนด์ (Ligand) ที่อยู่ในโครงสร้างและมีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 570-775 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของคาร์บอนส่วนที่เหลือ (Carbon residue) [29,32] โดยค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้เซรามิก (% Ceramic yield) ที่ได้จะมีค่าเท่ากับ 45.00 เปอร์เซ็นต์ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากทางทฤษฎี (ที่ได้มาจากโครงสร้างที่คาดหวังไว้) ที่มีค่าเท่ากับ 45.15 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 4.2 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารตั้งต้นหลักอะซิโกลอะซีโทเนต



รูปที่ 4.3 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการขั้นตอนเดียว (One-pot process)

4.1.3 การวิเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$

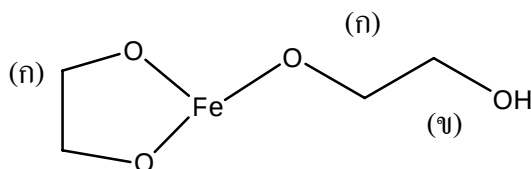
ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติการละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ในตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ น้ำ เมทานอล (Methanol) คลอโรฟอร์ม (Chloroform) คลอโรเบนซีน (Chlorobenzene) เททราไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran) และไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethylsulfoxide)

ตารางที่ 4.2 การละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์โดยใช้กระบวนการขั้นตอนเดียว (One-pot process)

ชนิดตัวทำละลาย	การละลาย
น้ำ	ละลายได้ดี
เมทานอล	ละลายได้เล็กน้อย
คลอโรฟอร์ม	ไม่ละลาย
คลอโรเบนซีน	ไม่ละลาย
เททราไฮโดรฟูแรน	ไม่ละลาย
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	ละลายได้เล็กน้อย

ผลที่ได้จากการทดสอบสมบัติการละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรท ทำให้สามารถเลือกตัวทำละลายที่ใช้สำหรับการทดสอบเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ได้ จากการทดลองพบว่าเมื่อน้ำจะสามารถละลายสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้ดี แต่น้ำสามารถทำให้สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทเกิดปฏิกิริยาการเปิดวงแหวน (Ring opening) ด้วยการเกิดไฮโดรไลซิสได้ ทำให้ไม่สามารถใช้น้ำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ ส่วนในตัวทำละลายเมทานอลนั้นสามารถละลายสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้เล็กน้อยเช่นเดียวกันกับไดเมทิลซัลฟอกไซด์ แต่การใช้ตัวทำละลายเมทานอลมีโอกาที่จะสามารถทำให้เกิดการสับเปลี่ยนแอลกอฮอล์ (Alcohol interchange) กับลิแกนด์ไกลโคเลทที่อยู่ในโครงสร้างของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้ ดังนั้นจึงไม่เหมาะสมที่จะนำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารไกลโคลาโต

เฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือก Deuterated dimethylsulfoxide (DMSO-d₆) เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ¹H-NMR และ ¹³C-NMR



รูปที่ 4.4 โครงสร้างของสารไกลโคไลโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการขั้นตอนเดียว (One pot process)

จากการทดลองด้วยเทคนิค ¹H-NMR พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี 3 ตำแหน่ง ที่ 3.33, 3.40 และ 4.50 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ -O-CH₂- (ก), -CH₂OH (ข) และน้ำที่อยู่ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide หรือเกิดจากการดูดซับน้ำ (Water absorption) ของสารไกลโคไลโตเฟอร์เรท ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ในทำนองเดียวกันจากการทดลองด้วยเทคนิค ¹³C-NMR พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี 2 ตำแหน่งที่ 62.78 และ 65.50 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ CH₂-O- (ก) และ -CH₂-OH (ข) ที่อยู่ในโครงสร้างของสารไกลโคไลโตเฟอร์เรท ตารางที่ 4.3 แสดงตำแหน่งของ Chemical shift ที่ได้จากเทคนิค ¹H-NMR และ ¹³C-NMR ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งของ Chemical shift ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

สาร	$^1\text{H-NMR}$ (ppm)	$^{13}\text{C-NMR}$ (ppm)
เอทิลีนไกลคอล	3.62 4.23	63.4
ไตรเอทิลีนเทระเอมีน	1.25 2.50 2.75	39.2, 40.3 42.0, 46.3 46.9
สารไกลโคลาโตเฟอร์เรท	3.33 3.40 4.50	62.78 64.50

4.1.4 การวิเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคแมสสเปกโตรสโกปี

มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนอนุรักษ์มรดก

แมสสเปกตรัม (Mass spectra) ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ดังแสดงในตารางที่

4.4 แสดงให้เห็นว่าสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทประกอบด้วยโอลิโกเมอร์ (Oligomer) ซึ่งเกิดการแตกจากเฮกซะเมอร์ (Hexamer) โดยมี m/z เท่ากับ 1061

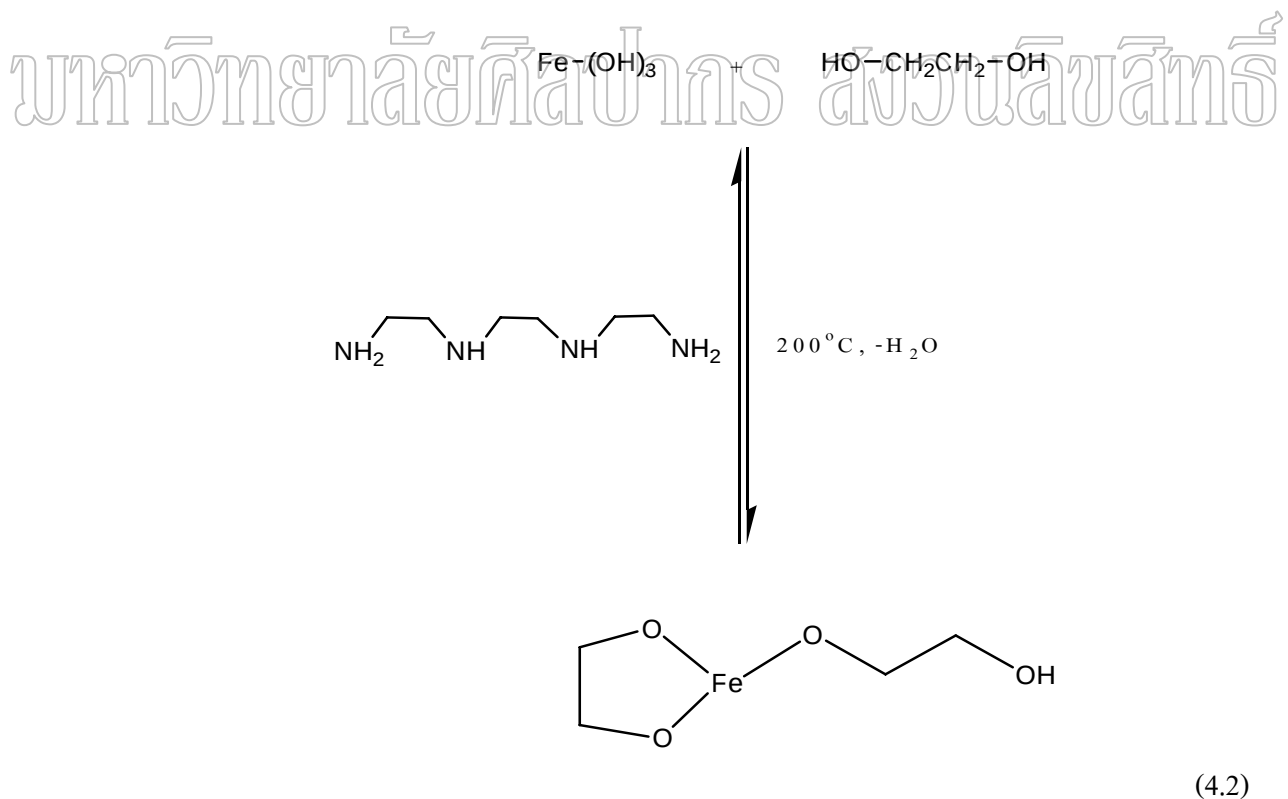
ตารางที่ 4.4 รูปแบบของ Fragmentation ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

m/z	Intensity	Proposed fragment
1061	647	$[\text{Fe}_6\text{C}_{24}\text{H}_{54}\text{O}_{24}]$
1057	134	$[\text{Fe}_6\text{C}_{24}\text{H}_{49}\text{O}_{24}]\text{-H}^+$
1005	263	$[\text{Fe}_6\text{C}_{21}\text{H}_{48}\text{O}_{23}]\text{-2H}^+$
781	1199	$[\text{Fe}_5\text{C}_{13}\text{H}_{40}\text{O}_{19}]\text{-2H}^+$

4.2 ผลการวิเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้และเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก เพื่อเป็นการศึกษาสมบัติทางความร้อนและเป็นการหาค่าประกอบของสารอินทรีย์ที่มีในโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ โดยเปรียบเทียบกับค่าทางทฤษฎีที่ได้จากการคำนวณของโครงสร้างที่คาดหวังไว้ นอกจากนี้ยังใช้ศึกษาเปอร์เซ็นต์เซรามิกที่ได้หลังจากการผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide ($\text{DMSO-}d_6$) และเทคนิค Maldi-TOF Mass Spectroscopy เพื่อเป็นการยืนยันโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ร่วมกับข้อมูลที่ได้จากเทคนิคอื่น ๆ

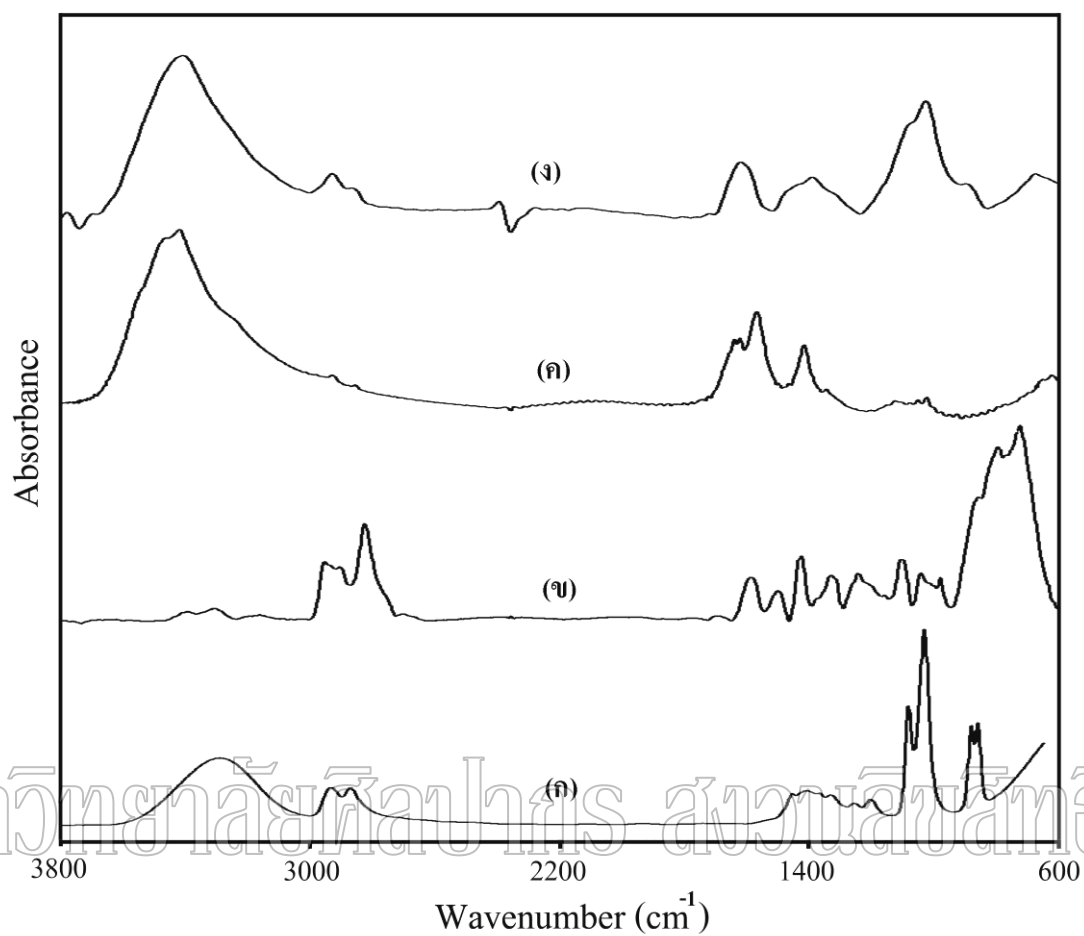
ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่คาดว่าจะเกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 4.2



4.2.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตั้งต้นที่ใช้ได้แก่ เหล็กไฮดรอกไซด์ เอทิลีนไกลคอล และไตรเอทิลีนเทตระเอมีน กับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้คือ การยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3,050-3,675 cm^{-1} การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 2,810-2,999 cm^{-1} การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,065-1,085 cm^{-1} และการยืดเหล็ก-ออกซิเจน-คาร์บอน (Fe-O-C) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,018-1,076 cm^{-1} [29,32] การปรากฏตำแหน่งเลขคลื่นที่สอดคล้องกับการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) แสดงให้เห็นว่านอกจากในโครงสร้างของผลิตภัณฑ์มีหมู่ไฮดรอกซิลแล้ว สารผลิตภัณฑ์อาจเกิดการดูดซึมน้ำ (Water absorption) ได้อีกด้วย ตารางที่ 4.5 สรุปผลการเปรียบเทียบของหมู่ฟังก์ชันในสารตั้งต้นกับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์



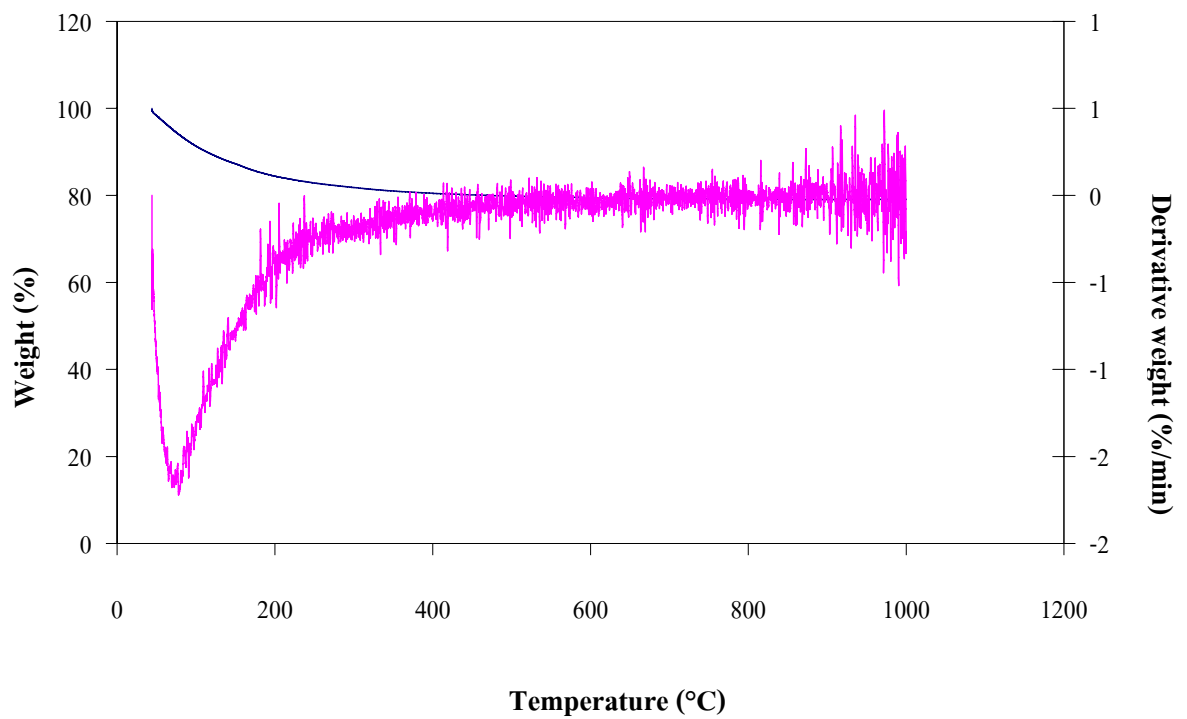
รูปที่ 4.5 ฟิวรีแตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) เอทิลดีนไคลด์, (ข) ไดเอทิลดีนเอเทอร์, (ค) เฮกซะไฮดรอกไซด์, (ง) สังกะสีไดคลอไรด์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

ตารางที่ 4.5 ตำแหน่งเลขคลื่นและหมู่ฟังก์ชันของสารตั้งต้นและสารโกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้

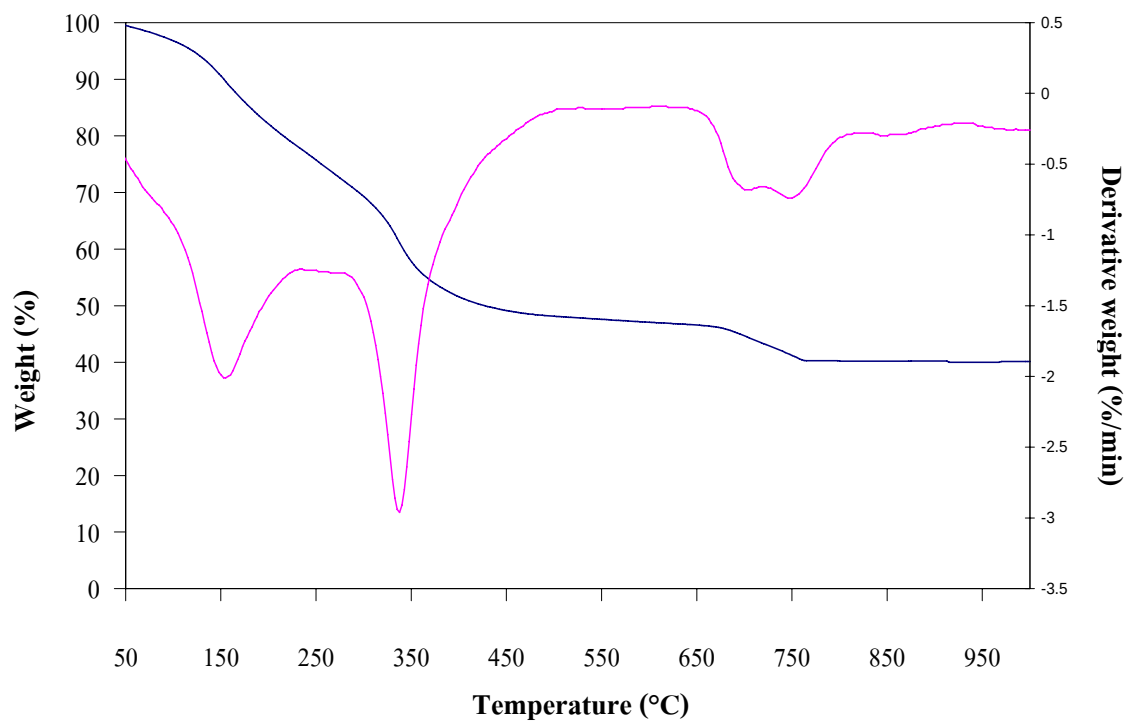
หมู่ฟังก์ชัน	เอทิลลีนไกลคอล	ไตรเอทิลลีนเททระเอมีน	เหล็กไฮดรอกไซด์	สารโกลโคลาโตเฟอร์เรท
OH stretching	3,100-3,700	-	3,000-3,688	3,050-3,675
CH stretching	2,890-2,960	2,843-2,845	2,857-2,857	2,810-2,999
C-H bending	1,450	1,469	1,348-1,469	1,240-1,510
OH bending	1,650	-	1,631	1,625
C-C stretching	800-1200	-	900-1,170	822-1,228
C-O stretching	1,030-1,070	-	1,020-1,050	1,060 – 1,085
C-N stretching	-	1,130-1,270	-	-
Fe-O-C stretching	-	-	1,000-1,070	1,018 – 1,076

4.2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก

รูปที่ 4.6 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของสารตั้งต้นเหล็กไฮดรอกไซด์ ส่วนรูปที่ 4.7 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของโกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ จากรูปที่ 4.6 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 130-230 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของเอทิลลีนไกลคอลมากเกินไปเป็นตัวทำละลาย และมีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 250-430 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของเอทิลลีนไกลคอลที่เป็นลิแกนด์อยู่ในโครงสร้าง และมีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของคาร์บอนส่วนที่เหลือ (Carbon residue) [29,32] โดยค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้เซรามิก (% Ceramic yield) ที่ได้จะมีค่าเท่ากับ 40.30 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากทางทฤษฎี (ที่ได้มาจากโครงสร้างที่คาดหวังไว้) ที่มีค่าเท่ากับ 45.15 เปอร์เซ็นต์



มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์
รูปที่ 4.6 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารตั้งต้นหลักไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.7 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารไกลโคไลโทเฟอรที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ
Oxide one pot synthesis (OOPS)

4.2.3 การวิเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ

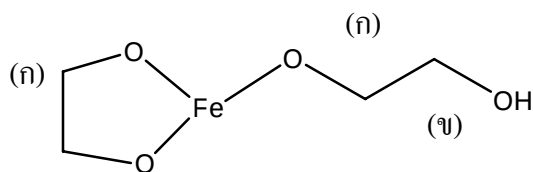
$^{13}\text{C-NMR}$

ตารางที่ 4.6 แสดงสมบัติการละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ในตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ น้ำ เมทานอล คลอโรฟอร์ม คลอโรเบนซีน เททราไฮโดรฟิวเรน และไดเมทิลซัลฟอกไซด์

ตารางที่ 4.6 การละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

ชนิดตัวทำละลาย	การละลาย
น้ำ	ละลายได้ดี
เมทานอล	ละลายได้เล็กน้อย
คลอโรฟอร์ม	ไม่ละลาย
คลอโรเบนซีน	ไม่ละลาย
เททราไฮโดรฟิวเรน	ไม่ละลาย
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	ละลายได้เล็กน้อย

ผลที่ได้จากการทดสอบสมบัติการละลายของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรท ทำให้สามารถเลือกตัวทำละลายที่ใช้สำหรับการทดสอบเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ได้ จากการทดลองพบว่าเมื่อน้ำจะสามารถละลายไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้ดี แต่น้ำสามารถทำให้สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทเกิดปฏิกิริยาการเปิดวงแหวน (Ring opening) ด้วยการเกิดไฮโดรไลซิสได้ ทำให้ไม่สามารถใช้น้ำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ ส่วนในตัวทำละลายเมทานอลนั้นสามารถละลายสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้เล็กน้อยเช่นเดียวกับไดเมทิลซัลฟอกไซด์ แต่การใช้ตัวทำละลายเมทานอลมีโอกาสที่จะสามารถทำให้เกิดการสับเปลี่ยนแอลกอฮอล์ (Alcohol interchange) กับลิแกนด์ที่อยู่ในโครงสร้างของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทได้ ดังนั้นจึงไม่เหมาะสมที่จะนำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือก Deuterated dimethylsulfoxide (DMSO-d_6) เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$



รูปที่ 4.8 โครงสร้างของสารไกลโคไลโดเฟอร์เรท

จากการทดลองด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี ตำแหน่งที่ 3.33, 3.40 และ 4.50 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ $-\text{O}-\text{CH}_2-$ (ก), $-\text{CH}_2\text{OH}$ (ข) และน้ำที่อยู่ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide หรือเกิดจากการดูดซึมน้ำ (Water absorption) ของสารไกลโคไลโดเฟอร์เรท ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ในทำนองเดียวกันจากการทดลองด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$ พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี 2 ตำแหน่งที่ 62.78 และ 65.50 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ $\text{CH}_2-\text{O}-$ (ก) และ $-\text{CH}_2-\text{OH}$ (ข) ที่อยู่ในโครงสร้างของสารไกลโคไลโดเฟอร์เรท ตารางที่ 4.7 แสดงตำแหน่งของ Chemical shift ที่ได้จากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

ตารางที่ 4.7 ตำแหน่งของ Chemical shift ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

สาร	$^1\text{H-NMR}$ (ppm)	$^{13}\text{C-NMR}$ (ppm)
เอทิลีนไกลคอล	3.62 4.23	63.4
ไตรเอทิลีนเทระเอมีน	1.25 2.50 2.75	39.2, 40.3 42.0, 46.3 46.9
สารไกลโคไลโดเฟอร์เรท	3.33 3.40 4.50	62.78 64.50

4.2.4 การวิเคราะห์สารไกลโคลาโตเฟอร์เรทที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคแมสสเปกโตรสโกปี

แมสสเปกตรัม (Mass spectra) ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่าสารไกลโคลาโตเฟอร์เรทประกอบด้วยโอลิโกเมอร์ (Oligomer) ซึ่งเกิดการแตกจากเฮกซะเมอร์ (Hexamer) โดยมี m/z เท่ากับ 1061

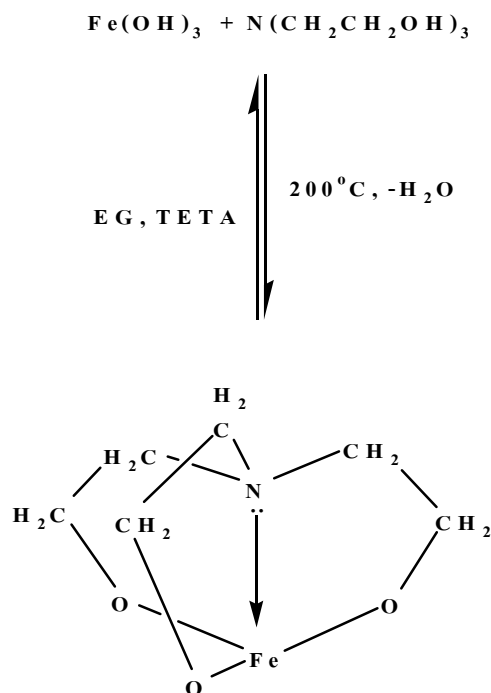
ตารางที่ 4.8 รูปแบบของ Fragmentation ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

m/z	Intensity	Proposed fragment
1061	106	$[\text{Fe}_6\text{C}_{24}\text{H}_{54}\text{O}_{24}]$
1005	200	$[\text{Fe}_6\text{C}_{21}\text{H}_{48}\text{O}_{23}]-2\text{H}^+$
728	550	$[\text{Fe}_5\text{C}_9\text{H}_{35}\text{O}_{19}]-2\text{H}^+$

4.3 ผลการวิเคราะห์สารเฟอร์ราทราน (Ferratrane) ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์สารเฟอร์ราทรานที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคฟูรีเยร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้และเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริกเป็นการศึกษาสมบัติทางความร้อนและการหาค่าประกอบของสารอินทรีย์ที่มีในโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ โดยเปรียบเทียบกับค่าทางทฤษฎีที่ได้จากการคำนวณของโครงสร้างที่คาดหวังไว้ นอกจากนี้ยังใช้ศึกษาเปอร์เซ็นต์เซรามิกที่ได้หลังจากการผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide ($\text{DMSO}-d_6$) และเทคนิค Maldi-TOF Mass Spectroscopy เพื่อเป็นการยืนยันโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ร่วมกับข้อมูลที่ได้จากเทคนิคอื่น ๆ

ปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารเฟอร์ราทรานที่คาดว่าจะเกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ 4.3

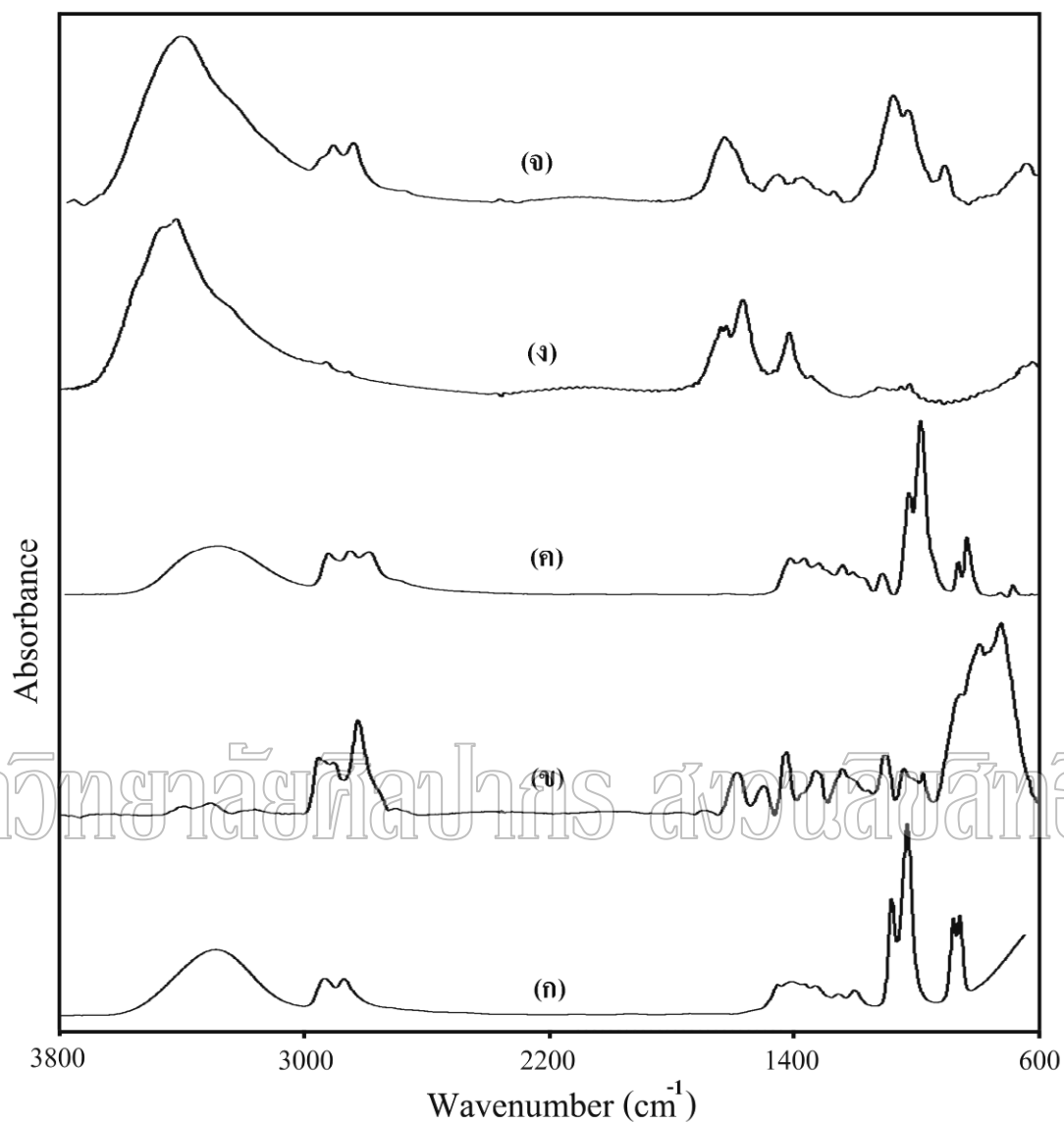


(4.3)

4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตั้งต้นที่ใช้ได้แก่ เหล็กไฮดรอกไซด์

ไตรเอทานอลเอมีน เอทิลีนไกลคอล และไตรเอทิลีนเททระเอมีน กับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้คือ การยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $3,000\text{-}3,681$ เซนติเมตร⁻¹ การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น $2,806\text{-}2,977$ เซนติเมตร⁻¹ การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น $1,030\text{-}1,085$ เซนติเมตร⁻¹ การยืดของคาร์บอน-ไนโตรเจน ($\gamma\text{C-N}$) ที่ช่วงเลขคลื่น $1,244\text{-}1,275$ เซนติเมตร⁻¹ และการยืดเหล็ก-ออกซิเจน-คาร์บอน (Fe-O-C) ที่ช่วงเลขคลื่น $1,000\text{-}1,060$ เซนติเมตร⁻¹ [29,32] การปรากฏตำแหน่งเลขคลื่นที่สอดคล้องกับการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) แสดงให้เห็นว่านอกจากในโครงสร้างของผลิตภัณฑ์มีหมู่ไฮดรอกซิลแล้ว สารผลิตภัณฑ์อาจเกิดการดูดซึมน้ำ (Water absorption) ได้อีกด้วย ตารางที่ 4.10 สรุปผลการเปรียบเทียบของหมู่ฟังก์ชันในสารตั้งต้นกับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.9 ฟิวรีแทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของ (ก) เอทิลสโนไคลด์, (ข) ไดเอทิลสโนไดเอทอกไซด์, (ค) ไดเอทิลสโนไดเอทอกไซด์, (ง) เฮกซะคลอโรไซคลอปেন্টาไดเอน, (จ) สารเฟอร์ราแทรน (Ferratrane) ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

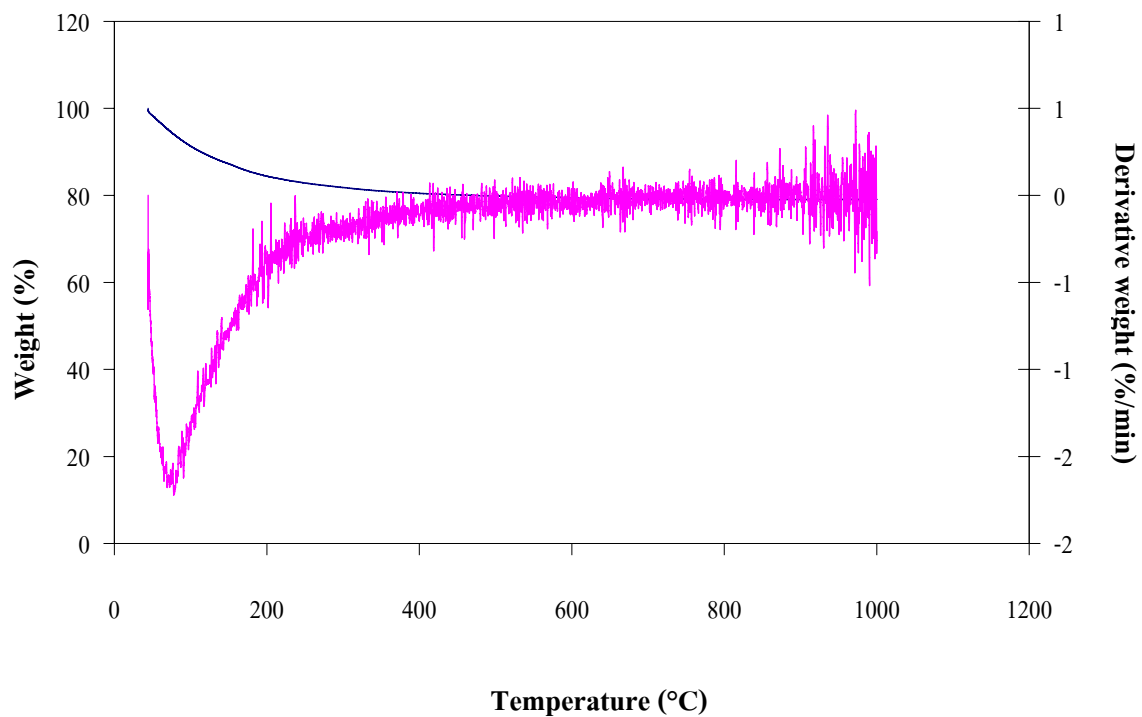
ตารางที่ 4.9 ตำแหน่งเลขคลื่นและหมู่ฟังก์ชันของสารตั้งต้นและสารเฟอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้

หมู่ฟังก์ชัน	เอทิลีนไกลคอล	ไตรเอทิลีนเทท ระเอมีน	เหล็กไฮดรอก ไซด์	สารเฟอร์ราเทรน
OH stretching	3,100-3,700	-	3,000-3,688	3,000-3,681
CH stretching	2,890-2,960	2,843-2,845	2,857-2,857	2,806-2,977
C-H bending	1,450	1,469	1,348-1,469	1,240-1,510
OH bending	1,650	-	1,631	1,625
C-C stretching	800-1200	-	900-1,170	822-1,228
C-O stretching	1,030-1,070	-	1,020-1,050	1,130
C-N stretching	-	1,130-1,270	-	1,244-1,275
Fe-O-C stretching	-	-	1,000-1,070	1,000 – 1,060

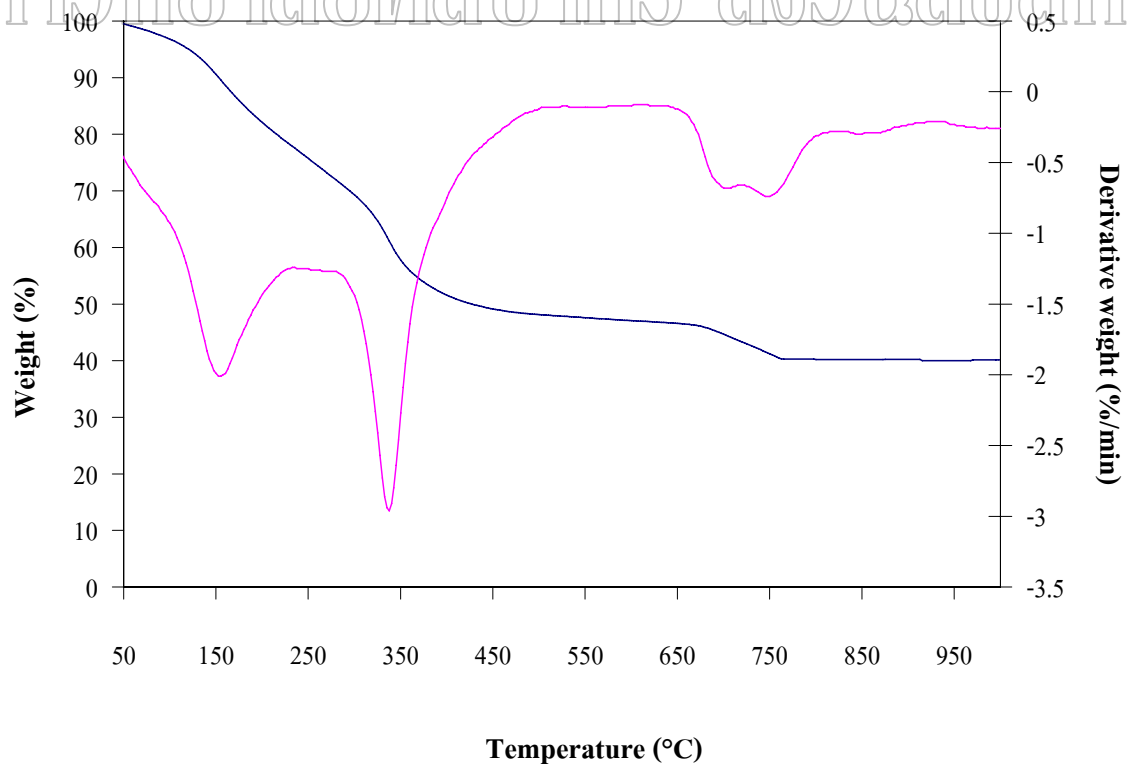
4.3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก

รูปที่ 4.10 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของสารตั้งต้น

เหล็กไฮดรอกไซด์ ส่วนรูปที่ 4.11 แสดง TG-DTG เทอร์โมแกรม (TG-DTG thermogram) ของสารเฟอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้ จากรูปที่ 4.11 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 40-130 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของน้ำและสารละลายที่ใช้ในการตกตะกอน การสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 178-290 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของเอทิลีนไกลคอลและไตรเอทิลีนเททระเอมีนที่มากเกินไป การสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 295-400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของลิแกนด์ และการสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 500-640 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของคาร์บอนที่เหลือ (Carbon residue) [29,32] โดยค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้เซรามิก (% Ceramic yield) ที่ได้จะมีค่าเท่ากับ 38.70 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากทางทฤษฎี (ที่ได้มาจากโครงสร้างที่คาดหวังไว้) ที่มีค่าเท่ากับ 39.56 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 4.10 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารตั้งต้นเหล็กไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.11 TG-DTG เทอร์โมแกรมของสารเฟอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

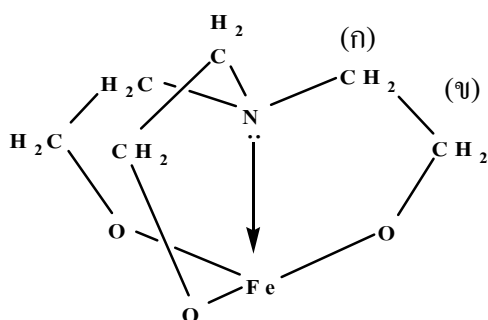
4.3.3 การวิเคราะห์สารเพอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$

ตารางที่ 4.10 แสดงสมบัติการละลายของสารเพอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ในตัวทำละลายต่าง ๆ ดังนี้ น้ำ เมทานอล คลอโรฟอร์ม คลอโรเบนซีน เททราไฮโดรฟิวแรน และไดเมทิลซัลฟอกไซด์

ตารางที่ 4.10 การละลายของสารเพอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กระบวนการ Oxide one pot synthesis (OOPS)

ชนิดตัวทำละลาย	การละลาย
น้ำ	ละลายได้ดี
เมทานอล	ละลายได้เล็กน้อย
คลอโรฟอร์ม	ไม่ละลาย
คลอโรเบนซีน	ไม่ละลาย
เททราไฮโดรฟิวแรน	ไม่ละลาย
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	ละลายได้เล็กน้อย

ผลที่ได้จากการทดสอบสมบัติการละลายของสารเพอร์ราเทรน ทำให้สามารถเลือกตัวทำละลายที่ใช้สำหรับการทดสอบเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ได้ จากการทดลองพบว่า แม้ว่าน้ำจะสามารถละลายสารเพอร์ราเทรนได้ดี แต่น้ำสามารถทำให้สารเพอร์ราเทรนเกิดปฏิกิริยาการเปิดวงแหวน (Ring opening) ด้วยการเกิดไฮโดรไลซิสได้ ทำให้ไม่สามารถใช้น้ำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ในการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารไกลโคลาโตเฟอร์เรที่สังเคราะห์ได้ ส่วนในตัวทำละลายเมทานอลนั้นสามารถละลายสารไกลโคลาโตเฟอร์เรได้เล็กน้อยเช่นเดียวกับไดเมทิลซัลฟอกไซด์ แต่การใช้ตัวทำละลายเมทานอลมีโอกาสที่จะสามารถทำให้เกิดการสับเปลี่ยนแอลกอฮอล์ (Alcohol interchange) กับลิแกนด์ไตรเอทานอลเอมีนที่อยู่ในโครงสร้างของสารเพอร์ราเทรนได้ ดังนั้นจึงไม่เหมาะสมที่จะนำเป็นตัวทำละลายสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างที่แท้จริงของสารเพอร์ราเทรนที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือก Deuterated dimethylsulfoxide (DMSO-d_6) เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$



รูปที่ 4.12 โครงสร้างของสารเฟอร์ราเทรน

จากการทดลองด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี 2 ตำแหน่ง ที่ 2.1-2.6 และ 3.0-3.6 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ N-CH_2 (ก) O-CH_2 (ข) และน้ำที่อยู่ในตัวทำละลาย Deuterated dimethylsulfoxide หรือเกิดจากการดูดซับน้ำ (Water absorption) ของสารเฟอร์ราเทรน ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ในทำนองเดียวกันจากการทดลองด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$ พบว่า ตำแหน่ง Chemical shift ที่เกิดขึ้นมี 2 ตำแหน่งที่ 57.1 และ 59.2 ppm ซึ่งสอดคล้องกับ N-CH_2 (ก) O-CH_2 (ข) ที่อยู่ในโครงสร้างของสารเฟอร์ราเทรน ตารางที่ 4.11 แสดงตำแหน่งของ Chemical shift ที่ได้จากเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ และ $^{13}\text{C-NMR}$ ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

ตารางที่ 4.11 ตำแหน่งของ Chemical shift ของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

สาร	$^1\text{H-NMR}$ (ppm)	$^{13}\text{C-NMR}$ (ppm)
เอทิลีนไกลคอล	3.62 4.23	63.4
ไดเรทิลีนเทระเอมีน	1.25 2.50 2.75	39.2, 40.3 42.0, 46.3 46.9
สารเฟอร์ราเทรน	2.40 3.40	57.10 59.20

4.3.4 การวิเคราะห์สารเฟอร์ราเทรอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิคแมสสเปกโตรสโกปี

แมสสเปกตรัม (Mass spectra) ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่าสารเฟอร์ราเทรอนประกอบด้วยโอลิโกเมอร์ (Oligomer) ซึ่งเกิดการแตกจากออกตะเมอร์ (Octamer) โดยมี m/z เท่ากับ 1616

ตารางที่ 4.12 รูปแบบของ Fragmentation ของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

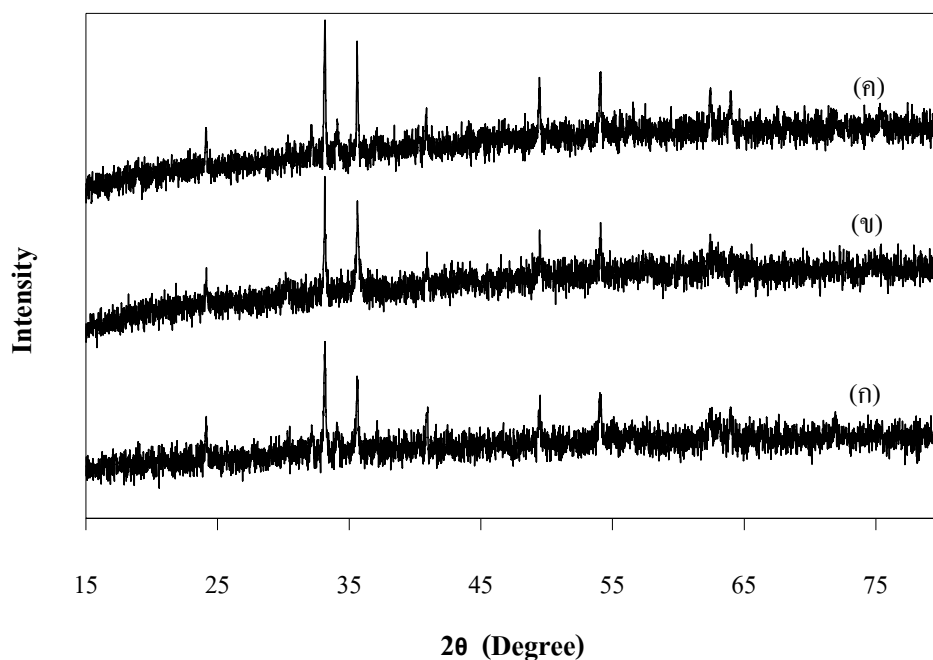
m/z	Intensity	Proposed fragment
1616	2000	$[\text{Fe}_8\text{C}_{48}\text{H}_{96}\text{O}_{24}\text{N}_8]-2\text{H}^+$
1562	143	$[\text{Fe}_8\text{C}_{45}\text{H}_{90}\text{O}_{23}\text{N}_8]-5\text{H}^+$
1284	1566	$[\text{Fe}_7\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_{18}\text{N}_7]-3\text{H}^+$
1066	3237	$[\text{Fe}_6\text{C}_{29}\text{H}_{58}\text{O}_{15}\text{N}_6]-\text{H}^+$
732	1449	$[\text{Fe}_5\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_9\text{N}_5]-\text{H}^+$

4.4 ผลการวิเคราะห์หลักออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการโซล-เจล

ทำการศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สมบัติทางโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และสมบัติการนำไฟฟ้าด้วยเทคนิค Four point probe

4.4.1 การวิเคราะห์หลักออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรอนโดยการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

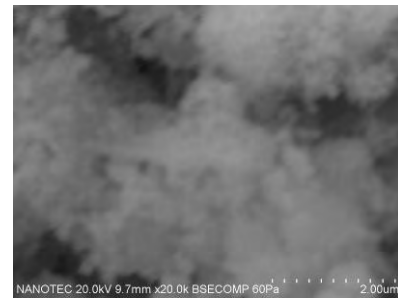
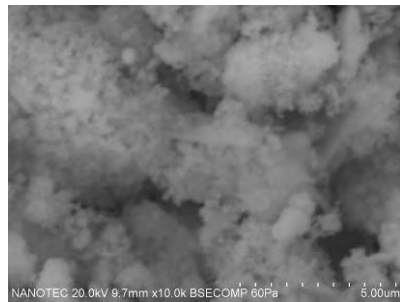
โครงสร้างผลึกของหลักออกไซด์จากสารเฟอร์ราเทรอนที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ณ อุณหภูมิหลังเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงในรูปที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่าหลักออกไซด์ที่เตรียมได้มีโครงสร้างผลึกเป็นเฟสฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ซึ่งสอดคล้องกับ JCPDF No. 39-1346 และสามารถคำนวณขนาดผลึกได้จากสมการของ Scherrer [11,13] พบว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นจาก 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียสขนาดผลึกจะมีค่ามากขึ้น โดยจะมีค่าเท่ากับ 41.50, 48.80 และ 63.80 นาโนเมตร ตามลำดับ



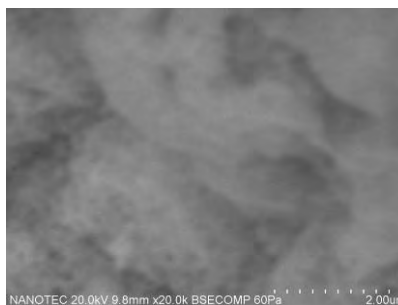
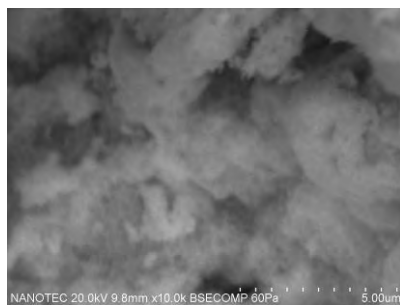
รูปที่ 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรน ณ อุณหภูมิหลังเผาที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส, (ข) 800 องศาเซลเซียส, (ค) 1,000 องศาเซลเซียส

4.4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

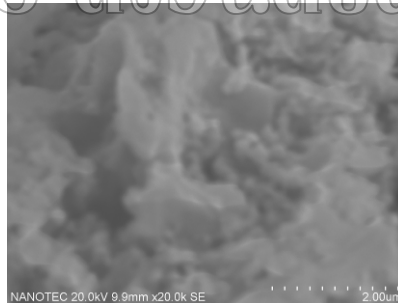
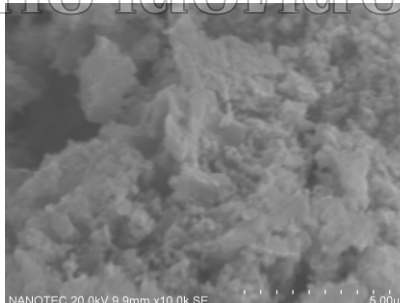
สมบัติทางสัณฐานวิทยาของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่ได้จากเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ณ อุณหภูมิหลังเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงในรูปที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่า ผลึกของเหล็กออกไซด์จากสารเฟอร์ราเทรนจะเกิดการรวมมวล (Agglomeration) เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นจาก 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส ซึ่งตรงกันกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จาก เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น



(ก)



(ข)



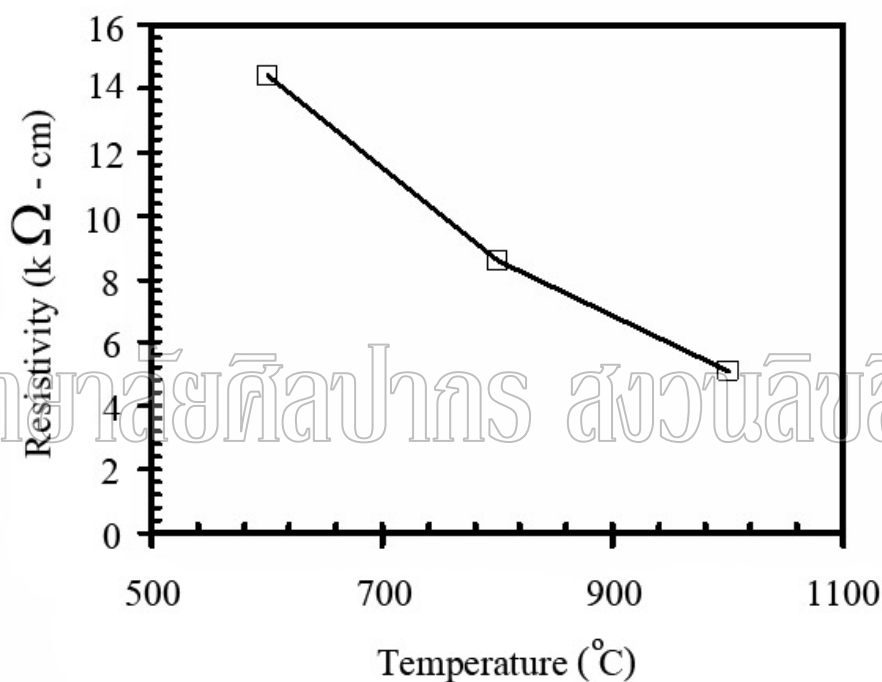
(ค)

มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนวนลิขสิทธิ์

รูปที่ 4.14 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่ได้จากเทคนิค จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ณ อุณหภูมิห้อง (ก) 600 องศาเซลเซียส, (ข) 800 องศาเซลเซียส, (ค) 1,000 องศาเซลเซียส

4.4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติการนำไฟฟ้าด้วยเทคนิค Four point probe

สมบัติการนำไฟฟ้าของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่ได้จากเทคนิค Four point probe ณ อุณหภูมิหลังเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงในรูปที่ 4.15 แสดงให้เห็นว่า สมบัติความต้านทานไฟฟ้าของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรนมีแนวโน้มลดลง เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นจาก 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นผลเนื่องมาจากเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของเกรน (Grain size) ใหญ่ขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



รูปที่ 4.15 สมบัติการนำไฟฟ้าของเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากสารเฟอร์ราเทรนโดยผ่านกระบวนการโซล-เจล ณ อุณหภูมิหลังเผา 600 องศาเซลเซียส, 800 องศาเซลเซียส และ 1,000 องศาเซลเซียส

4.5 ผลการวิเคราะห์ของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ผ่านกระบวนการโซล-เจล

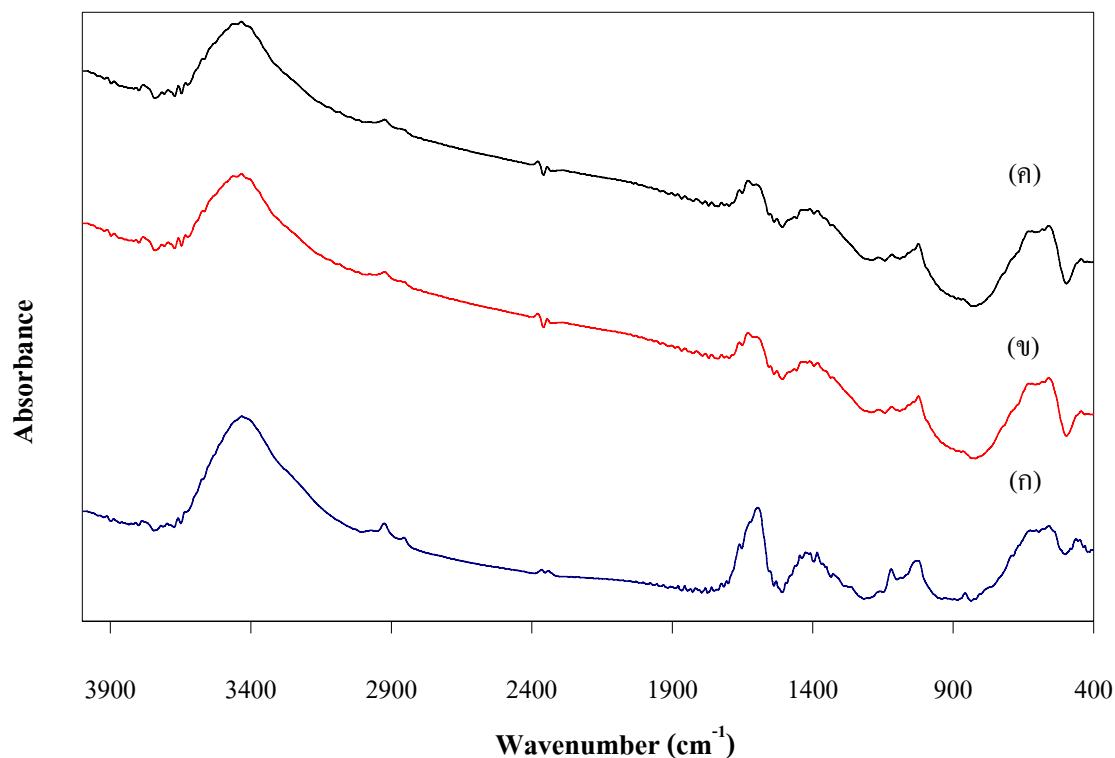
ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์แบเรียมเฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่อยู่ในรูปที่ยังไม่ได้ผ่านการทำให้บริสุทธิ์จากตัวทำละลายและสารตั้งต้นที่เหลือในการทำปฏิกิริยา หรือเรียกว่า Crude product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18 และ 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิ 600

องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้ และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยา และศึกษาหาปริมาณธาตุในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma Spectroscopy

4.5.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ฟูเรียร์แตรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่ได้จากสารเพอร์ไรท์ที่เป็น Crude product ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18 และ 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.16 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้คือการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3,000-3,681 cm^{-1} การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 2,806-2,977 cm^{-1} , แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,411-1,430 cm^{-1} การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,020-1,057 cm^{-1} และ เหล็ก-ออกซิเจน ที่ช่วงเลขคลื่นต่ำกว่า 650 cm^{-1} [13,23]

มหาวิทยาลัยศิลปากร สงวนลิขสิทธิ์

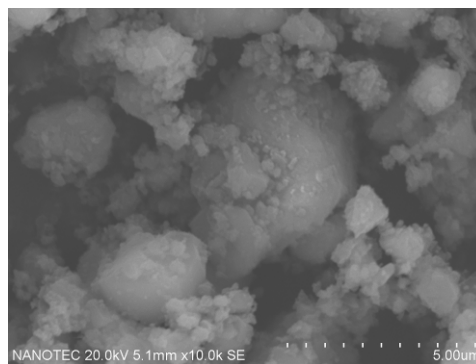
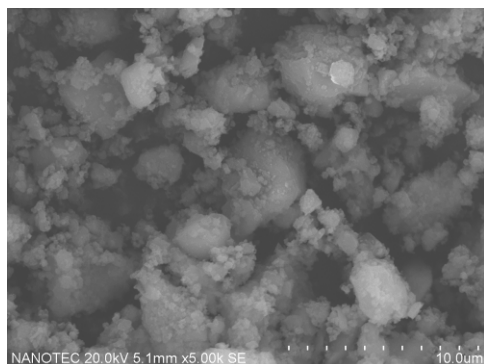


รูปที่ 4.16 เฟรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของแบเรียมฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส (ก) 1 ต่อ 12, (ข) 1 ต่อ 18, (ค) 1 ต่อ 24

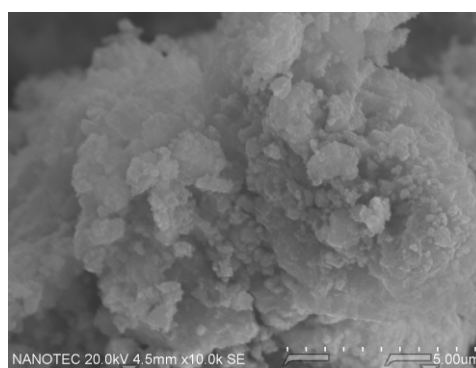
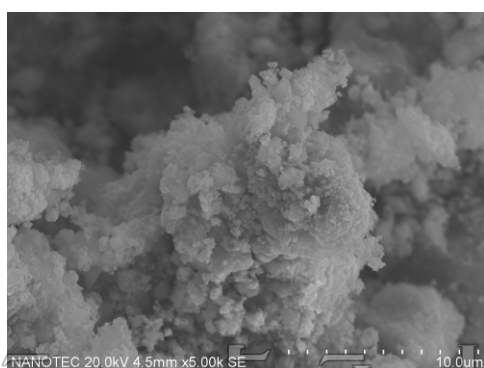
4.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

กราด

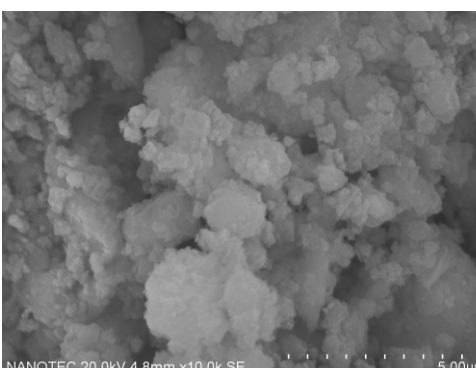
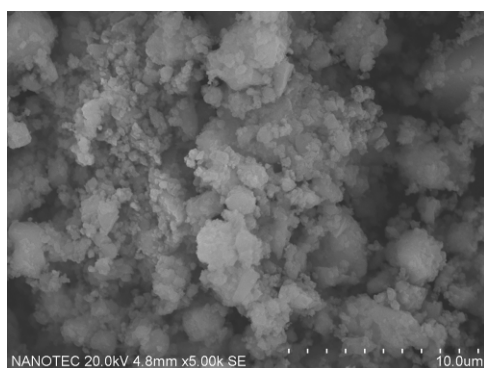
สมบัติทางสัณฐานวิทยาของแบเรียมฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิสเป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18 และ 1 ต่อ 24 แสดงดังรูปที่ 4.17 พบว่าเมื่ออัตราส่วนไฮโดรไลซิสสูงขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของการรวมมวล (Agglomeration) มีขนาดเล็กลง



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.17 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรเทรนที่เป็น Crude product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส (ก) 1 ต่อ 12, (ข) 1 ต่อ 18, (ค) 1 ต่อ 24

4.5.3 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled

Plasma Spectroscopy

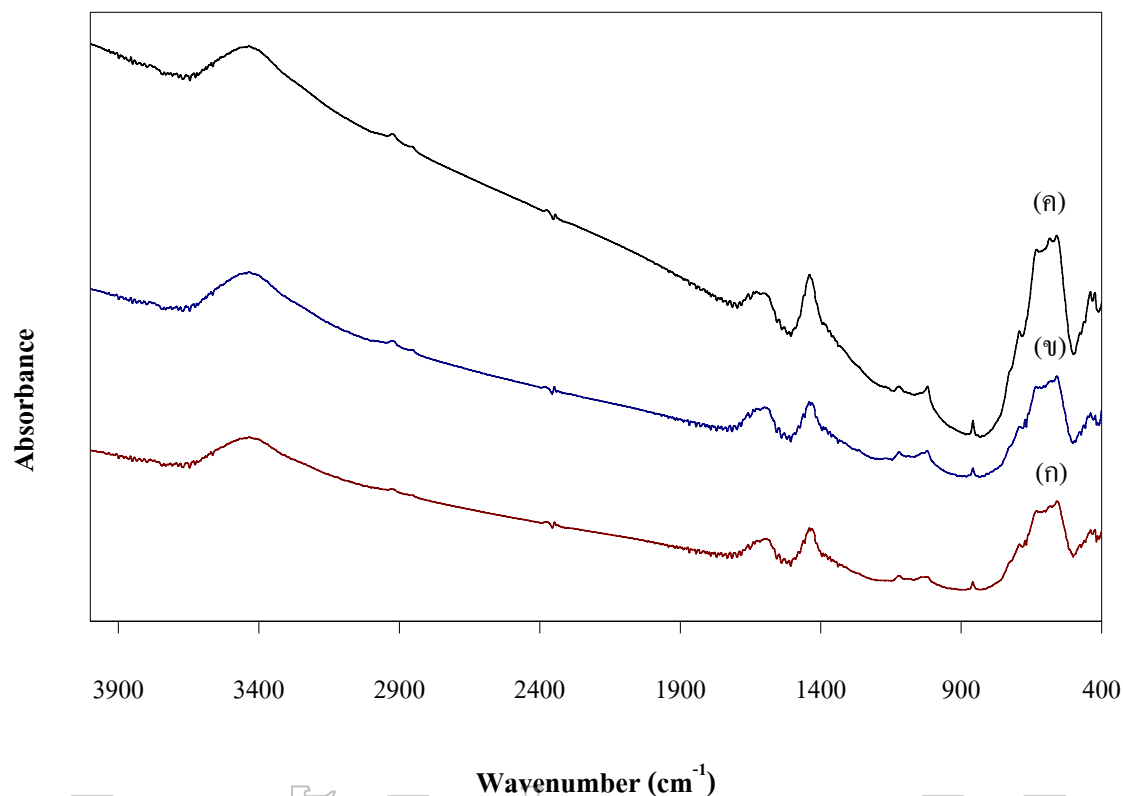
จากการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma Spectroscopy พบว่าปริมาณธาตุแบเรียมต่อธาตุหลักของแบเรียมเฟอโรไรต์ที่ได้จากสารเฟอรร่าเทรอนที่เป็น Crude product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิสเป็น 1 ต่อ 18 มีค่าเท่ากับ 1 ต่อ 12 โดยโมล แสดงว่าสามารถเตรียมแบเรียมเฟอโรไรต์ที่อัตราส่วนระหว่างแบเรียมต่อหลักเป็น 1 ต่อ 12 ได้

4.6 ผลการวิเคราะห์แบเรียมเฟอโรไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเฟอรร่าเทรอนที่เป็น Purified product ผ่านกระบวนการโซล-เจล

ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์แบเรียมเฟอโรไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากสารเฟอรร่าเทรอนที่ผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์จากตัวทำละลายและสารตั้งต้นที่เหลือในการทำปฏิกิริยาแล้ว หรือที่เรียกว่า Purified product ส่วนรูปที่ยังไม่ได้ผ่านการทำให้บริสุทธิ์จากตัวทำละลายและสารตั้งต้นที่เหลือในการทำปฏิกิริยาจะเรียกว่า Crude product ณ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18 และ 1 ต่อ 24 ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของแบเรียมเฟอโรไรต์ที่สังเคราะห์ได้ และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยา และศึกษาหาปริมาณธาตุในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma Spectroscopy

4.6.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของแบเรียมเฟอโรไรต์ที่ได้จากสารเฟอรร่าเทรอนที่เป็น Purified product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18 และ 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.18 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในแบเรียมเฟอโรไรต์ที่สังเคราะห์ได้คือการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3,000-3,681 cm^{-1} การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 2,806-2,977 cm^{-1} , แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,411-1,430 cm^{-1} การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,020-1,057 cm^{-1} และ เหล็ก-ออกซิเจน ที่ช่วงเลขคลื่นต่ำกว่า 650 cm^{-1} [13,23]

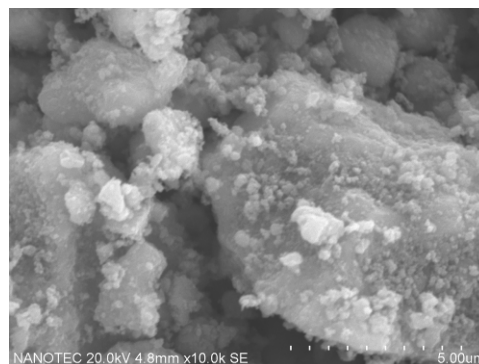
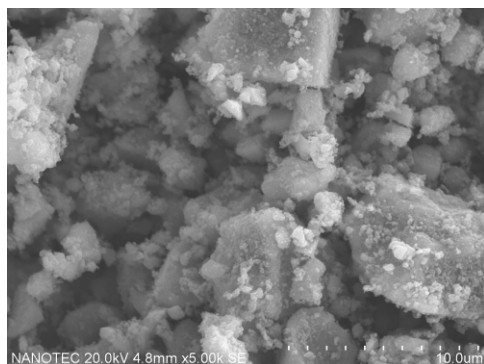


มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนวนิลขสิทธิ์

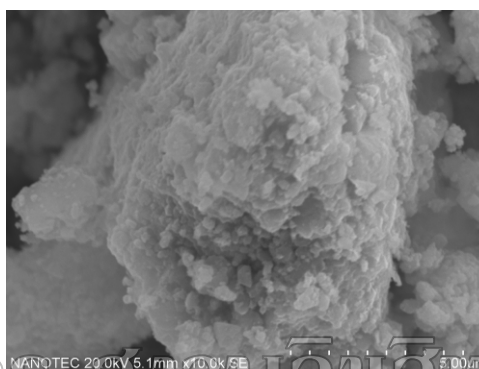
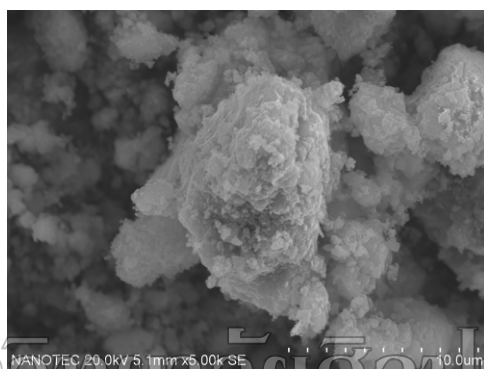
รูปที่ 4.18 ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรเทรน
ที่เป็น Purified product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส (ก) 1 ต่อ 12, (ข)
1 ต่อ 18, (ค) 1 ต่อ 24

4.6.2 การวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด

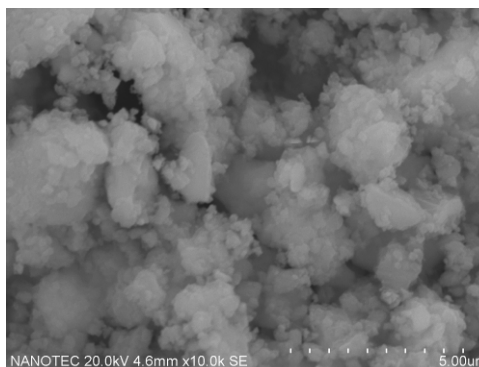
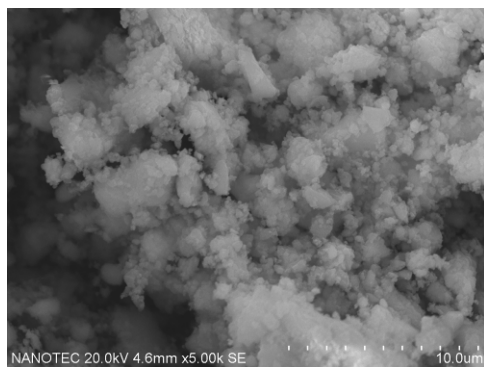
สมบัติทางสัณฐานวิทยาของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรเทรนที่เป็น
Purified product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิสเป็น 1 ต่อ 12, 1 ต่อ 18
และ 1 ต่อ 24 แสดงดังรูปที่ 4.19 พบว่าเมื่ออัตราส่วนไฮโดรไลซิสสูงขึ้นจะส่งผลให้ขนาดการรวม
มวลมีขนาดเล็กลงแต่มีขนาดใหญ่กว่าของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรเทรนที่เป็น Crude
product



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.19 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรทรีนที่เป็น Purified product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส (ก) 1 ต่อ 12, (ข) 1 ต่อ 18, (ค) 1 ต่อ 24

4.6.3 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled

Plasma Spectroscopy

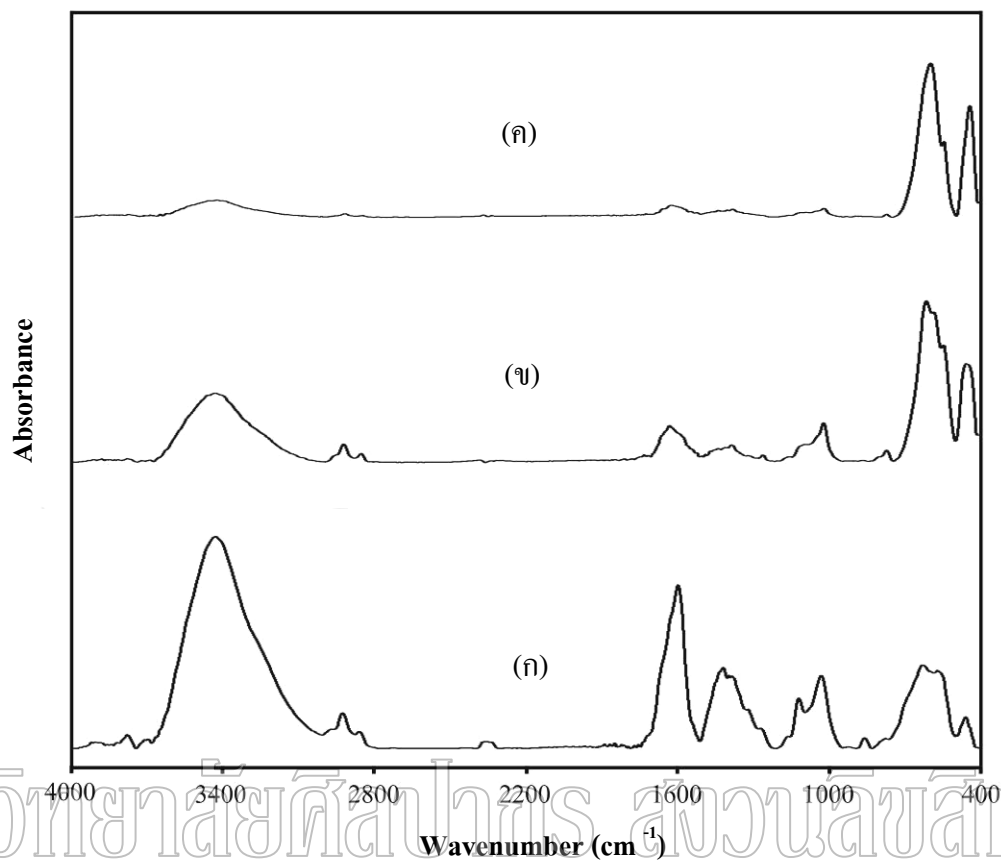
จากการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค Inductively Coupled Plasma Spectroscopy พบว่าปริมาณธาตุแบเรียมต่อธาตุหลักของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่ได้จากสารเพอร์ไรต์ที่เป็น Purified product ณ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิสเป็น 1 ต่อ 18 มีค่าเท่ากับ 1 ต่อ 12 โดยโมล แสดงว่าสามารถเตรียมแบเรียมเพอร์ไรต์ที่อัตราส่วนระหว่างแบเรียมต่อหลักเป็น 1 ต่อ 12 ได้

4.7 ผลการวิเคราะห์อิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อสมบัติของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเพอร์ไรต์ที่เป็น Crude product ผ่านกระบวนการโซล-เจล

ทำการวิเคราะห์สมบัติของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากสารเพอร์ไรต์ที่อยู่ในรูปที่ยังไม่ได้ผ่านการทำให้บริสุทธิ์จากตัวทำละลายและสารตั้งต้นที่เหลือในการทำปฏิกิริยา หรือเรียกว่า Crude product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิในการเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้ เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยา เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้างจุลภาค

4.7.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

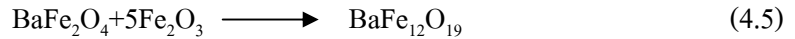
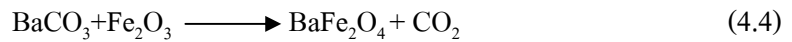
ฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของแบเรียมเพอร์ไรต์ที่ได้จากสารเพอร์ไรต์ที่เป็น Crude product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิในการเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.20 พบว่าตำแหน่งยอด (Peak) หลักที่เกิดขึ้นในแบเรียมเพอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้ ณ อุณหภูมิในการเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส คือการยืดของหมู่ไฮดรอกซิล ($\gamma\text{O-H}$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3,200-3,600 cm^{-1} การยืดของคาร์บอน-ไฮโดรเจน ($\gamma\text{C-H}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 2,806-2,977 cm^{-1} , แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,411-1,430 cm^{-1} , การยืดคาร์บอน-ออกซิเจน ($\gamma\text{C-O}$) ที่ช่วงเลขคลื่น 1,020-1,057 cm^{-1} และ เหล็ก-ออกซิเจนที่ช่วงเลขคลื่น 590, 550 และ 440 cm^{-1} [13.23]



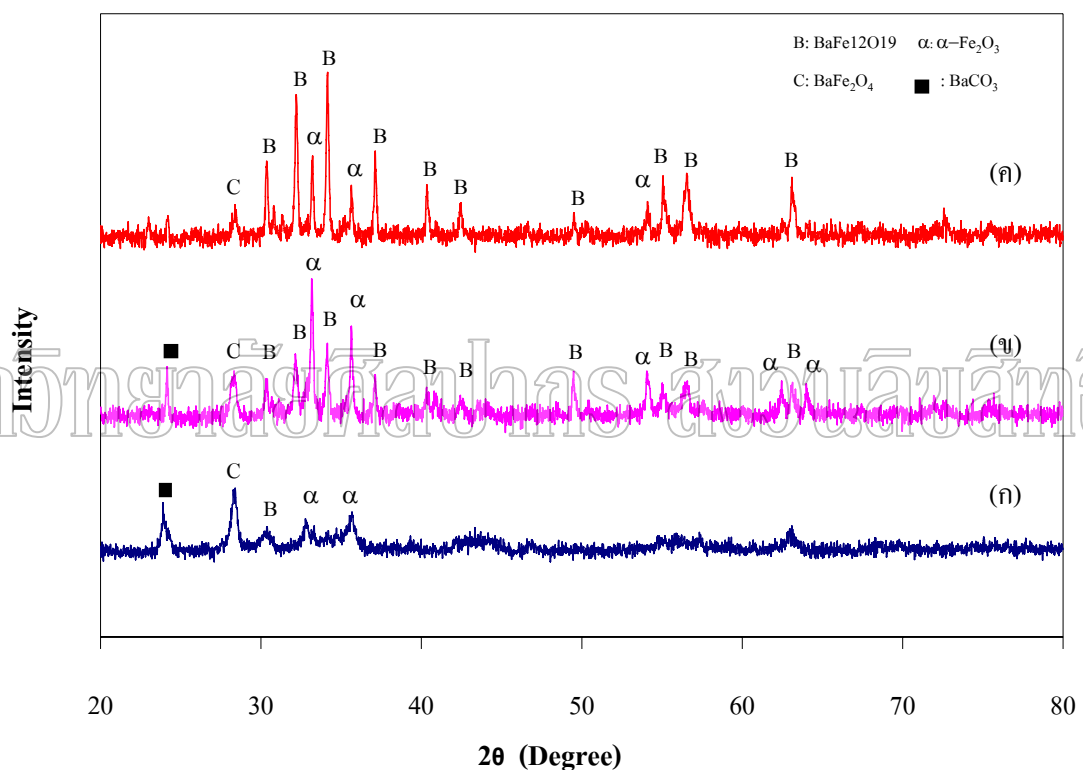
รูปที่ 4.20 ฟิวรีเยร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิในการเผา (ก) 600 องศาเซลเซียส, (ข) 800 องศาเซลเซียส, (ค) 1,000 องศาเซลเซียส

4.7.2 การวิเคราะห์แบเรียมเฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product โดยใช้สมบัติทางโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ที่ อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิในการเผา 600, 800 และ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.21 โดยพบว่า ณ อุณหภูมิการเผา 600 องศาเซลเซียส จะปรากฏฟิสิกของฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และ แบเรียมโมโนเฟอร์ไรต์ (BaFe_2O_4) ซึ่งเป็นเฟสมัธยันต์ (Intermediate phase) ที่จะทำให้เกิดโครงสร้างของแบเรียมเฟอร์ไรต์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) ต่อไป ซึ่งมีกลไกการเกิด ดังต่อไปนี้



โดยที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะปรากฏฟิสิกของแบเรียมเฟอร์ไรต์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 34.138 ซึ่งเป็นของระนาบ (114) ที่เด่นชัดมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับ JCPDF No. 27-1029 สรุปได้ว่าสามารถเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) ได้ที่อุณหภูมิต่ำประมาณ 800 องศาเซลเซียส

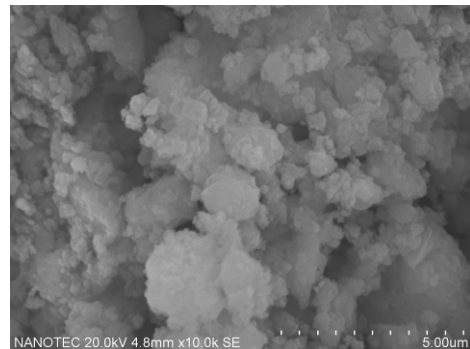
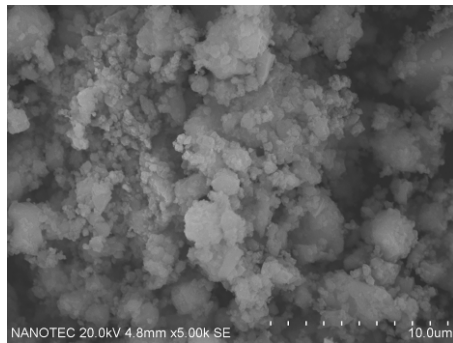


รูปที่ 4.21 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส เป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิในการเผา (ก) 600 องศาเซลเซียส, (ข) 800 องศาเซลเซียส, (ค) 1,000 องศาเซลเซียส

4.7.3 การวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สมบัติทางสัณฐานวิทยาของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ราเทรนที่เป็น Crude product ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิสเป็น 1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 800 องศา

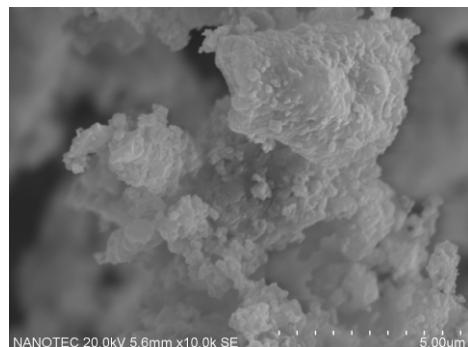
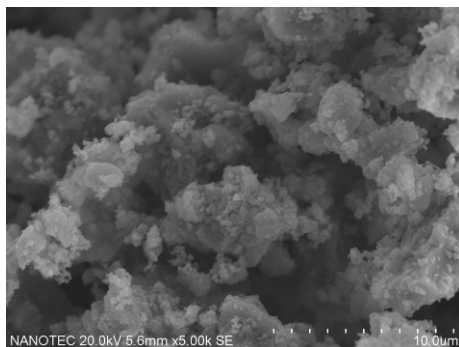
เซลเซียส (ค) 1,000 องศาเซลเซียส และ (ง) 1,100 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.22 พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของการรวมมวลมีขนาดใหญ่ขึ้น (27)



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.22 ลักษณะพื้นฐานวิทยาของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสารเฟอร์ไรทที่เป็น Crude product ที่อัตราส่วนไฮโดรไลซิส1 ต่อ 24 ณ อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส, (ข) 800 องศาเซลเซียส (ค) 1,000 องศาเซลเซียส