รหัสโครงการ SUT7-706-55-12-75



อิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวแบบผสมต่อสัณฐานวิทยาของนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล (Influence of Mixed Surfactants on Morphology of Nano Zinc Oxide Synthesized by Hydrothermal and Solvothermal Techniques)

> ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสูรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

รหัสโครงการ SUT7-706-55-12-75



อิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวแบบผสมต่อสัณฐานวิทยาของนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล (Influence of Mixed Surfactants on Morphology of Nano Zinc Oxide Synthesized by Hydrothermal and Solvothermal Techniques)

> หัวหน้าโครงการ อาจารย์ ดร.อรรถพล มณีแดง สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ. 2555 ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

มิถุนายน 2556

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี โดยได้รับความอนุเคราะห์อย่างดียิ่งจากหลายบุคคลและ หน่วยงาน อาทิ ศาสตราจารย์ คร.เอเครียน อีวาน ฟลัด ที่ปรึกษาโครงการวิจัยโครงการนี้ ที่ได้ให้ คำแนะนำในการทำวิจัย และการอภิปรายข้อมูลที่มีประโยชน์และมีคุณค่า ทำให้งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วง และเป็นไปด้วยความเรียบร้อย รวมถึงศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี สุรนารี ที่อนุเคราะห์การใช้เครื่องมือวิเคราะห์และบริการทดสอบตัวอย่าง จนทำให้ได้ผลงานวิจัยที่มี คุณภาพและเป็นประโยชน์ตามวัตถุประสงค์

งานวิจัยครั้งนี้ ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยภายผ่านทุนสนับสนุนนักวิจัยรุ่นใหม่ จากมหาวิทยาลัย เทคโนโลยีสุรนารี ประจำปีงบประมาณ 2555 ผู้วิจัยจึงขอขอบคุณสถานวิจัยสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ และสถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในการประสานงานและอำนวยความสะดวก ต่างๆ มา ณ ที่นี้



บทคัดย่อภาษาไทย

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อทำการศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวแบบผสมต่อสัณฐานวิทยา ้ของผลึกซิงค์ออกไซด์ ที่ใช้วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลที่มีการเติมสาร ้ลดแรงตึงผิวชนิด ทั้งระบบเดี่ยวและระบบผสม โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ช่วง โดยที่ช่วงแรกจะทำ การเก็บตัวอย่างในส่วนของอนุภาคที่มองเห็น (Bulk) โดยสำหรับการสังเคราะห์ในระบบไฮโครเทอร์ มอลจะใช้น้ำเป็นตัวทำละลายเท่านั้น ส่วนระบบโซลโวเทอร์มอลจะใช้ตัวทำละลายผสมของเฮปเทนกับ ้น้ำที่อัตราส่วนจำเพาะ โดยปริมาตร และทำการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวทั้งระบบ ้เดี๋ยวและระบบผสม จากผลการทดลองพบว่า เมื่อทำการปรับความเข้มข้นและชนิดของสารลดแรงตึงผิว ในระบบเคี่ยว และวิธีการสังเคราะห์จะมีผลต่อสัณฐานวิทยาทั้งขนาคและรูปร่างของซิงค์ออกไซค์ได้ ้อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวิทธ์ไซท์ ทั้งนี้ การสังเคราะห์ซิงค์ ้ออกไซด์แบบไฮโครเทอร์มอลจะทำให้อนุภาคของซิงค์ออกไซด์มีขนาคใหญ่กว่าอนุภาคในระบบโซลโว เทอร์มอล สำหรับการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลแบบมีสารลดแรงตึงผิวแบบผสมเข้ามาช่วย ขนาด ้งองอนุภาคซิงค์ออกไซค์จะมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับระบบสารลดแรงตึงผิวแบบเดี่ยว ส่วนการ ้สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลแบบมีสารลคแรงตึงผิวแบบผสมเข้ามาช่วย จะได้อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ ้มีขนาดใหญ่กว่าในระบบเดี่ยว จากผลการทดลองพบว่า พื้นที่ผิว ปริมาตรฐพรุน และขนาดรูพรุนของ ซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์ได้พบว่า ขนาดของ รูพรุนของซิงค์ออกไซค์เฉลี่ยเท่ากับ 0.2 cm³/g ส่วนขนาด ฐพฐนของซิงค์ออกไซค์เฉลี่ยเท่ากับ 24.51 nm และอนุภาคซิงค์ออกไซค์มีพื้นที่ผิวเฉลี่ยเท่ากับ 32.01 m²/g ในการทคลองส่วนที่สอง จะเป็นการเก็บตัวอย่างของคอลลอยค์ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดย

ในการทศลองสวนทลอง จะเบนการเกษตวออางของหอสลออดที่เด็งกาการสังเคราะห์ เดอ พบว่าขนาดของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในการทดลองช่วงแรกยังมีขนาดใหญ่ จึง ได้ปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์โดยให้ก่าความเข้มข้นของสารลดแรงดึงผิวอยู่ที่ 100 mM ทุกระบบ และ ปรับเปลี่ยนชนิดของสารลดแรงตึงผิวหลายชนิด โดยเปลี่ยนวิธีเก็บสารตัวอย่าง จากเดิมจะเก็บในลักษณะ อนุภาคที่มองเห็น เปลี่ยนมาเก็บในลักษณะของกอลลอยด์แทน ซึ่งทำให้ขนาดอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่ ได้รับนั้นมีขนาดที่ลดลงอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยการศึกษาการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีทั้ง 2 กือ คือ วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลและวิธีการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลที่มีการเติมสาร ลดแรงแรงตึงผิวต่างชนิดกัน ผลจากการตรวจวัดขนาดของอนุภาคด้วยเครื่องมือวิเคราะห์อนุภาค (zeta potential) จากผลการทดลองพบว่า ชนิดของสารลดแรงตึงผิวทั้งในระบบเดี่ยวและระบบผสม รวมถึง วิธีการสังเคราะห์จะมีผลต่อสัญฐานวิทยาของนาโนซิงก์ออกไซด์

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ

This research aims to study the influence of mixed surfactants of morphology of nano zinc oxide (ZnO) particles synthesized by hydrothermal and solvothermal techniques for both single and mixed surfactant systems. The experimental procedures are divided into 2 parts, the synthesized ZnO particles were sampled from the bulk powders in the first part while the samples were taken from the colloidal solution in the latter part. In the first part, DI water was used as the solvent throughout the systems for hydrothermal reaction, and heptane and DI water at a specific volume ratio was used as the solvent for solvothermal reaction. The surfactant concentration was adjusted in order to see the effect of concentration on the morphologies of ZnO particles. The experimental results show that variation of surfactant concentration, types of surfactant and synthetic techniques effect on the morphologies of ZnO particles both shape and size. The XRD patterns show that the structure of the synthesized ZnO particles is hexagonal wurtzite. The hydrothermal reaction produces larger ZnO particle size compared to the solvothermal reaction. In single surfactant systems, ZnO particles are dependent on the surfactant concentration; the higher NaDS concentration, the larger ZnO particles obtained and the higher CTAB concentration, the smaller ZnO particles obtained. The average pore size of synthesized ZnO is 24.51 nm indicating the macroporous structure. The average pore volume is approximately about 0.2 cm³/g. The average surface area is approximately about $32.01 \text{ m}^2/\text{g}$.

In the second part of experiment, the samples were taken from the colloidal solution in the reactor due to the sampling in the first part of experiment yields the macro-sized ZnO particles. The surfactant concentration was kept constant at 100 mM for all studied systems in both hydrothermal and solvothermal techniques but, many types of surfactant were introduced to the systems. The particle size distribution obtained from the particle analyzer (zeta potential) show that single and mixed surfactant systems that introduced into the reaction really influence on the morphology of nano ZnO particles. The colloidal solution from the hydrothermal and solvothermal reaction with surfactant-assisted syntheses can produce nano ZnO particles with various sizes depending on the types of surfactant.

สารบัญ

	ท	น้า
กิตติกรรม	มประกาศ	ก
บทคัดย่อ	เภาษาไทย	ข
บทคัดย่อ	เภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ		ง
สารบัญต	าราง	ิฉ
สารบัญภ	าพ	R
บทที่ 1 1	บทนำ	
۴	กวามสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย	1
	วัตถุประสงค์การวิจัย	2
າ	ขอบเขตการวิจัย	2
บทที่ 2 1	ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
ត្	ชิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide)	3
រិ	สารถดแรงตึงผิว (Surfactants)	4
f	การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์	6
บทที่ 3 วิ	วิธีดำเนินการวิจัย	
f	การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวในระบบเดี่ยวและระบบผสม	
ົ້ງ	โดยการเก็บตัวอย่างในลักษณะที่มองเห็นด้วยตาเปล่า (Bulk)	9
f	การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิคระบบเคี่ยวและระบบผสม	
ີງ	โดยการเก็บตัวอย่างในลักษณะที่คอลลอยด์	14
า	ขั้นตอนการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องมือวิเคราะห์	19
บทที่ 4 ผ	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	
f	การตรวจสอบถักษณะเฉพาะของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้	21
f	การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซด์	23
f	การตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซค์	31
f	การตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และ ขนาดของรูพรุนของซิงค์ออกไซด์	35

สารบัญ (ต่อ)

		หน้า
	การตรวจสอบขนาคและการการกระจายตัวของอนุภาคซิ่งค์ออกไซด์	
	โดยเครื่องมือวิเคราะห์ Zeta Potential (Particle Analyzer)	36
บทที่ 5	บทสรุป	
	สรุปผลการวิจัย	41
	ข้อเสนอแนะ	42
บรรณาเ	ជុកទររ	43
ภาคผนว	วก	
	ภาคผนวก ก	46
	ภาคผนวก ข	49
	ภาคผนวก ค	50
	ภาคผนวก ง	51
	ภาคผนวก จ	67
ประวัติผุ้	งู้วิจัย	. 96
	ร _{ัราวอักยาลัยเทคโนโลยีสุรม} ัง	

สารบัญตาราง

mara 19 0 1	สะเม็ติหารอายาวของอากติงอีกกาไพด์	
17 1917 2.1 '	นทาดทางนาดนา เพลดงอทั่งเานเฉลงออกา เฉล	4
ตารางที่ 2.2	สมบัติของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทคลอง	6
ตารางที่ 3.1	ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่มีความเข้มข้น	
	และชนิดของสารลดแรงตึงผิวต่างกัน	13
ตารางที่ 3.2	ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์ที่มีชนิดของสารลดแรงตึงผิวชนิดต่างๆ	
	ที่ความเข้มข้น 100 mM	16
ตารางที่ 3.3	ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่มีชนิดของสารลดแรงตึงผิวชนิด DOAPS	
	(Zwitterionic Surfactant) ที่ความเข้มข้น 100 mM และปรับเปลี่ยนค่า pH	17
ตารางที่ 4.1	ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของซิงค์ออกไซค์ด้วยเครื่อง SEM	
	(เทียบจากพื้นที่)	31
ตารางที่ 4.2	ขนาดอนุภาก D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซค์ด้วยเครื่อง Mastersizer	
	(เทียบจากปริมาตร)	33
ตารางที่ 4.3	ขนาดของผลึกเคี่ยวของซิงค์ออกไซค์จาก XRD	
	(สมการของ Scherrer)	34
ตารางที่ 4.4	พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาครูพรุนของซิงก์ออกไซค์ด้วยเครื่อง BET	35
ตารางที่ 4. <i>5</i>	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) ของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์จาก	
	Cumulative Number Distribution จากเครื่องวิเคราะห์ Zeta Potential	37
ตารางที่ 4.6	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) ของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์จาก	
	Cumulative Number Distribution จากเครื่องวิเคราะห์ Zeta Potential	
	สำหรับระบบที่ใช้ DOAPS ที่ค่า pH ต่างกัน	39
ตารางที่ ก1	ปริมาณสารที่ใช้ และร้อยละผลได้ (%conversion) ของซิงค์ออกไซด์	48
ตารางที่ ข1	ค่า X และ Y ในการหาก่าขนาดผลึกเดี่ยวของซิงก์ออกไซด์จาก XRD	51

สารบัญภาพ

Y
หบา
11001

รูปที่ 2.1	อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ซ้าย) และ โครงสร้างเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ของ	
	ผลึกซิงค์ออกไซด์ (ขวา)	3
รูปที่ 2.2	กลไกการเกิดไมเซลล์	5
รูปที่ 2.3	การเกิดจุดวิกฤตความเข้มข้น ไมเซลล์ (CMC)	5
รูปที่ 4.1	รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซด์ที่สังเกราะห์ด้วยวิธีไฮโครเทอร์มอล	21
รูปที่ 4.2	รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี โซลโวเทอร์มอล	22
รูปที่ 4.3	รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบไม่มีสารลดแรงตึงผิวในระบบ	
	โดยใช้วิธีการสังเคราะห์ (ก,ข) ไฮโครเทอร์มอล และ (ค,ง) โซลโวเทอร์มอล	23
รูปที่ 4.4	รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้น	
	ของสารถคแรงตึงผิวNaDS (ก,ข) 100 mM (ก,ง) 500 mM และ (จ,ฉ) 800 mM	25
รูปที่ 4.5	รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้น	
	ของสารถคแรงตึ่งผิวNaDS/CTAB (ก,ข) 100 mM (ก,ง) 500 mM (จ,ฉ) 800 mM	26
รูปที่ 4.6	รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้น	
	ของสารถคแรงตึง NaDS (ก,ข) 20 mM (ค,ง) 50 mM และ (จ,ฉ) 100 mM	28
รูปที่ 4.7	รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้น	
	ของสารถคแรงตึงผิว CTAB (ก,ข) 20 mM (ค,ง) 50 mM (จ,ฉ) 100 mM	29
รูปที่ 4.8	รูปของ SEM ของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้น	
	ของสารถคแรงตึงผิวNaDS/CTAB (ก,ข) 20 mM (ก,ง) 50 mM (จ,ฉ) 100 mM	30
รูปที่ ข1	รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอล	
	เมื่อเติม NaDS/CTAB 20 mM	49
รูปที่ ข2	กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง X = $rac{eta\cos heta}{\lambda}$ และ Y = $rac{\sin heta}{\lambda}$ ของเทคนิค	
	การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อใช้ NaDS/CTAB 20 mM	52
รูปที่ งเ	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโครเทอร์มอล แบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว	54

		หน้า
รูปที่ ง2	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว	. 55
รูปที่ ง3	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโครเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 100 mM	. 56
รูปที่ ง4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 500 mM	. 56
รูปที่ งร	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 800 mM	. 57
รูปที่ ง6	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโครเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 100 mM	. 58
รูปที่ ง7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 500 mM	. 59
รูปที่ ง8	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคไฮโครเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 800 mM	. 59
รูปที่ ง9	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 20 mM	. 60
รูปที่ ง10	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 50 mM	. 61
รูปที่ งาา	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 100 mM	. 61
รูปที่ ง12	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 20 mM	. 63
รูปที่ ง13	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 50 mM	. 63
รูปที่ ง14	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
	เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 100 mM	. 64

รปที่ ง15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนภาคและร้อยละโดยปริมาตรของ	
เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 20 mM	64
รูปที่ ง16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 50 mM	65
รูปที่ ง17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของ	
้ เทคนิคโซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 100 mM	65
รูปที่ จา ระบบที่ 3	67
รูปที่ จ2 ระบบที่ 3	67
รูปที่ จ3 ระบบที่ 4	68
รูปที่ จ4 ระบบที่ 4	68
รุปที่ จร ระบบที่ 6	69
รุปที่ จ6 ระบบที่ 6	69
รปที่ จ7 ระบบที่ 7	70
รปที่ จ8 ระบบที่ 7	70
รปที่ จ9 ระบบที่ 8	71
รปที่ จาก ระบบที่ 8	71
รปที่ จาา ระบบที่ 12	72
ราใที่ จาว ระบาที่ 12	
รูปที่ ลาง ระบบที่ 1ง	
ราใที่ จา4 ระบาทที่ 13	
ราใที่ ลาร ระบบที่ 14	74
รปที่ จาก ระบบที่ 14	74
รูปที่ จาก ระบบที่ 15	71
รูปที่ จาย ระบาทที่ 15	75
รูปที่ จาง ระบบที่ 16	75
รูปที่ จวก ระบบที่ 16	76

หน้า

รูปที่ จ21	ระบบที่ 17	77
รูปที่ จ22	ระบบที่ 17	77
รูปที่ จ23	ระบบที่ 18	78
รูปที่ จ24	ระบบที่ 18	78
รูปที่ จ25	ระบบที่ 19	79
รูปที่ จ26	ระบบที่ 19	79
รูปที่ จ27	ระบบที่ 20	80
รูปที่ จ28	ระบบที่ 20	80
รูปที่ จ29	ระบบที่ 21	81
รูปที่ จ30	ระบบที่ 21	81
รูปที่ จ31	ระบบที่ 22	82
รูปที่ จ32	ระบบที่ 22	82
รูปที่ จ33	ระบบที่ 23	83
รูปที่ จ34	ระบบที่ 23	83
รูปที่ จ35	ระบบที่ 24	84
รูปที่ จ36	ระบบที่ 24	84
รูปที่ จ37	ระบบที่ 25	85
รูปที่ จ38	ระบบที่ 25	85
รูปที่ จ39	ระบบที่ 26	86
รูปที่ จ40	ระบบที่ 26	86
รูปที่ จ41	ระบบที่ 27	87
รูปที่ จ42	ระบบที่ 27	87
รูปที่ จ43	ระบบที่ 28	88
รูปที่ จ44	ระบบที่ 28	88
รูปที่ จ45	ระบบที่ 29	89
รูปที่ จ46	ระบบที่ 29	89

รูปที่ จ47	ระบบที่ 30	90
รูปที่ จ48	ระบบที่ 30	90
รูปที่ จ49	ระบบที่ 31	91
รูปที่ จ50	ระบบที่ 31	91
รูปที่ จ51	ระบบที่ 32	92
รูปที่ จ52	ระบบที่ 32	92
รูปที่ จ53	ระบบที่ 33	93
รูปที่ จ54	ระบบที่ 33	93
รูปที่ จ55	ระบบที่ 34	94
รูปที่ จ56	ระบบที่ 34	94
รูปที่ จ <i>57</i>	ระบบที่ 35	95
รูปที่ จ58	ระบบที่ 35	95



บทที่ 1 บทนำ

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมา ผลึกซิงค์ออกไซด์มีความน่าสนใจและถูกนำมาศึกษาอย่างแพร่หลาย เนื่องจาก ซิงค์ออกไซด์สามารถนำไปประยุกต์ในงานได้หลากหลาย อาทิเช่น ใช้ยับยั้งเชื้อรา ใช้เป็นสาร ป้องกันรังสียูวีใช้ในวัสดุผสมใช้ในตัวเซนเซอร์ทางเกมี ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงใช้ในโซล่าร์ เซล และใช้ในอุปกรณ์ทางไฟฟ้า ทั้งนี้ก็เพราะคุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์ที่ดีเยี่ยมทางไฟฟ้า ทางแสง ทางกล และทางเกมีอย่างไรก็ตาม คุณสมบัติทางกายภาพและทางเกมีของอนุภาคซิงก์ออกไซด์นั้นแท้จริง แล้วจะขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคและ โครงสร้างของผลึกเป็นหลัก ซึ่งสามารถที่จะกำหนดหรือควบคุม โครงสร้างให้เป็นไปตามความต้องการได้ในการนำไปประยุกต์ในงานแต่ละประเภท ก่อนหน้านี้มีการ ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับผลึกนาโนซิงก์ออกไซด์ โดยมุ่งเน้นไปที่การควบคุมขนาดและรูปร่างของผลึกนาโน ซิงก์ออกไซด์ด้วยใช้วิธีการสังเคราะห์หลายวิธี เช่น วิธีโซล-เจล วิธีการสลายตัวทางความร้อน วิธีการทำ ปฏิกิริยาในวัฏภาคแก้ส วิธีการสังเคราะห์หลายวิธี เช่น วิธีโซล-เจล วิธีการสลายตัวทางความร้อน วิธีการทำ ปฏิกิริยาในวัฏภาคแก้ส วิธีการสังเคราะห์หลายวิธี เช่น วิธีโซล-เจล วิธีการสลายตัวทางความร้อน วิธีการทำ ปฏิกิริยาในวัฏกาดเก็ส วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์-มอล เป็นต้น นอกจากนี้แล้ว ยังมีการเติมสารอินทรีย์ลงไปเพื่อที่จะควบคุมสัณฐานวิทยาของนาโนซิงค์ ออกไซด์อีกด้วย อาทิเช่น พอลีเอทิลลีนไกลคอล (PEG) กรดเอทิลลีนไอเอมีนเตตระอะซีดิก (EDTA) และที่ใช้กันอย่างแพร่หลายคือสารลดแรงตึงผิว ซึ่งมักถูกนำมาใช้ในปฏิกิริยาในขณะเกิดนิวเกลียสของ ผลึก และการเติบโตของผลึกนาโนซิงก์ออกไซด์ระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ อย่างไรก็ตาม กลไกที่ ชัดเจนของสารเติมอินทรีย์ในการสังเคราะห์ผลึกนาโนซิงก์ออกไซด์ยังไม่ปรากฏชัตเจนนัก

ที่ผ่านมานั้น ไมเซลล์แบบผสมของสารลดแรงตึงผิวซึ่งเป็นสารอินทรีย์ประเภทหนึ่งมีความ น่าสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากสมบัติทางเคมีและกายภาพของสารลดแรงตึงผิวแบบผสม มักแสดง สมบัติในทางที่ดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับไมเซลล์ที่เกิดในระบบเดี่ยวของสารลดแรงตึงผิว มีงานวิจัย มากมายที่เกี่ยวข้องกับสารลดแรงตึงผิวระบบเดี่ยวที่ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอล แต่การใช้สารลดแรงตึงผิวแบบผสมช่วยในการสังเคราะห์นั้นกลับมีน้อยมาก จากหลักการและเหตุผลที่ กล่าวมาข้างต้น ทำให้เกิดความสนใจที่จะศึกษากระบวนการสังเคราะห์ผลึกนาโนซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธี ไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลโดยอาศัยสารลดแรงตึงผิวแบบผสมเป็นตัวช่วยในการสังเคราะห์ ดังนั้น จุดประสงค์หลักในการทำวิจัยครั้งนี้กือ การพัฒนาและการทำความเข้าใจกลไกของการสังเคราะห์ ผลึกนาโนซิงก์ออกไซด์ที่มีสารลดแรงตึงผิวแบบผสมมาช่วยในการกวบคุมรูปร่างและขนาดของผลึก

2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อพัฒนาและสร้างองค์ความรู้ความเข้าใจในกระบวนการสังเคราะห์ และสามารถกำหนด สภาวะในการควบคุมขนาดและรูปร่างของผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดร-เทอร์มอลและแบบโซลโวเทอร์มอลโดยมีสารลดแรงตึงผิวเป็นแม่แบบทั้งในระบบเดี่ยวและระบบผสม

3. ขอบเขตของการวิจัย

ศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก ประจุลบ ประจุรวม ทั้งแบบเดี่ยวและผสมต่อ สันฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในกระบวนการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลและแบบโซลโว-เทอร์มอล



บทที่ 2 ปริทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide)

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide) มีสูตรโมเลกุลคือ ZnO มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว ซึ่งคนทั่วไป จะรู้จักในชื่อ "คาลาไมล์" หรือสารที่เอาไว้ใช้รักษาการระคายเคืองของผิวหนัง เนื่องจากซิงค์ออกไซด์ สามารถฆ่าเชื้อแบคทีเรียและยับยั้งเชื้อราได้ มีโครงสร้างทั่วไปเป็นแบบเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ (Hexagonal wurtzite structure) ที่มีค่าคงที่ของแลตทิซ (lattice constant) a = b = 3.24982 Å c = 5.20661 Å ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ซ้าย) และ โครงสร้างเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ของผลึกซิงค์ออกไซด์ (ขวา)

ผลึกนาโนซิงค์ออกไซค์มาจากการเปลี่ยนอนุภาคของซิงค์ออกไซค์ที่มีขนาคเล็กในระดับนาโน เมตร นอกจากจะมีสมบัติในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียและยับยั้งเชื้อราแล้วยังมีสมบัติทางกายภาพเป็น ประโยชน์เช่นมีสีขาว สามารถดูดกลืนรังสียูวีได้ มีขนาดเล็ก แข็งแรง ทนทาน ทนความร้อนและกระจาย ความร้อนได้ดี สามารถเกิดปฏิกิริยากับสารเคมีบางชนิดได้ และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมีได้ อีกทั้งยัง เป็นสารกึ่งตัวนำได้อีกด้วย จากสมบัติที่กล่าวมาทำให้ซิงค์ออกไซค์มีการนำไปประยุกต์ในอุตสาหกรรม มากมาย อาทิเช่น อุตสาหกรรมพลาสติก เพื่อช่วยในการหน่วงไฟในพลาสติก อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง เพื่อช่วยป้องกันรังสียูวีและช่วยรักษาแผล อุตสาหกรรมน้ำมันหล่อลื่น เพื่อลดการเกิดสนิมและการกัด กร่อนและใช้เป็นสารหล่อลื่นที่อุณหภูมิสูง อุตสาหกรรมอุปกรณ์อิเล็กโทรนิกส์ เป็น ตัวต้านทานที่แปร ค่าตามแรงดันลวดนาโนซิงค์ ออกไซค์ใช้กันฟ้าผ่า และแก๊สเซนเซอร์ เป็นต้นซึ่งได้แสดงสมบัติทาง กายภาพไว้ในตารางที่ 2.1 ดังนี้

สูตรทางเคมี	ZnO
น้ำหนักโมเลกุล	81.4 g/mole
สัคส่วนน้ำหนักอะตอมของออกซิเจน 34.3%	
สัคส่วนน้ำหนักอะตอมของสังกะสี	65.7%
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย	20-40 nm
พื้นที่ผิวจำเพาะ	$26.22 \text{ m}^2/\text{g}$
ความหนาแน่น	5.6 g/cm^3
จุคหลอมเหลว	1975 °C
ช่องว่างแถบพลังงาน	3.3 eV
โครงสร้างที่เสถียร Hexagonal Wurtzite	

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของอนุภาคซิงค์ออกไซด์

2. สารลดแรงติ้งผิว (Surfactants)

สารลดแรงตึงผิวมักเป็นสารประกอบอินทรีย์ มีโครงสร้างเป็นแบบโมเลกุลแอมฟีพาธิค (amphipathic molecules) ประกอบด้วย 2 ส่วนคือส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) หรือส่วนหัว และส่วนที่ ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) หรือส่วนหาง โดยส่วนหางนี้มักเป็นสารประกอบไฮโครคาร์บอน เริ่มต้น เมื่อ สารลดแรงตึงผิวละลายอยู่ในน้ำ โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะสะสมอยู่บริเวณผิวของตัวทำละลาย และเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าหากัน ด้วยแรงดึงดูด ระหว่างกันในส่วนที่เหมือนกัน (surfactant self-association) ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างที่เรียกว่าไมเซลล์ (micelle) ขึ้น ลักษณะกลไกการเกิดไมเซลล์แสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดไมเซลล์

ซึ่งความเข้มข้น ณ จุดที่ทำให้โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมารวมตัวกันนี้ เป็นคุณสมบัติเฉพาะ ของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิด เรียกความเข้มข้น ณ จุดนี้ว่าความเข้มข้นวิกฤตการเกิด ไมเซลล์ (Critical micelle concentration, CMC) เมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายเพิ่มขึ้น ค่าแรงตึงผิว ของสารละลายจะมีค่าลดลงจนถึงจุด CMC หลังจากนี้ ค่าแรงตึงผิวของสารละลายจะ ไม่ลดลงอีกถึงแม้จะ เพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายก็ตาม ทำให้การเกิด ไมเซลล์จะ ไม่ส่งผลต่อค่าแรงตึง ผิวของสารละลายอีกต่อ ไป



ร**ูปที่ 2.3** การเกิดจุดวิกฤตความเข้มข้นไมเซลล์ (CMC)

ในปี 2005 Yu Tang และคณะ ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิต่อค่าแรงตึงผิวและความสามารถในการ ละลายของสารลดแรงตึงผิวแบบผสมระหว่าง CTAB (Cetyltrimethylammonium bromide) และ NaDS (Sodium dodecylsulfate) พบว่าแรงตึงผิวจะลดลงและความสามารถในการละลายจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิ เพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 30 °C สำหรับระบบเดี่ยวและในระบบผสมแบบอัตราส่วนโดยโมลเท่ากันของ CTAB และ NaDS มีค่า CMC ในน้ำเท่ากับ 1.12 4.08 และ 4.55 mM ที่จุด CMC ได้ค่าแรงตึงผิวเท่ากับ 39.94 40.13 และ 52.97-57.25 mN/m ตามลำดับ ความสามารถในการละลายของระบบผสมแบบ อัตราส่วนโดยโมลเท่ากันของ CTAB และ NaDS เท่ากับ 1.99 mM และได้คุณสมบัติของสารลดแรงตึงผิว ที่ใช้ในการทดลองดังตารางที่ 2.2

ชื่อสารเคมี	СТАВ	NaDS
ชนิดประจุ	บวก	ลบ
สูตร โมเลกุล	(C ₁₆ H ₃₃)N(CH ₃) ₃ Br	CH ₃ (CH ₂) ₁₁ OSO ₃ Na
มวลโมเลกุล (g/mol)	364.45	288.38
จุดหลอมเหลว (°C)	237-243	206
การใช้ประโยชน์	ใช้ในการฆ่าเชื้อจึงมักเป็นส่วนผสมใน น้ำยาทำความสะอาคห้องน้ำ	ใช้ในการทำความสะอาคคีมากจึงมัก เป็นส่วนผสมในแชมพู หรือน้ำยาถ้าง จาน

ตารางที่ 2.2 สมบัติของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทดลอง

การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

วิธีการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์มีอยู่หลายวิธี เช่น วิธีโซล-เจล วิธีการสลายตัวทางความร้อน วิธีการทำปฏิกิริยาในวัฏภาคแก็ส วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล และวิธีการสังเคราะห์แบบโซล-โวเทอร์มอล เป็นต้น (SunandanBaruah และ JoydeepDutta, 2008) ซึ่งในการทคลองนี้ได้ทำการ สังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลและแบบโซลโวเทอร์มอล โดยใช้สารลดแรงตึงผิวมาเป็นตัวช่วยในการ ควบคุมรูปร่าง

ในปี 2010 Yan-Xiang Wang และคณะ ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์นาโนซิงค์ออก-ไซด์โดยใช้สังกะสีไนเตรตและแอมโมเนียการ์บอเนต ผสมกันอย่างทั่วถึงจนได้ผลึกตะกอนสีขาว โดย เทกนิกไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้น้ำ 45.5 มิลลิลิตรต่อสารตั้งต้น 1.5 กรัม ส่วนเทกนิกโซโวเทอร์มอลได้ใช้ เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ในการทคลองได้ใช้ CTAB ที่ความเข้มข้นต่างกันคือ 0.1 0.4 0.5 และ 0.8 M ตามลำคับ ทำการปรับ pH ให้เท่ากับ 10 แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 220 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมง จากนั้น หาสมบัติเฉพาะด้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และหาสัณฐานวิทยาของสาร ตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราค (FESEM) พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซค์แสคง โครงสร้างแบบเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ (JCPDS 36-1451, a = 3.249 Å, c = 5.206 Å) จากภาพของ FESEM ในระบบไฮโครเทอร์มอลเมื่อเพิ่มความเข้มข้น CTAB จาก 0.1 เป็น 0.5 M พบว่าซิงค์ออกไซค์มีรูปร่าง กล้ายกับคอกไม้ ความยาวเพิ่มขึ้นจาก 3 เป็น 6 ไมครอน และเส้นผ่าศูนย์กลางไม่เปลี่ยนแปลง ในระบบ โซโวเทอร์มอลนั้นความเข้มข้นของ CTAB เพิ่มจาก 0.1 เป็น 0.4 M ทำให้ขนาคเส้นผ่านศูนย์กลางของ ผลึกซิงค์ออกไซค์เพิ่มขึ้นจาก 200 เป็น 500 nm และความยาวเพิ่มจาก 800 เป็น 1000 nm

ในปี 2009 Yang และคณะ ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคไฮโดร-เทอร์มอลอุณหภูมิต่ำคือ 150 °C โดยใช้ซิงค์คลอไรด์ (ZnCl₂) และแอมโมเนีย (25%) ระยะเวลาในการทำ ปฏิกิริยาคือ 5 10 15 และ 20 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล โดยทำการตรวจวัดโครงสร้างด้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ตรวจสอบ ลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราค (SEM) และทำการศึกษา สมบัติเชิงแสงด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์ (PL) พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แสดงโครงสร้างแบบ เฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ (JCPDS 36-1451) และขนาคกว้างประมาณ 450 300 70 และ 30 nm ยาวประมาณ 2.5 3.5 2.2 และ 1.5 μm และพีคของการเปล่งแสงที่อุณหภูมิห้องเกิดขึ้นที่ความยาวคลื่นประมาณ 380 550 570 และ 600 nm ตามลำดับ

ในปี 2006 Yi Hu และคณะ ได้ศึกษาการเตรียมและลักษณะนาโนซิงค์ออกไซด์จากระบบไฮโดร-เทอร์มอล โดยเตรียมจากการสลายตัวของซิงค์อะซิเตตภายใต้ความร้อนในสารละลายไดเอททิลีนไกล-คอล (DEG) แล้วทำการปรับปริมาณน้ำในระบบ โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 160 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการตรวจวัดโครงสร้างด้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ตรวจสอบ ลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าขนาดของซิงค์ออกไซด์ เพิ่มขึ้นตามปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้นโดยแสดงโครงสร้างแบบเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ (JCPDS 36-1451)

ในปี 2554 Narinton Buatong และคณะ ได้ศึกษาการสังเคราะห์และโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ นาโนร็อดที่เจือโลหะโดยวิธีไฮโครเทอร์มอลซึ่งเตรียมโดยใช้ซิงค์ในเตรตและแมกนีเซียมในเตรตเป็น สารตั้งค้นด้วยวิธีไฮโครเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 20 ชั่วโมงจากนั้นตรวจสอบสมบัติด้วย เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และหาสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่างด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าซิงค์ออกไซด์ที่ไม่เจือโลหะมีโครงสร้างแบบเฮกซะ-

7

โกนอลเวิทธ์ไซท์ โดยค่าคงที่แลตทิต a = 0.3253 nm, c = 0.5207 nm ส่วนที่เจือด้วยแมกนีเซียมแสดง โครงสร้างแบบวัฏภาคผสมระหว่างเฮกซะโกนอลเวิทธ์ไซท์กับคิวบิกมีค่าแลตทิตเพิ่มขึ้นคือ a = 0.3271 nm, c = 0.5234 nm และพบว่าขนาดเกรนของซิงค์ออกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของแมกนีเซียมเพิ่มขึ้น

ในปี 2009 Linping Xu และคณะ ได้ศึกษาสัณฐานวิทยาของซิงก์ออกไซด์ที่แตกต่างกันจากการ สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอลเตรียมโดยใช้ Zinc Acetylacetonate ในตัวทำลายอินทรีย์ที่ มากกว่าน้ำ โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ต่างแตกกัน โดยจากการตรวจสอบลักษณะเฉพาะจากเครื่อง ตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แสดงโครงสร้างแบบเฮกซะ โกนอลเวิทธ์ไซท์ (JCPDS 36-1451) นอกจากนี้ ยังพบว่าการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์ในตัวทำละลายที่ แตกต่างกันจะได้โครงสร้างสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันด้วย ตัวอย่างเช่น ตัวทำละลายเป็นเดกเกน (decane) ได้รูปร่างเป็นพีระมิดหกเหลี่ยมหัวตัด หากเป็นน้ำจะได้เป็นรูปแท่งหกเหลี่ยม หากเป็นโทลูอีน (toluene) จะได้รูปร่างกล้ายนาฬิกาทราย เป็นต้น



บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

วิธีดำเนินการวิจัยจะแบ่งออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่

- การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวในระบบเดี่ยวและระบบผสม โดยการเก็บ ตัวอย่างในลักษณะที่มองเห็นด้วยตาเปล่า (Bulk)
- การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดระบบเดี่ยวและระบบผสม โดยการเก็บ ตัวอย่างในลักษณะที่คอลลอยด์
- งั้นตอนการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องมือวิเคราะห์
- การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวในระบบเดี่ยวและระบบผสม โดยการเก็บ ตัวอย่างในลักษณะที่มองเห็นด้วยตาเปล่า (Bulk)

1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1.1.1 เครื่องมือทดลอง
 - เตาไฟฟ้า (Hot plate)
 - เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
 - เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump)
 - ตู้ดูดความชื้น (Desiccators)
 - ตู้อบ (Oven) การเลี้ยาคุณสูงส
 - เตาเผาอุณหภูมิสูง (Furnace)
 - เครื่องวัดค่า pH
 - ถังปฏิกรณ์แบบไฮโครเทอร์มอลขนาดเล็ก ขนาด 125 มิลลิลิตร (A teflon-lined hydrothermal reactor, Parr Instrument)
- 1.1.2 เครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่าง
 - เกรื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(X-ray diffraction, XRD)
 - เกรื่องมือวัดหาขนาดของอนุภาก (Mastersizer)
 - กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

- เกรื่องวัคพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาครูพรุนของสาร (BET)

1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB ,C₁₉H₄₂BrN) บริสุทธิ์มากกว่า 99% ผลิตโดย บริษัท ACROS ORANICS
- Sodium dodecylsulfate (NaDS, CH₃(CH₂)₁₁OSO₃Na) บริสุทธิ์มากกว่า 92.8%ผลิตโดย บริษัท CARLO ERBA
- ซึ่งก์ในเตรคบริสุทธิ์มากกว่า 98% (Zinc Nitrate ,Zn(NO₃)₂·6H₂O) ผลิตโดยบริษัท BDH Laboratory supplies poole
- เฮปเทนบริสุทธิ์มากกว่า 99.7% (Heptane ,CH₃(CH₂)₅CH₃) ผลิตโดยบริษัท Fluka
- แอมโมเนียมการ์บอเนต (Ammonium Carbonate , (NH₄)₂CO₃) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- เมทานอลบริสุทธิ์มากกว่า 99.8% (Methanol) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- โซเดียมไฮดรอกไซด์บริสุทธิ์มากกว่า97.0% (Sodium hydroxide ,NaOH) ผถิตโดย บริษัท CARLO ERBA

1.3 ขั้นตอนการทดลอง

1.3.1 ขั้นตอนการทำให้ Sodium dodecylsulfate บริสุทธิ์ขึ้น 1.3.1.1 ขั้นตอนการละลายด้วยน้ำ

- ชั่ง Sodium dodecylsulfate (NaDS) 20 กรัมละลายน้ำ DI 250 มิลลิลิตรหรือใช้ อัตราส่วนมวล NaDS ต่อมวลน้ำ DI เป็น 4:50 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60-80 ℃ด้วยเตาไฟฟ้า (Hot plate) และมีการใช้แม่เหล็กเป็นตัวกวน (Magnetic stirrer) เพื่อให้ NaDS ละลายในน้ำได้ หมด

 - เมื่อสารถดแรงตึงผิวละลายได้หมดแล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump) โดยการใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ซึ่งสารละลายที่ผ่านการกรองแล้วจะเป็น สารละลาย NaDS ที่ผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนบางส่วนที่แขวนลอยที่ไม่สามารถผ่านกระดาษกรอง ออกไปได้ ขั้นตอนนี้เรียกว่า "การกรองร้อน" - นำสารละลาย NaDS ที่ผ่านการกรองร้อนแล้วไปลดอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 16 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึก โดยนำไปใส่ถังน้ำแข็งทิ้งไว้ประมาณ 2-3 ชั่วโมงเพื่อรอ ให้ NaDS เกิดเป็นตะกอนหรือผลึก

 เมื่อ NaDS ได้ตะกอนหรือผลึกแขกตัวออกจากน้ำแล้วนำมากรองด้วยเครื่อง กรองสุญญากาศ (Vacuum pump) โดยการใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ซึ่งจะได้ตะกอน NaDS อยู่ บนกระดาษกรองส่วนสารละลายที่ผ่านการกรองแล้วจะเป็นสารละลายที่มีสิ่งเจือปนที่ละลายน้ำ ได้ปนอยู่ ขั้นตอนนี้เรียกว่า "การกรองเย็น"

- นำตะกอน NaDS ที่กรองได้ไปดูดความชื้นโดยมีซิถิกาเป็นตัวดูดความชื้นเก็บ ไว้ในตู้ดูดความชื้น (Desiccators) ใช้เวลาประมาณ 24 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะแห้ง

- เมื่อ NaDS แห้งดีแล้วนำไปบดให้ละเอียดแล้วเก็บใส่ขวดรอนำไปละลายใน เมทานอลขั้นตอนต่อไป

1.3.1.2 ขั้นตอนการละลายด้วยเมทานอล

- เมื่อได้ Sodium dodecylsulfate (NaDS) ที่ผ่านการละลายด้วยน้ำแล้ว ชั่ง NaDS 10 กรัมนำไปละลายด้วยเมทานอล 100 มิลลิลิตร หรืออัตราส่วนมวล NaDS กับมวลเมทา นอลเป็น 1:10 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60-80 °Cด้วยเตาไฟฟ้า (Hot plate) และมีการใช้แม่เหล็ก เป็นตัวกวน (Magnetic stirrer) เพื่อให้ NaDS ละลายในน้ำได้หมด

- เมื่อสารละลายได้หมดแล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump) โดยการใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ซึ่งสารละลายที่ผ่านการกรองแล้วจะเป็นสารละลาย NaDS ที่ได้จำกัดสิ่งเจือปนที่ไม่สามารถผ่านกระดาษกรองออกไปได้ ขั้นตอนนี้เรียกว่า "การ กรองร้อน"

- นำสารละลาย №DS ที่ผ่านการกรองร้อนแล้วไปลดอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 16 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้เกิดการตกผลึก โดยนำไปใส่ถังน้ำแข็งทิ้งไว้ประมาณ 2-3 ชั่วโมงเพื่อรอ ให้ №DS เกิดเป็นตะกอนหรือผลึก

- เมื่อ NaDS เกิดตะกอนหรือผลึกแยกตัวออกจากเมทานอลแล้วนำมากรองด้วย
 เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump) โดยการใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 ซึ่งจะได้ตะกอน
 NaDS อยู่บนกระดาษกรองส่วนสารละลายที่ผ่านการกรองแล้วจะเป็นสารละลายที่มีสิ่งเจือปนที่
 ละลายกับเมทานอลได้ปนอยู่ ขั้นตอนนี้เรียกว่า "การกรองเย็น"

- นำตะกอน NaDS ที่กรองได้ไปไถ่ไอละเหยเมทานอลออกด้วยการใช้ปั้มดูด เมทานอลออกจากตู้ดูดความชื้น (Desiccators) ตลอด 24 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะแห้ง โดยมีซิลิก้า เจลเป็นตัวดูดความชื้นด้วย

- เมื่อ NaDS แห้งดีแล้วนำไปบดให้ละเอียดแล้วเก็บใส่ขวครอนำไปใช้ในการ สังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ขั้นตอนต่อไป

1.3.2 ขั้นตอนการเตรียม Zinc Carbonate (Precursor powders)

- ชั่งซิงค์ในเตรต (Zinc Nitrate) 139.86 กรัม ไปละลายน้ำ DI 100 มิลลิลิตรและ ชั่งแอมโนเนียมการ์บอเนต (Ammonium Carbonate) 75.02 กรัมไปละลายน้ำ 500 มิลลิลิตร - แล้วนำสารละลายทั้งสองข้างต้นมาเทผสมกันตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องโดยมี

การกวนตลอดเวลาด้วยตัวกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ที่สุด - จากนั้นจะเกิดตะกอนของซิงก์การ์บอเนต (Zinc Carbonate) ที่มีสีขาวแยกตัว

ออกจากน้ำแล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 โดยใช้เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump)

- นำตะกอนซิงค์คาร์บอเนตที่กรองได้ไปไถ่ความชื้นโดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 °Cใช้เวลาประมาณ 2-3 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะแห้งดี

- เมื่อตะกอนซิงก์การ์บอเนตแห้งดีแล้วนำไปบดให้ละเอียดแล้วเก็บใส่ขวดรอ นำไปใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์ Zinc Oxide ต่อไป

1.3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ Zinc Oxide

การสังเคราะห์ สารถดแรงตึงผิว	NaDS	NaDS/CTAB	CTAB
	100 mM	100 M	-
แบบไฮโครเทอร์มอล	300 mM	300 M	-
	500 mM	500 M	-
	20 mM	20 mM	20 mM
แบบโซลโวเทอร์มอล	50 mM	50 mM	50 mM
	100 mM	100 mM	100 mM

ตารางที่ 3.1 ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์ที่มีความเข้มข้นและชนิดของสารลดแรงตึงผิวต่างกัน

1.3.3.1 การสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล

- ใส่ซิงค์คาร์บอเนต 3 กรัม และสารลดแรงตึงผิวที่ได้จากการคำนวณ

ในแต่ละความเข้มข้นไปละลายน้ำ DI 100 มิลลิลิตรแล้วผสมให้เข้ากัน - วัดค่า pH ของสารละลายเริ่มต้นแล้วทำการปรับค่า pH ด้วยการหยด

โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide) เข้มข้น 1 M ให้ได้ค่า pH ประมาณ 10 - นำสารละลายไปใส่ถังปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลขนาดเล็ก

(A teflon-lined hydrothermal reactor, Parr Instrument) ขนาด 125 มิลลิลิตรปิดฝาให้แน่น แล้ว นำไปให้ความร้อนในเตาเผา 180 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงรอให้สารละลายเย็นตัว - เมื่อสารละลายเย็นตัวแล้วจะเกิดตะกอนของซิงค์ออกไซค์ที่มีสีขาว

แล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 โดยใช้เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump) และ ฉีดล้างตะกอนด้วยน้ำ DI

- นำตะกอนซิงค์ออกไซด์ที่กรองได้ไปไล่ความชื้นโดยนำไปอบที่

อุณหภูมิสูง105°Cใช้เวลาประมาณ 2-3 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะแห้งดี - โดยนำตะกอนซิงค์ออกไซด์วางใส่ถ้วยเซรามิกนำเข้าเตาเผาเพื่อแคล

ใซด์ไล่สารเจือปนที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รอให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนัก - นำ Zinc Oxide ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ XRD, Mastersizer,

SEM และ BET

1.3.3.2 การสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล

- ใส่ซิงค์คาร์บอเนต 3 กรัม และสารลดแรงตึงผิว14ที่ได้จากการ คำนวณในแต่ละความเข้มข้นไปละลายน้ำ DI 20 มิลลิลิตรแล้วผสมให้เข้ากัน

- วัดค่า pH ของสารละลายเริ่มตันแล้วทำการปรับค่า pH ด้วยการหยด

โซเคียมไฮครอกไซค์ (Sodium Hydroxide) เข้มข้น 1 M ให้ได้ค่า pH ประมาณ 10 - จากนั้นเติมเฮปเทน 80 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายไปใส่ถังปฏิกรณ์

แบบไฮโครเทอร์มอลขนาคเล็ก(A Teflon lined hydrothermal reactor, Parr Instrument) ขนาค 125 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปให้ความร้อนในเตาเผา 180 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงรอให้ สารละลายเย็นตัว

 เมื่อสารละลายเย็นตัวแล้วจะเกิดตะกอนของซิงก์ออกไซด์ที่มีสีขาว แล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 โดยใช้เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum pump) และ ฉีดล้างตะกอนด้วยน้ำ DI

นำตะกอนซิงค์ออกไซด์ที่กรองได้ไปไล่ความชื้นโดยนำไปอบที่

อุณหภูมิสูง 105 °C ใช้เวลาประมาณ 2-3 ชั่วโมงหรือจนกว่าจะสารจะแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก - โดยนำตะกอนซิงค์ออกไซด์วางใส่ถ้วยเซรามิกนำเข้าเตาเผาเพื่อแคล

ใซด์ไถ่สารเจือปนที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รอให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนัก - นำ Zinc Oxide ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ XRD, Mastersizer, SEM และเครื่อง BET เพื่อนำผลไปวิเคราะห์ต่อไป

 การสังเคราะห์สังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดระบบเดี่ยวและระบบผสม โดยการเก็บตัวอย่างในลักษณะที่คอลลอยด์

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่องมือทคลอง

- เตาไฟฟ้า (Hot plate)
- เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
- ตู้ดูดความชื้น (Desiccators)
- ตู้อบ (Oven)
- เตาเผาอุณหภูมิสูง (Furnace)
- เครื่องวัดก่า pH

- ถังปฏิกรณ์แบบไฮโครเทอร์มอลขนาคเล็ก ขนาค 125 มิลลิลิตร (A teflon-lined hydrothermal reactor, Parr Instrument)
- 3.1.2 เครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่าง
 - เครื่องวัดค่าความต่างสักดิ์ของผิวอนุภาคและวัดขนาดนาโนเมต(Zeta Potential, delsa C nano, Particle Analyser)

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB ,C₁₉H₄₂BrN) บริสุทธิ์มากกว่า 99% ผลิตโดย บริษัท ACROS ORANICS
- Sodium dioctylsulfosuccinate (NaDSS) บริสุทธิ์มากกว่า 99% ผลิตโดยบริษัท ACROS
 ORANICS
- Sodium dodecylsulfate (NaDS) บริสุทธิ์มากกว่า 92.8%ผลิต โดยบริษัท CARLO ERBA
- Sodium 4-octylbenzenesulfonate (NaOBS) บริสุทธิ์มากกว่า 99% ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- 3-(N,N-Dimethyloctadecylammonio)-propanesulfonate (DOAPS) บริสุทธิ์มากกว่า 99% โดยบริษัท ALDRICH
- ซิงค์ในเตรคบริสุทธิ์มากกว่า 98% (Zinc Nitrate ,Zn(NO₃)₂·6H₂O) ผลิตโดยบริษัท BDH Laboratory supplies poole
- เฮกเซนบริสุทธิ์มากกว่า 99.7% (Hxane ,CH3(CH2)4CH3) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- แอมโมเนียมคาร์บอเนต (Ammonium Carbonate, (NH₄)₂CO₃) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- เมทานอลบริสุทธิ์มากกว่า 99.8% (Methanol) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- โซเดียมไฮดรอกไซด์บริสุทธิ์มากกว่า97.0% (Sodium hydroxide ,NaOH) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
- Sulphuric acid 96% ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียม Zinc Carbonate (Precursor powders)

- ชั่งซิงค์ในเตรต (Zinc Nitrate) 209.79 กรัม ไปละลายน้ำ DI 500 มิลลิลิตรและชั่ง แอมโนเนียมคาร์บอเนต (Ammonium Carbonate) 112.53 กรัมไปละลายน้ำ 750 มิลลิลิตร

แล้วนำสารละลายทั้งสองข้างต้นมาเทผสมกันตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องโดยมีการ
 กวนตลอดเวลาด้วยตัวกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ที่สุด

- จากนั้นจะเกิดตะกอนของซิงก์การ์บอเนต (Zinc Carbonate) ที่มีสีขาวแยกตัวออก จากน้ำ

- ใช้ปีเปต นำน้ำออกมาปริมาตร 250 ml และเติมน้ำ DI water กลับ 250 ml และรอ ให้ตะกอนของซิงค์คาร์บอเนต (Zinc Carbonate)ที่มีสีขาวแยกตัวออกจากน้ำ และทำซ้ำอีกครั้ง แต่ในครั้งที่ 3 ไม่ต้องเติมน้ำ DI water กลับเข้าไป จะทำให้เราได้ precursor ที่ปริมาตร 1000 ml

ตารางที่ 3.2 ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่มีชนิดของสารลดแรงตึงผิวชนิดต่างๆ ที่ความเข้มข้น 100 mM

สารลดแรงตึงผิว [ประจุ]	ระบบไฮโดรเทอร์มอล	ระบบโซลโวเทอร์มอล
NaDS [-]		\checkmark
NaDDS/NaDS [-/-]		\checkmark
NaDS [-]	2752	\checkmark
NaDSS/NaOBS [-/-]	^{- 18} าลัยแชคโนโลย ^ณ ์	\checkmark
NaDS/NaOBS [-/-]	\checkmark	\checkmark
NaOBS [-]	\checkmark	\checkmark
NaDS/CTAB [-/ +]	×	\checkmark
NaOBS/CTAB [-/+]	\checkmark	\checkmark
CTAB [+]	\checkmark	\checkmark

16

สารลดแรงตึงผิว [ประจุ]	pH	ระบบไฮโดรเทอร์มอล	ระบบโซลโวเทอร์มอล
DOAPS [zwitterion]	4	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	5	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	8	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	9	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	10	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	11	✓	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	12	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	13	\checkmark	\checkmark
DOAPS [zwitterion]	14	✓	\checkmark

ตารางที่ 3.3 ระบบการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่มีชนิดของสารลดแรงตึงผิวชนิด DOAPS (Zwitterionic Surfactant) ที่ความเข้มข้น 100 mM และปรับเปลี่ยนค่า pH

3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ Zinc Oxide

3.3.2.1 ระบบไฮโครเทอร์มอล

- นำ precursor มากวนให้เข้ากันเป็นสารเนื้อเดียวแล้วจึงปีเปต ซิงค์การ์บอเนต (Zinc Carbonate) จาก precursor 20 มิลลิลิตร นำสารละลายไปใส่ถังปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์ มอลขนาดเล็ก (A teflon-lined hydrothermal reactor ,Parr Instrument) ขนาด 125 มิลลิลิตร

- ชั่ง Surfactants ให้ได้น้ำหนักตามระบบต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2-3.3 โดยที่ ความเข้มข้นคงที่ที่ 100 mM ทุกระบบ แล้วนำไปใส่ถังปฏิกรณ์

- เติม DI water 80 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกรณ์ จากนั้นเติม NaOH หรือ H₂SO₄ ที่
 ความเข้มข้นที่ทำให้ได้ค่า PH ที่ต้องการตามระบบนั้น (ระบบที่ค่า pH ที่ 4 และ 5 นั้นจะใช้
 H₂SO₄ ส่วนระบบที่เหลือจะใช้ NaOH) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกรณ์

- ปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปให้ความร้อนในเตาเผา 180 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงรอให้ สารละลายเย็นตัว

- ดูดสารสละลาย 20 มิลลิลิตรโดยประมาณ โดยผ่าน Syringe Filter (Nylon) ขนาด รูพรุน 0.45 ใมโครเมตร มาเก็บไว้ที่ขวดเก็บตัวอย่าง

- นำ Zinc Oxide ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวัด Zeta Potential

3.3.2.2 ระบบโซลโวเทอร์มอล

- นำ precursor มากวนให้เข้ากันเป็นสารเนื้อเดียวแล้วจึงปีเปต ซิงค์คาร์บอเนต (Zinc Carbonate) จาก precursor 20 มิลลิลิตร นำสารละลายไปใส่ถังปฏิกรณ์แบบไฮโครเทอร์ มอลงนาดเล็ก (A teflon-lined hydrothermal reactor ,Parr Instrument) งนาด 125 มิลลิลิตร

 ชั่ง Surfactants ให้ได้น้ำหนักตามระบบต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2-3.3 โดย ที่ความเข้มข้นคงที่ที่ 100 mM ทุกระบบ แล้วนำไปใส่ถังปฏิกรณ์

- เติม DI water 50 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกรณ์ จากนั้นเติม Hexane ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกรณ์

- เติม NaOH หรือ H₂SO₄ ที่ความเข้มข้นที่ทำให้ได้ค่า PH ที่ต้องการตามระบบ นั้น (ระบบที่ค่า pH ที่ 4 และ 5 นั้นจะใช้ H₂SO₄ ส่วนระบบที่เหลือจะใช้ NaOH) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกรณ์

- ปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปให้ความร้อนในเตาเผา 180 °C เป็นเวลา 18 ชั่วโมงรอ ให้สารละลายเย็นตัว

- ดูคสารสละลาย 20 มิลลิลิตรโดยประมาณ โดยผ่าน Syringe Filter (Nylon) ขนาด รูพรุน 0.45 ใมโครเมตร มาเก็บไว้ที่ขวดเก็บตัวอย่าง

- นำ Zinc Oxide ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวัด Zeta Potential



3. ขั้นตอนการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องมือวิเคราะห์

3.1 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)

D = ค่าเฉลี่ยของขนาดผลึก

6

ชื่อเครื่องมือ Bruker AXS D5005 ใช้รังสี CuKα ซึ่งมีความยาวคลื่นเท่ากับ 0.1542 นาโน เมตรให้ความต่างศักดิ์ 40 kV และให้กระแสไฟฟ้า 40 mA ที่มุม 2-theta จาก 10° - 80° และมีอัตราการ เพิ่มขึ้นของ 2-theta เท่ากับ 0.2 s/step

คำนวณขนาดผลึกได้จากค่าเฉลี่ยของการวัดเส้นรังสีเอ็กซ์ (X-rays) ซึ่งเป็นไปตามสมการ ของ Scherrer ดังนี้

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta} \tag{1}$$

ເນື່ອ

λ = ความยาวคลื่น (0.1542 นาโนเมตร, เมื่อใช้ CuKα) β = ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของกวามสูงของยอดที่สูงที่สุดของซิงค์ออกไซด์ (FWHM) ในหน่วยเรเดียน θ= มุมการเลี้ยวเบนสำหรับยอดที่สูงที่สุดในหน่วยองศา

หรือสามารถหาขนาดผลึกเฉลี่ยได้จากสูตรของ Scherrer มีเทอมความเครียดของวัสดุ ดังนี้

$$\frac{\beta\cos\theta}{\lambda} = \frac{1}{\varepsilon} + \frac{\tau\sin\theta}{\lambda}$$
(2)

เมื่อ
$$\mathcal{E} =$$
ค่าเฉลี่ยของขนาดผลึก
 $\lambda =$ ความยาวคลื่น (0.1542 นาโนเมตร, เมื่อใช้ CuK α)
 $\tau =$ ความเครียดของวัสดุ (effective strain)

3.2 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer, Mastersizer)

ชื่อเครื่องมือ Malvern รุ่น Mastersizer 2000 เป็นอุปกรณ์ที่ใช้วัดขนาดของอนุภาคของสาร โดยให้ซิงค์ออกไซด์กระจายตัวในน้ำ DI ให้ขอบเขตการทำงานของเครื่องมือเป็น 300F : 0.5 - 300 mm ความยาวแสงที่ใช้งานคือ 14.3 nm ตั้งค่าการวิเคราะห์เป็นแบบ Polydisperse

3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

สัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้สามารถใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด JEOLJSM-6400 โดยกลุ่มตัวอย่างที่ใช้ทั้งหมดจะต้องทำการเคลือบทอง (Au-coated) ก่อนที่จะนำตรวจสอบโดยเครื่อง SEM ซึ่งหลักการทำงาน SEM คือเมื่ออิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด ถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า แล้วจะผ่าน condenser lens เพื่อส่งลำแสงไปยังตัวอย่างที่มาวิเคราะห์ แล้ว อิเล็กตรอนจะสะท้อนไปยังตัวรับแล้วแสดงออกมาเป็นภาพ

3.4 เครื่องวัดพื้นที่ผิวปริมาตรพรุนและขนาดของรูพรุนของสาร (Brunauer Emmett Teller, BET)

เครื่อง micromeritics ASAP 2010 เป็นอุปกรณ์ที่ใช้วัดพื้นที่ผิวของสาร โดยต้องทำการไล่ กวามชื้นของอากาศให้หมดและทำการ Degas เป็นวิธีการพ่นด้วยแก๊สเลี่ยม เป็นการขจัดแก๊สที่มีอยู่ ในตัวทำ ละลายจำนวนไม่มาก ซึ่งจะใช้ได้ดีกับระบบแบบ low-pressure mixing โดยวิธีการนี้เป็น การใช้แก๊สอีเลี่ยมมาแทนที่แก๊สออกซิเจนและอื่นๆที่มีอยู่ในตัวทำ ละลาย โดยปรกติแล้วในการวัด พื้นที่ผิวนั้น จะอาศัยการวัดปริมาณแก๊สที่พื้นผิวดูดซับเอาไว้ ซึ่งเครื่องนี้ใช้แก๊สไนโตรเจน โดยจะทำ การวัดที่อุณหภูมิจุดเดือดของแก๊สไนโตรเจน (ประมาณ -196 °C) จากนั้นให้พื้นผิวทำการดูดซับแก๊ส ไตรเจน แล้วจึงก่อยวัดว่าพื้นผิวดูดซับแก๊สไนโตรเจนได้เท่าไร โดยอาจดูจากปริมาณแก๊สที่หายไป ตอนที่ป้อนแก๊สในโตรเจนเข้าไป หรือจากปริมาณแก๊สที่คายออกมาตอนที่ไล่แก๊สออกด้วยการให้ ความร้อนแก่ตัวอย่างสามารถวัดค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรของรูพรุนและขนาดของรูพรุนของสารที่ ทำการศึกษาได้

3.5 เครื่องวัดค่าความต่างศักดิ์ของผิวอนุภาคและวัดขนาดนาโนเมตร(Zeta Potential, delsa C nano, Particle Analyser)

เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดขนาดอนุภาค และค่า Zeta potential ด้วยมุม 90° ในสารตัวอย่าง คอลลอยด์ โดยระบบจะทำการวัดขนาดจากการกระเจิงของแสง ในขณะที่อนุภาคเกิดการเคลื่อนที่ ตลอดเวลาในสารตัวกลางแบบ Brownian motion โดยระบบจะทำการตรวจจับความถี่ในกากระเพื่อม ขึ้น-ลงของแสง เพื่อทำการคำนวณหาขนาดอนุภาค ด้วยการหาค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เลื่อนตำแหน่ง ของอนุภาค ซึ่งการเคลื่อนที่ของอนุภาคแบบ Brownian motion มีผลต่อความเข้มของแสงที่กระเจิง จากอนุภาค โดยอนุภาคขนาดใหญ่จะเกิดการความถี่ในการกระเพื่อมขึ้น-ลงของแสงที่กระเจิง คำ ให้มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่เลื่อนตำแหน่งต่ำ จะเคลื่อนที่ช้ากว่าอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งมีความถี่ในการ กระเพื่อมของแสงที่กระเจิงสูงกว่า

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

จากการทคลองทำการเลือกซิงค์ออกไซด์จากการสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นต่างกันและรูปแบบ การสังเคราะห์ต่างกันมาระบบละหนึ่งตัวอย่างรวมทั้งหมด 7 ตัวอย่าง โดยแบ่งกลุ่มออกเป็น 2 กลุ่ม คือ การสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล และการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เพื่อนำมาตรวจสอบ ลักษณะเฉพาะของซิงค์ออกไซค์ค้วยเครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ คังแสคงในรูปที่ 4.1



ร**ูปที่ 4.1** รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโครเทอร์มอล

จากรูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดร เทอร์มอล พบว่าทุกระบบมีตำแหน่งของ 2-Theta ตรงกับซิงค์ออกไซค์อ้างอิง JCPDS 36-1451 ซึ่งมี โครงสร้างเป็นแบบเฮกซะ โกนอลเวิทธ์ไซท์ที่มีค่าคงที่แลตทิต a = 3.249 Å, c = 5.206 Å แต่พบว่าระบบ NaDS 100 mM มีความสูงของพีคต่างจากซิงค์ออกไซค์แม่แบบอย่างมาก ซึ่งอาจแสคงให้เห็นว่าสารลด แรงตึงผิวชนิคประจุลบ NaDS มีผลทำให้การจัดเรียงโครงสร้างภายในเปลี่ยนไปแต่ยังคงคุณสมบัติเป็น อนุภาคซิงค์ออกไซค์ตามตำแหน่งของ 2-Theta จากงานวิจัยของ Yan-Xiang Wang และคณะ (2010) จาก



เติมสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก CTAB จะได้ซิงก์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอลเวิทธ์ ไซท์เช่นกัน

รูปที่ 4.2 รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

จากรูปที่ 4.2 เป็นการแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วย วิธีโซลโวเทอร์มอล พบว่าทุกระบบมีตำแหน่งของ 2-Theta ตรงกับซิงค์ออกไซด์อ้างอิงJCPDS 36-1451 (Literature Zincite) ซึ่งมีรูปร่างเป็นแบบเฮกซะนอลเวิทธ์ไซท์ที่มีค่าคงที่แลตทิต a = 3.249 Å, c = 5.206 Å แต่พบว่าระบบ NaDS 20 mM และระบบที่ไม่มีสารลดแรงตึงผิวในระบบ มีความสูงของพีค ต่างจากซิงค์ออกไซด์แม่แบบอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งอาจแสดงให้เห็นว่าระบบโซโวเทอร์มอลที่มีเฮปเทนเป็น ตัวทำละลาย และระบบที่มีสารลดแรงตึงผิวประจุลบ NaDS เติมในระบบ ทำให้มีผลต่อการจัดเรียง โครงสร้างอนุภาคเกิดการเปลี่ยนไปจากสารอ้างอิงแต่ยังคงเป็นอนุภาคซิงค์ออกไซด์เหมือนเดิม

ดังนั้นการผสมไมเซลล์แบบต่างประจุบวกและลบเข้าไปในการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์จึงไม่มี ผลทำให้สารเกิดเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารอื่นโดยยังคงลักษณะเฉพาะของซิงค์ออกไซค์ไว้ตาม ตำแหน่งของ 2-theta เหมือนเดิม และนอกจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซค์จะ สามารถบอกความเป็นลักษณะเฉพาะของซิงค์ออกไซค์ตามตำแหน่งของ 2-theta แล้ว ยังสามารถหา ขนาดผลึกเดี่ยวของ ซิงค์ออกไซค์ได้ด้วยตามสมการของ Sherrer ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อ 3 ในบทนี้

2. การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

ทำการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์ค้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราค (SEM) โดยถ่ายภาพแบบกำลังขยายสูงและต่ำเพื่อดูรูปร่างของผลึกซิงค์ออก ไซค์ซึ่งในการทคลองนี้ได้แบ่งตัวอย่างออกเป็นสองกลุ่มคือสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลที่ใช้น้ำเป็น ตัวทำละลายเพียงอย่างเดียว และระบบโซลโวเทอร์มอลที่ใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำและเฮปเทนโดยมีอัครา ส่วนโดยปริมาตรเป็น1:4 แล้วศึกษาผลต่อการเกิดรูปร่างของซิงค์ออกไซค์เมื่อทำการสังเคราะห์โดยการ เปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวระบบเดี่ยวทั้งชนิดประจุบวกและลบ รวมถึงเปลี่ยนแปลง ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวแบบผสมประจุที่อัตราส่วนโดยโมลเท่ากัน (equimolar) ซึ่งแสดง ลักษณะสัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซค์ที่ไม่มีสารลดแรงตึงผิวในระบบไว้ดังรูปที่ 4.3 ดังนี้



ร**ูปที่ 4.3** รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบไม่มีสารลดแรงตึงผิวในระบบโดยใช้ วิธีการสังเคราะห์ (ก,ข) ไฮโครเทอร์มอล และ (ค,ง) โซลโวเทอร์มอล
จากรูปที่ 4.3 (ก,ข) เป็นการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล พบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์มีรูปร่าง คล้ายกับคอกไม้ลักษณะเป็นแท่งยื่นออกจากจุคศูนย์กลาง 15.46 μm กว้าง 0.71 μm ส่วนรูปที่ 4.3 (ค,ง) เป็นการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลพบว่ามีรูปร่างคล้ายกับการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลมี ความยาวแท่งที่ยื่นจากจุคศูนย์กลาง 25.79 μm กว้าง 0.87 μm

2.1 สัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

รูปที่ 4.4 เป็นรูปของ SEM ของซิงค์ออกไซด์ในระบบการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่ กวามเข้มข้น NaDS ต่างกัน พบว่าเมื่อความเข้มข้น NaDS 100 mM ดังรูปที่ 4.4 (ก,ข) ผลึกซิงค์ออกไซด์มี รูปร่างเป็นทรงกระบอกหน้าตัดหกเหลี่ยมมีความกว้างและยาว 4.73 และ 20.35 μm ส่วนความเข้มข้น NaDS 500 mM ดังรูปที่ 4.4 (ค,ง) ผลึกมีขนาดเล็กมากและเกาะกลุ่มรวมกันเป็นผลึกที่มีรูพรุนรูปร่างไม่ แน่นอนความกว้างและยาวเฉลี่ยของกลุ่มผลึก 86.58 และ 148.78 μm เช่นเดียวกับที่ความเข้มข้นของ NaDS 800 mM ที่มีรูปร่างผลึกขนาดเล็กเป็นแผ่นมีขนาดเล็กและบางซึ่งเกาะกลุ่มเป็นเสมือนผลึกที่มี รูพรุนรูปร่างคล้ายทรงสี่เหลี่ยมดังรูปที่ 4.4 (จ,ฉ)





ร**ูปที่ 4.4** รูป SEM ของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลเมื่อความเข้มข้นของ สารลดแรงตึงผิวNaDS (ก,ข) 100 mM (ก,ง) 500 mM และ (จ,ฉ) 800 mM

จากรูปที่ 4.5 ด้านล่างเป็นรูป SEM ของซิงค์ออกไซด์ในระบบการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์ มอลที่ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวผสมระหว่าง NaDS และ CTAB ต่างกัน พบว่าเมื่อความเข้มข้น ระบบไมเซลล์ผสม 100 mM ดังรูปที่ 4.5 (ก,ข) ผลึกซิงค์ออกไซด์มีรูปร่างเป็นแท่งยาวเรียวมีความกว้าง และยาวเฉลี่ย 0.525 และ 23.77 µm ตามลำดับ ส่วนความเข้มข้นของไมเซลล์ผสม 500 mM ดังรูปที่ 4.5 (ก,ง) ผลึกมีลักษณะเป็นแผ่นมีความหนาค่อนข้างใกล้เคียงกันแต่รูปร่างไม่แน่นอนความกว้างและยาว เฉลี่ย 7.875 µm 10.84 µm ตามลำดับ ส่วนความเข้มข้นของไมเซลผสม 800 mM รูปร่างผลึกเป็นแท่งหก เหลี่ยมที่ยื่นจากแก่นกลางของผลึกแท่งหกเหลี่ยมมีหน้าตัดกว้างขึ้นแต่ความยาวของแท่งสั้นกว่าการ สังเคราะห์แบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวดังรูปที่ 4.5 (จ,ฉ) มีความกว้างและความยาวของแท่งหกเหลี่ยม เฉลี่ย 1.59 และ 7.86 μm ตามลำดับ



ร**ูปที่ 4.5** รูป SEM ของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้นของ สารลดแรงตึงผิวNaDS/CTAB (ก,ข) 100 mM (ก,ง) 500 mM (จ,ฉ) 800 mM

จากงานวิจัยของ Yan-Xiang Wang และคณะ (2011) ได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วย วิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก (CTAB) พบว่าซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีรูปร่าง คล้ายดอกไม้แฉก และระบบที่ไม่เติมสารลดแรงตึงผิว ซึ่งมีความกว้างและความยาวของแท่งประมาณ 200-400 nm และ 8-10 μm ตามลำคับ เมื่อเติมความเข้มข้นของ CTAB จาก 100 mM เป็น 500 mMความ ยาวของแท่งเพิ่มขึ้นจาก 3 μm เป็น 6 μm และเส้นผ่าสูนย์กลางไม่เปลี่ยนแปลงซึ่งเมื่อความเข้มข้นของ CTAB เป็น 800 mM กลับพบว่ารูปร่างที่ได้คล้ายกับระบบที่ไม่เติมสารลดแรงตึงผิว CTAB ในระบบ

ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าสารลดแรงดึงผิวที่เติมในระบบไฮโดรเทอร์มอล โดยให้ความเข้มข้นของสาร ลดแรงดึงผิวมากกว่าจุด CMC ทำให้โมเลกุลของสารลดแรงดึงผิวจะหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าหากัน ด้วย แรงจับของสารลดแรงดึงผิว (surfactant self-association) เกิดเป็นโครงสร้างที่เรียกว่า ไมเซลล์ (micelle) โดยหากเป็นระบบไมเซลล์ผสมหรือการผสมของสารลดแรงดึงผิวแบบต่างประจุที่มีอัตราส่วนโดยโมล เท่ากัน อาจเกิดไมเซลล์เป็นทรงกลม แต่อาจมีสลับประจุบวกและลบในแต่ละไมเซลที่เกิดขึ้นแล้ววางตัว ต่อสลับกัน ซึ่งไมเซลล์ที่เกิดขึ้นนี้ทำให้ส่งผลต่อการโตของซิงค์ออกไซด์ที่อาจเกิดภายในไมเซลล์ หรือ ภายนอกไมเซลล์ ทำให้มีผลต่อรูปร่างของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ในแต่ละความเข้มข้นของระบบไม เซลล์ผสมประจุ ทั้งนี้หากเพิ่มความเข้มข้นของระบบไมเซลล์ผสมประจุมากขึ้นอาจทำให้เกิดไมเซลล์เป็น รูปร่างอื่นเช่นอาจไมเซลล์วางตัวเป็นรูปทรงกระบอก ซึ่งทำให้มีผลต่อโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ที่ สังเคราะห์ขึ้น

2.2 สัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิชีโซลโวเทอร์มอล

จากรูปด้านล่างรูปที่ 4.6 รูป SEM ของซิงค์ออกไซด์ในระบบการสังเคราะห์แบบโซลโว เทอร์มอลที่ความเข้มข้น NaDS ต่างกัน พบว่าเมื่อความเข้มข้น NaDS 20 mM ดังรูปที่ 4.6 (ก,ข) ผลึกจะ เริ่มก่อตัวเป็นผลึกรูปร่างแตกต่างกันเมื่อความเข้มข้น NaDS 50 mM ดังรูปที่ 4.6 (ค,ง) ผลึกซิงค์ออกไซด์ มีรูปร่างเป็นทรงกระบอกหน้าตัดหกเหลี่ยมชัดเจนความกว้างและยาวเฉลี่ย 1.81 และ13.73 μmตามลำดับ แต่ที่ความและความเข้มข้นของ NaDS 800 mM ดังรูปที่ 4.6 (จ,ฉ) กลับพบว่ารูปร่างผลึกคล้ายแท่งวงรี และรูปไม่แน่นอนและที่ความเข้มข้นสูงผลึกจะมีขนาดเล็กมากจึงไม่สามารถบอกถึงรูปร่างได้ชัดเจนแต่มี ลักษณะคล้ายแผ่นวงกลมที่บางมาก



ร**ูปที่ 4.6** รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้นของ สารลดแรงตึง NaDS (ก,ข) 20 mM (ค,ง) 50 mM และ (จ,ฉ) 100 mM

จากรูปที่ 4.7 รูป SEM ของซิงค์ออกไซด์ในระบบการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลที่ความ เข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว CTAB ต่างกัน พบว่าทุกความเข้มข้นไม่สามารถบอกถึงรูปร่างได้เนื่องจากมี ผลึกขนาดเล็กมาก เช่นเดียวกับระบบการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลมีสารลดแรงตึงผิวผสมระหว่าง NaDS และ CTAB แบบอัคราส่วนโดยโมลเท่ากัน แสดงในรูปที่ 4.8 ที่มีขนาดผลึกที่เล็กมากและไม่ สามารถบอกถึงรูปร่างที่แท้จริงของผลึกได้ ซึ่งรูปทุกระบบมีลักษณะคล้ายกันคือเป็น ผลึกละเอียดมาก แล้วรวมกลุ่มกันเป็นรูปร่างคล้ายวงกลม



ร**ูปที่ 4.7** รูป SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้นของ สารลดแรงตึงผิว CTAB (ก,ข) 20 mM (ก,ง) 50 mM (จ,ฉ) 100 mM



ร**ูปที่ 4.8** รูปของ SEM ของซิงค์ออกไซค์ที่สังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เมื่อความเข้มข้นของ สารลดแรงตึงผิวNaDS/CTAB (ก,ข) 20 mM (ค,ง) 50 mM (จ,ฉ) 100 mM

ซึ่งกล่าวได้ว่าสารลดแรงดึงผิวที่เติมในระบบโซลโวเทอร์มอลเนื่องจากเฮปเทนมีค่า dielectric constant = 1.9 หากเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวมากกว่าจุด CMC ทำให้โมเลกุลของสารลดแรง ดึงผิวจะหันส่วนที่ชอบน้ำเข้าหากันคาดว่าน่าจะเป็น reverse micellesโดยสมบูรณ์โดยหากเป็นระบบ ใมเซลล์ผสมประจุหรือการผสมของสารลดแรงตึงผิวแบบต่างประจุที่มีอัตราส่วนโดยโมลเท่ากัน แต่ ละไมเซลล์อาจวางตัวสลับประจุบวกและลบภายในไมเซลล์เดียวกันวางตัวต่อกันในแต่ละไมเซลล์จึงมีผล ทำให้ขัดขวางการโตของผลึกซิงค์ออกไซด์ ซึ่งผลึกซิงค์ออกไซด์อาจเกิดขึ้นภายในหรือภายนอกไมเซลล์ ทำให้เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์จึงทำให้ได้มีรูปร่างซิงค์ออกไซด์ที่ แตกต่างกัน

- 3. การตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์
 - การหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของซิงค์ออกไซด์หาได้จากหลายแหล่ง ซึ่งการทดลองนี้ได้หาจาก
 - 1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 - 2. เครื่องมือวัดหาขนาดของอนุภาค (Mastersizer)
 - 3. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)

้โดยการกำนวณและหาก่างนาดของอนุภากจากเกรื่องมือต่าง ๆ ได้แสดงไว้ในภากผนวก

วิธีการสังเคราะห์	สารถดแรงตึงผิว	ความเข้มข้น (mM)	ค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ย (µm)
	ไม่ใช้		2.89
	ž P	100	10.08
	NaDS	500	ไม่สามารถหาได้
ไฮโครเทอร์มอล	5	800	4.02
	77500	100	2.81
	NaDS/CTAB		10.07
		800	3.59
	ไม่ใช้	-	3.99
โซลโวเทอร์มอล		20	10.07
	NaDS	50	4.88
		100	1.26

ตารางที่ 4.1 ขนาดของอนุภากเฉลี่ยของซิงค์ออกไซค์ด้วยเครื่อง SEM (เทียบจากพื้นที่)

จากตารางที่ 4.1 แสดงค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยของซิงค์ออกไซด์โดยทำการวัดทั้งเป็นแบบผลึก เดี่ยวและแบบเป็นกลุ่มก้อนโดยเทียบจากพื้นที่ในภาพถ่าย SEM ที่ปรากฎ ซึ่งในระบบไฮโครเทอร์มอล เมื่อเติม NaDS และเพิ่มความเข้มข้นจะพบว่าค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยลดลงแต่เมื่อเติม NaDS/CTAB พบว่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยมีค่าต่างกันตามความเข้มข้น ส่วนระบบโซลโวเทอร์มอลเมื่อเพิ่มความ เข้มข้นเมื่อเติม NaDS พบว่าค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยลดลงเช่นเดียวกับระบบไฮโครเทอร์มอลแต่เมื่อเติม CTAB และระบบผสมไมเซลล์ NaDS/CTAB พบว่าไม่สามารถหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยได้เนื่องจาก รูปร่างผลึกมีขนาดเล็ก และภาพถ่ายไม่ชัดเจนและทำการหาขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์โดย เทียบจากปริมาตรในตารางที่ 4.2



วิธีการสังเคราะห์	สารลดแรงตึงผิว	ความเข้มข้น (mM)	ขนาดอนุภาค D(v, 0.5) (µm)
	ไม่ใช้	-	127.86
		100	70.89
	NaDS	500	76.35
ไฮโครเทอร์มอล		800	140.71
		100	96.06
	NaDS/CTAB	500	58.73
		- 800	53.25
	ไม่ใช้		57.87
		20	15.79
	NaDS	50	26.24
		100	31.07
ໂພລໂລແລະໃນລວ		20	26.50
เซล ไวเทอรมอล	СТАВ	50	23.35
	5	100	19.98
	15n	ยาลัยเกลโปโลยีสุรุ่ ^ง	58.59
	NaDS/CTAB	50	23.41
		100	15.59

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่อง Mastersizer (เทียบจากปริมาตร)

จากตารางที่ 4.2 แสดงขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์ที่เทียบจากปริมาตรของซิงค์ ออกไซด์ที่ละลายในน้ำโดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Mastersizer ซึ่งวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอล พบว่าเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS ทำให้ขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์จะเพิ่มขึ้นอย่างมี นัยสำคัญ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นในระบบไมเซลล์ผสมทำให้ขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์ จะมีค่าลดลง ส่วนวิธีการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล พบว่าเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS ทำให้ขนาด อนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์จะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้น CTAB และในระบบไมเซลล์ผสม ทำให้ขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์มีค่าลดลงจะเห็นว่าการสังเคราะห์ทั้งสองแบบมีความ สอดกล้องกันคือหากเพิ่ม NaDS จะทำให้ขนาดของอนุภาคซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นและหากเพิ่มความเข้มข้น CTAB ทั้งระบบเคี่ยวและระบบผสมจะทำให้ขนาดของอนุภาคซิงก์ออกไซด์จะลดลง นอกจากนี้ยังได้หาขนาดของผลึกเดียวของซิงก์ออกไซด์ที่ได้จากผลของการวัดจาก XRD โดยสมการของ Scherrer ดังแสดงในตารางที่ 4.3

วิสีอาสสัมอสามท์	ສາຮາດແຮນສື່ນມື້ວ	ความเข้มข้น	ค่าขนาดของผลึกเดี่ยว (nm)		
זענו ואמאנאנא וגעו אנו ואמאנאנא איזיאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנאנ	u 130/1137/13/9 1	(mM)	คิดค่าความเครียด	ไม่คิดค่าความเครียด	
	ไม่ใช้		20	20.92	
ไฮโครเทอร์มอล	NaDS	100	27.02	27.56	
	NaDS/CTAB	100	32.26	33.47	
	ไม่ใช้	, // (* *	17.86	18.38	
โซลโวเทอร์มอล	NaDS	20	32.26	33.31	
	СТАВ	20	14.71	15.21	
	NaDS/CTAB	20	13.33	13.95	

ตารางที่ 4.3 ขนาดของผลึกเดี่ยวของซิงค์ออกไซด์จาก XRD (สมการของ Scherrer)

จากตารางที่ 4.3 ใช้สมการของ Scherrer ที่แสดงไว้ในหัวข้อที่ 3.1 ในบทที่ 3 โดยแบ่งเป็นสมการ ของ Scherrer ที่ไม่คิดความเครียดของวัตถุ (สมการที่ 1) และสมการของ Scherrer ที่คิดความเครียดของ วัตถุด้วย (สมการที่ 2) และพบว่าแนวโน้มของขนาดผลึกเดี่ยวจากการหาทั้งสองแบบมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่ง วิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลแบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวทำให้ขนาดผลึกเดี่ยวใหญ่กว่าแบบเติม สารลดแรงตึงผิวเข้าไปในระบบในขณะที่ไมเซลล์แบบระบบผสม NaDS/CTAB จะทำให้ได้ขนาดของ ผลึกเดี่ยวใหญ่กว่าระบบเดี่ยว NaDS ส่วนวิธีการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลแบบไม่ใช้สารลดแรงตึง ผิวเทียบกับแบบเติมสารลดแรงตึงผิวเข้าไปในระบบหากพิจารณาที่ความเข้มข้นเท่ากัน พบว่าระบบเดี่ยว NaDS มีผลทำให้ได้ขนาดของผลึกเดี่ยวใหญ่ขึ้นในขณะที่ระบบเดี่ยว CTAB และระบบไมเซลล์แบบผสม NaDS/CTAB มีผลทำให้ขนาดผลึกเดี่ยวเล็กลง และทั้งสองระบบนี้มีขนาดผลึกเดี่ยวใกล้เคียงกันอีกด้วย

4. การตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และ ขนาดของรูพรุนของซิงค์ออกไซด์

ตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพของซิงค์ออกไซด์โดยทำการวัดพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และ ขนาครูพรุนของซิงค์ออกไซด์ด้วยเกรื่อง BET ดังแสดงในตารางที่ 4.3

3300000	ชนิดและความ	เข้มข้นของ	พื้นที่ผิว	ปริมาตรรูพรุน	ขนาดรูพรุน
1211 120 1612 12.11	สารลดแรงตึง	ເສີວ (mM)	(m ² /g)	(cm ³ /g)	(nm)
	ไม่ใช้	-	34.32	0.21	24.21
ไฮโครเทอร์มอล	NaDS	100		-	-
	NaDS/CTAB	100	29.50	0.17	22.98
	ไม่ใช้	-	32.85	0.23	27.45
โซลโวเทอร์มอล	NaDS	20	29.50	0.17	22.98
	СТАВ	20	34.49	0.22	24.95
	NaDS/CTAB	20	31.46	-	-

ตารางที่ 4.4 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาครูพรุนของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่อง BET

จากตารางที่ 4.3 พบว่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ทั้ง วิธีไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลแบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวในระบบจะมากกว่าแบบเติมสารลด แรงดึงผิวทั้งชนิดประจุบวก ลบและแบบผสมไมเซลล์ หากพิจารณาการสังเกราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล จะพบว่าปริมาตรรูพรุนของซิงก์ออกไซด์แบบเติม NaDS จะน้อยกว่าแบบเติม CTAB ซึ่งมีปริมาตรรูพรุน ของซิงก์ออกไซด์ทุกระบบเลลี่ย 0.2 cm³/g เช่นเดียวกับขนาดรูพรุนของซิงก์ออกไซด์แบบเติม NaDS จะ เล็กกว่าแบบเติม CTAB โดยทุกระบบมีขนาดรูพรุนของซิงก์ออกไซด์แอลี่ย 24.51 nm ซึ่งมากว่า 5 nm ดังนั้นถือว่าเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ (Macropore) ซึ่งถือว่าไม่มีความสำคัญในการดูดซับสารซึ่งค่าขนาดของ รูพรุนที่วัดได้นี้อาจจะเป็นเพียงช่องว่างระหว่างผลึกซิงก์ออกไซด์ที่มีการซ้อนทับกัน และเมื่อพิจารฉา พื้นที่ผิวของซิงก์ออกไซด์ แบบเติม NaDS จะน้อยกว่าแบบเติม CTAB โดยทุกระบบมีพื้นที่ผิวเฉลี่ย 32.01 m²/g ซึ่งเทียบกับพื้นที่ผิวอ้างอิง 26.22 m²/g (สวทช) และจากการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์โดยวิธี เทอร์โมแกรวิเมตริก-ดิฟเฟอร์เรนเชียลเทอร์มอลอะนาไลซีส (TG-DTA) มีพื้นที่ผิว 18.93 m²/g ดังนั้น กล่าวได้ว่าวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลจะทำให้พื้นที่ผิวของซิงก์ออก ไซด์มากขึ้น ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าปัจจัยที่มีผลต่อรูปร่าง ขนาด พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนของ ซิงค์ ออกไซด์คือชนิดและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว หรือวิธีการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

การตรวจสอบขนาดและการการกระจายตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยเครื่องมือวิเคราะห์ Zeta Potential (Particle Analyzer)

จากการตรวจสอบขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่ผ่านมา จะเห็นได้ว่าขนาด ของอนุภาคของซิงก์ออกไซด์นั้นมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตรและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว นั้นไม่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคมากนัก จึงได้ทำการศึกษาและปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์และเก็บ ตัวอย่างใหม่ เพื่อลดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ลงให้ได้ถึงระดับนาโนเมตร โดยจากผลการทดลอง พบว่าการเก็บตัวอย่างจากการสังเคราะห์ในลักษณะที่เป็น Bulk ยังไม่สามารถให้ขนาดอนุภาคในระดับ นาโนเมตรได้ จึงได้ทดลองปรับเปลี่ยนวิธีการเก็บตัวอย่างจากการสังเคราะห์ และใช้ค่าความเข้มข้นของ สารลดแรงตึงผิวที่ 100 mM เพียงค่าเดียวดังที่ได้อธิบายขั้นตอนการทดลองไว้ในบทที่ 3 โดยจะเก็บ ตัวอย่างจากการสังเคราะห์ในลักษณะเป็นคอลลอยด์แทน และนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ขนาดของอนุภาค ด้วยเครื่องวิเคราะห์ Zeta Potential



ระบบ	วิธีการสังเคราะห์	สารลดแรงตึงผิว	D(10%)	D(50%)	D(90%)
			(nm)	(nm)	(nm)
1		NaDSS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
2		NaDSS/NaDS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
3		NaDS	147.3	172.6	240.3
4	ป็สโอสเพอส์แออ	NaDSS/NaOBS	104.3	149.4	1073.8
5	เอ <i>เ</i> ผวเทดวทดย	NaDS/NaOBS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
6		NaOBS	140.6	1507.7	2020
7		NaOBS/CTAB	2.6	2.9	3.8
8		CTAB	7.2	8.8	12.8
9		NaDSS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
10		NaDSS/NaDS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
11		NaDS	หาไม่ได้	หาไม่ได้	หาไม่ได้
12		NaDSS/NaOBS	574.3	670.6	892.3
13	โซลโวเทอร์มอล	NaDS/NaOBS	32.7	39.8	58
14		NaOBS	476.3	4324.5	7001.6
15		NaDS/CTAB	3673.3	4811.5	11170.4
16		NaOBS/CTAB	47.1	48	76.2
17		СТАВ	4.2	5.2	7.2

ตารางที่ 4.5 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) ของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์จาก Cumulative Number Distribution จากเครื่องวิเคราะห์ Zeta Potential

จากตารางที่ 4.5 พบว่าขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์นั้นมีขนาดเล็กลงซึ่งอยู่ในระดับนาโนเมตร แต่จากการนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ Zeta Potential พบว่าบางระบบนั้นไม่สามารถวิเคราะห์ ได้เนื่องจากตัวอย่างมีค่าความหนาแน่นของผลึก (Intensity) ต่ำเกินไป อาจเพราะการสังเคราะห์ด้วย ระบบนั้นจะทำให้ได้ขนาดอนุภาคที่ใหญ่เกิน 450 นาโนเมตร เนื่องจากการเก็บตัวอย่างนั้นจะทำการดูด ด้วยชุด Syringe filter (Nylon) ขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร จึงทำให้ปริมาณของซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านเข้า มานั้นมีปริมาณที่น้อยมาก จากตารางที่ 4.5 พบว่า ในระบบที่ 14 และ 15 ขนาดที่ได้นั้นค่อนข้างใหญ่ อาจเกิดจาการตกตะกอนของสารลดแรงตึงผิวในระบบขณะทำการวิเคราะห์ จึงส่งผลให้ขนาดที่ได้นั้น เป็นขนาดของสารลดแรงดึงผิวที่ตกผลึกออกมาแทนที่จะเป็นขนาดของซิงก์ออกไซด์ มีข้อสังเกตที่พบ จากการทดลองจากการสังเคราะห์ทั้งแบบไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลเมื่อใช้ CTAB ช่วยใน การสังเคราะห์ (ระบบที่ 8 และ 17) พบว่า ขนาดของซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กมากทั้งสอง ผลจากการปรับปรุงวิธีการเก็บตัวอย่างในลักษณะของกอลลอยค์นั้น ส่งผลให้ได้ขนาดของ อนุภาคในระดับนาโน จึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยการใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดใหม่ คือ 3-(N,Ndimethyloctadecylammonio)-propanesulfonate (DOAPS) ซึ่งจัดเป็น Zwitterionic Surfactant ชนิดหนึ่งที่ มีประจุบวกและลบอยู่ในโมเลกุลเดียวกัน ซึ่งสารลดแรงตึงผิวชนิดนี้สลายตัวที่อุณหภูมิสูงทำให้สามารถ คงสภาพความเป็นสารลดแรงตึงผิวที่อุณหภูมิสังเคราะห์ได้ดี จากการทดลองจะใช้ความเข้มข้นที่ 100 mM เท่ากันกับระบบอื่นก่อนหน้านี้ และทำการปรับค่า pH ของระบบ เพื่อสังเกตผลกระทบต่อ ขนาดของอนุภาค เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวชนิดนี้จะแสดงความเป็นประจุบวกหรือลบขึ้นอยู่กับค่า pH



ระบบ	วิธีการสังเคราะห์	ค่า pH	D(10%) (nm)	D(50%) (nm)	D(90%) (nm)
18		4	673.4	1568.2	2433.8
19		5	149.9	169.2	235.4
20		8	21.6	21.6	21.6
21		9	21.7	21.7	21.7
22	ไฮโครเทอร์มอล	10	10.8	10.8	11.2
23		11	52.5	52.5	52.5
24		12	1672.4	2037.2	3034.8
25		13	21.6	21.6	21.7
26		14	43.4	43.4	43.5
27		4	2.8	3.3	4.6
28		5	3.2	3.9	5.4
29		8	2.6	3.2	4.6
30		9	3.0	3.6	5.1
31	โซลโวเทอร์มอล	10	2.9	3.5	5.0
32		11	2.9	3.5	4.9
33		12	3.1	3.7	5.3
34		13	2.6	3.1	4.5
35		14	2.8	3.3	4.8

ตารางที่ 4.6 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (D) ของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์จาก Cumulative Number Distribution จากเครื่องวิเคราะห์ Zeta Potential สำหรับระบบที่ใช้ DOAPS ที่ค่า pH ต่างกัน

จากตารางที่ 4.6 ขนาดของอนุภาคจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะมีขนาดที่ ใหญ่กว่าขนาดของอนุภาคจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอล สอดคล้องกับระบบการ สังเคราะห์ก่อนหน้านี้ทั้งในการเก็บตัวอย่างแบบ bulk และแบบคอลลอยด์ อย่างไรก็ตามในระบบที่ 18 และ 24 นั้น ขนาดของอนุภาคที่ได้ค่อนข้างใหญ่ เนื่องจากอาจเกิดการตกตะกอนของสารลดแรงตึงผิว ขณะทำการวิเคราะห์ อย่างไรก็ตาม จุดเด่นของระบบการสังเคราะห์ที่ใช้ DOAPS เป็นแม่แบบนั้นพบว่า การสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอลนั้น การปรับก่า pH นั้นไม่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคแต่อย่าง ใด แต่ขนาดของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ที่ได้นั้นมีขนาดเล็กมากและมีขนาดสอดคล้องกันทุกระบบ ซึ่ง เป็นผลมาจากการเกิดปฏิกิริยาใน reverse micelles ของ DOAPS ในระบบการสังเคราะห์แบบโซลโว เทอร์มอล



บทที่ 5 บทสรุป

1. สรุปผลการวิจัย

- การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ทุกระบบที่ทำการทดลองโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะนอลเวิทธ์ ไซท์ โดยสารลดแรงตึงผิวไม่รบกวนโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์
- บนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซด์ (Bulk powder) ขึ้นกับการเพิ่มความเข้มข้นของ สารถดแรงดึงผิว ชนิดของสารถดแรงดึงผิว และเทคนิคการสังเคราะห์
- การเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว : เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ระบบเดี่ยว NaDS ทำให้ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (Bulk powder) ใหญ่ขึ้นแต่ระบบเดี่ยว CTAB และระบบไมเซลล์ผสม NaDS/CTAB จะทำให้ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์เล็กลง
- 1.4 ชนิดของสารลดแรงตึงผิว : เทกนิคไฮโดรเทอร์มอล เมื่อเติมสารลดแรงตึงผิวแบบไมเซลล์ ผสม NaDS/CTAB ทำให้ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (Bulk powder) เล็กลงกว่าระบบ เดี่ยวและแบบไม่เติมสารลดแรงตึงผิว ส่วนเทกนิคโซลโวเทอร์มอล เมื่อเติมสารลดแรงตึง ผิวแบบไมเซลล์ผสม NaDS/CTAB ทำให้ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (Bulk powder) ใหญ่กว่าระบบเดี่ยวแต่เล็กกว่าแบบไม่เติมสารลดแรงตึงผิวในระบบ
- 1.5 เทคนิคการสังเคราะห์ : การสังเคราะห์แบบไฮโครเทอร์มอลจะทำให้อนุภาคมีขนาคใหญ่ กว่าแบบโซลโวเทอร์มอล ทั้งในตัวอย่างแบบ Bulk powder และคอลลอยค์
- การกระจายขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ขึ้นกับความการเพิ่มความเข้มข้นของสารลด แรงตึงผิว ชนิดของสารลดแรงตึงผิว และเทกนิคการสังเคราะห์
- การเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ชนิดของสารลดแรงตึงผิว และเทคนิคการ สังเคราะห์มีผลต่อรูปร่างของผลึกซิงค์ออกไซด์
- ความเข้มข้นของ NaDS เพิ่มขึ้น ทำให้สีของผลึกซิงค์ออกไซค์เป็นสีน้ำตาลเพิ่มขึ้นและ การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์ทุกระบบมีค่าร้อยละ 40-65
- การสังเกราะห์ทั้งสองเทคนิกโดยดูแนวโน้มของพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน ของซิงค์ออกไซด์ คือแบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวในระบบจะมากกว่าแบบเติมสารลดแรง ตึงผิว

- 1.10 ปริมาตรรูพรุนของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เฉลี่ยเท่ากับ 0.1974 cm³/g พื้นที่ผิวของอนุภาคซิ งค์ออกไซด์เฉลี่ยเท่ากับ 32.01 m²/g และขนาดรูพรุนของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เฉลี่ยเท่ากับ 24.51 nm
- 1.11 สัณฐานวิทยาที่เปลี่ยนไปของซิงค์ออกไซด์โดยการสังเคราะห์แบบใช้สารลดแรงตึงผิวทำ ให้ได้ขนาดและรูปร่าง และพื้นที่ผิวเฉพาะเปลี่ยนไปในระบบที่ทำการศึกษา
- 1.12 การปรับปรุงวิธีการเก็บสารตัวอย่างแบบคอลลอยค์นั้นส่งผลให้ได้อนุภาคซิงค์ออกไซค์ ในระดับนาโนเมตรได้
- 1.13 การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดเล็กที่สุดจากการทดลองครั้งนี้ คือ การสังเคราะห์ ด้วยเทคนิกโซลโวเทอร์มอลโดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิด Zwitterionic Surfactant
- 1.14 ตัวแปรหลักที่สำคัญที่ส่งผลต่อการลดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์นั่นคือ reverse micelles ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอล เนื่องจากพื้นที่ในการ เกิดปฏิกิริยาถูกจำกัด ส่งผลต่อการเกิดนิวเคลียสและการโตของผลึกซิงค์ออกไซด์
- 1.15 ก่า pH นั้นไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์แต่อย่างใด แต่อาจ ส่งผลต่อร้อยละการเกิดซิงค์ออกไซด์ เนื่องจาก OH⁻ หรือ SO₄²⁻ เป็นแหล่งของออกซิเจน อะตอมของการเกิดซิงค์ออกไซด์

2. ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาและทำการทคลอง มีข้อเสนอแนะสำหรับการศึกษาต่อยอคในอนาคต และขอ เสนอแนะเทคนิคเพิ่มเติมที่จะเป็นประโยชน์ต่อการทำข้อมูลไปใช้ได้ คือ

- 2.1 ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ Zeta Potential ควร ปรับปรุงวิธีการเตรียมตัวอย่างให้มีความสะอาดมากกว่านี้ เพราะในการนำไปวิเคราะห์ ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ Zeta Potential นั้น ถ้าสารตัวอย่างไม่สะอาดเพียงพอ ผลที่ได้จะมี ความคลาดเคลื่อนค่อนข้างสูง
- 2.2 การสังเคราะห์ในระบบที่ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิด Zwitterionic Surfactant นั้น ควรนำไป วิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ TEM-EDS ต่อไป เพื่อจะได้ทราบว่าอนุภาคที่ได้จากการ สังเคราะห์นั้นเป็นอนุภาคของซิงค์ออกไซด์จริง และเพื่อทราบถึงรูปร่างของผนึกต่อไปว่า การสังเคราะห์ด้วยระบบไหนจะให้รูปร่างและขนาดของผลึก เป็นอย่างไร

บรรณานุกรม

Atthaphon Maneedaeng. 2010. An investigation into inhibition of precipitation of mixed anionic surfactant systems. School of Chemical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology.

Fiechter, A. (1992). Biosurfactants, moving toward industrial application. <u>Tibtech</u>. 10 208.

- Linping X., Yan-Ling H., Candice P., Chun-Hu C., Lei J., Hui H., Shanthakumar S., Mark A., Raymond J., and Steven L.S. (2009). ZnO with different morphologies synthesized by solvothermal methods for enhanced photocatalytic activity. <u>Chemistry of materials article</u>. 21: 2875.
- Narinton B., Weerapat P., and Sirikanjana T. (2554). Synthesis of ZnO nanorods by doping metals using hydrothermal method. การประชุมเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาแห่งชาติครั้งที่ 22, O-PS015:1.
- Sunandan B. and Joydeep D. (2009) Hydrothermal growth of ZnO nanostructures, <u>Science and</u> <u>technology of advanced materials.</u> 10: 013001.
- Yan-Xiang W., Jian S., Xue Y. F., and Xi Y. (2011). A CTAB-assisted hydrothermal and solvothermal synthesis of ZnO nanapowders. <u>Ceramics International</u>. 37: 3431.
- Yang, J.H., Zheng J.H., Zhai H.J., and Yang L.L. (2009). Low temperature hydrothermal growth and optical properties of ZnO nanorods. <u>Crystal Research and Technology</u>. 44: 87.
- Yi H. and Hung-Jiun C. (2008). Preparation and characterization of nanocrystalline ZnO particles from a hydrothermal process. Journal of Nanoparticle Research. 10: 401.
- Yu T., Biying D., Jun Y., and Yuanming Z. (2006). Temperature effects on surface activity and application in oxidation of toluene derivatives of CTAB-SDS with KMnO₄. Journal of <u>chemical sciences.118(3)</u>: 281.

ชัยกานต์ เลี้ยวหิรัญ. (2550). การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ เคลือบบนเถ้าลอย. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.

ศุภนิจพร ธีระภัทร และ สิรพัฒน์ ประโทนเทพ. (2554) Zinc Oxide (ZnO) and Applications, TMEC.





ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณการเตรียมสารและหาค่าร้อยละผลได้ (% Conversion)

<u>ตัวอย่างการคำนวณการเตรียมสาร</u>

1. เตรียมสารตั้งต้น (ต้องการ ZnCO, 100 กรัม) จากสมการเคมี : $Zn(NO_3)_2 + (NH_4)_2CO_3$ $2NH_4NO_3 + ZnCO_3$ >>มวล โมเลกุล ZnCO₃= 175.41 g/gmol ถ้า 125.42g ZnCO₃ เท่ากับ 1 gmol ZnCO₃ ดังนั้น 100 g ZnCO₃ เท่ากับ $(100 \text{ x } 1)/125.42 = 0.797 \text{ gmol } \text{ZnCO}_3$ 1.1 หาปริมาณ Zinc Nitrate (Zn(NO₃),•6H₂O) 1 gmol ZnCO₃ ต้องการ ถ้า 1gmol Zn(NO₃)₂ ดังนั้น 0.797 gmol ZnCO₃ ต้องการ $(0.797 \text{ x } 1)/1 = 0.797 \text{ gmol } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ >>มวล โมเลกุล Zn(NO₃)₂ = 175.41 g/gmol ถ้า 1 g Zn(NO_3)_2 เท่ากับ 175.41g Zn(NO₃)₂ ดังนั้น $0.797 \text{ gmol } Zn(NO_2)_2$ เท่ากับ (0.797 x 175.41)/1 = 139.86 g NaOH1.2 หาปริมาณ Ammonium Carbonate ((NH4),CO3) ถ้า ต้องการ 1 gmol ZnCO₂ 1gmol Zn(NO₃)₂ ดังนั้น 0.797 gmol (NH₄)₂CO₃ ต้องการ $(0.797 \text{ x1})/1 = 0.797 \text{ gmol} (\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$ >>มวลโมเลกุล (NH₄)₂CO₃= 94.09 g/gmol 1 g Zn(NO₃)₂ ไป อีกเท่ากับ ถ้า 94.09g Zn(NO₃)₂ ดังบั้บ $0.797 \text{ gmol Zn(NO}_3)_2$ เท่ากับ $(0.797 \text{ x } 94.09)/1 = 75.02 \text{g Zn}(\text{NO}_3)_2$ ดังนั้นต้องเติม $Zn(NO_3)_2 = 139.86$ กรัม และ $(NH_4)_2CO_3 = 75.02$ กรัม เพื่อให้ได้ $ZnCO_3 = 100$ กรัม 2. เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH 1 M ปริมาตร 100 ml) ต้องการ ถ้ำสารละลาย 1000 ml 1 gmol NaOH ดังนั้นสารละลาย ต้องการ 100 ml (100 x 1)/1000 = 0.1 gmol NaOH>>มวล โมเลกุล NaOH = 40 g/gmol ถ้า เท่ากับ 1 gmol NaOH 40 g NaOH ดังนั้น เท่ากับ (0.1 x 40)/1 = 4 g NaOH0.1 gmol NaOH

้ดังนั้นต้องเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide) 4 กรัมในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3. เตรียมสารละลายสำหรับสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

3.1	1 ระบบไฮโดรเทอร์มอล (น้ำเป็นตัวทำละลาย 100 มิลลิลิตร)								
	3.1.1 ระบบเดี่ยว (ตย. ระบบที่ความความเข้มข้นของ NaDS 0.1 M)								
	ถ้ำสารละลาย	1000 ml	ต้องการ	0.1 gmolNaDS					
	ดังนั้นสารละลา	ย 100 ml	ต้องการ	$(100 \ge 0.1)/1000 = 0.01 \text{ gmolNaDS}$					
	>>ນวล ໂນເລກຸລ	NaDS = 288.38 g/gmol							
	ถ้า	1 gmolNaDS	เท่ากับ	288.38gNaDS					
	ดังนั้น	0.01 gmol NNaDS	เท่ากับ	(0.01 x 288.38)/1 = 2.8838 g NaDS					
	ดังนั้นต้องเติม N	NaDS 2.8838 กรัมในน้ำป ^ร	ริมาตร 100 มิลลิสิ	โตร					
	3.1.2 ระบบผ	เสม (ตัวอย่างจาก ระบบที่	เของ NaDS/CTAB 0.1 M)						
	ถ้ำสารละลาย	1000 ml	ต้องการ	0.1 gmol NaDS/CTAB					
	ดังนั้นสารละลา	ย 100 ml	ต้องการ	$(100 \ge 0.1)/1000 = 0.01$					
			= 0.005 gmol N	aDS/0.005 gmol CTAB					
	>>ນวล โมเลกุล	NaDS = 288.38 g/gmol							
	ถ้า	1 gmol NaDS	เท่ากับ	288.38 g NaDS					
	ดังนั้น	0.005 gmol NaDS	เท่ากับ	(0.005 x 288.38)/1 = 1.4419 g NaDS					
	>>มวล โมเลกุล CTAB = 364.45 g/gmol								
	ถ้า	1 gmol CTAB	เท่ากับ	364.45 g CTAB					
	ดังนั้น	0.005 gmol CTAB	เท่ากับ	(0.005 x 364.45)/1 = 1.82225 g CTAB					
	ดังนั้นต้องเติม N	NaDS 1.4419 กรัม และ CI	ГАВ 1.82225 กรัม	ม ในน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร					
	"" ^{ขา} ลยเทคโนโลย"								

3.2 ระบบโซลโวเทอร์มอล

คล้ายกับระบบไฮโครเทอร์มอลแต่ใช้น้ำ 20 มิลลิลิตรหลังจากนั้นเติมเฮปเทน 80 มิลลิลิตร

4. การหาร้อยละผลใด้ (% Conversion)

จากตาราง ก1 ระบบไฮโครเทอร์มอล NaDS 0.1 M เติม ZnCO3 3.0484 กรัม ได้ ZnO หลังแคลไซด์ 2.0246 กรัม

% Conversion =
$$(g ZnO / g ZnCO_3) \times 100\%$$

 $= (2.0246/3.0484) \times 100\%$

= 66.42%

ระบบการ	ชนิดและค	วามเข้มข้น	น้ำหนัก	น้ำหนัก	น้ำหนัก	pH	ปริมาณหยด	น้ำหนัก	น้ำหนัก	ร้อยละผลได้
สังเคราะห์	ของสารล	ดแรงตึงผิว	NaDS (g)	CTAB (g)	$ZnCO_3(g)$	(28.9 °C)	NaOH	ZnO อบแห้ง (g)	ZnO Cal (g)	(%Conversion)
	ไม่ใช้	-	-	-	3.002	7.99-10.88	50	2.55	1.8897	62.95
		C-1 = 0.1 M	2.8851	-	3.0484	8.08-10	120	2.1607	2.0246	66.42
	N-DC	C-2 = 0.3 M	8.6515	-	3.0092	8.14-10.15	28	1.7378	1.504	49.98
ไรโครเพอร์แอล	NaD5	$C_{2} = 0.5 M$	14.4198	-	3.0468	8.34-10.68	80	0.2099	0 4177	12 71
เด เ ผ ่วเพควทคย		C-3 = 0.5 M	14.42	-	3.0686	8.24-10	120	0.2492	0.4177	13./1
		C-1 = 0.1 M	1.444	1.8226	3.0905	7.59-10.03	80	2.4638	1.881	60.86
	NaDS/CTAB	C-2 = 0.3 M	4.3281	5.4675	3.0998	7.65-10.24	85	2.4433	1.9485	62.86
		C-3 = 0.5 M	7.2105	9.1116	3.0768	7.73-10.30	90	1.5643	1.2155	39.51
	ไม่ใช้	-	-	-	3.013	7.84-10.91	60	2.5208	1.9053	63.24
	NaDS	C1 = 0.02 M	0.1155	-	3.0465	7.51-10.90	80	2.4206	1.2805	42.03
		C2 = 0.05 M	0.2901	-	3.0444	7.6-10.23	94	1.8456	1.7764	58.35
		C3 = 0.1 M	0.5767	-	3.044	7.74-10.12	80	2.4206	1.7901	58.81
ໂພລໂວເທລະັບລວ		C1 = 0.02 M	0.0581	0.073	3.0399	7.7-11.3	80	2.5305	1.8672	61.42
ישרו ייז אוט ארט גער גערו ייז אוט ארט גער	NaDS/CTAB	C2 = 0.05 M	0.1448	0.1823	3.0363	7.6-10.42	60	2.2828	1.6654	54.85
		C3 = 0.1 M	0.2885	0.3646	3.0438	7.67-10	60	2.2748	1.6285	53.50
		C1 = 0.02 M	-	0.1461	3.0433	7.85-11.43	72	2.5852	1.9034	62.54
	СТАВ	C2 = 0.05 M	-	0.3646	3.0463	7.79-10.79	56	2.5602	1.8994	62.35
		C3 = 0.1 M	-	0.7293	3.0421	7.75-10.65	56	2.5664	1.9035	62.57

ตารางที่ ก1 ปริมาณสารที่ใช้ และร้อยละผลได้ (%conversion) ของซิงค์ออกไซด์

ภาคผนวก ข



ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดผลึกเดี่ยวของซิงค์ออกไซด์จากสมการ Scherrer

ร**ูปที่ ข1** รูป XRD สเปกตรัมของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลโวเทอร์มอล เมื่อเติม NaDS/CTAB 20 mM

จากรูปที่ ข1 สามารถหาจุดที่สูงที่สุดของพีก คือ 41 สามารถอ่านก่า 2theta 36.45 องศาคือมุมการ เลี้ยวเบนสำหรับยอดที่สูงที่สุด (θ) 18.225 องศา ซึ่งก่ากวามสูงที่กรึ่งหนึ่งของพีกที่สูงที่สุดได้ 20.5 ดังนั้นกวามกว้างที่กรึ่งหนึ่งของกวามสูงของยอดที่สูงที่สุดของซิงก์ออกไซด์ (FWHM) เท่ากับ 36.65-36.05 = 0.6 องศานั่นคือ β = 0.01047 เรเดรียน เมื่อกวามยาวกลื่น (λ) เมื่อใช้ CuKα เท่ากับ 0.1542 นา โนเมตร สามารถหาขนาดผลึกเดี่ยวของอนุภากซิงก์ออกไซด์ได้ตามสมการ Scherrer ที่ 1 และ 2 ในหัวข้อ 3.1 ในบทที่ 3

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$
(1)
ค่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์เฉลี่ย
= (0.9 x 0.1542)/(0.01047COS (18.225))
= 13.95 nm

หรือสามารถหาขนาดผลึกเฉลี่ยได้จากสูตรของ Scherrer มีเทอมความเกรียดของวัสดุ ดังนี้

เมื่อ λ

$$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{\varepsilon} + \frac{\tau \sin \theta}{\lambda}$$
(2)
= 0.1542nm, $\beta = 0.01047$ เรเครียน คำนวณ $X = \frac{\beta \cos \theta}{\lambda}$ และ $Y = \frac{\sin \theta}{\lambda}$ ได้แสดงในตารางที่ ข1

Peak	2-theta (degree)	Y	X
1	31.95	0.065289024	1.784811284
2	34.6	0.064839376	1.928501129
3	36.45	0.064504903	2.028206176
4	47.65	0.062124451	2.619614036
5	56.5	0.059822738	3.069517945
6	62.9	0.057935139	3.383620603
7	66.65	0.056744778	3.562823966
8	68	0.056301305	3.626413122
9	69	0.055967764	3.673192198
10	72.4	0.054802001	3.830127546
11	77.1	0.053111294	4.04148738

ตารางที่ ข1 ค่า X และ Y ในการหาค่าขนาดผลึกเดี่ยวของซิงค์ออกไซด์จาก XRD

นำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง X = $rac{eta \cos heta}{\lambda}$ และ Y = $rac{\sin heta}{\lambda}$ เพื่อหาค่าขนาดผลึกเดี่ยวของ ซิงค์ออกไซด์ (ɛ) ได้จากเศษส่วนกลับของจุดตัดของกราฟซึ่งจากรูปที่ ข2 ได้จุดตัดกราฟเท่ากับ 0.075 nm⁻¹ดังนั้น ค่าอนุภาคของซิงค์ออกไซด์เฉลี่ย เท่ากับ 13.33 nm



ร**ูปที่ ข2** กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง X = $\frac{\beta\cos\theta}{\lambda}$ และ Y = $\frac{\sin\theta}{\lambda}$ ของเทคนิคการสังเคราะห์ ซิงค์ออกไซด์แบบโซลโวเทอร์มอลเมื่อใช้ NaDS/CTAB 20 mM



ภาคผนวก ค

ตัวอย่างการคำนวณการเตรียมสาร 1. เตรียมสารตั้งต้น (ต้องการ ZnCO, 150 กรัม) $Zn(NO_3)_2 + (NH_4)_2CO_3$ จากสมการเคมี : $2NH_4NO_3 + ZnCO_3$ >>มวลโมเลกุล ZnCO₃= 175.41 g/gmol ก้า 125.42g ZnCO₃ เท่ากับ 1 gmol ZnCO₃ ดังนั้น 150 g ZnCO₃ เท่ากับ $(150 \text{ x } 1)/125.42 = 1.196 \text{ gmol ZnCO}_3$ 1.1 หาปริมาณ Zinc Nitrate (Zn(NO₃), •6H,O) 1 gmol ZnCO₃ ถ้า ต้องการ 1 gmol Zn(NO₃)₂ ดังนั้น 1.196 gmol ZnCO₃ ต้องการ $(1.196 \text{ x } 1)/1 = 1.196 \text{ gmol } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ >>มวลโมเลกุล Zn(NO₃)₂ = 175.41 g/gmol ถ้า $1 \text{ gmol Zn(NO}_2)_2$ เท่ากับ 175.41 g Zn(NO₃)₂ ดังนั้น เท่ากับ (1.196 x 175.41)/1 = 209.79 g Zn(NO₃)₂ 1.196 gmol $Zn(NO_2)_2$ 1.2 หาปริมาณ Ammonium Carbonate ((NH₄),CO₃) ถ้า ต้องการ 1 gmol ZnCO₂ $1 \text{gmol} (\text{NH}_4)_2 \text{CO}_2$ ดังนั้น 1.196 gmol (NH₄)₂CO₃ ต้องการ $(1.196 \text{ x1})/1 = 1.196 \text{ gmol} (\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$ >>มวลโมเลกุล (NH,),CO,= 94.09 g/gmol 94.09 g (NH₄)₂CO₃ ถ้า 1 g (NH₄)₂CO₃ เท่ากับ 1.196 gmol (NH₄)₂CO₃ เท่ากับ (1.196 x 94.09)/1 = 112.53 g (NH₄)₂CO₃ ดังนั้น ดังนั้นต้องเติม $Zn(NO_3)_2 = 209.79$ กรัม และ $(NH_4)_2CO_3 = 112.53$ กรัม เพื่อให้ได้ $ZnCO_3 = 150$ กรัม

เตรียมสารละลายสำหรับสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

2.1 ระบบไฮโดรเทอร์มอล

ปีเปตสารละลายตัวอย่าง 1 มิลลิลิตร และ DI water 1 มิลลิลิตร ใส่ในขัวแก้วที่เตรียมไว้ ถ้า ระบบไหนสารละลายตัวอย่างมีการตกตะกอน ให้กรอด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42

2.2 ระบบโซลโวเทอร์มอล

คล้ายกับระบบไฮโครเทอร์มอล

ภาคผนวก ง

หากพิจารณาการกระจายขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยทำการวัดค่าด้วย Mastersizer เมื่อ Oversize curve เป็นค่าร้อยละของซิงค์ออกไซด์แต่ละระบบที่วัดค่าโดยมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าขนาด อนุภาค อ้างอิง และUndersize curve เป็นค่าร้อยละของซิงค์ออกไซด์แต่ละระบบที่วัดค่าโดยทำการวัดค่า ด้วย Mastersizer ที่มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าขนาดอนุภาคอ้างอิง ดังแสดงในรูปที่ ง1 และ ง2 เป็นการ กระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์ มอลแบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว



ร**ูปที่ ง1** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละโดยปริมาตรของเทคนิคไฮโครเทอร์ มอล แบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว

จากรูปที่ งา และรูปที่ ง2 พบว่าการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซค์ด้วยเทคนิคไฮโครเทอร์มอลและ เทคนิคโซลโวเทอร์มอลแบบไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวจะมีขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซค์อยู่ใกล้เคียงกันช่วง 0.6-900 μm โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลนั้นมีขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซค์ 90.79 μmกราฟ จะเอียงไปทางขวาซึ่งแสดงในเห็นว่าขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซค์ส่วนใหญ่จะมีขนาดกลางและขนาด ใหญ่คือช่วง 50-500 μm แต่เทคนิคโซลโวเทอร์มอลนั้นขนาดอนุภาค D(v, 0.5) ของซิงค์ออกไซค์ 53.9 μm กราฟจะเป็นรูประฆังคว่ำแบบการจายตัวปกติ โดยจะมีขนาดอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ส่วนใหญ่จะมี ขนาดกลางคือช่วง 20-200 μm ซึ่งอนุภาคของซิงก์ออกไซด์ขนาดเล็กและขนาดใหญ่จะมีจำนวนอนุภาคที่ น้อย



ร**ูปที่ ง2** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของเทกนิก โซลโวเทอร์มอลเมื่อไม่ใช้สารลดแรงดึงผิว

พิจารณาการกระจายตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เมื่อเพิ่มความเข้มข้น NaDS และ NaDS/CTAB ใน ระบบไฮโครเทอร์มอล ดังแสดงในรูปที่ ง3-ง8



ร**ูปที่ ง3** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค ไฮโครเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 100 mM



ร**ูปที่ ง4** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค ไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 500 mM



ร**ูปที่ งร** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค ไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 800 mM

จากรูปที่ ง3-ง5 เป็นกราฟกระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ของเทคนิคไฮโครเทอร์มอล เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS เป็น 100, 500 และ 800 mM ตามลำดับ พบว่ากราฟจะเอียงไปทางขวา โดยที่ความเข้มข้นต่ำสุดมีขนาดอนุภากช่วง 0.5-600 µm จะมีขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ได้สองช่วงคือที่ อนุภาคขนาดเล็ก 7-30 µm และใหญ่ 90-200 µm เมื่อเพิ่มความเข้มข้นมากขึ้นพบว่าที่ความเข้มข้น 500 mM มีขนาดอนุภาคช่วง 0.5-500 µm อนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดอนุภาคก่อนข้างใกล้เคียงกันและมีขนาด ใหญ่ และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 800 mM จะได้ขนาดอนุภาคช่วง 0.5-800 µm อนุภาคส่วนใหญ่มี ขนาดอนุภาคก่อนข้างใกล้เคียงกันและมีขนาดใหญ่

จากรูปที่ ง6-ง8 เป็นกราฟกระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ของเทคนิคไฮโครเทอร์มอล เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS/CTAB เป็น 100, 500 และ 800 mM ตามลำดับ พบว่ากราฟจะเอียงไป ทางขวาโดยที่ความเข้มข้นต่ำสุดจะมีขนาดอนุภาคช่วง 0.5-900 μm โดยขนาดอนุภาคส่วนจะมีขนาดใหญ่ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS/CTAB เป็น 500 mM จะมีขนาดอนุภาคช่วง 0.5-900 μm เช่นกันแต่พบว่า จะมีการกระจายขนาดอนุภาคก่อนข้างสูงคืออนุภาคขนาดเล็ก กลาง และใหญ่ มีจำนวนอนุภาคใกล้เคียง กันและเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS/CTAB เป็น 800 mM จะมีขนาดอนุภาคช่วง 0.5-900 μm และจะมี ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ได้สองช่วงคือที่อนุภาคขนาดเล็ก 7-30 μm และใหญ่ 90-200 μm



ร**ูปที่ ง6** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค ไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 100 mM



ร**ูปที่ ง7** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภากและร้อยละ โดยปริมาตรของเทกนิก ไฮโดรเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 500 mM






รูปที่ ง9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค

โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 20 mM



ร**ูปที่ ง10** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 50 mM



ร**ูปที่ ง11** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิก โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS 100 mM

จากรูปที่ ง9-ง11 เป็นกราฟกระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ของเทคนิคโซลโวเทอร์มอล เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS เป็น 20, 50 และ 100 mM ตามลำคับ พบว่าที่ความเข้มข้นต่ำสุดมีกราฟ เอียงไปทางขวาเล็กน้อยและมีขนาดอนุภาคในช่วง 0.5-900 µm แบ่งเป็นสองช่วงคือขนาดเล็ก 4-40 µm และใหญ่ 250-500 µm และที่ความเข้มข้น 50 mM พบว่ากราฟเป็นแบบระฆังคว่ำแบบการกระจายตัว ปกติโดยมีขนาดอนุภาคในช่วง 0.5-360 µm จะมีขนาดอนุภาคก่อนข้างใกล้เกียงกันช่วง 10-60 µm และที่ ความเข้มข้น 100 mM พบว่ายังคงมีการกระจายขนาดอนุภาคก่อนข้างใกล้เกียงกันมีขนาดอนุภาคในช่วง 0.5-600 µm ดังนั้นเทคนิคการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลจะให้การกระจายตัวแบบปกติมากกว่า เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

จากรูปที่ ง12-ง14 เป็นกราฟกระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ของเทคนิคโซลโวเทอร์ มอลเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ CTAB เป็น 20, 50 และ 100 mM ตามลำคับ พบว่าที่ความเข้มข้น 20 และ 50 mM กราฟมีลักษณะคล้ายกันคือกราฟมีแนวโน้มเอียงไปทางขวาเล็กน้อย และแบ่งขนาดได้เป็นสอง ช่วง โดยที่ความเข้มข้นต่ำสุดมีขนาดอนุภาคในช่วง 0.5-700 μm คือขนาดกลาง 5-100 μm และใหญ่ 250-500 μm ขณะที่ความเข้มข้น 50 mM มีขนาดอนุภาคในช่วง 0.5-900 μm คือขนาดกลาง 5-70 μm และใหญ่ 300-600 μm ส่วนที่ความเข้มข้น 100 mM พบกราฟจะเป็นรูประฆังคว่ำแบบการกระจายตัวปกติมีขนาด อนุภาคในช่วง 0.5-350 μm



ร**ูปที่ ง12** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 20 mM



ร**ูปที่ ง13** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิก โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 50 mM



ร**ูปที่ ง14** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม CTAB 100 mM



ร**ูปที่ ง15** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค โซล โวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 20 mM



ร**ูปที่ ง16** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิค โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 50 mM



ร**ูปที่ ง17** กราฟความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคและร้อยละ โดยปริมาตรของเทคนิก โซลโวเทอร์มอลเมื่อเติม NaDS/CTAB 100 mM

จากรูปที่ ง15-ง17 เป็นกราฟกระจายขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ของเทคนิคโซลโวเทอร์ มอลเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaDS/CTAB เป็น 20, 50 และ 100 mM ตามลำดับ พบว่าที่ความเข้มข้น ต่ำสุดได้กราฟเอียงไปทางขวาเล็กน้อย มีขนาดอนุภาคในช่วง 0.7-800 μm โดยขนาดอนุภาคก่อนข้าง ใกล้เกียงกันประมาณ 70 μm อยู่จำนวนมาก เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 50 mM มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.6-600 μm พบว่าจะมีการกระจายอนุภาคขนาดเล็ก กลาง และใหญ่ มีจำนวนอนุภาคใกล้เคียงกัน และที่ ความเข้มข้น 100 mM พบว่าได้กราฟเป็นรูประฆังคว่ำแบบการกระจายตัวปกติมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.6-180 μm



ภาคผนวก จ





รูปที่ จ2 : ระบบที่ 3





No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm
1	DSS-SOS-4s_25560515_151907_1	1	NA	2187.5	0.673	14112.2	518.1	788.8	6335.2
2	DSS-SOS-4s_25560515_151907_2	2	NA	1582.4	0.465	7932.6	21.6	21.6	21.6
з	DSS-SOS-4s_25560515_151907_3	3	NA	1406.9	0.441	6862.2	21.6	21.6	21.6
4	DSS-SOS-4s_25560515_151907_4	4	NA	1410.9	0.458	8374.6	21.6	21.6	21.6
5	DSS-SOS-4s_25560515_151907_5	5	NA	1254.9	0.389	5173.8	21.5	21.5	21.5
6	DSS-SOS-4s_25560515_151907_6	6	NA	981.3	0.271	1342.1	21.4	21.4	21.4
_	Average :			1470.7	0.449	7299.6	104.3	149.4	1073.8



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution) Normalized Volume Distribution DSS-SOS-4s_25560515_151907_1 DSS-SOS-4s_25560515_151907_2 DSS-SOS-4s_25560515_151907_3 DSS-SOS-4s_25560515_151907_4 ----- DSS-SOS-4s_25560515_151907_5 DSS-SOS-4s_25560515_151907_6 Diameter(nm)

_			_						
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	DSS-SOS-4s_25560515_151907_1	1	NA	2187.5	0.673	14112.2	4875.9	6290.9	37425.5
2	DSS-SOS-4s_25560515_151907_2	2	NA	1582.4	0.465	7932.6	18562.7	23597.8	30601.7
з	DSS-SOS-4s_25560515_151907_3	3	NA	1406.9	0.441	6862.2	21.6	23505.0	28891.0
4	DSS-SOS-4s_25560515_151907_4	4	NA	1410.9	0.458	8374.6	19234.1	23342.3	28949.7
5	DSS-SOS-4s_25560515_151907_5	5	NA	1254.9	0.389	5173.8	11852.7	15165.8	20553.0
e	DSS-SOS-4s_25560515_151907_6	6	NA	981.3	0.271	1342.1	21.4	21.4	14439.0
	Average :			1470.7	0.449	7299.6	9094.7	15320.5	26810.0

รูปที่ จ4 : ระบบที่ 4

รูปที่ จ6 : ระบบที่ 6

		Diamet							
No	Data	Repet No.	рH	Ave Diameter(nm)	PD	Mean (nm)	D (10%) (pm)	D (50%) (pm)	D (90%) (nm)
1	SOS hydro 6s_25560515_160238_1	1	NA	3923.6	1.135	43150.6	53259.2	70980.7	99785.2
2	SOS hydro 6s_25560515_160238_2	2	NA	3429.6	0.943	31179.4	49435.6	64440.4	87664.1
3	SOS hydro 6s_25560515_160238_3	3	NA	8274.6	0.677	29906.6	6552.6	8542.2	26186.7
4	SOS hydro 6s_25560515_160238_4	4	NA	15988.4	0.437	35988.0	37803.4	47349.7	62044.9
5	SOS hydro 6s_25560515_160238_5	5	NA	5445.3	0.933	40366.9	39503.4	52305.7	75021.8
6	SOS hydro 6s_25560515_160238_6	6	NA	3911.0	1.071	34053.9	31150.3	42544.0	63255.2
	Average :			6828.8	0.866	35774.2	36284.1	47693.8	68993.0



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution



						I		X	
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) [O (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	SOS hydro 6s_25560515_160238_1	1	NA	3923.6	1.135	43150.6	43.5	43.5	43.5
2	SOS hydro 6s_25560515_160238_2	2	NA	3429.6	0.943	31179.4	32.6	32.6	32.6
3	SOS hydro 6s_25560515_160238_3	3	NA	8274.6	0.677	29906.6	120.2	7068.3	9383.4
4	SOS hydro 6s_25560515_160238_4	4	NA	15988.4	0.437	35988.0	538.6	1793.3	2552.1
5	SOS hydro 6s_25560515_160238_5	5	NA	5445.3	0.933	40366.9	65.1	65.1	65.1
e	505 hydro 6s_25560515_160238_6	6	NA	3911.0	1.071	34053.9	43.5	43.5	43.5
	Average :			6828.8	0.866	35774.2	140.6	1507.7	2020.0



รูปที่ จ8 : ระบบที่ 7

	1	10	100 Diamete	er(nm)	1000		10000			
No	Data	Re	epet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) [) (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_1		1	NA	516.2	0.420	997.4	1.1	1.1	1.3
2	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_2		2	NA	522.7	0.396	1184.7	408.5	617.5	1147.7
3	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_3		3	NA	520.1	0.417	1062.1	1.1	1.1	1.2
4	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_4	ł	4	NA	499.8	0.395	1061.9	1.1	1.1	1.2
5	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_5		5	NA	506.0	0.401	1061.6	1.1	1.1	1.2
6	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_6		6	NA	528.6	0.404	1122.4	1.1	1.1	1.2
	Average :				515.6	0.405	1081.7	69.0	103.8	192.3



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm
1	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_1	1	NA	516.2	0.420	997.4	1.1	1.1	1.
2	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_2	2	NA	522.7	0.396	1184.7	10.0	11.7	16.0
з	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_3	3	NA	520.1	0.417	1062.1	1.1	1.1	1.3
4	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_4	4	NA	499.8	0.395	1061.9	1.1	1.1	1.3
5	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_5	5	NA	506.0	0.401	1061.6	1.1	1.1	1.1
6	SOS-CTAB 7s_25560515_164005_6	6	NA	528.6	0.404	1122.4	1.1	1.1	1.3
Α	verage :			515.6	0.405	1081.7	2.6	2.9	3.8



Overlay Graph (Normalized Number Distribution)

รูปที่ จ10 : ระบบที่ 8

		Dian							
No Data		Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1 CTAB 8s	25560516_102930_1	1	NA	20.6	0.299	29.8	6.9	10.0	18.7
2 CTAB 8s	25560516_102930_2	2	NA	19.3	0.350	25.5	9.3	13.4	22.7
3 CTAB 8s	25560516_102930_3	3	NA	20.5	0.307	26.4	8.6	12.5	21.7
4 CTAB 8s	25560516_102930_4	4	NA	21.2	0.282	30.0	7.0	10.2	19.1
5 CTAB 8s	25560516_102930_5	5	NA	20.6	0.307	25.7	8.5	12.1	20.6
6 CTAB 8s	25560516_102930_6	6	NA	21.4	0.229	28.9	6.9	10.1	18.9
Average	:			20.6	0.296	27.7	7.9	11.4	20.3



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ9 : ระบบที่ 8

	1	10 Diam							
	<u>.</u>						L		ti
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	CTAB 8s_25560516_102930_1	1	NA	20.6	0.299	29.8	6.4	7.7	11.1
2	CTAB 8s_25560516_102930_2	2	NA	19.3	0.350	25.5	8.4	10.4	15.1
3	CTAB 8s_25560516_102930_3	3	NA	20.5	0.307	26.4	7.9	9.7	14.1
4	CTAB 8s_25560516_102930_4	4	NA	21.2	0.282	30.0	6.4	7.8	11.3
5	CTAB 8s_25560516_102930_5	5	NA	20.6	0.307	25.7	7.9	9.6	13.7
6	CTAB 8s_25560516_102930_6	6	NA	21.4	0.229	28.9	6.4	7.7	11.2
	Average :			20.6	0.296	27.7	7.2	8.8	12.8





No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm) [) (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	12s_25560516_142903_1	1	NA	962.8	0.140	1002.4	21.4	21.4	21.4
2	2 12s_25560516_142903_2	2	NA	1059.0	0.129	1133.4	806.9	941.1	1160.6
з	12s_25560516_142903_3	3	NA	1145.6	0.178	1153.0	854.3	985.3	1196.7
4	12s_25560516_142903_4	4	NA	1243.4	0.174	1259.8	910.0	1062.8	1298.0
5	5 12s_25560516_142903_5	5	NA	1239.6	0.166	1402.9	831.5	991.4	1277.7
6	5 12s_25560516_142903_6	6	NA	1029.8	0.194	1069.3	21.4	21.4	21.4
	Average :			1113.4	0.163	1170.1	574.3	670.6	829.3

รูปที่ จ11 : ระบบที่ 12

2100 2000 1900 1800 1700 1600 1500 1400 1300 1200 1200 1100 ----- 12s_25560516_142903_1 12s_25560516_142903_2 --- 12s_25560516_142903_3 A 1000 12s_25560516_142903_4 ed Volu 900 800 - 12s_25560516_142903_5 Normall -- 12s_25560516_142903_6 700 600 500 400 300 200 100 0

		100 D	iamete	1000 rr(nm)		10000			
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	12s_25560516_142903_1	1	NA	962.8	0.140	1002.4	21.4	21.4	863.2
2	12s_25560516_142903_2	2	NA	1059.0	0.129	1133.4	837.9	1010.0	1268.3
3	12s_25560516_142903_3	3	NA	1145.6	0.178	1153.0	879.8	1045.3	1282.4
4	12s_25560516_142903_4	4	NA	1243.4	0.174	1259.8	948.8	1134.2	1400.1
5	12s_25560516_142903_5	5	NA	1239.6	0.166	1402.9	951.5	11699.6	12830.7
6	12s_25560516_142903_6	6	NA	1029.8	0.194	1069.3	21.4	21.4	828.4
	Average :			1113.4	0.163	1170.1	610.1	2488.6	3078.9

รูปที่ จ12 : ระบบที่ 12

Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ14 : ระบบที่ 13

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	13s_25560516_154417_1	1	NA	192.9	0.206	248.6	1.3	1.4	88.7
2	13s_25560516_154417_2	2	NA	192.2	0.226	246.8	1.3	1.5	1.7
3	13s_25560516_154417_3	3	NA	191.0	0.211	246.8	73.9	108.9	194.1
4	13s_25560516_154417_4	4	NA	191.4	0.221	256.4	67.7	99.2	181.3
5	13s_25560516_154417_5	5	NA	190.6	0.206	199.5	1.1	1.1	1.2
6	13s_25560516_154417_6	6	NA	192.0	0.216	255.8	68.2	99.8	180.6
	Average :			191.7	0.214	242.3	35.6	52.0	107.9



No Data	Repet. No	pH Ave.	Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (90%) (nm)
1 13s_25560516_154417_1	1	NA	192.9	0.206	248.6	1.3	1.4	1.5
2 13s_25560516_154417_2	2	NA	192.2	0.226	246.8	1.3	1.4	1.6
3 13s_25560516_154417_3	3	NA	191.0	0.211	246.8	67.3	82.9	121.4
4 13s_25560516_154417_4	4	NA	191.4	0.221	256.4	62.5	75.7	110.8
5 13s_25560516_154417_5	5	NA	190.6	0.206	199.5	1.1	1.1	1.2
6 13s_25560516_154417_6	6	NA	192.0	0.216	255.8	62.7	76.4	111.5
Average :			191.7	0.214	242.3	32.7	39.8	58.0
	ູລິງ	ปที่ จ1	3 : ระบบ [.]	ที่ 13				



รูปที่ จ16 : ระบบที่ 14

		Diameter(nm)								
No	Data	Repet. No	pH	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)	
1	SOS slovo stock_25560514_140320_1	1	NA	1690.6	0.429	8067.5	23362.9	27848.5	33983.0	
2	SOS slovo stock_25560514_140320_2	2	NA	1381.8	0.459	4729.2	4517.9	6300.3	10965.6	
з	SOS slovo stock_25560514_140320_3	3	NA	2057.3	0.576	12310.7	26098.6	33273.9	43681.1	
4	SOS slovo stock_25560514_140320_4	4	NA	2175.2	0.570	14562.1	22494.9	28585.6	39069.4	
5	SOS slovo stock_25560514_140320_5	5	NA	1977.4	0.596	14309.7	2522.2	30292.6	41445.8	
e	SOS slovo stock_25560514_140320_6	6	NA	1801.9	0.625	8927.3	255.3	441.1	11658.6	
	Average :			1847.4	0.542	10484.4	13208.6	21123.7	30133.9	



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)



No	Data	Repet. No	pH .	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (10%) (nm) D	(50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	SOS slovo stock_25560514_140320_1	1	NA	1690.6	0.429	8067.5	861.1	1002.6	1252.1
2	SOS slovo stock_25560514_140320_2	2	NA	1381.8	0.459	4729.2	293.1	370.8	4774.0
3	SOS slovo stock_25560514_140320_3	3	NA	2057.3	0.576	12310.7	648.0	787.0	3709.3
4	SOS slovo stock_25560514_140320_4	4	NA	2175.2	0.570	14562.1	1012.5	23741.9	31979.3
5	SOS slovo stock_25560514_140320_5	5	NA	1977.4	0.596	14309.7	21.7	21.7	21.7
6	SOS slovo stock_25560514_140320_6	6	NA	1801.9	0.625	8927.3	21.7	22.9	273.0
_	Average :			1847.4	0.542	10484.4	476.3	4324.5	7001.6



รูปที่ จ18 : ระบบที่ 15

No	Data	Repet. No	pH Av	e.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D	(50%) (nm) D	(90%) (nm)
1	15s_25560517_110940_1	1	NA	5839.6	1.393	58229.0	54166.3	70976.9	101752.8
2	15s_25560517_110940_2	2	NA	9010.6	1.435	65707.7	12163.2	16380.0	35194.1
3	15s_25560517_110940_3	3	NA	5125.5	1.250	27892.0	4502.1	5717.5	10760.3
4	15s_25560517_110940_4	4	NA	7813.3	0.833	52522.2	2555.2	3785.0	37923.5
5	15s_25560517_110940_5	5	NA	20836.4	0.424	48463.6	5249.8	67884.9	84039.2
6	15s_25560517_110940_6	6	NA	24645.7	0.408	52209.4	34846.5	46379.6	98118.4
	Average :			12211.8	0.957	50837.3	18913.9	35187.3	61298.0



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ17 : ระบบที่ 15

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm) I	0 (50%) (nm)	D (90%) (nm
1	15s_25560517_110940_1	1	NA	5839.6	1.393	58229.0	60.5	65.6	75.6
2	15s_25560517_110940_2	2	NA	9010.6	1.435	65707.7	11584.4	12994.2	18072.5
3	15s_25560517_110940_3	3	NA	5125.5	1.250	27892.0	859.6	4801.2	6476.6
4	15s_25560517_110940_4	4	NA	7813.3	0.833	52522.2	2341.0	2832.5	4055.9
5	15s_25560517_110940_5	5	NA	20836.4	0.424	48463.6	4409.6	4973.5	5776.6
e	15s_25560517_110940_6	6	NA	24645.7	0.408	52209.4	2784.6	3201.9	32565.1
	Average :			12211.8	0.957	50837.3	3673.3	4811.5	11170.4





No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm) [0 (50%) (nm) I	D (90%) (nm)
1	16s_25560516_162544_1	1	NA	4260.1	1.031	26906.3	43.5	43.5	46.8
2	2 16s_25560516_162544_2	2	NA	3805.7	0.912	29116.0	43.4	43.4	46.5
з	3 16s_25560516_162544_3	3	NA	4526.8	1.143	42229.8	43.5	43.5	180.2
4	16s_25560516_162544_4	4	NA	4312.0	1.021	37553.2	43.5	43.5	45.0
5	16s_25560516_162544_5	5	NA	5032.5	1.229	44190.1	54.4	54.4	59.0
e	16s_25560516_162544_6	6	NA	4987.9	1.043	31088.3	54.3	59.6	79.8
	Average :			4497 E	1.063	25190.6	47.1	49.0	76.2

รูปที่ จ19 : ระบบที่ 16

Overlay Graph (Normalized Volume Distribution) 480 450 420 390 360 330 0000 330 -1000 300 -1000 2700 -1000 2700 -1000 2700 -1000 -1000 -1000 -1000 -1000 -1000 -1000 -1000 -16s_25560516_162544_1 16s_25560516_162544_2 • 16s 25560516 162544 3 16s_25560516_162544_4 16s_25560516_162544_5 16s_25560516_162544_6 150 120 90 _____ 60 -30 0 100 1000 10000 Diameter(nm)

No Data Repet. No pH Ave.Diameter(nm) PD Mean.(nm) D (10%) (nm) D (50%) (nm) D (90%) (nm) 1 16s_25560516_162544_1 NA 4260.1 1.031 26906.3 3374.6 5858.3 55127.9 1 2 16s_25560516_162544_2 2 NA 3805.7 0.912 29116.0 3620.5 47594.2 81465.7 3 16s_25560516_162544_3 3 NA 4526.8 1.143 42229.8 49787.4 65575.9 94802.6 4 16s_25560516_162544_4 4 NA 4312.0 1.021 37553.2 64991.5 84088.6 114113.9 5 16s_25560516_162544_5 5 NA 5032.5 1.229 44190.1 50057.3 65349.3 92526.2 6 16s 25560516 162544 6 6 NA 4987.9 1.043 31088.3 94669.5 115667.2 147682.0 Average : 4487.5 1.063 35180.6 44416.8 64022.3 97619.7





No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D	(50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	17s_25560520_102946_1	1	NA	135.7	0.106	151.5	7.8	9.4	13.3
2	17s_25560520_102946_2	2	NA	76.0	0.110	81.9	1.1	1.2	1.3
3	17s_25560520_102946_3	3	NA	87.2	0.107	37.4	5.7	6.7	9.7
4	17s_25560520_102946_4	4	NA	109.6	0.115	99.9	8.2	10.1	14.5
5	17s_25560520_102946_5	5	NA	56.3	0.144	63.8	1.2	1.3	1.4
6	17s_25560520_102946_6	6	NA	44.2	0.169	67.3	2.3	2.5	2.8
	Average :			84.8	0.125	83.6	4.4	5.2	7.2



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution) 1100 1050 1000 17s 25560520 102946 1 17s_25560520_102946_2 ---- 17s_25560520_102946_3 17s_25560520_102946_4 I 0 100 10 1 Diameter(nm)

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	17s_25560520_102946_1	1	NA	135.7	0.106	151.5	8.3	11.7	20.5
2	17s_25560520_102946_2	2	NA	76.0	0.110	81.9	1.1	1.2	1.4
3	17s_25560520_102946_3	3	NA	87.2	0.107	37.4	6.0	8.8	17.2
4	17s_25560520_102946_4	4	NA	109.6	0.115	99.9	9.0	12.9	22.3
5	17s_25560520_102946_5	5	NA	56.3	0.144	63.8	1.2	1.3	1.5
6	17s_25560520_102946_6	6	NA	44.2	0.169	67.3	2.3	2.6	3.1
	Average :			84.8	0.125	83.6	4.7	6.4	11.0

รูปที่ จ22 : ระบบที่ 17

รูปที่ จ24 : ระบบที่ 18

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	18s_25560516_171103_1	1	NA	2115.3	0.580	11447.4	29516.6	36518.2	46605.1
2	18s_25560516_171103_2	2	NA	2505.0	0.658	17467.6	1730.7	2792.1	40926.9
3	18s_25560516_171103_3	3	NA	2529.4	0.668	20718.6	30790.3	39881.9	54071.8
4	18s_25560516_171103_4	4	NA	2312.8	0.645	12329.2	25940.1	33895.9	47134.5
5	18s_25560516_171103_5	5	NA	2681.8	0.725	14757.3	36277.7	46159.2	61690.5
6	18s_25560516_171103_6	6	NA	2188.6	0.648	5271.1	3792.6	4859.6	6630.6
	Average :			2388.8	0.654	13665.2	21341.3	27351.1	42843.2



รูปที่ จ23 : ระบบที่ 18

No D	Jata	Repet. No	pH /	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1 1	8s_25560516_171103_1	1	NA	2115.3	0.580	11447.4	167.7	207.2	1740.3
2 1	8s_25560516_171103_2	2	NA	2505.0	0.658	17467.6	168.7	1824.4	2697.1
3 1	8s_25560516_171103_3	3	NA	2529.4	0.668	20718.6	32.5	32.5	32.5
4 1	8s_25560516_171103_4	4	NA	2312.8	0.645	12329.2	32.4	32.4	32.4
5 1	8s_25560516_171103_5	5	NA	2681.8	0.725	14757.3	124.6	3038.0	4459.5
6 1	8s_25560516_171103_6	6	NA	2188.6	0.648	5271.1	3514.3	4274.7	5640.9
Av	verage :			2388.8	0.654	13665.2	673.4	1568.2	2433.8
2 10 3 10 4 10 5 10 6 10 AV	8s_25560516_171103_2 8s_25560516_171103_3 8s_25560516_171103_4 8s_25560516_171103_5 8s_25560516_171103_6 rerage :	2 3 4 5 6	NA NA NA NA	2505.0 2529.4 2312.8 2681.8 2188.6 2388.8	0.658 0.668 0.645 0.725 0.648 0.654	17467.6 20718.6 12329.2 14757.3 5271.1 13665.2	168.7 32.5 32.4 124.6 3514.3 673.4	1824.4 32.5 32.4 3038.0 4274.7 1568.2	



รูปที่ จ26 : ระบบที่ 19

	Diameter(nm)										
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)		
-	19s_25560517_101903_1	1	NA	4343.8	1.010	29785.0	16643.8	23759.6	43110.6		
-	19s_25560517_101903_2	2	NA	3221.8	0.886	10231.7	253.1	347.2	710.6		
1	19s_25560517_101903_3	3	NA	5001.6	1.420	25106.2	200.2	259.6	504.5		
	19s_25560517_101903_4	4	NA	1781.3	0.542	3621.5	191.3	268.1	586.9		
1	19s_25560517_101903_5	5	NA	1869.4	0.575	4180.2	131.6	180.4	377.5		
	19s_25560517_101903_6	6	NA	2698.1	0.913	11748.3	2950.0	3722.0	7209.7		
	Average :			3152.7	0.891	14112.1	3395.0	4756.1	8750.0		



รูปที่ จ25 : ระบบที่ 19

	100	1000 Di	1000 10000 Diameter(nm)									
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) [D (50%) (nm)	D (90%) (nm)			
1	19s_25560517_101903_1	1	NA	4343.8	1.010	29785.0	44.1	46.7	51.0			
2	19s_25560517_101903_2	2	NA	3221.8	0.886	10231.7	244.3	277.7	389.8			
3	19s_25560517_101903_3	3	NA	5001.6	1.420	25106.2	195.2	218.8	297.4			
4	19s_25560517_101903_4	4	NA	1781.3	0.542	3621.5	184.5	208.9	297.4			
5	19s_25560517_101903_5	5	NA	1869.4	0.575	4180.2	127.1	144.2	202.4			
6	19s_25560517_101903_6	6	NA	2698.1	0.913	11748.3	104.2	118.8	174.4			
	Average :			3152.7	0.891	14112.1	149.9	169.2	235.4			



รูปที่ **จ28** : ระบบที่ 20

		D	lameter	r(nm)					
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	20s_25560517_114557_1	1	NA	2204.6	0.723	18980.0	2300.4	36914.3	50308.9
2	20s_25560517_114557_2	2	NA	1763.4	0.593	10665.1	21.6	28778.4	38305.9
3	20s_25560517_114557_3	3	NA	1808.1	0.623	10677.0	21.7	29702.5	39835.8
4	20s_25560517_114557_4	4	NA	1708.0	0.614	10641.1	21.6	30718.5	39505.4
5	20s_25560517_114557_5	5	NA	1599.9	0.598	12919.0	357.6	568.0	34926.6
6	20s_25560517_114557_6	6	NA	1263.4	0.476	6743.8	18964.8	22890.8	27535.3
	Average :			1724.6	0.605	11771.0	3614.6	24928.8	38403.0



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ27 : ระบบที่ 20

No	Data	Repet. No	pH /	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D) (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	20s_25560517_114557_1	1	NA	2204.6	0.723	18980.0	21.7	21.7	21.7
2	20s_25560517_114557_2	2	NA	1763.4	0.593	10665.1	21.6	21.6	21.6
з	20s_25560517_114557_3	3	NA	1808.1	0.623	10677.0	21.7	21.7	21.7
4	20s_25560517_114557_4	4	NA	1708.0	0.614	10641.1	21.6	21.6	21.6
5	20s_25560517_114557_5	5	NA	1599.9	0.598	12919.0	21.6	21.6	21.6
e	20s_25560517_114557_6	6	NA	1263.4	0.476	6743.8	21.5	21.5	21.5
	Average :			1724.6	0.605	11771.0	21.6	21.6	21.6



รูปที่ จ30 : ระบบที่ 21

		D	iamete	r(nm)					
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	21s_25560517_124457_1	1	NA	3988.3	1.115	57168.4	62297.0	80360.8	108741.2
2	21s_25560517_124457_2	2	NA	1870.3	0.671	15417.7	29994.3	36919.6	46120.3
3	21s_25560517_124457_3	3	NA	1973.5	0.710	16645.0	21.7	33098.9	45241.6
4	21s_25560517_124457_4	4	NA	1059.7	0.420	5080.6	10.8	10.8	16290.4
5	21s_25560517_124457_5	5	NA	859.6	0.352	3160.3	10.8	10.8	9290.5
6	21s_25560517_124457_6	6	NA	1268.4	0.481	5979.2	19239.2	23218.7	27901.6
Α	verage :			1836.6	0.625	17241.9	18595.6	28936.6	42264.3



รูปที่ จ29 : ระบบที่ 21

No	Data	Repet. No	pH Ave	.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	.0%) (nm) D (!	50%) (nm) D (9	0%) (nm)
1	21s_25560517_124457_1	1	NA	3988.3	1.115	57168.4	43.5	43.5	43.5
2	21s_25560517_124457_2	2	NA	1870.3	0.671	15417.7	21.7	21.7	21.7
3	21s_25560517_124457_3	3	NA	1973.5	0.710	16645.0	21.7	21.7	21.7
4	21s_25560517_124457_4	4	NA	1059.7	0.420	5080.6	10.8	10.8	10.8
5	21s_25560517_124457_5	5	NA	859.6	0.352	3160.3	10.8	10.8	11.1
e	21s_25560517_124457_6	6	NA	1268.4	0.481	5979.2	21.5	21.5	21.5
	Average :			1836.6	0.625	17241.9	21.7	21.7	21.7



รูปที่ จ32 : ระบบที่ 22

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) [D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	22s(1)_25560517_141240_1	1	NA	921.8	0.362	3774.6	10.8	8813.9	14079.7
2	22s(1)_25560517_141240_2	2	NA	939.4	0.366	3839.0	10.8	10.8	10941.2
3	22s(1)_25560517_141240_3	3	NA	821.5	0.337	2269.5	10.8	10.8	6157.5
4	22s(1)_25560517_141240_4	4	NA	923.1	0.360	3915.2	10.8	12.4	15029.1
5	22s(1)_25560517_141240_5	5	NA	800.4	0.329	2845.5	10.8	7403.3	11160.8
6	22s(1)_25560517_141240_6	6	NA	765.2	0.314	2424.3	8148.8	10298.6	12928.1
	Average :			861.9	0.345	3178.0	1367.1	4425.0	11716.1



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ31 : ระบบที่ 22

o Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1 22s(1)_25560517_141240_1	1	NA	921.8	0.362	3774.6	10.8	10.8	11.2
2 22s(1)_25560517_141240_2	2	NA	939.4	0.366	3839.0	10.8	10.8	11.3
3 22s(1)_25560517_141240_3	3	NA	821.5	0.337	2269.5	10.8	10.8	11.2
4 22s(1)_25560517_141240_4	4	NA	923.1	0.360	3915.2	10.8	10.8	11.1
5 22s(1)_25560517_141240_5	5	NA	800.4	0.329	2845.5	10.8	10.8	11.1
6 22s(1)_25560517_141240_6	6	NA	765.2	0.314	2424.3	10.8	10.8	11.1
Average :			861.9	0.345	3178.0	10.8	10.8	11.2



รูปที่ จ34 : ระบบที่ 23

	100	1000 Diam	ieter(10000 (nm)			100000			ļ
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)		PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	23s_25560517_150853_1	1	NA	4639.8	1	.059	39857.6	41370.3	55310.9	80323.9
2	23s_25560517_150853_2	2	NA	4829.1	1	.123	33398.1	26292.0	36357.5	54714.0
3	23s_25560517_150853_3	3	NA	5545.7	1	.235	40164.4	36008.8	47705.1	68734.2
4	23s_25560517_150853_4	4	NA	5195.1	1	.067	52393.9	51567.2	68078.9	97235.8
5	23s_25560517_150853_5	5	NA	5142.8	1	.039	55301.2	4288.2	80759.7	119353.7
6	23s_25560517_150853_6	6	NA	3689.1	C	.939	39034.0	40937.6	54344.4	77884.7
	Average :			4840.3	1	.077	43358.2	33410.7	57092.8	83041.1



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ33 : ระบบที่ 23

No Data	Repet. No	pH Ave.	Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	i0%) (nm) D (9	90%) (nm)
1 23s_25560517_150853_1	1	NA	4639.8	1.059	39857.6	54.3	54.3	54.3
2 23s_25560517_150853_2	2	NA	4829.1	1.123	33398.1	54.3	54.3	54.3
3 23s_25560517_150853_3	з	NA	5545.7	1.235	40164.4	54.4	54.4	54.4
4 23s_25560517_150853_4	4	NA	5195.1	1.067	52393.9	54.4	54.4	54.4
5 23s_25560517_150853_5	5	NA	5142.8	1.039	55301.2	54.3	54.3	54.3
6 23s_25560517_150853_6	6	NA	3689.1	0.939	39034.0	43.4	43.4	43.4
Average :			4840.3	1.077	43358.2	52.5	52.5	52.5



Overlay Graph (Normalized Number Distribution)

2000 1900

1800

รูปที่ จ36 : ระบบที่ 24

									ð
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm)	D (10%) (nm) l	D (50%) (nm)	D (90%) (nm
1	24s_25560517_160015_1	1	NA	4434.3	0.202	8977.8	48651.9	56025.9	65084.8
2	24s_25560517_160015_2	2	NA	4859.2	0.465	27726.6	46784.4	60003.8	81731.0
3	24s_25560517_160015_3	3	NA	4183.9	0.604	22898.5	29075.9	39655.8	61817.0
4	24s_25560517_160015_4	4	NA	4262.2	0.574	31125.5	55605.2	70063.8	90963.6
5	24s_25560517_160015_5	5	NA	4368.0	0.772	34404.6	40117.5	53752.4	78206.9
6	24s_25560517_160015_6	6	NA	3586.7	0.811	15087.8	472.8	1363.9	18235.9
/	Average :			4282.4	0.571	23370.1	36784.6	46810.9	66006.3



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	24s_25560517_160015_1	1	NA	4434.3	0.202	8977.8	2636.2	3057.8	3793.4
2	24s_25560517_160015_2	2	NA	4859.2	0.465	27726.6	2238.9	2650.4	3437.6
3	24s_25560517_160015_3	3	NA	4183.9	0.604	22898.5	1591.8	1923.1	2637.7
4	24s_25560517_160015_4	4	NA	4262.2	0.574	31125.5	1850.2	2173.2	2730.3
5	24s_25560517_160015_5	5	NA	4368.0	0.772	34404.6	1291.7	1931.2	4906.2
6	24s_25560517_160015_6	6	NA	3586.7	0.811	15087.8	425.4	487.8	703.4
	Average :			4282.4	0.571	23370.1	1672.4	2037.2	3034.8

รูปที่ จ35 : ระบบที่ 24



Overlay Graph (Normalized Number Distribution)

900 850 -800 -750 -650 -600 -

รูปที่ จ38 : ระบบที่ 25

		100 Dia	imeter	1000 (nm)	100	00			
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) [0 (10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	25s_25560517_171849_1	1	NA	1713.6	0.503	7553.6	1358.3	18949.4	27618.2
2	25s_25560517_171849_2	2	NA	1515.9	0.478	7122.3	845.9	20338.7	27778.4
3	25s_25560517_171849_3	3	NA	1495.9	0.514	8741.1	18339.3	24359.6	31302.7
4	25s_25560517_171849_4	4	NA	1226.8	0.424	5191.2	11249.0	14468.5	19889.2
5	25s_25560517_171849_5	5	NA	1397.7	0.480	8047.8	16245.5	21003.7	27434.0
e	25s_25560517_171849_6	6	NA	1172.5	0.412	5704.1	15122.4	18325.8	22735.8
	Average :			1420.4	0.468	7060.0	10526.7	19574.3	26126.4



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

			Jameu	a (uui)					
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D (!	50%) (nm) D (9	90%) (nm)
1	25s_25560517_171849_1	1	NA	1713.6	0.503	7553.6	21.6	21.6	21.7
2	25s_25560517_171849_2	2	NA	1515.9	0.478	7122.3	21.6	21.6	21.8
з	25s_25560517_171849_3	3	NA	1495.9	0.514	8741.1	21.6	21.6	21.8
4	25s_25560517_171849_4	4	NA	1226.8	0.424	5191.2	21.5	21.5	21.6
5	25s_25560517_171849_5	5	NA	1397.7	0.480	8047.8	21.6	21.6	21.7
6	25s_25560517_171849_6	6	NA	1172.5	0.412	5704.1	21.5	21.5	21.6
	Average :			1420.4	0.468	7060.0	21.6	21.6	21.7
			, d		d				
		ູລຳ	ปทิ	จ 37 : ระบ	บที่ 25				







Overlay Graph (Normalized Number Distribution)



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	90%) (nm)
1	26s_25560517_181359_1	1	NA	7547.8	0.983	48815.2	86.8	86.8	86.8
2	26s_25560517_181359_2	2	NA	4107.8	0.978	48049.8	43.5	43.5	43.5
3	26s_25560517_181359_3	3	NA	3807.5	1.025	27946.1	43.4	43.4	43.4
4	26s_25560517_181359_4	4	NA	3113.2	0.871	23963.8	32.6	32.6	32.6
5	26s_25560517_181359_5	5	NA	1901.0	0.627	3991.9	21.7	21.7	22.1
6	26s_25560517_181359_6	6	NA	2919.8	0.881	35061.9	32.6	32.6	32.8
	Average :			3899.5	0.894	31304.8	43.4	43.4	43.5

รูปที่ จ40 : ระบบที่ 26

รูปที่ จ42 : ระบบที่ 27

No Data	Repet. No	pH Ave.	Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm
1 27s(1)_25560520_153811_1	1	NA	11.0	0.191	12.3	2.3	3.3	6.
2 27s(1)_25560520_153811_2	2	NA	10.8	0.206	12.3	2.2	3.2	6.
3 27s(1)_25560520_153811_3	3	NA	11.0	0.169	12.9	2.6	3.7	6.
4 27s(1)_25560520_153811_4	4	NA	10.7	0.226	23.4	3.9	5.2	7.
5 27s(1)_25560520_153811_5	5	NA	10.6	0.221	19.3	3.3	4.5	7.
6 27s(1)_25560520_153811_6	6	NA	10.9	0.188	16.9	3.3	4.4	6.



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ41 : ระบบที่ 27

No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1	27s(1)_25560520_153811_1	1	NA	11.0	0.191	12.3	2.2	2.6	3.7
2	27s(1)_25560520_153811_2	2	NA	10.8	0.206	12.3	2.1	2.5	3.6
3	27s(1)_25560520_153811_3	3	NA	11.0	0.169	12.9	2.4	2.9	4.2
4	27s(1)_25560520_153811_4	4	NA	10.7	0.226	23.4	3.7	4.4	6.1
5	27s(1)_25560520_153811_5	5	NA	10.6	0.221	19.3	3.1	3.7	5.2
6	27s(1)_25560520_153811_6	6	NA	10.9	0.188	16.9	3.1	3.7	5.1
	Average :			10.8	0.200	16.2	2.8	3.3	4.6

600 550 500 6 450 400 27s(1)_25560520_153811_1 27s(1)_25560520_153811_2 27s(1)_25560520_153811_3 Jaguar 350 27s(1)_25560520_153811_4 N pezilemon 250 ---- 27s(1)_25560520_153811_5 200 150 100 50 0 [~]____ 1 10 Diameter(nm) 100

Overlay Graph (Normalized Number Distribution)
--

700 650

รูปที่ จ44 : ระบบที่ 28

		Diameter(nm)									
No	Data	Repet. No	pH /	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)		
1	28s(1)_25560520_160404_1	1	NA	11.2	0.181	19.2	3.7	4.9	7.6		
2	28s(1)_25560520_160404_2	2	NA	11.2	0.160	17.3	4.3	5.5	7.6		
з	28s(1)_25560520_160404_3	3	NA	11.5	0.173	12.8	2.8	4.0	7.2		
4	28s(1)_25560520_160404_4	4	NA	11.1	0.183	19.4	3.7	5.1	8.0		
5	28s(1)_25560520_160404_5	5	NA	11.3	0.170	11.5	2.8	4.0	7.3		
e	28s(1)_25560520_160404_6	6	NA	11.3	0.184	18.8	3.5	4.6	7.1		
	Average :			11.3	0.175	16.5	3.5	4.7	7.5		



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)

รูปที่ จ43 : ระบบที่ 28

No	Data	Repet. No	pH A	ve.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1	28s(1)_25560520_160404_1	1	NA	11.2	0.181	19.2	3.4	4.2	5.7
2	28s(1)_25560520_160404_2	2	NA	11.2	0.160	17.3	4.1	4.9	6.4
3	28s(1)_25560520_160404_3	3	NA	11.5	0.173	12.8	2.6	3.1	4.5
4	28s(1)_25560520_160404_4	4	NA	11.1	0.183	19.4	3.5	4.2	5.9
5	28s(1)_25560520_160404_5	5	NA	11.3	0.170	11.5	2.6	3.1	4.5
6	28s(1)_25560520_160404_6	6	NA	11.3	0.184	18.8	3.3	3.9	5.4
	Average :			11.3	0.175	16.5	3.2	3.9	5.4





รูปที่ จ45 : ระบบที่ 29

Overlay Graph (Normalized Volume Distribution)



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (:	10%) (nm) D (50	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1	29s(1)_25560520_163407_1	1	NA	12.2	0.211	16.2	2.8	4.0	7.3
2	29s(1)_25560520_163407_2	2	NA	12.1	0.224	15.3	2.5	3.6	6.9
3	29s(1)_25560520_163407_3	3	NA	12.1	0.215	17.4	2.8	3.9	7.1
4	29s(1)_25560520_163407_4	4	NA	12.1	0.214	14.8	2.8	4.1	7.4
5	29s(1)_25560520_163407_5	5	NA	12.0	0.203	20.6	3.7	5.1	7.8
6	29s(1)_25560520_163407_6	6	NA	11.9	0.255	14.9	2.5	3.6	6.9
	Average :			12.1	0.220	16.5	2.8	4.0	7.2

รูปที่ จ46 : ระบบที่ 29



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D	(50%) (nm) I	D (90%) (nm)
1	30s_25560520_105633_1	1	NA	11.1	0.128	10.5	3.0	3.7	5.2
2	30s_25560520_105633_2	2	NA	10.8	0.115	10.4	2.7	3.3	4.8
3	30s_25560520_105633_3	3	NA	10.7	0.164	11.3	2.3	2.8	4.0
4	30s_25560520_105633_4	4	NA	10.4	0.216	11.2	2.2	2.6	3.8
5	30s_25560520_105633_5	5	NA	10.7	0.158	20.2	3.7	4.5	6.2
6	30s_25560520_105633_6	6	NA	10.4	0.128	17.0	4.1	4.9	6.4
	Average :			10.7	0.152	13.4	3.0	3.6	5.1





No	Data	Repet. No	pH .	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	30s_25560520_105633_1	1	NA	11.1	0.128	10.5	3.3	4.6	8.1
2	30s_25560520_105633_2	2	NA	10.8	0.115	10.4	2.9	4.2	7.5
3	30s_25560520_105633_3	3	NA	10.7	0.164	11.3	2.5	3.6	6.7
4	30s_25560520_105633_4	4	NA	10.4	0.216	11.2	2.4	3.4	6.4
5	30s_25560520_105633_5	5	NA	10.7	0.158	20.2	4.0	5.3	8.1
6	30s_25560520_105633_6	6	NA	10.4	0.128	17.0	4.3	5.5	7.8
	Average :			10.7	0.152	13.4	3.2	4.4	7.4

รูปที่ จ48 : ระบบที่ 30

รูปที่ จรo : ระบบที่ 31

	1	10 Diameter(nm)				100			
	·					••••			
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	31s_25560520_112308_1	1	NA	9.1	0.084	8.7	2.7	3.9	6.8
2	31s_25560520_112308_2	2	NA	8.6	0.072	7.6	3.6	4.9	7.7
3	31s_25560520_112308_3	3	NA	8.6	0.058	8.6	2.9	4.1	7.1
4	31s_25560520_112308_4	4	NA	8.8	0.065	8.0	3.7	5.0	7.9
5	31s_25560520_112308_5	5	NA	8.7	0.071	8.5	3.0	4.3	7.3
6	31s_25560520_112308_6	6	NA	8.7	0.070	8.4	2.9	4.0	6.9
	Average :			8.8	0.070	8.3	3.1	4.4	7.3



o Data	Repet. No	pH	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D) (90%) (nm
1 31s_25560520_112308_1	1	NA	9.1	0.084	8.7	2.5	3.1	4.4
2 31s_25560520_112308_2	2	NA	8.6	0.072	7.6	3.4	4.1	5.7
3 31s_25560520_112308_3	3	NA	8.6	0.058	8.6	2.7	3.2	4.7
4 31s_25560520_112308_4	4	NA	8.8	0.065	8.0	3.4	4.1	5.8
5 31s_25560520_112308_5	5	NA	8.7	0.071	8.5	2.8	3.4	4.9
6 31s_25560520_112308_6	6	NA	8.7	0.070	8.4	2.7	3.2	4.6
Average :			8.8	0.070	8.3	2.9	3.5	5.0

รูปที่ จ49 : ระบบที่ 31



Overlay Graph (Normalized Number Distribution)

รูปที่ จ52 : ระบบที่ 32

		Dia	meter(r	m)			<u>F</u>				
No	Data	Repet No.	nH	Ave Diameter(nm)	PD	Mean (nm) D (1	0%) (pm) D (5	0%) (pm) D (9	0%) (nm)		
1	32s(1)_25560520_115515_1	1	NA	11.9	0.204	14.2	2.7	3.9	7.4		
2	32s(1)_25560520_115515_2	2	NA	12.0	0.199	15.3	2.6	3.7	7.0		
3	32s(1)_25560520_115515_3	3	NA	11.8	0.220	14.6	2.6	3.7	7.1		
4	32s(1)_25560520_115515_4	4	NA	11.9	0.216	19.9	3.9	5.2	7.9		
5	32s(1)_25560520_115515_5	5	NA	11.9	0.231	23.8	4.0	5.5	8.6		
6	32s(1)_25560520_115515_6	6	NA	12.2	0.225	15.0	3.0	4.2	7.6		
	Average :			11.9	0.216	17.1	3.1	4.4	7.6		
	Average :			11.9	0.216	17.1	3.1	4.4	4		



No Data	Repet. No	pH Ave.	Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1 32s(1)_25560520_115515_1	1	NA	11.9	0.204	14.2	2.6	3.0	4.4
2 32s(1)_25560520_115515_2	2	NA	12.0	0.199	15.3	2.4	2.9	4.1
3 32s(1)_25560520_115515_3	3	NA	11.8	0.220	14.6	2.4	2.9	4.2
4 32s(1)_25560520_115515_4	4	NA	11.9	0.216	19.9	3.6	4.4	6.0
5 32s(1)_25560520_115515_5	5	NA	11.9	0.231	23.8	3.8	4.6	6.3
6 32s(1)_25560520_115515_6	6	NA	12.2	0.225	15.0	2.8	3.3	4.7
Average :			11.9	0.216	17.1	2.9	3.5	4.9
	ົງ	ปที่ จะ	51 : ระบบที่	i 32				



Overlay Graph (Normalized Number Distribution)

Overlay Graph (Normalized Number Distribution)



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) I	D (10%) (nm) D	(50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	33s_25560520_135501_1	1	NA	11.2	0.146	17.1	4.3	5.1	6.8
2	33s_25560520_135501_2	2	NA	11.2	0.144	11.7	3.0	3.7	5.3
3	33s_25560520_135501_3	3	NA	11.3	0.146	13.2	2.7	3.2	4.7
4	33s_25560520_135501_4	4	NA	11.3	0.130	12.2	2.9	3.5	5.0
5	33s_25560520_135501_5	5	NA	11.2	0.124	13.0	2.7	3.2	4.7
6	33s_25560520_135501_6	6	NA	11.1	0.143	12.1	2.9	3.4	5.0
	Average :			11.2	0.139	13.2	3.1	3.7	5.3



Overlay Graph (Normalized Volume Distribution) 400 380 360 340 320 300 280 000 260 33s_25560520_135501_1 33s_25560520_135501_2 220 -200 -200 ----- 33s_25560520_135501_3 33s_25560520_135501_4 180 180 180 160 140 - 33s_25560520_135501_5 120 100 80 60 40 20 -10 Diameter(nm) 0]_____ 1 100

No	Data	Repet. No	pH Av	e.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (10	%) (nm) D (50	0%) (nm) D (90	0%) (nm)
1	33s_25560520_135501_1	1	NA	11.2	0.146	17.1	4.5	5.8	8.2
2	33s_25560520_135501_2	2	NA	11.2	0.144	11.7	3.3	4.7	8.4
3	33s_25560520_135501_3	3	NA	11.3	0.146	13.2	2.9	4.1	7.6
4	33s_25560520_135501_4	4	NA	11.3	0.130	12.2	3.1	4.4	8.0
5	33s_25560520_135501_5	5	NA	11.2	0.124	13.0	2.9	4.2	7.7
6	33s_25560520_135501_6	6	NA	11.1	0.143	12.1	3.1	4.4	8.0
	Average :			11.2	0.139	13.2	3.3	4.6	8.0

รูปที่ จ54 : ระบบที่ 33

รูปที่ จร6 : ระบบที่ 34

	U	lameter						
No Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D (1	0%) (nm) D (5	0%) (nm) D (9	0%) (nm)
1 34s_25560520_144115_1	1	NA	12.1	0.185	15.1	2.7	3.9	7.4
2 34s_25560520_144115_2	2	NA	11.9	0.197	14.8	2.6	3.8	7.2
3 34s_25560520_144115_3	3	NA	12.1	0.203	14.8	2.6	3.7	7.0
4 34s_25560520_144115_4	4	NA	12.2	0.186	14.9	3.1	4.3	7.8
5 34s_25560520_144115_5	5	NA	12.1	0.193	15.6	2.9	4.1	7.5
6 34s_25560520_144115_6	6	NA	12.1	0.175	13.6	2.9	4.1	7.8
Average :			12.1	0.190	14.8	2.8	4.0	7.5



	1	10 Diameter(nm)			100						
No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm)	D (50%) (nm)	D (90%) (nm)		
1	34s_25560520_144115_1	1	NA	12.1	0.185	15.1	2.6	3.0	4.4		
2	34s_25560520_144115_2	2	NA	11.9	0.197	14.8	2.4	2.9	4.2		
з	34s_25560520_144115_3	3	NA	12.1	0.203	14.8	2.4	2.9	4.1		
4	34s_25560520_144115_4	4	NA	12.2	0.186	14.9	2.9	3.4	4.9		
5	34s_25560520_144115_5	5	NA	12.1	0.193	15.6	2.7	3.3	4.7		
6	34s_25560520_144115_6	6	NA	12.1	0.175	13.6	2.7	3.2	4.6		
	Average :			12.1	0.190	14.8	2.6	3.1	4.5		

รูปที่ จ55 : ระบบที่ 34



รูปที่ จร8 : ระบบที่ 35

				r(nm)			ļ				
	2.1						(100))())	(500())()	D (000() ()		
NO	Data	Repet. No	рн	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) D	(50%) (nm)	D (90%) (nm)		
1	35s_25560520_150647_1	1	NA	12.4	0.220	14.8	3.2	4.5	8.3		
2	35s_25560520_150647_2	2	NA	12.6	0.206	15.6	3.0	4.3	8.0		
3	35s_25560520_150647_3	3	NA	12.5	0.194	15.4	2.9	4.1	7.8		
4	35s_25560520_150647_4	4	NA	12.7	0.181	15.7	3.2	4.6	8.3		
5	35s_25560520_150647_5	5	NA	12.3	0.176	15.5	2.7	3.9	7.5		
6	35s_25560520_150647_6	6	NA	12.4	0.216	15.5	3.1	4.5	8.3		
	Average :			12.5	0.199	15.4	3.0	4.3	8.0		



No	Data	Repet. No	pН	Ave.Diameter(nm)	PD	Mean.(nm) D	(10%) (nm) [0 (50%) (nm)	D (90%) (nm)
1	35s_25560520_150647_1	1	NA	12.4	0.220	14.8	2.9	3.5	5.1
2	35s_25560520_150647_2	2	NA	12.6	0.206	15.6	2.8	3.3	4.8
3	35s_25560520_150647_3	3	NA	12.5	0.194	15.4	2.7	3.2	4.6
4	35s_25560520_150647_4	4	NA	12.7	0.181	15.7	3.0	3.6	5.1
5	35s_25560520_150647_5	5	NA	12.3	0.176	15.5	2.6	3.0	4.4
6	35s_25560520_150647_6	6	NA	12.4	0.216	15.5	2.9	3.5	5.0
	Average :			12.5	0.199	15.4	2.8	3.3	4.8

รูปที่ จ57 : ระบบที่ 35


ประวัติผู้วิจัย

ตร.อรรถพล มณีแดง อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี เกิดที่กรุงเทพมหานคร เมื่อวันจันทร์ที่ 22 มีนาคม พ.ศ. 2525 สำเร็จ การศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (เกียรตินิยมอันดับหนึ่ง) จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ประจำปีการศึกษา 2548 และสำเร็จการศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต จากมหาวิทยาลัย เทคโนโลยีสุรนารี ประจำปีการศึกษา 2553 ในการศึกษาระดับปริญญาเอกนั้น ได้รับทุนสนับสนุนจาก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ภายใต้โครงการปริญญาเอกกาญจนาภิเษก รุ่นที่ 7 และทุนวิจัย เพิ่มเติมจาก Industrial Sponsors ของ School of Chemical, Biological and Materials Engineering จาก University of Oklahoma ทั้งนี้ ดร.อรรถพล มณีแดง มีความเชี่ยวชาญทางด้านการตกผลึกของสารลดแรง ดึงผิวในเชิงอุณหพลศาสตร์และจลนพลศาสตร์ และการประยุกต์ใช้สารลดแรงดึงผิวในกระบวนการทาง วิศวกรรมเกมี โดยในปี 2556 นี้ ดร.อรรถพล มณีแดง ได้รับทุนสนับสนุนการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่น ใหม่ในสถาบันอุดมศึกษา จากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ในหัวข้อ พฤติกรรมการตกตะกอน ของสารลดแรงดึงผิวอุ่ชนิดใหม่ในน้ำกระด้าง

