



รายงานวิจัย
เรื่อง

การศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตอะเซทัลดีไฮด์จากปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจน
ออกจากเอทานอล

Study on the possible use of CuFe_2O_4 from synthetic wastewater
as catalyst to fabricate acetaldehyde on dehydrogenation of
ethanol

นางสาว กนกพร สุพงษ์
MISS KANOKPORN SUPONG

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณเงินงบประมาณแผ่นดิน

ประจำปีงบประมาณ 2561

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัย เรื่อง การศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตอะเซทัลดีไฮด์จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล (Study on the possible use of CuFe_2O_4 from synthetic wastewater as catalyst to fabricate acetaldehyde on dehydrogenation of ethanol) งานวิจัยนี้เสนอการนำกลับทองแดงจากกระบวนการกำจัดทองแดงมาใช้ประโยชน์ ทั้งนี้เพราะทองแดงจัดเป็นโลหะหนักชนิดหนึ่ง จึงสามารถก่อให้เกิดผลกระทบและเป็นอันตรายต่อแหล่งน้ำได้ หากถูกปล่อยทิ้งก่อนการบำบัด แต่อย่างไรก็ตามทองแดงจัดเป็นธาตุทรานสิชันชนิดหนึ่งที่สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีสารตั้งต้นประเภทแอลกอฮอล์ที่มีโครงสร้างอย่างง่ายได้ ดังนั้นทางผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้จะเป็นทางเลือกหนึ่ง เพื่อป้องกันแก้ไขปัญหามลพิษเป็นการรักษาคุณภาพชีวิตในสถานที่ทำงานและชุมชนอย่างปลอดภัยและใส่ใจต่อสิ่งแวดล้อม

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 จากคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ผู้วิจัยขอขอบคุณหน่วยงานผู้บริหารคณะวิทยาศาสตร์ ตลอดจนผู้ประสานงานวิจัยของส่วนงานวิชาการดังกล่าว คือ นางอาทิตา เสนีย์เดชกุล

คุณค่าและประโยชน์อันพึงมีของงานวิจัย ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่านและบิดาผู้ล่วงลับ

กนกพร สุพงษ์

งานวิจัยเรื่อง	การศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตอะเซทิลไฮดรอกซีจากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล
แหล่งเงิน	ทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน
ประจำปีงบประมาณ	พ.ศ. 2561 จำนวนเงิน 97,000 บาท (เก้าหมื่นเจ็ดบาทถ้วน)
ระยะเวลาทำการวิจัย	2 ปี ตั้งแต่เดือนตุลาคม 2560 – ตุลาคม 2562
คณะผู้วิจัย	นางสาว กนกพร สุพงษ์ สังกัดคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง 02-329-8000-8099

บทคัดย่อ

การวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการใช้ตะกอนเฟอร์ไรท์ที่ได้จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนของเอทานอล

ระเบียบวิธีวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ 1) ศึกษาคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและความเสถียรของตะกอนเฟอร์ไรท์จากการกำจัดทองแดงออกจากน้ำเสียสังเคราะห์หลังผ่านการแคลไซน์ โดยสถานะที่เหมาะสมจากการทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 2) ศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของผลิตภัณฑ์หลัก โดยใช้ตะกอนเฟอร์ไรท์หลังผ่านการแคลไซน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล และ 3) จัดกลุ่มหมู่ฟังก์ชันหลักของผลิตภัณฑ์ที่สำคัญจากปฏิกิริยาโดยใช้การทดสอบความสามารถในการละลาย

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ และการทดสอบการชะละลาย พบว่าตะกอนเฟอร์ไรท์หลังผ่านการแคลไซน์มีโครงสร้างผลึกของคิวปรัสเฟอร์ไรท์ซึ่งเสถียรต่อการชะละลาย และจากการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของผลิตภัณฑ์หลักจากการนำตะกอนเฟอร์ไรท์ที่ได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ พบว่ามีแนวโน้มเกิดสารประกอบอีทอกซีอีเทน และเมื่อทดสอบการละลายพบว่าไม่ละลายใน H_2O , 5% $NaOH$, 5% HCl แต่ละลายในสารละลายเข้มข้นกรดซัลฟูริก และสารละลายเข้มข้นกรดฟอสฟอริก จึงจัดว่าอยู่ในกลุ่มประเภทของ อัลคีน, อัลไคน์, อีเธอร์ หรือ อะโรมาติกที่มีหมู่ให้อิเล็กตรอน ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ โดยสรุปความเป็นไปได้ของการกำจัดน้ำเสียสังเคราะห์โดยเปลี่ยนเป็นตะกอนเฟอร์ไรท์ที่มีความเสถียรต่อการชะละลาย สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์สารตัวอื่นจากเอทานอล

คำสำคัญ : ตัวเร่งปฏิกิริยา, เอทานอล, น้ำเสียสังเคราะห์, จัดไฮโดรเจน

Project Title Study on the possible use of CuFe_2O_4 from synthetic wastewater as catalyst to fabricate acetaldehyde on dehydrogenation of ethanol

Researcher Kanokporn Supong

Faculty: Science

Department: Chemistry

ABSTRACT

The use of CuFe_2O_4 from synthetic wastewater as catalyst to fabricate ethanol by dehydrogenation of ethanol was investigated.

There were three stages in this project. Firstly, optimum conditions for removal of copper ions from the synthetic wastewater were investigated catalytic properties, and the possibility of using CuFe_2O_4 from synthetic wastewater as a catalyst for dehydrogenation of ethanol was assessed. Secondary, a study on the structure molecule of the major product was produced from the catalytic reaction from Fourier-transform infrared spectrometer (FT-IR), Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR) and Gas chromatography-mass spectrophotometer (GC-MS) data. Finally, the functional group of major products was determined by testing solubility.

XRF analysis showed that the ferrite sludges consisted of transition metals, included iron and copper. The crystalline structure was determined by using XRD. Sustainable sludge was determined by TCLP Test. The results from instrument analysis (FT-IR, NMR; and GC-MS) found that the major product of the catalytic reaction was ethoxyethane. Solubility test showed that the major product from the catalytic reactions was insoluble in H_2O , 5 % NaOH , 5 % HCl , but soluble in concentrated H_2SO_4 and concentrated H_3PO_4 . It will be classified of alkene, alkyne, ether or aromatic compounds with donating according to the results of analysis instrument. In conclusion, the possible of CuFe_2O_4 from synthetic wastewater can be used as a catalyst for dehydration of ethanol.

Keywords: catalyst, ethanol, synthetic wastewater, dehydrogenation

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อที่ใช้ในงานวิจัย	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตการวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ทฤษฎี	5
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	10
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	12
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี	12
3.1.1 สารเคมี	12
3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	12
3.2 วิธีการทดลอง	13
3.2.1 วิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างของตะกอนจากน้ำเสียสังเคราะห์	13
3.2.2 ศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้ควิปรีสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	14
3.2.3 ศึกษาวิเคราะห์กลุ่มฟังก์ชันนัลของผลิตภัณฑ์หลักด้วยปฏิกิริยาเคมี	15

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	17
4.1 ผลศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของตะกอนจากน้ำเสียสังเคราะห์	17
4.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์	17
4.1.2 วิเคราะห์โครงสร้างของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์	18
4.1.3 ทดสอบความเสถียรของตะกอนตามวิธีมาตรฐาน TCLP Test	19
4.2 ผลศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเพอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	20
4.2.1 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์	20
4.2.2 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์	23
4.2.3 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์	25
4.2.4 วิเคราะห์ข้อมูลจากสเปกตรัมที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ร่วมกัน	28
4.3 ศึกษาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของผลิตภัณฑ์หลักจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี	29
4.3.1 ปฏิบัติกับสารประกอบไนโตรเจน	29
4.3.2 ปฏิบัติกับทอลเลนส์รีเอเจนต์	29
4.3.3 ปฏิบัติกับสารละลายเบนดิคต์	29
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	31
5.1 สรุปผลการวิจัย	31
5.2 ข้อเสนอแนะ	31
เอกสารอ้างอิง	32
ภาคผนวก	37
ภาคผนวก ก การเก็บตัวอย่างมลพิษ	38
ภาคผนวก ข กราฟมาตรฐานสำหรับการวิจัย	43
ภาคผนวก ค เครื่องมือวิเคราะห์สำหรับใช้ในงานวิจัย	47
ภาคผนวก ง สรุปค่าใช้จ่ายการดำเนินงานโครงการวิจัย	54
ประวัติผู้เขียน	56

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอนของธาตุแทรนซิชันใน Spinel CuFe_2O_4 nanocatalyst	6
2.2 ค่าแมกเนติกโมเมนต์สุทธิต่อโมเลกุลของ CuFe_2O_4	7
4.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์	17
4.2 ผลวิเคราะห์การชะละลายด้วย Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)	19
4.3 FTIR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	22
4.4 NMR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	24
4.5 NMR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	25



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างผลึกของคิวปรัสเฟอร์ไรท์	5
2.2	ปฏิกิริยาเคมีระหว่างหมู่คาร์บอนิลกับ 2,4-Dinitrophenylhydrazine	9
3.1	ชุดทดลองปฏิกิริยาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้น	14
4.1	โครงสร้างของตะกอนหลังการเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์	18
4.2	ความเข้มข้นของไอออนทองแดงและเหล็กจากการทดสอบ TCLP	20
4.3	IR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	21
4.4	IR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	22
4.5	NMR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	23
4.6	NMR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	24
4.7	GC-MS ของผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	27
4.8	GC-MS ของผลิตภัณฑ์หลักโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา	28
4.9	การจัดกลุ่มของสารอินทรีย์ตามคุณสมบัติการละลาย	30
ก-1	แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง	40
ข-1	IR Spectrum ของเอทานอล	44
ข-2	IR Spectrum ของ Diethyl ether	44
ข-3	NMR Spectrum ของเอทานอล	45
ข-4	NMR Spectrum ของ Diethyl ether	45
ข-5	MS Spectrum ของเอทานอล	46
ข-6	MS Spectrum ของ Diethyl ether	46
ค-1	Flame Atomic Absorption Spectrophotometer	48
ค-2	X-Ray fluorescence Spectrometer (XRF)	49
ค-3	X-ray powder diffraction (XRD)	50
ค-4	Fourier-transform infrared spectrometer (FT-IR)	51
ค-5	Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR)	52
ค-6	Gas chromatography-mass spectrophotometer (GC-MS)	53

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นิยามคำศัพท์

FAAS	Flame Atomic Absorption Spectrophotometer
aq.	aqueous
pH	Potential of Hydrogen ion
มก.	มิลลิกรัม
มล.	มิลลิลิตร
Kg.	กิโลกรัม
SD	Standard Deviation
% RSD	Relative Standard Diviation
g/mol	grams per mole
mol/L	mole / liter
ppm.	Part per million
มม.	มิลลิเมตร
XRF	X-ray fluorescence spectrometer
TGA	Thermo gravimetric Analyzer
XRD	X-ray Diffraction spectrometer
FTIR	Fourier-transform infrared spectrometer
GC-MS	Gas chromatography-mass spectrophotometer
NMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

ปัจจุบันปริมาณกากของเสียอุตสาหกรรมที่เกิดขึ้นทั่วประเทศไทยมีจำนวน 3.95 ล้านตัน คิดเป็นร้อยละ 84 ของปริมาณของเสียอันตรายทั้งหมด ซึ่งร้อยละ 90 ของโรงงานซึ่งเป็นแหล่งผลิตกากของเสียอุตสาหกรรมยังขาดการบริหารจัดการที่ดี ไม่ปฏิบัติตามกฎหมาย และขาดความรับผิดชอบต่อสังคม (สำนักบริหารจัดการกากอุตสาหกรรม, 2555) ซึ่งพบว่าทองแดงถูกนำมาใช้มากในอุตสาหกรรมการผลิตอุปกรณ์ไฟฟ้า อิเล็กทรอนิกส์ อุตสาหกรรมเครื่องประดับ อุตสาหกรรมก่อสร้าง อุตสาหกรรมยานยนต์ เครื่องใช้ในครัวเรือน อุปกรณ์ทำความเย็น และการผลิตทองเหลือง เป็นต้น (ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตราย, 2558) นอกจากนี้ยังใช้ในการเรียนการสอนระดับอุดมศึกษา (ภาคผนวก ก) ซึ่งปริมาณการใช้ทองแดงมากเป็นอันดับสามของประเทศไทยรองจากเหล็กและอะลูมิเนียม (สำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม, 2556) ทองแดงเป็นโลหะหนักที่คงทนอยู่ในสิ่งแวดล้อม และมีความเป็นพิษแม้มีปริมาณน้อย ดังนั้นเมื่อปนเปื้อนลงสู่แหล่งน้ำแล้วอาจส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตทั้งในทางตรงและทางอ้อม (ศูนย์ข้อมูลพิษวิทยา, 2556) ตามมาตรฐานน้ำทิ้งของประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมฉบับที่ 2 (พ.ศ. 2539) กำหนดให้มีค่าทองแดงไม่เกิน 2 มิลลิกรัมต่อลิตร แต่น้ำเสียจากอุตสาหกรรมมักมีค่าสูงกว่าค่ามาตรฐานน้ำทิ้งหลายเท่า ดังนั้นหากไม่ทำการบำบัดทองแดงออกจากน้ำเสียดังกล่าวก่อนปล่อยลงสู่แหล่งน้ำตามธรรมชาติ ย่อมส่งผลกระทบต่อแหล่งน้ำ (Chen *et al.*, 2013)

กระบวนการที่นิยมใช้ในการกำจัดโลหะทองแดงในน้ำเสีย คือ การตกตะกอนด้วยไฮดรอกไซด์หรือซัลไฟด์เพราะเป็นกระบวนการที่ง่ายและราคาถูก แต่มีข้อเสียคือกรณีที่น้ำเสียมีโลหะหนักปะปนอยู่หลายชนิดต้องมีการปรับค่าพีเอชอยู่ในช่วงที่ทำให้โลหะหนักแต่ละชนิดตกตะกอนได้ดีที่สุด ทำให้ต้องมีการทำงานหลายขั้นตอน นอกจากนี้การตกตะกอนเกิดได้ช้า จมตัวได้ยากทำให้มีตะกอนบางส่วนไหลปนออกไปกับน้ำทิ้ง ตะกอนสามารถละลายได้เมื่ออยู่ในสิ่งแวดล้อมที่มีสภาวะเหมาะสม จึงจัดเป็นของเสียอันตรายที่ต้องมีการทำลายฤทธิ์ก่อนจะนำไปฝังกลบ นอกจากนี้การตกตะกอนด้วยไฮดรอกไซด์ไม่สามารถนำไปใช้กับน้ำเสียที่มีสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทองแดง เนื่องจากพันธะของลิแกนด์-โลหะทองแดงมีความเสถียรมากกว่าพันธะของไฮดรอกไซด์-โลหะทองแดง (Manova *et al.*, 2011) การกำจัดโลหะทองแดงจากน้ำเสียวิธีหนึ่งที่น่าสนใจ คือกระบวนการเฟอร์ไรท์ซึ่งใช้สารเคมีน้อย พื้นที่ในการบำบัดน้อย ค่าใช้จ่ายในการบำบัดค่อนข้างต่ำสามารถนำไปใช้กับกรณีที่มีโลหะหนักปะปนอยู่หลายชนิด และน้ำเสียที่มีสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะทองแดง นอกจากนี้ตะกอนที่เหลือจากการบำบัดมีโครงสร้างทางเคมีเป็นสารประกอบคิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) ซึ่งจัดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานาโน (Rashad *et al.*, 2012)

สารประกอบคิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) มีโครงสร้างผลึกแบบสัณฐานขนาด 1-10 nm (Stefania *et al.*, 2014) เป็นอนุภาคนาโนที่มีลักษณะละเอียด หนัก แยกตะกอนได้เร็ว เสถียรต่อการชะละลายของตัวทำละลายกรด-เบส และสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาต่างๆ (Rashad *et al.*, 2012)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้แก่ ปฏิกิริยาสังเคราะห์ α -aminonitriles (Gharib *et al.*, 2014) ปฏิกิริยาสังเคราะห์ Pyrimidine (Dandia *et al.*, 2013) ปฏิกิริยากำจัดสี่อ้อมอินทรีย์ (Mahmoodi *et al.*, 2013) และใช้ร่วมกับอะลูมิเนียมออกไซด์ในการกำจัดอีเธอร์ (Hirunsit & Faungnawakij, 2013)

นอกจากนี้ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม ย่อมมีเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร หรือกากจากกระบวนการผลิตในอุตสาหกรรมเกษตรจำนวนมากที่ต้องกำจัด เช่น แกลบ ชานอ้อย กากปาล์ม กากมันสำปะหลัง ชังข้าวโพด เป็นต้น (สำนักบริหารจัดการกากอุตสาหกรรม) จากการศึกษาพบว่าเศษวัสดุเหลือใช้ดังกล่าว เป็นแหล่งชีวมวลจากธรรมชาติที่สามารถนำมาใช้ผลิตเอทานอลได้ แต่ราคาจำหน่ายของเอทานอลไม่สอดคล้องกับภาระต้นทุนของการผลิต (Dolgyku *et al.*, 2015) นอกจากนี้เอทานอลยังเป็นสารกึ่งกลางของการผลิตสารเคมีอื่นได้โดยการเลือกใช้ปฏิกิริยาเคมีและตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงไฮโดรเจน (Hydrogen Fuel), สารประกอบไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbons), 1-บิวทานอล (1-Butanol), ไดเอทิล อีเทอร์ (Diethyl Ether), อะซีโตน (Acetone), กรดอะซิติก (Acetic acid), เอทิล แอซิเตต (Ethyl Acetate) และ อะเซทัลดีไฮด์ (Acetaldehyde) เป็นต้น (Sun & Wang, 2014)

โครงการวิจัยนี้จึงสนใจการใช้เอทานอลเป็นสารกึ่งกลางเพื่อเปลี่ยนเป็นสารเคมีตัวอื่นผ่านทางปฏิกิริยาเคมี เพื่อให้ได้ผลิตผลเป็นอะเซทัลดีไฮด์ เพราะอะเซทัลดีไฮด์ถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ได้แก่ เป็นสารกึ่งกลางของการผลิตสารเคมีอื่นหลายชนิด เช่น acetic anhydride, cellulose acetate, vinyl acetate resin, การสังเคราะห์อนุพันธ์ของ pyridine, terephthalic acid และ peracetic acid, ใช้ในการผลิตน้ำหอม, ใช้เป็นสารกันบูดในผลไม้และเนื้อปลา, ใช้เป็นสารแต่งรสธรรมชาติ, เป็นตัวทำละลายในอุตสาหกรรมยาง พอกหนัง, กระจก และทำกระจกเงา เป็นต้น (สุทธิพัฒน์, 2559) นอกจากนี้ยังมีราคาที่สูงกว่าเอทานอลหลายเท่าตัว (Baden, 2011)

การสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์จากเอทานอลด้วยปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา มีข้อดีคือ การแยกออกจากของผสมหลังการเกิดปฏิกิริยาาง่ายกว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยการใช้ออกซิเจน หรือปฏิกิริยาการเพิ่มน้ำของอัลคีน แต่ปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเดิมมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความอันตรายมาก ได้แก่ โครเมตหรือเปอร์แมงกาเนต นอกจากนี้พบว่าประสิทธิภาพการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์ไม่เกินร้อยละ 50 และเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงกลายเป็นสารอื่นไม่ใช่อะเซทัลดีไฮด์ที่ต้องการ (Zaccheria *et al.*, 2006) ต่อมามีการพัฒนาใช้โลหะมีค่าต่างๆเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น นิกเกิล ทอง โรเดียม ทองแดง เป็นต้น ซึ่งพบว่าทองแดงมีประสิทธิภาพเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงแต่ยังพบปัญหาความเสื่อมของตัวเร่งปฏิกิริยา (Redina *et al.*, 2015) ในปัจจุบันจึงมีการพัฒนาใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานาโน เพราะมีขนาดเล็ก พื้นที่ผิวสูง และสามารถแยกออกจากของผสมในปฏิกิริยาได้ง่าย (การะเกด, 2556)

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเสนอทางเลือกหนึ่งในการประยุกต์ใช้ของเสียทางเคมีให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยนำตะกอนควปรัสเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการบำบัดของน้ำเสียสังเคราะห์ทองแดง มาวิเคราะห์ความเหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD),

องค์ประกอบของโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrophotometer, XRF) และทดสอบความเสถียรของผลึกต่อการชะละลายตามวิธีมาตรฐานที่มาจาก United State Environmental Protection Agency (U.S.EPA) โดยวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลในโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ได้ด้วยปฏิกิริยาเคมีด้วยปฏิกิริยากับสารประกอบไนโตรเจน, วิเคราะห์หมู่แอลดีไฮด์ในโมเลกุลด้วยปฏิกิริยากับทอลเลนส์รีเอเจนต์ (Tollens' reagent) วิเคราะห์ความเป็นแอลิเฟติกแอลดีไฮด์ด้วยปฏิกิริยากับสารละลายเบนดิคต์ และยืนยันโครงสร้างทางเคมีของผลิตภัณฑ์ได้ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโคปีซึ่งประกอบด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Infrared Spectroscopy) นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy) และ แมสสเปกโทรสโคปี (Mass Spectroscopy) โดยเทคนิคดังกล่าวมีประสิทธิภาพสูงสำหรับการตรวจโครงสร้างของสารประกอบอินทรีย์

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของตะกอนเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์
2. เพื่อศึกษาโครงสร้างโมเลกุลที่ได้จากปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโคปี
3. เพื่อศึกษาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลที่ได้จากปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปฏิกิริยาเคมี
5. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับชาติ หรือตีพิมพ์เผยแพร่ในการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้ของโครงสร้างผลึกของคิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์ เพื่อยืนยันความเหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์ ได้แก่
 - 1.1 ยืนยันการมีโครงสร้างผลึกของโลหะเฟอร์ไรท์โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)
 - 1.2 ยืนยันองค์ประกอบของโครงสร้างผลึกของโลหะเฟอร์ไรท์โดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF)
 - 1.3 ทดสอบความเสถียรของตะกอนตามวิธีมาตรฐานสำหรับทดสอบการชะละลายที่มาจาก United State Environmental Protection Agency (U.S.EPA) ด้วยวิธี Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP): SW-846 Method 1311 โดยนำน้ำชะละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเหล็กและทองแดงด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
2. ศึกษาโครงสร้างโมเลกุลที่ได้จากปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยใช้ตะกอนเฟอร์ไรท์หลังผ่านการแคลไซน์จากน้ำเสียสังเคราะห์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโคปี ได้แก่

2.1 การวิเคราะห์หาแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรด โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR))

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การวิเคราะห์ค่า Chemical shifts และอัตราส่วนของโปรตอนแต่ละชนิดเพื่อหาหน่วยโครงสร้าง โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer)

2.3 การวิเคราะห์รูปแบบการแตกหักและน้ำหนักโมเลกุลโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรมิเตอร์ (Gas Chromatography –Mass Spectrometer (GC-MS))

2.4 การวิเคราะห์สูตรโครงสร้างที่ได้จากปฏิกิริยา โดยอาศัยข้อมูลจากสเปกตรัมที่ได้จากข้อ 2.1-2.3 ร่วมกัน

3. ศึกษาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลที่ได้จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปฏิกิริยาเคมี

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

เกิดองค์ความรู้ในการกำจัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนโลหะหนัก

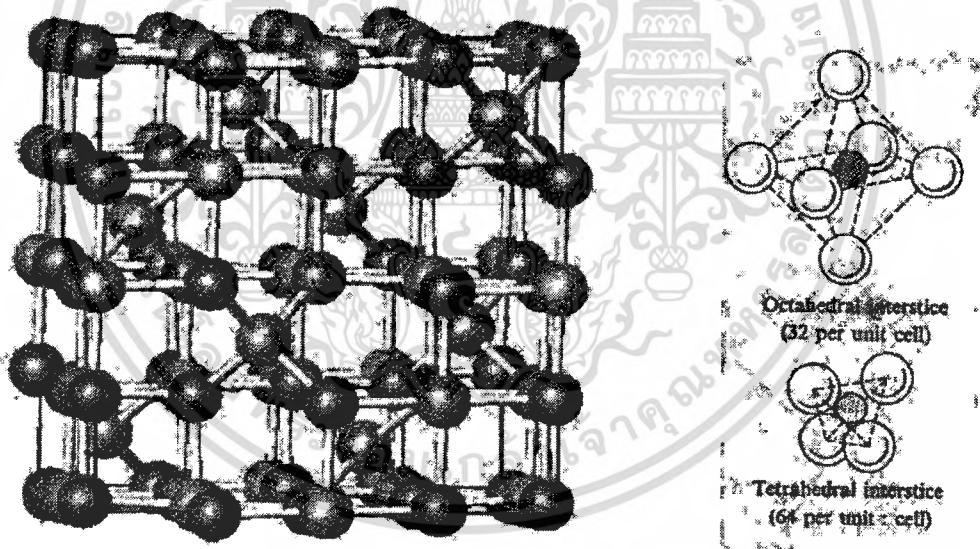


บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

สารประกอบคิวปริสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) ซึ่งมีสูตรทั่วไปคือ $\text{CuO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ โดยที่ Cu เป็นไอออนโลหะที่มีประจุบวกสอง ซึ่งมีรัศมีไอออนิกประมาณ 0.06 ถึง 0.1 nm. ลักษณะของเซลล์หน่วยที่เล็กที่สุด มี CuFe_2O_4 8 โมเลกุลต่อ 1 เซลล์หน่วย การเรียงตัวของไอออนออกซิเจนในแลตทิซผลึกเป็นโครงสร้างแบบชิดที่สุด Cubic Close Packing ซึ่งมีช่องว่าง 2 แบบคือ แบบออกตระฮีดรัล และเตตระฮีดรัล โดยแคทไอออนจะเข้าไปอยู่ตามช่องว่างนี้ โดยช่องเตตระฮีดรัลถูกขยายขนาดโดยการเคลื่อนที่ของไอออนออกซิเจนทั้ง 4 ไอออน ออกไปตามแนวเส้นทแยงมุมของสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ ทำให้ช่องช่องเตตระฮีดรัลขยายขนาดขึ้นเกือบเท่ากับช่องออกตระฮีดรัล (Faungnawakij *et al.*, 2009) ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของคิวปริสเฟอร์ไรท์

CuFe_2O_4 แสดงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กแบบซอเฟท์ เพราะค่าแมกเนติกโมเมนต์สุทธิที่เกิดขึ้นใน 1 ซับเซลล์ของ $\text{CuO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_4$ ที่มีโครงสร้างแบบอินเวิร์ตสไปเนล สามารถพิจารณาได้ดังนี้คือ เมื่ออะตอมของเหล็กถูกไอออนไนซ์ไปเป็นเหล็ก (II) ไอออนหลังจากที่สูญเสียอิเล็กตรอนที่อยู่ใน 4s ออร์บิทัล ไป 2 ตัว จะทำให้เหลืออิเล็กตรอนเดี่ยวใน 3d ออร์บิทัล จำนวน 4 ตัว ในขณะที่เหล็กเมื่อถูกไอออนไนซ์ไปเป็นเหล็ก (III) ไอออน จะทำให้สูญเสียอิเล็กตรอนที่อยู่ใน 4s ออร์บิทัล 2 ตัว และ 3d ออร์บิทัล 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัว จึงเหลืออิเล็กตรอนเดี่ยวใน 3d ออร์บิทัล จำนวน 5 ตัว อิเล็กตรอนเดี่ยวหนึ่งตัวจะมีค่าแมกเนติกโมเมนต์เท่ากับ 1 Bohr magneton ดังนั้นเหล็ก(II)ไอออนจึงมี 4 Bohr magneton และเหล็ก(III)ไอออนจึงมี 5 Bohr magneton (Chaiyaraksa and Klaikeow, 2006) ส่วนอะตอมของทองแดงถูกไอออนไนซ์ไปเป็นทองแดง (II) ไอออนหลังจากที่สูญเสียอิเล็กตรอนที่อยู่ใน 4s ออร์บิทัล 2 ตัว จึงเหลืออิเล็กตรอนเดี่ยวใน 3d ออร์บิทัล จำนวน 1 ตัว ดังนั้นเมื่อนำวัสดุเฟอร์ไรต์วางในสนามแม่เหล็กแมกเนติกโมเมนต์ของไอออนที่อยู่ในออกตะฮีดรัลไซต์และเตตระฮีดรอลไซต์จะสวนทิศกันดังตารางที่ 2.1 (Veis et al., 2013)

ตารางที่ 2.1 การจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอนของธาตุแทรนซิชันใน Spinel CuFe_2O_4 nanocatalyst

Ion	Number of electrons	Electron configuration 3d orbitals	Ionic magnetic moment (Bohr magnetons)
Fe^{3+}	23	↑ ↑ ↑ ↑ ↑	5
Fe^{2+}	24	↑↓ ↑ ↑ ↑ ↑	4
Cu^{2+}	27	↑↓ ↑↓ ↑↓ ↑↓ ↑	1

การกระจายไอออนโลหะของ CuFe_2O_4 เป็นแบบอินเวอร์สสไปแนลโดย Cu^{2+} 8 ไอออน เข้าอยู่ใน 8 ช่องออกตะฮีดรัล ส่วน Fe^{3+} 16 ไอออน โดยมี 8 ไอออนอยู่ใน 8 ช่องเตตระฮีดรัล และอีก 8 ไอออนอยู่ใน 8 ช่องออกตะฮีดรัล ดังนั้นวัสดุเฟอร์ไรต์ คือ $\text{CuO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ทำให้แมกเนติกโมเมนต์ของทองแดง (II) ในออกตะฮีดรัลไซต์จะหักล้างกับเหล็ก (III) ในเตตระฮีดรอลไซต์ และออกตะฮีดรัลไซต์เท่ากับ 1 Bohr magneton ในซับเซลล์ หรือ $1 \times 8 = 8$ Bohr magneton ค่าโมเมนต์เกิดขึ้นเนื่องจากการหมุนของอิเล็กตรอนเดี่ยวที่อยู่ออร์บิทัลภายใน ในแต่ละซุดมีทิศทางตรงข้ามกันแต่ไม่หักล้างกันจนหมด ทำให้เกิดสภาวะแม่เหล็กแบบ Ferrimagnetism (สันทัด, 2552) ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเสนอแนวทางในการสังเคราะห์คิวิปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์ โดยการเติมไอออนของเหล็ก (II) ในน้ำเสียที่มีไอออนทองแดง (II) ในสภาวะที่เป็นเบสจะได้ สารละลายไฮดรอกโซคอมเพลก (Hydroxo complex) ของไอออนเหล็ก (II) และไอออนทองแดง (II) ซึ่งเป็นพวกนอนเฟอร์ไรต์แมกเนติก เมื่อผ่านก๊าซออกซิเจนลงในสารละลายไฮดรอกโซคอมเพลก (Hydroxo complex) ดังกล่าว

ตารางที่ 2.2 ค่าแมกเนติกโมเมนต์สุทธิต่อโมเลกุลของ CuFe_2O_4

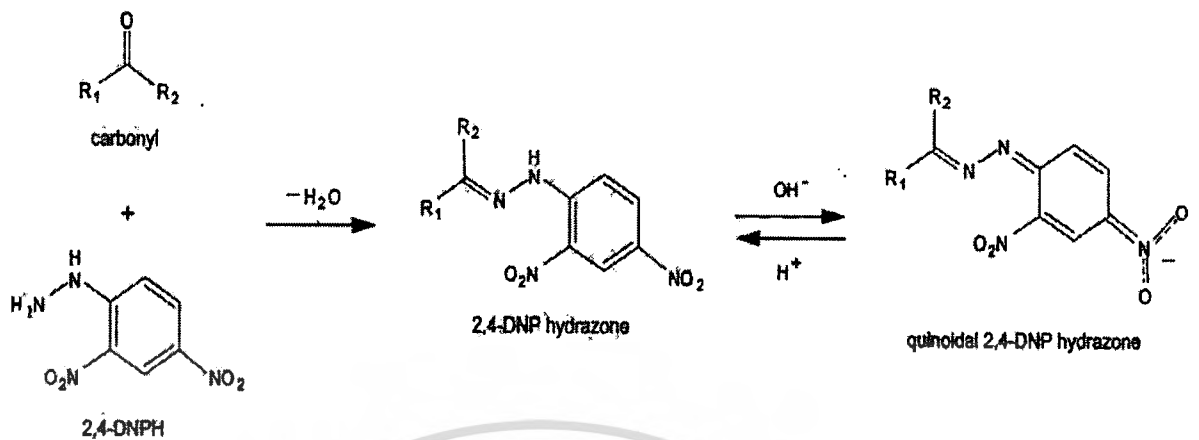
Ferrite	Structure	Tetrahedral site occupied	Octahedral site occupied	Net magnetic moments
$\text{CuO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	Inverse spinel	Fe^{3+} 5 ←	Cu^{2+} Fe^{3+} 1 5 → →	1

ในสถานะที่เหมาะสมจะเกิดเป็นเฟอร์โรสิคคอมเพลก (Ferrosic complex) (Chaiyaraksa & Klaikeow, 2006) หลังจากนั้นเบสจะไปโพลีเมอร์ไรซ์เฟอร์โรสิคคอมเพลก ได้สารประกอบคิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) นำมาผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่น้ำสารอินทรีย์ และก๊าซต่างๆที่อยู่ในตะกอน จนได้เฟสบริสุทธิ์ (Agouriane et al. 2016, Kofenstein et al. 2014) จากนั้นวิเคราะห์ความเหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนี้

- องค์ประกอบของโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF) ซึ่งเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุหรือองค์ประกอบทางเคมีโดยอาศัยหลักการของรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ไปตกกระทบตัวอย่างธาตุที่อยู่ในตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีเอกซ์ แล้วปลดปล่อยพลังงานออกมา โดยพลังงานที่ปลดปล่อยหรือ fluorescence มีความยาวคลื่นเฉพาะธาตุและความเข้มของ fluorescence ที่ได้สัมพันธ์กับปริมาณของธาตุในตัวอย่าง (Balagurov et al. 2013)
- วิเคราะห์การมีโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิวัฒนาการขององค์ประกอบของสารตัวอย่าง โดยปกติผลึกจะมีลักษณะการเรียงตัวของอะตอมเป็นชั้นๆ ซึ่งลักษณะการเรียงตัวจะแตกต่างกันไปในผลึกแต่ละชนิดซึ่งเป็นค่าเฉพาะตัว เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกจะทำให้เกิดการกระเจิงของรังสีเอกซ์จากชุดระนาบเหล่านี้ โดยเป็นไปตามกฎของแบรกก (Bragg's law)

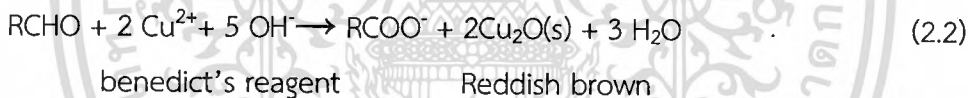
จากนั้นนำคิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ได้จากปฏิกิริยา โดยอาศัยข้อมูลจากปฏิกิริยาเคมีที่ได้ดังกล่าวร่วมกัน จากนั้นศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของอะเซทัลดีไฮด์ที่ได้จากปฏิกิริยาดีไฮโดรจิเนชันของเอทานอล โดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคทางทางสเปกโทรสโคปีค ได้แก่

- การวิเคราะห์หาแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรด $\text{C}=\text{O}$ ร่วมกับแถบการยืดพันธะ $\text{C}-\text{H}$ ของหมู่ฟังก์ชันอัลดีไฮด์ โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาเคมีระหว่างหมู่คาร์บอนิลกับ 2,4-Dinitrophenylhydrazine

- วิเคราะห์ความเป็นแอลิเฟติกแอลดีไฮด์ โดยทำปฏิกิริยากับสารละลายเบนเดคิตต์ ซึ่งเป็นสารออกซิไดส์สำหรับทดสอบแอลิเฟติกแอลดีไฮด์ให้ผลการทดลองเป็น positive test โดยเกิดเป็นตะกอนสีแดงอิฐของคอปเปอร์(I) ออกไซด์ ได้ปฏิกิริยาดังสมการที่ 2.2 (Garcia *et al.*, 2016)



การกำจัดโลหะทองแดงด้วยการเปลี่ยนเป็นคิวปริสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) มีข้อดีคือ ใช้สารเคมีน้อย พื้นที่ในการบำบัดน้อย ค่าใช้จ่ายในการบำบัดค่อนข้างต่ำ พันธะเคมีในตะกอนเฟอร์ไรท์มีความแข็งแรงจึงมีความเสถียรค่อนข้างสูง ตะกอนมีสมบัติเป็น Ferrimagnetism จึงสามารถแยกออกได้ง่าย นอกจากนี้วิธีการดังกล่าว ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนโลหะหนักหลายชนิด (Stefania *et al.*, 2014) และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปใช้เป็นคะตะลิสต์ในปฏิกิริยาทางเคมีจึงเป็นทางเลือกที่ควรพิจารณา เพื่อประยุกต์ใช้ของเสียทางเคมีให้เกิดประโยชน์สูงสุด (Rashad *et al.*, 2012)

ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงเสนอแนวทางการกำจัดโลหะทองแดงด้วยกระบวนการเฟอร์ไรท์ด้วยการเปลี่ยนเป็นคิวปริสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) หลังจากนั้นนำผลึกคิวปริสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) ที่ผ่านการแคลไซน์มาวิเคราะห์ความเหมาะสมของโครงสร้างและองค์ประกอบในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD), เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrophotometer, XRF) จากนั้นจึงนำผลึกคิวปริสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนของเอทานอล โดยวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของผลิตภัณฑ์ได้ด้วยปฏิกิริยาเคมีและตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีโดยใช้เครื่องมือเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิเคราะห์ทางสเปกโทรสโคปซึ่งเครื่องมือดังกล่าวมีประสิทธิภาพสูง สำหรับการตรวจสอบโครงสร้างของสารประกอบอินทรีย์

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Neramittagapong et al. (2008) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์จากปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยมีโลหะนิกเกิลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีวัสดุยึดเหนี่ยว ได้แก่ ทินออกไซด์ (SnO_2) อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) และซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) โดยใช้อุณหภูมิอยู่ในช่วง 250-350 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศ โดยมีปัจจัยที่ทำการศึกษาได้แก่ อัตราการเติมโลหะนิกเกิล ชนิดของวัสดุยึดเหนี่ยว ระยะเวลาในการเปลี่ยนเอทานอล และความจำเพาะต่ออะเซทัลดีไฮด์ โดยมีผลิตภัณฑ์หลักคือ อะเซทัลดีไฮด์ ผลิตรองได้แก่ เอทิลอะซิเตตและไดเอทิลอีเทอร์ ซึ่งพบว่าการใช้โลหะนิกเกิล 10 เปอร์เซ็นต์ ของปริมาณวัสดุยึดเหนี่ยวคือ ทินออกไซด์ (SnO_2) ที่อุณหภูมิ 300 °C โดยมีอัตราการสัมผัสที่ 0.05 กรัม นาที ต่อมิลลิลิตร สามารถทำให้ได้ปริมาณอะเซทัลดีไฮด์จากการสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลสูงสุด แต่พบว่าเมื่อใช้โลหะนิกเกิล 10 เปอร์เซ็นต์ ของปริมาณวัสดุยึดเหนี่ยวคือ ทินออกไซด์ (SnO_2) เป็นเวลามากกว่า 200 นาที จะทำให้ความตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง เพราะการเกิดพันธะของโลหะนิกเกิล—ทิน

Mahadavian L. (2011) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการเปลี่ยนเอทานอลเป็นอะเซทัลดีไฮด์โดยใช้ทินออกไซด์ (SnO_2) ซึ่งเป็นอนุภาคนาโนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้อุณหภูมิอยู่ในช่วง 0-170 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศตามปกติ อนุภาคนาโนดังกล่าวประกอบด้วย Sn^{4+} และ O^{2-} ดังนั้นในสถานะที่เอทานอลกลายเป็นไอ หมู่ฟังก์ชันนัลของเอทานอลคือ ไฮดรอกซิลกรุปจะทำปฏิกิริยาบนผิวทินออกไซด์ (SnO_2) โดยอะตอมออกซิเจนจะจับกับ Sn^{4+} ส่วนอะตอมของไฮโดรเจนจะจับกับ O^{2-} ทำให้เกิดปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากโมเลกุลของเอทานอลกลายเป็นอะเซทัลดีไฮด์ในที่สุด แต่อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อใช้ ทินออกไซด์ (SnO_2) เป็นเวลามากกว่า 4 ชั่วโมง จะทำให้คุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของทินออกไซด์ (SnO_2) ลดลงอย่างรวดเร็ว

Sam KK. (2013) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์จากเอทานอลโดยใช้โลหะเงินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากโมเลกุลของเอทานอล ที่อุณหภูมิระหว่าง 280-300 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศ 2-5 บรรยากาศ จากปฏิกิริยาดังกล่าว ปริมาณเอทานอล 75-80 เปอร์เซ็นต์สามารถเปลี่ยนเป็นอะเซทัลดีไฮด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99 เปอร์เซ็นต์

Zhu et al. (2014) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์อะโรมาติกแอลดีไฮด์จากอะโรมาติกแอลกอฮอล์โดยใช้คิวปริสเฟอร์ไรท์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากโมเลกุลของอะโรมาติกแอลกอฮอล์ ซึ่งพบว่าปฏิกิริยาสามารถดำเนินได้ด้วยดี และคิวปริสเฟอร์ไรท์สามารถแยกออกจากสารละลายได้ง่ายและใช้ซ้ำได้ 6 ครั้ง โดยที่คุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เปลี่ยนแปลง

Elena et al. (2015) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์อะเซทิลดีไฮด์จากเอทานอลโดยใช้โลหะผสมของทอง-ทองแดงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากโมเลกุลของเอทานอล ซึ่งพบว่าอัตราส่วนของโลหะผสม 0.2% ทองแดง/ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ที่อุณหภูมิ 250 °C และความดัน 1 บรรยากาศ จากผลการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์อะเซทิลดีไฮด์ที่มีความบริสุทธิ์เกือบ 100 เปอร์เซ็นต์ แต่อย่างไรก็ตามที่ความดันและอุณหภูมิเดียวกันอัตราส่วนของโลหะผสม 0.8% ทองแดง/ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) มีความเสถียรในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าโลหะผสม 0.2% ทองแดง/ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2)

Dolgykh et al. (2015) ได้ทำการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์สังเคราะห์อะเซทิลดีไฮด์จากสารละลายผสมของน้ำ-เอทานอลที่ได้จากการหมักชีวมวลในสภาวะไร้ออกซิเจน โดยใช้คิวปริสเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการให้ความร้อนแก่เอทานอลกลายเป็นไออยู่ในสภาวะเป็นไอของไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ น้ำ-เอทานอล-ไนโตรเจน เท่ากับ 1: 18.5: 17.5 ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิและเวลาดังกล่าวเกิดปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากโมเลกุลของเอทานอลโดยผลิตภัณฑ์ได้ 90 เปอร์เซ็นต์คือ อะเซทิลดีไฮด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99 เปอร์เซ็นต์

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 สารเคมี

1. คอปเปอร์ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต (Copper sulfate pentahydrate, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
2. เฟอร์รัสซัลเฟต (Ferrous sulfate) $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
3. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Sulfuric acid, H_2SO_4) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
4. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide, NH_4OH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย
5. สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ppm เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
6. นูจอลล์เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบสยี่ห้อ Metrohm รุ่น 827 บริษัท Metrohm ประเทศสวีเดน
2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น SpectrAA-200 บริษัท Compaq Hewlett Packard ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrophotometer, XRF) ยี่ห้อ Bruker AG รุ่น SRS 3400 บริษัท Bruker ประเทศเยอรมนี
4. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD) ยี่ห้อ Bruker AG รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker ประเทศเยอรมนี
5. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)
6. เครื่อง Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer (NMR)
7. เครื่อง Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS)
8. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AUX 220 บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 วิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างของตะกอนจากน้ำเสียสังเคราะห์

ก. การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่ปนเปื้อนโลหะทองแดงโดยมีความเข้มข้นไอออนทองแดงเท่ากับ 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเตรียมจากคอปเปอร์ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 7.8576 กรัม ปรับปริมาตรเป็น 1 ลิตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับพีเอชให้เท่ากับหรือต่ำกว่า 2 ด้วยกรดซัลฟูริกนำน้ำเสียสังเคราะห์ดังกล่าวไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของทองแดง และเหล็กโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยมีการควบคุมคุณภาพในห้องปฏิบัติการด้วย Reagent Blank

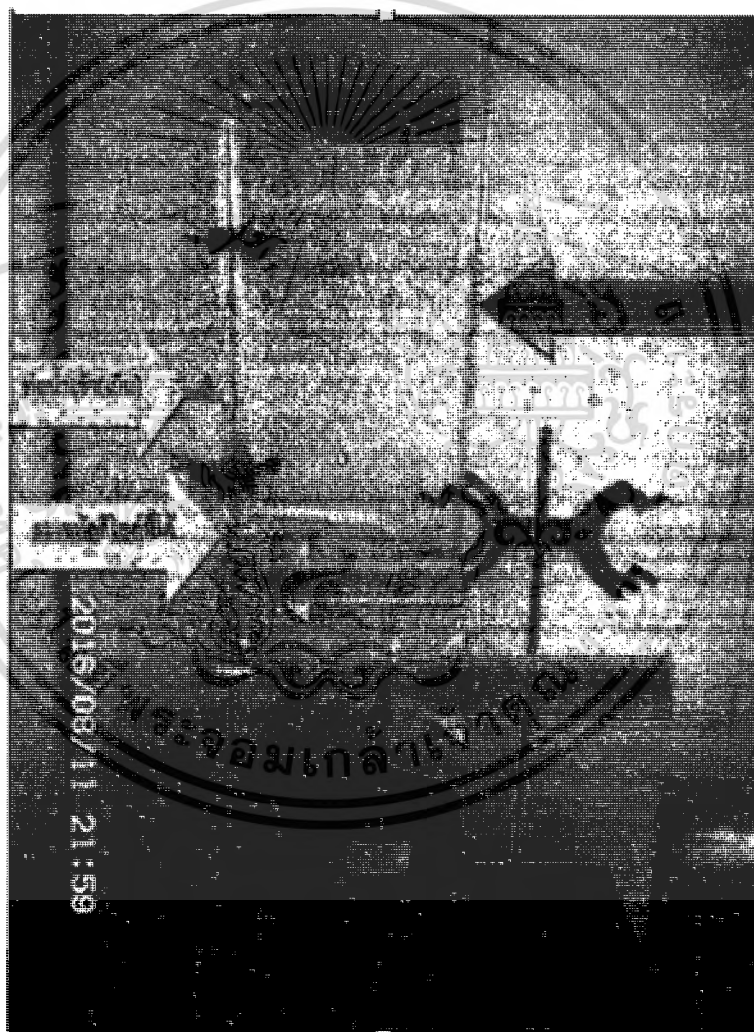
ข. ศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของตะกอนจากน้ำเสียสังเคราะห์ เพื่อยืนยันความเหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์อะเซทัลดีไฮด์ มีวิธีการทดลองดังนี้

1. ใส่ น้ำเสียสังเคราะห์ที่ปนเปื้อนโลหะทองแดง ปริมาตร 50 มิลลิตร ลงในรีแอกเตอร์ ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ
2. ปรับอุณหภูมิให้ได้ 70 องศาเซลเซียส และ ตรวจสอบอุณหภูมิภายในรีแอกเตอร์ด้วยเทอร์โมมิเตอร์
3. ปรับพีเอช ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ หรือ กรดซัลฟูริก ให้ได้ค่าพีเอชเท่ากับ 10 ปิดเตาละลายตั้งกล่าว 1 มิลลิตร ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นเริ่มต้นของทองแดง และเหล็ก โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
4. เติมเฟอร์รัสซัลเฟต ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของทองแดง: เหล็ก เท่ากับ 1:2 ลงในรีแอกเตอร์ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ
5. ทำการเติมอากาศ ทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา 90 นาทีโดยควบคุมพีเอชให้อยู่ในช่วง 10 ± 0.04 จดบันทึกสีของตะกอนที่ได้
6. กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ แล้วนำสารละลายส่วนใสมาวัดปริมาณของทองแดงและเหล็ก ที่เหลือโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์
7. นำตะกอนล้างด้วยน้ำกลั่นทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
8. นำตะกอนไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผลึกที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างของการผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ และองค์ประกอบของผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์
9. นำตะกอนที่ได้ทดลองการชะล้างด้วยวิธี TCLP โดยการบดตัวอย่างให้เป็นผงนำมา 5 กรัม ใส่ในตัวทำละลายซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมกรดไฮโดรคลอริก ที่มีค่าพีเอช 5.8 ในปริมาตร 50 มิลลิตร เขย่าตัวอย่างบนเครื่องเขย่า เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยใช้เครื่องเขย่าชนิด 200 รอบ/นาที กรอง

สารละลายโดยใช้กระดาษกรองใยแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดของรู 1 ไมครอน นำสารที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงและเหล็ก โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.2.2 ศึกษาความเป็นไปได้การใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาขจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

1. จัดอุปกรณ์สำหรับการผลิตอะเซทิลดีไฮด์จากปฏิกิริยาไฮโดรเจนออกจากเอทานอล ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ชุดทดลองปฏิกิริยาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้น

2. ตะกอนคิวปรัสเฟอร์ไรท์จาก 3.2.1 ที่ผ่านมาการแคลไซน์ มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใส่ในหลอดแก้ว

3. นำเอทิลแอลกอฮอล์จำนวน 100 มิลลิลิตร ใส่ ผ่านบิวเรต ซึ่งมีอัตราการไหลเข้าสู่ขวด ก้นกลมอยู่ที่ 40 มิลลิลิตร/ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่ 275 องศาเซลเซียส

4. เมื่อเอทิลแอลกอฮอล์กลายเป็นไอผ่านบนตัวเร่งปฏิกิริยาคิวปรัสเฟอร์ไรท์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนจากเอทานอลเป็นอะเซทัลดีไฮด์ โดยควบคุมในสภาวะที่มีการหล่อเย็นลงบน หลอดแก้วสำหรับเก็บ

5. ศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของผลิตภัณฑ์หลักของปฏิกิริยาใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ คิวปรัสเฟอร์ไรท์(CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคทางสเปกโทร สโคปิก ได้แก่

- การวิเคราะห์หาแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรด $\text{C}=\text{O}$ ร่วมกับแถบการยืดพันธะ $\text{C}-\text{H}$ ของหมู่ฟังก์ชันอัลดีไฮด์ โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR))

- การวิเคราะห์ค่า Chemical shifts และอัตราส่วนของโปรตอนแต่ละชนิดของอะ เซทัลดีไฮด์ เพื่อหาหน่วยโครงสร้างของอัลดีไฮด์ โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทร มิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer)

- การวิเคราะห์รูปแบบการแตกหักและน้ำหนักโมเลกุลของอัลดีไฮด์โดยใช้เครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรมิเตอร์ (Gas Chromatography -Mass Spectrometer (GC-MS)) จากนั้นวิเคราะห์สูตรโครงสร้างของอัลดีไฮด์ที่ได้จากปฏิกิริยา โดยอาศัยข้อมูลจากสเปกตรัมที่ได้จาก เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวร่วมกัน

3.2.3 ศึกษาวิเคราะห์กลุ่มฟังก์ชันนัลของผลิตภัณฑ์หลักด้วยปฏิกิริยาเคมี ที่ได้จาก ปฏิกิริยาการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลด้วย ปฏิกิริยาเคมี มีวิธีการทดลองดังนี้

1. ปฏิกิริยากับสารประกอบไนโตรเจนเพื่อวิเคราะห์หมู่คาร์บอนิลในโมเลกุล โดยการหยด สารผลิตภัณฑ์ได้ 4 หยด ในหลอดทดลอง และ 2,4 -dinitrophenylhydrazine 5 หยด เขย่าให้เข้ากัน และตั้งทิ้งไว้ ถ้าสารที่ทดลองมีฟังก์ชันนัลกรุปเป็นหมู่อัลดีไฮด์หรือคีโตนจะเกิดตะกอนสีเหลืองส้มของ อนุพันธ์ไฮดราโซน

2. ปฏิกริยากับทอลเลนส์รีเอเจนต์ เพื่อวิเคราะห์หมู่แอลดีไฮด์ เตรียม Tollens' reagent โดยเติมสารละลาย 5 % ซิลเวอร์ไนเตรต 1 มิลลิลิตรลงในหลอดทดลอง จากนั้นเติมสารละลาย 5 % โซเดียมไฮดรอกไซด์ 3 หยดจะเกิดตะกอนสีดำของซิลเวอร์ (I) ออกไซด์ แล้วค่อยๆ เติมสารละลาย 6 N แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่ละลายพร้อมทั้งเขย่าและใช้แท่งแก้วบดตะกอนจนตะกอนละลายหมด จากนั้นเติมสารที่ต้องการทดลอง 5 หยดลงในหลอดทดลองของ Tollens' reagent สังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงถ้าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงให้ต้มในอ่างน้ำร้อน ก่อนล้างหลอดทดลองให้ทำลายคราบเงินข้างหลอดทดลองและ Tollens' reagent ที่เกินพอด้วยสารละลายกรดไนตริกเจือจางก่อน

3. ปฏิกริยากับสารละลายเบนดิคต์ โดยวิเคราะห์ ความเป็นแอลิเฟติกแอลดีไฮด์โดยหยดสารที่ต้องการทดสอบ 4 หยด ลงในหลอดทดลองเติมสารละลายเบนดิคต์ 1 มิลลิลิตร เขย่าแล้วนำไปต้มในอ่างน้ำร้อนประมาณ 10 -15 นาที และสังเกตการเปลี่ยนแปลง



บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

การศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตอะเซทิลดีไฮด์จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยนำสภาวะที่เหมาะสมจากการทบทวนงานวิจัย แบ่งการศึกษาเป็น 4 ขั้นตอน ดังนี้ คือ (1) ศึกษาโครงสร้างผลึกของตะกอนเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์ (2) ศึกษาโครงสร้างโมเลกุลที่ได้จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอลโดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคทางทางสเปกโทรสโคปี (3) ศึกษาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลที่ได้จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปฏิกิริยาเคมี ได้ผลการศึกษาดังนี้

4.1 ผลศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างผลึกของตะกอนเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์

จากการศึกษาการกำจัดทองแดงจากน้ำเสียสังเคราะห์โดยเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรท์จากสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดทองแดง คือ อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ค่าพีเอชเริ่มต้น 10 ระยะเวลาเกิดปฏิกิริยา 90 นาที อัตราส่วนโมลของทองแดง : เหล็ก เท่ากับ 1 : 2 ต่อประสิทธิภาพในการกำจัดทองแดงความเข้มข้น 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยการทดลองแบบครั้ง จากการนำตะกอนไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นศึกษาความเหมาะสมของตะกอนจากน้ำเสียสังเคราะห์ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยนำวิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอนหลังการเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ โครงสร้างของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตรมิเตอร์และ ความเสถียรตะกอนโดยวิธี TCLP Test ตามลำดับ ดังต่อไปนี้

4.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

นำตะกอนหลังผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ไปวิเคราะห์องค์ประกอบของผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ ได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

	% Fe	% Cu	% O	Mole ratio (Fe: Cu: O)
ตะกอนหลังการเผา	41.1	32.2	26.1	1.45:1:3.20

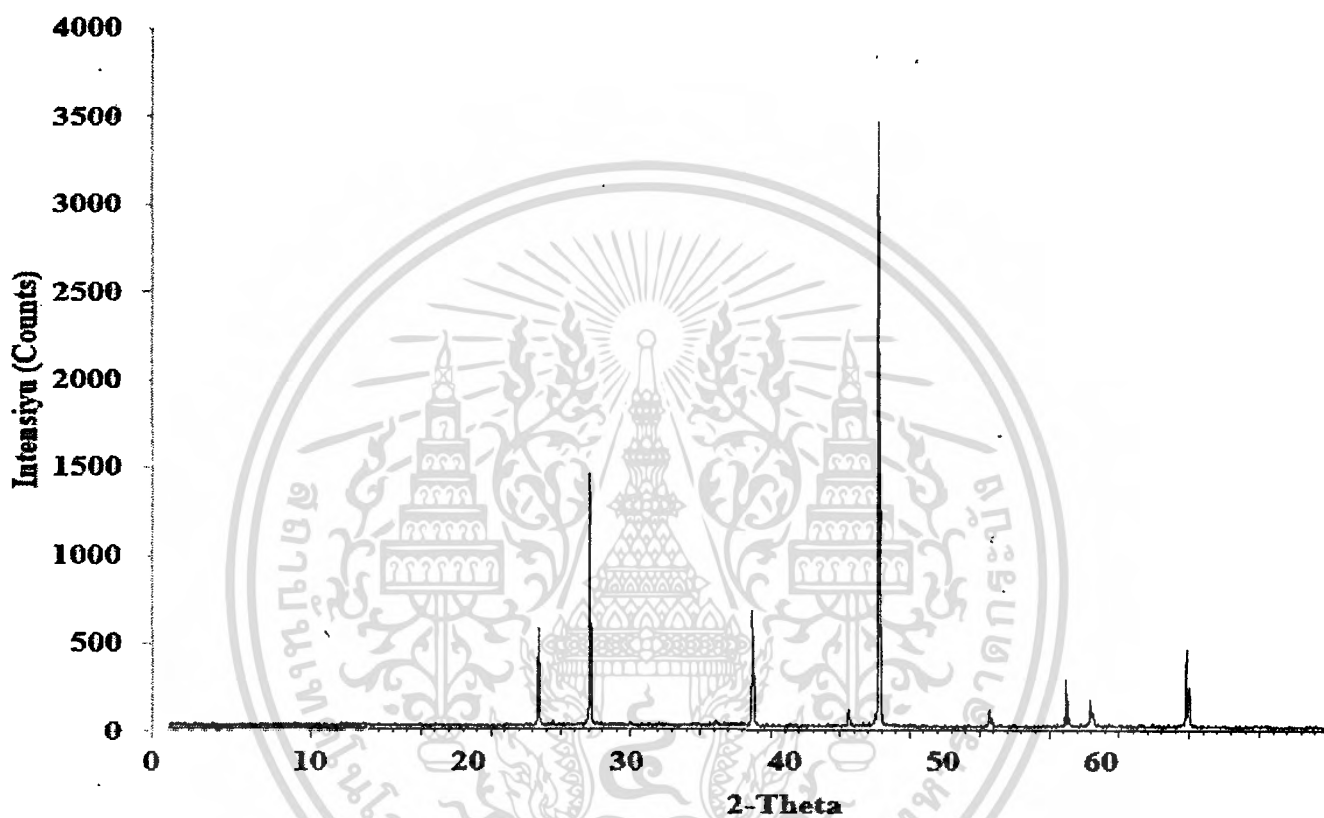
จากผลการทดลองพบว่าอัตราส่วนโมลของธาตุในตะกอนหลังการเผา ได้แก่ Fe : Cu : O เท่ากับ 1.45 : 1 : 3.20 ตามลำดับ ซึ่งไม่เป็นไปตามทฤษฎี ซึ่งควรเท่ากับ 2 : 1 : 4 ดังนั้นจึงเป็นไปได้ที่อาจเกิดการ

ตกตะกอนร่วมหลายรูปแบบ เช่น Cu_2O , Cu , FeO (OH) และ CuFe_2O_4 (Abbichler et al. 2016) หลังจาก
นั้นวิเคราะห์โครงสร้างของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ในขั้นตอนต่อไป

4.1.2 วิเคราะห์โครงสร้างของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์

นำตะกอนที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างของการผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ได้ผลดัง

รูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 โครงสร้างของตะกอนหลังการเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์

จากผลการทดลองการวิเคราะห์โครงสร้างของตะกอนหลังการเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์พบว่า มีตะกอนหลากหลายรูปแบบซึ่งเกิดจากการตกตะกอนร่วม ซึ่งมีโครงสร้างสอดคล้องกับ $\text{Cu}(0)$ (JCPDS: 89-5899), Cu_2O (JCPDS: 05-0667) และ $\alpha\text{-FeOOH}$ (JCPDS: 08-0098) และ CuFe_2O_4 (JCPDS: 00-034-0425) ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

1) ที่มุม $2\theta = 24^\circ, 39^\circ$ พีคที่เกิดขึ้นอาจเป็นของพีค copper nanoparticles (Cu(0)) ที่มี (h,k,l) สอดคล้องกับ (1,1,1), (2,0,0) ตามลำดับ (Chandra, Kumar และ Tomar, 2014)

2) ที่มุม $2\theta = 29.6^\circ$ และ 61.5° พีคที่เกิดขึ้นอาจเป็นพีคของ cuprite (Cu₂O) ที่มี (h,k,l) สอดคล้องกับ (1,1,0), (2,2,0) ตามลำดับ (Kooti และ Matouri, 2010)

3) ที่มุม $2\theta = 47.3^\circ, 55.3^\circ, 61.3^\circ, 69.1^\circ$ และ 69.4° พีคที่เกิดขึ้นอาจเป็นพีคของ orthorhombic α -FeOOH ที่มี (h,k,l) สอดคล้องกับ (4,1,0), (6,0,0), (0,2,0), (7,0,1) และ (1,1,3) ตามลำดับ (Yang et al. 2006)

4) ที่มุม $2\theta = 45.09, 47.3$ พีคที่เกิดขึ้นอาจเป็นพีคของ CuFe₂O₄ ที่มี (h,k,l) สอดคล้องกับ (2,2,0), (2,1,3) ตามลำดับ

ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ดังกล่าว ตะกอนที่ผ่านการเผาของน้ำเสียสังเคราะห์มีองค์ประกอบของโลหะทองแดงที่เป็นธาตุทรานซิชันในรูปนาโนพาร์ติเคิล (Nanoparticle) จึงมีความเป็นไปได้ในการนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้น (Jacobse et al. 2017) หลังจากนั้นศึกษาความเสถียรของตะกอนต่อการชะละลายด้วยวิธี TCLP Test ในขั้นตอนต่อไป

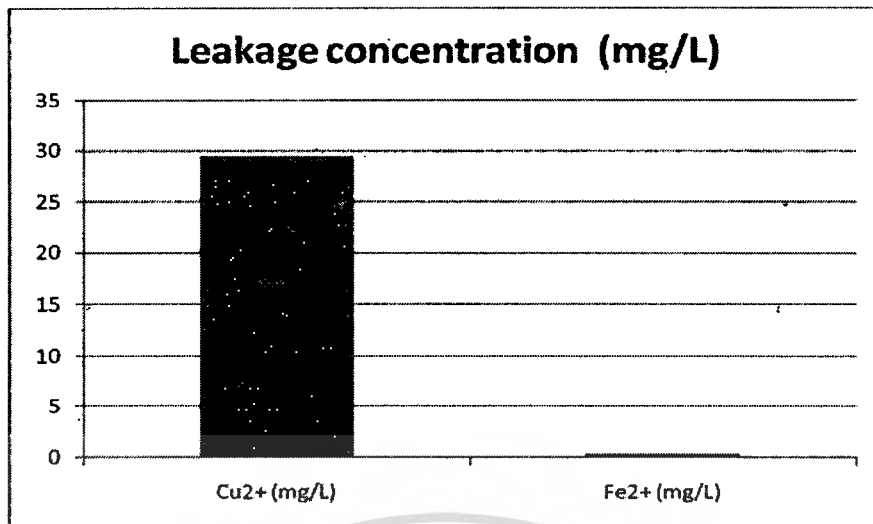
4.1.3 ทดสอบความเสถียรของตะกอนตามวิธีมาตรฐาน TCLP Test

จากการศึกษาการชะละลายของโลหะด้วยวิธี United State Environmental Protection Agency (U.S.EPA) ด้วยวิธี Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP): SW-846 Method 1311 โดยนำน้ำชะละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเหล็กและทองแดงด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลวิเคราะห์การชะละลายด้วย Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)

ตัวแปร	Cu ²⁺ (mg/L)	Fe ²⁺ (mg/L)
Leakage concentration	29.5105	0.4545

จากผลการทดลองการทดสอบการชะละลายโลหะหนักด้วยวิธี TCLP พบว่า ความเข้มข้นของการรั่วไหลของไอออนทองแดงและไอออนเหล็กออกจากตะกอนหลังการเผาจากการวัดปริมาณด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เท่ากับ 29.5105 mg / L และ 0.0455 mg / L ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.2



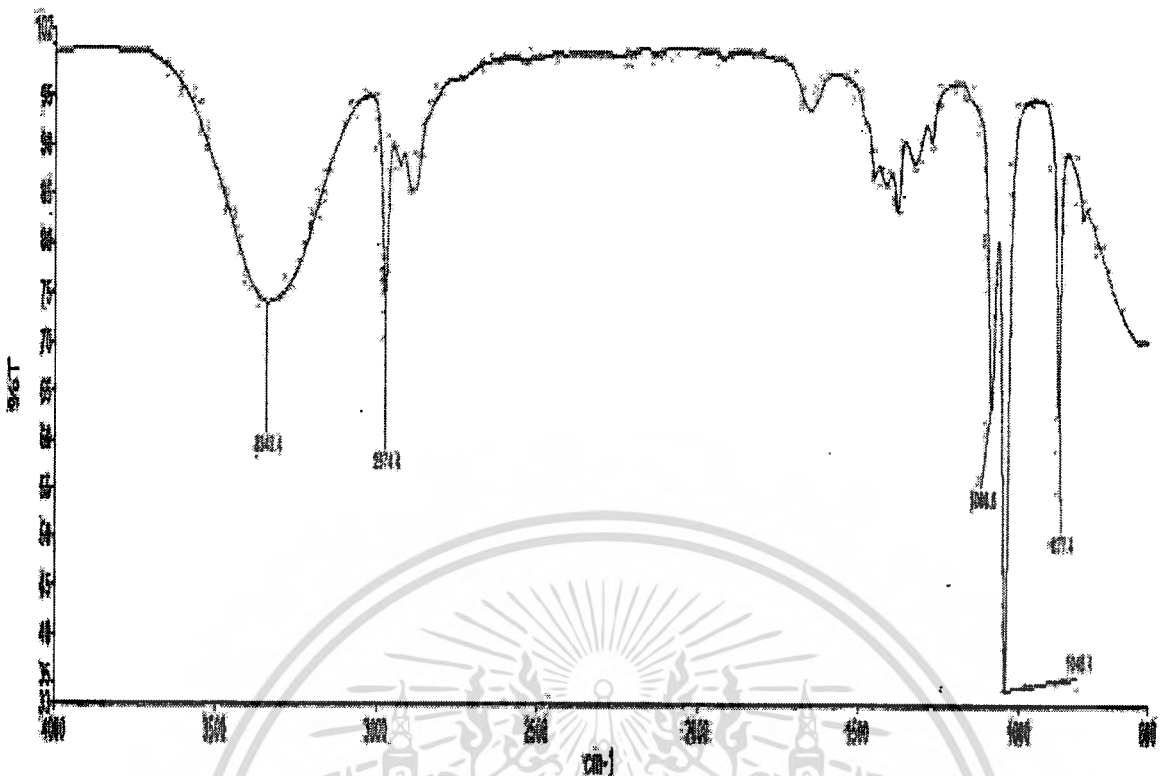
รูปที่ 4.2 ความเข้มข้นของไอออนทองแดงและเหล็กจากการทดสอบ TCLP

ซึ่งจากผลการทดลองดังกล่าวแสดงว่าตะกอนหลังการเผาอ่อนข้างมีความเสถียรต่อการชะละลาย ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอนหลังการเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ โครงสร้างของตะกอนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์และ ความเสถียรตะกอนโดยวิธี TCLP Test ตะกอนดังกล่าว ค่อนข้างมีความเหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จึงนำไปทดลองเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัส-เฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้นในสภาวะกรดในขั้นต่อไป

4.2 ผลศึกษาความเป็นไปได้ของการใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการผลิตอะเซทิลดีไฮด์จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล โดยมีการจัดรูปแบบการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1 หลังจากนั้นศึกษาโครงสร้างโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ได้จากปฏิกิริยาจัดไฮโดรเจนออกจากเอทานอล ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ที่ได้ผลดังนี้

4.2.1 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)

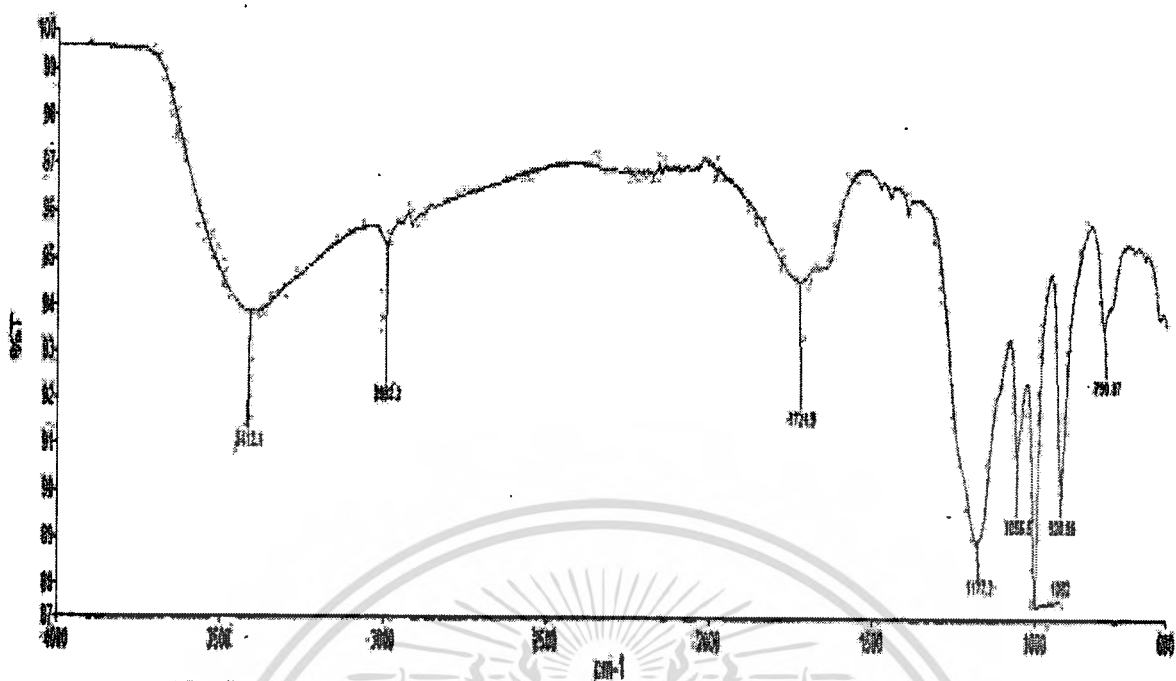
ผลการวิเคราะห์เพื่อหาฟังก์ชันนัลกรุปของโมเลกุลของผลิตภัณฑ์โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 IR Spectrum ของปฏิกิริยาโดยไม่ใช่ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากรูปที่ 4.3 แสดง FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาที่ไม่ใช่ตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า มีพีคกว้างเกิดขึ้นที่ประมาณ $3,343 \text{ cm}^{-1}$ และพีคที่มีความแหลมคมเกิดขึ้นประมาณ $1,045 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าเป็นพีคที่เกิดจากการสั่นยืดของ O-H และ C-O ของ 1° ของ อะลิฟาติกแอลกอฮอล์ ตามลำดับ (รูปที่ ข-1)

ต่อมาจึงทำการทดลองวิเคราะห์ฟังก์ชันนัลกรุปของโมเลกุลของผลิตภัณฑ์จากการใช้คิวบรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้นในสถานะเป็นกรดเจือจาง ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 IR Spectrum ของปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

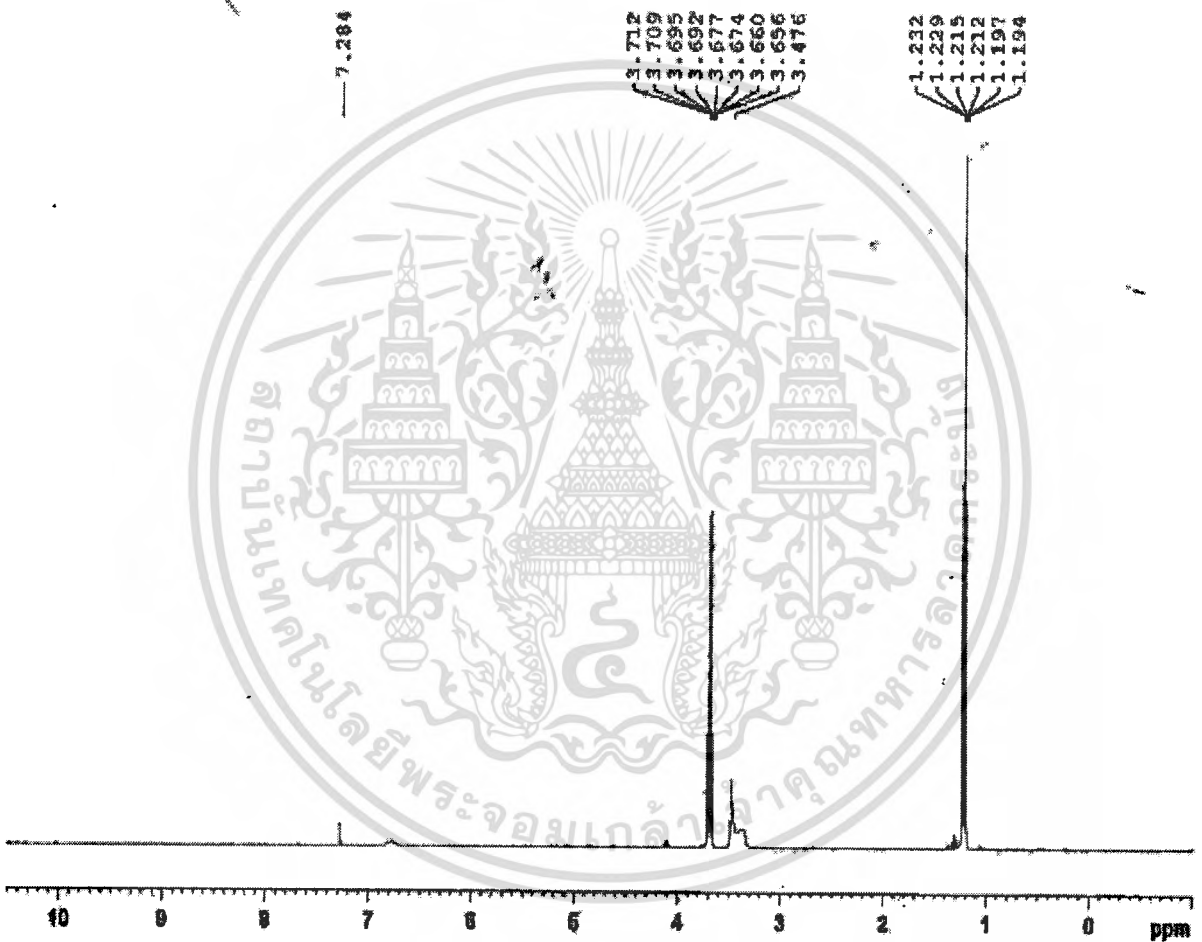
สำหรับผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาการเร่งปฏิกิริยามีพีคที่สำคัญเกิดขึ้นดังสรุปในตาราง 4.3 ซึ่งจากข้อมูลของ FT-IR spectrum อาจสันนิษฐานได้ว่าผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของคิวปรัสเฟอร์ไรท์จากน้ำเสียสังเคราะห์ อาจประกอบด้วยสองสารประกอบ ได้แก่ 1° aliphatic alcohols (รูปที่ ข-1) และ 1° aliphatic ether (รูปที่ ข-2)

ตารางที่ 4.3 FTIR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Frequency (cm ⁻¹)	modes
3,412	O-H stretching
1,056	C-O stretching couple with C-C stretching of 1° of aliphatic alcohol
2,992	CH stretching of aliphatic
1,172	C-O-C asymmetric stretching of aliphatic ether
1,002	C-O-C symmetric stretching of aliphatic ether

4.2.2 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer)

ผลการวิเคราะห์เพื่อหาโครงสร้างของโมเลกุลของผลิตภัณฑ์โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.5



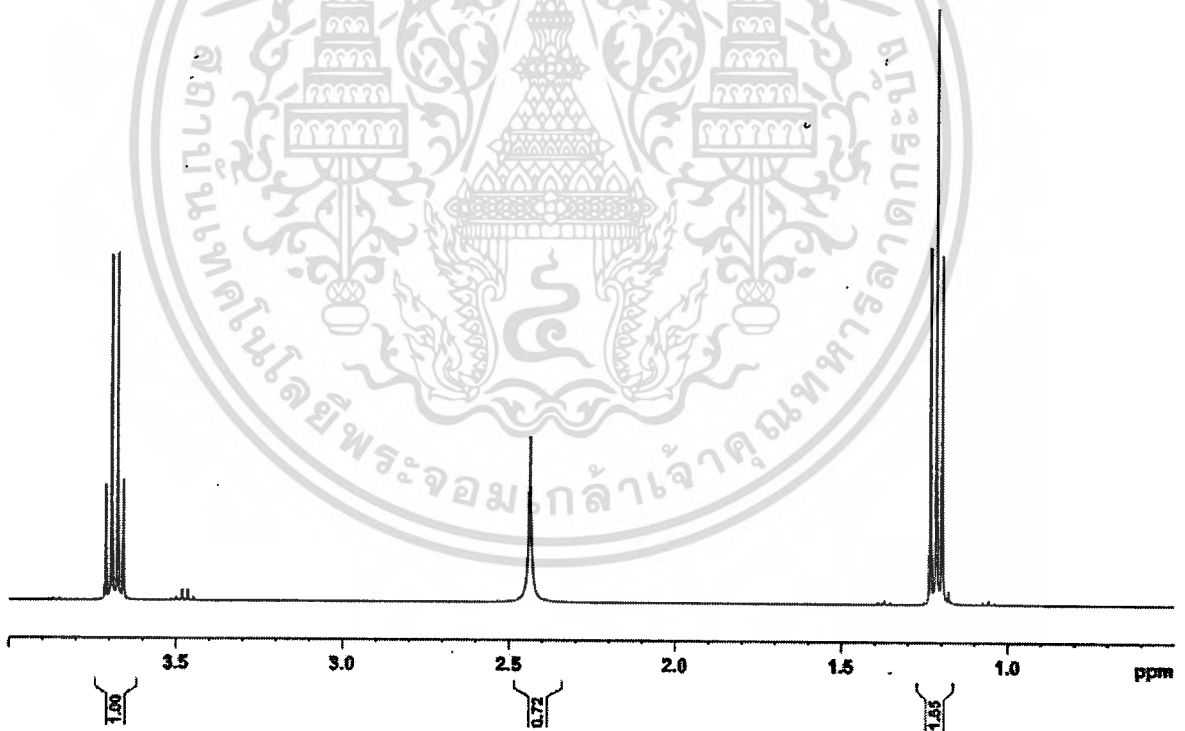
รูปที่ 4.5 NMR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากผลการทดลองดังกล่าว สามารถสรุปข้อมูล NMR spectrum ที่สำคัญของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 NMR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Proton Chemical shift (ppm)	Peaks	Molecule group
1.2	A triplet	CH ₃
3.7	A quartet	CH ₂
3.5	A singlet	OH

ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์ NMR spectrum อาจสันนิษฐานว่าสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอาจจะเป็นเอทานอล ต่อมาจึงทำการทดลองวิเคราะห์โครงสร้างของโมเลกุลของผลิตภัณฑ์จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจากน้ำเสียสังเคราะห์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีเอทานอลเป็นสารตั้งต้นในสถานะเป็นกรดเจือจาง ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 NMR Spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากผลการทดลองดังกล่าว สามารถสรุปข้อมูล NMR spectrum ของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.5

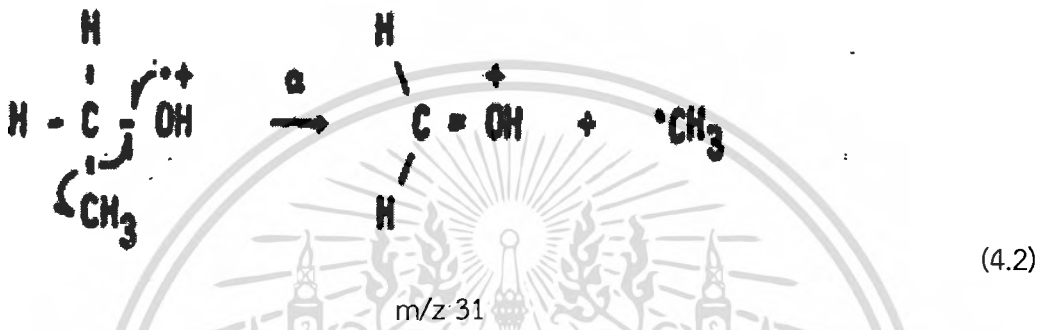
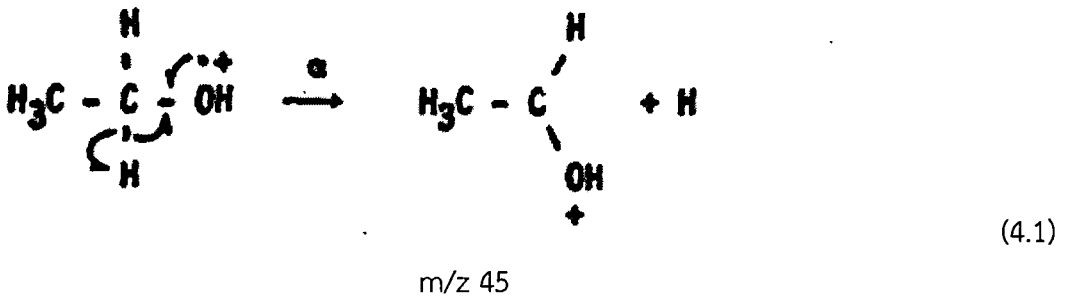
ตารางที่ 4.5 NMR spectrum ของผลิตภัณฑ์หลักจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Proton Chemical shift (ppm)	Peaks	Molecule group
1.2	A triplet	CH ₃
3.6	A quartet	CH ₂
3.5	A quartet	CH ₂
2.4	A singlet	OH

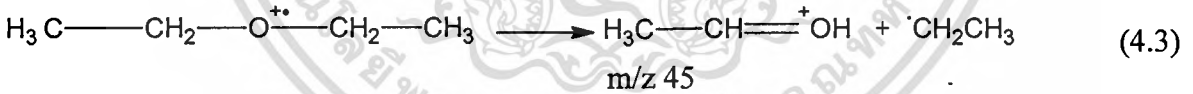
ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์ NMR spectrum อาจสันนิษฐานว่าสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา มีองค์ประกอบ 2 โมเลกุล คือ อาจจะเป็นโมเลกุลเอทานอล (รูปที่ ข-3) แต่อย่างไรก็ตามพบว่าปรากฏที่ค่า Proton Chemical shift 3.5 ppm เกิดกลุ่มพีคของ quartet ซึ่งสันนิษฐานว่าน่าจะเป็นของ RO-CH จึงมีความเป็นไปได้ว่าอาจจะเกิดสารประกอบอีเธอร์ (รูปที่ ข-4) ร่วมในปฏิกิริยาดังกล่าว หลังจากนั้นจึงได้ทำการศึกษาเพื่อตรวจสอบมวลโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ จากการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatography –Mass Spectrometer (GC-MS)) ในขั้นตอนต่อไป

4.2.3 วิเคราะห์โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatography –Mass Spectrometer (GC-MS))

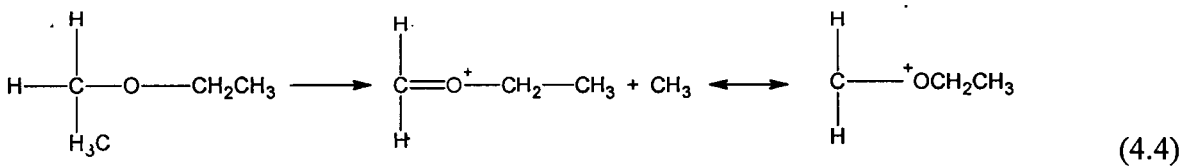
เนื่องจากรูปแบบการแตกหักของโมเลกุลคือ อีเธอร์และเอทานอลคล้ายคลึงกันมาก ซึ่งพีค molecular ion ของเอทานอล (รูปที่ ข-5) มักมีความเข้มค่อนข้างต่ำ เกินกว่าที่จะมองเห็นในแมส สเปกตรัม นอกจากนี้พบว่ามีรูปแบบการแตกหักเป็นแบบ α -cleavage เกิดการสูญเสียให้ไฮโดรเจนและเมทิลอัลคิล และ ซึ่งเกิดขึ้นโดยการแตกหักของพันธะ C-C ถัดจากออกซิเจนอะตอมในโมเลกุลของเอทานอล จะให้พีคเด่นเกิดจาก $\text{H}_3\text{CCH}=\text{O}^+\text{H}$ (m/z 45) และ $\text{H}_2\text{C}=\text{OH}^+$ (m/z 31) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ



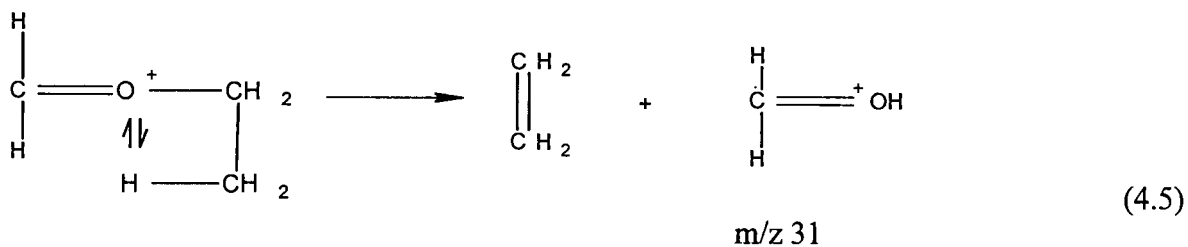
ในขณะที่เดียวกันรูปแบบการแตกหักของอีเธอร์ (รูปที่ ข-6) ซึ่งพิก molecular ion มักมีความเข้มข้นต่ำ ซึ่งอาจเกินกว่าที่จะมองเห็นในแมสสเปคตรัม นอกจากนี้พบว่ามีการแตกหักเกิดการสูญเสีย alkyl group กลายเป็น $\text{H}_3\text{CH}_2\text{C}-\text{CH}=\text{O}^+\text{H}$ ซึ่งจะปรากฏพิกที่ m/z 45 ดังแสดงในสมการที่ 4.3



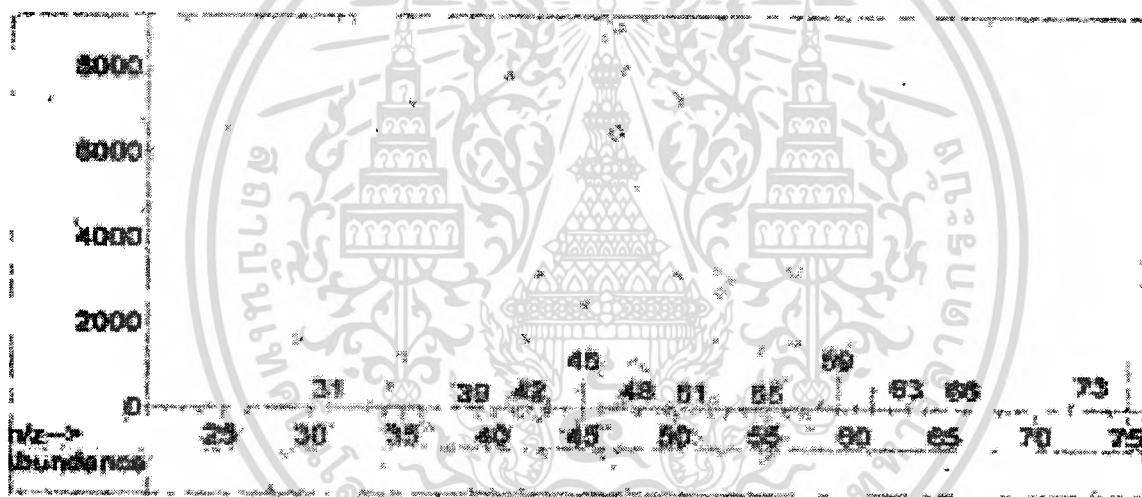
นอกจากนี้พบว่ามีการแตกหักเป็นแบบ α -cleavage ซึ่งเกิดขึ้นโดยการแตกหักของพันธะ C-C ถัดจากออกซิเจนอะตอมในโมเลกุลของอีเธอร์ เกิด $\text{CH}_2=\text{O}^+-\text{CH}_2\text{CH}_3$ ซึ่งจะปรากฏพิกเด่นที่ m/z 59 ดังแสดงในสมการที่ 4.4



หลังจากนั้น $\text{CH}_2=\text{O}^+-\text{CH}_2\text{CH}_3$ จะเกิดปฏิกิริยา rearrangement เกิดรูปแบบการแตกหักเกิดการสูญเสีย $\text{CH}_2=\text{CH}_2$ กลายเป็น $\text{HO}^+=\text{CH}_2$ ซึ่งจะปรากฏพิกัดที่ m/z 31 ดังแสดงในสมการที่ 4.5

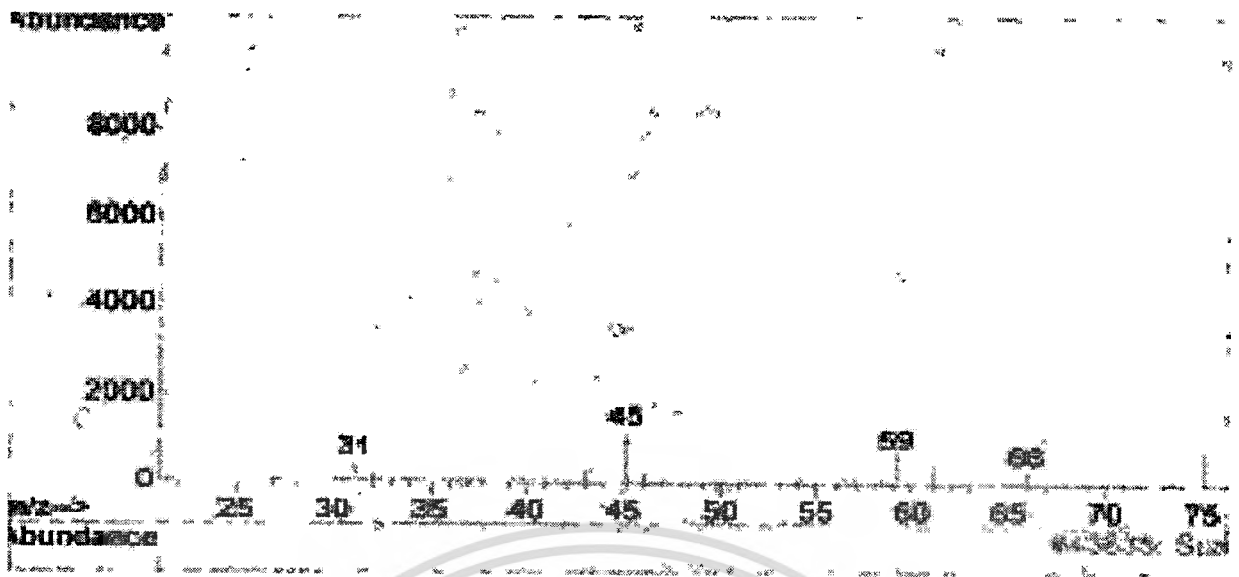


จากผลการทดลองวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลและรูปแบบการแตกตัวของโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatography – Mass Spectrometer (GC-MS) ดังแสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 GC-MS ของผลิตภัณฑ์หลักโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

พบว่าอาจจะมีรูปแบบการแตกหักของเอทานอล ดังสมการที่ 4.1-4.2 ร่วมกับการแตกหักแบบ α -cleavage ซึ่งเกิดขึ้นโดยการแตกหักของพันธะ C-C ถัดจากออกซิเจนอะตอมในโมเลกุลของอีเธอร์ เกิด $\text{CH}_2=\text{O}^+-\text{CH}_2\text{CH}_3$ ซึ่งจะปรากฏพิกัดที่ m/z 59 ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.7 แต่อย่างไรก็ตามพิกัดที่ m/z 59 มีความเข้มไม่มากนัก อาจแสดงว่าเกิดอีเธอร์ได้ไม่มาก ในขณะที่จากแมส สเปกตรัมของปฏิกิริยาใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 GC-MS ของผลิตภัณฑ์หลักโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

พบว่าสารผลิตภัณฑ์มีแนวโน้มเกิดอีเธอร์มากขึ้นซึ่งจะปรากฏพิกที่ m/z 59 ซึ่งเป็นพิกที่มีรูปแบบการแตกหักเป็นแบบ α -cleavage ของอีเธอร์ซึ่งเกิดขึ้นโดยการแตกหักของพันธะ C-C ถัดจากออกซิเจนอะตอมในโมเลกุลของอีเธอร์ เกิด $\text{CH}_2=\text{O}^+-\text{CH}_2\text{CH}_3$ ซึ่งจะปรากฏพิกเด่นที่ m/z 59 ดังแสดงในสมการที่ 4.3 แต่อย่างไรก็ตาม จากผลการทดลองตามรูปที่ 4.8 โครงสร้างของผลิตภัณฑ์จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ความเข้มของพิกที่ m/z เท่ากับ 31, 45, 59 มีมากกว่าของผลการทดลองรูปที่ 4.7 โครงสร้างของผลิตภัณฑ์จากการไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่พิก m/z 59 ซึ่งมีรูปแบบการแตกหักแบบ α -cleavage จากการแตกหักของพันธะ C-C ถัดจากออกซิเจนอะตอมในโมเลกุลของอีเธอร์ เกิด $\text{CH}_2=\text{O}^+-\text{CH}_2\text{CH}_3$ ดังแสดงในสมการที่ 4.4 มีความเข้มเพิ่มมากขึ้น

4.2.4 วิเคราะห์ข้อมูลจากสเปกตรัมที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ร่วมกัน

จากการวิเคราะห์ major product จากข้อมูลของสเปกตรัมที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ร่วมกัน คือ FTIR Spectrum, NMR Spectrum และ MS Spectrum พบว่า major product ที่ได้คาดว่าจะน่าจะเป็นอีเธอร์ ไม่ใช่ acetaldehyde ที่ตั้งสมมติฐานไว้แต่เริ่มต้น แต่อย่างไรก็ตามพบว่า พบว่า ตะกอนหลังการเผาจากการบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีทองแดงปนเปื้อนมีความเป็นไปได้ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีสารตั้งต้นคือเอทานอล โดยมีสถานะเป็นกรด

4.3 ศึกษาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันนัลของผลิตภัณฑ์หลักจากใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปฏิกิริยาเคมี

4.3.1 ปฏิกิริยากับสารประกอบไนโตรเจน

จากการทดสอบปฏิกิริยากับสารประกอบไนโตรเจนเพื่อวิเคราะห์หมู่คาร์บอนิลในโมเลกุล ไม่พบตะกอนสีเหลืองของสารประกอบ Phenylhydrazine ดังนั้นแสดงว่าผลิตภัณฑ์หลักจากปฏิกิริยาใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ใช่แอลดีไฮด์และคีโตน

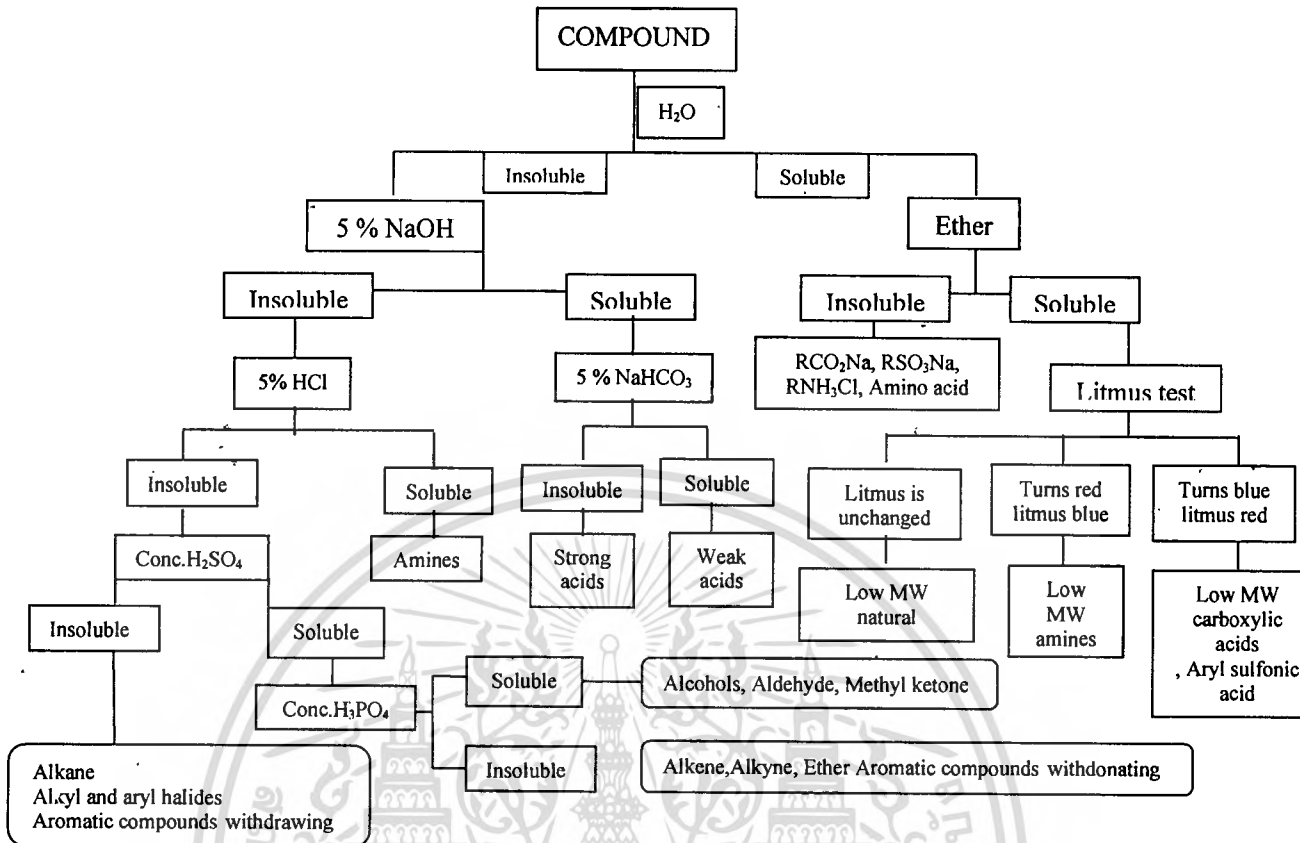
4.3.2 ปฏิกิริยากับทอลเลนส์รีเอเจนต์

จากการทดสอบปฏิกิริยากับทอลเลนส์รีเอเจนต์ เพื่อวิเคราะห์หมู่อัลดีไฮด์ในโมเลกุล ไม่พบโลหะเงินฉาบที่ผนังด้านในหลอดทดลองมีลักษณะคล้ายกระจกเงาหรือ silver mirror ดังนั้นแสดงว่าผลิตภัณฑ์หลักจากปฏิกิริยาใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ใช่แอลดีไฮด์

4.3.3 ปฏิกิริยากับสารละลายเบนเนดิกต์

จากการทดสอบปฏิกิริยากับสารละลายเบนเนดิกต์เพื่อวิเคราะห์ความเป็นอะลิฟาติกอัลดีไฮด์ ไม่พบตะกอนสีแดงอิฐของ Cu_2O เกิดขึ้น ดังนั้นแสดงว่าผลิตภัณฑ์หลักจากปฏิกิริยาใช้คิวปรัสเฟอร์ไรท์ (CuFe_2O_4) จากน้ำเสียสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ใช่แอลิฟาติกอัลดีไฮด์

จากการวิเคราะห์ major product จากข้อมูลของสเปกตรัมที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ร่วมกัน คือ FTIR Spectrum, NMR Spectrum และ MS Spectrum พบว่า major product ที่ได้คาดว่าน่าจะเป็นอีเธอร์ ดังนั้นจึงทดสอบด้วย Solubility tests ซึ่งการทดสอบทำได้โดยหยดสารละลายตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ 3 หยดลงในหลอดทดลองที่มีตัวทำละลายต่างๆหลอดละ 10 หยด ซึ่งจากผลการทดลองเมื่อนำสารผลิตภัณฑ์มาวิเคราะห์ด้วย Solubility tests ตามแผนภาพรูปที่ 4.9 พบว่ามีคุณสมบัติไม่ละลายใน H_2O , 5 % NaOH, 5 % HCl แต่ละลายใน conc. H_2SO_4 และ conc. H_3PO_4



รูปที่ 4.9 การจัดกลุ่มของสารอินทรีย์ตามคุณสมบัติการละลาย

ดังนั้นผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากปฏิกิริยาดังกล่าว น่าจะอยู่ในกลุ่มของ alkene, alkyne, Ether หรือ Aromatic compounds withdonating ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากผลการทดลองการบำบัดน้ำเสียโดยกระบวนการทำให้เกิดตะกอนเพอร์ไรท์ หลังจากนั้นนำตะกอนที่ได้มาผ่านกระบวนการแคลไซน์ หลังจากนั้นวิเคราะห์องค์ประกอบของตะกอน ด้วยเครื่อง XRF พบว่ามีองค์ประกอบของเหล็กและทองแดง และ เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างของตะกอนดังกล่าวด้วยเครื่อง XRD พบว่ามีความเป็นผลึกหลากหลายรูปแบบร่วมกัน ซึ่งต่อมาได้นำตะกอนดังกล่าวมาใช้ศึกษาความเป็นไปได้ของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้สารตั้งต้นคือ เอทานอล ในสภาวะกรดเจือจาง หลังจากนั้นนำสารผลิตภัณฑ์หลังการเกิดปฏิกิริยามาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปี ซึ่งประกอบไปด้วยเทคนิค FTIR, NMR และ GCMS พบว่า สารผลิตภัณฑ์หลักมีแนวโน้มเกิดอะลิแพติกอีเธอร์ และเมื่อนำสารผลิตภัณฑ์มาวิเคราะห์ด้วยการละลาย พบว่ามีคุณสมบัติไม่ละลายใน H_2O , 5 % NaOH, 5 % HCl แต่ละลายใน conc. H_2SO_4 และ conc. H_3PO_4 ดังนั้นผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากปฏิกิริยาดังกล่าว น่าจะอยู่ในกลุ่มของ alkene, alkyne, Ether หรือ Aromatic compounds with donating ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทางสเปกโทรสโกปี

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากผลการทดลองพบว่าควรมีการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยา โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์

เอกสารอ้างอิง

การะเกด เทศศรี. 2556. ตัวเร่งปฏิกิริยานาโน : เทคโนโลยีการเร่งปฏิกิริยายุคใหม่. วารสาร

วิทยาศาสตร์บูรพา. 18(2) : 274-280.

สุทธิพัฒน์ วงศ์วิทย์วิโชติ. 2559. Acetaldehyde. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : http://www.summacheeva.org/index_thaitox_acetaldehyde.htm. Acetaldehyde: 10 มิถุนายน

2559.

สันทัต ศิริอนันต์ไพบูลย์. 2552. ระบบบำบัดน้ำเสีย. กรุงเทพมหานคร: บริษัท สำนักพิมพ์ท็อป จำกัด.

สำนักบริหารจัดการกากอุตสาหกรรม. 2555. คู่มือแนวทางและเกณฑ์คุณสมบัติของเสีย เพื่อการแปรรูป
เป็นแท่งเชื้อเพลิงและอิฐประสาน. กรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม.

สำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม. 2558. รายงานภาวะอุตสาหกรรมทองแดง. กรมโรงงานอุตสาหกรรม
กระทรวงอุตสาหกรรม.

ศูนย์ข้อมูลพิษวิทยา. ความเป็นพิษของทองแดง. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : http://www.Atsda.cdc.gov/tfacts_132.html. Copper: 10 กันยายน 2556.

ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตราย. 2558. ทองแดง. สำนักควบคุมวัตถุอันตราย กรมโรงงานอุตสาหกรรม
กระทรวงอุตสาหกรรม.

Abbichler, s. H., M. John, D. Klapper & U. W. Blab (2016) Recovery of copper as zero-valent phase and/or copper oxide nanoparticles from wastewater by ferritization. *journal of Environmental Management* 181, 1-7.

Agouriane, E., B. Rabi, A. Essoumhi, A. Razouk, M. Sahlaoui, B.F.O.Costa & M. Sajjedine (2016) Structure and magnetic properties of CuFe_2O_4 ferrite nanoparticles synthesized by co-precipitation. *journal of Material Environmental Science*, 7, 4116-4120.

เอกสารอ้างอิง

- Aimanant, S., & Zieman, P. J. (2013). Development of Spectrophometric Methods for the Analysis of Functional Groups in Oxidized Organic Aerosol. *Aerosol Science and Technology*, 47, 581-591. doi:10.1080/0.786826.2013.773579
- Baden, w. (2011). *Chemical and Reagent*. Darmstadt: Willmy PrintMedia GmbH.
- Balagurov, A. M.; I. A. Bobrikov, M. S. Maschenko, D. Sangaa & V. G. Simkin (2013) Structural Phase Transition in CuFe₂O₄ Spinel. *Crystallography Reports*, 58, 710-717.
- Chaiyaraksa, C., & Klaikeow, C. (2006). Removal of heavy metals from electroplating wastewater by ferritisation. *KMITL Science Technology Journal*, 6(2), 46-50.
- Chandra, S., A. Kumar & P. K. Tomar (2014) Synthesis and characterization of copper nanoparticles by reducing agent. *Journal of Saudi Chemical Society* 18, 149-153.
- Chen, T. C., Prijambodo, R., Huang, R. L., & Huang, Y. H. (2013). The effective electrolytic recovery of dilute copper from industrial wastewater. *Journal of Waste Management*, 2013, 1-6.
- Dandia, A., Jain, A. K., & Sharma, S. (2013). CuFe₂O₄ nanoparticles as a highly efficient and magnetically recoverable catalys for the synthesis of medicinally privileged spiropyrimidine scaffolds. *Journal of Electronic Supplementary Material (ESI) for RSC Advances*, 2013, 1-11.
- Dolgyku, L. Y., Stoyarchuk, I. L., Staraya, L. A., Vasylenko, I. V., Pyatnitsky, Y. I., & Strizhak, P. E. (2015). Catalytic Properties of CuFe₂O₄ In Steam Reforming of Ethanol. *Theoretical and Experimental Chemistry*, 51(4), 230-235.

เอกสารอ้างอิง

- Elena, A. R., A. G. Alexander, V. M. Igor, I. K. Gennady, P. T. Olga, A. K. Olga & M. K. Leonid (2015) Selective oxidation of ethanol to acetaldehyde over Au-Cu catalysts prepared by a redox method. *Catalysis Today*, 241, 246-254.
- Faungnawakij, K., Shimoda, N., Fukunaga, T., Kikuchi, R., & Eguchi, K. (2009). Crystal structure and surface species of CuFe₂O₄ spinel catalysts in steam reforming of dimethyl ether. *Applied Catalysis B: Environmental*, 92, 341-350.
- Field, L., Sternhell, S., & Kalman, J. (2008). *Organic Structures from Spectra* (4 ed.). Australia: John Wiley and Sons.
- Garcia, J. I., Dobado, J. A., Calvo-Flores, F. G., & Garcia, H. M. (2016). Functional-Group Analysis *Experimental Organic Analysis* (pp. 117-206): Academic Press.
- Gharib, A., Pesyan, N. N., Fard, L. V., & Roshani, M. (2014). Catalysis Synthesis of α -aminonitriles Using Nano Copper Ferrite (CuFe₂O₄) under Green Conditions. *Journal of Hindawi Publish Corporation Organic Chemistry International*, 2014, 1-8.
- Hirunsit, P., & Faungnawakij, K. (2013). Cu-Cr, Cu-Mn and Cu-Fe Spinel-Oxide-Type Catalysts for Reforming of Oxygenated Hydrocarbons. *The journal of Physical Chemistry*, 117, 23757-23765.
- Jacobse, L., S. O. Vink, S. Wijngaarden & L. B. F. Juurlink (2017) Heterogeneous Catalytic Oxidation of Simple Alcohols by Transition Metals. *Journal of Chemical Education*, 94, 1285-1287.
- Kooti, M. & L. Matouri (2010) Fabrication of Nanosized Cuprous Oxide Using Fehling's Solution. *SCIENTIA IRANICA*, 17, 73-78.

เอกสารอ้างอิง

- Koferstein, R., T. Walther, D. Hesse & S. G. Ebbinghaus (2014) Crystallite-growth, phase transition, magnetic properties, and sintering behaviour of nano-CuFe₂O₄ powders prepared by a combustion-like process. *Journal of Solid State Chemistry*, 213, 57-64
- Mahmoodi, N. M., Gordefamarzi, S. S., & Kiakhani, M. S. (2013). Dye removal using modified copper ferrite nanoparticle and RSM analysis. *Environmental Monitoring and Assessment*, 185, 10235-10248.
- Mahdavin, L. (2011) Conversion of ethanol to acetone & other products using nano-sensor SnO₂ (110) : Ab initio DFT. *Natural Science*, 3, 471-477.
- Manova, E., Tsoncheva, T., Paneva, D., Popova, M., Velinov, N., Kunev, B., Tenchev, K., & Mitov, I. (2011). Nanosized copper ferrite materials: Mechanochemical synthesis and characterization. *Journal of Hazardous Materials*, 184(5), 1153-1158.
- Neramittagapong, A., W. Attaphaiboon & S. Neramittagapong (2008) Acetaldehyde-Production from Ethanol over Ni-Based Catalysts. *Chiang Mai Journal Science*, 35, 171-177.
- Rashad, M., Mohamed, R., Ibrahim, M., Ismail, L., & Abdel A.E. (2012). Magnetic and catalytic properties of cubic copper ferrite nanopowders synthesized from secondary resources. *Journal of Hazardous Materials*, 23, 315-323.
- Sam, K. (2013) Ethyl Alcohol Oxidation Process Flow Diagram to Produce Acetaldehyde. *Synthetic Organic Chemicals*.

เอกสารอ้างอิง

- Sandlin, S., Kinnunen, T., Rämö, J., & Sillanpää, M. (2006). A simple method for metal re-coating of optical fibre Bragg gratings. *Surface and Coatings Technology*, 201(6), 3061-3065. doi:<http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.06.031>
- Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. J. (2005). *spectrometric identification of organic chemistry* (7 ed.). United State of America: John wiley & sons.
- Stefania, A., Rita, M., & Fabrizio, C. (2014). *Transition Metal Catalysis in Aerobic Alcohol Oxidation*: Royal Society of Chemistry.
- Sun, J., & Wang, Y. (2014). Recent Advances in Catalytic Conversion of Ethanol to Chemicals. *American Chemical Society of Catalysis*, 4, 1078-1090.
- Veis, M., Antos, R., Visnovsky, S., Kulkarni, P., Venkataramani, N., Prasad, S., . . . Krishnan, R. (2013). Complete Permittivity Tensor in Sputtered CuFe₂O₄ Thin Films at Photon Energies between 2 and 5 eV. *journal of materials science and engineering* 6, 4096-4108.
- ✓ Yang, H., R. Lu, R. T., Downs & G. Costi (2006) Goethite, -FeO(OH), from single-crystal data. *Acta Crystallographica*, 62, i250-i252
- Zaccheria, F., Ravasio, N., Psaro, R., & Fusi, A. (2006). Synthetic Scope of Alcohol Transfer Dehydrogenation Catalyzed by Cu/Al₂O₃: A New Metallic Catalyst with Unusual Selectivity. *Chemistry European Journal*, 12, 6426-6431.
- Zhu, X., D. Yang, W. Wei, M. Jiang, L. Li, X. Zhu, J. You & H. Wang (2014) Magnetic copper ferrite nanoparticles/TEMPO catalyzed selective oxidation of activated alcohols to aldehydes under ligand-and base-free conditions in water. *Journal of RSV Advance*, 4, 64930-64935.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **37** จะต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 38 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การเก็บตัวอย่างมลพิษ

การเก็บตัวอย่าง คือ การเลือกสุ่มตัวอย่างอย่างถูกต้องตามหลักวิชาการ เพื่อที่จะได้ตัวอย่างที่เป็นตัวแทนที่ดีของตัวอย่างจริง การเก็บตัวอย่างรวมทั้งวิธีการนำส่งตัวอย่างเข้าสู่ห้องปฏิบัติการ ถือเป็นปัจจัยหลักสำคัญที่สุดที่ต้องใช้ ความระมัดระวังในการเก็บตัวอย่างและการจัดส่งด้วยวิธีการที่เหมาะสมไปยังห้องปฏิบัติการ เพื่อให้ได้ตัวอย่างที่เป็นตัวแทนของแหล่งที่ต้องการตรวจสอบ และคุณภาพตัวอย่างไม่มีการเปลี่ยนแปลง ดังนั้นจึงควรดำเนินการตามมาตรฐานสากล เช่น ตาม Standard Methods for the Examination of water and wastewater ซึ่งต้องมีการวางแผนการเก็บตัวอย่างตามขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

1. การศึกษาประเภทของแหล่งน้ำ

แหล่งกำเนิดมลพิษทางน้ำเกิดได้จากหลายกิจกรรม ซึ่งแต่ละกิจกรรมจะมีปริมาณ และคุณลักษณะของน้ำเสียแตกต่างกัน และก่อให้เกิดผลกระทบที่แตกต่างกัน กิจกรรมหลักที่ทำให้เกิดมลพิษน้ำแบ่งเป็น 3 กิจกรรมหลัก ได้แก่ ชุมชนและพาณิชย์กรรมอุตสาหกรรม และเกษตรกรรม ดังนี้

1.1 น้ำเสียจากชุมชน หมายถึงน้ำเสียจากชุมชนที่เกิดจากกิจกรรมการดำรงชีวิตประจำวันของประชากรแหล่งกำเนิดน้ำเสียจากชุมชน แบ่งได้เป็น น้ำทิ้งจากที่อยู่อาศัย อาคารชุด บ้านจัดสรรหอพัก สถานประกอบการต่างๆ เป็นต้น

1.2 น้ำเสียจากเกษตรกรรม แบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ คือ น้ำเสียจากการชะล้างของเสียจากพื้นที่เกษตรกรรม และน้ำเสียจากการเลี้ยงสัตว์ต่างๆ

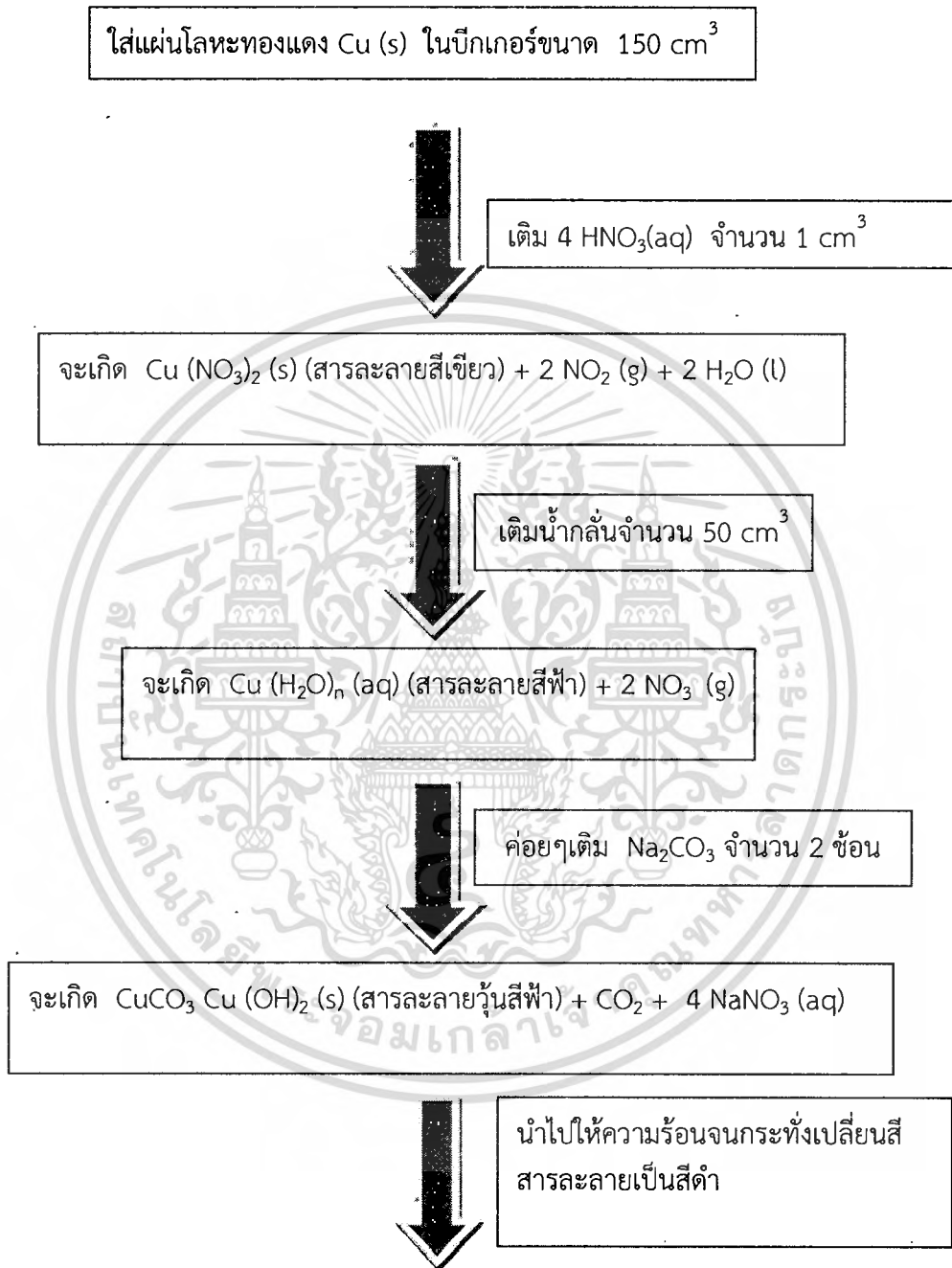
1.3 น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ได้แก่ น้ำเสียที่เกิดจากกิจกรรมต่างๆ ของโรงงานอุตสาหกรรม น้ำเสียส่วนใหญ่มักเป็นน้ำล้างจากกระบวนการผลิตต่างๆ

น้ำเสียจากห้องปฏิบัติการจัดเป็นน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากมีส่วนประกอบที่มีความเป็นพิษประเภทโลหะหนัก

2. ต้นแบบของตัวอย่างน้ำเสียที่ปนเปื้อนไอออนทองแดง

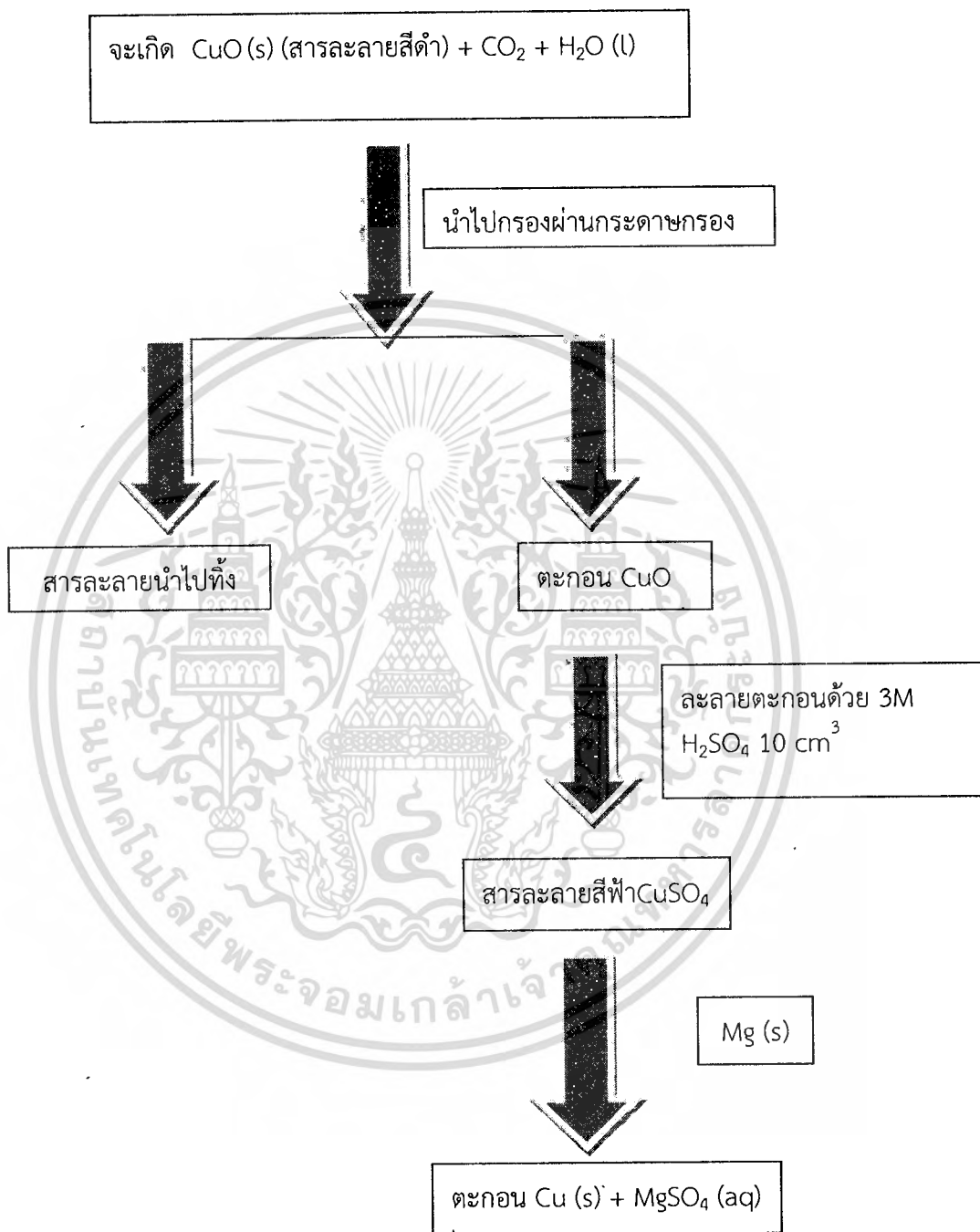
น้ำเสียที่นำมาศึกษาเป็นน้ำเสียที่เกิดจากการทดลองในวิชาปฏิบัติการเคมีทั่วไป การทดลองที่ 2 ปฏิกริยาเคมีและความสัมพันธ์ทางน้ำหนัก (ภาคผนวก ก) ห้องปฏิบัติการเคมี อาคารศูนย์เรียนรวม สมเด็จพระเทพฯ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ซึ่งในขั้นตอนการทดลอง มีการใช้ทองแดงเพื่อศึกษาปฏิกริยาและสารประกอบของทองแดง ดังรูปที่ ก.1

แผนการทดลอง
เรื่อง ปฏิกิริยาเคมีและความสัมพันธ์ทางน้ำหนัก



รูปที่ ก-1 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

แผนการทดลอง (ต่อ)
เรื่อง ปฏิริยาเคมีและความสัมพันธ์ทางน้ำหนัก



รูปที่ ก-1 (ต่อ) แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

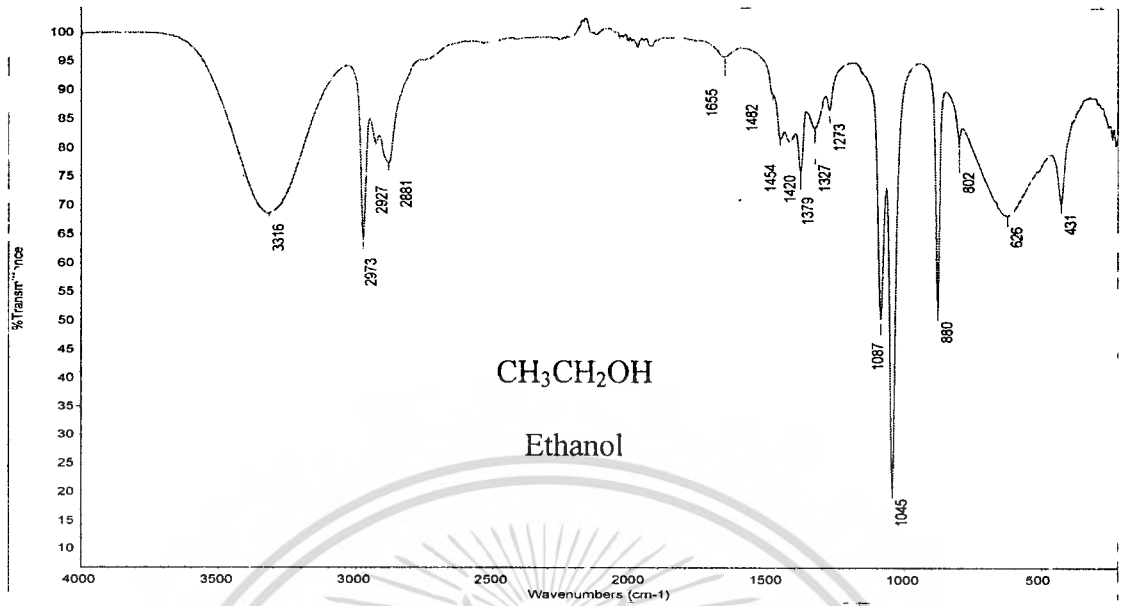
ดังนั้นน้ำเสียจากห้องปฏิบัติการเคมีจะมีลักษณะที่ดูได้จากวัตถุบิเสมอเหมือนกับกรณีน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ดังนั้นตามมาตรฐานน้ำทิ้งของประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมใน ฉบับที่ 2 พ.ศ. 2539 ออกตามความในพระราชบัญญัติโรงงาน พ.ศ. 2535



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 42 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

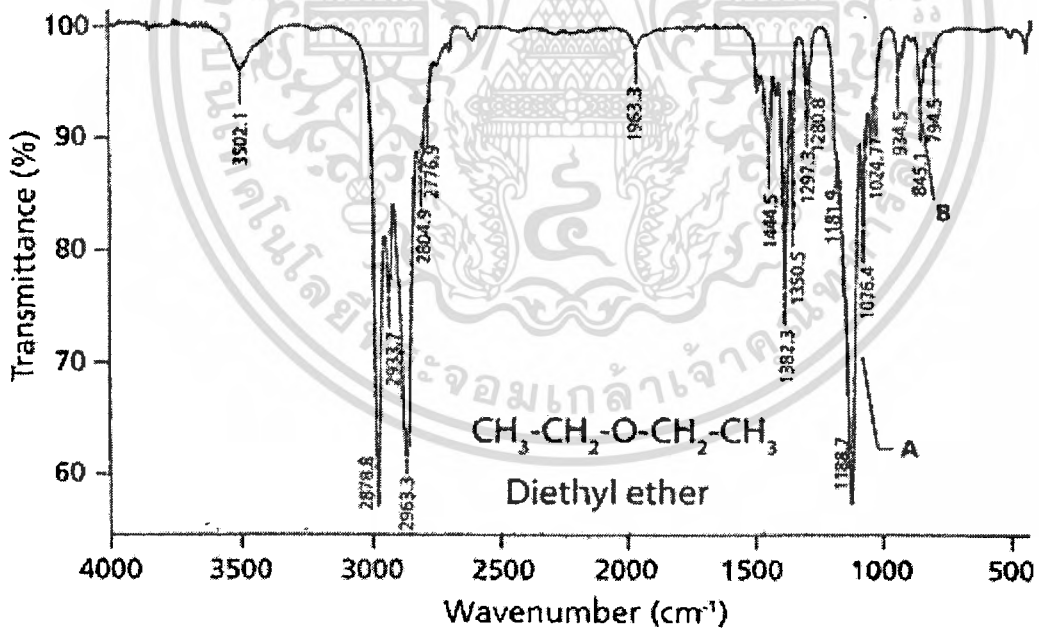


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา **43** ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



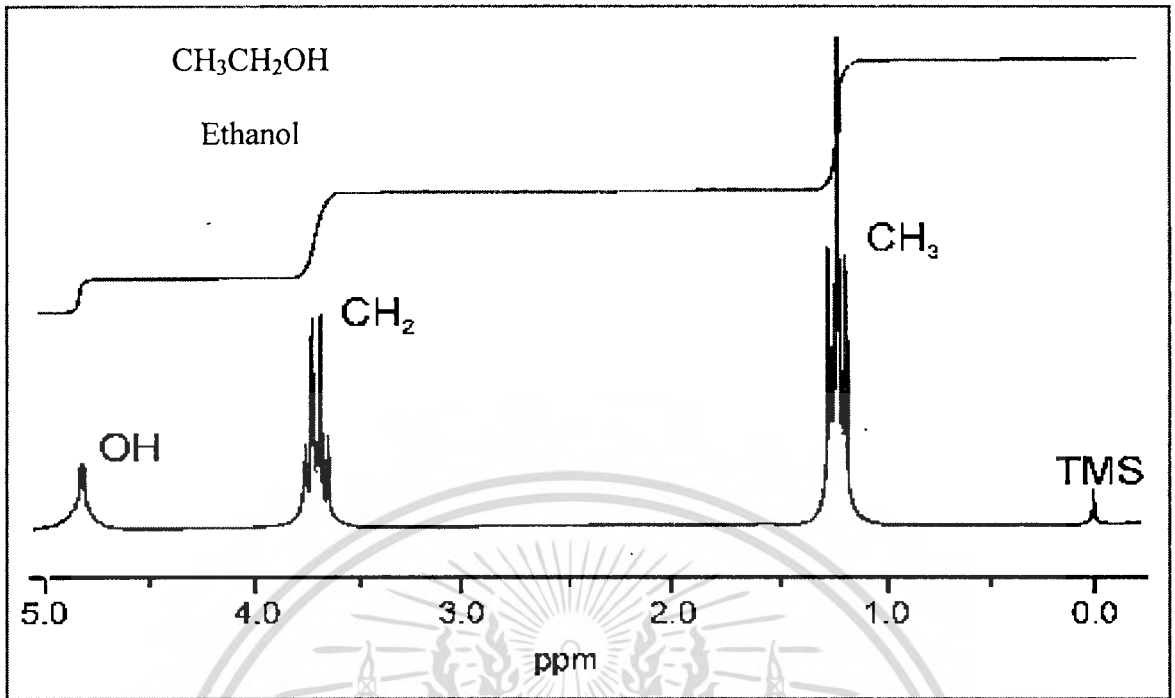
รูปที่ ข-1 IR Spectrum ของเอทานอล

ที่มา http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/conservation_materials/ethanol/

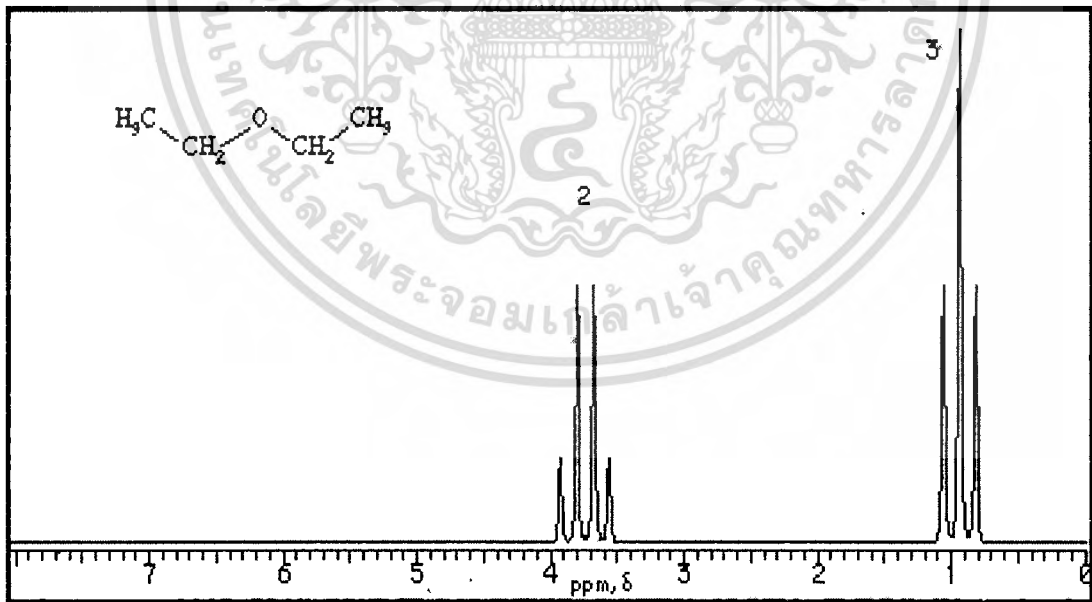


รูปที่ ข-2 IR Spectrum ของ Diethyl ether

ที่มา <http://www.spectroscopyonline.com/c-o-bond-iii-ethers-knockout>

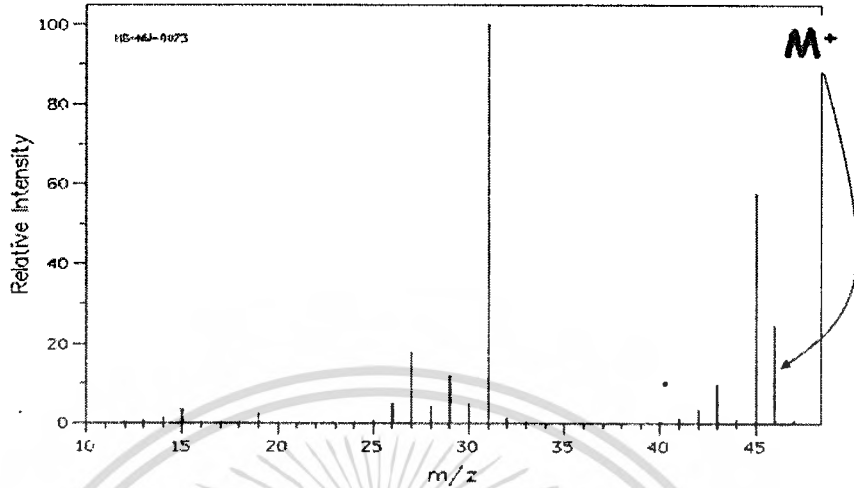


รูปที่ ข-3 NMR Spectrum ของเอทานอล
ที่มา www.cryst.bbk.ac.uk



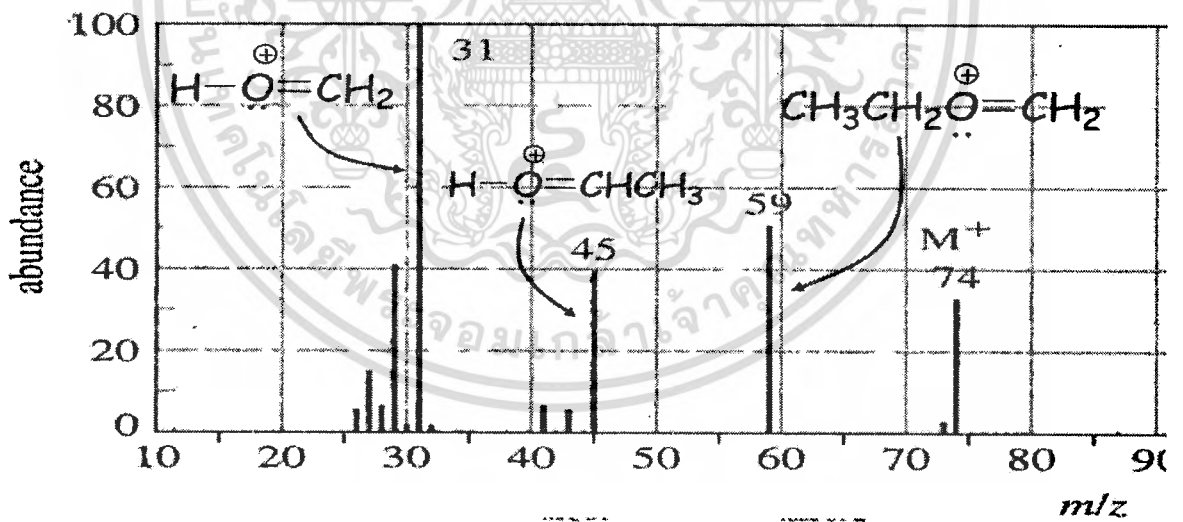
รูปที่ ข-4 NMR Spectrum ของ Diethyl ether
ที่มา <https://people.stfx.ca/tsmithpa/Chem361/Labs/spec/NMR3.htm>

- Mass spectrum of ethanol (MW = 46)



รูปที่ ข-5 MS Spectrum ของเอทานอล
ที่มา <http://riodb01.ibase.aist.go>

MS of diethylether ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$)



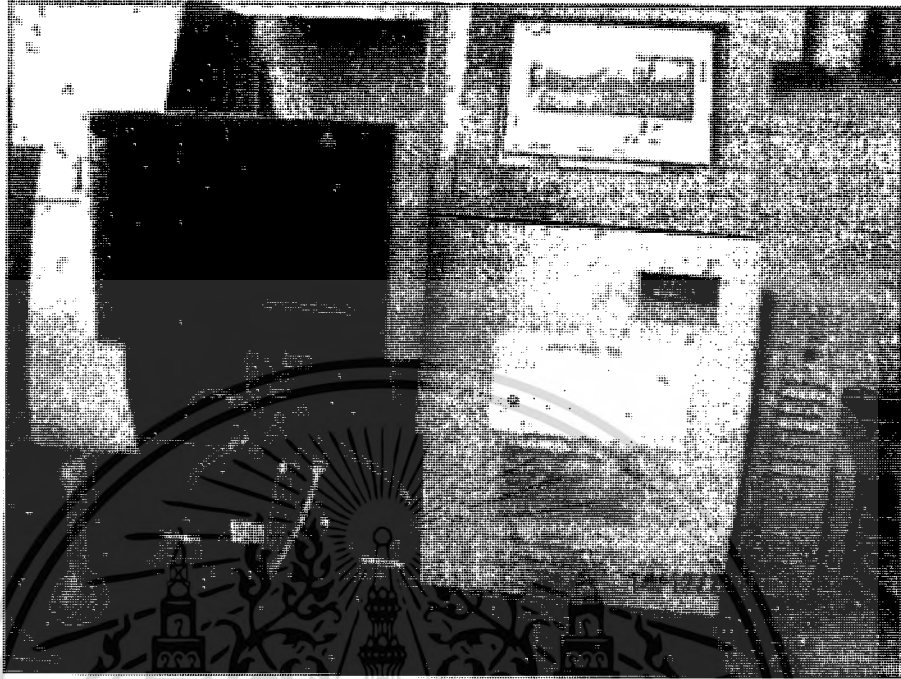
Copyright © 2006 Pearson Prentice Hall, Inc.

รูปที่ ข-6 MS Spectrum ของ Diethyl ether



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 47 ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

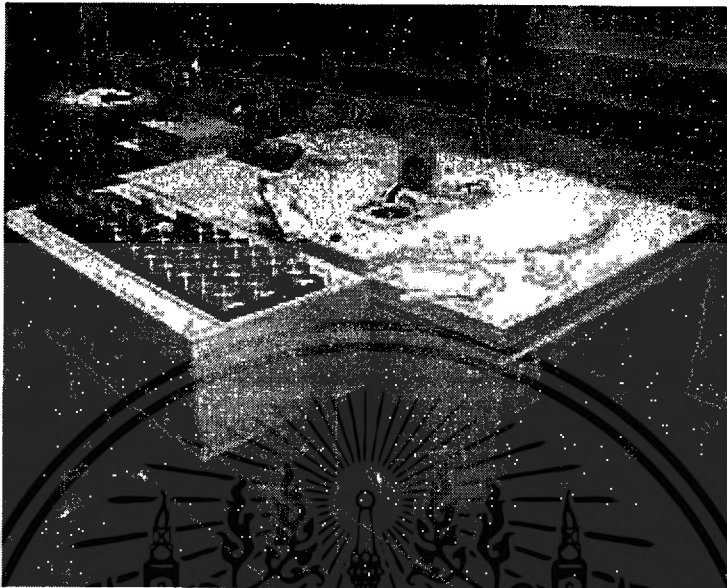
1. Flame Atomic Absorption Spectrophotometer (FAAS)



รูปที่ ค-1 Flame Atomic Absorption Spectrophotometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ (metal element) ที่อยู่ในตัวอย่างทดสอบ ด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy ซึ่งเป็นกระบวนการที่อะตอมอิสระ (free atom) ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นระดับหนึ่งโดยเฉพาะซึ่งขึ้นอยู่กับธาตุแต่ละธาตุ เนื่องจากธาตุแต่ละชนิดมีระดับของพลังงานแตกต่างกันจึงมีการดูดกลืนพลังงาน ได้แตกต่างกัน พลังงานที่พอดีกับคุณสมบัติเฉพาะของธาตุจะทำให้อิเล็กตรอนของธาตุนั้นๆ เปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้น (ground state) ไปเป็นสถานะกระตุ้น (excited state)

2. X-Ray fluorescence Spectrometer (XRF)

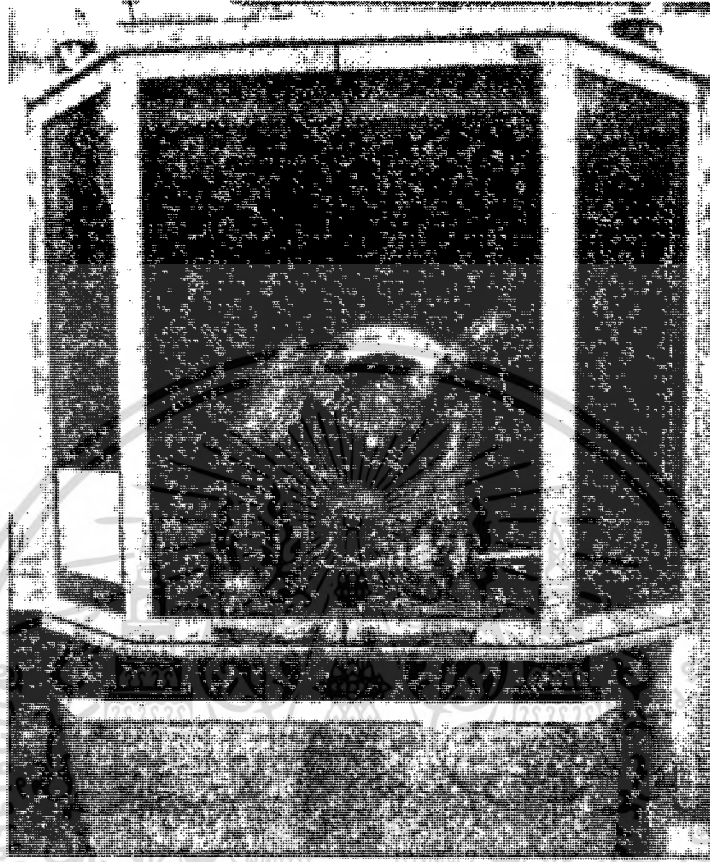


รูปที่ ค-2 X-Ray fluorescence Spectrometer (XRF)

ที่มา https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRF.html

X-ray Fluorescence Spectrometer (XRF) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุที่อยู่ในตัวอย่างทดสอบ โดยสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ โดยสามารถใช้ได้กับงานวิจัยในหลายๆ ด้าน เช่น วัสดุศาสตร์, ธรณีวิทยา, สิ่งแวดล้อม, ทางการแพทย์ รวมถึงตัวอย่างจากอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เป็นต้น การวิเคราะห์ของเครื่อง XRF จะอาศัยหลักการเรืองรังสีเอกซ์ ของตัวอย่าง โดยจะยิงรังสีเอกซ์เข้าไปในตัวอย่าง ธาตุต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีเอกซ์ แล้วคายพลังงานออกมา โดยพลังงานที่คาย หรือ Fluorescence ออกมานั้น จะมีค่าพลังงานขึ้นกับชนิดของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างนั้นๆ ทำให้เราสามารถแยกได้ว่า ในตัวอย่างที่ทดสอบนั้น มีธาตุอะไรอยู่บ้าง โดยใช้ Detector วัดค่าพลังงานที่ออกมาจากตัวอย่าง

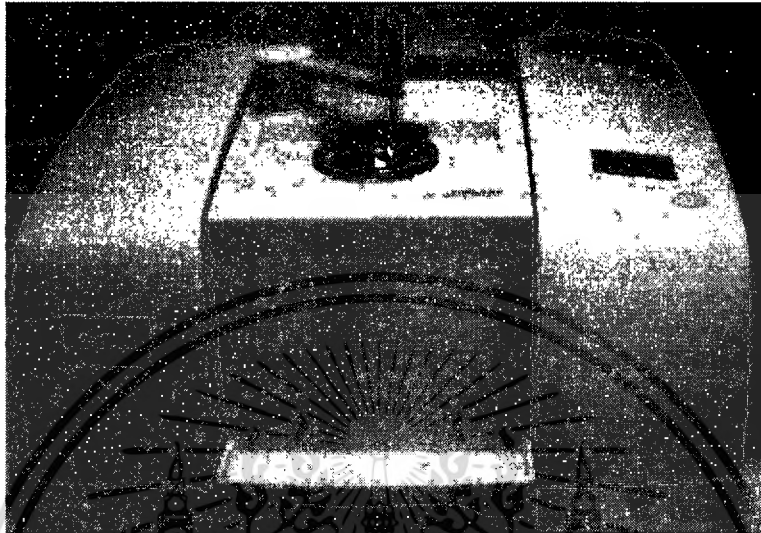
3. X-ray powder diffraction (XRD)



รูปที่ ค-3 X-ray powder diffraction (XRD)

X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบและแร่ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุ หรืออนุภาค จะเกิดการหักเหของลำรังสี สะท้อนออกมาทำมุม กับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิด มีรูปแบบ โครงสร้างผลึกแตกต่างกัน และระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม ที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบ ก็แตกต่างกันไปด้วย ขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม สารประกอบแต่ละชนิด จะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัว เปรียบเช่นเดียวกับลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกัน โดยเปรียบเทียบกับข้อมูล มาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard)

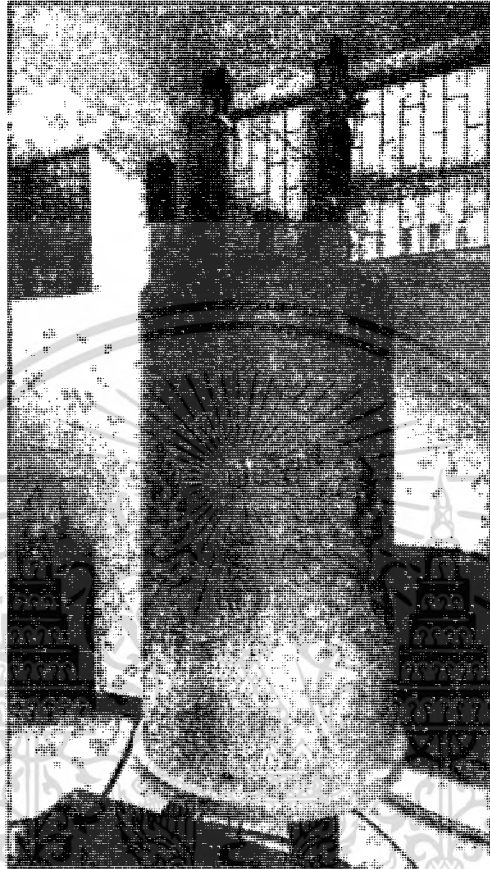
4. Fourier-transform infrared spectrometer, FT-IR (PerkinElmer)



รูปที่ ค-4 Fourier-transform infrared spectrometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เพื่อตรวจวิเคราะห์หาฟังก์ชันนัลของโมเลกุลรวมกับเทคนิคอื่น โดยอาศัยหลักการของการดูดกลืนคลื่นรังสีช่วงกลางอินฟราเรด (Middle infrared region) ประมาณ $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ เมื่อโมเลกุลได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่มีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโควาเลนต์ในโมเลกุล จะเกิดการดูดกลืนแสงและการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ของโมเลกุล จากนั้นเครื่องมือจะวัดค่าร้อยละการส่งผ่านแสง กับเลขคลื่น (Wave number) ได้ผลเป็นสเปกตรัม ซึ่งในแต่ละพันธะของหมู่ฟังก์ชันจะแสดงค่าเลขคลื่นเฉพาะต่างกัน

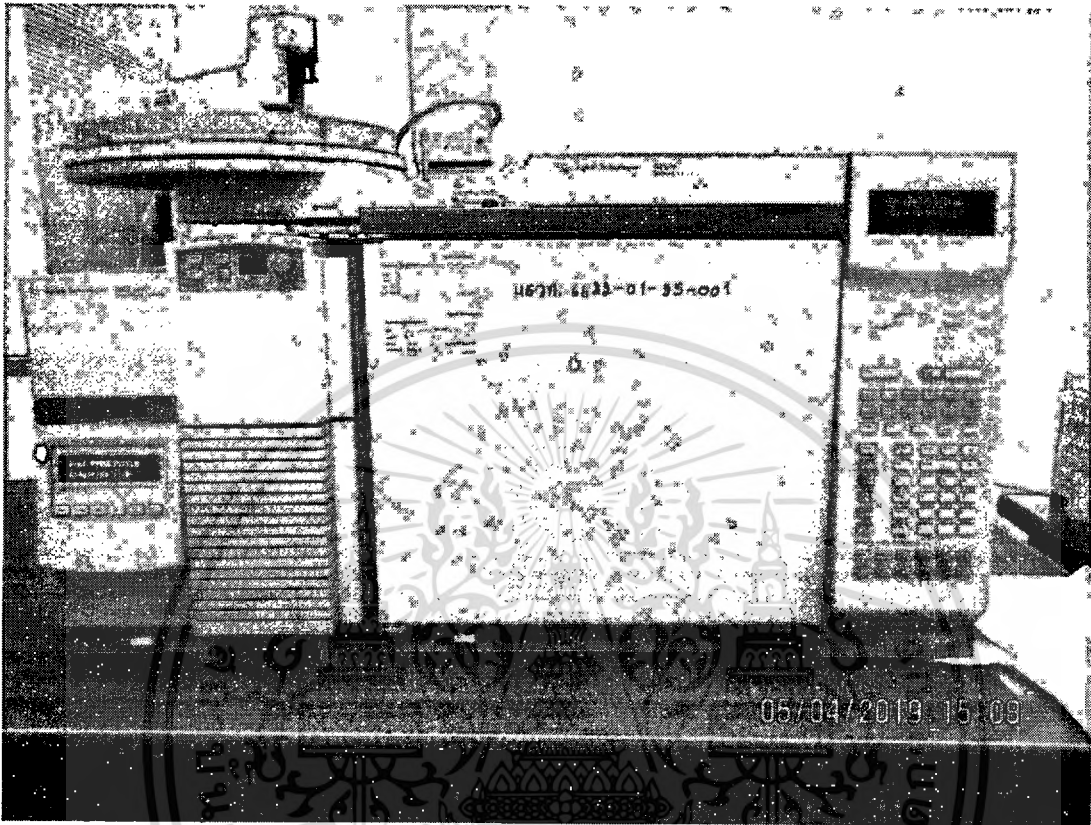
5. เครื่องมือวิเคราะห์ Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR) (Avance Ultrashield 400 MHz)



รูปที่ ค-5. Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

เครื่อง Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR) เป็นเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสารอินทรีย์ การวัดสัญญาณของเครื่อง Proton Nuclear Magnetic Resonance (NMR) จะใช้เทคนิคที่เรียกว่า Pulsed NMR โดยเครื่อง NMR จะส่งสัญญาณคลื่นวิทยุทุกความถี่ในช่วงที่สนใจเข้าไปยังตัวอย่างที่วิเคราะห์ การทำเช่นนี้จะส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนสปินของนิวเคลียสทั้งหมดทันที ซึ่งเราจะเรียกสภาวะดังกล่าวว่าสถานะถูกกระตุ้น (excited state) จากนั้นนิวเคลียสดังกล่าวจะกลับสู่สถานะพื้น (ground state) โดยการคายพลังงานออกมาในรูปของคลื่นวิทยุในรูปของคลื่นที่ซ้อนกันที่เรียกว่าสัญญาณ FID (free induction decay) การดูดกลืนพลังงานจากสนามแม่เหล็กของนิวเคลียสของธาตุแต่ละชนิดจะมีความแตกต่างกัน การดูดกลืนพลังงานของนิวเคลียสของ H อะตอม ของโมเลกุลสารอินทรีย์ที่มีหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกัน ที่จะปรากฏค่า chemical shift ที่แตกต่างกัน

6. Gas chromatography-mass spectrophotometer (GC-MS)



รูปที่ ค-6 Gas chromatography-mass spectrophotometer (GC-MS)

หลักการทำงาน ในส่วนของเครื่อง Gas chromatography-mass spectrophotometer (GC-MS) คือ เมื่อสารที่ต้องการวิเคราะห์ผ่านเข้าสู่เครื่อง Gas chromatography (GC) สารดังกล่าวจะถูกเปลี่ยนสถานะจากของเหลวเป็นแก๊ส และส่วนแก๊สของสารผสมจะถูกพาเข้าสู่คอลัมน์โดยแก๊สฮีเลียม ซึ่งภายในคอลัมน์จะเกิดการแยกสารผสมโดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างสารที่อยู่ภายในคอลัมน์ (Stationary phase) และสารผสม จากนั้นโมเลกุลของสารเชิงเดี่ยว จะได้รับพลังงานจากลำแสงอิเล็กตรอนพลังงานสูง ที่ค่า 70 อิเล็กตรอนโวลต์ ทำให้เกิดการแตกตัวอยู่ในรูปประจุ เรียกว่า “Molecular ion, M^+ ” รูปแบบการแตกตัวของแต่ละโมเลกุลมีลักษณะเฉพาะ เรียกว่า “Mass spectrum” โดยจะแสดงการแตกตัว (Ffragmentation) ในรูปของ mass-to-charge ratio (m/z)

ประวัติคณะผู้วิจัย

1. ชื่อ นามสกุล (ภาษาไทย) นางสาว กนกพร สุพงษ์
ชื่อ นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Miss Kanokporn Supong
2. ตำแหน่ง นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการ
3. หน่วยงานและสถานที่อยู่ที่ติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
โทรศัพท์ 02-7373000 ต่อ 3747
โทรสาร 02-3264415
E-mail: kanokpon.su@kmitl.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	อักษรย่อปริญญาและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	ชื่อสถาบัน	ประเทศ
2557	ปริญญาโท	(วท.ม.), วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	เคมีสิ่งแวดล้อม	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	ไทย

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ สาขาวิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

6. ประสบการณ์งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การจัดการของเสียอันตรายจากการเรียนวิชาปฏิบัติการเคมีอินทรีย์ (Waste Management From Organic Chemistry Laboratory) โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2554 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %
- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การกำจัดทองแดงจากน้ำเสียห้องปฏิบัติการโดยใช้เคมีไฟฟ้า (removal of copper from laboratorial wastewater by electrochemistry) โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2555 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %
- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง แบบจำลองการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดทองแดงจากสารละลายเชิงซ้อนคอปเปอร์-แอมมีนโดยการเปลี่ยนเป็นคิวปริสเฟอไรท์ โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2560 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา 56 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- หัวหน้าโครงการวิจัย เรื่อง การประกันคุณภาพสำหรับการวัดปริมาณน้ำเสียของแดงเชิงซ้อนจากห้องปฏิบัติการเคมีโดยเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยได้รับทุนประเภทส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2561 สัดส่วนที่ทำการวิจัย 100 %

7. ผลงานตีพิมพ์

พ.ศ. 2555

- บทความวิจัย เรื่อง Waste Management From Organic Chemistry Laboratory เสนอในการประชุมวิชาการ ณ. มหาวิทยาลัยราชภัฏบุรีรัมย์

พ.ศ. 2556

- บทความวิจัยเรื่อง Recovery of copper from laboratorial wastewater by Electrochemistry ตีพิมพ์ในวารสารราชภัฏตะวันตก ซึ่งเป็นวารสารที่ผ่านการรับรองคุณภาพของTCI (จนถึง 31 ธันวาคม 2562) และจะถูกพิจารณาคัดเลือกเข้าสู่ฐานข้อมูล ASEAN Citation Index (ACI) ต่อไป

พ.ศ.2560

- บทความวิจัย เรื่อง Empirical model for copper treatment in chelated copper synthetic by switching to $CuFe_2O_4$ เสนอในการประชุมวิชาการนานาชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 8 ในหัวข้องาน “Creative RMUT and Sustainable Innovation for Thailand 4.0” ระหว่างวันที่ 7 – 9 สิงหาคม 2560 ณ ศูนย์แสดงสินค้าและการประชุม อิมแพ็ค เมืองทองธานี

พ.ศ.2561

- บทความวิจัยเรื่อง Quality Assurance Analysis for the Determination of Copper Ion in Synthetic Wastewater Using Flame Atomic Absorption Spectrometer (FAAS) เสนอในการประชุมวิชาการนานาชาติ 3rd Region IWA Diffuse Pollution Conference ในหัวข้องาน “Innovation and Frontier Technology for Water Security and Scarcity” ระหว่างวันที่ 19-22 พฤศจิกายน 2561 เชียงใหม่