

การเตรียมและการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินาสำหรับปฏิกิริยาการเปลี่ยนรูปมีเทนเป็นแก๊สสังเคราะห์

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF
GAMMA-ALUMINA SUPPORTED NICKEL OXIDE
CATALYSTS FOR METHANE REFORMING
TO SYNGAS



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีสิ่งแวดล้อม)

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF
GAMMA-ALUMINA SUPPORTED NICKEL OXIDE
CATALYSTS FOR METHANE REFORMING
TO SYNGAS



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (ENVIRONMENTAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการ **ACADEMIC YEAR 2018** กรุณาอย่าให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การเตรียมและการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินาสำหรับปฏิกิริยาการเปลี่ยนรูปมีเทนเป็นสังเคราะห์

Preparation and Characterization of Gamma-Alumina Supported Nickel Oxide Catalysts for Methane Reforming to Syngas

ชื่อนักศึกษา

นางสาวจิราพัชร ต้นชุมณฑ์ รหัสนักศึกษา 58050594
นายธีระพงศ์ ลีหะพันธุ์ รหัสนักศึกษา 58050627
นางสาวอรรีมา เนตรนิรมล รหัสนักศึกษา 58050700

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีสิ่งแวดล้อม)

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2561

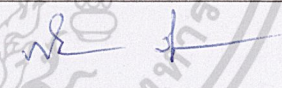

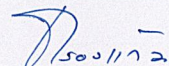
อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ผศ.กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้สหกิจศึกษานี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีสิ่งแวดล้อม) ประจำปีการศึกษา 2561

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ประธานกรรมการ	
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ กรรมการ	
ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	
ผศ.กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินาสำหรับปฏิกิริยาการเปลี่ยนรูปมีเทนเป็นแก๊สสังเคราะห์			
ชื่อนักศึกษา	จิราพัชร	ตันซุณห์	รหัสนักศึกษา	58050594
	ธีระพงศ์	ลีพหะพันธ์	รหัสนักศึกษา	58050627
	อรรธมภา	เนตรนิรมล	รหัสนักศึกษา	58050700
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต			
สาขาวิชา	เคมีสิ่งแวดล้อม			
ปีการศึกษา	2561			
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนตรี	ทองคำ		
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ กรองแก้ว	ทิพย์ศักดิ์		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาที่ปรับปรุงด้วยนิกเกิลออกไซด์และศึกษาผลของตัวเร่งต่อการเกิดแก๊สสังเคราะห์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา ($\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) เตรียม 2 วิธีคือการตกตะกอนร่วม (CP) และวิธีตกตะกอนแบบจุ่มซุบ (IWI) เมื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่ง $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CP}$ และ $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-IWI}$ ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ เทคนิคการเลี้ยวเบนแบบรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าเมื่อเตรียมด้วยวิธี CP ขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์เล็กกว่าวิธี IWI ตรวจสอบโครงสร้างพื้นผิวและปริมาณธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDS) พบว่าสัณฐานมีลักษณะเป็นรูพรุน และปริมาณนิกเกิลออกไซด์ (NiO) ที่ใช้ปรับปรุงมีค่าใกล้เคียงกับอัตราส่วนที่ต้องการ การวิเคราะห์พื้นผิวและการกระจายของรูพรุน (BET) พบว่าตัวเร่ง $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CP}$ ที่เตรียมมีพื้นที่ผิวสูง รูพรุนขนาดเล็ก ปริมาตรรูพรุนสูง ผลวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วย (FT-IR) พบพีคการสั่นของ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ที่เลขคลื่น 800 และ 640 cm^{-1} จากการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยากับแก๊สมีเทนที่สภาวะที่เหมาะสมคือ อุณหภูมิ 500°C ความดัน 1 บรรยากาศต่ออัตราการไหลของแก๊ส ($\text{CH}_4:\text{CO}_2:\text{Ar}=50:40:10$) 20 mL/min พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CP}$ ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนของมีเทน สูงสุด 31.97 ค่าร้อยละความจำเพาะในการเกิดแก๊สไฮโดรเจน (H_2) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) เท่ากับ 2.22 และ 97.78 ตามลำดับ และอัตราส่วนแก๊สสังเคราะห์มีค่าเท่ากับ 0.0227

คำสำคัญ: ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา การตกตะกอนร่วม การตกตะกอนแบบจุ่มซุบ แก๊สสังเคราะห์ แก๊สมีเทน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Preparation and Characterization of Gamma-Alumina Supported Nickel Oxide Catalysts for Methane Reforming to Syngas		
Students	Miss. Jirapat Tunchun	Student ID	58050594
	Mr. Therapong Leelahaphun	Student ID	58050627
	Miss. Onrampha Netniramom	Student ID	58050700
Degree	Bachelor of Science		
Major	Environmental Chemistry		
Academic Year	2018		
Advisor	Asst.Prof.Dr.Montree Thongkam		
Co-Advisor	Asst.Prof.Krongkaew Tippayasak		

ABSTRACT

This special project was studied the effect of Nickel oxide modified over γ -Al₂O₃ catalyst for the Syngas Synthesis. NiO/ γ -Al₂O₃ catalyst were synthesized by Co-precipitation method and Incipient wetness impregnation. The catalysts were characterized with various techniques. The NiO crystalline size was found to be decreased with Co-precipitating method by X-ray diffraction technique (XRD), Scanning electron microscope (SEM) was shown the morphology is porous and presented amount of NiO that similar to the modified ratio. The NiO/ γ -Al₂O₃-CP gives the highest surface area and pore volume and identify the functional group of catalyst by infrared absorption technique (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR). The NiO/ γ -Al₂O₃-CP was exhibited the highest CH₄ conversion to 31.91 with H₂ and CO selectivity of 2.22 and 97.78 % (at conditions : temperature 500 °C , pressure 1 atm, gas flow rate (CH₄/CO₂/Ar= 50/40/10) 20 mL/min)

Keywords: γ -Alumina Supported Nickel Oxide Catalytic, Co-precipitation, Incipient wetness impregnation, Syngas, Methane

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนตรี ทองคำ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ กรองแก้ว ทิพย์ศักดิ์ อาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อาจารย์ที่ปรึกษา โครงการพิเศษที่ได้ช่วยแนะนำ และให้คำปรึกษา รวมถึงเสนอแนะแนวทางการแก้ไขปัญหา ตลอดจนถ่ายทอดประสบการณ์ และความรู้ในการทำงานของท่านเพื่อเป็นประโยชน์ในการคิดวิเคราะห์ การวางแผนในโครงการนี้โดยท่านได้ให้คำปรึกษาตั้งแต่การค้นหาข้อมูล จนการดำเนินการทำวิจัยสำเร็จ รวมทั้งตรวจทานและแก้ไขโครงการพิเศษเล่มนี้ให้สำเร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำ และความรู้ จนสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในโครงการพิเศษนี้ได้

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ และบุคลากร คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน ที่ช่วยอำนวยความสะดวกตลอดการทำโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ในภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำ และกำลังใจทำให้การดำเนินการทำโครงพิเศษสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบพระคุณบิดา มารดาและบุคคลในครอบครัว ที่ให้ความช่วยเหลือ เข้าใจ ให้กำลังใจตลอดการทำโครงการพิเศษ และได้ให้การสนับสนุนมาจนสำเร็จการศึกษา

จิราพัชร ตันขุนท์

ธีระพงศ์ ลีหะพันธ์

อรรรมภา เนตรนิรมล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป	ซ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 แก๊สชีวภาพ.....	3
2.2 แก๊สสังเคราะห์.....	3
2.2.1 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์.....	4
2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	5
2.3.1 นิยามที่เกี่ยวข้องกับการเร่งปฏิกิริยา.....	6
2.3.2 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	7
2.3.3 การเสื่อมสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	10
2.3.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	11
2.4 เครื่องปฏิกรณ์สำหรับสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์	11
2.4.1 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง	11
2.4.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดซ์.....	12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4.3 การใช้งานแก๊สสังเคราะห์ในด้านต่างๆ.....	12
2.5 อะลูมิเนียมออกไซด์	13
2.5.1 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับอะลูมิเนียมออกไซด์.....	13
2.5.2 สมบัติทางกายภาพของอะลูมิเนียมออกไซด์.....	13
2.5.3 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับแกมมาอะลูมินา.....	14
2.6 โบฮีไมต์.....	14
2.6.1 สมบัติทางกายภาพของโบฮีไมต์.....	15
2.7 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์	15
2.7.1 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD).....	15
2.7.2 การตรวจสอบโครงสร้างพื้นผิวและปริมาณของธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDS).....	16
2.7.3 การวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน (BET).....	17
2.7.4 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR).....	21
2.7.5 เทคนิคการแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม (GC).....	23
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	27
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ	27
3.2 เครื่องมือใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และผลลัพธ์.....	27
3.3 สารเคมีและแก๊ส.....	28
3.4 วิธีการทดลอง.....	28
3.4.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ด้วยวิธีการตกตะกอน	28
3.4.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{CP})$	29
3.4.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{IMI})$	29
3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	30
3.5.1 การอัดเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยา.....	30
3.5.2 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยตรง	30
3.6 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.6.1 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐาน.....	33
3.6.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารในระดับจุลภาค.....	34
3.6.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว.....	34
3.6.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร.....	34
3.6.5 การวิเคราะห์การแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม.....	35
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	39
4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	39
4.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	39
4.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	40
4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	42
4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐาน (XRD).....	43
4.2.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาค (SEM).....	44
4.2.3 การตรวจสอบธาตุที่เป็นองค์ประกอบ (EDS).....	46
4.2.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว (BET).....	47
4.2.5 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (FT-IR).....	48
4.3 การศึกษาผลการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	48
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	51
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	51
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	51
เอกสารอ้างอิง.....	52
ภาคผนวก	56
ภาคผนวก ก.....	57
ภาคผนวก ข.....	58
ภาคผนวก ค.....	66
ภาคผนวก ง.....	69
ภาคผนวก จ.....	71

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 ร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃	40
4.2 ร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃	41
4.3 ปริมาณองค์ประกอบภายในตัวเร่งปฏิกิริยา.....	46
4.4 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน ขนาดรูพรุน และขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃ และ NiO/ γ -Al ₂ O ₃	47
4.5 ร้อยละผลผลิตและค่าความจำเพาะการเกิดเป็นผลิตภัณฑ์การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃	49
ข.1 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ γ -Al ₂ O ₃	61
ข.2 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP)	61
ข.3 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI).....	61
ข.4 การคำนวณผ่านทางโปรแกรมของชุดข้อมูลของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP)	62
ข.5 การคำนวณผ่านทางโปรแกรมของชุดข้อมูลของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	62
ค.1 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃	66
ค.2 การวิเคราะห์แก๊สชีวภาพด้วย GC-FID ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃	66
ค.3 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP)	67
ค.4 ผลของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP).....	67
ค.5 ร้อยละการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพ และค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP).....	67
ค.6 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	68
ค.7 ผลของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI).....	68
ค.8 ร้อยละการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพ และค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 กระบวนการผลิตแก๊สสังเคราะห์.....	4
2.2 พลังงานศักย์ของปฏิกิริยาที่มีตัวเร่งและไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา.....	5
2.3 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์	8
2.4 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง.....	12
2.5 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดซ์	12
2.6 อะลูมิเนียมออกไซด์	13
2.7 โครงสร้างอะลูมินา.....	14
2.8 โครงสร้างโบฮีไมต์.....	15
2.9 เครื่อง X-Ray Diffractometer และลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	16
2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).....	17
2.11 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน (BET)	18
2.12 การดูดซับแก๊สไนโตรเจน.....	19
2.13 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์	20
2.14 ลักษณะการทำงานของเครื่อง FT-IR.....	21
2.15 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง FT-IR.....	22
2.16 ส่วนประกอบของเครื่อง Gas Chromatography.....	24
3.1 ชุดเครื่องอัดเม็ดสาร.....	30
3.2 ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor)	31
3.3 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃	32
3.4 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃	33
3.5 แผนผังกระบวนการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์.....	35
3.7 แผนผังเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃ สำหรับเปลี่ยน แก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์.....	36
3.7 แผนผังเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ สำหรับเปลี่ยนแก๊สชีวภาพ เป็นแก๊สสังเคราะห์.....	37
4.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃	40
4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP).....	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	42
4.4 โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃ และ NiO/ γ -Al ₂ O ₃	43
4.5 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃	44
4.6 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP).....	45
4.7 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI).....	45
4.8 การกระจายตัวของธาตุในตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ.....	46
4.9 อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al ₂ O ₃ และ NiO/ γ -Al ₂ O ₃	48



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันนี้มีความสนใจศึกษาพลังงานทดแทนกันแพร่หลาย โดยแหล่งพลังงานทดแทนที่พบเห็นได้มากในการผลิตหรือการสังเคราะห์ คือ แก๊สชีวภาพ (Biogas) ซึ่งเป็นแก๊สที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติจากการหมักย่อยสลายของสารอินทรีย์ภายใต้สภาวะที่ไร้ออกซิเจน (Anaerobic digestion) โดยทั่วไปจะหมายถึง แก๊สมีเทนที่เกิดจากการหมัก (Fermentation) ของสารอินทรีย์ (อรณิข, 2560) แก๊สชีวภาพ เป็นแหล่งที่มาหลักของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และแก๊สมีเทนหมุนเวียนทั่วโลก โดยปกติแก๊สชีวภาพจะมีองค์ประกอบของ แก๊สมีเทนอยู่ 60–70 % แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 28 – 38 % ส่วนที่เหลือเป็นแก๊สชนิดอื่นๆ 2% และไอน้ำ (พิชญ, 2554) การเปลี่ยนแก๊สมีเทนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในแก๊สชีวภาพ เป็นแก๊สสังเคราะห์ (Syngas) คือ แก๊สเชื้อเพลิงที่มีส่วนผสมหลักประกอบด้วยไฮโดรเจน (H_2), คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ได้ชื่อนี้เพราะถูกใช้เป็นตัวกลางในการผลิต Synthetic Natural Gas (SNG) และแอมโมเนียหรือเมทานอล นอกจากนี้แก๊สสังเคราะห์ยังใช้ผลิตปิโตรเลียมสังเคราะห์เพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิง ซึ่งสามารถให้ประโยชน์ได้หลายอย่าง ในโครงการนี้ได้ทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมีที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนรูปแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์ (Syngas) (Osarieme *et al.*, 2017) ดังนั้นการดำเนินการศึกษางานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายที่ต้องการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา และนิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา โดยขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีวิธีที่แตกต่างกัน คือ วิธีการตกตะกอน (Precipitation) วิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) และวิธีการตกตะกอนแบบจุ่มชุบ (Incipient wetness impregnation) หลังจากเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเรียบร้อยแล้ว ได้มีการนำไปวิเคราะห์พิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อศึกษาประสิทธิภาพ และสัมมนาวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ทำการสังเคราะห์ขึ้น และได้มีการศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ช่วยในการเปลี่ยนรูปของแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma-Al_2O_3$, NiO / $\gamma-Al_2O_3$ (CP) และ NiO / $\gamma-Al_2O_3$ (IWI)

1.2.2 ศึกษาคุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยเทคนิคการวิเคราะห์ต่างๆ ได้แก่ XRD, SEM, EDS, BET และ FT-IR เป็นต้น

1.2.3 ศึกษาประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma-Al_2O_3$, NiO / $\gamma-Al_2O_3$ (CP) และ NiO / $\gamma-Al_2O_3$ (IWI)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (CP) และ NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (IWI)

1.3.2 ศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งหมดด้วยวิธีต่างๆ คือ

1.3.2.1 ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD)

1.3.2.2 ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectrometry, SEM-EDS)

1.3.2.3 ตรวจสอบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (N_2 Adsorption-Desorption) (Brunauer-Emmett-Teller surface area, BET)

1.3.2.4 ตรวจสอบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

1.3.3 ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (CP) และ NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (IWI)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (CP) และ NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (IWI) เพื่อใช้ในการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์

1.4.2 สามารถวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (CP) และ NiO / $\gamma\text{-Al}_2\text{O}$ (IWI)

1.4.3 สามารถสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์เพื่อนำไปใช้ประโยชน์เป็นเชื้อเพลิง พลังงานทดแทนในส่วนต่างๆ และช่วยลดแก๊สมีเทนเข้าสู่สิ่งแวดล้อม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แก๊สชีวภาพ (อรณิข, 2560)

แก๊สชีวภาพ (Biogas) เป็นแก๊สที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติจากการย่อยสลายสารอินทรีย์โดยจุลินทรีย์ที่อยู่ภายใต้สภาวะไร้ออกซิเจน กระบวนการหมักเพื่อผลิตแก๊สชีวภาพ เป็นปฏิกิริยาการย่อยสลายสารอินทรีย์ในสภาวะไร้ออกซิเจน โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นตอนสุดท้าย คือมีเทน (CH_4) และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) เป็นส่วนใหญ่ กระบวนการย่อยสลายในสภาวะไร้ออกซิเจนเป็นกระบวนการหมุนเวียนคาร์บอนและธาตุอื่นๆ ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่สะอาด ปลอดภัย มีการเจริญเติบโตของเซลล์น้อย ทำให้ลดการกำจัดตะกอนจุลินทรีย์ได้แก๊สชีวภาพประกอบด้วยแก๊สหลายชนิด ส่วนใหญ่เป็นแก๊สมีเทน 50 – 70 เปอร์เซ็นต์ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 30 – 50 เปอร์เซ็นต์ ส่วนที่เหลือเป็นแก๊สไฮโดรเจน ออกซิเจน ไนโตรเจน ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และไอน้ำ แก๊สมีเทนมีคุณสมบัติติดไฟได้จึงสามารถนำมาเป็นพลังงานทดแทนเชื้อเพลิงต่างๆ เช่น การหุงต้ม เชื้อเพลิงรถยนต์เชื้อเพลิงในภาคอุตสาหกรรมใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับโรงงานผลิตไฟฟ้า ดังนั้น แก๊สชีวภาพจึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายประการ เช่น การนำมาใช้ร่วมกับ Dual Fuel Engine คือ การนำแก๊สชีวภาพมาใช้ร่วมกับน้ำมัน โดยใช้ส่วนผสมของแก๊สชีวภาพและอากาศผ่านเข้าไปตามท่อไอดีไปยังกระบอกสูบ เมื่ออัดได้อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสมฉีดน้ำมันเข้าไปทำการเผาไหม้กับเครื่องยนต์ดีเซลต่างๆได้นอกจากนี้กระบวนการหมักแบบไร้ออกซิเจนยังลดปริมาณสารอินทรีย์ในรูป COD (Chemical Oxygen Demand) และ BOD (Biological Oxygen Demand) ที่มีอยู่ในสารหมักลงได้ 50 - 70 % และสามารถนำกากที่ผ่านการย่อยสลายแล้วสามารถไปใช้เป็นปุ๋ยอินทรีย์ในสภาพปุ๋ยน้ำ หรือปุ๋ยแห้งเพื่อการปรับปรุงบำรุงดินได้ดี และช่วยลดปัญหาหมักและสภาพแวดล้อม (สมาคมพลังงานทดแทนสู่ชุมชนแห่งประเทศไทย, 2561)

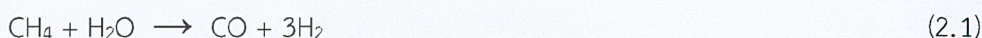
2.2 แก๊สสังเคราะห์

แก๊สสังเคราะห์ (Synthesis gas) หรือที่เรียกว่า Syngas เป็นแก๊สเชื้อเพลิงผสม ประกอบด้วยไฮโดรเจน (H_2) คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ใช้ในการผลิต Synthetic Natural Gas (SNG) และแอมโมเนีย หรือเมทานอล นอกจากนี้ยังใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ แก๊สสังเคราะห์มีคุณสมบัติเผาไหม้ได้ดีจึงนำไปใช้กับเครื่องยนต์สันดาปภายใน วิธีการผลิตแก๊สสังเคราะห์ คือ การใช้ขบวนการแปรสภาพเป็นแก๊ส (Gasification) ของมวลชีวภาพ ถ่านหิน หรือขบวนการเปลี่ยนสถานะจากพลังงานเหลือใช้ โดยใช้ขบวนการเปลี่ยนรูปไอน้ำของแก๊สธรรมชาติหรือสารไฮโดรคาร์บอนเหลวให้เป็นแก๊สไฮโดรเจน ขบวนการที่สำคัญในการผลิตแก๊สสังเคราะห์คือ กระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำ (Steam Reforming) โดยปฏิกิริยาแรกเป็นการดูดกลืนความร้อน

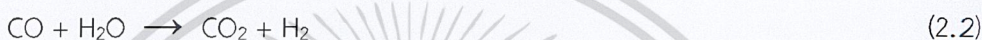
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างไอน้ำกับถ่านโคกร้อน ทำให้เกิดคาร์บอนมอนอกไซด์และไฮโดรเจน เมื่อถ่านโค้กเย็นลงจนการดูดกลืนความร้อนจบลงจะมีอากาศเย็นเข้ามาแทนที่ไอน้ำ (Partho *et al.*, 2018)

ปฏิกิริยาที่สองและที่สามเป็นขบวนการคายความร้อน โดยป้อนคาร์บอนไดออกไซด์จนถ่านโค้กร้อน แล้วจึงเริ่มขบวนการดูดกลืนความร้อนอีกครั้ง ได้คาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งเป็นแก๊สผู้ผลิต (Producer Gas) จากนั้นเริ่มขบวนการดูดและคายความร้อน เมื่อถ่านโค้กเริ่มเสื่อมสภาพจึงใช้ออกซิเจนแทนอากาศ เพื่อลดปัญหาค่าพลังงานแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ลดลงในขบวนการผลิตแอมโมเนียในสเกลที่ใหญ่ขึ้น จึงมีความต้องการไฮโดรเจนสังเคราะห์จากแก๊สธรรมชาติดังนี้ (Zhenghong and Fei, 2018)



แต่ถ้าต้องการไฮโดรเจนสูงขึ้น ต้องใช้ไอน้ำมากขึ้น จะเกิดปฏิกิริยาดังนี้



2.2.1 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ (นวดล, 2555)

วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตแก๊สสังเคราะห์ ได้แก่ แก๊สธรรมชาติ ถ่านหิน หรือ สารชีวมวล โดยมีวิธีการผลิตคือวิธีการเปลี่ยนรูปโดยปราศจากน้ำ (Dry Reforming, DR)

กระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon Dioxide Reforming) หรือการเปลี่ยนรูปโดยปราศจากน้ำ (Dry Reforming, DR) เป็นกระบวนการที่คล้ายคลึงกับกระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำ แต่จะต่างกันตรงที่ใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นสารตั้งต้น ข้อดีของกระบวนการนี้คือช่วยลดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเป็นแก๊สเรือนกระจกเป็นสาเหตุให้เกิดภาวะโลกร้อนแต่มีข้อเสียคือสัดส่วนของไฮโดรเจนที่ได้จากกระบวนการนี้จะต่ำกว่ากระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำ และตัวเร่งปฏิกิริยาจะเสื่อมสภาพเร็วกว่าเนื่องจากจะมีอนุภาคคาร์บอนจากคาร์บอนไดออกไซด์ไปเกาะอยู่ที่บริเวณผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

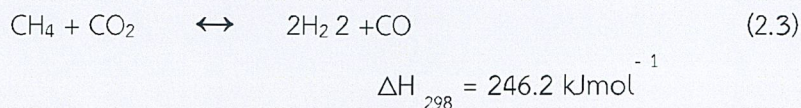


รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตแก๊สสังเคราะห์ (Partho *et al.*, 2018)

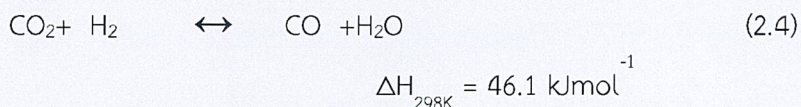
แก๊สชีวภาพเป็นวัตถุดิบหลักในการผลิตแก๊สสังเคราะห์ โดยแสดงได้ดังปฏิกิริยาที่ 2.3, 2.4 และ 2.5 ตามลำดับ (Osarieme *et al.*, 2017)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

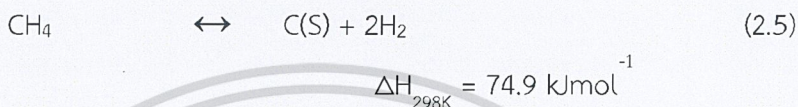
Dry Reforming of Methane (DRM)



Reverse Water Gas Shift Reaction (RWGS)

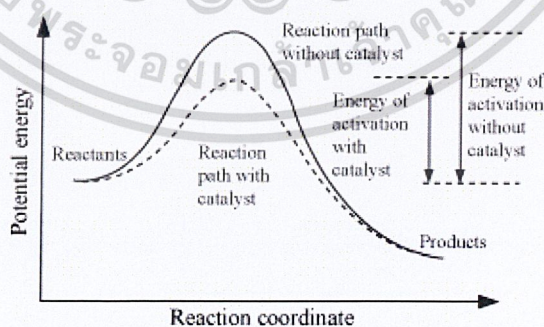


Direct Methane Decomposition (DMD)



2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา (จตุพร และนุรักษ์, 2547)

คำว่า “ตัวเร่งปฏิกิริยา” มาจากภาษากรีก 2 คำ ได้แก่คำว่า คตะ (Aata) หมายถึง เล็กลง (Down) และไลไซน์ (Lysein) หมายถึง แยกหรือแตก (Split Or Break) ดังนั้น “ตัวเร่งปฏิกิริยา” จึงหมายถึง ตัวที่ทำให้เกิดการแตกหรือแยกให้มีขนาดเล็กลงของพลังงานบนโมเลกุล ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีมีหน้าที่เร่งอัตราของปฏิกิริยา โดยเลือกเร่งปฏิกิริยาเฉพาะปฏิกิริยาที่ต้องการให้เกิด และไม่ทำให้เกิดปฏิกิริยาอื่นที่อาจจะเกิดขึ้นข้างเคียง ความสามารถและความว่องไวในการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยา มีอิทธิพลจากลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของของแข็ง อธิบายถึงการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาโมเลกุลของสารตั้งต้นที่ถูกเปลี่ยนสภาพไปมีพลังงานเพิ่มขึ้นหรือกลายเป็นสารผลิตภัณฑ์ระหว่างปฏิกิริยา (Intermediate) เลือกใช้ทฤษฎีสถานะทรานซิชัน (Transition-State-Theory) มาอธิบายว่าตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีช่วยลดพลังงานศักย์ขวางกั้น (Potential Energy Barrier) ซึ่งสารตั้งต้นจะถูกเปลี่ยนเป็นสารผลิตภัณฑ์ คือ ลดพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยาให้ต่ำลงนั่นเอง แสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 พลังงานศักย์ของปฏิกิริยาที่มีตัวเร่งและไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา (จตุพร และนุรักษ์, 2547)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีเป็นสารช่วยควบคุมอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยา โดยไม่ถูกใช้ไปในปฏิกิริยาเคมี แบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (จตุพร, 2560)

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (Homogeneous Catalyst) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะเดียวกับสารที่ทำปฏิกิริยา เช่น ปฏิกิริยาในสารละลาย และปฏิกิริยาในสิ่งมีชีวิตที่เร่งด้วยเอนไซม์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์เป็นโมเลกุลที่มีตำแหน่งสำหรับเร่งปฏิกิริยาชัดเจน แต่มีข้อเสียคือ ถ้าอยู่ในสถานะที่ใช้ความร้อนและความดันสูงตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกิดการสลายตัวหรือเสียสภาพ

2. ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous Catalyst) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสถานะต่างกับสารที่ทำปฏิกิริยา เช่น สารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวหรือแก๊ส ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นของแข็ง หรือของเหลว การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ใช้ในอุตสาหกรรมหลายด้าน เช่น เชื้อเพลิง ตัวทำละลาย เส้นใยสังเคราะห์ ปุ๋ย ผลิตภัณฑ์ยา เนื่องจากสามารถแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นที่เหลือได้ง่ายกว่าระบบที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กันมากในอุตสาหกรรม คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous Catalytic Reaction) ซึ่งโดยทั่วไปมีลักษณะเป็นของแข็ง ใช้เร่งปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นเป็นของเหลวหรือแก๊ส เพราะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งนั้นมีความแข็งแรง ทนทานต่ออุณหภูมิและความดันสูง สามารถแยกออกจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ได้ง่าย ในกรณีที่สารตั้งต้นเป็นของเหลว สารตั้งต้นมักจะผสมอยู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์ในสถานะที่ต้องการ และการแยกผลิตภัณฑ์อาจทำได้โดยการกลั่น สำหรับสารตั้งต้นที่เป็นแก๊สนั้นสารตั้งต้นจะผ่านเข้าไปทางปลายด้านหนึ่งของเครื่องปฏิกรณ์และผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งอยู่ในเบด (Bed) เกิดการดูดซับบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวซึ่งอาจเป็นการจับตัวกันของสารตั้งต้นบนพื้นผิว หรือมีการเปลี่ยนโครงสร้างแล้วได้ผลิตภัณฑ์หลุดออกจากพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยาผ่านออกมาทางปลายอีกด้านหนึ่งของเครื่องปฏิกรณ์

2.3.1 นิยามที่เกี่ยวข้องกับการเร่งปฏิกิริยา (จตุพร, 2541)

1. ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic Efficiency) ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทำได้โดยตรงจากค่าความถี่ผืนเวียน (Turnover Frequency) ซึ่งแสดงโดยค่าคงที่ปฏิกิริยา ณ ตำแหน่งกัมมันต์ (Turnover Number) นั่นคือจำนวนวัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาต่อหน่วยเวลา

2. วัฏจักรของการตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic Cycle) วัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยาจะประกอบด้วยกลไกปฏิกิริยา (Reaction Mechanism) ที่แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นไปเป็นสารมัธยันตร์ (Intermediates) และสารผลิตภัณฑ์ โดยอาจมีการเปลี่ยนแปลงของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่เมื่อวัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยาครบรอบแล้วจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยากลับคืนมา และสามารถหากอัตราของปฏิกิริยารวมได้จากกลไกของปฏิกิริยา ในการหากกลไกปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์หาได้จากสมดุลของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะ ส่วนการหากกลไกปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์หาได้จากไอโซเทอร์มของการดูดซับบนโลหะ

3. การเปลี่ยนแปลงพลังงาน (Energetics) ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถเพิ่มความเร็วของปฏิกิริยาได้โดยเปลี่ยนแปลงวิถีของปฏิกิริยา โดยมีค่าพลังงานก่อกัมมันต์ของกิบส์ลดลงแต่ไม่ต่ำกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่าของสารผลิตภัณฑ์ ถ้ามีค่าต่ำกว่าเดิมมากจะทำให้วัฏจักรของปฏิกิริยาถูกทำลาย และเกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ

4. **กัมมันตภาพ (Activity)** คือ ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาเพื่อเข้าสู่สมดุล เป็นการวัดเชิงปริมาณว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีความสามารถในการเปลี่ยนสารตั้งต้นไปเป็นสารผลิตภัณฑ์มากน้อยเพียงใด การหาร้อยละของกัมมันตภาพแบบที่ง่ายที่สุดหาได้ ดังสมการนี้

$$\%Activity = \frac{(\text{Input reactant} - \text{Output reactant})}{\text{Input reactant}} \times 100 \quad (2.6)$$

5. **สัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยา (Selectivity)** คือ ความสามารถในการเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการโดยเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง (Side Reactions) น้อยที่สุด การหาสัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยาจากสัดส่วนของปฏิกิริยาที่ต้องการให้เกิด (Desired Reaction) หารด้วยปฏิกิริยาที่สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งหมด (All Reactions)

$$\%Selectivity = \frac{(\text{Desired reaction})}{\text{All reactions}} \times 100 \quad (2.7)$$

6. **อายุการใช้งาน (Life Time)** ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต้องมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน การเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาต้องคำนึงเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาอาจเปลี่ยนไปเป็นอยู่ในรูปที่ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้อีก คือ เปลี่ยนเป็นสารกัมมันต์ (Inactive) หรือเสื่อมสภาพ (Deactivated)

7. **การทำให้คืนสภาพ (Regeneration)** การนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เสื่อมสภาพแล้ว หลังจากการใช้งานมาทำให้อยู่ในสภาพที่ว่องไวและการใช้งานได้ดังเดิม

8. **ตัวยับยั้ง (Inhibitor)** คือ สารที่ทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาเกิดช้าลง และทำให้สารตั้งต้นไม่สามารถเกิดพันธะกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เรียกว่า เกิดพอยซัน (Poison)

2.3.2 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (ฉริยะ, 2558)

ตัวเร่งปฏิกิริยามีวิธพันธุ์ประกอบด้วย 2 องค์ประกอบหลัก คือ สารว่องไว (Active Component) และตัวรองรับ (Support) หรือตัวพา (Carrier) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวทำให้การกระจายตัวของสารดียิ่งขึ้น มีความว่องไวต่อการทำปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีตัวสนับสนุน หรือโปรโมเตอร์ (Promoter) จะช่วยเสริมการเร่งปฏิกิริยาให้ดีขึ้น ซึ่งเป็นสารที่ใช้ในปริมาณน้อย เพื่อเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเคมีหรือกายภาพของสารว่องไวหรือตัวรองรับ ซึ่งอาจเพิ่มความว่องไว (Activity) เสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา และสัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์มีองค์ประกอบดังนี้ (วิลาสินี, 2559)

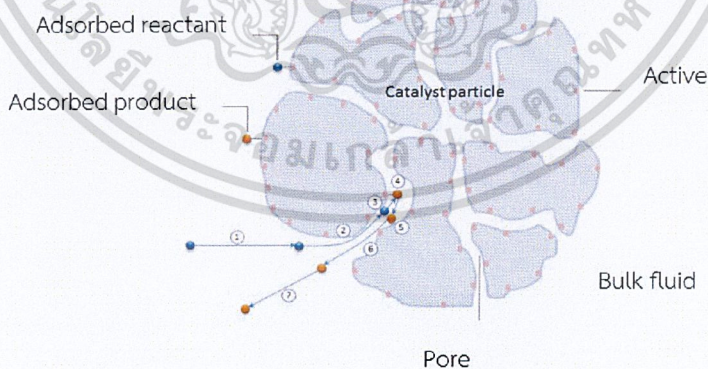
1. **โลหะว่องไว (Active Metal)** ทำหน้าที่ในการช่วยดูดซับสารตั้งต้น และเร่งให้เกิดปฏิกิริยาขึ้น ซึ่งความว่องไวของโลหะขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของโลหะนั้นๆ หากมีพื้นที่ผิวมาก สารตั้งต้นจะถูกดูดซับ และเกิดปฏิกิริยาได้มาก โลหะว่องไวที่นิยมนำมาใช้ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์เอ็กสาร์นี้ แก๊สสังเคราะห์ คือ โลหะนิกเกิล (Ni) เนื่องจากสามารถเตรียมและวิเคราะห์ลักษณะได้ง่าย ยখনด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. **ตัวรองรับ (Supporter)** เป็นสารเฉื่อยที่ใช้สำหรับให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะวงไวมากระจายอยู่บนพื้นผิว ทั้งนี้เพื่อเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวทั้งหมดให้กับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยส่วนใหญ่ตัวรองรับจะเป็นสารที่มีรูพรุน (Porous) สูงและพื้นที่ผิวส่วนใหญ่จะอยู่ในรูพรุนส่วนที่อยู่ภายนอกของตัวรองรับจะมีพื้นที่ผิวอยู่เพียงเล็กน้อยเท่านั้น ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนใหญ่จะแทรกตัวอยู่ในรูพรุนเหล่านั้น โดยอาจอยู่ในรูปเม็ด (Pellet) หรือ ผง (Powder) โดยสมบัติทั่วไปของตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาดังนี้

1. มีความเฉื่อยต่อปฏิกิริยาที่ไม่ต้องการให้เกิด
2. มีความแข็งแรงเชิงกล เช่น ทนต่อการขูดขีด หรือการบีบอัด
3. มีเสถียรภาพหรือทนต่อสภาวะต่างๆ ได้ ในระหว่างการทำปฏิกิริยา เพื่อนำกลับมาใช้ใหม่
4. มีพื้นที่ผิวสูงและมีความเป็นรูพรุน แต่ทั้งนี้ต้องขึ้นกับวัตถุประสงค์ของการใช้งาน มีความเป็นรูพรุนรวมถึงขนาดของรูพรุนและการกระจายของรูพรุนที่เหมาะสม
5. การมีพื้นที่ผิวสูง (รูพรุนขนาดเล็ก) แต่ถ้ามีรูพรุนเล็กเกินไปจะทำให้เกิดการอุดตันได้ โดยเฉพาะกรณีที่มีปริมาณของโลหะตัวเร่งสูง
6. มีราคาถูก ซึ่งช่วยทำให้ต้นทุนในการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าต่ำ หากมีการนำไปประยุกต์ใช้จะเป็นการช่วยลดต้นทุนการผลิตได้

3. **ตัวส่งเสริม (Promoter)** เป็นองค์ประกอบที่ช่วยส่งเสริมให้ตัวเร่งปฏิกิริยาทำงานได้ดีขึ้น ซึ่งส่วนใหญ่สารที่ใส่ลงไปจะมีปริมาณน้อย เพื่อเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเคมีหรือกายภาพของโลหะวงไว หรือตัวรองรับ ซึ่งอาจเพิ่มกัมมันตภาพ (Activity) สัดส่วนเลือกทำปฏิกิริยา (Selectivity) และเสถียรภาพ (Stability) ของตัวเร่งปฏิกิริยา

4. **ขั้นตอนของปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์** กลไกของการถ่ายเทมวลสารซึ่งจะเข้าทำปฏิกิริยาบนผิวตัวเร่งปฏิกิริยามี 7 ขั้นตอน ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ (กุลธิดา และฉัตรวรรณ, 2550)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1) การแพร่จากภายนอกของสารตั้งต้นไปที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (External Diffusion of Reaction)
- 2) การแพร่ของสารตั้งต้นสู่ภายในรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (Internal Pore Diffusion of Reaction)
- 3) การดูดซับ (Adsorption of Reaction)
- 4) การเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (Surface Reaction)
- 5) การคายซับ (Desorption of Product)
- 6) การแพร่ของสารผลิตภัณฑ์ออกจากภายในรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (Internal Pore Diffusion of Product)
- 7) การแพร่ของสารผลิตภัณฑ์ออกจากผิวหน้าด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา (External Diffusion of Product)

5. การดูดซับ (Adsorption) และการคายซับ (Desorption) (เดชา, 2552)

สำหรับขั้นตอนการดูดซับและการคายซับเป็นขั้นตอนที่สำคัญของการเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ การดูดซับของโมเลกุลต่างๆ บนผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ คือ การเกิดพันธะเคมีระหว่างตัวดูดซับ (Absorbent) กับตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) บนตำแหน่งกัมมันต์ (Active Site) เพื่อให้โมเลกุลเหล่านั้นเกิดปฏิกิริยาต่อไป เช่นเดียวกับการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนในตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธุ์กล่าว คือ มีการเคลื่อนย้ายอิเล็กตรอนระหว่างตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ

การคายซับของโมเลกุลในตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ คือ การแตกออกของพันธะเคมีระหว่างตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ทำให้ได้ตำแหน่งกัมมันต์กลับคืนมา ซึ่งจะเหมือนกับปฏิกิริยาการแตกตัว (Dissociation) ในกรณีของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธุ์

การก่อกัมมันต์ (Activation) ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์มีความหมายหลายอย่าง อาจหมายถึง การทำให้โมเลกุลต่างๆ ที่จับอยู่บนผิวหน้าหลุดออกไป เช่น การกำจัดโมเลกุลของน้ำออกจากผิวหน้าของอะลูมินา หรืออาจหมายถึงรวมถึงการเตรียมตำแหน่งกัมมันต์โดยปฏิกิริยาเคมี เช่น ปฏิกิริยารีดักชัน เพื่อเปลี่ยนอนุภาคของโลหะออกไซด์เป็นโลหะก่อนการทำปฏิกิริยา การดูดซับของแก๊สเฉื่อยหรือแก๊สที่ไวต่อปฏิกิริยาขึ้นกับลักษณะพื้นผิวของวัสดุการดูดซับแบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption) หรือฟิซิชอปชัน (Physisorption) และการดูดซับทางเคมี (Chemical Adsorption) หรือ เคมิซอปชัน (Chemisorption)

1) การดูดซับทางกายภาพ (Physisorption)

การดูดซับแบบนี้เป็นการดูดซับที่อ่อนและไม่มีการเกิดพันธะเคมีเกิดขึ้น แรงดึงดูดระหว่างอะตอมผิวหน้าของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ คือ แรงแวนเดอร์วาลส์ (Van Der Waals) มีค่าความร้อนของการดูดซับน้อยกว่า 25 กิโลจูลต่อโมล เป็นกระบวนการคายความร้อน ไม่มีพลังงานก่อกัมมันต์ (Activation Energy) และไม่มี การแตกของพันธะ ดังนั้นจึงสามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วในทันทีที่โมเลกุลเดินทางผ่านมาผิวหน้าของตัวดูดซับ แต่ในกรณีที่ตัวถูกดูดซับมีความพรุนสูง อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะช้าลง เนื่องจากถูกจำกัดด้วยอัตราเร็วของการแพร่ปริมาณของการดูดซับแบบนี้เป็นแบบไม่เลือก กล่าวคือ ขึ้นอยู่กับจุดเดือดของแก๊สแต่ไม่ขึ้นอยู่กับชนิดของพื้นผิวและชนิดของแก๊ส หลังการดูดซับแก๊สบนผิวหน้าไม่เป็นชั้นเดียว (Multi-Layer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) การดูดซับทางเคมี (Chemisorption)

การดูดซับแบบนี้เป็นการดูดซับที่แข็งแรง เป็นการเกิดพันธะเคมีระหว่างตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับ ความร้อนของการดูดซับมีค่าประมาณ 60-85 กิโลจูลต่อโมล การดูดซับแบบนี้เป็นแบบเฉพาะเจาะจง กล่าวคือขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สและพื้นที่ผิวหน้าตัวดูดซับ หลังการดูดซับแก๊สที่ผิวหน้าจะเป็นชั้นเดียว (Mono-Layer) การที่จะให้การดูดซับทางเคมีเข้าสู่สมดุลนั้นจะต้องใช้เวลานานโดยเฉพาะที่อุณหภูมิต่ำ ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณที่ดูดซับที่สภาวะสมดุลจะขึ้นกับชนิดของระบบ ปริมาณไอของสารที่ถูกดูดซับจะมีค่ามากที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารนั้นมาก ปริมาณการดูดซับจะคงที่ในช่วงอุณหภูมิหนึ่งซึ่งผิวหน้าของตัวดูดซับเกิดการอิ่มตัว

2.3.3 การเสื่อมสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา (ฐิติพร, 2560)

ตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อทำหน้าที่เร่งปฏิกิริยาแล้วจะมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาลดลง จึงต้องมีการเปลี่ยนถ่ายตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นระยะๆ สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใหม่จะเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อสัมผัสกับสารตั้งต้น ผลที่เกิดขึ้นอาจเกิดได้ 2 ทิศทาง คือ ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาลดลงจนเข้าสู่สมดุลของตัวเร่งปฏิกิริยาในระบบนั้นๆ อีกกรณีหนึ่ง คือ ตัวเร่งปฏิกิริยามีการเปลี่ยนแปลงสภาพของเฟส ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนสารตั้งต้นเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงมากขึ้นแทนการเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการเสื่อมสภาพ (Deactivation) ทำให้ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาหมดไป ซึ่งโดยส่วนใหญ่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ถ้าจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาทำงานได้เหมือนเดิม ต้องนำตัวเร่งปฏิกิริยามาผ่านกระบวนการคืนสภาพ (Regeneration Process) ซึ่งเป็นการเปลี่ยนรูปให้สารที่เสื่อมสภาพกลับมาอยู่ในสภาพที่เร่งปฏิกิริยาได้อีกครั้ง ในทางปฏิบัตินั้นยากที่จะแยกความแตกต่างของสาเหตุการเสื่อมของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ชัดเจน ซึ่งสาเหตุของการเสื่อมสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาอาจมีผลจากหลายสาเหตุ เช่น เกิดจากผลเชิงความร้อน (Thermal Type) ผลเชิงกล (Mechanical Type) และผลเชิงเคมี (Chemical Type) โดยชนิดของการเสื่อมสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยามีดังนี้

1. การเสื่อมสภาพของเม็ดอนุภาค เม็ดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกออกแบบมาจำเพาะกับงาน แต่เมื่อได้รับแรงขัดหรือแรงกระแทกที่เกิดขึ้นภายในเครื่องปฏิกรณ์ อาจทำให้เกิดการหลุดออกขององค์ประกอบบางตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดการสูญเสียสมบัติเชิงกลของเม็ดอนุภาคนั้น

2. การเสื่อมสภาพเนื่องจากการเกิดภาวะเป็นพิษบนตัวเร่งปฏิกิริยา (Poisoning) เกิดจากการปนเปื้อนในสารที่ใช้ทำปฏิกิริยาซึ่งทำให้ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง เนื่องจากสารเจือปนถูกดูดซับบนพื้นผิวที่ว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาบางส่วน ถ้าการดูดซับที่เกิดพันธะขึ้นแบบไม่แข็งแรงตัวเร่งปฏิกิริยาก็จะเกิดการคายซับ ทำให้สามารถใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไปได้ ถ้าการดูดซับเกิดพันธะขึ้นแบบแข็งแรง ตัวเร่งปฏิกิริยาก็จะเกิดการเสื่อมสภาพแบบถาวร

3. การเสื่อมสภาพจากการเกิดถ่านโค้ก (Coking) ปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับสารประกอบไฮโดรคาร์บอนจะมีปฏิกิริยาข้างเคียง (Side Reaction) เกิดขึ้น ทำให้เกิดกลุ่มของคาร์บอนปิดกั้นพื้นที่กัมมันต์แบบกายภาพ ทำให้ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง เรียกกลุ่มคาร์บอนดังกล่าวว่าการเกิดคาร์บอน (Carbonaceous) หรือถ่านโค้ก (Coke) ปริมาณของถ่านโค้กหากมีมากถึง 15-20% บนตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีผลต่อการเร่งปฏิกิริยา การสะสมของกลุ่มคาร์บอนบนโลหะออกไซด์ ซึ่งจะทำให้โมเลกุลมีขนาดใหญ่ขึ้นและทิศทางเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนไปเป็นถ่านโค้กได้ง่าย

4. การเสื่อมสภาพเนื่องจากความร้อน (Sintering) ซินเทอริงเป็นการลดลงของพื้นที่ผิวกัมมันต์ โดยการปรับโครงสร้างภายในของตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนใหญ่มีผลจากความร้อนและทางกายภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำออกจำหน่ายหรือทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งเป็นการเคลื่อนมารวมกันทำให้เกิดผลึกโลหะ สามารถเกิดได้ทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะบนตัวรองรับหรือตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่มีตัวรองรับ โดยปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อการเสื่อมสภาพ คือ การกระจายตัวของอนุภาคอะตอมหรือผลึกโลหะ ขนาดของอนุภาค สารปนเปื้อนที่ปรากฏในตัวรองรับ และความสามารถในการระเหยของอนุภาคอะตอมหรือผลึกโลหะ เป็นต้น

5. การเสื่อมสภาพจากการเปลี่ยนแปลงในสถานะของแข็ง (Solid State Transformation) เป็นการเสื่อมสภาพที่เป็นผลต่อเนื่องและรุนแรงขึ้นจากกระบวนการซินเทอริงที่อุณหภูมิสูงมากขึ้น คือ การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะกระตุ้นกับตัวรองรับ การรวมตัวกันย่อมทำให้พื้นผิววักมันต์มีค่าน้อยลง

2.3.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา (พิมพวรรณ และคณะ, 2559)

1. การตกตะกอน (Precipitation) เป็นการแยกไอออนหรือโมเลกุลของสารซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายอยู่ในเฟสของของแข็ง โดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอน เช่น ค่าความเป็นกรด-เบส (pH) เริ่มจากการเตรียมสารละลายของเกลือโลหะ 1 ชนิด จะต้องเตรียมสารละลายของเกลืออะลูมิเนียมก่อน จากนั้นเติมสารที่ทำให้เกิดการตกตะกอน (Precipitation Agent) และให้ความร้อนเพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาตั้งต้นสลายตัวได้ตัวรองรับที่ต้องการ

2. การตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) เป็นกระบวนการนำโลหะเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างของโลหะอีกตัวหนึ่ง พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อทำให้เกิดตะกอน โดยเริ่มการเตรียมสารละลายของเกลือโลหะ 2 ชนิดหรือมากกว่า เช่น การเตรียมโลหะบนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา จะต้องเตรียมสารละลายของเกลือโลหะและเกลืออะลูมิเนียมก่อน จากนั้นเติมสารที่ทำให้เกิดการตกตะกอน (Precipitation Agent) เช่น โลหะอัลคาไลไนเทรต จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาตั้งต้น (Catalyst Precursor) และให้ความร้อนเพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาตั้งต้นสลายตัวได้โลหะอะลูมิเนียมบนตัวรองรับที่ต้องการ

3. การตกตะกอนแบบจุ่มชุบ (Incipient wetness impregnation) ชั่งแกมมาอะลูมินาลงในขามระเหย และละลายนิกเกิลไนเทรตด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นค่อยๆ หยดสารละลายนิกเกิลไนเทรตลงในแกมมาอะลูมินา ทำการทดลองใน sonication bath โดยมีหลักการคือปริมาณสารละลายที่หยดจะพอดีกับ pore volume ของตัวรองรับ คลื่นเสียงช่วยให้สารละลายนิกเกิลไนเทรตแทรกเข้าไปตามรูพรุนของตัวรองรับได้ (พรประภา และมานพ, 2558)

2.4 เครื่องปฏิกรณ์สำหรับสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์

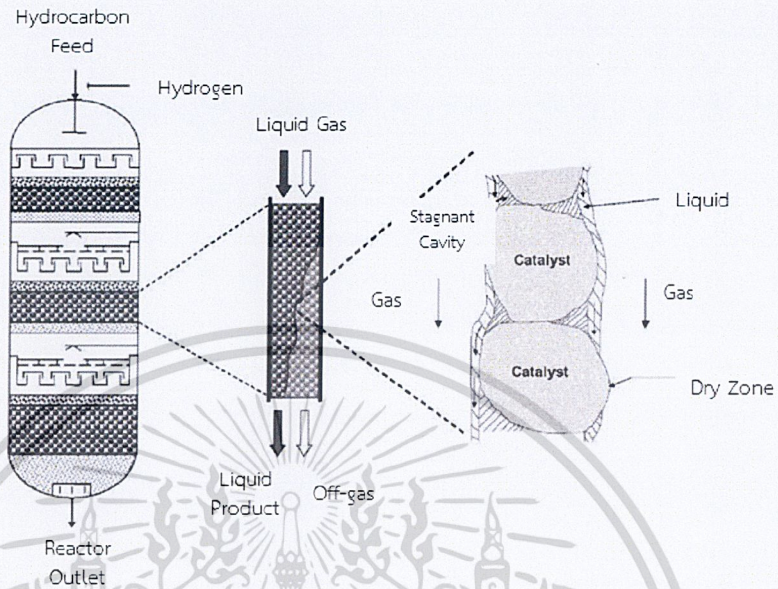
2.4.1 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง

เครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง (Fixed-Bed Reactor) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้งานง่ายและราคาถูก จึงเป็นเครื่องปฏิกรณ์ที่นิยมใช้ในห้องปฏิบัติการหรือในระดับนำร่อง โดยในระบบดังกล่าวมีข้อจำกัดการแพร่ระหว่างเฟสถูกจำกัดโดย Gas-Solid Contractor การใช้เครื่องปฏิกรณ์เบตนิ่งเป็นทางเลือกที่ทำให้อุณหภูมิตลอดความยาวของเครื่องปฏิกรณ์ตั้งแต่ทางเข้าจนถึงทางออกมีความเหมาะสม เครื่องปฏิกรณ์ชนิดนี้ถูกออกแบบอย่างง่าย โดยให้มีการบรรจุสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาภายในเครื่องแบบคงที่ ดังนั้นสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาจะไม่เกิดการเคลื่อนที่ขณะที่มีการให้ความร้อนจนกระทั่งเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ ผลิตภัณฑ์จึงไหลออกจากเครื่องปฏิกรณ์ โดยลักษณะการทำงานของเครื่องปฏิกรณ์เป็นแบบกึ่งต่อเนื่อง เมื่อเกิดปฏิกิริยาเสร็จสิ้นแล้วจึงทำการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

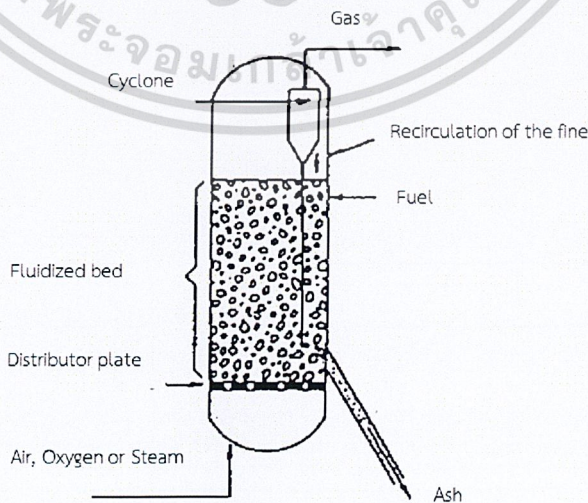
ของแข็งออกจากเครื่องปฏิกรณ์ แล้วจึงใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่เพื่อทำปฏิกิริยาอื่นๆต่อไป เครื่องปฏิกรณ์แบบนี้สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง (Fixed-Bed Reactor) (Azizi et al., 2014)

2.4.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไคซ์

เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไคซ์ (Fluidized-Bed Reactor) โดยเครื่องปฏิกรณ์นี้สามารถกำจัดความร้อนที่เกิดขึ้นได้ดี สามารถสังเคราะห์ได้ปริมาณมาก เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถเคลื่อนที่ได้ อย่างอิสระ ด้วยเหตุนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกิดการชนกับผนังของเครื่อง ปฏิกรณ์ทำให้เกิดการสูญเสียตัวเร่งปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไคซ์ (Fluidized-Bed Reactor) (Azizi et al., 2014)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ภายนอกโดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 การใช้งานแก๊สสังเคราะห์ในด้านต่างๆ (ประเสริฐ, 2551)

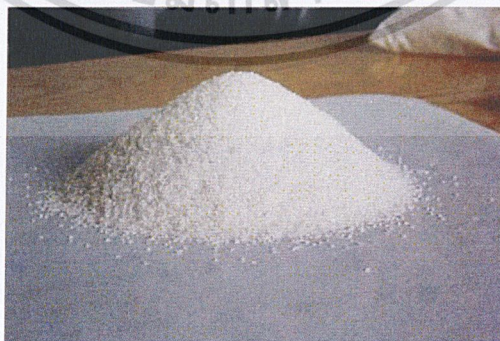
การใช้งานแก๊สสังเคราะห์เป็นเชื้อเพลิง โดยนำมาผ่านกระบวนการแก๊สซิฟิเคชันในเครื่องแก๊สซิไฟเออร์ เพื่อเปลี่ยนชีวมวลเป็นแก๊สสังเคราะห์ แก๊สชีวภาพที่สะอาดสามารถนำมาใช้ในการผลิตพลังงาน หรืออุตสาหกรรม การผลิตที่มีค่าอื่น ๆ เช่น สารเคมี เชื้อเพลิงเพื่อการขนส่ง ปุ๋ย และกระแสไฟฟ้า และอื่น ๆ โดยสังเคราะห์ผ่าน กระบวนการฟิชเชอร์-โทรปช์ (Fischer-Tropsch) เพื่อเปลี่ยนโมเลกุลของแก๊สสังเคราะห์ให้เป็นเชื้อเพลิงสังเคราะห์ต่างๆ นอกจากนี้ยังสามารถนำแก๊สสังเคราะห์มาใช้เป็นสารตั้งต้นในผลิตโอดีเมทิลอีเทอร์เพื่อเป็นเชื้อเพลิงสำหรับแหล่งกำเนิดไฟฟ้า ใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับการขนส่ง และจากการศึกษาวิจัยพบว่าโอดีเมทิลอีเทอร์สามารถใช้แทนแก๊สปิโตรเลียมเหลวได้เนื่องจากมีสมบัติที่คล้ายคลึงกัน ดังนั้นแก๊สสังเคราะห์จึงมีประโยชน์อย่างมาก และยังเป็นพลังงานหมุนเวียนที่ยั่งยืน (ณัฐวุฒิ, 2558)

มีการศึกษาวิจัยระบบผลิตแก๊สสังเคราะห์พลังงานทดแทนชุมชนจากถ่านไม้ นำมาเป็นเชื้อเพลิงพลังงานสูบน้ำเพื่อการเกษตร และยานพาหนะขนส่ง ช่วยลดการนำเข้าพลังงานต้นทุนการผลิตเพื่อการเกษตร และสามารถทดแทนการใช้ LPG ในครัวเรือนได้ เทคโนโลยีนี้ได้รับการพิสูจน์แล้วว่า เป็นเทคโนโลยีที่ปลอดภัยทั้งในด้านการปล่อยมลพิษที่มีผลต่อสุขภาพ โดยมลพิษที่ปล่อยออกมาจะมีค่าต่ำกว่ามาตรฐานข้อกำหนดมลพิษมาก และยังใช้ในระบบเครื่องยนต์สันดาปภายใน หรือเครื่องยนต์กังหันแก๊สได้อีกด้วย

2.5 อะลูมิเนียมออกไซด์ (สุรศักดิ์, 2545)

2.5.1 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับอะลูมิเนียมออกไซด์

อะลูมินา (Alumina) มีชื่อทางเคมีคือ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide : Al_2O_3) พบ ในธรรมชาติในรูปของแร่คอร์ันดัม (Corundum : Al_2O_3) นอกจากนี้ยังมีไดอะสเปอร์ (Diaspore: $Al_2O_3 \cdot H_2O$) บ็อกไซต์ (Bauxite: $Al_2O_3 \cdot 2H_2O$) และกิบบไซต์ (Gibbsite: $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) โดยจัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์นำมาใช้ประโยชน์ตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบัน และยังคงถูกพัฒนามาใช้งานมากขึ้นในอนาคต (สุรศักดิ์, 2545)



รูปที่ 2.6 อะลูมิเนียมออกไซด์ (สุรศักดิ์, 2545)

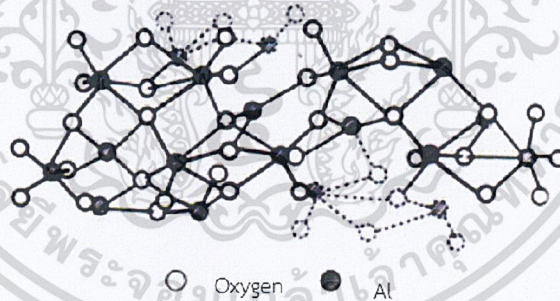
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2 สมบัติทางกายภาพของอะลูมิเนียมออกไซด์

ชื่อทั่วไปคือ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Alumina, Aluminium Oxide) มีค่ามวลโมเลกุล 101.96 กรัมต่อโมล สถานะของสารเป็นของแข็ง ผงสีขาว ไม่ละลายน้ำ ค่าความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 4.00 พบจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 2,072 องศาเซลเซียส และจุดเดือดที่อุณหภูมิ 2,980 องศาเซลเซียส

2.5.3 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับแกมมาอะลูมินา (สุกษณม, 2554)

อะลูมินาจะพบในรูปแอลฟา (α) แกมมา (γ) และ เบต้า (β) โดยส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ แอลฟาอะลูมินา และ แกมมาอะลูมินา หากนำไปเผาให้อุณหภูมิสูงถึง 1,150- 1,200 °C จะเปลี่ยนมาอยู่ในรูปของแอลฟา ส่วนเบต้าอะลูมินาอยู่ในรูปของสารประกอบ Sodium Aluminate ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 1.1\text{Al}_2\text{O}_3$) เนื่องจากอะลูมินามีค่าความแข็งแรง มีความหนาแน่นมาก มีความต้านทานต่อการขีดสีและสึกกร่อนสูง ทนต่อสารเคมี เป็นฉนวนไฟฟ้าที่อุณหภูมิสูงได้ดี และมีความทนไฟ เนื่องจากมีพื้นที่ผิวเสถียรภาพทางความร้อน กลไกการเกิดปฏิกิริยา และมีความจำเพาะเจาะจง สามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู อุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมกระดาษ ทั้งนี้ผงอะลูมินาที่นำมาใช้จะต้องมีความบริสุทธิ์สูงและมีความละเอียดมากเพราะสมบัติทางฟิสิกส์และเชิงกลของอะลูมินาสามารถเพิ่มขึ้นได้โดยการกำจัดมลทินออกไป เช่น ซิลิกาที่ปนเปื้อน จะมีผลต่อการควบคุม Microstructure มีผลต่ออัตราการสึกกร่อนของอะลูมินารวมทั้งมี ผลต่อการเชื่อมฉนวน (Sintering) และแคลเซียมที่ปนเปื้อนมีผลทำให้สมบัติเชิงกลของอะลูมินาลดลง แกมมาอะลูมินาไม่ละลายน้ำ แต่สามารถละลายได้ในกรดแก่ เป็นวัสดุที่มีรูพรุนสูงจึงทำให้พื้นที่ผิวภายในสูง และจัดเรียงตัวในรูปทรงแปดหน้า (Octahedral)

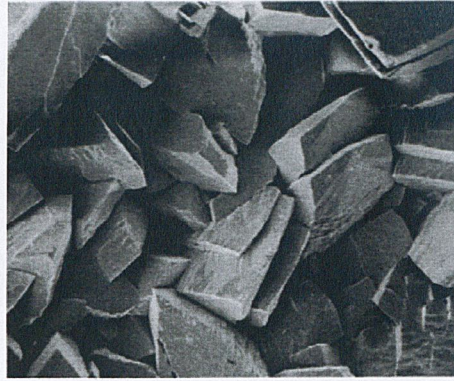


รูปที่ 2.7 โครงสร้างอะลูมินา (สุจินต์, 2554)

2.6 โบฮีไมต์

โบฮีไมต์ (Boehmite) เป็นแร่อะลูมิเนียมออกไซด์ (AlOOH) ซึ่งเป็นส่วนประกอบของแร่ อะลูมิเนียม การจัดเรียงกันของอะตอมเป็นการเฉพาะตัวในผลึก โครงสร้างผลึกประกอบด้วยหน่วยเซลล์ (Unit cell) ซึ่งเป็นกลุ่มของอะตอมที่จัดเรียงกันในทางเฉพาะเป็นโครงสร้างสามมิติแบบแลตทิส โดยผลึกเป็นแบบ ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 โครงสร้างโบฮีไมต์ (The Mineral and Gemstone Kingdom, 1997)

2.6.1 สมบัติทางกายภาพของโบฮีไมต์

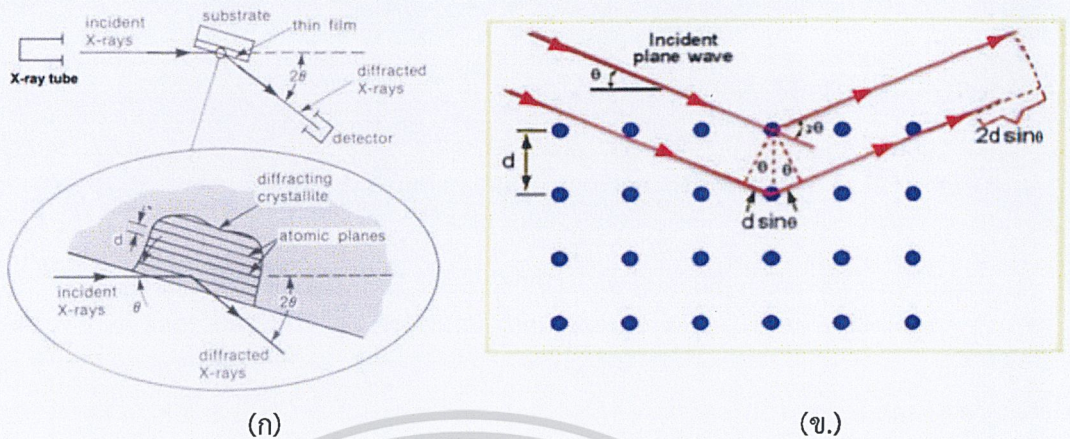
โบฮีไมต์ (Boehmite) มีมวลโมเลกุล 59.99 กรัมต่อโมล มีสีขาวปนเหลืองถ้ามีสิ่งปนเปื้อนจะมีสีเขียวปนน้ำตาลหรือสีแดง มีความคล้ายแก้วและความมันวาวเหมือนไข่มุก มีความแข็งของโมส (Mohs) อยู่ในช่วง 3 ถึง 3.5 และความถ่วงจำเพาะ 3.00 ถึง 3.07

2.7 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

2.7.1 เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับ และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วยในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ (Unit Cell) ที่ไม่เท่ากันทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งทำให้ทราบว่าใน ตัวอย่างนั้นมีสารประกอบใดบ้าง นอกจากผลการวิเคราะห์ XRD จะสามารถหาค่าประกอบได้แล้วนั้น ยังสามารถคำนวณหาปริมาณองค์ประกอบต่างๆที่อยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit Cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่าง ได้ อีกทั้งยังสามารถทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบางและคำนวณความหนาของชั้นฟิล์มบางได้อีกด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 เครื่อง X-ray Diffractometer และลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง, 2558)

(ก.) ส่วนประกอบเครื่อง X-ray Diffractometer (ข.) ลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

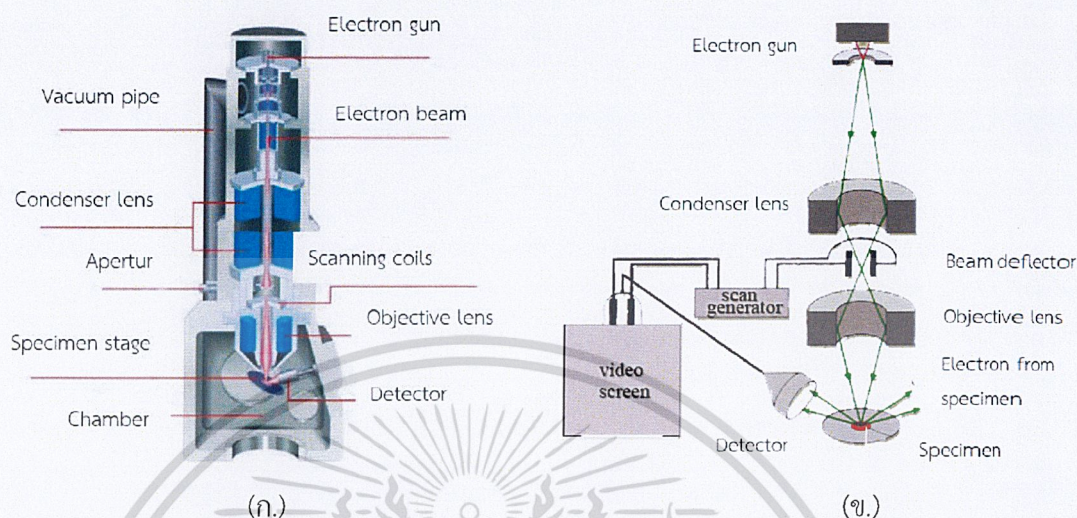
เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น Powder ได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็ง ด้านที่ต้องการทดสอบผิวจะต้องเรียบ ส่วนในกรณีตัวอย่างที่เป็นผงจะต้องมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 micron (ผงละเอียดคล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้ง จะอยู่ประมาณ 1-2 กรัมในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดกว้างยาวไม่เกิน 10 cm. ทั้งนี้พื้นที่ที่จะทำการทดสอบจะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 mm. กรณีที่ตัวอย่างมีปริมาณน้อยมากๆ อาจทำการทดสอบได้ โดยทางห้องปฏิบัติการจะใช้แผ่น Zero Background ในการวางตัวอย่าง เพื่อทำการทดสอบ

2.7.2 การตรวจสอบโครงสร้างพื้นผิวและปริมาณของธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectrometry, SEM-EDS) เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาค และเนื่องจากข้อจำกัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงที่มีความยาวคลื่นแสงขนาดใหญ่กว่า ลักษณะสัณฐานบางชนิดที่ต้องการศึกษา และกำลังความสามารถในการแยกชัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงธรรมดาที่มีค่าต่ำใช้วัตถุเล็กที่สุดประมาณ 0.2 ไมโครเมตร และให้กำลังขยายสูงสุดไม่เกิน 3,000 เท่า ซึ่งไม่สามารถตรวจสอบรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาดเล็กมากๆ ได้ จึงมีความจำเป็นที่ต้องใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง มีความสามารถในการแยกชัดดี เนื่องจากมีความยาวคลื่นสั้น เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของวัสดุ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราดมีกำลังขยายมากกว่า 3000 เท่า จนถึงระดับมากกว่า 100000 เท่า และสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร อีกทั้งยังสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์อื่นๆ เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) เป็นข้อมูลทางเคมีจึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน



รูปที่ 2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 (ก.) ส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง, 2559)
 (ข.) หลักการทำงานของเครื่อง SEM (นาโนเทคโนโลยี, 2557)

เครื่อง SEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, EDS) ซึ่งช่วยศึกษาชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุหรือสารมลทินได้ นอกจากนี้ยังสามารถตรวจสอบคุณสมบัติของวัสดุ วิเคราะห์รอยบกพร่องและคราบสกปรกของวัสดุ วิเคราะห์วัสดุที่นำมาเป็นบรรจุภัณฑ์ วิเคราะห์วัสดุทางทันตแพทย์ วิเคราะห์ความเสียหายและการกัดกร่อนของวัสดุ ซึ่งข้อมูลที่ได้สามารถนำไปใช้ปรับปรุงและพัฒนาวิจัย งานในกระบวนการผลิต งานวิเคราะห์ความเสียหายของวัสดุ งานแก้ไขปัญหาอุตสาหกรรม และงานควบคุมคุณภาพของวัสดุได้เป็นอย่างดี

2.7.3 การวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน

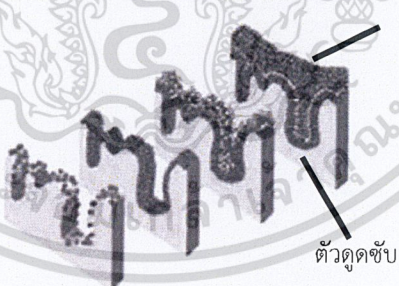
การหาพื้นที่ผิวจำเพาะตามทฤษฎีของ The Brunauer-Emmett-Teller ใช้หลักการของการดูดซับแก๊สบนพื้นผิวของตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ โดยมีสมมติฐานว่าการดูดซับของแก๊สเกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมอทั่วพื้นที่ผิว ไม่จำเพาะบริเวณใดบริเวณหนึ่ง และอีกสมมติฐานหนึ่ง คือ แก๊สที่ใช้มีความสามารถในการดูดซับบนพื้นผิวได้ดีกว่าการที่แก๊สเกิดการดึงดูดกันเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



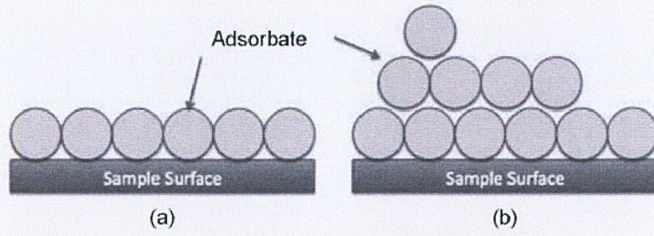
รูปที่ 2.11 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน (The Brunauer-Emmett-Teller, BET)
(ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2560)

บรูเนอร์ เอ็มเมทท์และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ได้ศึกษาการดูดซับแก๊สไนโตรเจนทั้งบนพื้นผิวและภายในรูพรุนของวัสดุ พบว่าแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับจะมีส่วนที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิวก่อน จากนั้นแก๊สไนโตรเจนที่เหลือแพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลหลายชั้น ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพันธ์ (P/P_0) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้น เป็นสมการที่เรียกว่า “สมการของ BET”



(ก.)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ข.)

รูปที่ 2.12 การดูดซับแก๊สไนโตรเจน

(ก.) การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ

(ข.) การดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ (สุพะไชย์, 2555)

$$\frac{1}{W \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right)} = \frac{1}{W_m C} - \left(\frac{P}{P_0} \right) \tag{2.8}$$

W = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P₀

W_m = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

P₀ = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

C = ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ

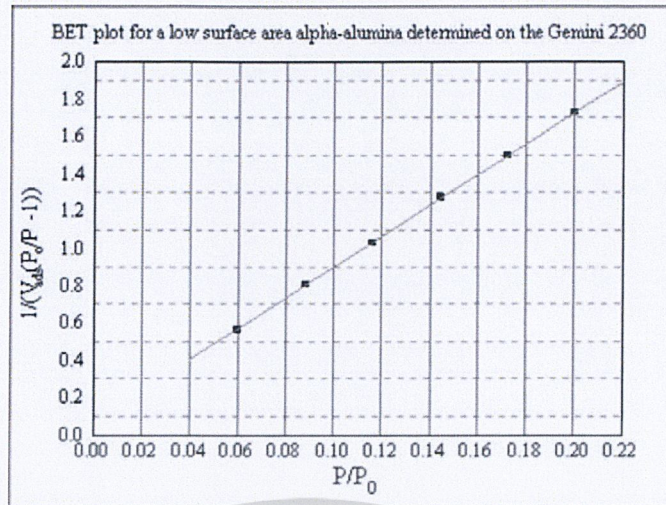
จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $\frac{1}{W} \left(\frac{P_0}{P} - 1 \right)$ กับ $\frac{P_0}{P}$ จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความชัน (Slope, s) ดังสมการ

$$S = \frac{C-1}{W_m C} \tag{2.9}$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการ

$$i = \frac{1}{W_m C} \tag{2.10}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ (สุพะไชย์, 2555)

ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว (W_m)
คำนวณโดยนำ s และ i แทนค่าในสมการที่ 2.14

$$W_m = \frac{1}{S+i} \quad (2.11)$$

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุ
คำนวณโดยนำ W_m แทนค่าในสมการ

$$S_t = \frac{W_m N A_{cs}}{M} \quad (2.12)$$

S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุ (หน่วยเป็นตารางเมตร)

N = เลขอาโวกราโดร (6.023×10^{23}) (หน่วยเป็นโมเลกุลต่อโมล)

M = น้ำหนักโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจน (28 กรัมต่อโมล)

A_{cs} = พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (16.2×10^{-23}) (หน่วยเป็นตารางเมตร)

ค่า S_t ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (w) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะหน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$S = \frac{S_t}{W} \quad (2.13)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (\bar{r}_p)
คำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

$$V_p = \frac{W_s}{\rho} \quad (2.14)$$

$$\bar{r}_p = \frac{2V_p}{S_t} \quad (2.15)$$

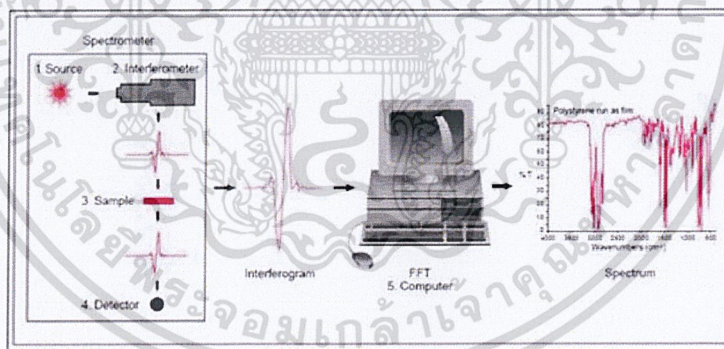
W_s = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ $\frac{P}{P_0} \approx 1$

ρ = ความหนาแน่นของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ $\frac{P}{P_0} \approx 1$

S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทดสอบได้

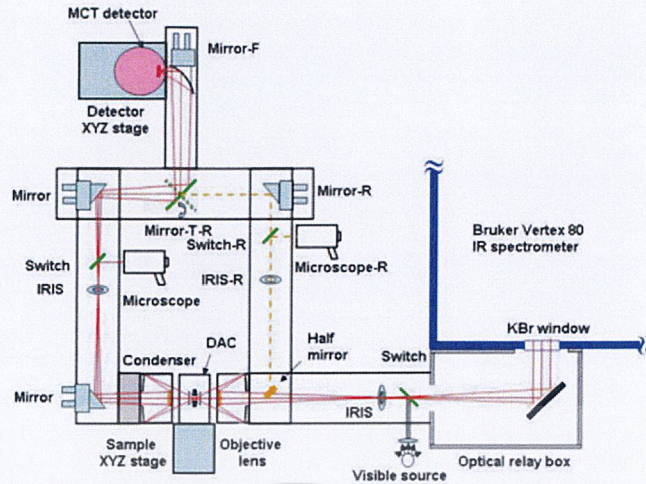
2.7.4 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) เป็นหนึ่งในเทคนิคทางด้าน Infrared Spectroscopy ที่มีประสิทธิภาพในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และพันธะเคมี ในโมเลกุล รวมถึงสามารถบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารผสมตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิดโดยการวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Infrared Radiation) ซึ่งการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุล เทคนิค FT-IR นี้มีความไวใช้ระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยกว่าเทคนิคอื่นๆ



รูปที่ 2.14 ลักษณะการทำงานของเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)
(ศูนย์นวัตกรรมวัสดุ, 2555)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อมาตรฐานและอุตสาหกรรม, 2560)

เครื่อง FT-IR Spectroscopy เมื่อรังสีอินฟราเรดที่มีหลายความถี่จากแหล่งคลื่นรังสีอินฟราเรด ผ่านเข้าไปยังอินเทอร์โฟโรมิเตอร์ ลำแสงจะถูกแบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนที่เป็น Beamsplitter ลำแสงครึ่งหนึ่งจะผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ และกระจกที่เคลื่อนที่ได้ด้วยความเร็วคงที่ เมื่อลำแสงสะท้อนกลับมาที่ Beamsplitter จะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันหรือการแทรกสอดแบบหักล้างของแต่ละความยาวคลื่น เมื่อแสงผ่านสารตัวอย่างไปยังตัววัดสัญญาณที่อ่านได้ทุกความถี่พร้อมกันกับช่วงสแกนของกระจก โดยที่อัตราการสแกนและความเร็วของกระจกที่เคลื่อนที่ได้จะถูกควบคุมให้มีความถูกต้องและคงที่เรียกสัญญาณอ้างอิงจากตัววัดสัญญาณที่เกิดจากหลอด He - Ne Laser ว่า Internal Reference Laser สัญญาณที่ตัววัดสัญญาณอ่านได้จะอยู่ในรูปอินเทอร์โฟแกรม

การเตรียมสารตัวอย่าง

กรณีสารตัวอย่างเป็นของแข็ง

1) ใช้วิธีอัดและรีดเป็นแผ่นบางๆด้วยโลหะบนแผ่นโลหะเรียบหรือแผ่นพลาสติก หรือบนแผ่นโลหะที่ฉาบด้วยพอลิเมอร์ที่ทนความร้อน เทคนิคนี้เหมาะที่จะใช้กับสารตัวอย่างที่เป็นพลาสติก

2) เทคนิคมัลล์ (Mull Technique) เป็นวิธีการเตรียมสารโดยการบดสารในมินเนอร้อลอยล์ (Mineral oil) หรือ นูจอล (Nujol) เตรียมได้โดยใช้สารตัวอย่างประมาณ 2-3 มิลลิกรัมบดในโกร่ง จากนั้นหยดนูจอลลงไป 1-2 หยดแล้วบดต่อจนเป็นเนื้อเดียวกัน นำสารตัวอย่างที่บดได้ใส่ลงในโซเดียมคลอไรด์วินโดว์ แล้วนำอีกแผ่นมาประกบโดยที่นูจอลจะไม่รบกวนสเปกตรัมที่ได้เทคนิคนี้เรียกว่าสปลิตมัลล์ (Split Mull Technique) การเตรียมสารที่เป็นของแข็งมักมีปัญหาเกี่ยวกับการกระเจิงแสง จึงแก้ปัญหามาได้โดยการบดสารตัวอย่างให้เป็นผงละเอียดและให้แขวนลอยในของเหลวที่มีดัชนีหักเหใกล้เคียงกับของแข็งเพื่อลดการกระเจิงแสง

3) วิธีการอัดเม็ด (KBr Pallet Method) วิธีนี้ให้ของแข็งแขวนลอยในเม็ดโพแทสเซียมโบรไมด์เตรียมโดยใช้สารตัวอย่างประมาณ 2.0 มิลลิกรัมผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ในโกร่ง บดให้ร่วนไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน ตามปกติเทคนิคนี้ควรให้สารตัวอย่างเข้มข้นประมาณ 0.1-2.0 เปอร์เซ็นต์ นำไปอัดด้วยความดันสูงด้วยเครื่องไฮดรอลิกจะได้สารเป็นแผ่นใสโปร่งแสง

4) เทคนิคฟิล์ม (Film Technique) ทำได้โดยตัดวางตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ โดยใช้เครื่องตัดหรือหลอมสารตัวอย่างแล้วทิ้งให้แห้งจนได้เป็นแผ่นฟิล์ม

5) วิธีเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นสารละลาย ใช้สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยให้สารตัวอย่างละลายในตัวทำละลายที่ระเหยได้ง่าย แล้วนำสารละลายนั้นเทลงบนแผ่นกระจกหรือแผ่นพลาสติก ทิ้งให้ตัวทำละลายระเหยออกไปจนได้เป็นแผ่นฟิล์มแล้วใช้มีดตัดแผ่นฟิล์ม

กรณีสารตัวอย่างเป็นของเหลว

ตัวอย่างที่เป็นของเหลววิเคราะห์ได้ในสภาพของเหลวที่บริสุทธิ์โดยเตรียมใส่เซลล์ที่มีความหนาพอประมาณ ถ้าใช้ตัวทำละลายต้องเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วเพื่อป้องกันไม่ให้ตัวทำละลายดูดกลืนรังสีอินฟราเรด

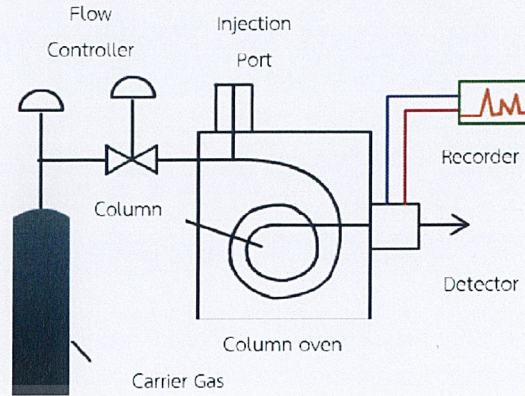
กรณีสารตัวอย่างเป็นแก๊ส

ตัวอย่างที่เป็นแก๊สใส่ในเซลล์บรรจุแก๊สที่เป็นหลอดแก้วคล้ายท่อมีหน้าต่างทำด้วยโซเดียมคลอไรด์โพแทสเซียมโบรมाइด์ หรือแคลเซียมฟลูออไรด์

2.7.5 เทคนิคการแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม

เทคนิคการแยกองค์ประกอบของสารผสม (Gas Chromatography, GC) โดยอาศัยความแตกต่างของอัตราการเคลื่อนที่ของแต่ละองค์ประกอบแต่ละองค์ประกอบของสารผสมบนเฟสคงที่ (Stationary Phase) ภายใต้การพาของเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase) สำหรับเครื่อง GC เฟสคงที่คือ สารที่อยู่ภายในคอลัมน์ ส่วนเฟสเคลื่อนที่คือ แก๊สฮีเลียม เมื่อสารที่ต้องการวิเคราะห์ผ่านเข้าสู่เครื่อง GC สารดังกล่าวจะถูกเปลี่ยนสถานะจากของเหลว (Liquid) โดยการเพิ่มอุณหภูมิเป็นแก๊ส (Gas) ส่วนแก๊สของสารผสมจะเข้าสู่คอลัมน์ที่บรรจุเฟสคงที่โดยแก๊สฮีเลียม ซึ่งภายในคอลัมน์จะเกิดการแยกสารต่างๆ (Separation) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยา (Interaction) ระหว่างเฟสคงที่ที่อยู่ภายในคอลัมน์ (Stationary Phase) และสารผสม ทั้งนี้ในการแยกสารผสมให้เป็นสารเดี่ยวนั้น อาศัยความแตกต่างของน้ำหนักโมเลกุล จุดเดือด โครงสร้างของสาร และสมบัติทางเคมีในการทำปฏิกิริยากับสารที่อยู่ภายในคอลัมน์ ซึ่งหลังจากที่สารแต่ละชนิด ถูกแยกเป็นส่วนๆจะเคลื่อนที่อยู่ภายในคอลัมน์ในเวลาที่แตกต่างกัน หลังจากนั้นสารเดี่ยว แต่ละชนิดเคลื่อนเข้าสู่อุปกรณ์วัดสัญญาณ (Detector) และ แปรผลออกมาเป็นโครมาโทแกรม (Chromatogram) ซึ่งสารเดี่ยวแต่ละสารจะมีระยะเวลาที่อยู่ในคอลัมน์ (Retention Time, RT) เฉพาะตัว ในการวิเคราะห์ผลนำพื้นที่ใต้พีค (Peak) ของแต่ละสารมาคำนวณ ผลเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) สามารถทราบปริมาณของสารตัวอย่างได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบของเครื่อง Gas Chromatography
(Environmental Engineering Chula Engineering, 2017)

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.8.1 Facile strategy for synthesis of mesoporous crystalline γ -alumina by partially hydrolyzing aluminum nitrate solution

S. Xingfu *et al.* (2012) ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกของแกมมา-อะลูมินา (γ -alumina) ที่มีขนาดรูพรุนแบบ Mesoporous ด้วยวิธีการย่อยสลายบางส่วน (Partially Hydrolyzing) โดยใช้สารละลายอะลูมิเนียมไนเตรด ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3$) และแอมโมเนียมคาร์บอเนต ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) ทำการทดลองโดยไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวอินทรีย์ในการทำปฏิกิริยา ควบคุมที่เอชไอในช่วง 5.0-5.4 ทำการศึกษาคุณสมบัติของแกมมาอะลูมินาที่เตรียมโดยแปรค่าอุณหภูมิภายในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ได้แก่ 30, 50, 70, และ 90 °C ผลการศึกษาพบว่าที่อุณหภูมิ 70 °C มีพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยามากที่สุด มีขนาดรูพรุน mesoporous ที่มีพื้นที่ผิวขนาดใหญ่ถึง 450 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ ปริมาตรรูพรุน 0.3 $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ การกระจายขนาดรูพรุนสูงสุดเท่ากับ 3.9 นาโนเมตร และผลการดูดซับ CO_2 ของแกมมาอะลูมินาที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Partially Hydrolyzing ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวมีความสามารถในการดูดซับ CO_2 สูงกว่าอะลูมินาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการที่ใช้สารลดแรงตึงผิว

2.8.2 Dry reforming of methane to syngas over lanthanum-modified mesoporous nickel aluminate/ γ -alumina nanocomposites by one-pot synthesis

L. Zhang *et al.* (2017) ศึกษาการเปลี่ยนรูปมีเทนด้วยปฏิกิริยาการเปลี่ยนรูปแบบแห้งหรือปราศจากน้ำ (Dry Reforming) โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนแกมมาอะลูมินา ($\text{NiAl}_2\text{O}_4/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ที่ปรับปรุงด้วยแลนทานัมในปริมาณที่แตกต่างกัน ผลการศึกษาพบว่านิกเกิลออกไซด์บนแกมมาอะลูมินาที่ไม่ได้ปรับปรุงด้วยแลนทานัมมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 187 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ และปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.26 $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ และอัตราส่วนของการคายซับของคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นการตรวจวัดค่าความเป็นเบส พบว่ามีค่าต่ำสุดเท่ากับ 100 และการคายซับของแอมโมเนียมซึ่งเป็นการตรวจวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่าความเป็นกรด พบว่ามีค่าสูงสุดเท่ากับ 100 ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในสถานะที่เป็นกรดจึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพเหมาะสม

2.8.3 Synthesis and characterization of nano-sized porous gamma-alumina by control precipitation method

U.O. Osarieme *et al.* (2017) การสังเคราะห์และการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกมมาอะลูมินา (γ -alumina) ที่มีขนาดรูพรุนแบบนาโนโดยใช้วิธีการตกตะกอน (Precipitation) งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการตกตะกอนของสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรดและสารละลายเบสที่แตกต่างกัน ได้แก่ แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3), โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NaHCO_3), แอมโมเนียมคาร์บอเนต ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) และโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ควบคุมพีเอชอยู่ในช่วง 7.5-8.5 ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 70°C เมื่อตกตะกอนตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้โบฮีไมท์ (Boehmite) จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้แกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ผลการศึกษาพบว่าแกมมาอะลูมินาที่ตกตะกอนกับแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตมีพื้นที่ผิวปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เท่ากับ $190\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$, $0.467\text{ cm}^3\text{ g}^{-1}$ และ 21.9 \AA ตามลำดับ

2.8.4 Syngas production by means of biogas catalytic partial oxidation and dry reforming using Rh-based catalysts

M. Ainara *et al.* (2018) การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วยวิธีออกซิเดชันบางส่วน (Partial Oxidation) และการเปลี่ยนรูปแบบแห้ง (Dry Reforming) โดยการใช้โรเดียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพื้นฐาน งานวิจัยนี้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพให้เป็นแก๊สสังเคราะห์ ซึ่งเป็นการรวมกันของปฏิกิริยาออกซิเดชันบางส่วนและการเปลี่ยนรูปในสถานะแห้ง (Dry Reforming) ศึกษาโดยใช้โรเดียมเป็นธาตุพื้นฐานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้ตัวรองรับที่แตกต่างกัน ได้แก่ แกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) และ ซีเรียมไดออกไซด์ (CeO_2) เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Rh}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ที่จำหน่ายเชิงพาณิชย์ ผลการศึกษาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Rh}/\text{Al}_2\text{O}_3$ มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาและมีความเสถียรที่ช่วยลดการเสื่อมของตัวเร่งของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุด

2.8.5 Modified mesoporous HMS supported Ni for deoxygenation of triolein into hydrocarbon-biofuel production

Z.Suraya *et al.* (2018) ได้ดำเนินการปรับปรุงขนาดของรูพรุนแบบ mesoporous ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับ Hexagonal mesoporous silica (HMS) ผ่านกระบวนการกระบวนการกำจัดออกซิเจน (Deoxygenation) ของ ไตรโอเลอิน (Triolein) ในการผลิตไฮโดรคาร์บอน เชื้อเพลิงชีวภาพ งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับซิลิกาแบบเฮกซะโกนอล โดยแปรค่าความเข้มข้นของนิกเกิลได้แก่ 5, 10, 40 และ 100 %Ni โดยน้ำหนัก (wt.%) ในการทำปฏิกิริยา Deoxygenation (DO) ของ ไตรโอเลอิน ทำปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์ชนิดแก้ว ภายใต้สภาวะปราศจากตัวทำละลายและปราศจากไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิ 380°C พบว่าการโหลดนิกเกิลที่ความเข้มข้น 10 wt% มีการกระจายบน HMS สูงที่สุด ทำให้ได้ตัวเร่งเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาที่มีขนาดรูพรุนเหมาะสมและพื้นที่ผิวสูง และมีค่าร้อยละการเปลี่ยนจากสารตั้งต้นเป็นผลิตภัณฑ์ (% Conversion) และมีความจำเพาะ (%Selectivity) เท่ากับ 92.5% และ 95.2% ตามลำดับ

2.8.6 การสังเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์ซิงค์ออกไซด์อะลูมิเนียมออกไซด์/เอชซีเอสเอ็มไพร์สำหรับการผลิตไดเมทิลอีเทอร์

พิมพ์วรรณ และคณะ (2559) โครงการพิเศษนี้ศึกษาเกี่ยวกับผลของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์ซิงค์ออกไซด์อะลูมิเนียมออกไซด์/เอชซีเอสเอ็มไพร์ ด้วยวิธีการผสมทางกายภาพและการตกตะกอนร่วมแบบเอ็บซุ่ม และผลของอัตราส่วนระหว่าง คอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียม (Cu:Zn:Al) ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีอัตราส่วนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ออกไซด์ซิงค์ออกไซด์อะลูมิเนียมออกไซด์/เอชซีเอสเอ็มไพร์ เป็น 2:1 แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย 4 เทคนิคคือ ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD) หาพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดซับด้วยไนโตรเจนหรือบีอีที (BET) ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและการกระจายตัวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) และตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) พบว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการผสมทางกายภาพและมีอัตราส่วนของ คอปเปอร์:ซิงค์:อะลูมิเนียม (Cu:Zn:Al) เป็น 6:3:1 จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนที่สูงที่สุดนอกจากนี้ยังพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยวิธีดังกล่าวจะมีขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ที่เล็กที่สุดและมีเปอร์เซ็นต์การกระจายตัวที่มากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้สนใจศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยตรงที่เตรียมจากวิธีการต่างๆที่แตกต่างกันออกไป สามารถสังเคราะห์ได้สะดวก รวดเร็ว และไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สนใจศึกษา ได้แก่ แกมมาอะลูมินา และนิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นำมาใช้ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ สามารถเตรียมได้จากวิธีการต่างๆ คือ การตกตะกอน (Precipitation) , การตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) และ การตกตะกอนแบบจุ่มซุบ (Incipient wetness impregnation) แล้วจึงนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ไปทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อศึกษาลักษณะทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคต่างๆ คือ การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและ อลัษฐานด้วยเทคนิค XRD, การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของสาร ในระดับจุลภาคด้วยเทคนิค SEM, การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ EDS, การวิเคราะห์พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค BET และ การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค FT-IR ตามลำดับ

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor) ปริมาตร 3.7002×10^{-5} ลบ.ม.
2. เครื่องอัลตราโซนิก, Machine VGT-1860QTD
3. ตู้อบ ยี่ห้อ Memmert UNB 300
4. เครื่องอัดเม็ด Chavachote
5. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง ± 1 ms ยี่ห้อ Mettler Toledo, รุ่น ME-204
6. มอเตอร์และใบกวน
7. โถดูดความชื้น (Desiccator)
8. ชุดเครื่องแก้ว
9. โกร่งบดสาร (Mortar and Pestle)
10. ตะแกรงร่อนมาตรฐาน (Sieve) ขนาด 500 ไมโครเมตร Misumi Vona , 5-3294-33
11. ฉนวนใยแก้ว (Glass wool)
12. ชุดขาตั้ง แคลมป์จับ และโอริง

3.2 เครื่องมือใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และผลลัพธ์

1. เครื่องวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอัสัณฐาน (λ -ray Diffractometer, XRD), ยี่ห้อ Bruker, รุ่น AXS D8 Advance
2. เครื่องวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารในระดับจุลภาค (Scanning Electron Microscope, SEM), ยี่ห้อ LEO, รุ่น LEO 1455 VP

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว(Surface Area and Porosity Analyzer, BET) ยี่ห้อMicromeritics, รุ่น ASAP2020
4. เครื่องวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), รุ่น Spectrum GX
5. เครื่องวิเคราะห์เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC), TCD (Thermal Conductivity Detector) คอลัมน์ CP-Molsieve และ FID (Flame Ionization Detector) ใช้คอลัมน์ HP-PLOT/Q, ยี่ห้อ Varian CP-3800

3.3 แก๊สและสารเคมี

1. อะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) บริษัท QRèC New Zealand Grade AR
2. นิกเกิลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ บริษัท QRèC New Zealand Grade AR
3. แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) บริษัท CARLO ERBA REAGENTI s.r.l.
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH บริษัท Carlo Erba Grade AR
5. กรดไนตริก HNO_3 บริษัท Carlo Erba Grade AR
6. Quartz Sand บริษัท Wako Pure Chemical Industries, Ltd. ประเทศญี่ปุ่น
7. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
8. แก๊สไนโตรเจน (N_2) ความบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Praxair (Thailand) ประเทศไทย จำกัด
9. แก๊สไฮโดรเจน (H_2) ความบริสุทธิ์ 5.00 เปอร์เซ็นต์แก๊สไนโตรเจน (N_2) บริษัท Praxair (Thailand) ประเทศไทย จำกัด
10. แก๊สชีวภาพ (สัดส่วน $\text{CH}_4:\text{CO}_2:\text{Ar} = 50:40:10$ โดยโมล) บริษัท Thai-Japan Gas จำกัด

3.4 วิธีการทดลอง (K.M.Parida *et al.*, 2009)

3.4.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ด้วยวิธีการตกตะกอน

1. ชั่งอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต 12.3750 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายใส่ขวดปรับปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้สารละลายโลหะผสมปริมาตร 500 มิลลิลิตร
2. ชั่งแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต 4.9375 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายใส่ขวดปรับปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้สารละลายโลหะผสมปริมาตร 500 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตลงในกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร
4. เทสารละลายโลหะผสมลงในกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร
5. ค่อยๆหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต และ สารละลายโลหะผสมลงในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออนที่มีอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสโดยจะต้องรักษาค่าความเป็นกรด-ด่างให้อยู่ที่ 7.5-8.5 โดยใช้กรดไนตริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ และปั่นกวนที่ 600 รอบ/นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. เมื่อสารละลายโลหะหมด ให้ปั่นกวนต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7. นำปีกเกอร์มาปิดด้วยฟอยล์ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมง
8. นำไปกรองและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนที่มีอุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส 2 ลิตร ครั้งละ 250 มิลลิลิตร
9. นำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง
10. นำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียส/นาที จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

3.4.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) (K.M.Parida *et al.*, 2009)

1. ชั่งอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต 6.1875 กรัม และซิงกิกิเกลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 5.5056 กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายใส่ขวดปรับปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้สารละลายโลหะผสมปริมาตร 500 มิลลิลิตร
2. ชั่งแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต 4.9375 กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นถ่ายใส่ขวดปรับปริมาตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้สารละลายโลหะผสมปริมาตร 500 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตลงในกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร
4. เทสารละลายโลหะผสมลงในกรวยแยกขนาด 500 มิลลิลิตร
5. ค่อยๆหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต และสารละลายโลหะผสมลงในปีกเกอร์ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออนที่มีอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส โดยจะต้องรักษาค่าความเป็นกรด-ด่างให้อยู่ที่ 7.5-8.5 โดยใช้กรดไนตริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ และปั่นกวนที่ 600 รอบ/นาที
6. เมื่อสารละลายโลหะหมด ให้ปั่นกวนต่ออีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7. นำปีกเกอร์มาปิดด้วยฟอยล์ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมง
8. นำไปกรองและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนที่มีอุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส 2 ลิตร ครั้งละ 250 มิลลิลิตร
9. นำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง
10. นำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียส/นาที จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

3.4.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IWI)

1. ชั่งแกมมาอะลูมินา 5.0000 กรัม ใส่ลงในชามระเหย และซิงกิกิเกลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 2.7528 กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนประมาณ 10-20 มิลลิลิตร
2. จากนั้นค่อยๆหยดสารละลายนิกเกิลไนเตรตเฮกซะไฮเดรตลงบนแกมมาอะลูมินาโดยวิธีโซนิเคท (Sonicate) ซึ่งเป็นการสั่นสะเทือนของคลื่นเสียงที่มีความถี่สูงเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง

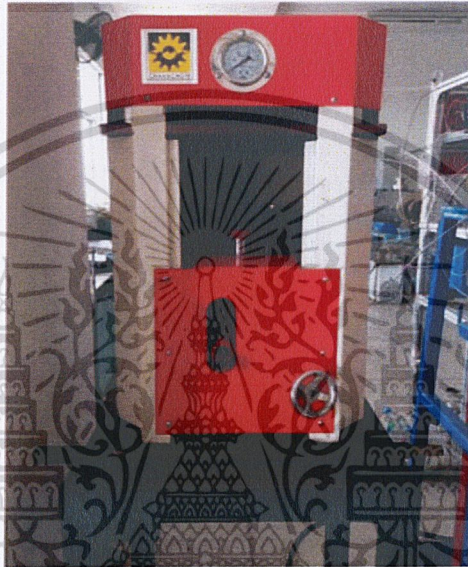
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. นำไปดูดอากาศในตู้ดูดความชื้นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำไปอบที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง และเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃

3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.5.1 การอัดเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา นำมาอัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ดโดยมีความดัน 200 กิโลกรัม/ตารางเมตร ทั้งไว้เป็นเวลาประมาณ 5 นาทีดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องอัดเม็ดสาร

2. เมื่อตัวอย่างสารถูกอัดเป็นเม็ด นำมาบดด้วยโกร่งบดสาร
3. นำตัวอย่างสารมาร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐานขนาด 500 ไมโครเมตร
4. ทำตามข้อ 1-3 ซ้ำโดยเปลี่ยนเทคนิคของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา
5. ตรวจสอบพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา

*หมายเหตุ ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ ใช้วิธีการอัดเม็ดเช่นเดียวกันกับตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃

3.5.2 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยตรง

จากปฏิกิริยา $\text{CH}_4 + \text{CO}_2 \leftrightarrow 2\text{H}_2 + \text{CO}$ มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.5.2.1 ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ ประมาณ 0.5000 กรัม ผสมกับ Quartz Sand ประมาณ 0.5000 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาแป็คลงในเครื่องปฏิกรณ์ดังรูปที่ 3.2

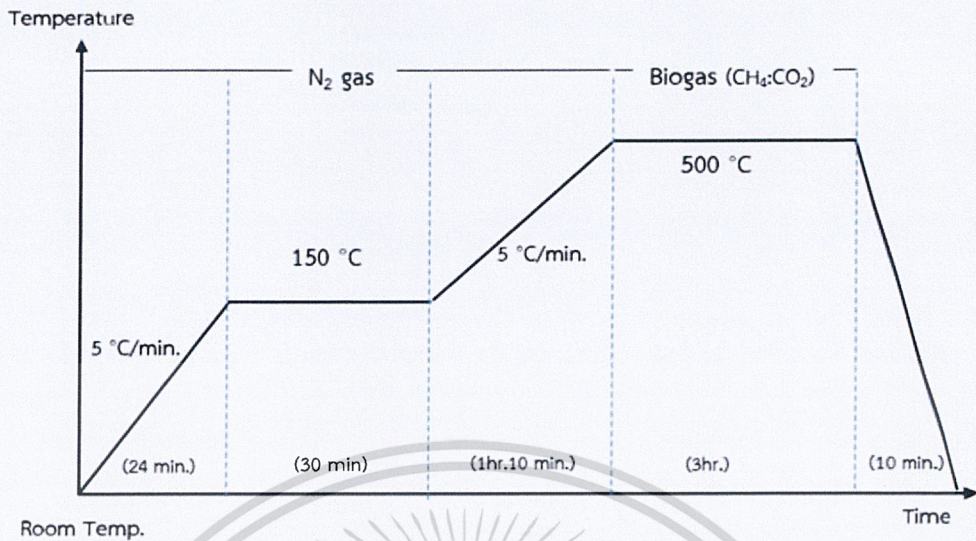
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor)

1. ก่อนเริ่มทำปฏิกิริยาเก็บตัวอย่างแก๊สชีวภาพไปตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบที่เป็นสารผสม โดยเก็บแก๊สชีวภาพจากถังแก๊สชีวภาพโดยตรง
2. ป้อนแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง เพื่อไล่แก๊สออกซิเจนและสารตกค้างอื่นออกให้ภายในเครื่องเป็นบรรยากาศภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน
3. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีเป็นเวลาทั้งหมด 24 นาทีจนอุณหภูมิถึง 150 องศาเซลเซียสและคงอุณหภูมิให้คงที่เป็นเวลา 30 นาที
4. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีเป็นเวลาทั้งหมด 70 นาทีจนอุณหภูมิถึง 500 องศาเซลเซียส
5. ทำการเปลี่ยนแก๊สที่ป้อนจาก 5 %H₂ เป็นแก๊สชีวภาพ
6. ป้อนแก๊สชีวภาพโดยใช้อัตราส่วน CH₄ : CO₂ เป็น 1:1 โดยปริมาตรที่มีอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นทำการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ที่อุณหภูมิคงที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และควบคุมความดันด้วย Back pressure valve ที่มีความดัน 1 บรรยากาศ
7. เก็บตัวอย่างแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีทุก 1 ชั่วโมงซึ่งตรวจวัดโดย FID (Flame Ionization Detector) และ TCD (Thermal Conductivity Detector)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา



3.5.2.2 ซังตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) ประมาณ 0.5000 กรัม ผสมกับ Quartz Sand ประมาณ 0.5000 กรัม โดยใช้เครื่องซึ่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาแพ็คลงในเครื่องปฏิกรณ์

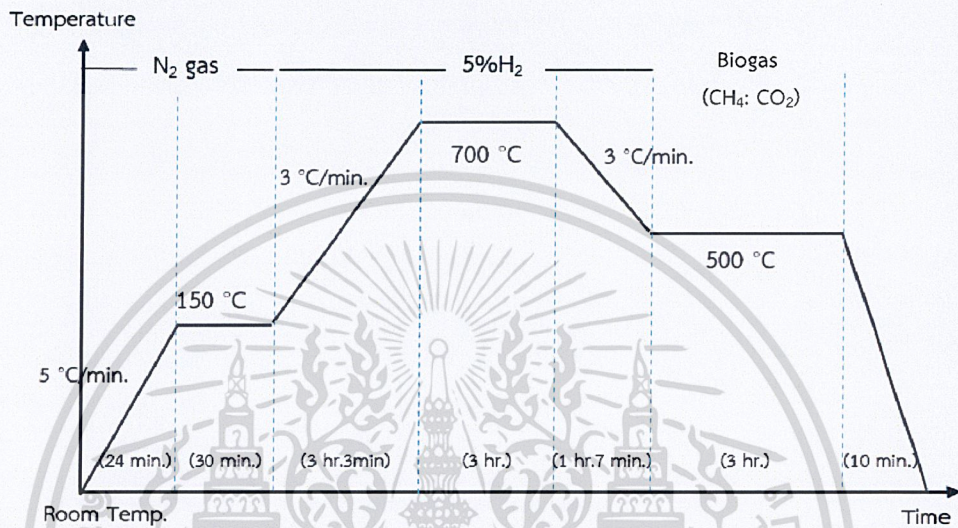
1. ก่อนเริ่มทำปฏิกิริยาเก็บตัวอย่างแก๊สชีวภาพไปตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบที่เป็นสารผสม โดยเก็บแก๊สชีวภาพจากถังแก๊สชีวภาพโดยตรง
2. ป้อนแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งเพื่อไล่แก๊สออกซิเจนและสารตกค้างอื่นออกให้ภายในเครื่องเป็นบรรยากาศภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน
3. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลาทั้งหมด 24 นาที จนอุณหภูมิถึง 150 องศาเซลเซียสและคงอุณหภูมิให้อุณหภูมิคงที่เป็นเวลา 30 นาที
4. ทำการเปลี่ยนแก๊สที่ป้อนจากแก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สไฮโดรเจน 5 % เข้าสู่ขั้นตอนของการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยน NiO เป็น Ni (metal) ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา
5. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 183 นาที จนอุณหภูมิถึง 700 องศาเซลเซียสและคงอุณหภูมิให้คงที่เป็น 180 นาที
6. ลดอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 67 นาที จนอุณหภูมิถึง 500 องศาเซลเซียส
7. ทำการเปลี่ยนแก๊สที่ป้อนจาก 5% H_2 เป็นแก๊สชีวภาพ
8. ป้อนแก๊สชีวภาพโดยใช้อัตราส่วน $\text{CH}_4 : \text{CO}_2$ เป็น 1:1 โดยปริมาตรที่มีอัตราการไหล 20 มิลลิลิตร/นาที จากนั้นทำการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์อุณหภูมิคงที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และควบคุมความดันด้วย Back pressure valve ที่มีความดัน 1 บรรยากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาดให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. เก็บตัวอย่างแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีทุก 1 ชั่วโมงซึ่งตรวจวัดโดย FID (Flame Ionization Detector) และ TCD (Thermal Conductivity Detector)

*หมายเหตุ ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IW) ใช้วิธีการการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยตรงเช่นเดียวกันกับ $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP)



รูปที่ 3.4 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

3.6 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

3.6.1 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสติฐาน

เทคนิควิเคราะห์การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสติฐาน โดยใช้เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (λ -Ray Diffractometer, XRD) เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบพื้นผิวของวัสดุแล้วเกิดการกระเจิงและเลี้ยวเบน โดยมุมเลี้ยวเบนจะขึ้นอยู่กับโครงสร้างของผลึกและระนาบที่รังสีตกกระทบ ดังนั้น เมื่อทราบมุมที่กระเจิงออกมาสามารถตรวจสอบได้ว่าเป็นเฟสของผลึกชนิดใด โดยพิจารณาจากความสัมพันธ์ของค่ามุมแบรกก์ โครงสร้างและขนาดของผลึกตัวเร่งปฏิกิริยาทำการวัดด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยใช้ค่า Ni K α (ความยาวคลื่น 1.54 Å) เป็นตัว X-ray source ศึกษา intensity ที่ 2θ ในช่วง 10 – 80° (step เป็น 0.040° และ counting time เป็น 1 วินาทีต่อครั้ง) สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์มีลักษณะเป็นผง (powder) โดยทำให้ผิวด้านที่ต้องการทดสอบเรียบและปริมาณที่ใช้ในการทดสอบประมาณ 1 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารในระดับจุลภาค

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 nm. การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ การเตรียมตัวอย่างที่จะนำไปวิเคราะห์นั้นจะต้องทำการเคลือบผิวด้วยทอง (Au) โดยเครื่องมือที่เรียกว่า sputter coater ก่อน ซึ่งเวลาที่ใช้ในการเคลือบประมาณ 30 วินาที เพื่อให้การสะท้อนของลำแสงอิเล็กตรอนชัดเจนทำให้พื้นผิวของตัวอย่างมีคุณสมบัตินำไฟฟ้าจากนั้นจึงนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยใช้ กำลังขยายเท่ากับ 1,000 เท่า, 2,500 เท่า, 5,000 เท่า, 7,500 เท่า และ 10,000 เท่า อีกทั้งยังสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์อื่นๆ เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) ซึ่งช่วยศึกษาชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุ

3.6.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวและการกระจายของรูพรุน (Brunauer-Emmett-Teller surface area, BET) เป็นวิธีวิเคราะห์พื้นที่ผิวและการกระจายของรูพรุน ปริมาตรของรูพรุน และขนาดรูพรุน โดยอาศัยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2 -Adsorption) โดยใช้ Quanta Chrome Instruments ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ 100 มก. ซึ่งจะถูกนำมาให้ความร้อนก่อนทดสอบ (Out Gas) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้การคำนวณด้วยวิธี BET (BET calculation method)

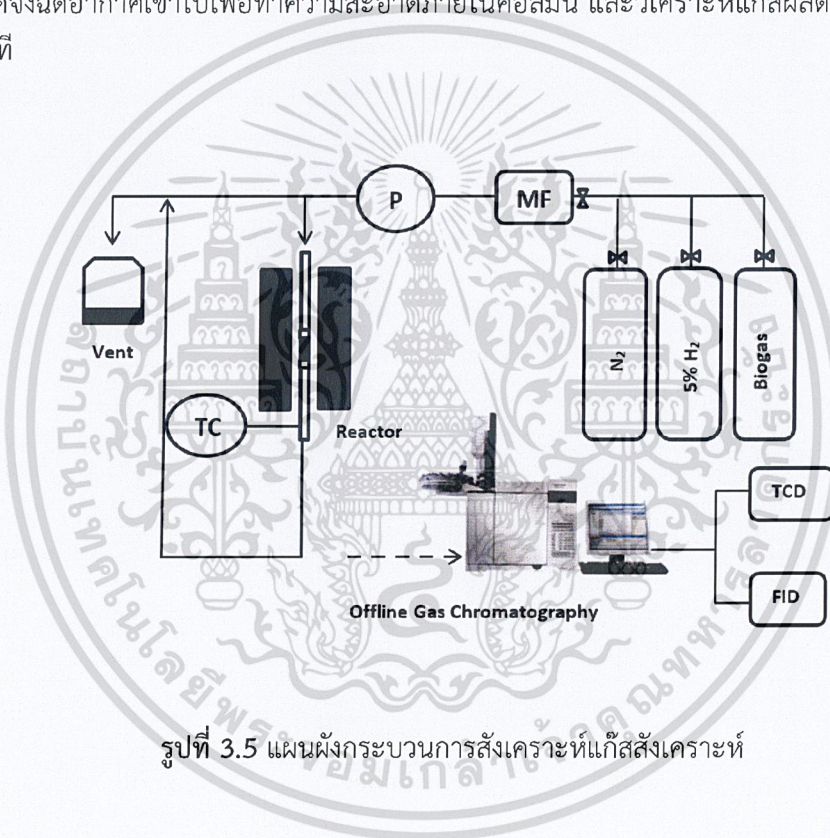
3.6.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร

เทคนิคสำหรับการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเครื่องวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสาร (Fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR) เป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ หมู่ฟังก์ชันของสารประกอบอินทรีย์ โดยอาศัยหลักการของการดูดกลืนคลื่นรังสีอินฟราเรดประมาณ $12800-10\text{ cm}^{-1}$ เมื่อโมเลกุลได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่มีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่น (Stretching) หรือ การหมุน (Bending) ของพันธะโควาเลนต์ในโมเลกุลจะทำให้ โมเลกุลดังกล่าวเกิดการดูดกลืนแสง IR และมีการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ของโมเลกุล จากนั้นเครื่องมือจะวัดค่าความเข้มแสงต่อความถี่หรือความยาวคลื่น (Wave number) โดยขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างที่จะนำไปวิเคราะห์นั้น จะต้องนำสารตัวอย่างไปบดผสมกับ KBr เรียบร้อยแล้วไปใส่ในแม่พิมพ์เข้า เครื่องอัดเม็ดปล่อยทิ้งไว้ประมาณ 2 นาที เสร็จแล้วจะได้สารตัวอย่างที่เป็นแผ่นวงกลมใสแล้วจึงนำไปวิเคราะห์ในเครื่อง FT-IR ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

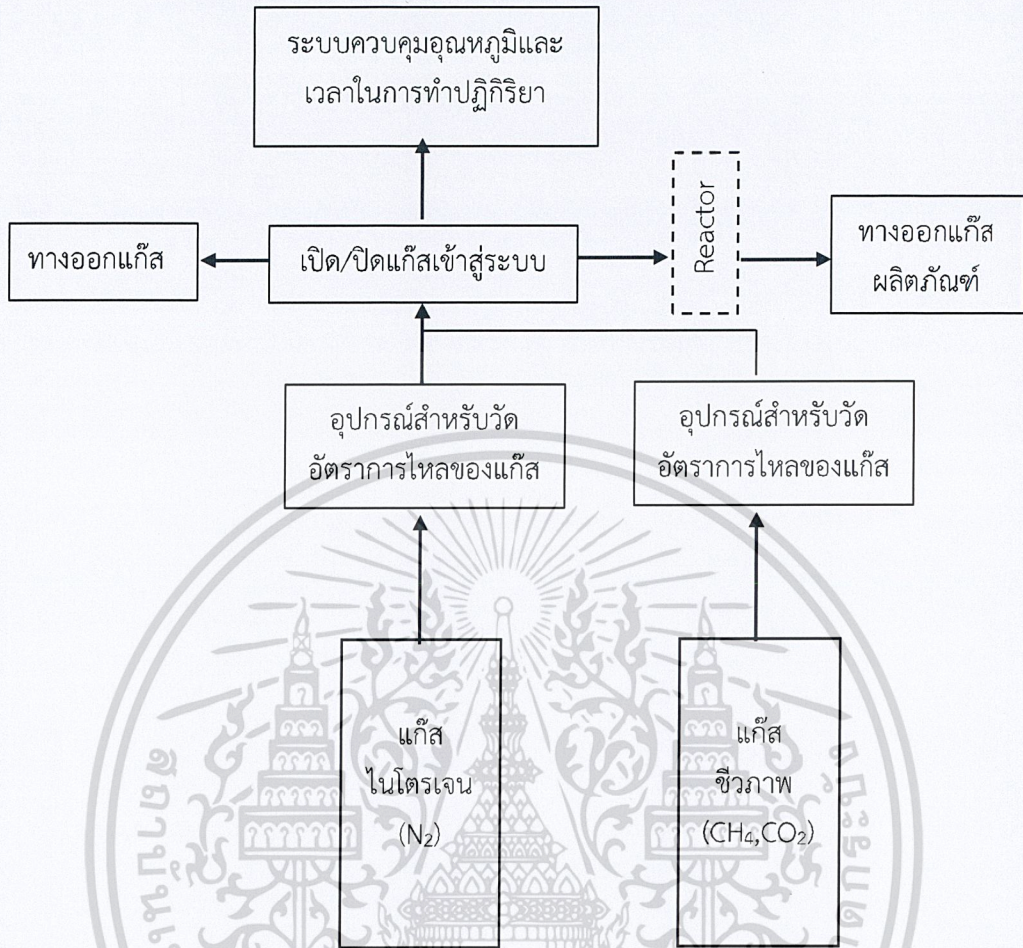
3.6.5 การวิเคราะห์การแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม

เทคนิคสำหรับการแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม (Gas Chromatography ,GC) โดยสารผสมตัวอย่างถูกป้อนเข้าที่ sample injection port ทำให้ถูกความร้อนจนกลายเป็นไอเข้าไปในคอลัมน์และถูกตรวจวัดสัญญาณด้วย Detector หลังจากนั้นสัญญาณจะถูกบันทึกและแสดงผลออกมาในรูปแบบของ Chromatogram โดยวิเคราะห์แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ แก๊สไฮโดรเจน และแก๊สอาร์กอนซึ่งตรวจวัดโดย TCD (Thermal Conductivity Detector) โดยใช้คอลัมน์ชนิด Agilent J&W GC Columns รุ่น CP-Molsieve 5A และ โดยวิเคราะห์แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และ แก๊สมีเทน โดยใช้คอลัมน์ชนิด Agilent J&W GC Columns รุ่น HP-PLOT/Q ซึ่งจะให้ความร้อนกับดีเทคเตอร์โดยอุณหภูมิของ TCD คือ 120 องศาเซลเซียส และ อุณหภูมิของ FID คือ 300 องศาเซลเซียส มีแก๊สไนโตรเจน และแก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สพาตัวพา (Carrier gas) เมื่ออุณหภูมิถึงจุดที่กำหนดจึงฉีดอากาศเข้าไปเพื่อทำความสะอาดภายในคอลัมน์ และวิเคราะห์แก๊สผลิตภัณฑ์ประมาณ 31 นาที



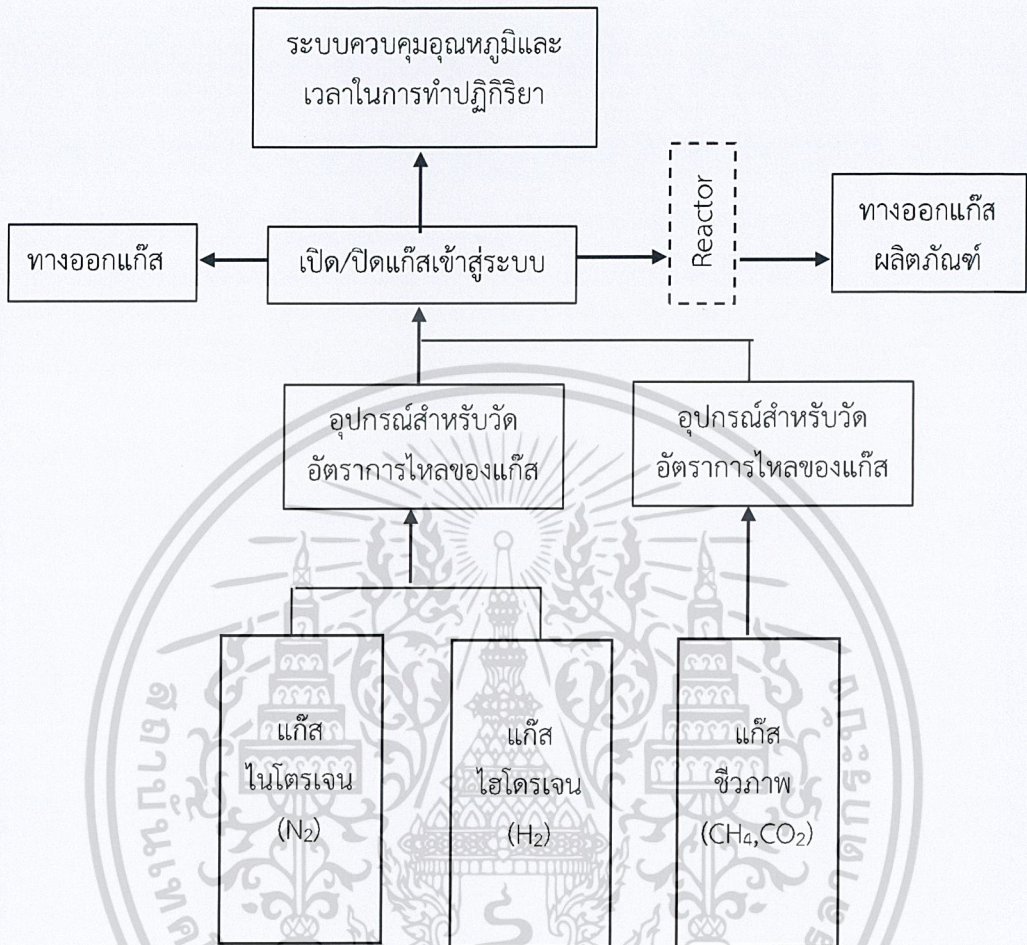
รูปที่ 3.5 แผนผังกระบวนการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.6 แผนผังเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง (Fixed-bed reactor) ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma-Al_2O_3$ สำหรับเปลี่ยนแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 แผนผังเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor) ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ สำหรับเปลี่ยนแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์

ขั้นตอนการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

1. เปิด Main Switch
2. ตั้งอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยา
3. เปิดวาล์วถึงแก๊ส N_2 และ Ball Valve (BV2)
4. ปรับอัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/วินาที ที่ Rotameter (RT1)
5. เปิดให้แก๊ส N_2 เข้าสู่ระบบ
6. หลังจากรันครบเวลาปิดวาล์วที่ถึงแก๊ส N_2 BV2 และ RT1
7. เปิดวาล์วถึงแก๊สชีวภาพ และ BV5
8. ปรับอัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/วินาที ที่ RT2

เอกสารนี้เป็นเอกสารของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. เก็บแก๊สสังเคราะห์ ทุกๆ 1 ชั่วโมง เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ขั้นตอนการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃

1. เปิด Main Switch
2. ตั้งอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยา
3. เปิดวาล์วถึงแก๊ส N₂ และ Ball Valve (BV2)
4. ปรับอัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/วินาที ที่ Rotameter (RT1)
5. เปิดให้แก๊ส N₂ เข้าสู่ระบบ
6. หลังจากรันครบเวลาปิดวาล์วที่ถึงแก๊ส N₂ BV2 และ RT1
7. เปิดให้แก๊ส H₂ เข้าสู่ระบบ
8. หลังจากรันครบเวลาปิดวาล์วที่ถึงแก๊ส H₂ BV3 และ RT1
9. เปิดวาล์วถึงแก๊สชีวภาพ และ BV5
10. ปรับอัตราการไหลแก๊สเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/วินาที ที่ RT2
11. เก็บแก๊สชีวภาพ (CH₄, CO₂) ก่อนเข้าสู่ระบบ
12. เก็บแก๊สสังเคราะห์ ทุกๆ 1 ชั่วโมง เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

หมายเหตุ เมื่อเปิดวาล์วถึงแก๊สหากเกิดฟองขึ้นที่ฟาล์สแสดงว่าแก๊สเข้าสู่ระบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

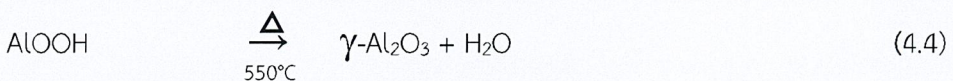
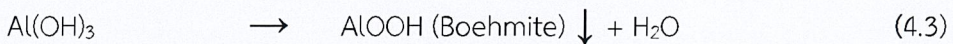
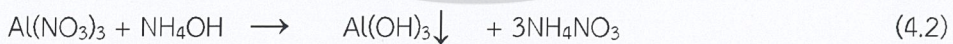
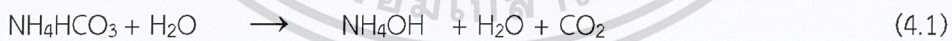
ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ด้วยวิธีการตกตะกอน และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา ($\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (CP) และวิธีการตกตะกอนแบบจุ่มซุบ (IWI) ในบทนี้ นำเสนอผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ 4 เทคนิคคือการวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐาน (XRD) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาคและวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ (SEM-EDS) การวิเคราะห์พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET) และการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยา (FT-IR) โดยผลที่ได้จากการศึกษาแสดงดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ด้วยวิธีการตกตะกอน เริ่มจากการเตรียมสารละลายโลหะประกอบด้วยอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) โดยมีสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) เป็นสารช่วยในการตกตะกอนจะได้อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Al}(\text{OH})_3$) และแอมโมเนียมไนเตรต (NH_4NO_3) ระหว่างขั้นตอนการตกตะกอนต้องทำการควบคุมอุณหภูมิให้ได้ 70°C และความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7.5-8.5 หลังจากการตกตะกอนนำตะกอนมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ $80\text{-}90^\circ\text{C}$ เพื่อกำจัดไนเตรตไอออน (NO_3^-) ที่ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการเสื่อมสภาพ จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นการไล่น้ำออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา การตกตะกอนจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวของ Boehmite (AlOOH) ดังสมการที่ 4.3 และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550°C จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ดังสมการที่ 4.4 มีลักษณะเป็นผงสีขาว ดังรูปที่ 4.1 ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ก่อนการเผาและหลังการเผามีลักษณะที่ไม่แตกต่างกัน สำหรับ สมการเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ดังปฏิกิริยา



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

ตัวเร่งปฏิกิริยา	น้ำหนักสาร ทางทฤษฎี (g)	น้ำหนักสาร หลังเผา (g)	ร้อยละผลผลิต (%)
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	1.9796	1.8452	93.21
	1.9796	1.8613	94.02
	1.9796	1.8987	95.91
	1.9796	1.9122	96.60
เฉลี่ย			94.94



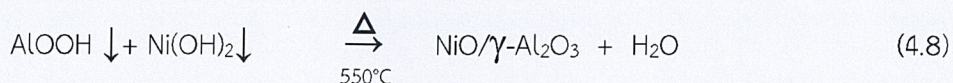
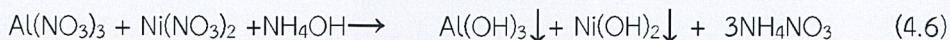
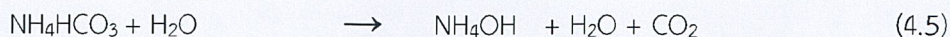
รูปที่ 4.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

(ก.) ก่อนนำไปเผา (ข.) หลังนำไปเผา

4.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนแกนมาอะลูมินา

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) เริ่มจากการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ด้วยการตกตะกอนร่วมของสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรดโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และนิกเกิลไนเตรดเฮกซะไฮเดรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) โดยมีสารละลายแอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต (NH_4HCO_3) เป็นสารช่วยในการตกตะกอน ในระหว่างขั้นตอนการตกตะกอนจะต้องทำการควบคุมอุณหภูมิให้ได้ 70°C และความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7.5-8.5 หลังจากการตกตะกอนนำตะกอนมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ $80\text{-}90^\circ\text{C}$ นำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงสีเขียวอมฟ้าของ $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ดังสมการที่ 4.7 ในรูปที่ 4.2 (ก.) และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550°C จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ดังสมการที่ 4.8 ที่มีลักษณะเป็นผงสีเขียว ค่อนข้างน้ำตาลของ NiO ในรูปที่ 4.2 (ข.) สมการเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกนมาอะลูมินา ($\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-CP}$) ดังปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IMI) เริ่มจากการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ โดยการนำสารละลายนิกเกิลไนเตรดเฮกซะไฮเดรต (Ni(NO₃)₂ • 6H₂O) หยดลงบนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา (γ -Al₂O₃) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน โดยใช้การสันสะเทือนด้วยคลื่นเสียงที่มีความถี่สูงเป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นนำไปตุ่ดอากาศ และอบที่อุณหภูมิ 100 °C จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงสีเขียวอมฟ้าของ Ni(OH)₂ ดังสมการที่ 4.7 ในรูปที่ 4.2 (ก.) และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °C จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ ที่มีลักษณะเป็นผงสีเขียวค่อนข้างน้ำตาลของ NiO ดังสมการที่ 4.8 ในรูปที่ 4.2 (ข.)

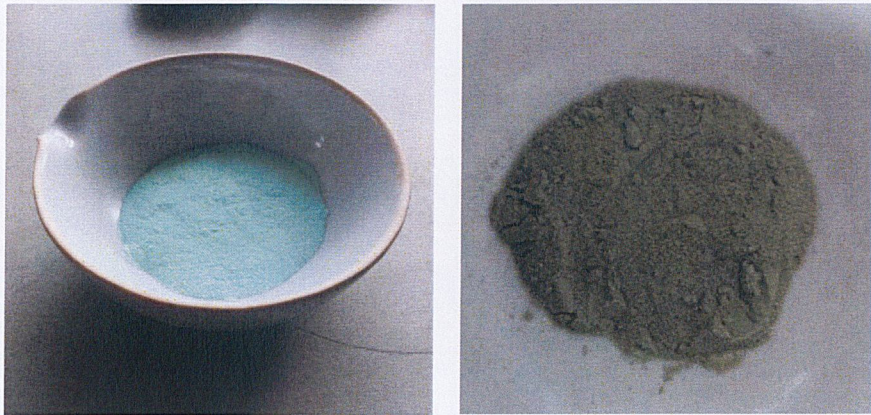
ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃

วิธีการ	ตัวเร่งปฏิกิริยา	น้ำหนักสาร ทางทฤษฎี* (g.)	น้ำหนักสาร หลังเผา (g.)	ร้อยละผลผลิต* (%)
ตกตะกอนร่วม	NiO/ γ -Al ₂ O ₃	2.0762	1.8974	91.39
ตกตะกอนแบบจุ่มซุบ	NiO/ γ -Al ₂ O ₃	6.0864	5.4770	89.99

หมายเหตุ : * คำนวณในภาคผนวก ข

จากตารางที่ 4.1 และตารางที่ 4.2 แสดงร้อยละผลผลิตของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ามีน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่หายไป ซึ่งอาจเกิดระหว่างการทำการทดลองคือ ในขั้นตอนของการล้างตะกอนซึ่งต้องใช้น้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ 80-90°C ล้างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 10 ครั้ง เพื่อกำจัดไนเตรดไอออนซึ่งจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการเสื่อมสภาพ ในขั้นตอนนี้อาจทำให้เกิดการสูญเสียตัวเร่งปฏิกิริยาไป ส่งผลให้ร้อยละของผลผลิตที่ได้จริงนั้นมีค่าน้อยกว่าร้อยละของผลผลิตตามทฤษฎี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก.)

(ข.)

รูปที่ 4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP)

(ก.) ก่อนนำไปเผา (ข.) หลังนำไปเผา



(ก.)

(ข.)

รูปที่ 4.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)

(ก.) ก่อนนำไปเผา (ข.) หลังนำไปเผา

4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

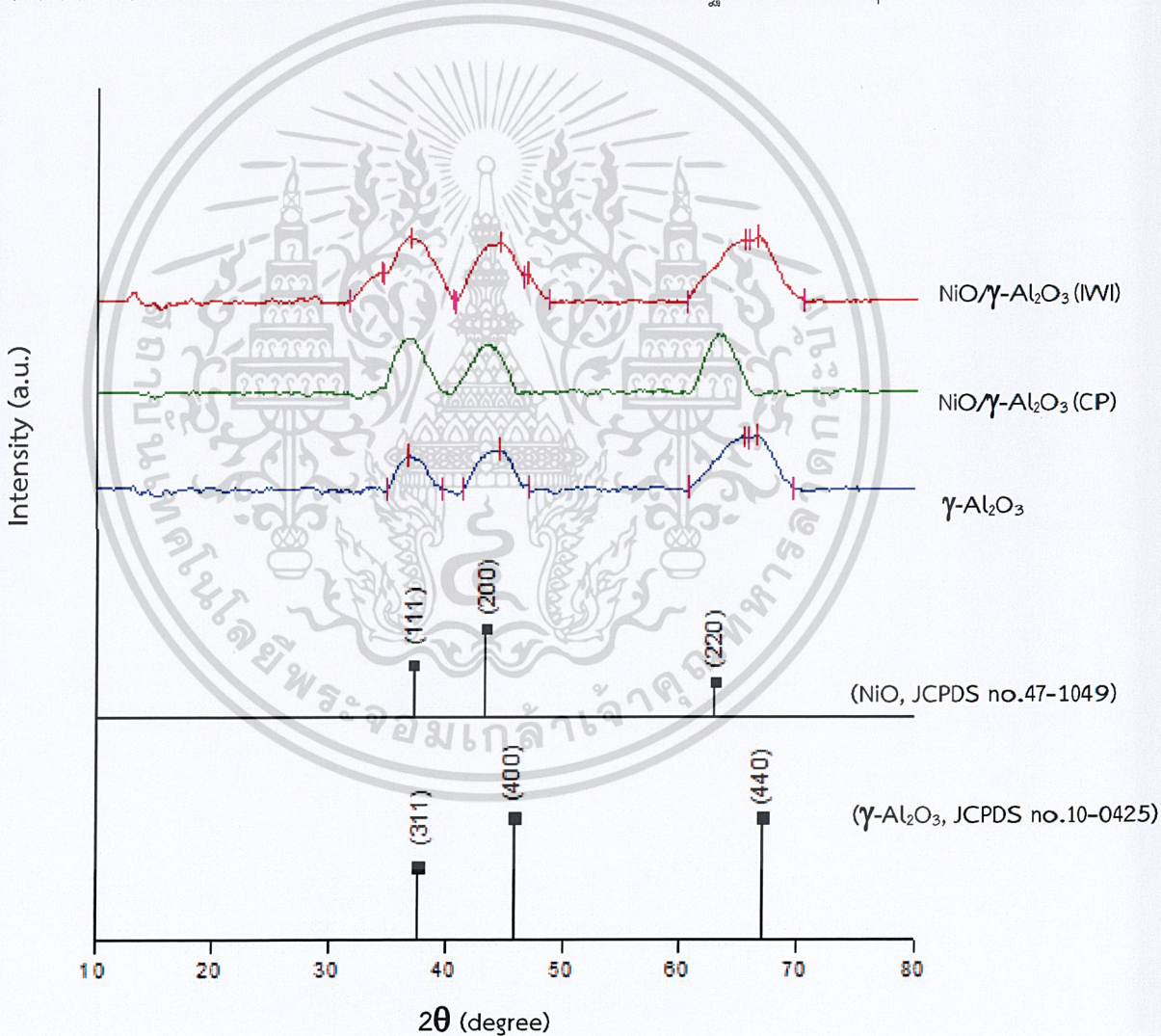
ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ ด้วยวิธีการการตกตะกอน และศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 2 วิธี คือ วิธีการตกตะกอนร่วม และวิธีการตกตะกอนแบบจุ่มซุบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วย 4 เทคนิค คือ การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD), การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาค (SEM- EDS), การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET) และการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยา (FT-IR)

4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐาน

การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐานใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนแบบเอ็กซ์ (XRD) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer นอกจากนี้ยังสามารถยืนยันโครงสร้างของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ โดยเทียบกับโครงสร้างผลึกมาตรฐานของสารนั้นๆ



รูปที่ 4.4 โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ เทียบกับโครงสร้างผลึกมาตรฐานของแกมมา

อะลูมินา (γ -Al₂O₃, JCPDS no. 10-0425) และนิกเกิลออกไซด์ (NiO, JCPDS no.47-1049)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.4 เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มาวิเคราะห์โครงสร้าง พบว่าพีคของ (γ - Al_2O_3) ขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 36.68° , 44.40° และ 66.32° ในระนาบ (311), (400) และ (440) ใกล้เคียงกับโครงสร้างผลึกมาตรฐานแกมมาอะลูมินา (γ - Al_2O_3) พีคของ NiO (CP) ขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 36.61° , 44.78° และ 65.13° ในระนาบ (111), (200) และ (220) ใกล้เคียงกับโครงสร้างผลึกมาตรฐานนิกเกิลออกไซด์ (NiO) และ พีคของ NiO (IWI) ขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 36.76° , 44.44° และ 66.44° ในระนาบ (311), (400) และ (440) ใกล้เคียงกับโครงสร้างผลึกมาตรฐานนิกเกิลออกไซด์ (NiO) ซึ่งระนาบสามารถบอกตำแหน่งการเกิดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา และคำนวณขนาดผลึกของ NiO จากสมการ Scherrer

4.2.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาค

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาในระดับจุลภาค (SEM) ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา γ - Al_2O_3 พบว่า มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน เป็นกลุ่มก้อน และกระจายตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ



(ก.)

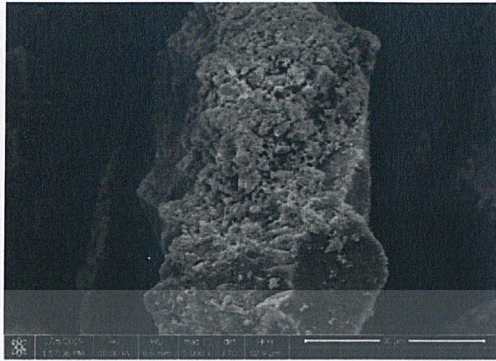
(ข.)

รูปที่ 4.5 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา γ - Al_2O_3

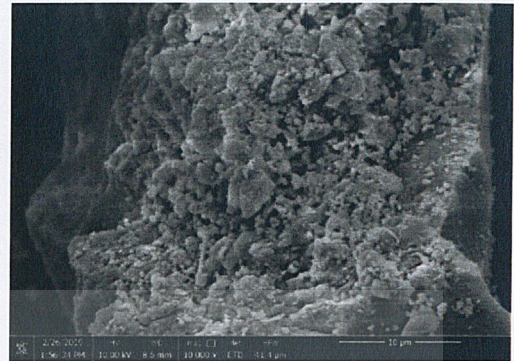
(ก.) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข.) กำลังขยาย 10000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) พบว่าพื้นผิวมีลักษณะเป็นรูพรุน และมีการกระจายตัวสูง



(ก.)



(ข.)

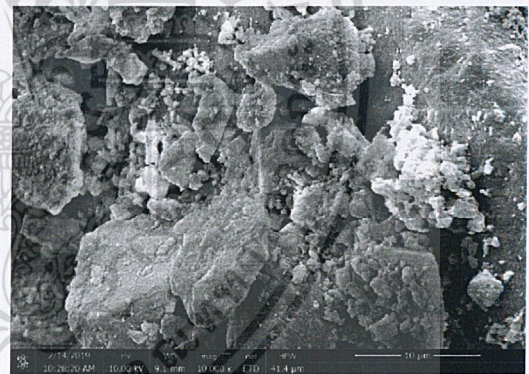
รูปที่ 4.6 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP)

(ก.) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข.) กำลังขยาย 10000 เท่า

ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IMI) พบว่าผลึกมีขนาดใหญ่ เป็นกลุ่มก้อน และกระจายตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ



(ก.)



(ข.)

รูปที่ 4.7 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IMI)

(ก.) กำลังขยาย 5000 เท่า (ข.) กำลังขยาย 10000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 การตรวจสอบธาตุที่เป็นองค์ประกอบ

การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ (EDS) ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์วัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ เมื่อวิเคราะห์แล้วพบว่ามียอดธาตส่วนของธาตุที่ประกอบอยู่ภายในตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ค่าปริมาณองค์ประกอบภายในตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ธาตุ	น้ำหนักจากการทดลอง (%)	น้ำหนักทางทฤษฎี* (%)
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	O	52.95	55.77
	Al	47.05	49.56
NiO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP)	O	42.62	46.64
	Al	47.36	51.84
	Ni	10.02	10.97
NiO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IWI)	O	38.27	42.53
	Al	52.23	58.04
	Ni	9.50	10.56

หมายเหตุ : * คำนวณในภาคผนวก ข



รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของธาตุในตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ

(ก.) $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (ข.) NiO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) (ค.) NiO/ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IWI)

จากตารางที่ 4.3 พบว่าปริมาณของนิกเกิลออกไซด์ที่มีอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา มีค่าใกล้เคียงกับปริมาณทางทฤษฎี สามารถสรุปได้ว่าภายในตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยนิกเกิลออกไซด์ที่สามารถใช้เป็นปริมาณที่เหมาะสมสำหรับการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาในการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET) เป็นปัจจัยสำคัญของการทำปฏิกิริยา เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดก็มีพื้นที่ผิวที่แตกต่างกันออกไป หากตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวมากสารตั้งต้นก็จะสามารถดูดซับลงบนพื้นที่ผิว และเกิดปฏิกิริยาได้มาก

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน ขนาดรูพรุน และขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ และ NiO/ γ -Al₂O₃

ตัวเร่งปฏิกิริยา	พื้นที่ผิว (m ² g ⁻¹)	ขนาดรูพรุน (Å)	ปริมาตรรูพรุนเฉลี่ย (cm ³ g ⁻¹)	ขนาดผลึก NiO* (nm.)
γ -Al ₂ O ₃	360	39.3	0.708	-
NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP)	439	31.3	0.687	2.9
NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	312	39.2	0.611	9.6

หมายเหตุ *คำนวณขนาดผลึก NiO จากสมการ Scherrer ในภาคผนวก ข

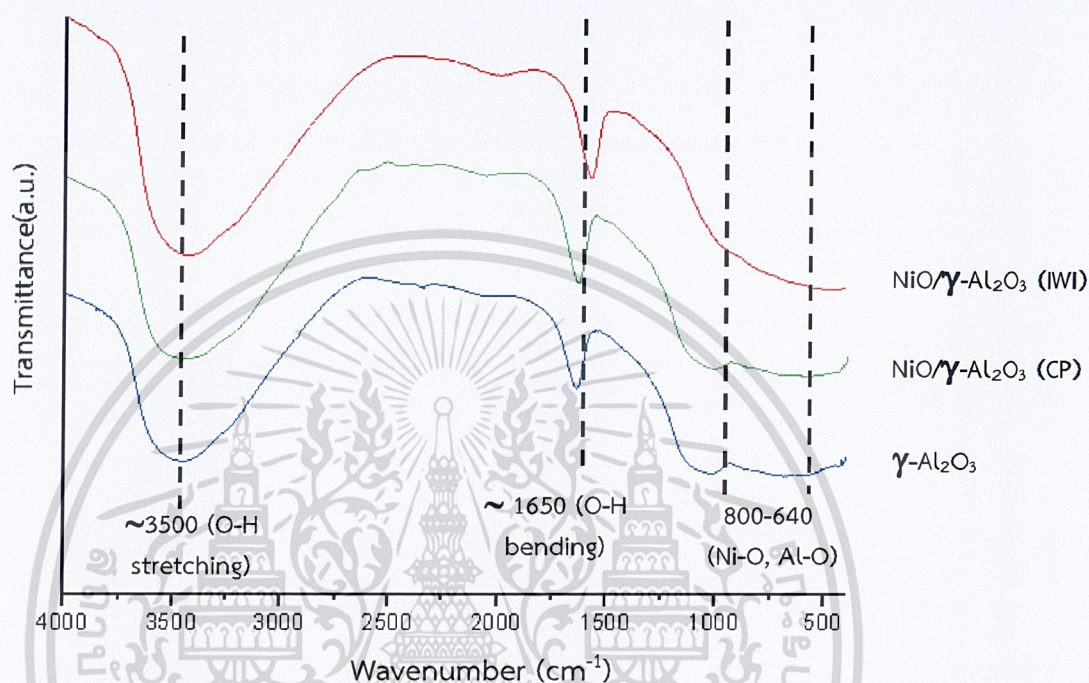
จากตารางที่ 4.4 ผลจากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ ที่สังเคราะห์ มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 360 m² g⁻¹ ขนาดรูพรุนเท่ากับ 39.2 Å และปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.708 cm³ g⁻¹ พบว่า มีรูพรุนขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูง เมื่อเทียบกับงานวิจัย (U.O. Osarieme *et al.*, 2017) ผลการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ มีพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุน เท่ากับ 190 m² g⁻¹, 0.467 cm³ g⁻¹ และ 21.9 Å ตามลำดับ

ผลของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 439 m² g⁻¹ ขนาดรูพรุนเท่ากับ 31.3 Å ปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.687 cm³ g⁻¹ และขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์มีค่าเท่ากับ 0.96 nm. ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 312 m² g⁻¹ ขนาดรูพรุนเท่ากับ 39.2 Å ปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.611 cm³ g⁻¹ และขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์มีค่าเท่ากับ 0.29 nm. เมื่อเปรียบเทียบทั้งสองวิธีพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนแกมมาอะลูมินาที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจะได้พื้นที่ผิวสูงเนื่องจากเกิดการผสมของโลหะสองชนิดทำให้เกิดโลหะอัลลอยด์ มีรูพรุนขนาดเล็กและมีปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเนื่องจากวิธีการตกตะกอนร่วมใช้ความเร็วรอบในการปั่นกววน 600 รอบต่อนาทีอย่างสม่ำเสมอ และจากการคำนวณขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์จากสมการ Scherrer ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจะเกิดผลึกนิกเกิลออกไซด์ขนาดเล็กกว่าวิธีการตกตะกอนแบบจุ่มชุบ ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเหมาะสมจะมีอัตราส่วนพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเฉพาะขนาดของผลึกซึ่งมีผลทำให้เกิดประสิทธิภาพสูงที่สุด ขนาดผลึกที่เล็กลงทำให้มีพื้นที่ผิวที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วยแสงอินฟราเรด ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) ซึ่งสามารถตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลโดยการวัดจากการสั่นของโมเลกุล



รูปที่ 4.9 อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ ในช่วงเลขคลื่น 4000-400 cm⁻¹

จากรูปที่ 4.9 พบว่าที่ความยาวคลื่นประมาณ 3500 cm⁻¹ และ 1650 cm⁻¹ เป็นการยืดและการสั่นของน้ำ ส่วนที่เลขคลื่นประมาณ 800 cm⁻¹ ถึง 640 cm⁻¹ เป็นการสั่นของ NiO และ AlO ไม่พบการสั่นของ NO₃⁻ ที่เลขคลื่น 1380 cm⁻¹ จึงสามารถยืนยันได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์นั้นมีความบริสุทธิ์

4.3 การศึกษาผลการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed Reactor) โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10.00 มิลลิเมตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.50 กรัม การวิเคราะห์แยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาเป็นการวิเคราะห์ร้อยละผลผลิตและร้อยละความจำเพาะในการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา γ-Al₂O₃ และตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/γ-Al₂O₃ ที่เตรียมได้จากวิธีที่แตกต่างกันจะได้แก๊สสังเคราะห์อยู่ในรูปของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกวิเคราะห์ด้วย Offline Gas Chromatography รุ่น CP-3800 ยี่ห้อ VARIAN โดยใช้คอลัมน์ CP-7538 ต่อกับ Thermal Conductivity Detector (TCD) เพื่อวิเคราะห์ไฮโดรเจน (H₂) คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และอาร์กอน (Ar) และคอลัมน์ HP-PLOT/Q ต่อกับ Flame Ionization Detector (FID) เพื่อวิเคราะห์มีเทน (CH₄) และ คาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂)

ตารางที่ 4.5 ร้อยละการเปลี่ยนของมีเทน และความจำเพาะการเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃

ตัวเร่งปฏิกิริยา	การเปลี่ยนของมีเทน* (mol%)	ความจำเพาะในการเกิดแก๊สสังเคราะห์* (mol%)		H ₂ /CO
		H ₂	CO	
γ -Al ₂ O ₃	-	-	-	-
NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (CP)	31.97	2.22	97.78	0.0227
NiO/ γ -Al ₂ O ₃ (IWI)	25.36	1.88	98.12	0.0192

หมายเหตุ : คำนวณในภาคผนวก ง และภาคผนวก จ

ผลของการทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃, NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) และ NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI) สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.5 ซึ่งค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของแก๊สมีเทนค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ และอัตราส่วนของแก๊สสังเคราะห์ ขึ้นอยู่กับวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอนร่วมจะส่งผลให้พื้นที่ผิวของนิกเกิลออกไซด์สำหรับปฏิกิริยา Dry reforming methane โดยโลหะนิกเกิลออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะเป็น Active sites ส่วนอะลูมินาทำหน้าที่เป็นตัวรองรับ เพื่อช่วยให้นิกเกิลกระจายตัวได้ดี และขนาดผลึกของ NiO มีผลึกขนาดเล็กทำให้มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา

จากผลการทดลองเมื่อนำไปตรวจวัดด้วยเครื่อง Gas Chromatography พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃ ไม่เกิดการเปลี่ยนของมีเทนเนื่องจากเป็นตัวรองรับทำให้ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ และค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของมีเทนของ NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) และ NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI) มีค่าเท่ากับ 31.97 และ 25.36 mol% ตามลำดับ ค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) โดยร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็น H₂ และ CO มีค่าเท่ากับ 2.22 และ 97.78 mol% ตามลำดับ และอัตราส่วนของแก๊สสังเคราะห์มีค่าเท่ากับ 0.0227 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI) มีค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็น H₂ และ CO เป็นมีค่าเท่ากับ 1.88 และ 98.12 mol% ตามลำดับ และอัตราส่วนของแก๊สสังเคราะห์มีค่าเท่ากับ 0.0192 สรุปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าเมื่อเทียบกับงานวิจัยของ ฉริยะ และคณะ, 2558 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 3%ZrO₂-CuZnO/HZSM5 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคนละชนิดกัน ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์สูงสุดที่ 18.73 และค่าร้อยละความจำเพาะในการเกิดไดเมทิลอีเทอร์เพียง 95.79

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) เป็นการตกตะกอนร่วมของโลหะสองชนิดทำให้เกิดโลหะอัลลอยด์ของ NiAl และมีการควบคุมอัตราการปั่นกวนให้สม่ำเสมอ ผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์จะฝังตัวอยู่ในรูพรุนของแกมมาอะลูมินา จึงมีพื้นที่ผิวปริมาตรรูพรุนสูง มีขนาดรูพรุนและขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์เล็ก ทำให้มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยา

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Dry Reforming สูง ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IWI) ซึ่งเป็นการหดยดสารละลายนิกเกิลลงบนแกมมาอะลูมินาที่สังเคราะห์วิธีตกตะกอน นิกเกิลออกไซด์จะฝังตัวอยู่ในรูพรุนของแกมมาอะลูมินา จึงมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ และมีการปั่นกวานที่ไม่สม่ำเสมอทำให้มีพื้นที่ผิวปริมาตรรูพรุนน้อย มีรูพรุนและขนาดผลึกมาก ทำให้ประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยา Dry Reforming ลดลง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาด้วยวิธีการตกตะกอนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) และ วิธีตกตะกอนแบบจุ่มชุบ (Incipient Wetness Impregnation) แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยการวิเคราะห์ต่างๆ สามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

5.1 สรุปผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาและการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์

การศึกษาความสามารถในการเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับแกมมาอะลูมินา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP) จากการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าค่าร้อยละการเปลี่ยนของมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ 31.97 ค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็น H_2 และ CO มีค่าเท่ากับ 2.22 และ 97.78 mol% ตามลำดับ และอัตราส่วนของแก๊สสังเคราะห์มีค่าเท่ากับ 0.0227 จากผลการศึกษาจึงสรุปได้ว่าค่าร้อยละการเปลี่ยนของมีเทน ค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดแก๊สสังเคราะห์ และอัตราส่วนแก๊สสังเคราะห์สูงสุด ซึ่งสอดคล้องกับผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โดยการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารในระดับจุลภาค (SEM) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิว มีลักษณะเป็นรูพรุน และมีการกระจายตัวสูง และผลวิเคราะห์เทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (BET) ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวเท่ากับ $439 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ขนาดรูพรุน เท่ากับ 31.3 \AA ปริมาตรรูพรุนเท่ากับ $0.687 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ และขนาดผลึกของนิกเกิลออกไซด์มีค่าเท่ากับ 0.29 nm .

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นในการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพเป็นแก๊สสังเคราะห์ เช่น Ni/SiO_2
2. ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการใช้งานแล้ว โดยนำมาสังเคราะห์ซ้ำ
3. ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO เพื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- กุลธิดา ศิริรัตน์ และณัฏฐพร ธรรมประสม. 2550. “การสังเคราะห์ไดเมทิลที่อุณหภูมิต่ำ.”
วิทยานิพนธ์ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- จตุพร วิทยาคุณ และ นุรักษ์ กฤษณานุรักษ์. 2547. การเร่งปฏิกิริยา: พื้นฐานและการประยุกต์.
พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.
- จิตติ รินเสนา. 2551. “การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอะลูมินา-อะลูมิเนียม แบบอัดซ้อน.”
วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยี
สุรนารี.
- ฉริยะ ไชยเค้า นพรัตน์ พิภูลหอม และนริศ จิตติเรืองเกียรติ. 2558. “ผลของการสังเคราะห์ไดเมทิล
อีเทอร์จากตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ออกไซด์ที่ปรับปรุงด้วยเซอร์โคเนียออกไซด์บน
ไฮโดรเจนซีเอสเอ็มไฟว์” โครงการพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- ฐิติพร ฉิมสุข. 2560. ตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม. [Online]. Available :
[http://www.science.mju.ac.th/chemistry/download/t_chimsook/คม443-ตัวเร่ง
ปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม](http://www.science.mju.ac.th/chemistry/download/t_chimsook/คม443-ตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม).
- ณัฐวุฒิ สุวรรณจัน, ณันชภัคย์ ปิยะบัณฑิตกุล และดวงรัตน์ เหลืองเจริญวัฒนา . 2558.
“ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ออกไซด์อะลูมิเนียม
ออกไซด์บนแกมมาอะลูมินาสำหรับ ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์” โครงการพิเศษ
วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบัน
เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- เดชา ฉัตรศิริเวช. 2552. กระบวนการดูดซับ. พิมพ์ครั้งที่ 1. บริษัท ส.เอเชียเพลส (1989) จำกัด :
สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- นวดล เหล่าศิริพจน์. 2555. ผลิตภัณฑ์ไฮโดรเจน. [Online]. Available :
http://www.kalasin3.go.th/view.php?article_id=24359.
- นานเทคโนโลยี. 2557. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน. สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการ
เรียนรู้
- มหาวิทยาลัยมหิดล. [Online]. Available : [http://www.il.mahidol.ac.th/e-
media/nano/Page/Unit4-5.html](http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html).
- ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ. 2551. “การพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ และตัวเร่งปฏิกิริยาการ
สังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์.” วิทยานิพนธ์ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- พรประภา สายทองสุข และ มานพ เจริญไชยตระกูล. 2558. การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานาโน
 นิกเกิลโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะเหนือจุดวิกฤตที่มีเอทานอลเป็นตัวทำละลายร่วม
 สำหรับการเร่งปฏิกิริยาการแตกตัวของมีเทน [Online]. Available
<http://webcache.googleusercontent.com>
- พิชญ รัชฎาวงศ์. 2554. แก๊สชีวภาพ. [Online]. Available :
<http://www.chulapedia.chula.ac.th/index.php?title=ก๊าซชีวภาพ>
- มานิตย์ ดวงเพ็ญมาตร. 2554 “การสังเคราะห์โคเมทิลอีเทอร์จากเมทานอลบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ
 ฟอสเฟต.”
 วิทยานิพนธ์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- วิลาสินี วิสัยจร. 2559. “ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์บนเซอร์โคเนียมไดออกไซด์และแคลเซียม
 ออกไซด์ปรับปรุงจากเปลือกหอยนางรมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนไดออกไซด์ไฮโดรจีเนชัน.”
 วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมีและสิ่งแวดล้อม, มหาวิทยาลัย
 บูรพา.
- ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อมาตรฐานและอุตสาหกรรม. 2556. การวิเคราะห์องค์ประกอบสาร
 ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(X-ray diffraction). คณะวิทยาศาสตร์
 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี. [Online]. Available :
<http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/physics/16-x-ray-diffraction>.
- ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อมาตรฐานและอุตสาหกรรม. 2560. Fourier Transform Infrared
 Spectroscopy (FTIR). คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
 [Online]. Available : [http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/chemistry/23-
 2013-09-04-02-40-21](http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/chemistry/23-2013-09-04-02-40-21).
- ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง. 2559. X-ray Diffactometer
 XRD [Online]. Available : [https://stic.mfu.ac.th/stic-analysis-tools/stic-tool-
 detail/17.html](https://stic.mfu.ac.th/stic-analysis-tools/stic-tool-detail/17.html)
- ศูนย์นวัตกรรมวัสดุ. 2555. FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY (FTIR).
 ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. [Online].
 Available : http://www.mic.eng.ku.ac.th/facilities-detail.php?id_sub=41&id=37.
- สมาคมพลังงานทดแทนสู่ชุมชนแห่งประเทศไทย. 2561. แก๊สชีวภาพ. [Online]. Available :
<http://www.reca.or.th/library-biogaz.aspx?fbclid>
- สุขเกษม กังวานตระกูล. 2554. การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของอะลูมินาด้วยอนุภาคนาโนซิลิคอน
 คาร์ไบต์. [Online]. Available :
[http://sutir.sut.ac.th:8080/sutir/bitstream/123456789/3992/1/SUT7-708-48-24-
 78-Fulltext.pdf](http://sutir.sut.ac.th:8080/sutir/bitstream/123456789/3992/1/SUT7-708-48-24-78-Fulltext.pdf).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- สุจินต์ พรราวพันธุ์. 2554 **อะลูมินากับการนำไปใช้งานทางเซรามิก** [Online]. Available : <https://soclaimon.wordpress.com/2011/07/23>.
- สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล. 2555. **การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ**. [Online]. Available : http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2555_189_60_p22-24.pdf.
- สุรศักดิ์ ไวทยวงศ์สกุล. 2545. **ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับอะลูมิเนียมออกไซด์** [Online]. Available : <http://www.material.chula.ac.th/RADIO44/FEBRUARY/RADIO2-5.HTM>
- อรณิชา เผือกคง. 2560. **ไบโอแก๊ส (Biogas)** [Online]. Available : <http://www.scimath.org/lesson-chemistry/item/7101-biogas>.
- B. Zhenghong and Y.Fei Yu. 2018 “Chapter Two - Catalytic Conversion of Biogas to Syngas via Dry Reforming Process” *Advances in Bioenergy*. 3 : 43-76.
- K.M. Parida, Amaresh C. Pradhan, and J. DasNruparaj Sahu. 2009 “Synthesis and characterization of nano-sized porous gamma-alumina by control precipitation method.” *Materials Chemistry and Physics*. 113(1) : 244-248.
- L. Zhang Xueguang Wang , C. Chenju , Z. Xiujing , D. Weizhong, and L. Xionggang. 2017. “Dry reforming of methane to syngas over lanthanum-modified mesoporous nickel aluminate/g-alumina nanocomposites by one-pot synthesis.” *International Journal of Hydrogen Energy*. 42 (16) : 11333-11345.
- M. Ainara, I. Reyer, A. Carmen, B. Fernando, and L.M. Gandía 2018 “Syngas production by means of biogas catalytic partial oxidation and dry reforming using Rh-based catalysts.” *Catalysis Today*. 299 : 280-288.
- U.O Osarieme, D.S. Herma, A. Sureena and K.C Chin,. 2017 “Syngas production from methane dry reforming over SmCoO₃ perovskite catalyst: Kinetics and mechanistic studies.” *International Journal of Hydrogen Energy*. 42(15) : 9707-9721.
- S.Y. Partho, S. Jinwoo Song, K. Kim, S.P. Chan, and S.K. Rajua. 2018 “CO₂ conversion to syngas through the steam-biogas reforming process” *Journal of CO₂ Utilization*. 25 : 275-282.
- S. Xingfu, W. Xueguang, N. Wangxin, G. Xuefeng, Z. Xiujing, D. Weizhong Ding and Xionggang Lu. 2012 “Facile strategy for synthesis of mesoporous crystalline γ -alumina by partially hydrolyzing aluminum nitrate solution.” *Journal of Materials Chemistry*. 45(22) : 23806-230093.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Z. Azizi, M. Rezaeimanesh, T. Tohidian, M.R. Rahimpour. 2014. "Dimethyl Ether: A review of technologies and production challenges." *Chemicals Engineering and Processing*. 82 : 150-172.



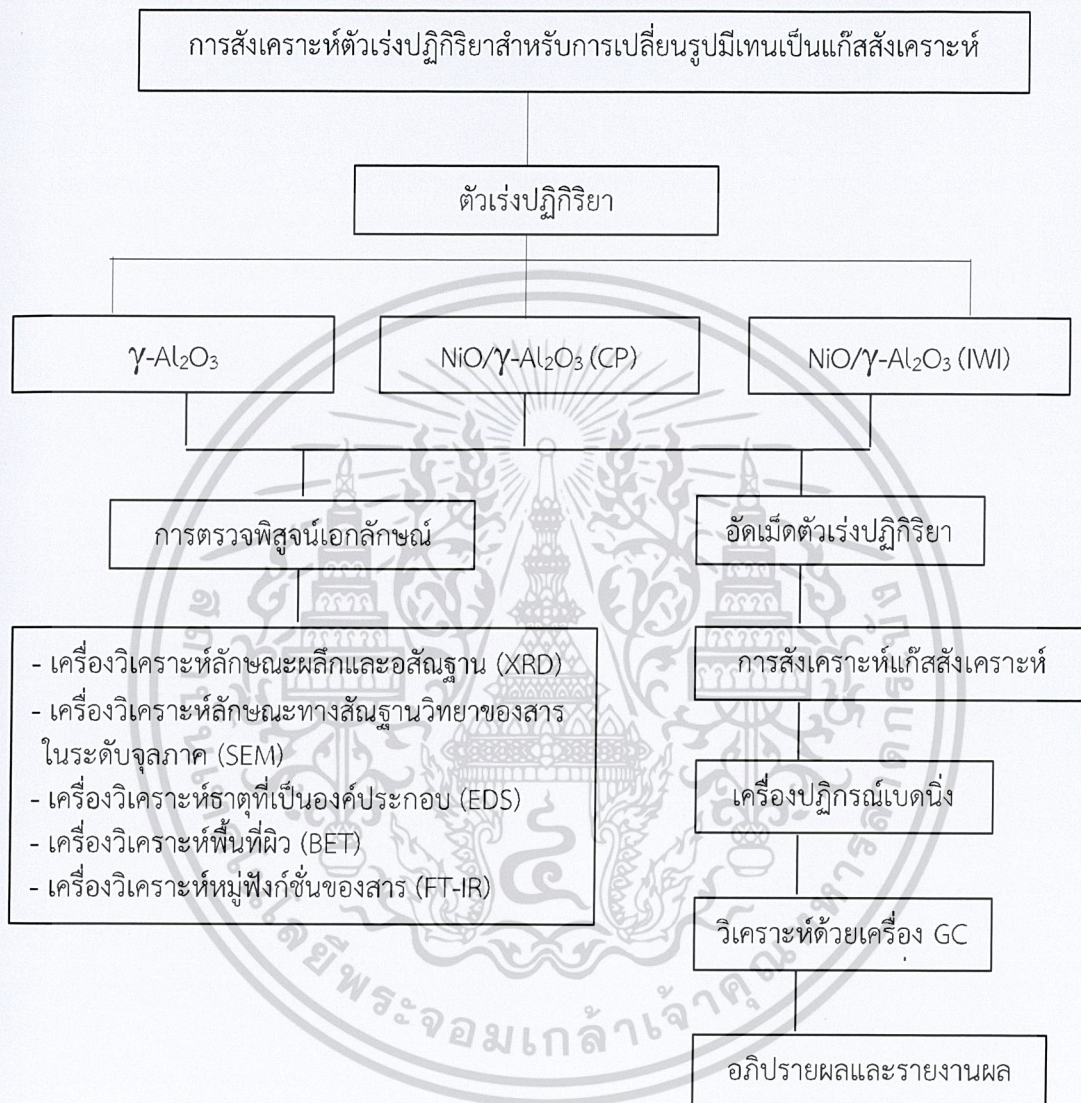
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

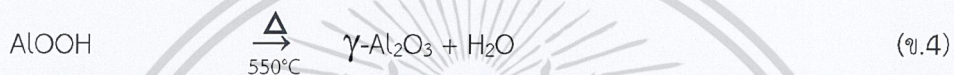
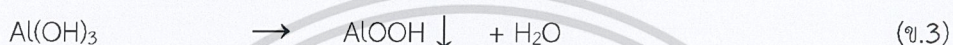
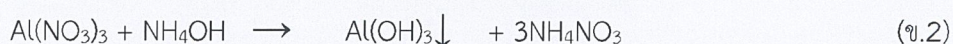
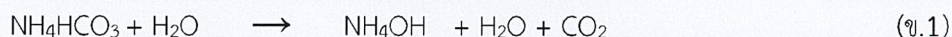
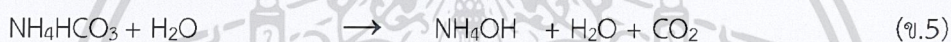
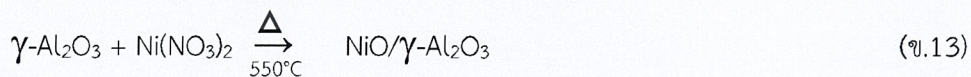
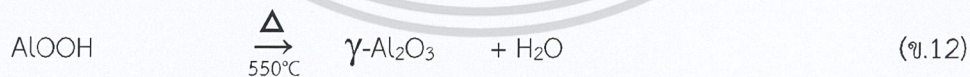
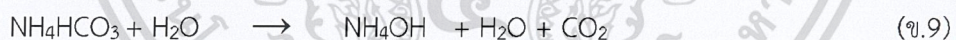
แผนการดำเนินการวิจัยโดยมีขั้นตอนการดำเนินงาน ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

ข้อมูลการทดลอง

1. การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃, NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) และ NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)สมการเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา (γ -Al₂O₃)สมการเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃(CP)สมการเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃(IWI)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณน้ำหนักสารตั้งต้น

ข้อมูล	มวลโมเลกุล $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	เท่ากับ	375.13
	มวลโมเลกุล $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	เท่ากับ	290.79
	มวลโมเลกุล $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$	เท่ากับ	79.06
	มวลโมเลกุล NaOH	เท่ากับ	40.00
	มวลโมเลกุล HNO_3	เท่ากับ	63.01
	มวลโมเลกุล AlOOH	เท่ากับ	59.99
	มวลโมเลกุล $\text{Ni}(\text{OH})_2$	เท่ากับ	92.71

1.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

การเตรียมสารละลาย $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0.0660 M. ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 500 mL.

$$\text{MolAl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = \frac{0.0660 \text{ mol.}}{1000 \text{ ml.}} \times 500 \text{ ml.} = 0.0330 \text{ mol.}$$

$$\text{gAl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 0.0330 \text{ mol.} \times \frac{375.13 \text{ g.}}{\text{mol.}} = 12.3793 \text{ g.}$$

การเตรียมสารละลาย $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ 0.125 M. ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 500 mL.

$$\text{Mol}(\text{NH}_4)\text{HCO}_3 = \frac{0.1250 \text{ mol.}}{1000 \text{ ml.}} \times 500 \text{ ml.} = 0.0625 \text{ mol.}$$

$$\text{g}(\text{NH}_4)\text{HCO}_3 = 0.0625 \text{ mol.} \times \frac{79.06 \text{ g.}}{\text{mol.}} = 4.9412 \text{ g.}$$

การเตรียมสารละลาย NaOH 0.500 M ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 250 mL.

$$\begin{aligned} C_1V_1 &= C_2V_2 \\ (0.500 \text{ M}) \times (250 \text{ mL}) &= (1.000\text{M}) \times V_2 \\ V_2 &= 125 \text{ mL.} \end{aligned}$$

1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{CP})$

การเตรียมสารละลาย $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0.066 M. ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 250 mL.

$$\text{MolAl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = \frac{0.066 \text{ mol.}}{1000 \text{ ml.}} \times 250 \text{ ml.} = 0.0165 \text{ mol.}$$

$$\text{gAl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 0.0165 \text{ mol.} \times \frac{375.13 \text{ g.}}{\text{mol.}} = 6.1897 \text{ g.}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียมสารละลาย 10 wt.%NiO จาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 250 ml.

$$\begin{aligned} \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{gAl}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \times 0.066 \text{ M} \times \frac{\text{gNi}}{\text{gAl}_2\text{O}_3} \\ \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 6.1897 \text{ g.} \times \frac{10 \text{ g.}}{90 \text{ g.}} = 0.6877 \text{ g.} \\ 10 \text{ wt.\%Ni} &= \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{\text{MWNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{MWNi}} \\ 10 \text{ wt.\%Ni} &= 0.6877 \text{ g.} \times \frac{290.81 \text{ g./mol.}}{58.69 \text{ g./mol.}} = 3.4078 \text{ g.} \end{aligned}$$

การเตรียมสารละลาย $(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$ 0.125 M. ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 500 ml.

$$\begin{aligned} \text{Mol}(\text{NH}_4)\text{HCO}_3 &= \frac{0.1250 \text{ mol.}}{1000 \text{ ml.}} \times 500 \text{ ml.} = 0.0625 \text{ mol.} \\ \text{g}(\text{NH}_4)\text{HCO}_3 &= 0.0625 \text{ mol.} \times \frac{79.06 \text{ g.}}{\text{mol.}} = 4.9412 \text{ g.} \end{aligned}$$

การเตรียมสารละลาย NaOH 0.500 M ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 250 ml.

$$\begin{aligned} C_1V_1 &= C_2V_2 \\ (0.500 \text{ M}) \times (250 \text{ mL}) &= (1.000\text{M}) \times V_2 \\ V_2 &= 125 \text{ ml.} \end{aligned}$$

1.3 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ - Al_2O_3 (IWI)

การเตรียมสารละลาย γ - Al_2O_3 5.0000 g. ด้วยวิธีการตกตะกอน

การเตรียมสารละลาย 10 wt.%NiO จาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\begin{aligned} \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{g} \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \times \frac{\text{gNi}}{\text{gAl}_2\text{O}_3} \\ \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= 5.0000 \text{ g.} \times \frac{10 \text{ g.}}{90 \text{ g.}} = 0.5556 \text{ g.} \\ 10 \text{ wt.\%Ni} &= \text{gNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{\text{MWNi}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{MWNi}} \\ 10 \text{ wt.\%Ni} &= 0.5556 \text{ g.} \times \frac{290.81 \text{ g./mol.}}{58.69 \text{ g./mol.}} = 2.7530 \text{ g.} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎี

$$\text{น้ำหนักทางทฤษฎี} = \frac{\text{มวลโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์} \times \text{น้ำหนักสารตั้งต้น}}{\text{มวลโมเลกุลสารตั้งต้น}}$$

ตารางที่ ข.1 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

มวลโมเลกุลของสารตั้งต้น		มวลโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์	น้ำหนักทางทฤษฎี (g)
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$	(AlOOH)	$(\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3)$
375.13	79.06	59.99	1.9796

ตารางที่ ข.2 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (CP)

มวลโมเลกุลของสารตั้งต้น			มวลโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์		น้ำหนักทางทฤษฎีรวม (g)
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$	$\text{Ni}(\text{OH})_2$	(AlOOH)	$\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
375.13	290.79	79.06	92.71	59.99	2.0762

ตารางที่ ข.3 ผลการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (IW1)

มวลโมเลกุลของสารตั้งต้น			มวลโมเลกุลของสารผลิตภัณฑ์		น้ำหนักทางทฤษฎีรวม (g)
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)\text{HCO}_3$	$\text{Ni}(\text{OH})_2$	(AlOOH)	$\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
375.13	290.79	79.06	92.71	59.99	6.0864

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวอย่างการคำนวณ

$$\text{จาก ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{น้ำหนักที่ได้จริง}}{\text{น้ำหนักทางทฤษฎี}} \times 100$$

NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{5.4770 \text{ g}}{6.0864 \text{ g}} \times 100$$

$$= 89.99 \%$$

4. การคำนวณหาขนาดผลึกของ NiO

ตัวอย่างการคำนวณ

จากสมการของ Scherrer

$$d = \frac{K\lambda}{\beta_{1/2} \cos \theta_B}$$

K คือ ค่าคงที่ Scherrer

λ คือ ความยาวคลื่นของ x-ray

β คือ ความกว้างของพีคที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูงพีค (Full width half maximum, FWHM)

d คือ ขนาดผลึกที่ต้องการหา

ตาราง ข.4 การคำนวณผ่านทางโปรแกรมของชุดข้อมูลของ NiO/ γ -Al₂O₃ (CP)

No.	B obs. [2 θ]	B Size [2 θ]	B Strain [2 θ]	Peak pos. [2 θ]	Cryst.size [Å]	Latt.strain [%]
1	3.149	3.149	3.149	35.964	29	4.233

ตาราง ข.5 การคำนวณผ่านทางโปรแกรมของชุดข้อมูลของ NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)

No.	B obs. [2 θ]	B Size [2 θ]	B Strain [2 θ]	Peak pos. [2 θ]	Cryst.size [Å]	Latt.strain [%]
1	0.945	0.945	0.945	37.537	96	1.213

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. การคำนวณหาการกระจายตัวของ NiO

ตัวอย่างการคำนวณ

NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) จากสมการ

$$D = \frac{96}{d}$$

$$= \frac{96}{0.29}$$

$$= 331$$

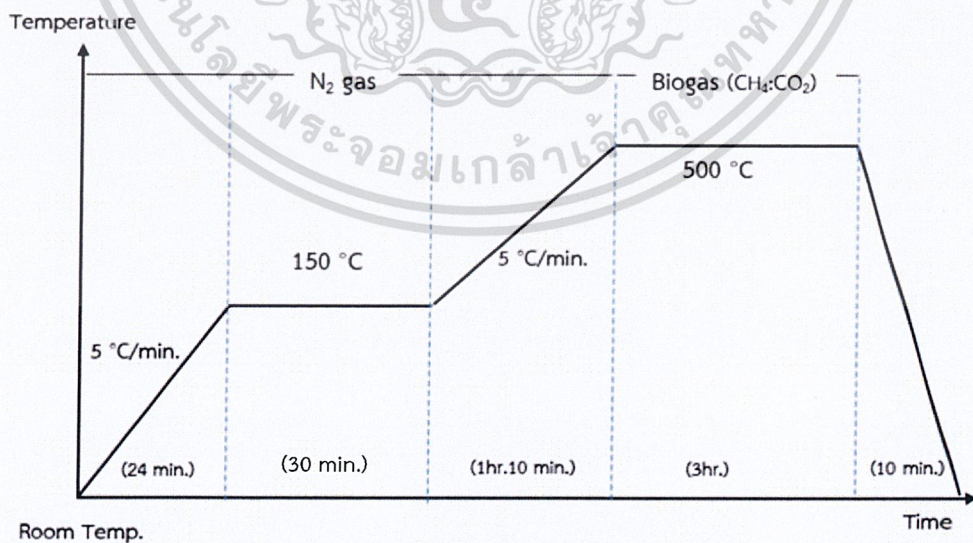
NiO/ γ -Al₂O₃ (IMI) จากสมการ

$$D = \frac{96}{d}$$

$$= \frac{96}{0.96}$$

$$= 100$$

6. การคำนวณการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ 11



รูปที่ ข.1 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา γ -Al₂O₃

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6.1 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ข้อมูล N_2 150 °C

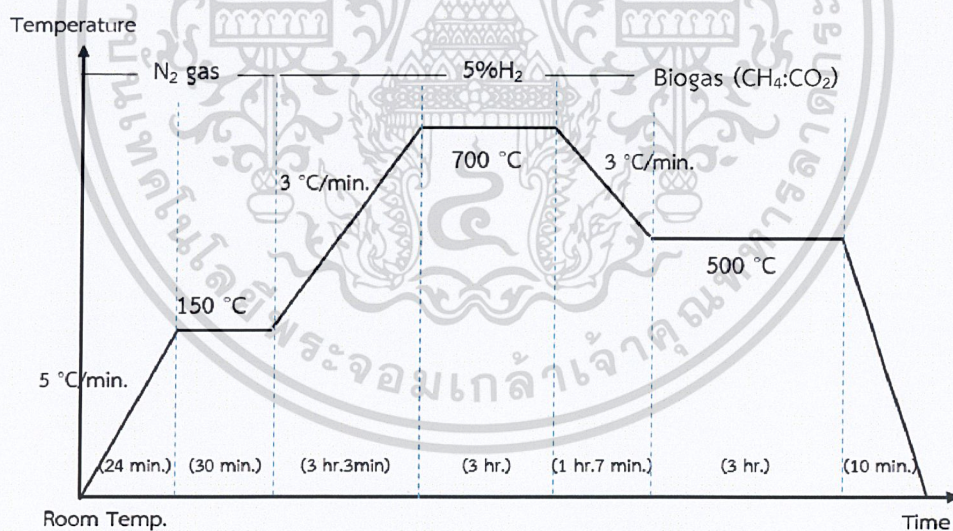
Biogas 500 °C

Room Temp 30 °C

การคำนวณ

$$\text{เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา} = \frac{\text{อุณหภูมิ(สุดท้าย)} - \text{อุณหภูมิ(เริ่มต้น)}}{\text{อัตราการเพิ่ม/ลดอุณหภูมิ}}$$

$$\begin{aligned} \text{N}_2 &= \frac{150^\circ\text{C} - 30^\circ\text{C}}{5^\circ\text{C}} \\ &= 24 \text{ min.} \\ \text{Biogas} &= \frac{500^\circ\text{C} - 150^\circ\text{C}}{5^\circ\text{C}} \\ &= 70 \text{ min.} = 1 \text{ hr. } 10 \text{ min.} \end{aligned}$$

รูปที่ ข.2 การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6.2 การสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ข้อมูล N₂ 150 °CH₂ 700 °C

Biogas 500 °C

Room Temp 30°C

การคำนวณ

$$\text{เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา} = \frac{\text{อุณหภูมิ(สุดท้าย)-อุณหภูมิ(เริ่มต้น)}}{\text{อัตราการเพิ่ม/ลดอุณหภูมิ}}$$



$$\begin{aligned} \text{N}_2 &= \frac{150^\circ\text{C} - 30^\circ\text{C}}{5^\circ\text{C}} \\ &= 24 \text{ min.} \\ \text{H}_2 &= \frac{700^\circ\text{C} - 150^\circ\text{C}}{3^\circ\text{C}} \\ &= 183 \text{ min.} = 3 \text{ hr. } 30 \text{ min.} \\ \text{Biogas} &= \frac{500^\circ\text{C} - 700^\circ\text{C}}{5^\circ\text{C}} \\ &= 67 \text{ min.} = 1 \text{ hr. } 7 \text{ min.} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

ข้อมูลการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์จากแก๊สชีวภาพ

สภาวะของการทำปฏิกิริยา

สัดส่วนของแก๊สชีวภาพมีเทนต่อคาร์บอนไดออกไซด์ต่ออาร์กอน ($\text{CH}_4/\text{CO}_2/\text{Ar}$) คือ 50/40/10

อัตราการไหลของแก๊สชีวภาพ 20 mL/min.

อัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5000 g.ต่อ Quartz sand 0.5000 g.

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา เท่ากับ 500 °C

ความดันที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 1 atm.

ข้อมูลจากเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี Thermal conductivity detector (TCD) และ Flame ionized detector (FID)

ตารางที่ ค.1 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

Peak name	Result	Retention time	Area
H ₂	ND	ND	ND
Ar	19.7295	2.382	473629
O ₂	3.1693	3.479	76082
N ₂	77.1012	5.961	1850902
CO	ND	ND	ND

หมายเหตุ : ND (Not detect)

ตารางที่ ค.2 การวิเคราะห์แก๊สชีวภาพด้วย GC-FID ของตัวเร่งปฏิกิริยา ($\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Catalyst	Peak name	Result	Retention time	Area
$\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{CP})$	CH ₄	99.9980	1.909	360348512
$\text{NiO}/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(\text{IWI})$	CH ₄	99.9873	2.021	51786652

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ค.3 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃(CP) ใน ชั่วโมงที่ 3

Peak name	Result	Retention time	Area
H ₂	0.6283	1.531	13926
Ar	18.6542	2.369	413451
O ₂	3.7341	3.366	82762
N ₂	52.4535	5.957	1162576
CO	24.5298	7.718	543677

ตารางที่ ค.4 ผลของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃(CP)

ชั่วโมง	แก๊สสังเคราะห์			สัดส่วนแก๊ส		
	H ₂	CO	Ar	CO/Ar	H ₂ /Ar	H ₂ /CO
1	12417	639513	411309	1.5548	0.0302	0.0194
2	13408	580739	421699	1.3771	0.0318	0.0231
3	13926	543677	413451	1.3150	0.0337	0.0256
เฉลี่ย				1.4156	0.0319	0.0227

ตารางที่ ค.5 ร้อยละการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพ (CH₄) และค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ (H₂,CO) ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP)

ชั่วโมง	%CH ₄ Conversion	% CO Selectivity	% H ₂ Selectivity
1	30.41	98.10	1.90
2	32.56	97.74	2.26
3	32.93	97.50	2.50
เฉลี่ย	31.97	97.78	2.22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ค.6 การวิเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ด้วย GC-TCD ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI) ใน ชั่วโมงที่ 3

Peak name	Result	Retention time	Area
H ₂	0.8397	1.511	21513
Ar	15.6029	2.36	399765
O ₂	20.5096	3.256	525479
N ₂	17.0187	6.138	436039
CO	46.029	7.618	1179314

ตารางที่ ค.7 ผลของการสังเคราะห์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)

ชั่วโมง	แก๊สสังเคราะห์			สัดส่วนแก๊ส		
	H ₂	CO	Ar	CO/ Ar	H ₂ /Ar	H ₂ /CO
1	29881	1508771	242008	6.2344	0.1235	0.0198
2	29849	1525235	233759	6.5248	0.1277	0.0196
3	21513	1179314	399765	2.9500	0.0538	0.0182
เฉลี่ย				5.2364	0.1017	0.0192

ตารางที่ ค.8 ร้อยละการเปลี่ยนแก๊สชีวภาพ (CH₄) และค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์ (H₂,CO) ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (IWI)

ชั่วโมง	%CH ₄ Conversion	% CO Selectivity	% H ₂ Selectivity
1	35.77	98.06	1.94
2	35.13	98.08	1.92
3	5.17	98.21	1.79
เฉลี่ย	25.36	98.12	1.88

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

การคำนวณค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของแก๊สชีวภาพ

1. ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของมีเทนและคาร์บอนไดออกไซด์

$$\%CH_4\text{Conversion} = \frac{CH_4\text{Mole (Initial Amount)} - CH_4\text{Mole (Final Amount)}}{CH_4\text{ Mole (Initial Amount)}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงแก๊สชีวภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

NiO/ γ -Al₂O₃ (CP)

คิดที่ชั่วโมงที่ 3

จากสูตร $PV = nRT$, $n = \frac{PV}{RT}$

ขาเข้า ; $P = 0.997\text{atm}$

$V_{in} = 20\text{ mL / min}$

$R = 82.06\text{ mL.atm / Kmol}$

$T = 294.1\text{ K}$

$$n_{(\text{biogas;CH}_4)} = \frac{(0.997\text{ atm})(20\text{ mL min})}{(82.06\text{ mL.atm/Kmol})(294.1\text{K})} = 0.000826 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

$n_{(\text{in})} = \text{Methane's standard peak area} \times n_{(\text{biogas;CH}_4)}$; peak area จาก GC-FID

$$= 360348512 \times 0.000826 \frac{\text{mol}}{\text{min}} = 297729.1448 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

ขาออก ; $P = 0.997\text{ atm}$

$V_{in} = 20\text{ mL / min}$

$R = 82.06\text{ mL.atm / Kmol}$

$T = 294.1\text{ K}$

$$n_{(\text{biogas;CH}_4)} = \frac{(0.997\text{ atm})(20\text{ mL min})}{(82.06\text{ mL.atm/Kmol})(294.1\text{ K})} = 0.000826 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

$n_{(\text{out})} = \text{Methane's peak area of each hours} \times n_{(\text{biogas;CH}_4)}$; peak area จาก GC-FID

$$= 241697963 \times 0.000826 \frac{\text{mol}}{\text{min}} = 199697.0306 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned}
 \%CH_4\text{Conversion} &= \frac{n(\text{in}) - n(\text{out})}{n(\text{in})} \times 100 \\
 &= \frac{297729.1448 \frac{\text{mol}}{\text{min}} - 199697.0083 \frac{\text{mol}}{\text{min}}}{297729.1448 \frac{\text{mol}}{\text{min}}} \times 100 \\
 &= 32.93 \%
 \end{aligned}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก จ

การคำนวณค่าร้อยละความจำเพาะการเกิด (Selectivity)

1. ค่าร้อยละความจำเพาะการเกิดเป็นแก๊สสังเคราะห์

$$\% \text{Syngas Selectivity} = \frac{\text{Syngas moles produced}}{\text{All products (moles)}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ ค่าร้อยละผลิตภัณฑ์แก๊สสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/ γ -Al₂O₃ (CP) ในช่วงเวลาที่ 3

คิดที่ช่วงเวลาที่ 3 ; ภายใต้สภาวะ T = 294.1 K และ P = 0.997 atm

$$\% \text{ Selectivity Syngas (CO)} = \frac{\text{Syngas (CO)}}{\text{Syngas (CO) + Syngas (H}_2\text{)}} \times 100$$

$$\% \text{ Selectivity Syngas (H}_2\text{)} = \frac{\text{Syngas (H}_2\text{)}}{\text{Syngas (CO) + Syngas (H}_2\text{)}} \times 100$$

$$\text{โดย Syngas} = n_{(\text{biogas})} \times \frac{\text{Area peak}}{\text{All area peak}}$$

$$\text{Syngas (CO)} = n_{(\text{biogas})} \times \frac{\text{Area peak (CO)}}{\text{All area peak}}$$

$$= 0.00082623 \times \frac{543677}{(543667+13926)}$$

$$= 0.0007724 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

$$\text{Syngas (H}_2\text{)} = n_{(\text{biogas})} \times \frac{\text{Area peak(H}_2\text{)}}{\text{All area peak}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อ = 0.00082623 × $\frac{13926}{(543677+13926)}$ เหมือนขนาดที่นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$= 0.0000197 \frac{\text{mol}}{\text{min}}$$

$$\% \text{ Selectivity Syngas (CO)} = \frac{\text{Syngas (CO)}}{\text{Syngas (CO) + Syngas (H}_2\text{)}} \times 100$$

$$= \frac{0.0007724}{(0.0007724 + 0.0000197)} \times 100$$

$$= 97.50 \%$$

$$\% \text{ Selectivity Syngas (H}_2\text{)} = \frac{\text{Syngas (H}_2\text{)}}{\text{Syngas (CO) + Syngas (H}_2\text{)}} \times 100$$

$$= \frac{0.0000197}{(0.0007724 + 0.0000197)} \times 100$$

$$= 2.50 \%$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้