

การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและ  
ยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต  
( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ที่ให้พลังงาน  
— ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

SYNTHESIS OF GLYCEROL CARBONATE FROM  
GLYCEROL AND UREA WITH  $\text{KMnO}_4$  SUPPORTED  
ZEOLITE CATALYST BY MICROWAVE TECHNIQUE



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ **ปีการศึกษา 2561** ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF GLYCEROL CARBONATE FROM  
GLYCEROL AND UREA WITH  $\text{KMnO}_4$  SUPPORTED  
ZEOLITE CATALYST BY MICROWAVE TECHNIQUE



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับก **ACADEMIC YEAR 2018** อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO<sub>4</sub>) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ที่ให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ  
Synthesis of Glycerol Carbonate from Glycerol and Urea with KMnO<sub>4</sub> Supported Zeolite Catalyst by Microwave Technique

ชื่อนักศึกษา

นางสาวกัญติรา ศรีพลวารี 58050525  
นางสาวสุพรรณิ บุคดาวงษ์ 58050561

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

คณะ

วิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัย

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)



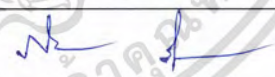
ปีการศึกษา

2561

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2561

คณะกรรมการคุมสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล ประธานกรรมการ	
ดร.พัชราภรณ์ วีระชวณะศักดิ์ กรรมการ	
ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้สิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์ มอนูญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง การทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO <sub>4</sub> ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ที่ให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ		
	Synthesis of Glycerol Carbonate from Glycerol and Urea with KMnO <sub>4</sub> Supported Zeolite Catalyst by Microwave Technique		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวภณทิรา	ศรีพลวารี	58050525
	นางสาวสุพรรณิ	บุตดาวงษ์	58050561
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)		
ปีการศึกษา	2561		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร		

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย ให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ โดยการศึกษาที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>-Zeolite 13X ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีจุ่มซุบ (Impregnation) และตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR, XRD และ basic site ของตัวเร่งด้วยเครื่องวัดกรดเบส จากการทดลองเพื่อหาค่าพลังงานไฟฟ้าที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ค่าพลังงานไฟฟ้า 100, 300 และ 450 วัตต์ พบว่าค่าพลังงานไฟฟ้า 450 วัตต์ ให้อุณหภูมิในช่วง 140-160 องศาเซลเซียส ซึ่งเหมาะแก่การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนต เมื่อศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตแบบไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอล/ยูเรีย เท่ากับ 1:0.5, 1:1 และ 1:2 ตามลำดับ และค่าพลังงานไฟฟ้า 450 วัตต์ พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอล/ยูเรีย เท่ากับ 1:1 เวลา 60 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นสภาวะที่ให้ผลการทดลองที่ดีที่สุด เมื่อศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>-Zeolite 13X พบว่าอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอล/ยูเรีย 1:1 เวลา 40 นาที และใช้ตัวเร่งจำนวน 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ค่าพลังงานไฟฟ้า 450 วัตต์ ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลสูงถึง 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนตสูงถึง 75.38 เปอร์เซ็นต์ และจากการศึกษาเราพบว่าเมื่อใช้เครื่องไมโครเวฟในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนต โดยมี KMnO<sub>4</sub>-Zeolite 13X เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้นและให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนตที่มีค่าสูง

**คำสำคัญ :** กลีเซอรอล ยูเรีย กลีเซอรอลคาร์บอเนต ซีโอไลต์ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการขงในเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิฉะนั้นผู้ใดเห็นแบบใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis of Glycerol Carbonate from Glycerol and Urea with $\text{KMnO}_4$ supported Zeolite Catalyst by Microwave Technique
Students	Miss. Pantira Seeponwaree Student ID 58050525 Miss. Supanee Buddawong Student ID 58050561
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2018
Advisor	Asst. Prof. Peasek Rungrojchaiporn (Ph.D.)

### Abstract

This research studies on carbonylation of glycerol and urea using  $\text{KMnO}_4$  supported zeolite 13X under microwave irradiation. The catalysts were prepared by Impregnation method and characterized by FTIR, XRD and basic site of the catalyst by pH-meter. The carbonylation of glycerol and urea were quantify to determine the optimal power of the microwave oven, by set up the power at 100 watts, 300 watts and 450 watts. At 450 watts of microwave oven power, it is given the temperature ranges from 140-160 °C which is the most suitable for the synthesis of glycerol carbonate. For the synthesis of glycerol carbonate were studied without catalyst by using various molar ratio of glycerol/urea equal to 1: 0.5, 1: 1 and 1: 2, respectively, and the microwave oven power was applied at 450 watts. At the glycerol/urea molar ratio of 1: 1 at 60 minutes, the conversion of glycerol was 98.72 percent and the selectivity product of glycerol carbonate was 37.43 percent, which is the condition that given the best results. Furthermore, the synthesis of glycerol carbonate was studied by using  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X as catalysts. From the results, at the molar ratio of glycerol to urea 1: 1 at 40 minutes with catalysts amount of 2 percent by weight of glycerol and using 450 watts provided the conversion of glycerol up to 97.92 percent and the selectivity of glycerol carbonate up to 75.38 percent. From this research, we found that by using microwave oven as heat source and  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X as catalyst enhanced the reaction rate and also give highly glycerol conversion and glycerol carbonate selectivity.

**Keyword :** Glycerol, Urea, Glycerol carbonate, Zeolite, potassium permanganate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องมาจากความกรุณาและความร่วมมือของบุคคลหลายๆ ฝ่าย

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ผู้เป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษนี้ที่คอยให้คำแนะนำ คำปรึกษา เอื้อเพื่อเอกสารต่างๆ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในการตรวจสอบ และแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ได้เป็นอย่างดีมาตลอด

ขอขอบคุณ ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล และ ดร.พัชราภรณ์ วีระชนะศักดิ์ ผู้เป็นคณะกรรมการให้กับโครงการพิเศษนี้ที่กรุณาให้คำปรึกษาและคำแนะนำ ตลอดจนให้ความช่วยเหลือในการตรวจสอบและแก้ไขเพิ่มเติม เพื่อให้โครงการพิเศษฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณท่านคณาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชา พร้อมทั้งให้คำแนะนำต่างๆ และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่อำนวยความสะดวก คอยช่วยเหลือในเรื่องต่างๆ ตลอดระยะเวลาในการทำโครงการพิเศษนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณบิดา-มารดา ที่ให้ได้รับการศึกษา ตลอดจนคอยเลี้ยงดู และอบรมสั่งสอน เป็นกำลังใจสำคัญ รวมทั้งเป็นแรงผลักดันในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี และขอบคุณเพื่อนๆ รวมถึงบุคคลอื่นๆ ที่ไม่ได้กล่าวมาที่คอยช่วยเหลือต่างๆ คณะผู้จัดทำโครงการพิเศษขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

ภัณทิรา ศรีพลวารี  
สุพรรณณี บุคดาวงษ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>6</b>
2.1 ก्लीเซอรอล.....	6
2.1.1 สมบัติของกลีเซอรอล.....	6
2.1.2 กระบวนการสังเคราะห์กลีเซอรอล.....	7
2.1.3 ประโยชน์ของกลีเซอรอล.....	8
2.2 ยูเรีย.....	8
2.2.1 คุณสมบัติของยูเรีย.....	8
2.2.2 กระบวนการผลิตยูเรีย.....	9
2.2.3 ประโยชน์ของยูเรีย.....	9
2.3 ก्लीเซอรอลคาร์บอนเนต.....	10
2.3.1 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต.....	10
2.3.2 ประโยชน์ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต.....	10
2.3.3 เส้นทางการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนต.....	11
2.4 ซีโอไลต์ (Zeolite).....	19
2.4.1 โครงสร้างและองค์ประกอบของซีโอไลต์ (Zeolite Composition).....	20
2.4.2 ประโยชน์ของซีโอไลต์.....	20
2.4.3 ชนิดของซีโอไลต์.....	21
2.5 โมเลกุลาร์ ซีฟ (Molecular Sieve).....	21
2.5.1 โมเลกุลาร์ซีฟ 13X (Molecular Sieve 13X).....	22
2.6 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium Permanganate).....	23
2.6.1 สมบัติของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต.....	24
2.6.2 ประโยชน์ของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต.....	24
2.7 การจุ่มซบ (Impregnation).....	25

เอกสารนี้เป็นเอกสารทศงานไว้สำหรับบริการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.8 คลื่นไมโครเวฟ (Microwave Radiation) .....	25
2.8.1 สมบัติของคลื่นไมโครเวฟ.....	26
2.8.2 หลักการให้ความร้อนของเครื่องไมโครเวฟ .....	26
2.8.3 ประโยชน์ของคลื่นไมโครเวฟ .....	27
2.8.4 คลื่นไมโครเวฟกับผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์ .....	27
2.9 ความแตกต่างในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตรระหว่างการทำ ปฏิกิริยาแบบธรรมดาและแบบใช้ไมโครเวฟ .....	28
2.10 เครื่องวัดอุณหภูมิอินฟราเรด (Infrared Thermometer).....	29
2.10.1 หลักการทำงาน .....	29
2.11 เครื่องวัดค่า pH (pH meter).....	30
2.12 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR).....	30
2.13 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD).....	31
2.13.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากวัสดุตัวอย่าง .....	32
2.14 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography).....	33
2.14.1 องค์ประกอบของเครื่อง Gas Chromatography .....	34
2.14.2 เทคนิค Gas Chromatography – Mass Spectrometry .....	35
2.14.2.1 การทำงานของเครื่อง GC-MS .....	36
2.14.2.2 ข้อดีของเครื่อง GC-MS .....	36
2.14.2.3 ข้อเสียของเครื่อง GC-MS.....	36
2.14.3 เทคนิค Gas Chromatography – Flame Ionization Detector หรือ GC-FID.....	37
2.15 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (Literature Review) .....	37
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....</b>	<b>44</b>
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง .....	44
3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ทดลอง .....	44
3.1.2 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ผลการทดลอง .....	44
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	44
3.3 วิธีการทดลอง.....	45
3.3.1 ส่วนที่ 1 ศึกษาพลังงานไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสม สำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย .....	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.2 ส่วนที่ 2 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยา คาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่ง ปฏิกิริยาเพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	47
3.3.3 ส่วนที่ 3 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยา คาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะจากการทดลองใน ส่วนที่ 2. ที่ดีที่สุด ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO <sub>4</sub> ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X (KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X) ในปริมาณที่ต่างกัน เพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของ กลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	49
3.3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X ปริมาณ 50 กรัม โดยโหลด KMnO <sub>4</sub> 5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักต่อปริมาตร .....	49
3.3.3.2 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO <sub>4</sub> - Zeolite 13X และ Zeolite 13X ในสภาวะที่แตกต่างกัน .....	50
3.4 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลอง .....	52
3.4.1 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลองของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา .....	52
3.4.2 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลองของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	52
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล .....</b>	<b>54</b>
4.1 ผลกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยา คาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย .....	55
4.2 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของ กลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา .....	56
4.2.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยา คาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่อง ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) .....	56
4.2.2 การวิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตด้วยเครื่อง แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID) .....	59

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.3 การวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของ กาลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี- แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph- Mass Spectrometer, GC-MS).....	62
4.3 ผลของการสังเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของ กาลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO <sub>4</sub> ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X (KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X).....	63
4.3.1 ผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์หลักฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ ทำการสังเคราะห์.....	63
4.3.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยา คาร์บอนิลเลชันของ กาลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ เครื่องฟูเรียร์- ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR).....	66
4.3.3 การวิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกาลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนต ด้วย เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID).....	68
4.3.4 การวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของ กาลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี- แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph- Mass Spectrometer, GC-MS).....	73
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b> .....	<b>74</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	74
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	74
เอกสารอ้างอิง.....	75
ภาคผนวก.....	81
ภาคผนวก ก.....	82
ภาคผนวก ข.....	83
ภาคผนวก ค.....	84
ภาคผนวก ง.....	91

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอล.....	7
2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของยูเรีย.....	9
2.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต.....	10
2.4 ประโยชน์ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต.....	11
2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต โดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน.....	13
2.6 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยสารตั้งต้น ที่แตกต่างกันด้วยคลื่นรังสีไมโครเวฟ.....	18
2.7 ชนิดของโมเลกุลลาร์ ซีฟ และการดูดซับสารเคมี.....	22
2.8 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต.....	24
3.1 อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อยูเรียสำหรับการทดลองส่วนที่ 2.....	47
3.2 สภาวะสำหรับการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	48
3.3 อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อยูเรียและปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยา สำหรับการทดลองส่วนที่ 3.....	50
4.1 ตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะกลีเซอรอล, กลีเซอรอลคาร์บอนเนต และยูเรีย.....	57
4.2 ตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	65
4.3 ความเป็นกรดเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาและ Basic site ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	65

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

รูปที่	หน้า
1.1 กราฟปริมาณการผลิตไบโอดีเซลและกลีเซอรอลของโลก .....	1
1.2 แนวโน้มราคาของกลีเซอรอลในอเมริกาและยุโรป ในปี 1995-2010.....	2
1.3 ปฏิกริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลกับยูเรียโดย ให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ .....	3
2.1 กลีเซอรอล.....	6
2.2 โครงสร้างของกลีเซอรอล.....	6
2.3 โครงสร้างโมเลกุลของยูเรีย.....	8
2.4 โครงสร้างกลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	10
2.5 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์.....	11
2.6 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนมอนอกไซด์และออกซิเจน .....	11
2.7 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับฟอสจีน .....	11
2.8 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับเอทิลีนคาร์บอนเนต.....	12
2.9 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับโพพิลีนคาร์บอนเนต.....	12
2.10 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอนเนต.....	12
2.11 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับไดเอทิลคาร์บอนเนต.....	12
2.12 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย .....	13
2.13 กลไกการเกิดปฏิกริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลกับยูเรีย.....	19
2.14 โครงสร้างของซีโอไลต์ .....	20
2.15 โมเลกุลลาร์ ซีฟ 13X (Molecular Sieve 13X).....	23
2.16 โครงสร้างของโมเลกุลลาร์ ซีฟ 13X.....	23
2.17 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate).....	24
2.18 คลื่นรังสีชนิดต่างๆ.....	25
2.19 ลักษณะทั้งภายในและภายนอกของหลอดแมกนีตรอน (Cavity magnetron).....	26
2.20 การกระจายตัวของคลื่นไมโครเวฟ .....	27
2.21 เปรียบเทียบระหว่างวิธีการให้ความร้อนแบบธรรมดา (a) (Conventional heating) (b) การให้ความร้อนแบบไมโครเวฟ (Microwave heating).....	28
2.22 เทอร์โมมิเตอร์ชนิดอินฟราเรด.....	29
2.23 ระบบการวัดอุณหภูมิโดยอาศัยการแผ่รังสีอินฟราเรดของวัตถุ .....	29
2.24 เครื่องวัดค่า pH (pH Meter).....	30
2.25 ย่านความถี่ของคลื่นอินฟราเรด.....	31
2.26 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบ (ก) อนุภาคเดี่ยว และ (ข) โครงสร้างผลึก .....	32
2.27 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนระนาบของผลึกที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์.....	33
2.28 องค์ประกอบของเครื่อง Gas Chromatography.....	34
2.29 แผนภาพของเครื่อง GC-MS.....	35
2.30 เครื่อง GC ที่ต่อกับ MS.....	36

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.31 องค์ประกอบของ Flame ionization detector (FID).....	37
2.32 สารประกอบที่ไม่ไวต่อดีเทคเตอร์ชนิด Flame ionization detector (FID).....	37
3.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต .....	45
3.2 เครื่องวัดค่า pH.....	52
4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาที่กำลังไฟฟ้า 100,300 และ 450 วัตต์ .....	55
4.2 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอล, กลีเซอรอลคาร์บอนเนตและยูเรียด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	56
4.3 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR .....	58
4.4 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	58
4.5 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:2 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	59
4.6 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของ กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียแตกต่างกัน .....	60
4.7 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของ กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน .....	61
4.8 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 60 นาที โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค GC-MS.....	62
4.9 ผลการวิเคราะห์สารมาตรฐานกลีเซอรอลคาร์บอนเนตด้วยเทคนิค GC-MS .....	62
4.10 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์.....	63
4.11 ผลการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต เทคนิค ATR-FTIR.....	64
4.12 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X และปริมาณตัวเร่งที่ไหลตเข้าทำ ปฏิกิริยา 2 เฟอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	66
4.13 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลตเข้าทำ ปฏิกิริยา 2 และ 5 เฟอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เวลา 40 นาที ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	67
4.14 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO <sub>4</sub> -Zeolite 13X และ Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ ไหลตเข้าทำปฏิกิริยา 2 เฟอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เวลา 40 นาที ด้วยเทคนิค ATR-FTIR.....	68

## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.15 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำ ปฏิกิริยา 2 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน ...	69
4.16 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ที่เวลา 40 นาที ปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำ ปฏิกิริยาแตกต่างกัน.....	70
4.17 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแตกต่างกัน ในปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เป็นเวลา 40 นาที.....	71
4.18 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน ของกลีเซอรอลกับยูเรีย.....	72
4.19 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนेटที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 40 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่ง ที่ไหลดเข้าปฏิกิริยา 2 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ด้วยเทคนิค GC-MS .....	73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

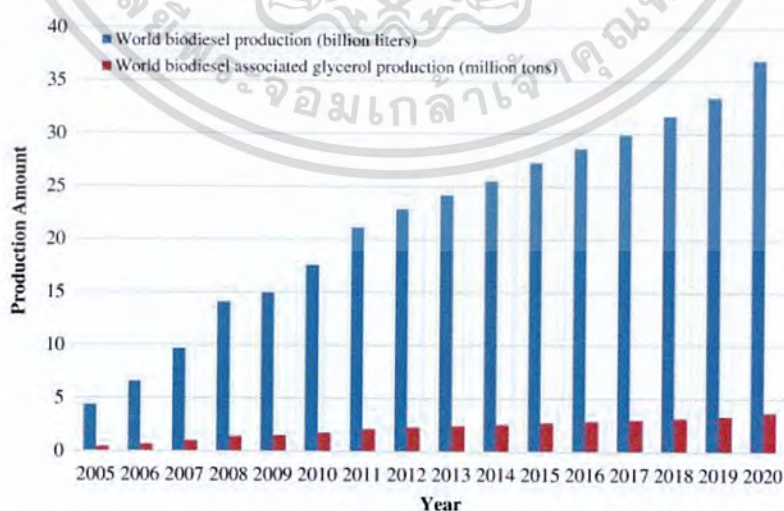
# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

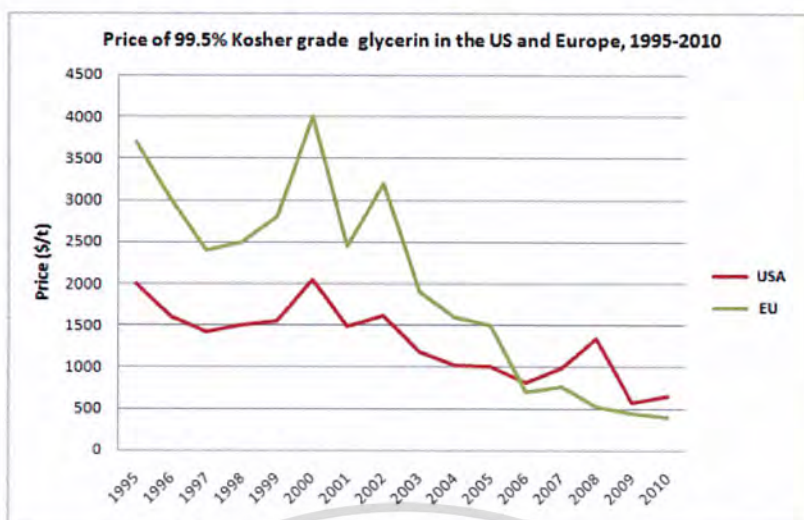
ปัจจุบันโลกกำลังประสบปัญหาวิกฤตด้านพลังงานเนื่องจากการใช้เชื้อเพลิงฟอสซิล (เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์) อย่างสิ้นเปลืองส่งผลให้เชื้อเพลิงฟอสซิลมีปริมาณลดลง แนวน้ำมันราคาสูงขึ้นและยังก่อให้เกิดการปล่อยแก๊สเรือนกระจกสู่สิ่งแวดล้อม จึงเป็นเหตุให้นักวิทยาศาสตร์หันมาสนใจศึกษาแหล่งเชื้อเพลิงทางเลือกเพิ่มขึ้นเพื่อแก้ปัญหาที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งไบโอดีเซล (Biodiesel) ถือว่าเป็นหนึ่งในแหล่งเชื้อเพลิงทางเลือกที่ดี เพราะมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะอาด สามารถใช้ได้โดยตรงในเครื่องยนต์ดีเซลและลดการปล่อยแก๊สเรือนกระจก [1,2]

กระบวนการผลิตไบโอดีเซล คือ การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (Transesterification) ของน้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์และดักลิเซอรอล (Glycerol) เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ มีประมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของผลผลิตไบโอดีเซล ซึ่งอุตสาหกรรมไบโอดีเซลเป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมที่มีการเติบโตอย่างรวดเร็วและคาดการณ์ว่าภายในปี 2020 จะสามารถผลิตไบโอดีเซลสูงถึง 36 ล้านตัน ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์กลีเซอรอลในปี 2020 เพิ่มขึ้นถึง 3 ล้านตัน [3] แสดงดังรูปที่ 1.1 โดยปริมาณกลีเซอรอลที่เพิ่มขึ้นนี้ทำให้เกิดปัญหาในเรื่องการจัดการกลีเซอรอล เนื่องจากกลีเซอรอลยังไม่มีเม็ดเงินนำไปใช้ประโยชน์มากนัก ส่งผลให้แนวโน้มราคาของกลีเซอรอลมีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่อง [4] แสดงดังรูปที่ 1.2 ด้วยเหตุนี้จึงได้มีการคิดค้น วิจัยและพัฒนากลีเซอรอลให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าเพิ่มขึ้นเพื่อพัฒนาเศรษฐกิจของอุตสาหกรรมไบโอดีเซลให้ยั่งยืนและลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมรวมไปถึงการกำจัดกลีเซอรอลที่มีปริมาณการสะสมเพิ่มขึ้น



รูปที่ 1.1 กราฟปริมาณการผลิตไบโอดีเซลและกลีเซอรอลของโลก [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1.2 แนวโน้มราคาของกลีเซอรอลในอเมริกาและยุโรป ในปี 1995-2010 [4]

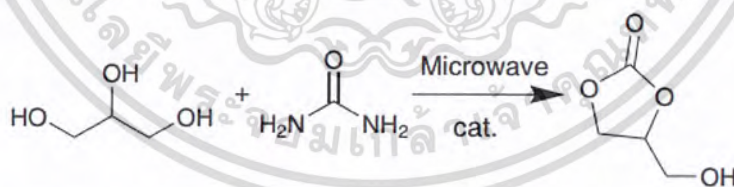
ในการเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์กลีเซอรอล คือ การนำกลีเซอรอลมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารเคมีชนิดอื่น ๆ ที่มีมูลค่าสูงกว่า เช่น แอโครลีน (Acrolein), โพรไพลีน ไกลคอล (Propylene Glycol), 1,3-โพรเพนไดออล (1,3-Propanediol), กรดกลีเซอริก (Glyceric Acid), กลีเซอรอลคาร์บอเนต (Glycerol Carbonate), Solketal และ อีเทอร์ (Ether) เป็นต้น [5] โดยเฉพาะอย่างยิ่ง กลีเซอรอลคาร์บอเนตเป็นหนึ่งในผลิตภัณฑ์มูลค่าเพิ่มที่มีศักยภาพในการใช้งานสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลายไม่ว่าจะเป็นตัวทำละลาย (Solvent), เป็นสารที่ทำให้คงรูป (Curing agent) ในการผลิตซีเมนต์, พลาสติก, สารเพิ่มความชุ่มชื้น (humectants) และน้ำยาล้างเล็บเจลในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง ใช้เป็นเยื่อของเหลว (liquid membrane) ในการแยกก๊าซและผลิตเป็นแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน [6]

การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตสามารถผลิตได้หลากหลายวิธี โดยใช้สารตั้งต้นเป็นกลีเซอรอลและแหล่งคาร์บอเนตที่แตกต่างกัน (carbonate source) เช่น ฟอสจีน (phosgene), คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO), คาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>), ยูเรียและแอลคิล คาร์บอเนต (alkyl carbonates) โดยแต่ละวิธีก็จะมีข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกัน ดังนี้ 1. การทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับฟอสจีนหรือคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นวิธีการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตแบบดั้งเดิม แต่ไม่นิยมสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้เนื่องจากมีความเป็นพิษของสารตั้งต้นสูงและไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม [6,7,8] 2. การทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเลชันระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์เป็นวิธีที่ในปัจจุบันทางอุตสาหกรรมไม่นำมาสังเคราะห์เนื่องจากให้ผลผลิตต่ำ ใช้อุณหภูมิและความดันสูง [6,9] 3. การทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันกลีเซอรอลกับแอลคิล คาร์บอเนต (alkyl carbonates) เช่น เอทิลีนคาร์บอเนต (ethylene carbonate) เป็นวิธีที่น่าสนใจเนื่องจากได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนตและเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) แต่มีข้อเสียคือแยกกลีเซอรอลคาร์บอเนตออกจากเอทิลีนไกลคอลได้ยากและไดเมทิลคาร์บอเนต (dimethyl carbonate; DMC) เป็นวิธีที่ให้ผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตสูง เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมแต่ราคาของ

สารตั้งต้นค่อนข้างสูง [6] 4. การทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียเป็นวิธีที่ให้ผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงและราคาของสารตั้งต้นต่ำ หาได้ง่ายและได้แอมโมเนียเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ซึ่งสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ในการสังเคราะห์เป็นยูเรียแต่ข้อเสียคือ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงและใช้เวลานาน [7]

สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลและยูเรียโดยทั่วไปแล้วตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สามารถใช้ได้ทั้งกรดและเบสหรือตัวเร่งที่มีคุณสมบัติทั้งกรดและเบส (bi-function) เช่น  $\text{La}_2\text{O}_3$ , Sn-W mixed metal oxides, zirconium phosphate, Zn/MCM-41 และ Zn-exchanged zeolites เป็นต้น [7,10] โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้จะช่วยทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เพิ่มมากขึ้นและเร่งให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น จากที่กล่าวไว้ข้างต้นว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลและยูเรียจะใช้เวลาการทำปฏิกิริยาค่อนข้างนานและนอกจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่จะช่วยเร่งให้เกิดได้เร็วขึ้นแล้วอีกหนึ่งปัจจัย คือ ความร้อน โดยงานวิจัยของ H.R. Prakruthi กล่าวว่า การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่ให้ความร้อนแบบไมโครเวฟจะดำเนินปฏิกิริยาได้เร็วกว่าแบบธรรมดา เนื่องจากการให้ความร้อนแบบไมโครเวฟจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างวัสดุและไมโครเวฟเท่านั้น ทำให้ได้รับความร้อนต่อเนื่องและสม่ำเสมอแตกต่างจากการให้ความร้อนแบบธรรมดาที่ต้องอาศัยการใช้ลมร้อน ใช้น้ำ หรือเปลวไฟ ที่ทำให้ความร้อนแพร่กระจายจากผิววัสดุไปสู่แกนกลางวัสดุโดยอากาศรอบๆ ของวัสดุก็จะมีอุณหภูมิสูงขึ้นด้วย ซึ่งการให้ความร้อนแบบนี้จะให้ความร้อนได้ค่อนข้างช้าและได้รับความร้อนไม่สม่ำเสมอ [11,12]

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลและยูเรีย (Urea) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ซึ่งเตรียมจากวิธีการจุ่มซุบ (Impregnation) โดยให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ (Microwave irradiation)



รูปที่ 1.3 ปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลกับยูเรียโดยให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษากำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย
2. ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต
3. ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะจากการทดลองในข้อที่ 2. ที่ดีที่สุด ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X) ในปริมาณที่ต่างกัน เพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการจุ่มซุบจากสารตั้งต้นโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X
2. ศึกษา กำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 100, 300 และ 450 วัตต์ โดยใช้เครื่องวัดอุณหภูมิอินฟราเรด (Infrared Thermometer) เป็นอุปกรณ์ในการวัด
3. ศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5, 1:1 และ 1:2 เลือกอัตราส่วนที่มีประสิทธิภาพและให้ผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมากที่สุด ไปใช้เป็นอัตราส่วนโดยโมลสำหรับทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X
4. ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาที่ได้จากการศึกษา กำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา เลือกเวลาที่มีประสิทธิภาพและให้ผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอนเนตมากที่สุด เป็นแนวทางในการหาเวลาที่เหมาะสมสำหรับทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X
6. ศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 2 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เพื่อให้ทราบปริมาณที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา
7. วิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และ Zeolite 13X
  - 7.1 วิเคราะห์โครงสร้างเพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตโหลดลงในซีโอไลต์ 13X ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)
  - 7.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน เพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตโหลดลงในซีโอไลต์ 13X เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

7.3 วิเคราะห์ตำแหน่งเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH-meter)

8. วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลขชั้นของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆด้วย เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

9. วิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนของกลีเซอรอล (Conversion) และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID)

10. วิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตัวอย่างเทียบกับสารมาตรฐาน ด้วยเครื่องด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatography - Mass Spectrometer, GC-MS)

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลขชั้นของกลีเซอรอลและยูเรียโดยใช้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟอย่างมีประสิทธิภาพ

2. สามารถสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตเพื่อเพิ่มมูลค่าของกลีเซอรอลเพื่อพัฒนาเศรษฐกิจของอุตสาหกรรมไบโอดีเซลให้ยั่งยืนและลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมรวมถึงการกำจัดกลีเซอรอลที่มีปริมาณการสะสมเพิ่มขึ้น

3. สามารถสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการจุ่มซบได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

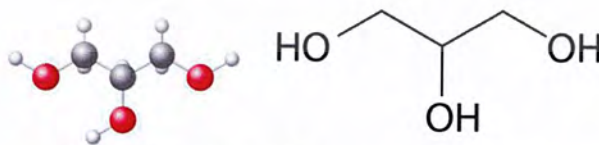
### 2.1 กlycerol

glycerol (Glycerol) หรือ glycerin (Glycerin) เป็นของเหลวใสหนืด ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีพิษ มีรสหวานเล็กน้อย เป็นสารประกอบอินทรีย์ในกลุ่มของโพลีไฮดรอกซีแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง แสดงดังรูปที่ 2.1 มักถูกใช้เป็นสารตั้งต้นสำคัญในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น การผลิตสบู่และเครื่องสำอาง เป็นต้น ซึ่งถูกค้นพบครั้งแรก ในปี ค.ศ. 1779 โดยนักเคมีชาวสวีเดนชื่อ Carl W. Scheele โดย glycerin หรือ glycerol มาจากคำว่า glykys แปลว่า “หวาน” [14]



รูปที่ 2.1 กlycerol [14]

glycerol กับ glycerin มีความแตกต่างกันที่ความบริสุทธิ์ของสารและการปนเปื้อนสิ่งต่างๆ เช่น น้ำ สี เป็นต้น โดย glycerin จะมีความบริสุทธิ์น้อยกว่า และปนเปื้อนมากกว่า glycerol ส่วน glycerol ดิบส่วนใหญ่จะมีความบริสุทธิ์ประมาณ 70-80 เปอร์เซ็นต์ และ glycerol ที่ความบริสุทธิ์มากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์จะถูกใช้เป็นผลิตภัณฑ์ในเชิงพาณิชย์ และนอกจากนั้น glycerin และ glycerol ยังสามารถเรียกชื่ออื่นๆ ได้แก่ 1,2,3-propanetriol propane-1,2,3-triol, glycol alcohol 1,2,3-trihydroxypropane และ glyceritol [14] โดยมีสูตรโมเลกุลเคมีคือ  $C_3H_8O_3$  และโครงสร้างของ glycerol แสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของ glycerol [15]

#### 2.1.1 สมบัติของ glycerol

จากตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของ glycerol สูตรโมเลกุลเคมีคือ  $C_3H_8O_3$  เป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีจุดหลอมเหลวที่  $17.9\text{ }^{\circ}\text{C}$  และจุดเดือดที่  $290\text{ }^{\circ}\text{C}$  สามารถละลายได้ในน้ำและแอลกอฮอล์ได้ดีมากแต่ไม่ละลายในอีเทอร์

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอล [16]

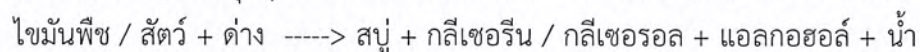
สมบัติทางกายภาพและทางเคมี	ข้อมูล
สูตรโมเลกุลเคมี	$C_3H_8O_3$
น้ำหนักโมเลกุล	92.09 g/mol
สถานะและสี	ของเหลว ไม่มีสี
ความถ่วงจำเพาะ	1.2605
ค่าดัชนีหักเหแสง	1.4746
จุดหลอมเหลว	17.9 °C
จุดเดือด	290 °C
สมบัติการละลายใน 100 ส่วน	
น้ำ	ละลายดีมาก
แอลกอฮอล์	ละลายดีมาก
อีเทอร์	ไม่ละลาย
ความร้อนของการหลอมเหลวที่ 18.07 °C	47.49 Cal/g
ความหนืดของกลีเซอรอลเหลวที่	
ความบริสุทธิ์ที่ 100%	10 cP
ความบริสุทธิ์ที่ 50%	25 cP
การแพร่กระจายใน	
i-Amyl Alcohol	$0.12 \times 10^5$ cm <sup>2</sup> /sec
เอทานอล	$0.56 \times 10^5$ cm <sup>2</sup> /sec
น้ำ	$0.94 \times 10^5$ cm <sup>2</sup> /sec

### 2.1.2 กระบวนการสังเคราะห์กลีเซอรอล [14]

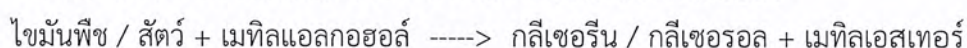
1. กระบวนการไฮโดรไลซิสของน้ำมันจากพืชและไขมันจากสัตว์โดยมีกรดหรือเบสเจือจางเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดเป็นกลีเซอรอลกับกรดไขมัน



2. กระบวนการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลด้วยสะปอนนิฟิเคชัน ได้สบู่ แอลกอฮอล์ และน้ำผสมรวมอยู่ซึ่งการผลิตไบโอดีเซลทุกๆ 9 กิโลกรัม จะเกิดกลีเซอรอล ประมาณ 1 กิโลกรัมเสมอ



3. กระบวนการทรานส์เอสเทอร์ริฟิเคชันได้เมทิลเอสเทอร์กับกลีเซอริน



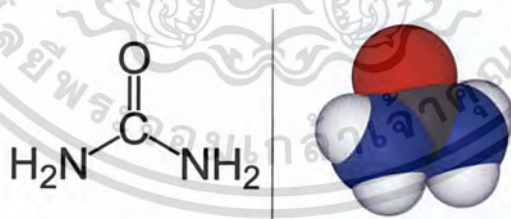
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.3 ประโยชน์ของกลีเซอรอล [17]

1. เป็นตัวทำละลายในอุตสาหกรรมต่างๆ เนื่องจากสามารถละลายได้ดีในน้ำ และ แอลกอฮอล์
2. เป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารประกอบโพลีออล (polyol) สำหรับผลิตโฟม
3. กลีเซอรินหรือกลีเซอรอล ที่มีความเข้มข้นมากกว่า 55 เปอร์เซ็นต์จะมีรสหวานสามารถใช้เป็นสารทดแทนน้ำตาล
4. กลีเซอรินหรือกลีเซอรอล ที่เป็นสารจำพวก Hydroscopic มีคุณสมบัติดูดซับความชื้นในบรรยากาศได้ดี นิยมนำมาใช้เป็นส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการความนุ่ม ความยืดหยุ่น และเป็นครีม เช่น อุตสาหกรรมพลาสติกเพื่อให้มีความอ่อนตัว และยืดหยุ่นได้ดี
5. เป็นส่วนผสมของผลิตภัณฑ์เพื่อทำหน้าที่เป็น Thickening agent หรือ bodying agent เพราะสามารถให้ความหนืดได้ดี
6. เป็นส่วนผสมสำหรับผลิตภัณฑ์เพื่อรักษาความชุ่มชื้น เช่น น้ำยาบ้วนปาก ยาสีฟัน สบู่
7. เป็นส่วนผสมของผลิตภัณฑ์ยา อาหาร และเครื่องสำอาง
8. ใช้ฉีดพ่นหรือเคลือบผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรเพื่อรักษาความสด ป้องกันการระเหยของน้ำ เช่น ใช้พ่นใบยาสูบ
9. เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางใช้เป็นสารอิมัลชันในผลิตภัณฑ์ครีม และเป็นสารที่รักษาความชุ่มชื้นทั้งในส่วนผสมของผลิตภัณฑ์ และผิวหนัง

## 2.2 ยูเรีย (Urea)

ยูเรียหรือรู้จักในนามของ Carbamide เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ฟังก์ชัน amide (-NH<sub>2</sub>) และ carbonyl (C=O) มีสูตรโมเลกุลเคมี CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O และมีโครงสร้าง แสดงดังรูป 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของยูเรีย [18]

ยูเรียมีบทบาทในเรื่องการเผาผลาญสารประกอบที่มีไนโตรเจนจากสัตว์ ซึ่งส่วนมากสารประกอบไนโตรเจนจะพบในรูปของปัสสาวะที่อยู่ในสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม

### 2.2.1 คุณสมบัติของยูเรีย

จากตารางที่ 2.2 แสดงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของยูเรีย มีสูตรโมเลกุลเคมี CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O เป็นของแข็งสีขาว มีจุดหลอมเหลวในช่วงอุณหภูมิ 133-135 °C สามารถละลายในน้ำ, กลีเซอรอล, เอทานอลและอะซิโตนได้ มีฤทธิ์เป็นเบส

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของยูเรีย [18]

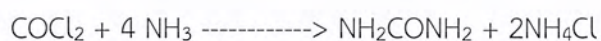
คุณสมบัติของยูเรีย	ข้อมูล
สูตรโมเลกุลเคมี	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O
น้ำหนักโมเลกุล	60.06 g/mol
สถานะและสี	ของแข็ง สีขาว
ความหนาแน่น	1.32 g/cm <sup>3</sup>
จุดหลอมเหลว	133-135 °C
ความเป็นเบส	13.9
การละลายน้ำในอุณหภูมิ	
20 °C	1079 g/L
40 °C	1670 g/L
60 °C	2510 g/L
80 °C	4000 g/L
การละลายในสารชนิดต่างๆ	
Glycerol	500 g/L
Ethanol	50 g/L
Acetonitrile	4 g/L

### 2.2.2 กระบวนการผลิตยูเรีย [18]

1. นำแอมโมเนีย (NH<sub>3</sub>) ทำปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>) เกิดเป็น แอมโมเนีย คาร์บาเมต (Ammonium carbamate, CH<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) หลังจากนั้น แอมโมเนีย คาร์บาเมต เกิดการสลายตัวได้เป็นยูเรียกับน้ำ



2. นำแอมโมเนีย (NH<sub>3</sub>) ทำปฏิกิริยากับฟอสจีน (Phosgene) ได้เป็น ยูเรียกับ แอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium chloride)



### 2.2.3 ประโยชน์ของยูเรีย

1. มากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ ใช้ในการผลิตปุ๋ยยูเรีย

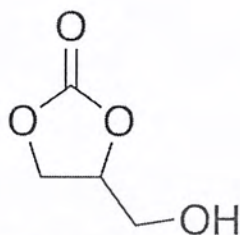
2. เป็นสารตั้งต้นในการผลิต urea-formaldehyde resins และ urea-melamine-formaldehyde

3. เป็นสารตั้งต้นในการผลิต ยูเรียไนเตรท (Urea nitrate) ซึ่งเป็นวัตถุระเบิดที่ใช้ในเชิง

อุตสาหกรรม การที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 4. ช่วยในการลด NO<sub>x</sub> ในแก๊สไอเสียจากการเผาไหม้จากดีเซล

## 2.3 ก्लीเซอรอลคาร์บอเนต

กลีเซอรอลคาร์บอเนต (Glycerol carbonate, GC) มีสูตรโมเลกุล  $C_4H_6O_4$  และมีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.4 เป็นสารเคมีที่มีราคาค่อนข้างสูง และการตลาดของอเมริกันได้กล่าวว่า ราคาของกลีเซอรอลคาร์บอเนตสูงถึง 8141 US\$/ton [19]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างกลีเซอรอลคาร์บอเนต

### 2.3.1 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

จากตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอลคาร์บอเนต ของเหลว ไม่มีสี มีกลิ่นเล็กน้อย มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่า  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  จุดเดือด  $239\text{ }^{\circ}\text{C}$  สามารถละลายน้ำได้

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกลีเซอรอลคาร์บอเนต [20]

คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี	ข้อมูล
สูตรโมเลกุลเคมี	$C_4H_6O_4$
น้ำหนักโมเลกุล	118.088 g/mol
สถานะและสี	ของเหลว ไม่มีสี มีกลิ่นเล็กน้อย
จุดหลอมเหลว	$-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ 101.3 hPa
จุดเดือด	$239\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ 102.1 kPa
จุดวาบไฟ	$149.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ที่ 101.3 kPa
ความหนาแน่น	$1.4\text{ g/cm}^3$
ความหนืดไดนามิก	$82.706\text{ cSt}$ ที่ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$
การละลายน้ำ	1000 g/L
ความดันไอ	$0.93\text{ Pa}$ ที่ $25\text{ }^{\circ}\text{C}$

### 2.3.2 ประโยชน์ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต

กลีเซอรอลคาร์บอเนตนั้นมีประโยชน์มากมาย ไม่ว่าจะในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง ใช้ในการผลิตซีเมนต์และคอนกรีต และพอลิเมอร์ เป็นต้น แสดงดังตารางที่ 2.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

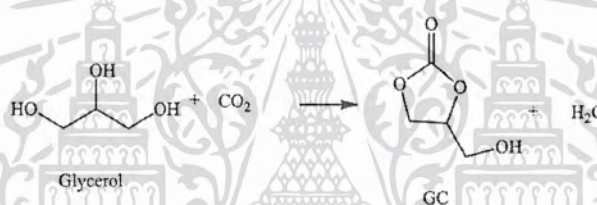
ตาราง 2.4 ประโยชน์ของกลีเซอรอลคาร์บอเนต[6]

การนำไปใช้ได้โดยตรง (Direct)	การนำไปใช้โดยทางอ้อม (Indirect)
1. ผลิตเป็น solvent	1. ทำเป็นสาร surfactants ได้แก่
2. ผลิตเป็นแบตเตอรี่ (Lithium-ion batteries)	1.1 Glycerol carbonate esters
3. ผลิตเป็นซีเมนต์และคอนกรีต	1.2 Oligoglycosides
4. ผลิตเครื่องสำอาง	1.3 Polyglycerol
5. สามารถช่วยในการแยกแก๊สได้	1.4 Sorbitan polyglycerol
6. ผลิตเป็น ผงซักฟอก	2. เป็นสารตัวกลางในการผลิต Glycidol
7. เป็น Blowing agent	3. ผลิตเป็น polymer ได้

### 2.3.3 เส้นทางการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต

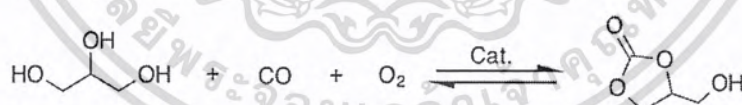
กลีเซอรอลคาร์บอเนตสามารถผลิตได้หลากหลายวิธี ไม่ว่าจะเป็นวิธีโดยตรงและวิธีทางอ้อม วิธีผลิตกลีเซอรอลโดยตรง ( Direct Synthetic Routes )

#### 1. ปฏิกริยาคาร์บอกซิเลชัน (Carboxylation) ระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์



รูปที่ 2.5 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนไดออกไซด์ [21]

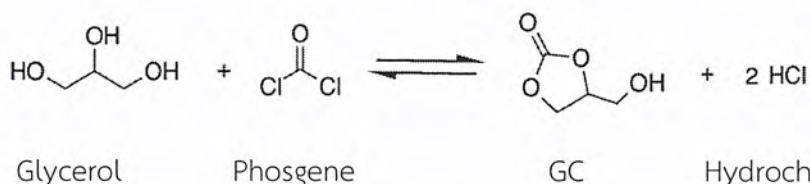
#### 2. ปฏิกริยาออกซิเดทีฟ คาร์บอกซิเลชัน (Oxidative carboxylation) ระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนมอนอกไซด์และออกซิเจน



รูปที่ 2.6 ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับคาร์บอนมอนอกไซด์และออกซิเจน[6]

วิธีผลิตกลีเซอรอลโดยทางอ้อม ( Indirect Synthetic Routes )

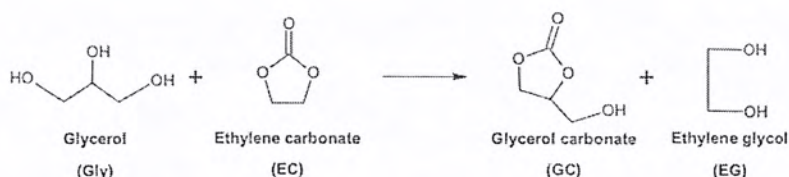
#### 1. ปฏิกริยาฟอสจีนเนชัน (Phosgenation) ระหว่างกลีเซอรอลกับฟอสจีน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ **รูปที่ 2.7** ปฏิกริยาระหว่างกลีเซอรอลกับฟอสจีน [6] นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

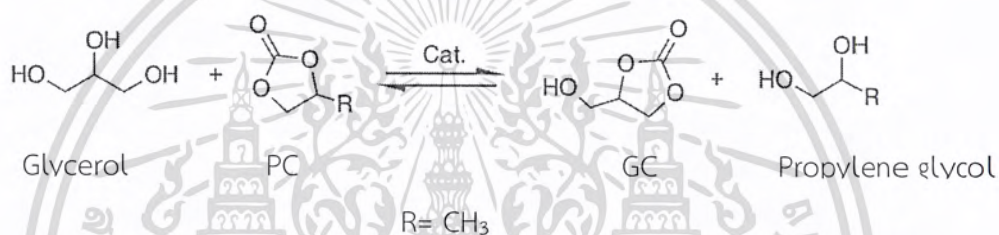
## 2. ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน (Transesterification)

2.1 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกลีเซอรอลกับเอทิลีนคาร์บอเนต (Ethylene carbonate, EC)



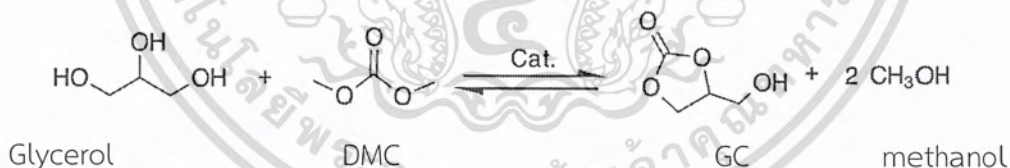
รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับเอทิลีนคาร์บอเนต [22]

2.2 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกลีเซอรอลกับโพรพิลีนคาร์บอเนต (Propylene carbonate, PC)



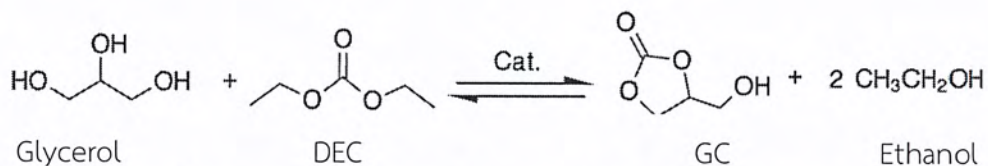
รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับโพรพิลีนคาร์บอเนต [6]

2.3 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอเนต (Dimethyl carbonate, DMC)



รูปที่ 2.10 ปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับไดเมทิลคาร์บอเนต [6]

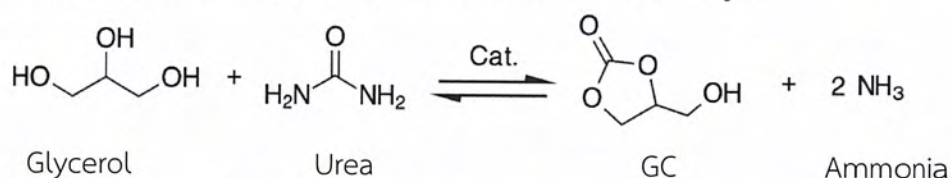
2.4 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างกลีเซอรอลกับไดเอทิลคาร์บอเนต (Diethyl carbonate, DEC)



รูปที่ 2.11 ปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับไดเอทิลคาร์บอเนต [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 3. ปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลกับยูเรีย



รูปที่ 2.12 ปฏิกิริยาระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรีย [6]

## ตารางที่ 2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน [6]

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Mpa)	Reaction time (h)	GC yield (%)
Glycerol + CO						
Excess CO and O <sub>2</sub>	10 mol% CuCl	Free	110	0.6	63	47
Excess CO and O <sub>2</sub>	11 mol% CuCl	Nitro-benzene	130	0.8	20	96
Excess CO and O <sub>2</sub>	0.25 mol% PdCl <sub>2</sub> (phen) + 2.5 mol% KI	DMF	140	3	2	85
5:1.5:3:1 (Et <sub>3</sub> N:CuBr <sub>2</sub> :S:glycerol)	None	DMF or DMSO	80	1	21	92
5 : 1 : 5 (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> :Se:glycerol)	None	DMF	20	0.1	6	83
Glycerol + CO <sub>2</sub>						
Excess CO <sub>2</sub>	6 mol% n-Bu <sub>2</sub> Sn(OMe) <sub>2</sub>	Free	180	5	15	7
Excess CO <sub>3</sub>	1 mol% n-Bu <sub>2</sub> SnO	MeOH	80	3.5	4	35
Excess CO <sub>4</sub>	RhCl <sub>3</sub> + PPh <sub>3</sub> + KI	MeOH	140	5	59	0.24
1 : 3 : 3 (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> :HCl:glycerol)	KOH then HCl	Free	80	0.1	30	80
1.5:1:1 (N(CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> :HCl:glycerol)	None	Free	100	2.5	1	90

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่มีให้ตัดแปลงเนื้อที่ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน (ต่อ)

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Mpa)	Reaction time (h)	GC yield (%)
Glycerol + Ethylene carbonate (EC)						
2 : 1 (EC : glycerol)	Amberlyst A26 HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Free	80	0.1	1	88
2 : 1 (EC : glycerol)	Zeolite	Free	80	0.1	2	81
2 : 1 (EC : glycerol)	7 wt% Al/MgO hydrotalcite	Free	50	0.1	5	82
2 : 1 (EC : glycerol)	7 wt% MgO	Free	50	0.1	5	78
2 : 1 (EC : glycerol)	7 wt% Al/Mg hydrotalcite	Free	50	0.1	5	68
2 : 1 (EC : glycerol)	RNX-MCM41	Free	80	0.1	1.5	92
1 : 1.5 (EC : glycerol)	Amberlyst A26 OH <sup>-</sup>	Supercritical CO <sub>2</sub>	40	10	1	-
Glycerol + Dimethyl carbonate (DMC)						
2 : 1 (DMC : glycerol)	3.3 mol% tetra-n-butylammonium bromide	Free	120	0.1	6	92
3 : 1 (DMC : glycerol)	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Free	75	0.1	3	97
1 : 1 (DMC : glycerol)	6 mol% n-Bu <sub>2</sub> Sn(OMe) <sub>2</sub>	Free	180	5	15	65
3-5 : 1 (DMC : glycerol)	CaO	Free	75	0.1	1.5	91
2.5 : 1 (DMC : glycerol)	4 mol% CaO	Benzene	60	0.1	2	95
5 : 1 (DMC : glycerol)	Uncalcined Mg-Al hydrotalcite	DMF	100	0.1	1	75

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ส่วนบุคคลเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่สามารถนำเอกสารนี้ไปดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน (ต่อ)

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Mpa)	Reaction time (h)	GC yield (%)
Glycerol + Dimethyl carbonate (DMC)						
2 : 1 (DMC : glycerol)	3wt% KF/hydroxyapatite	Free	78	0.1	1	99
5 : 1 (DMC : glycerol)	Mg/Al/Zr	Free	75	0.1	1.5	95
5 : 1 (DMC : glycerol)	Calcined hydrotalcite-hydromagnesite	DMF	100	0.1	0.5	79
1 : 1 (DMC : glycerol)	Lipase (Novozyme 435)	THF	60	0.1	30	99
10 : 1 (DMC : glycerol)	Lipase (Novozyme 435)	Free	70	0.1	48	90
10 : 1 (DMC : glycerol)	12wt% lipase (Aspergillus niger)	Free	60	0.1	4	59
10 : 1 (DMC : corn oil)	10 wt% lipase (Novozyme 435)	Free	60	0.1	15	62
6 : 1 (DMC : soybean oil)	10 wt% lipase (Novozyme 435)	tert-Butanol	60	0.1	48	92
42 : 1 (DMC : rapeseed oil)	None	Supercritical DMC	350	20	0.2	By-Product
39 : 1 (DMC : corn oil)	None	Supercritical DMC	380	15-25	0.5	By-Product

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนेटโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน  
(ต่อ)

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Mpa)	Reaction time (h)	GC yield (%)
Glycerol + Diethyl carbonate (DEC)						
5 : 1 (DEC-glycerol)	0.5wt% 1,3-dichlorodistannoxanes	Free	100	0.1	2	99
17 : 1 (DEC-glycerol)	Mg/Al hydrotalcite-like	Free	130	0.1	60	97
21 : 1 (DEC-glycerol)	Hydrotalcites supported on Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	DMSO	-	0.1	8	84
3 : 1 (DEC-camellia oil)	Lipases (Lipozyme TL IM and Novozym 435)	Free	50	0.1	24	95
Oxirane + CO <sub>2</sub>						
Propylene oxide + excess CO <sub>2</sub>	Bu <sub>3</sub> SnI + Bu <sub>4</sub> PI	Free	40	4.9	1	100
Propylene oxide + excess CO <sub>2</sub>	TEBACL + CaCl <sub>2</sub>	Free	170	4	4	97
Poly(glycidylmethacrylate)+ excess CO <sub>2</sub>	4 mol% NaI + Ph <sub>3</sub> P	DMF	100	0.1	24	100
Allyl glycidyl ether + excess CO <sub>2</sub>	1-hexyl-3-methylimidazolium chloride	Free	100	3.45	48	98
Glycidol + excess CO <sub>2</sub>	KI + 18-crown-6	Free	120	4	4	73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนेटโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน (ต่อ)

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Mpa)	Reaction time (h)	GC yield (%)
Glycerol + Urea						
1 : 1 urea:glycerol	Calcined manganese sulfate	Free	150	$4.0 \times 10^{-3}$	2	61
1 : 1 Urea:glycerol	Zinc sulfate	Free	140	$3.0 \times 10^{-3}$	2	86
1 : 1.5 urea:1,2-diols	CaO, La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, ZrO <sub>2</sub> , and Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Free	150	$1.1 \times 10^{-2}$	3	28-93
1 : 1 Urea:glycerol	γ-Zirconium phosphate	Free	145	$2.0 \times 10^{-5}$	3	80
1 : 1 Urea:glycerol	Calcined Zn hydrocalcite	Free	145	$3.9 \times 10^{-3}$	5	72
1 : 1 Urea:glycerol	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /ZnO nanodispersion	Free	145	0.1	4	69
1.5 : 1 Urea:glycerol	Gold, gallium, and zinc supported on oxides and zeolite ZSM-5	Free	150	0.1	4	55
1 : 3 Urea:glycerol	0.5 wt% calcined La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Free	140	$3.0 \times 10^{-3}$	1	91
1 : 1 Urea:glycerol	Ionic liquids immobilized onto a structurally modified Merrifield peptide resin	Free	140	$1.4 \times 10^{-2}$	6	46

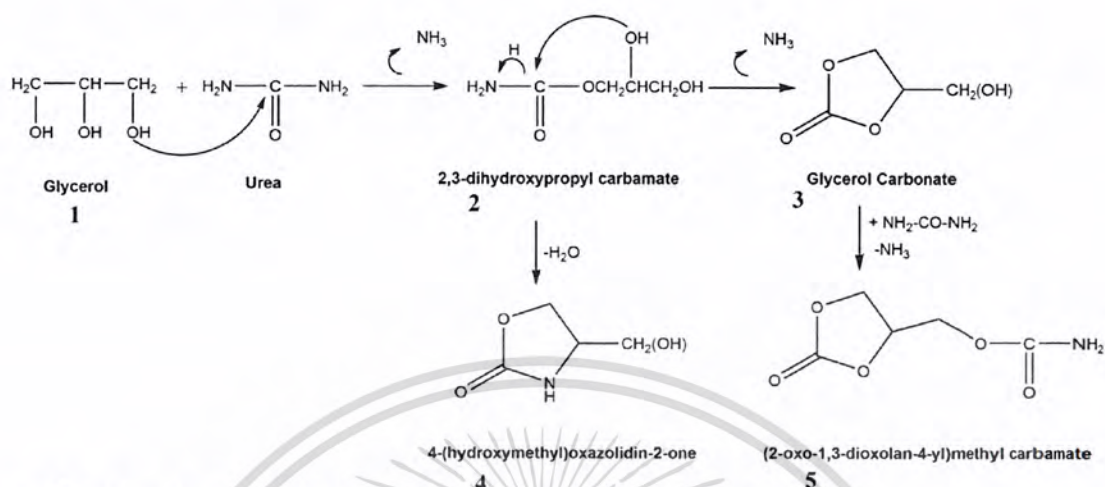
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.6 สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ไกลีเซอรอลคาร์บอนेटโดยสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน ด้วยคลื่นรังสีไมโครเวฟ [23,24]

Reactants mol ratio	Catalyst	Solvent	Temperature (°C)	Pressure (Kpa)	Reaction time (min)	GC yield (%)
Glycerol + Urea						
1 : 1 Urea:glycerol	ZnO	Free	120	-	60	35.8
1 : 1 Urea:glycerol	MgO	Free	120	-	60	33.3
1 : 1 Urea:glycerol	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Free	120	-	60	30.0
1 : 1 Urea:glycerol	Calcined Hydrotalcite (Zn:Mg:Al 9.6:1.2:1)	DMF	120	-	60	63.2
1 : 1 Urea:glycerol	Calcined Hydrotalcite (Zn:Mg:Al 4.9:1.6:1)	DMF	120	-	60	40.1
1 : 1 Urea:glycerol 600 watt	ZnCl <sub>2</sub>	ethanol	150	15	40	60.3
1 : 1 Urea:glycerol 600 watt	MgSO <sub>4</sub>	ethanol	150	15	40	57.2
1 : 1 Urea:glycerol 600 watt	CuSO <sub>4</sub>	ethanol	150	15	40	53.1
1 : 1 Urea:glycerol 600 watt	ZnSO <sub>4</sub>	ethanol	150	15	40	80.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยงานวิจัยนี้ สังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย ซึ่งมีกลไกการเกิดปฏิกิริยา แสดงดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 กลไกการเกิดปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ของกลีเซอรอลกับยูเรีย [25]

กลไกการเกิดปฏิกิริยา

โมเลกุลของกลีเซอรอลทำปฏิกิริยากับยูเรียเกิดเป็น 1 โมลของแอมโมเนีย และ 2, 3-dihydroxypropyl carbamate หรือ glycerol urethane ซึ่งเป็นสารมัธยันต์ (Intermediate) หลังจากนั้น 2, 3-dihydroxypropyl carbamate จะทำปฏิกิริยา cyclization (ปิดวงแหวน) ผ่าน nucleophilic oxygen ซึ่งอยู่บนหมู่ไฮดรอกซิลหมู่ที่ 2 ไปยังตำแหน่ง carbonyl carbon เกิดเป็น กลีเซอรอลคาร์บอเนตและแอมโมเนียอีกหนึ่งโมเลกุล

ผลพลอยได้ (by-Product) จากการทำปฏิกิริยานี้ได้แก่

1. 4-(hydroxymethyl)oxazolidin-2-one เกิดจาก 2, 3-dihydroxypropyl carbamate เกิดปฏิกิริยา dehydration และ cyclization
2. (2-oxo-1,3-dioxolan-4-yl)methyl carbamate เกิดจากโมเลกุลตำแหน่งหมู่ไฮดรอกซิลของกลีเซอรอลคาร์บอเนตทำปฏิกิริยากับยูเรียที่มากเกินไป

## 2.4 ซีโอไลต์ (Zeolite)

ค้นพบโดยผู้เชี่ยวชาญด้านแร่ชาวสวีเดน เป็นกลุ่มแร่ที่เรียกว่า ไฮเดรตอลูมิเนียมซิลิเกต (hydrated- aluminosilicates) ซึ่งคำว่าซีโอไลต์มาจากภาษากรีก “ซีโอ (zeo)” แปลว่า “เดือด” และ “ลิโทส (lithos)” แปลว่า “หิน” เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์ ซีโอไลต์ปลดปล่อยน้ำออกมา และในขณะเดียวกันซีโอไลต์ก็สามารถดูดซับน้ำกลับคืนได้ [26] ซีโอไลต์มีโมเลกุลขนาดเล็ก รูพรุนสูง (microporous molecules) โครงสร้างมีขนาดช่องว่างหรือโพรงที่สม่ำเสมอ ช่วยในเรื่อง การเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสและสามารถคัดแยกโมเลกุลของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ได้ จึงถูกนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเลียมและปิโตรเคมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.4.1 โครงสร้างและองค์ประกอบของซีโอไลต์ (zeolite compositions) [27]

สูตรทั่วไปของโครงสร้างซีโอไลต์ คือ  $M_{x/n}(AlO_2)_x(SiO_2)_y$

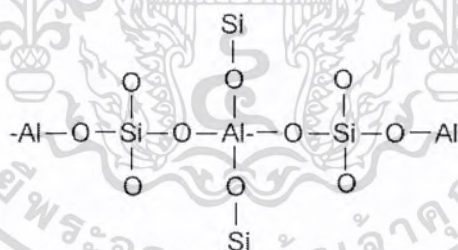
เมื่อ  $n$  คือประจุของไอออนบวก  $M$

$x+y$  คือจำนวนหน่วยเตตระฮีดรอลต่อหน่วยเซลล์

$y/x$  คืออัตราส่วน Si/Al แปรผันได้จาก 1 ถึง  $\infty$

โครงสร้างของซีโอไลต์มีรูปแบบเป็นสามมิติ (Three dimensional network) เกิดจาก ซิลิเกต ( $[SiO_4]^{4-}$ ) และอลูมินेट ( $[AlO_4]^{4-}$ ) มาเชื่อมต่อกัน [28] จัดเรียงตัวเป็นโครงร่างผลึกของ ซีโอไลต์ (Zeolite framework) แสดงดังรูปที่ 2.14 โดยซีโอไลต์จะมีลูมิเนียมอยู่ในรูปของ เตตระฮีดรอล (Tetrahedral) ภายในโครงสร้าง ทำให้โครงสร้างเกิดประจุลบขึ้น ดังนั้นซีโอไลต์จึง จำเป็นต้องมีไอออนบวกมาทำหน้าที่เป็นไอออนดุลประจุ (Charge balancing cation) และไอออน บวกนี้ สามารถใช้ในการแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกอื่นๆ ได้ จึงมีการนำซีโอไลต์มาประยุกต์ใช้งาน หลากหลายชนิด เช่น ความสามารถแลกเปลี่ยนไอออนเพื่อทำให้เกิดเป็นตำแหน่งที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เช่น ตำแหน่งกรด ตำแหน่งเบส เป็นต้น [29] ส่วนรูพรุนของซีโอไลต์เป็นปัจจัยที่ทำให้โครงสร้าง แตกต่างกันไปมากถึง 100 ชนิดที่มีองค์ประกอบที่แน่นอนและมีรูพรุนตั้งแต่ 0.3-3 นาโนเมตร รูพรุนที่ อยู่ภายในซีโอไลต์แบ่งออกเป็น 3 แบบคือ

1. รูพรุนขนาดเล็ก (microporous) คือ รูพรุนที่มีขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร
2. รูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) คือ รูพรุนที่มีขนาด 2-50 นาโนเมตร
3. รูพรุนขนาดใหญ่ (macro porous) ที่มีรูพรุนใหญ่กว่า 50 นาโนเมตร [30]



รูปที่ 2.14 โครงสร้างของซีโอไลต์ [31]

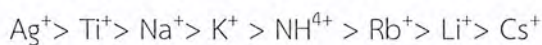
### 2.4.2 ประโยชน์ของซีโอไลต์ [32]

1. ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น Hydrogenation, alkylation, aromatization และ isomerization เป็นต้น

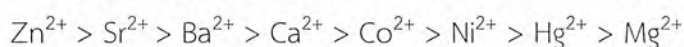
2. ใช้เป็น Sorption agent เนื่องจากโครงสร้างที่เป็นรูพรุนของซีโอไลต์ทำให้สามารถดูดซับ สารต่างๆ ได้ตามขนาดและโครงสร้างของซีโอไลต์แต่ละชนิด เช่น ใช้ในขบวนการ Defying ของ Natural gas แยก  $CO_2$  และสารประกอบซัลเฟอร์จากแก๊สธรรมชาติ และแยกลำที่ทำให้เกิดมลภาวะ เช่น  $SO_2$   $NO_2$  และ  $O_2$  จากอากาศ เป็นต้น

3. Water softeners ซีโอไลต์สามารถแลกเปลี่ยนไอออนบวกในโครงร่างผลึกกับแคลเซียม ไอออนหรือแมกนีเซียมไอออนได้จึงช่วยลดความกระด้างของน้ำ

4. ใช้เป็น ion exchange resins จากคุณสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนบวกของซีโอไลต์ทำให้สามารถนำไปใช้เป็นเรซิน เพื่อแลกเปลี่ยนกับไอออนบวก Univalent หรือ Divalent Selectivity ของซีโอไลต์ของไอออนบวกที่เป็น Univalent จากมากไปหาน้อย ดังนี้



สำหรับไอออนบวกที่เป็น Divalent มีดังนี้



พฤติกรรมในการแลกเปลี่ยนไอออนบวกจะขึ้นอยู่กับ

- 4.1 ธรรมชาติของไอออนบวก เช่น ขนาด ประจุ
- 4.2 อุณหภูมิ
- 4.3 ความเข้มข้นของไอออนบวกในสารละลาย
- 4.4 ชนิดของไอออนบวกที่รวมตัวกับไอออนบวกในสารละลาย
- 4.5 ตัวทำละลาย (การแลกเปลี่ยนส่วนมากเกิดขึ้นได้ดีใน aqueous solution)
- 4.6 ลักษณะโครงสร้างของซีโอไลต์

5. ใช้เป็น Detergent builder เนื่องจากซีโอไลต์มีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับทำผงซักฟอก คือมีค่า Capacity และ Kinetics ทำให้การแลกเปลี่ยนไอออนบวกเป็นไปได้มากและเร็ว

### 2.4.3 ชนิดของซีโอไลต์ [32]

1. ซีโอไลต์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ (Mineral zeolites or Naturally occurring zeolites) พบได้จากการทำเหมืองแร่เป็นหลัก เป็นกลุ่มของผลึกออลูมิโนซิลิเกตชนิดโมโนหรือไดวาเลนต์เบส (mono and divalent bases) โดยซีโอไลต์ชนิดนี้เมื่อเกิดการสูญเสียน้ำของผลึกบางส่วนหรือทั้งหมดจะพบว่าโครงสร้างของซีโอไลต์ไม่มีการเปลี่ยนแปลง เดิมทีแล้วซีโอไลต์ชนิดนี้มักถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการก่อสร้าง, อุตสาหกรรมกระดาษ และอุตสาหกรรมโดยใช้เป็น filter หลังจากนั้นได้ค้นพบว่าซีโอไลต์ชนิดนี้มีคุณสมบัติการเป็นโมเลกุลลาร์ ซีฟ (Molecular sieves) และ ion exchange จึงได้นำมาใช้เป็น Molecular sieves adsorbent ในอุตสาหกรรมแยกแก๊สธรรมชาติ และแยกแอมโมเนียในขบวนการกำจัดน้ำทิ้ง

2. ซีโอไลต์ที่เกิดจากการสังเคราะห์ทางเคมี (Synthetic zeolite) เกิดจากการทำปฏิกิริยาเบสิกออกไซด์ต่างๆ เช่น  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  และ  $\text{K}_2\text{O}$  ในระบบที่มีน้ำเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ของซีโอไลต์ที่มีน้ำผลึก และการสังเคราะห์สามารถทำให้เกิดได้ตั้งแต่เป็นเจล (Gelatin) จนถึงรูปที่เป็นรูพรุน (porous) และลักษณะที่คล้ายเม็ดทราย (Sand like) ได้แก่ Zeolite A, Zeolite Y, Zeolite F, Zeolite M เป็นต้น

## 2.5 โมเลกุลลาร์ ซีฟ (Molecular Sieve)

โมเลกุลลาร์ ซีฟ ถือว่าเป็นซีโอไลต์ชนิดหนึ่งเนื่องจากโมเลกุลมีช่องว่างที่สม่ำเสมอจำนวนมาก รูพรุนเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ มีหน้าที่ให้โมเลกุลขนาดเล็กผ่านเข้าไปในโมเลกุลลาร์ ซีฟ ขณะที่โมเลกุลที่มีขนาดใหญ่ผ่านไปไม่ได้ ใช้สำหรับการดูดความชื้น โดยมีประสิทธิภาพในการดูดความชื้นสูงกว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประมาณ 22% ของน้ำหนักตัวเอง [33] ซึ่งโมเลกุลาร์ ซีฟจะมีขนาดและหน้าที่การดูดซับที่แตกต่างกันออกไป แสดงดังตารางที่ 2.7

ตารางที่ 2.7 ชนิดของโมเลกุลาร์ ซีฟ และการดูดซับสารเคมี [33]

	Molecules adsorbed	Molecules Excluded	Type	Size
3A	H <sub>2</sub> O, NH <sub>3</sub> , He (molecules with an effective diameter <0.3 nm)	CH <sub>4</sub> , CO <sub>2</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH, H <sub>2</sub> S, C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	Pellet	3.2
			Beads	1.6
				4x8 Mesh
			Powder	8x12 Mesh
4A	H <sub>2</sub> S, CO <sub>2</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH, C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> (molecules with an effective diameter <0.4 nm)	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> , compressor oil	Pellet	3.2
			Beads	1.6
				4x8 Mesh
			Powder	8x12 Mesh
5A	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH etc (molecules with an effective diameter <0.5 nm)	Iso compounds and all 4 carbon rings	Pellet	3.2
			Beads	1.6
				4x8 Mesh
			Powder	8x12 Mesh
13X	Iso-paraffin, iso-olefin, aromatic series (molecules with an effective diameter <1.0 nm)	(C <sub>4</sub> F <sub>9</sub> ) <sub>3</sub> N	Pellet	3.2
			Beads	1.6
				4x8 Mesh
			Powder	8x12 Mesh
				D50=5um

### 2.5.1 โมเลกุลาร์ ซีฟ 13X (Molecular Sieve 13X)

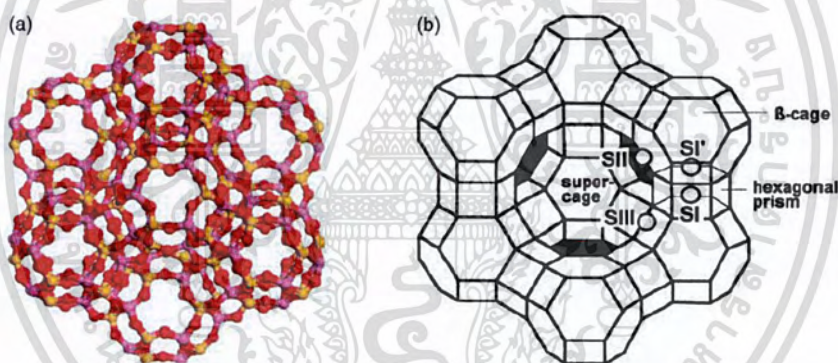
โมเลกุลาร์ ซีฟ 13X มีขนาดรูพรุนประมาณ 10 อังสตรอม ใช้สำหรับการกลั่นกรองของเหลวและแก๊สเป็นหลักเพราะมันมีการดูดซึมพร้อมๆ กัน สำหรับไบโมเลกุลและไตรโมเลกุลสามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์กับน้ำร่วมกัน น้ำและไฮโดรเจนซัลไฟด์ร่วมกัน และยังมี การนำไปเป็นสารดูดความชื้นสำหรับการใช้งานทางการแพทย์และเครื่องอัดแก๊ส [34] แสดงดังรูปที่ 2.15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 โมเลกุลาร์ ซีฟ 13X (Molecular Sieve 13X)[35]

โครงสร้างสามมิติของ โมเลกุลาร์ ซีฟ 13X เป็นโครงสร้างแบบ Faujasite (FAU) ดังแสดงในรูปที่ 2.16 (a) ซึ่งประกอบไปด้วย alumina tetrahedral และ silicon oxygen tetrahedron ที่เกิดการเชื่อมกันของออกซิเจนได้เป็นโครงสร้างผลึกที่มีช่องว่างแบบสม่ำเสมอ โครงสร้างพื้นฐานของ Zeolite-13X คือ beta cage และ บริเวณที่ติดกับ beta cages จาก molecular sieve โดยเชื่อมกับปริซึมหกมุม ซึ่ง alumina tetrahedral แสดงถึง ความเป็นลบและไอออนของ  $\text{Na}^+$  จะทำหน้าที่ดุลประจุ ดังแสดงในรูปที่ 2.16 (b) [36]



รูปที่ 2.16 โครงสร้างของโมเลกุลาร์ ซีฟ 13X [36]

## 2.6 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate) [37]

โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตหรือเรียกว่าต่างทับทิม เป็นสารประกอบอนินทรีย์ มีลักษณะเป็นผลึกหรือเกล็ดสีม่วง เมื่อละลายน้ำจะได้สารละลายสีม่วงหรือสีชมพูอมม่วงขึ้นอยู่กับปริมาณและความเข้มข้นของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต มีฤทธิ์เป็นด่างอ่อนๆ และเป็นสารออกซิเดชันอย่างแรง (Strong Oxidizing Agent) แสดงดังรูปที่ 2.17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.17 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate) [37]

### 2.6.1 สมบัติของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

จากตารางที่ 2.8 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต มีสูตรโมเลกุลเคมี คือ  $\text{KMnO}_4$  ไม่มีกลิ่น มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ  $240\text{ }^{\circ}\text{C}$  สามารถละลายน้ำได้

ตารางที่ 2.8 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

สมบัติทางกายภาพและทางเคมี	ข้อมูล
สูตรโมเลกุลเคมี	$\text{KMnO}_4$
น้ำหนักโมเลกุล	158.034 g/mol
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น
ความหนาแน่น	2.703 g/mol
จุดหลอมเหลว	$240\text{ }^{\circ}\text{C}$
การละลายน้ำ	
20 $^{\circ}\text{C}$	6.4 g/100 ml
65 $^{\circ}\text{C}$	25 g/100 ml
ค่าดัชนีหักเหแสง	1.59

### 2.6.2 ประโยชน์ของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

1. การแพทย์ ใช้สำหรับรักษาสภาพผิว เช่น การติดเชื้อราที่เท้า, ผิวหนังอักเสบและโรคพุพอง เป็นต้น

2. การบำบัดน้ำ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตถูกใช้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมบำบัดน้ำ โดยใช้กำจัดเหล็กและกลิ่นไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide) จากบ่อน้ำ

3. การถนอมผลไม้ มีการค้นพบว่าเมื่อใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตร่วมกับโพลีเอทิลีน (Polyethylene) จะช่วยยืดอายุการเก็บกล้วยได้แม้จะมีอุณหภูมิที่สูง

4. การดับเพลิง โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตถูกเติมลงใน “plastic sphere dispensers” เพื่อสร้างการเผาไหม้นอกกระบอกสูบของเครื่องยนต์ (backfires) และการควบคุมการเผาไหม้ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดับเพลิงโดยใช้น้ำและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.7 การจุ่มซุบ impregnation [38]

เป็นเทคนิคที่ใช้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยแบ่ง 2 วิธีใหญ่ๆ

1. การจุ่มซุบแห้ง (Dry-Impregnation) เป็นการหยดสารละลายจนเต็มรูพรุนของตัวรองรับแบบพอดี โดยเกิดกระบวนการ 3 ขั้นตอน ดังนี้

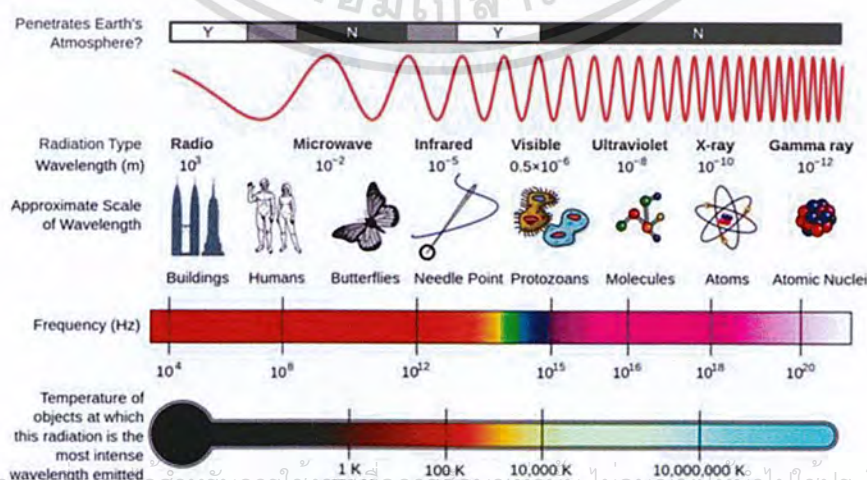
- 1.1 เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายเข้าสู่พื้นผิวภายในตัวรองรับ
- 1.2 เกิดการแพร่ตัวถูกละลายเข้าสู่รูพรุนของตัวรองรับ
- 1.3 ตัวทำละลายถูกดูดซึมอยู่ที่บริเวณผนังของรูพรุน

2. การจุ่มซุบบแบบเปียก (Wet-Impregnation) เป็นการจุ่มตัวรองรับลงในสารละลายที่มีโลหะที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและเป็นการหยดสารละลายมากกว่าปริมาณของรูพรุนของตัวรองรับ โดยเกิดกระบวนการ 4 ขั้นตอน ดังนี้

- 1.1 เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายที่บริเวณพื้นผิวภายนอกของตัวรองรับ
- 1.2 เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายเข้าสู่พื้นผิวภายในของตัวรองรับ
- 1.3 เกิดการแพร่ตัวถูกละลายเข้าสู่รูพรุนของตัวรองรับ
- 1.4 ตัวทำละลายถูกดูดซึมอยู่ที่บริเวณผนังของรูพรุน

## 2.8 คลื่นไมโครเวฟ (Microwave irradiation)

ถูกค้นพบในปี ค.ศ.1940 โดยนักประดิษฐ์ชาวอังกฤษ จอห์น แรนดอลล์ และ เอช เอ บีตต์ ประดิษฐ์อุปกรณ์ที่เรียกกันว่า "แมกนีตรอน" ที่ใช้ในการผลิตพลังงานไมโครเวฟ [39] คลื่นไมโครเวฟ (Microwave) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Wave) ความถี่สูง ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า แต่สามารถวัดได้โดยใช้เครื่องมือเฉพาะ มีความยาวคลื่นในช่วง 1 มิลลิเมตร ถึง 1 เมตร แสดงดังรูปที่ 2.18 มีความถี่ช่วงคลื่นในช่วง 300 เมกะเฮิร์ต (MHz) ถึง 300 จิกะเฮิร์ต (GHz) ซึ่งมีความถี่คลื่นสูงสุดประมาณ 2,450 ล้านรอบ/วินาที สำหรับโรงงานอุตสาหกรรมจะใช้ความถี่ในช่วง 915 – 2,450 เมกะเฮิร์ต ส่วนคลื่นความถี่ไมโครเวฟที่เหลือจะส่งวนไว้ใช้ในการวิจัยและงานอื่นๆ [40]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกหรือเผยแพร่ข้อมูลใดๆ จากเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้  
รูปที่ 2.18 คลื่นรังสีชนิดต่างๆ [39]

### 2.8.1 คุณสมบัติของคลื่นไมโครเวฟ [40]

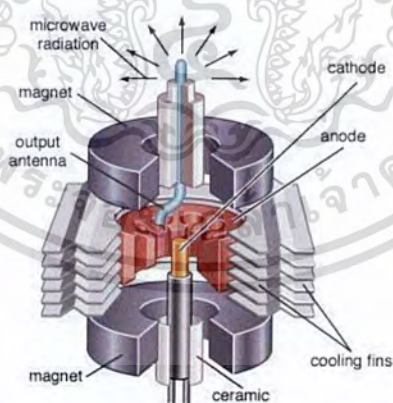
1. การสะท้อนกลับ (Reflection) คือ การที่คลื่นไมโครเวฟวิ่งกระทบสู่วัสดุที่เป็นโลหะหรือส่วนที่มีองค์ประกอบของโลหะ คลื่นไม่สามารถวิ่งทะลุผ่านโลหะได้แต่จะสะท้อนกลับออกทั้งหมด ดังนั้น อาหารที่ถูกหุ้มด้วยภาชนะดังกล่าวจะไม่เกิดการสุก

2. การส่งผ่าน (Transmission) คือ การที่คลื่นไมโครเวฟวิ่งกระทบสู่วัสดุที่ไม่ใช่โลหะ ได้แก่ แก้ว พลาสติก กระจก เซรามิก และไม้ เป็นต้น คลื่นสามารถทะลุผ่านได้ ดังนั้น วัสดุเหล่านี้จึงนิยมใช้เป็นภาชนะสำหรับรองหรือห่อหุ้มอาหารเข้าสู่ไมโครเวฟ

3. การดูดซับ (Adsorption) คือ การที่คลื่นไมโครเวฟวิ่งกระทบสู่วัสดุที่มีน้ำหรือความชื้น ภายใน คลื่นบางส่วนจะถูกดูดซับเอาไว้ ทำให้โมเลกุลของน้ำดูดซับพลังงานคลื่น และเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนเอาไว้จนเกิดความร้อนตามมา รวมถึงการเคลื่อนที่ของโมเลกุลน้ำ ซึ่งทำให้เกิดความร้อนเช่นกัน ทั้งนี้ คลื่นไมโครเวฟหลังถูกดูดซับจะสลายตัวทันที ไม่มีการตกค้างในอาหาร

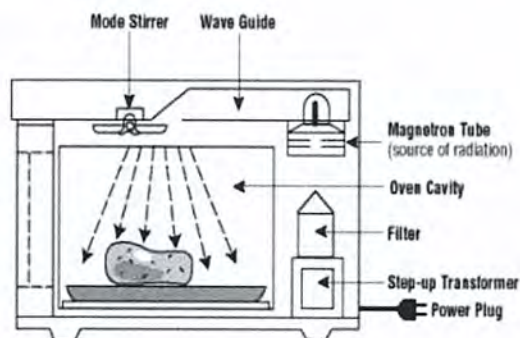
### 2.8.2 หลักการให้ความร้อนของเครื่องไมโครเวฟ

การให้ความร้อนของเครื่องไมโครเวฟ ใช้หลักการหมุนสั้นโมเลกุลของน้ำโดยยิงคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าความถี่ 2,450 เมกกะเฮิร์ต ซึ่งกำเนิดจากหลอดแมกนีตรอน (Magnetron) ในเครื่องไมโครเวฟ แสดงดังรูปที่ 2.19 หลักการคือคลื่นไมโครเวฟซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจะเหนี่ยวนำให้โมเลกุลที่มีขั้ว (Bipolar Molecule) หมุนสั้นไปตามจังหวะความถี่ของคลื่นไมเลกุลของน้ำ ซึ่งเป็นโมเลกุลมีขั้วโดยโมเลกุลนี้จะหมุนขึ้นและหมุนลงตามทิศทางของหัวคลื่นสนามไฟฟ้าของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า แสดงดังรูปที่ 2.20 เมื่อโมเลกุลของน้ำหมุนวนอย่างรวดเร็วนี้มันจะสั่นชนกันเองและชนกับโมเลกุลอื่นๆ การสั่นอย่างรุนแรงเช่นนี้ทำให้มัน “ร้อน” นั่นเอง [41]



รูปที่ 2.19 ลักษณะทั้งภายในและภายนอกของหลอดแมกนีตรอน (Cavity magnetron) [42]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.20 การกระจายตัวของคลื่นไมโครเวฟ [41]

### 2.8.3 ประโยชน์คลื่นไมโครเวฟ [40]

1. ใช้ในอุปกรณ์หรือระบบการสื่อสารผ่านดาวเทียม
2. ใช้ในระบบตรวจจับวัตถุทางอากาศ การนำร่องทางการบิน การเดินเรือ
3. ใช้ในทางการแพทย์ สำหรับฆ่าเชื้อ หรือรักษาโรคด้วยการใช้ความร้อน โดยความยาวคลื่นยาวกว่าคลื่นไมโครเวฟที่ใช้ปรุงอาหารหรือมีความถี่คลื่นน้อยกว่า เพราะการรักษาอาการป่วยของมนุษย์จะต้องใช้ความร้อนในปริมาณที่ร่างกายสามารถทนได้ ห้ามใช้ความร้อนสูง เช่น การรักษาอาการปวดเมื่อยของกล้ามเนื้อหรือข้อ โดยใช้คลื่นไมโครเวฟความถี่ต่ำที่ให้ความร้อนเพียงอุ่นๆ ส่วนการรักษา และการทำลายเซลล์มะเร็งในร่างกาย แพทย์จะใช้คลื่นไมโครเวฟที่มีความถี่สูงขึ้นมาเล็กน้อย
4. ใช้เป็นแหล่งกระตุ้นให้เกิดความร้อนภายในอาหารหรือใช้ประกอบอาหารให้สุก นิยมเรียกว่า เครื่องไมโครเวฟ รวมถึง ใช้เป็นแหล่งให้ความร้อนในกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม โดยใช้คลื่นความถี่ช่วง 915 – 2,450 เมกกะเฮิร์ต

### 2.8.4 คลื่นไมโครเวฟกับผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์ [39]

เมื่อร่างกายได้รับคลื่นไมโครเวฟที่มีระดับความเข้มมากๆ จะทำให้เกิดการเสียดสีระหว่างโมเลกุลของน้ำ โปรตีน หรือไขมัน ภายในเซลล์ร่างกาย จนเซลล์ร่างกายเกิดความร้อน และถูกดูดกลืนสะสมเอาไว้ภายในเซลล์หรืออวัยวะ และเมื่อร่างกายไม่สามารถถ่ายเทความร้อนให้อยู่ในสภาวะปกติได้ จะทำให้เซลล์หรืออวัยวะนั้นเกิดความเสียหาย และหากเกิดในระดับรุนแรงอาจทำให้เซลล์ตายได้ ความเสียหายของเซลล์หรือผลข้างเคียงที่มักเกิดขึ้น ได้แก่

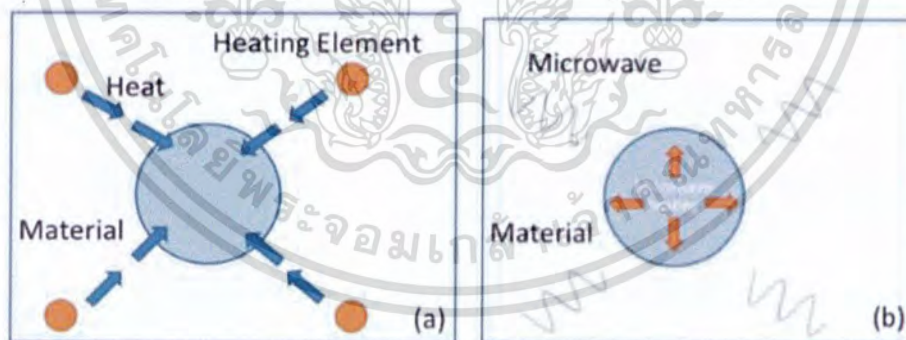
1. ผลต่อเลนส์ตา ทำให้เลนส์ตาระบายความร้อนได้น้อย อาจเป็นต้อกระจก
2. ผลต่อเชื้ออสุจิ อาจทำให้เชื้ออสุจิตาย เชื้ออสุจิผิดปกติ และกลายเป็นหมันชั่วคราว
3. ผลต่อศีรษะ ทำให้มีอาการปวดศีรษะ มึนงง หรือเมื่อยล้า
4. ผลต่อหัวใจ ทำให้หัวใจเต้นเร็วหรือเต้นผิดจังหวะ
5. ผลต่อกระดูก ทำให้กระดูกผิดรูปร่าง โดยเฉพาะกระดูกที่กำลังเจริญพัฒนา (นอกจากนี้ยังเชื่อว่า อาจก่อให้เกิดมะเร็ง เม็ดโลหิตขาวผิดปกติ และภาวะแท้งลูกได้ แต่ยังไม่มียารายงานยืนยัน)

นอกจากนี้ ผลกระทบที่มีต่อร่างกายแล้ว คลื่นไมโครเวฟยังมีผลรบกวนต่อการทำงานของเครื่องใช้อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ ที่อยู่ในบริเวณใกล้เคียงให้ทำงานผิดปกติได้ โดยเฉพาะผู้ป่วยโรคหัวใจที่ใช้

เครื่องช่วยการเต้นของหัวใจ cardiac pacemaker จะต้องระมัดระวังเป็นพิเศษเมื่อใกล้คลื่นไมโครเวฟ

## 2.9 ความแตกต่างการในสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตระหว่างการทำปฏิกิริยาแบบธรรมดาและแบบใช้ไมโครเวฟ [11,12]

ในงานวิจัยของ H.R. Prakruthi (2015) เรื่อง Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate over LDH catalyst: Activity restoration through rehydration and reconstruction ซึ่งได้ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยใช้แบบไมโครเวฟและธรรมดาพบว่าให้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอลที่ดีทั้งสองแบบแต่แตกต่างกันที่ระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยาโดยการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตแบบธรรมดาใช้ระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยาทั้งหมด 8 ชั่วโมง ในขณะที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟดำเนินปฏิกิริยาเพียง 60 นาที ดังนั้นสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาแบบใช้ไมโครเวฟจะดำเนินปฏิกิริยาได้เร็วกว่าแบบธรรมดา เนื่องจากการให้ความร้อนแบบไมโครเวฟจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างวัสดุและไมโครเวฟเท่านั้น ซึ่งเกิดจากการแปลงพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นพลังงานความร้อนจากภายในตัววัสดุที่ผ่านการฉายรังสีและเป็นกระบวนการถ่ายโอนพลังงานแทนการถ่ายโอนความร้อน ทำให้ระหว่างการทำสังเคราะห์ได้รับความร้อนต่อเนื่องและสม่ำเสมอแตกต่างจากการให้ความร้อนแบบธรรมดาที่ต้องอาศัยการใช้ลมร้อน ใช้น้ำ หรือเปลวไฟที่ทำให้ความร้อนแพร่กระจายจากผิววัสดุไปสู่แกนกลางวัสดุโดยอากาศรอบๆ ของวัสดุก็จะมีอุณหภูมิสูงขึ้นด้วย ซึ่งการให้ความร้อนแบบนี้จะให้ความร้อนได้ค่อนข้างช้าและได้รับความร้อนไม่สม่ำเสมอ แสดงดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 เปรียบเทียบระหว่างวิธีการให้ความร้อนแบบธรรมดา (a) (Conventional heating) (b) การให้ความร้อนแบบไมโครเวฟ (Microwave heating)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ตรวจจับรับไปนั้นประกอบด้วยรังสีที่วัตถุเป้าหมายแผ่ออกมารวมกับรังสีที่แผ่จากวัตถุอื่นหรือจากสิ่งแวดล้อมสะท้อนออกจากผิวของวัตถุเป้าหมาย จากนั้นวงจรอิเล็กทรอนิกส์จะแปลงข้อมูลที่ได้รับมาจากตัวตรวจจับและนำไปแสดงที่ตัวแสดงผล ซึ่งตัวแสดงผลจะแสดงออกมาในรูปของตัวเลข

## 2.11 เครื่องวัดค่า pH (pH Meter) [44]

เป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้วัดค่าพีเอชหรือค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลาย แสดงดังรูปที่ 2.24 โดยมีส่วนประกอบหลัก 2 ส่วน ได้แก่ probe หรือ อิเล็กโทรด และ เครื่องวัดศักย์ไฟฟ้า (meter) ซึ่งอาศัยหลักการวัดความต่างศักย์ไฟฟ้า (electrical potential) ที่เกิดขึ้นระหว่างอิเล็กโทรดวัด (indicator electrode) ที่จุ่มอยู่ในสารละลาย แล้วเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าให้เป็นค่า pH โดยการเทียบกับค่าบัฟเฟอร์มาตรฐาน (standard buffer)

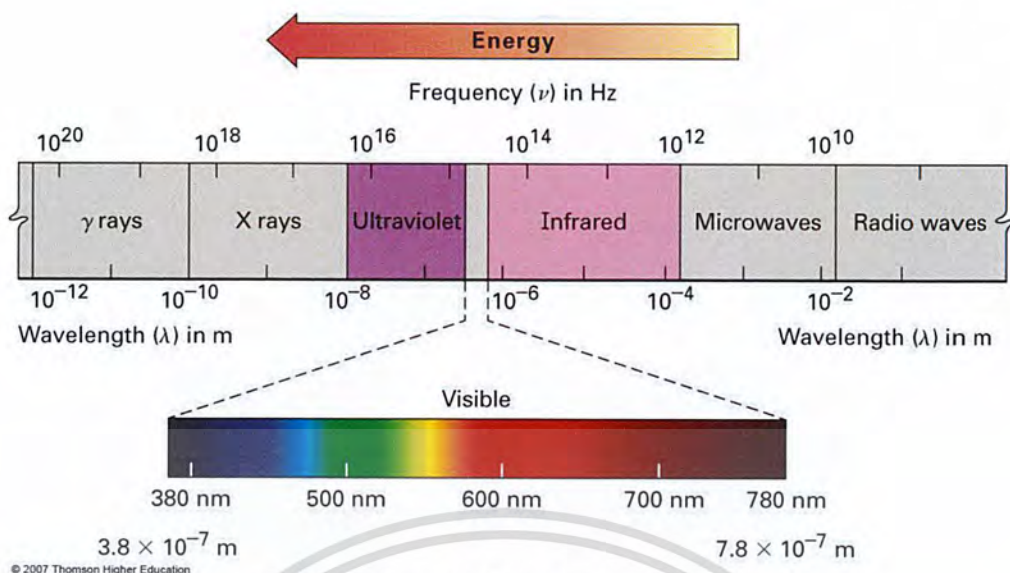


รูปที่ 2.24 เครื่องวัดค่า pH (pH Meter) [45]

## 2.12 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

นิยมใช้ในการวิเคราะห์โมเลกุลของสาร โดยอาศัยหลักการสั่น (Vibration) ของโมเลกุลแสงอินฟราเรดช่วงกลาง (2.5-25 ไมโครเมตร,  $\mu\text{m}$ ) ซึ่งมีความถี่ตรงกับความถี่การสั่นของพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่เหมาะสม แสดงดังรูปที่ 2.25 จะเกิดการสั่นโมเลกุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ (dipole moment) ของโมเลกุล หลังจากนั้นโมเลกุลจะเกิดการดูดกลืนแสงแล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือ Wave Number กับค่าการส่งผ่านของแสงเรียกว่า IR Spectrum โดยที่ลักษณะสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารแต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติเฉพาะโมเลกุลของสารซึ่งสามารถดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ที่ความถี่ที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับความแข็งแรงของพันธะและน้ำหนัก

อะตอมของ Functional Group ในโมเลกุลนั้นๆ [46] เช่นนั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 ย่านความถี่ของคลื่นอินฟราเรด [46]

อินฟราเรดให้ข้อมูลที่รวดเร็วและมีประสิทธิภาพในการหาหมู่ฟังก์ชันโมเลกุลของสารประกอบอินทรีย์ย่านอินฟราเรดในสเปกตรัมของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่ให้ประโยชน์มากที่สุดต่อนักเคมีอินทรีย์คือ ย่านความถี่ ระหว่าง 4,000–650  $\text{cm}^{-1}$  ( $\text{cm}^{-1}$  เป็นหน่วยของจำนวนคลื่นต่อวินาที หรือเรียกว่า เลขคลื่น) และความยาวคลื่นระหว่าง 2.5–15 ไมโครเมตร (1 ไมโครเมตร ( $\mu\text{m}$ ) =  $10^{-6}$  เมตร) สมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความยาวคลื่นและเลขคลื่น คือ

$$\text{ความยาวคลื่น } (\mu\text{m}) = 10,000 / \text{เลขคลื่น } (\text{cm}^{-1})$$

อินฟราเรด สเปกตรัม เป็นการพลอตระหว่างความถี่ (เลขคลื่น,  $\text{cm}^{-1}$ ) หรือความยาว คลื่น,  $\mu\text{m}$ ) และ Transmittance (T). Transmittance เป็นอัตราส่วนระหว่างความ เข้มของรังสีที่ผ่านสาร ตัวอย่าง (Transmitted radiation, I) และ ความเข้มของรังสีที่ตกกระทบ สารตัวอย่าง สมการที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างและความเข้ม ของรังสีที่ตกกระทบสาร ตัวอย่าง คือ [47]

$$\text{Transmittance} = I/I_0$$

I = ความเข้มของรังสีที่ผ่านตัวกลาง

$I_0$  = ความเข้มของรังสีที่ตกกระทบตัวกลาง

$$\% \text{Transmittance} = 100T$$

## 2.13 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ค้นพบโดย William Henry Bragg และบุตรชาย William Lawrence Bragg ในปี ค.ศ. 1912 เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสำหรับตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก (Crystalline materials) ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ เช่น การระบุชนิด วัฏภาคผลึกที่เป็น องค์ประกอบในวัสดุ (Crystalline phases) องศาความเป็นผลึก (Degree of

crystallinity) ปริมาณของส่วนอสัณฐาน (Amorphous content) ขนาดผลึก (Crystallite size) ความสมบูรณ์ของผลึก (Crystal perfection) ความบกพร่องของโครงสร้างผลึก (Crystal defects) การจัดเรียงตัวของผลึก (Crystal orientation) เป็นต้น และยังเป็นเทคนิคที่วิเคราะห์ได้รวดเร็ว ไม่ทำลายตัวอย่าง (Nondestructive technique) โดยตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์มีได้หลายรูปแบบ ทั้งที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนจนถึงขนาดใหญ่มาก ทั้งที่อยู่รวมกันแบบหลวมและที่รวมตัวกันแน่น ทั้งที่เป็นของแข็งและของเหลว [48]

### 2.13.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากวัสดุตัวอย่าง

รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ประกอบด้วยชุดคลื่นจำนวนหนึ่งที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็วเท่ากับความเร็วแสง เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบอะตอมหรืออนุภาคเดี่ยวชุดคลื่นในรังสีเอ็กซ์จะเกิดการกระเจิง แบบยืดหยุ่นไปในทุกทิศทาง แสดงดังรูปที่ 2.26 (ก) แต่เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นผลึก ซึ่งประกอบด้วยอะตอมหรือกลุ่มอะตอมจำนวนมากที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ เป็นผลให้ชุดคลื่นในรังสีเอ็กซ์ที่เกิดการกระเจิงแบบยืดหยุ่นไปในทุกทิศทางเกิดการแทรกสอด (Interference) ซึ่งในบางทิศทางจะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกัน (Constructive interference) แต่ในบางทิศทางจะเกิดการแทรกสอดแบบหักล้าง (Destructive interference) ดังนั้นจึงเกิดสัญญาณของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากวัสดุในตำแหน่ง เฉพาะที่เป็นเอกลักษณ์ของวัสดุแต่ละชนิด แสดงดังรูปที่ 2.26 (ข)



รูปที่ 2.26 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบ (ก) อนุภาคเดี่ยว และ (ข) โครงสร้างผลึก [48]

การศึกษาโครงสร้างผลึกจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยวิธี  $\theta - 2\theta$  ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ โดยใช้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยวตกกระทบตัวอย่างซึ่งอาจเป็นผลึกเดี่ยวหรือผลึกพหุพันธ์ก็ได้ ตัวอย่างจะหมุนไปเป็นมุม  $\theta$  ในขณะที่อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณรังสีเอ็กซ์จะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม  $2\theta$  เพื่อให้การเลี้ยวเบนสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ ในปี ค.ศ.1912 แบรกก์ (Bragg) ได้เสนอแนวคิดที่ว่า เราสามารถมองได้ว่าผลึกจัดเรียงตัวเป็นชั้น (layer) หรือระนาบ (plane) ของอะตอมซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบโดยมุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้คลื่นที่สะท้อนออกไปจากระนาบต่างๆ ดังกล่าวจะมีความเข้มสูง และแทรกสอดแบบเสริม ถ้าหากความแตกต่างระหว่างทางเดินของ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คลื่นที่สะท้อนจากระนาบที่อยู่ข้างเคียงจะมีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบดังสมการของแบร็กส์ (Bragg's equation) ดังนี้

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$$

เมื่อ  $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

$d_{hkl}$  คือ ระยะระหว่างระนาบที่ขนานกัน

$\theta$  คือ มุมที่สะท้อนจากระนาบซึ่งจะเท่ากับมุมตกกระทบ

$n$  คือ ลำดับที่ของการเลี้ยวเบน มีค่าเป็นเลขจำนวนเต็ม คือ 1, 2, 3,...

$2\theta$  คือ มุมเลี้ยวเบนที่เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบทำกับรังสีสะท้อน

ระนาบต่างๆ ของผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการสะท้อนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาอย่างสอดคล้องกับกฎของแบร็กส์ เรียกว่าระนาบแบร็กส์ (Bragg plane) และมุมที่รังสีสะท้อนทำกับแนวที่ขนานกับรังสีตกกระทบเรียกว่ามุมเลี้ยวเบน (diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็นสองเท่า ของมุมสะท้อน  $2\theta$  แสดงดังรูปที่ 2.27 [49]



รูปที่ 2.27 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์บนระนาบของผลึกที่เป็นไปตามกฎของแบร็กส์ [49]

## 2.14 เทคนิคการตรวจวัดโดยใช้แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography)

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคสำหรับแยกตัวอย่างที่เป็นสารผสมที่ระเหยได้โดยเปลี่ยนสารผสมให้เป็นไอที่อุณหภูมิหนึ่ง ไอที่เกิดขึ้นจะถูกนำเข้าสู่คอลัมน์โดยอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือ carrier gas ตาม flow rate ที่ต้องการ ภายในคอลัมน์บรรจุด้วยสารทำหน้าที่ในการแยก เรียกว่าเฟสคงที่ (stationary phase) สารผสมจะถูกแยกออกเป็นส่วนๆ ที่คอลัมน์นี้ ด้วยความแตกต่างของสมบัติทางเคมีโครงสร้างน้ำหนักโมเลกุล จุดเดือดสารที่แยกได้ผ่านออกไปสู่ส่วนเครื่องตรวจวัด (detector) ทำให้เกิดสัญญาณไฟฟ้าส่งไปยังระบบประมวลผล (Data system) ซึ่งสามารถคำนวณและรายงานผลออกมาเป็นโครมาโทแกรม ให้ทราบถึงองค์ประกอบหรือ

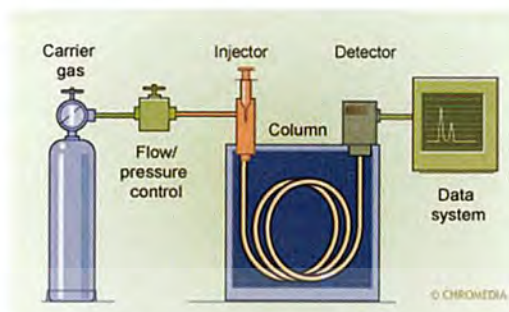
เทียบปริมาณของสารตัวอย่างได้กล่าวคือสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ [50]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.14.1 องค์ประกอบของเครื่อง Gas Chromatography [51]

ประกอบด้วยส่วนประกอบหลักๆ 5 ส่วน แสดงดังรูปที่ 2.28 คือ



รูปที่ 2.28 องค์ประกอบของเครื่อง Gas Chromatography [50]

1 แก๊สพา (Carrier gas) ทำหน้าที่เป็น Mobile phase เพื่อผลักดันสารให้หลุดจาก Stationary phase เนื่องจากสารแต่ละตัวมีความสามารถในการยึดเกาะกับ Stationary phase ด้วยแรงที่ไม่เท่ากัน แก๊สพาจึงพาสารแต่ละตัวให้หลุดจากคอลัมน์ได้เร็วไม่เท่ากัน ทำให้สารค่อยๆ แยกเป็นสารบริสุทธิ์ออกจากคอลัมน์แล้วเข้าสู่เครื่องตรวจวัดที่ต่อไว้ที่ปลายข้างหนึ่งของคอลัมน์ แก๊สพาที่นิยมโดยทั่วไป ได้แก่ ไนโตรเจน ไฮโดรเจน และฮีเลียม

2 ส่วนฉีดสารตัวอย่าง (Injector) เป็นส่วนที่นำสารเข้าสู่คอลัมน์เพื่อทำการแยก โดยสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกฉีดเข้าไปใน Injection port อย่างรวดเร็ว เนื่องจากสารที่วิเคราะห์จะต้องระเหยได้ จึงจำเป็นที่จะต้องทำให้ส่วนนี้มีอุณหภูมิสูงขึ้นมาๆ โดยการให้ความร้อน ซึ่งปกติอุณหภูมิของ Injection port จะสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ประมาณ 30-50°C

สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ Gas Chromatography จะเป็นได้ทั้งของแข็งของเหลวและก๊าซ โดยสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งจะต้องนำไปละลายในตัวละลายที่เหมาะสมก่อนทำการฉีดลงเครื่อง แต่กรณีของแข็งไม่สามารถระเหยเป็นไอ ณ อุณหภูมิที่ทำการทดลองได้ ควรทำให้อยู่ในรูปอนุพันธ์ (Derivative) ก่อนที่จะฉีดลงเครื่อง สำหรับของแข็งที่ละลายได้ยาก เช่น สารพวก Polymer ต้องทำให้เป็นสารที่มีจุดเดือดต่ำก่อนโดยวิธี Pyrolysis สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว สามารถฉีดเข้าเครื่องโดยใช้ Micro syringe โดยฉีดผ่านแผ่นยาง (Rubber septum) เข้าสู่คอลัมน์ ส่วนสารตัวอย่างที่เป็นก๊าซสามารถนำเข้าเครื่อง โดยการฉีดด้วย Gas tight syringe หรือ Gas sampling valve

3 คอลัมน์ (Column) เป็นองค์ประกอบที่สำคัญของเครื่อง Gas chromatography วัสดุที่ใช้ผลิตคอลัมน์มีหลายชนิด เช่น ทองแดง เหล็กสแตนเลส อลูมิเนียม หรือแก้ว ลักษณะของคอลัมน์อาจเป็นเส้นตรง โค้ง หรือขดเป็นวง วัสดุที่ใช้ผลิตคอลัมน์ต้องมีความเหมาะสมกับตัวอย่างสารที่นำมาวิเคราะห์ เช่น คอลัมน์ที่ผลิตด้วยแก้วเหมาะสำหรับการวิเคราะห์สารเกือบทุกชนิด ยกเว้นสารที่สามารถกัดกร่อน คอลัมน์ที่ผลิตจากเหล็กสแตนเลสเหมาะสำหรับสารพวกไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbon) และสารที่มีขี้ผึ้ง ส่วนคอลัมน์ผลิตจากทองแดงและอลูมิเนียมจะใช้ไม่ดีกว่าการแยกสาร

พวก Amine, Acetylene, Terpene และ Steroid เพราะออกไซด์ของโลหะเหล่านี้จะเป็นตัวดูดซับทำให้เกิดการยึดเกาะขึ้น อาจเกิด Tailing peak ได้ และอาจทำปฏิกิริยาทางเคมีกับสารที่วิเคราะห์ไม่วาทกรรมใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุเปลี่ยนแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คอลัมน์ที่มีความยาวมากอาจจะใช้แยกสารได้ดีเนื่องจากมีจำนวน Theoretical plate มาก ส่งผลให้มีประสิทธิภาพของคอลัมน์เพิ่มขึ้น แต่ความยาวของคอลัมน์ก็ไม่ควรยาวมากเกินไปเพราะ อาจเกิดความดันย้อนกลับมาเพิ่มขึ้น ทำให้การฉีดสารเข้าสู่ตัวเครื่องทำได้ยาก และการแยกของสาร อาจลดลง เพราะสารประกอบที่จะแยกออกจากคอลัมน์ต้องเวลานานขึ้นและ Chromatogram มีพีค (Peak) กว้างขึ้น

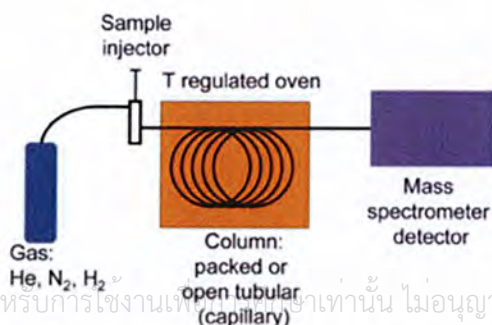
4. เครื่องตรวจวัด (Detector) เป็นเครื่องที่ตรวจวัดปริมาณสารตัวอย่างที่ถูกแยกด้วยคอลัมน์ และมีก๊าซพาที่นำสารเข้าสู่เครื่องตรวจวัด โดยทั่วไปเครื่องตรวจวัดจะต้องมีความร้อนพอที่จะระเหย สารตัวอย่าง และผ่านออกไปได้โดยไม่มีสารตกค้าง ซึ่งอุณหภูมิของเครื่องตรวจวัดต้องสูงกว่าอุณหภูมิ ของคอลัมน์ โดยคุณสมบัติของเครื่องตรวจวัดที่ดีมี ดังนี้

1. มีความไวสูง (High sensitivity)
2. มีสัญญาณรบกวนน้อย (Low noise level)
3. มีการตอบรับที่มีความเป็นเส้นตรง (Linearity of response) กว้าง
4. วัดสารได้ทุกชนิด และไม่ทำลายตัวอย่างสารที่วิเคราะห์
5. ไม่ไวต่อการเปลี่ยนแปลงความดันของก๊าซหรืออุณหภูมิ และไม่เกิดปฏิกิริยาต่อก๊าซพา
6. มีความแม่นยำสูง (High reproducibility) คือ ผลที่ได้จากเครื่องตรวจวัดจะต้อง เหมือนกันทุกครั้ง เมื่อใช้สารตัวอย่างที่วิเคราะห์ชนิดเดียวกัน
7. มีราคาถูก

#### 2.14.2 เทคนิค Gas Chromatography - Mass Spectrometry หรือ GC-MS [52]

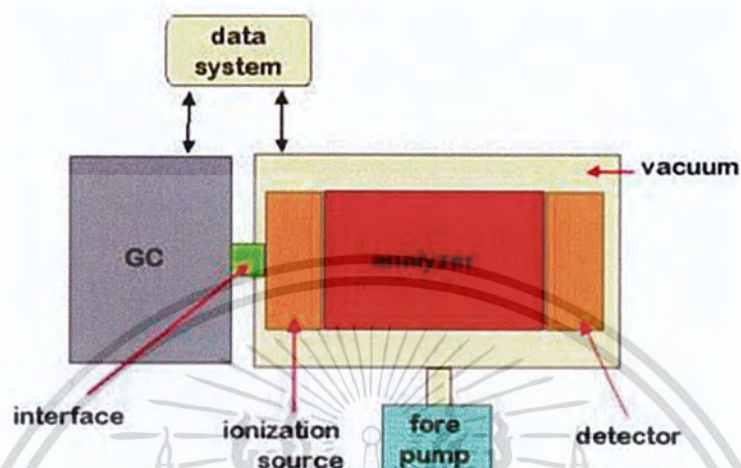
GC-MS เป็นเทคนิคที่นิยมนำมาใช้เนื่องจากสามารถทำนายชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ใน สารได้ค่อนข้างแม่นยำ โดยอาศัยการเปรียบเทียบ fingerprint ของเลขมวล (mass number) ของ สารตัวอย่างกับข้อมูลที่มีอยู่ และยังเป็นเทคนิคที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณ (quantitative analysis) และ เชิงคุณภาพ (qualitative analysis)

เครื่องมือนี้ประกอบไปด้วย 2 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่ 1 เครื่อง GC (Gas chromatography) ทำหน้าที่แยกองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ส่วนที่ 2 คือ เครื่อง MS (Mass spectrometry) ทำหน้าที่ เป็น detector ในการตรวจสอบองค์ประกอบสารตัวอย่างที่ได้จากเครื่อง GC ว่ามีเลขมวล (mass number) เป็นเท่าไร ซึ่งใช้ในการทำนายว่า สารที่เราสนใจอยู่นั้นประกอบด้วยองค์ประกอบชนิด ใดบ้าง และมีปริมาณเท่าไร แสดงดังรูปที่ 2.29



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามทำซ้ำหรือเผยแพร่ซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาต  
รูปที่ 2.29 แผนภาพของเครื่อง GC-MS [52]

MS (Mass spectrometry) เป็น detector ที่ใช้ตรวจวัดองค์ประกอบของสารตัวอย่าง โดยมีกลไกการทำงานดังนี้ โมเลกุลขององค์ประกอบที่ถูกแยกออกมาจากสารตัวอย่างด้วยเครื่อง GC จะถูก ionize ในสถานะที่เป็นสุญญากาศ แล้วตรวจวัดออกมาเป็นเลขมวล (mass number) เทียบกับข้อมูลอ้างอิง แล้วแปลผลออกมาเป็นชื่อขององค์ประกอบแสดงดังรูปที่ 2.30



รูปที่ 2.30 เครื่อง GC ที่ต่อกับ MS [52]

#### 2.14.2.1 การทำงานของเครื่อง GC-MS [52]

เมื่อสารตัวอย่างถูกฉีดเข้าสู่ injector ของเครื่อง GC สารตัวอย่างจะถูกแยกออกเป็นองค์ประกอบต่าง ๆ โดยตัวอย่างที่จะนำมาฉีดนั้นต้องเป็นสารละลายใสไม่มีตะกอน จากนั้นองค์ประกอบที่ถูกแยกออกมาจาก column ก็จะผ่านเข้าไปในส่วนหนึ่งของเครื่อง MS ถูก ionize ให้กลายเป็นประจุ จากนั้นประจุเหล่านี้ก็จะผ่านเครื่องคัดเลือกและแยกแยะขนาดของประจุ (mass analyzer) และเข้าสู่เครื่องตรวจวัดปริมาณประจุ (detector) เพื่อตรวจหาปริมาณของประจุแล้วแปลผลออกมาเป็นปริมาณขององค์ประกอบแต่ละตัวที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

#### 2.14.2.2 ข้อดีของเครื่อง GC-MS

1. สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งแบบทั่วไปและแบบเฉพาะเจาะจง
2. ให้ sensitivity ที่สูง
3. สามารถบ่งชี้ถึงชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้
4. สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและเชิง คุณภาพ

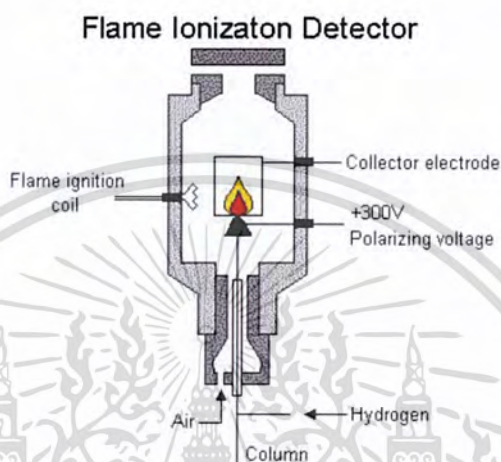
#### 2.14.2.3 ข้อเสียของเครื่อง GC-MS

1. ราคาแพง
2. ค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาเครื่องสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.14.3 เทคนิค Gas Chromatography – Flame Ionization Detector หรือ GC-FID

Flame ionization detector (FID) ใช้วิเคราะห์สารประกอบอินทรีย์ทุกชนิดที่สามารถเกิดการไอออไนซ์ (ionization) ได้ในเปลวไฟ โดยทำให้เกิดกระแสของไอออนที่สะสมอยู่ระหว่างขั้วที่มีประจุตรงข้ามกัน 2 ขั้วตามปริมาณของไอออนที่เกิดขึ้น และถ้ากระแสที่เกิดขึ้นมีปริมาณน้อยจะต้องใช้เครื่องอิเล็กทรอนิกส์ที่ซับซ้อนขึ้นสำหรับขยายให้กระแสมีปริมาณไฟฟ้ามากขึ้นเพื่อที่จะสามารถตรวจวัดได้ [53] โดยโครงสร้างของ detector มีรูปร่าง แสดงดังรูปที่ 2.31



รูปที่ 2.31 องค์ประกอบของ Flame ionization detector (FID) [53]

Detector ชนิด FID มีความสามารถในการตรวจวัดสารตัวอย่างอินทรีย์ที่สามารถระเหยเป็นไอได้เกือบทุกชนิด ยกเว้นสารประกอบที่ถูกออกซิไดซ์มาแล้ว เช่น Carbonyl และ Carboxyl group ส่วนสารประกอบอินทรีย์จะไม่สามารถวัดได้ด้วยดีเทคเตอร์ชนิดนี้ แสดงดังรูปที่ 2.32

Inert gas	: He, Ne, Ar, Kr, Xe
Inorganic compound	: N <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O, NO <sub>x</sub> , Organic halide, CO, NH <sub>3</sub>

รูปที่ 2.32 สารประกอบที่ไม่ไวต่อดีเทคเตอร์ชนิด Flame ionization detector (FID)

## 2.15 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.15.1 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัลไซต์ร่วมกับโลหะไอออนสังกะสีโดยให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ (Microwave Assisted Synthesis of Glycerol Carbonate over Zinc Incorporated Mesoporous Hydrotalcite Catalyst)

Piyush Gupta และคณะ(2008) ได้ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัลไซต์ (Hydrotalcite) ด้วยไอออนสังกะสี แมกนีเซียมและอลูมิเนียมที่มีอัตราส่วนแตกต่างกันด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ภายใต้ระบบไมโครเวฟ แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD, FT-IR, SEM, TEM และ physicochemical หลังจากนั้นก็นำตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำปฏิกิริยาโดยใช้กลีเซอรอลและยูเรียเป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาใน

ขวด 3 คอ (three neck round bottom flask) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ที่สภาวะแตกต่างกัน (เวลา, อุณหภูมิ, ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาและปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา) ภายใต้ระบบไมโครเวฟโดยมีการเติมแก๊สเฉื่อย(แก๊สไนโตรเจน) เข้าไปด้วย เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยานำผลิตภัณฑ์ที่ได้เติม ไดเมทิลฟอร์มามาไมด์ (Dimethylformamide; DMF) ปริมาณ 10 มิลลิลิตรแล้วนำเข้าสู่อุปกรณ์เหวี่ยง (Centrifuged) เพื่อแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ จากนั้นระเหยไดเมทิลฟอร์มามาไมด์ออกโดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุน IKA แล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้วิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัลไซต์ที่มีอัตราส่วน Zn:Mg:Al ที่ 9.6:1.2:1 หรืออัตราส่วนของสังกะสี (Zn) สูง (HT-1C) ที่สภาวะ อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้นกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์ของกลีเซอรอล เป็นเวลา 1 ชั่วโมงอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ให้ค่าเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 74 เปอร์เซ็นต์และการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 85 เปอร์เซ็นต์ [23]

**2.15.2 การเพิ่มมูลค่ากลีเซอรอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ขึ้นมาใหม่สำหรับการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตผ่านปฏิกิริยาไกลเซโรไลซิสของยูเรีย (Valorization of bio-glycerol: New catalytic materials for the synthesis of glycerol carbonate via glycerolysis of urea)**

Michele Aresta และคณะ (2009) ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยาไกลเซโรไลซิส (Glycerolysis) ของยูเรีย ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาหลากหลายชนิด แต่จะเน้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีชื่อว่า  $\gamma$ -Zirconium phosphate (ZP) โดยตัวเร่งปฏิกิริยาตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค  $\text{NH}_3$ -TPD,  $\text{CO}_2$ -TPD และ FT-IR จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์โดยมีกลีเซอรอลและยูเรียเป็นสารตั้งต้น ทำในระบบสุญญากาศ (Vacuum system) เพื่อกำจัดและจับแอมโมเนียที่เกิดขึ้น ภายใต้การปั่นกววน เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาทำให้อยู่ในอุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการสกัดกลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวทำละลายที่ไม่ละลายกลีเซอรอลหรือยูเรียแล้วนำผลิตภัณฑ์วิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-MS), FT-IR และ NMR จากการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\gamma$ -Zirconium phosphate (ZP) ที่ผ่านการเผา 773 เคลวิน (500 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่สภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 0.0302 กรัม เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 418 เคลวิน (145 องศาเซลเซียส) ให้ค่าเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 80 เปอร์เซ็นต์ [54]

**2.15.3 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน และปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันโดยตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัลไซต์ (Chemicals from biomass: Synthesis of glycerol carbonate by transesterification and carbonylation with urea with hydrotalcite catalysts. The role of acid–base pairs)**

Maria J. และคณะ (2010) ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยทำปฏิกิริยาอยู่ 2 วิธีคือปฏิกิริยาทรานส์คาร์บอนเนชัน (Transcarbonation) และปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (carbonylation) ซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไฮโดรทัลไซต์ (Hydrotalcite) ในการศึกษาได้สังเคราะห์

ตัวเร่งปฏิกิริยาหลากหลายชนิดและแต่ละชนิดก็ใช้วิธีที่ต่างกันออกไปแล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD, FT-IR และ XPS วิธีที่ 1 ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน ระหว่างเอทิลีนไกลคอล คาร์บอเนต (Ethylene glycol carbonate) กับกลีเซอรอล การทดลองจะทำในเครื่องปฏิกรณ์แบบแก้วที่ติดตั้งระบบคอนเดนเซอร์ เติมน้ำตั้งต้นลงในเครื่องปฏิกรณ์พร้อมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการเผาที่ 450 องศาเซลเซียส จากนั้นระบบจะทำการปั่นกววนและให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการซึ่งปราศจากตัวทำละลายภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยา ระบบจะนำผลิตภัณฑ์ออกจากเครื่องปฏิกรณ์ออกมาเป็นระยะและนำผลิตภัณฑ์มาแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกด้วยการแยกแล้วนำไปวิเคราะห์ พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา HTc-MgO.25 ( ตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัล-แมกนีเซียมออกไซด์( $Al_2O_3$ -MgO) ที่มีอัตราส่วนของ Al: Al+Mg เป็น 0.25 และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง) มีอัตราส่วนของเอทิลีนไกลคอล คาร์บอเนตต่อกลีเซอรอล เป็น 2:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ได้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 85 เปอร์เซ็นต์ ผลิตภัณฑ์กลีเซอรอล-คาร์บอเนต (Yield) 82 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 96 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนตแต่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาค่อนข้างนาน ทางผู้วิจัยจึงได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาแบบออกไซด์ผสมที่ใช้อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาต่ำและใช้เวลาน้อย พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา AlCaMO (Al/Ca-mixed oxide, สารผสมของ  $CaCO_3$  และ  $Al(OH)_3$  ผ่านการเผาที่ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง) ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 89 เปอร์เซ็นต์ ผลิตภัณฑ์กลีเซอรอลคาร์บอเนต (Yield) 87 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 98 เปอร์เซ็นต์ ที่สภาวะอัตราส่วนของเอทิลีนไกลคอล คาร์บอเนตต่อกลีเซอรอลเป็น 2:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ส่วนวิธีที่ 2 คือ ปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันทำปฏิกิริยาในขวดก้นกลมปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยท่อข้างหนึ่งต่อยุ่กับระบบสุญญากาศ เปิดระบบสุญญากาศเป็นเวลา 10 นาทีให้แก๊สเซอร์อลที่อยู่ในขวดก้นกลม หลังจากนั้นเติมยูเรียและเติมตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์ของกลีเซอรอลเริ่มต้น ทำการปั่นกววนที่อัตรา 300 รอบต่อนาทีพร้อมให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการภายใต้การลดความดันและปราศจากตัวทำละลาย เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยาเติมเมทานอลและกรองตัวเร่งปฏิกิริยาแยกออกจากผลิตภัณฑ์แล้วนำไปวิเคราะห์ พบว่าที่อัตราส่วนกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ภายใต้ความดัน 30 ทอร์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา HTc-Zn (ตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรทัล-ซิงค์ออกไซด์ (Zn-Al mixed oxide) ผ่านการเผาที่ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง) ให้ผลดีที่สุดคือให้ค่าเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 82 เปอร์เซ็นต์ ผลิตภัณฑ์กลีเซอรอลคาร์บอเนต (Yield) 72 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 88 เปอร์เซ็นต์ [55]

#### 2.15.4 ศึกษาเรื่องประสิทธิภาพในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอล

และยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสแลนทานัมออกไซด์ (Efficient synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea with lanthanum oxide as a solid base catalyst)

Liguo Wang และคณะ (2011) ศึกษาเรื่องประสิทธิภาพในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเบส แลนทานัมออกไซด์ (Lanthanum Oxide:  $\text{La}_2\text{O}_3$ ) ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาจะสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน (Precipitation) ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสภาวะแตกต่างกัน แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค BET, XRD, XPS, FT-IR, และ  $\text{CO}_2$ -TPD หลังจากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำปฏิกิริยา โดยมีกลีเซอรอลและยูเรียเป็นสารตั้งต้นในอัตราส่วนโมล 2:1 ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.06 กรัมของ  $\text{La}_2\text{O}_3$  ที่ผ่านการเผา 600 องศาเซลเซียส ( $\text{La}_2\text{O}_3$ -600) ทำปฏิกิริยาในขวดก้นกลมปริมาตร 50 มิลลิลิตรพร้อมอุปกรณ์ควบแน่น (Condenser) ภายใต้สภาวะความดัน 3 กิโลปาสคา อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาเจือจางด้วยเอทานอลเพื่อลดความหนืดของผลิตภัณฑ์และนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-MS) พบว่าในการทดลองให้ผลิตภัณฑ์สูงถึง (yield) 89.1 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 98.6 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แล้วมาทำการใช้ซ้ำพบว่าเมื่อใช้ซ้ำถึงครั้งที่ 6 จะให้ผลิตภัณฑ์ลดลงเหลือ (yield) 84.3 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดลดลงเหลือ (Selectivity) 97.1 เปอร์เซ็นต์ [56]

#### 2.15.5 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ดีบุก-ทังสแตน ออกไซด์ผสม (Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea over tin-tungsten mixed oxide catalysts)

K. Jagadeeswaraiyah และคณะ (2014) ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ดีบุก-ทังสแตน ออกไซด์ผสม (tin-tungsten mixed oxide: Sn-W mixed oxide) ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาจะสังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสภาวะแตกต่างกัน แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR, Laser Raman, XRD, UV-Vis DRS, BET และ  $\text{NH}_3$ -TPD จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำปฏิกิริยา โดยมีกลีเซอรอลและยูเรียเป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาในขวดก้นกลม 2 คอ (two neck round bottom flask) ปริมาตร 25 มิลลิลิตร แล้วให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาและเวลาที่แตกต่างกัน พร้อมบันทึกเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยทำปฏิกิริยาภายใต้การลดความดัน เพื่อกำจัดแอมโมเนียที่เกิดขึ้น หลังจากปฏิกิริยาดำเนินครบตามเวลาที่กำหนด ทำการเติมเมทานอลและแยกตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการกรอง แล้วนำผลิตภัณฑ์ไปทำการวิเคราะห์ผล จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา Sn-W mixed oxide ที่มีอัตราส่วนโมล Sn:W ที่ 2:1 ซึ่งผ่านการเผา (calcined) 500 องศาเซลเซียส ให้ค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล 52.1 เปอร์เซ็นต์ ผลิตภัณฑ์ (yield) 49.7 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 95.3 เปอร์เซ็นต์ โดยดำเนินปฏิกิริยาที่สภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:1 มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 200 มิลลิกรัม ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง [57]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.15.6 ศึกษาความเข้าใจในเรื่องพื้นที่และโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสแตนออกไซด์ที่อยู่บนตัวรองรับดีบุกออกไซด์สำหรับการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล (Understanding the surface and structural characteristics of tungsten oxide supported on tin oxide catalysts for the conversion of glycerol)

M SRINIVAS และคณะ (2015) ศึกษาความเข้าใจในเรื่องพื้นที่และโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสแตนออกไซด์ที่อยู่บนตัวรองรับดีบุกออกไซด์ (Tungsten oxide supported on tin oxide:  $WO_3/SnO_2$ ) สำหรับการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผู้วิจัยสังเคราะห์ด้วยวิธีจุ่มซุบ (Impregnation) ที่มีสภาวะแตกต่างกัน แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD,  $NH_3$ -TPD และ XPS หลังจากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้เข้าทำปฏิกิริยาซึ่งงานวิจัยนี้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล โดยศึกษาอยู่ 2 ปฏิกิริยา ปฏิกิริยาที่ 1 คือปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน (Etherification) ระหว่างกลีเซอรอลกับบิวทานอล (tert-butanol) ทำปฏิกิริยาในหม้อหนึ่งความดันแบบอัลลอยด์ขนาด 100 มิลลิลิตร โดยสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกใส่ในหม้อหนึ่งความดันในปริมาณที่กำหนดแล้วล้างด้วยแก๊สไนโตรเจน 3 ครั้ง เมื่อล้างเสร็จแล้วเครื่องปฏิกรณ์จะถูกทำให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ ซึ่งในระหว่างการทำปฏิกิริยา ความดันจะเพิ่มขึ้นโดยอัตโนมัติ และเมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยาจะได้ผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในแก๊สเฟสถูกเก็บในถุงแก๊สและผลิตภัณฑ์เฟสของเหลวถูกแยกออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการกรอง หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ในเฟสของเหลวไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-MS) ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมี 3 ชนิด คือ Mono tert-butyl glycerol ethers (ME), Di tert-butyl glycerol ethers (DE), Tri tert-butyl glycerol ethers (TE) โดยผลิตภัณฑ์หลักของการทำปฏิกิริยานี้คือ Mono tert-butyl glycerol ethers จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา  $WO_3/SnO_2$  ที่มี  $WO_3$  ร้อยละ 5 บน  $SnO_2$  และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 773 เคลวิน (500 องศาเซลเซียส) ทำปฏิกิริยาที่สภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อบิวทานอลเป็น 1:9 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 21.4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 393 เคลวิน (120 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ให้การเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (conversion) 88.8 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดเป็น Mono tert-butyl glycerol ethers 87.8 เปอร์เซ็นต์ ส่วนปฏิกิริยาที่ 2 คือ ปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชัน (Carbonylation) ระหว่างกลีเซอรอลกับยูเรียโดยทำปฏิกิริยาในขวดก้นกลม 2 คอ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร (two neck round bottom flask) มีปริมาณกลีเซอรอล 2 กรัม ยูเรีย 2 กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 กรัมของตัวเร่งปฏิกิริยา  $WO_3/SnO_2$  ที่มี  $WO_3$  5 เปอร์เซ็นต์บน  $SnO_2$  และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 773 เคลวิน (500 องศาเซลเซียส) พร้อมปั่นกวนและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 413 เคลวิน (140 องศาเซลเซียส) ภายใต้ความดันลดเพื่อกำจัดแอมโมเนียที่เกิดขึ้น เมื่อสิ้นสุดตามเวลาที่กำหนด(4 ชั่วโมง) เติมนเมทานอลและทำการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาจากผลิตภัณฑ์ด้วยการกรองแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-MS) พบว่าให้ค่าการเปลี่ยนแปลง กลีเซอรอล (conversion) 40.4 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต (Selectivity) 85.4 เปอร์เซ็นต์ [58]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.15.7 การสังเคราะห์การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลผลิตภัณฑ์พลอยได้ของไบโอดีเซลและยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Amberlyst15 (The Synthesis of Glycerol Carbonate from Biodiesel By product Glycerol and Urea over Amberlyst 15)

Reviana Inda Dwi Suyatmo และคณะ (2016) ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Amberlyst15 ในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจะทำในสภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียและปริมาณความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันโดยทำได้จากการนำกลีเซอรอลผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยา Amberlyst15 ในขวดก้นกลม 3 คอ แล้วทำการรีฟลักซ์ ที่สภาวะอัตราการปั่นกววนที่แตกต่างกัน (370, 525, 700 รอบต่อนาที) จากนั้นปรับฮีตเตอร์ (Heater) ให้ความร้อนที่ 150 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาภายในขวดก้นกลมสูงถึง 120 องศาเซลเซียส ทำการเติมยูเรียลงในขวดก้นกลมและกำหนดให้เป็นเวลาของจุดเริ่มต้นในการทำปฏิกิริยา (ซึ่งเมื่อเติมยูเรียลงไปขวดก้นกลมแล้วจะส่งผลให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาภายในขวดก้นกลมลดลงเหลือประมาณ 90 องศาเซลเซียสให้ทำการปล่อยให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาภายในขวดก้นกลมเพิ่มขึ้นจนกว่าจะคงที่ (120 องศาเซลเซียส) และทำการบันทึกอุณหภูมิทุกๆ 15 นาทีและเก็บตัวอย่างทุกๆ 1 ชั่วโมง โดยดำเนินการทำปฏิกิริยาทั้งหมดเป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวอย่างทำการวิเคราะห์หาปริมาณกลีเซอรอลด้วยการไตเตรตและวิเคราะห์หา กลีเซอรอลคาร์บอเนตด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC-MS) จากการทดลองพบว่าที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:1 ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา Amberlyst15 3 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) 62.76 เปอร์เซ็นต์ ส่วนสภาวะของอัตราการปั่นกววนจะไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอล (Conversion) และเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาไปทดลองการใช้ซ้ำพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้สามารถใช้ซ้ำได้อย่างน้อยเพียง 3 ครั้ง [59]

2.15.8 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียโดยให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ (Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea)

Lujun Zhang และคณะ(2018) ได้ทำการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียภายใต้การฉายรังสีด้วยไมโครเวฟและปราศจากตัวทำละลาย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด 4 ชนิด ได้แก่ ซิงค์ซัลเฟต ( $ZnSO_4$ ), ซิงค์คลอไรด์ ( $ZnCl_2$ ), คอปเปอร์ซัลเฟต ( $CuSO_4$ ) และแมกนีเซียมซัลเฟต ( $MgSO_4$ ) ซึ่งในการดำเนินปฏิกิริยาทำได้โดยการเติมสารตั้งต้น (กลีเซอรอลและยูเรีย) และตัวเร่งปฏิกิริยาลงในขวดก้นกลมที่สภาวะแตกต่างกัน พร้อมทั้งติดตั้งเทอร์โมคัปเปิลเพื่อวัดอุณหภูมิของสารผสม จากนั้นนำขวดก้นกลมไปติดตั้งในเครื่องไมโครเวฟโดยดำเนินปฏิกิริยาที่ 15 กิโลวัตต์ (ควบคุมโดยปั๊มสุญญากาศ), อุณหภูมิและกำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟที่สภาวะแตกต่างกัน โดยมีอัตราการปั่นกววนคงที่ เมื่อสิ้นสุดดำเนินปฏิกิริยาแล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องและเจือจางด้วยเอทานอลเพื่อลดความหนืด จากนั้นทำการแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuged) แล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC) จากการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา  $ZnSO_4$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพที่ดีที่สุด ซึ่งทำในสภาวะที่มีอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:1 ความเข้มข้น

ตัวเร่งปฏิกิริยา 2.8 เปอร์เซ็นต์โดยโมลของกลีเซอรอล เป็นเวลา 100 นาที ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส โดยใช้กำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟ 600 วัตต์ ให้ผลผลิตของกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Yield) 90 เปอร์เซ็นต์ [24]

2.15.9 การเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอเนตจากการทำปฏิกิริยากลิเซอรอลไลซิสของยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีการเผาไหม้ (Selective glycerolysis of urea to glycerol carbonate using combustion synthesized magnesium oxide)

Godfree P. และคณะ (2018) ได้ทำการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยากลิเซอรอลไลซิส (glycerolysis) ของยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้ จากนั้นนำไปตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM, XRD, TPD และ  $N_2$  adsorption-desorption แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้เข้าทำปฏิกิริยาในเครื่องแก๊วคววนเชิงกลโดยดำเนินปฏิกิริยาที่สภาวะของอัตราส่วนโมลกลีเซอรอลต่อยูเรีย, อัตราการปั่นกววน, การไหลตัวเร่งปฏิกิริยา, อุณหภูมิและเวลาที่แตกต่างกัน ซึ่งในการดำเนินปฏิกิริยาจะทำการเติมแก๊สไนโตรเจนที่อัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาทีพร้อมทั้งติดตั้ง thermostatic เพื่อควบคุมอุณหภูมิของการทำปฏิกิริยา จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมออกไซด์ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล (Conversion) 70 เปอร์เซ็นต์ และการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 100 เปอร์เซ็นต์ ที่สภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1.5 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.03 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่อัตราการปั่นกววน 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมง อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้สามารถฟื้นฟูได้ง่ายและใช้ซ้ำได้โดยยังคงอยู่ในสภาพเดิม [60]

2.15.10 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Zn-Sn และ Al-Sn สำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียเพื่อผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Synthesis of solid acid-base catalysts based on Zn-Sn and Al-Sn used for carbonylation of glycerol with urea into glycerol carbonate)

Ba Khiem Nguyen และคณะ (2018). ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Zn-Sn และ Al-Sn โดยการรวมกันของสองวิธีคือวิธีตกตะกอนร่วมและวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาตรวจเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้เข้าทำปฏิกิริยาที่สภาวะแตกต่างกันและเมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยาให้นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี (GC) จากการทดลองพบว่า ที่สภาวะอัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:1 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 5 เปอร์เซ็นต์ ของกลีเซอรอล ที่อุณหภูมิ 145 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้ผลการทดลองที่ต่างกันโดยตัวเร่งปฏิกิริยา Zn-Sn จะให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล (Conversion) 88.5 เปอร์เซ็นต์ การเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 86.9 เปอร์เซ็นต์ และผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Yield) 77.0 เปอร์เซ็นต์ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา Al-Sn จะให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล (Conversion) 78.8 เปอร์เซ็นต์ การเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Selectivity) 74.1 เปอร์เซ็นต์และผลผลิตกลีเซอรอลคาร์บอเนต (Yield) 58.4 เปอร์เซ็นต์ [61]

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเกี่ยวกับอุปกรณ์ สารเคมี วิธีการทดลองและวิธีการวิเคราะห์ผลการทดลอง

#### 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

##### 3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ทดลอง

- |  |  |
|--|--|
| 1. ขวดกั้นกลมขนาด 100 ml                           | 9. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 10, 25 และ 50 ml |
| 2. คอนเดนเซอร์ (Condenser)                         | 10. ปีกเกอร์ ขนาด 25, 50 และ 100 ml    |
| 3. Modified Glass 4-way claisen adaptor            | 11. ขามระเหย                           |
| 4. Rotary Evaporator bump trap                     | 12. โกร่งบดสารและที่บดสาร              |
| 5. Stream inlet tube bent                          | 13. Hot plate stirrer                  |
| 6. เครื่องไมโครเวฟ รุ่น MS23F301EAW ยี่ห้อ SAMSUNG | 14. กรวยกรอง                           |
| 7. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง                           | 15. แท่งแก้วคนสาร                      |
| 8. เครื่องอบ                                       | 16. ขวดไวโอล                           |

##### 3.1.2 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ผลการทดลอง

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส รุ่น 827 pH lab ยี่ห้อ Metrohm
2. แก๊สโครมาโตกราฟีสเปกโทรสโกปี (Gas Chromatography)
  - 2.1 GC-MS รุ่น GC= G1530N, MS= G2573A ยี่ห้อ Agilent
  - 2.2 GC-FID รุ่น CP-3800 ยี่ห้อ Varian
3. เครื่องวัดอุณหภูมิอินฟราเรด (Infrared Thermometer) รุ่น FLUKE 561 ยี่ห้อ FLUKE
4. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) รุ่น XRD-6100 บริษัท SHIMADZU
5. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) รุ่น THERMO SCIENTIFIC MODEL NICOLET 6700 บริษัท THERMO SCIENTIFIC

#### 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กลีเซอรอล ความบริสุทธิ์ 99.5% Analytical reagent บริษัท Carlo Erba Reagents
2. ยูเรีย ความบริสุทธิ์ 99.0% Analytical reagent บริษัท Carlo Erba Reagents
3. โปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเกรด laboratory บริษัท Carlo Erba Reagents

4. เมทานอล เกรด Analytical reagent บริษัท Fisher scientific

5. น้ำกลั่นบริสุทธิ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดก็ตาม หากมีข้อผิดพลาดหรือข้อสงสัยอื่นใด กรุณาแจ้งไปยังเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. น้ำปราศจากไอออน

7. ซีโอไลต์ 13X (Molecular sieve 13X) บริษัท Sigma – Aldrich

### 3.3 วิธีการทดลอง

ในบทวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากกลีเซอรอลและยูเรียโดยให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ มีกรอบแนวการศึกษาตามวัตถุประสงค์แบ่งเป็น 3 ส่วน

ส่วนที่ 1 ศึกษากำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย

ส่วนที่ 2 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

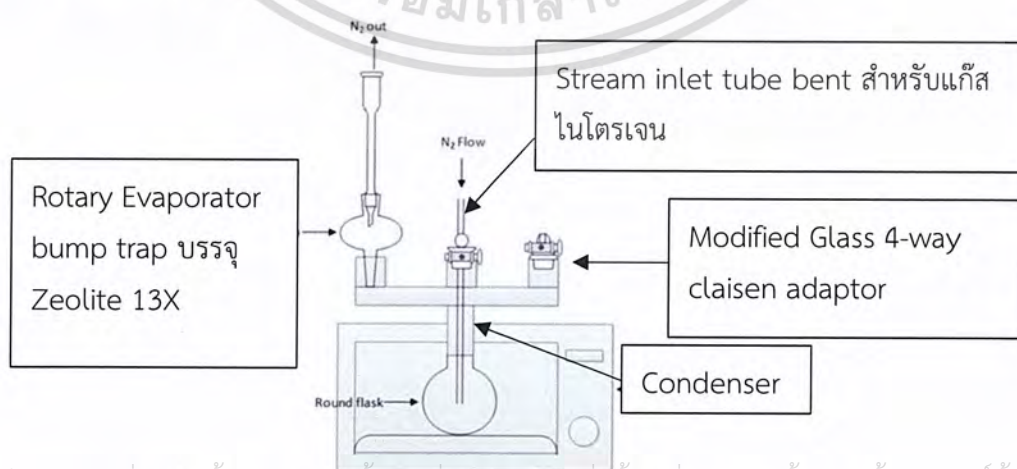
ส่วนที่ 3 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะจากการทดลองในส่วนที่ 2. ที่ดีที่สุด ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X) ในปริมาณที่ต่างกัน เพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

3.3.1 ส่วนที่ 1 ศึกษากำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย

เป็นการทดลองเพื่อหาค่ากำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิของเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียโดยศึกษาการใช้กำลังไฟฟ้า 100, 300 และ 450 วัตต์ อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลและยูเรียที่ 1:1

วิธีการทดลอง

1. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับวงวิชาการเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 3.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ชั่งกลีเซอรอล 18.4188 กรัม ผสมกับ ยูเรีย 12.012 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร
3. นำขวดก้นกลมจากข้อ 2 เข้าเครื่องไมโครเวฟที่ติดตั้งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.1
4. เปิดเครื่องไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์
5. วัดอุณหภูมิของสารภายในขวดก้นกลมด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิอินฟราเรด (Infrared Thermometer) ทุกๆ 2 นาทีจนถึงนาทีที่ 20 จากนั้นวัดทุก 5 นาที จนถึงนาทีที่ 90 พร้อมบันทึกค่าอุณหภูมิที่ได้
6. สร้างกราฟระหว่างเวลากับอุณหภูมิที่ได้จากเครื่องวัดอุณหภูมิอินฟราเรด
7. ทำซ้ำข้อที่ 2-6 โดยเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าจาก 100 วัตต์เป็น 300 วัตต์และ 450 วัตต์



### การวิเคราะห์ผลการทดลองส่วนที่ 1

เอกสารนี้เป็นจากการศึกษาพบว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียเพื่อสังเคราะห์  
 ไม่ว่างลิเซอรอลคาร์บอนेटส่วนใหญ่แล้วทำปฏิกิริยาได้ดีในช่วงอุณหภูมิ 140–160 องศาเซลเซียส ดังนั้นใช้

เมื่อได้ข้อมูลจากการทดลองใน ส่วนที่ 1 แล้ว ผู้วิจัยจะทำการพิจารณาว่ากำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟที่ 100, 300 และ 450 วัตต์ มีอุณหภูมิอยู่ในช่วงที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาหรือไม่ แล้วนำข้อมูลที่ได้ไปศึกษาใน ส่วนที่ 2

3.3.2 ส่วนที่ 2 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

ในการทดลองนี้จะเป็นการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยทำปฏิกิริยาที่สภาวะแตกต่างกัน ดังนี้ แสดงดังตารางที่ 3.2

1. อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่ 1:0.5, 1:1 และ 1:2
2. กำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟที่ 450 วัตต์ (ผลการทดลองจากส่วนที่ 1)
3. เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ 30, 45 และ 60 นาที

#### วิธีการทดลอง

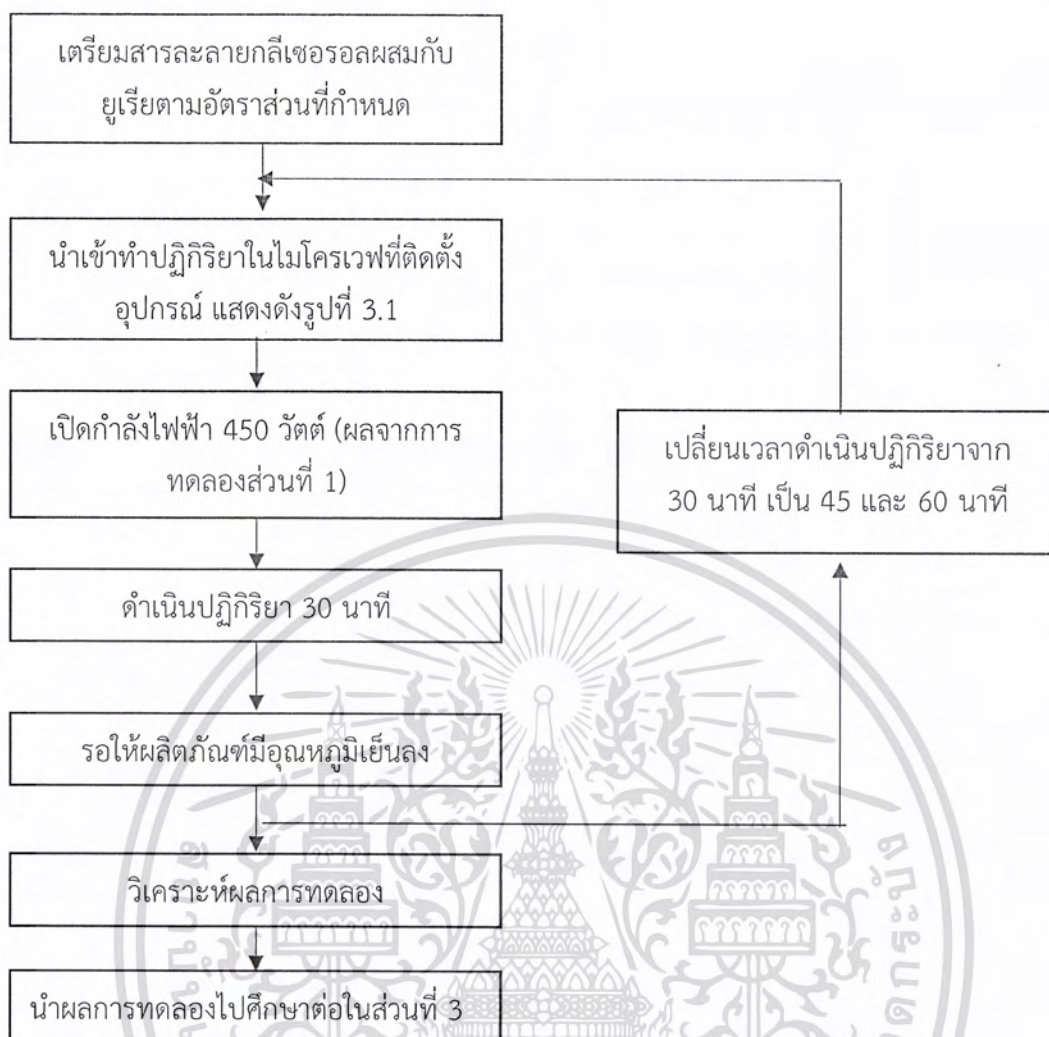
1. เตรียมสารละลายกลีเซอรอลผสมกับยูเรียตามอัตราส่วนที่กำหนด แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อยูเรียสำหรับการทดลองส่วนที่ 2

อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย	กลีเซอรอล (กรัม)	ยูเรีย (กรัม)
1:0.5	18.4188	6.006
1:1	18.4188	12.012
1:2	18.4188	24.024

2. นำสารละลายที่เตรียมได้ ใส่ในเครื่องไมโครเวฟที่ติดตั้งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.1
3. เปิดเครื่องไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์
4. ดำเนินปฏิกิริยาเป็นเวลา 30 นาที
5. สิ้นสุดการดำเนินปฏิกิริยา รอให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ เย็นตัวลง
6. วิเคราะห์ผลการทดลอง
8. ทำซ้ำข้อที่ 3-5 โดยเปลี่ยนระยะเวลาในการดำเนินปฏิกิริยาจาก 30 นาทีเป็น 45 และ 60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ตารางที่ 3.2 สภาวะสำหรับการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนโดยไมใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

กำลังไฟฟ้าไมโครเวฟ (วัตต์)	อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย	เวลา (นาที)
450	1:0.5	30
		45
		60
	1:1	30
		45
		60
	1:2	30
		45
		60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 ส่วนที่ 3 ศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะจากการทดลองในส่วนที่ 2. ที่ดีที่สุด ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X) ในปริมาณที่ต่างกัน เพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

ในส่วนที่ 3 จะเป็นการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตโดยใช้ตัวเร่ง  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และดำเนินปฏิกิริยาในสภาวะที่ดีที่สุดจากการศึกษาในส่วนที่ 2 ซึ่งทำปฏิกิริยาดังนี้

1. เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 20, 30 และ 40 นาที เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่ออุณหภูมิผู้วิจัยจึงลดเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาลงเพื่อให้อุณหภูมิอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกับการทดลองส่วนที่ 2 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 (จากผลการทดลองส่วนที่ 2)

2. เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาที่ดีที่สุดจากข้อที่ 1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 (จากผลการทดลองส่วนที่ 2)

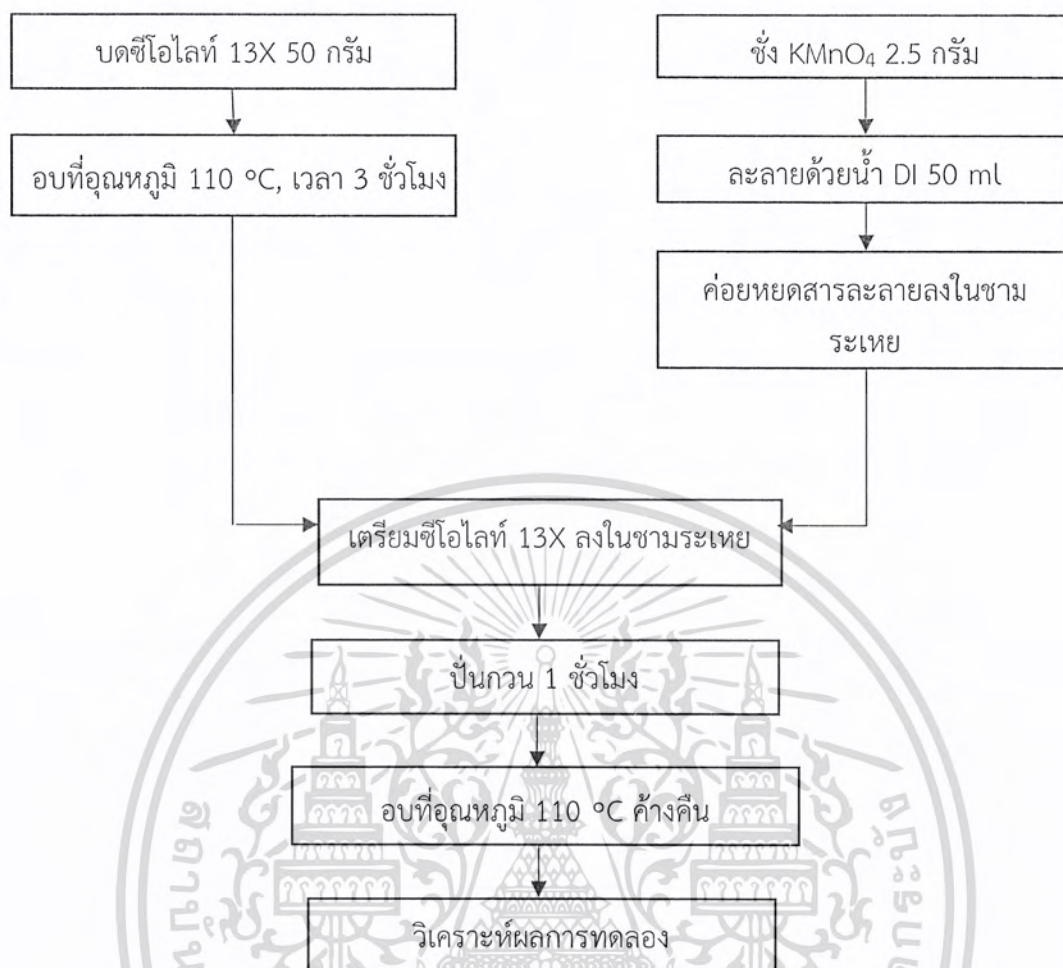
3. เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาที่ดีที่สุดจากข้อที่ 1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยาที่ดีที่สุดจากข้อ 1 หรือ 2 ที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 (จากผลการทดลองส่วนที่ 2)

#### วิธีการทดลอง

3.3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณ 50 กรัม โดยโหลด  $\text{KMnO}_4$  5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

1. เตรียมตัวรองรับโดยนำซีโอไลต์ 13X นำมาบดให้มีขนาดเท่ากัน ปริมาณ 50 กรัม
2. นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่น้ำออกจากรูพรุนของซีโอไลต์
3. ชั่งโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 2.5 กรัม แล้วมาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
4. ชั่งซีโอไลต์ 13X ที่อบแล้วมา 50 กรัม ใส่ลงในชามระเหย
5. ทำการเคลือบฝังสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ลงบนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X โดยๆค่อยๆ หยดสารละลายลงไปจนหมด
6. นำไปปั่นกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
7. นำสารที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส ค้างคืน
8. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทำการวิเคราะห์ผลการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



### 3.3.3.2 การสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และ Zeolite 13X ในสถานะที่แตกต่างกัน

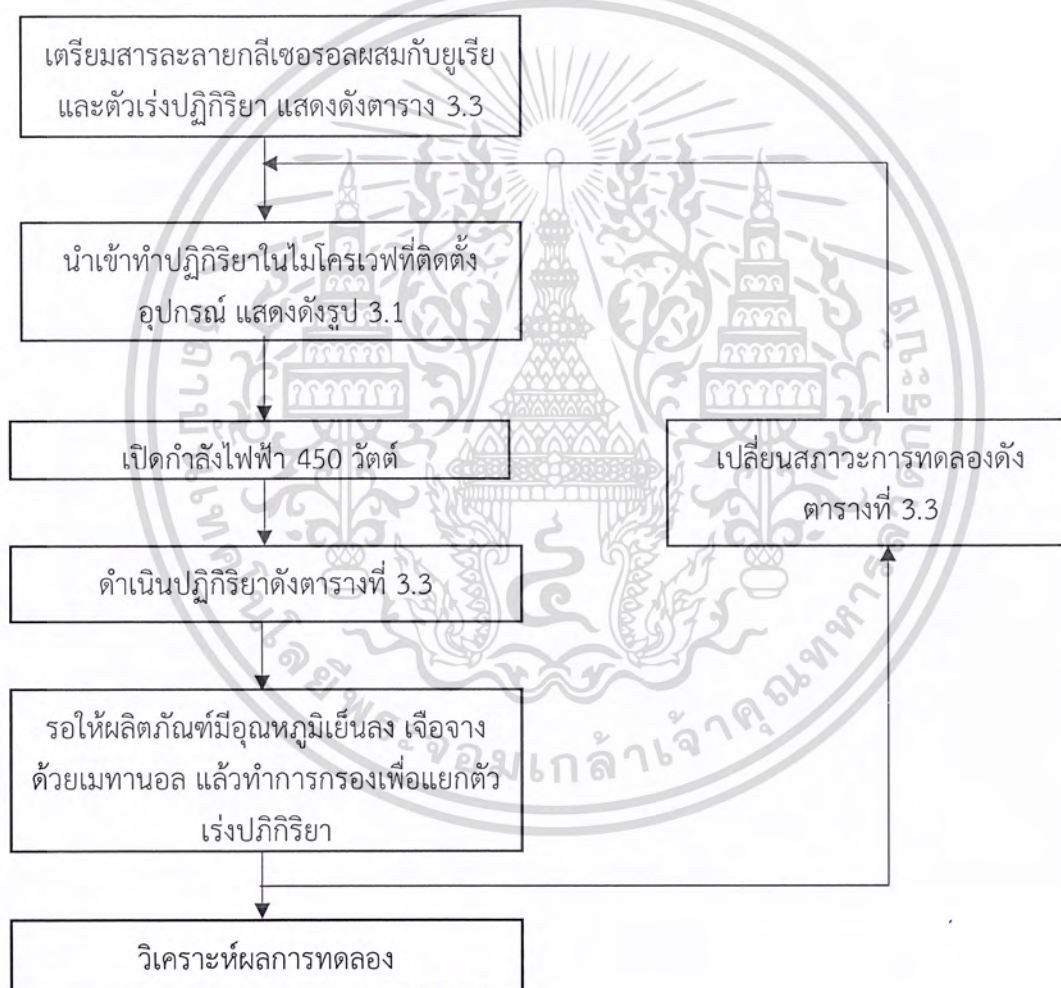
1. เตรียมสารกลีเซอรอล, ยูเรียและตัวเร่งปฏิกิริยา ตามอัตราส่วนที่แสดงดังตาราง 3.3

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนของกลีเซอรอลต่อยูเรียและปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยาสำหรับการทดลองส่วนที่ 3

อัตราส่วนโดยโมลของ กลีเซอรอลต่อยูเรีย	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ปริมาณตัวเร่งที่ โหลดเข้าทำ ปฏิกิริยา (%w/w)	ปริมาณ (กรัม)	เวลาที่ใช้ทำ ปฏิกิริยา
1:1 18.4188 g: 12.012 g	$\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X	2	0.3684	20
				30
				40
	Zeolite 13X	2	0.3684	40
				40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นต้นการค้า  
 ไม่จากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. นำสารละลายที่เตรียมได้ เข้าในเครื่องไมโครเวฟที่ติดตั้งอุปกรณ์ แสดงดังรูปที่ 3.1
3. เปิดเครื่องไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์
4. ดำเนินปฏิกิริยาเป็นเวลา แสดงดังตารางที่ 3.3
5. สิ้นสุดการดำเนินปฏิกิริยา รอให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ เย็นตัวลง เจือจางด้วยเมทานอล แล้วทำการกรองเพื่อแยกตัวเร่งปฏิกิริยา
6. วิเคราะห์ผลการทดลอง
7. ทำซ้ำข้อที่ 3-5 โดยเปลี่ยนปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา (%w/w) และชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลอง

#### 3.4.1 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลองของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X จะวิเคราะห์ผลการทดลองโดยใช้เทคนิค XRD, FTIR, และหาตำแหน่งเบสโดยใช้ pH-meter

การหาค่าตำแหน่งเบสโดยใช้เครื่อง pH-meter



รูปที่ 3.2 เครื่องวัดค่า pH (pH Meter) [40]

1. อบซีโอไลต์ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
2. เตรียมสารแขวนลอยซีโอไลต์ในน้ำปราศจากไอออนที่ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
3. ต้มสารแขวนลอย 50 องศาเซลเซียสพร้อมบับกวน 20 นาที
4. ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องและทำการกรองซีโอไลต์ออกจากสารละลาย
5. นำสารละลายที่ได้ไปวัดด้วยเครื่อง pH-meter ที่ทำการเปรียบเทียบมาตรฐานด้วยสารละลายมาตรฐานที่มีความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7 และ 14
6. เมื่อได้ค่า pH แล้วนำไปคำนวณหาตำแหน่งเบสด้วย  $\text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$

#### 3.4.2 วิธีการวิเคราะห์ผลการทดลองของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต

เทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy หรือ FTIR

ในการทดลองส่วนที่ 2 วิเคราะห์ผลการทดลองด้วย ATR-FTIR เพื่อตรวจสอบเบื้องต้นว่ากลีเซอรอลมีการเปลี่ยนแปลงเป็นกลีเซอรอลคาร์บอนเนตหรือไม่ โดยพิจารณาจากพีกของหมู่คาร์บอนิลของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ( $\text{C}=\text{O}$ ), พีกการสั่นของ O-H ของ 2-hydroxyethyl, พีกการสั่นของ C-C stretching ของสายโซ่ 2-hydroxyethyl ซึ่งเป็นพีกเอกลักษณ์ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทคนิค Gas Chromatography – Flame Ionization Detector หรือ GC-FID

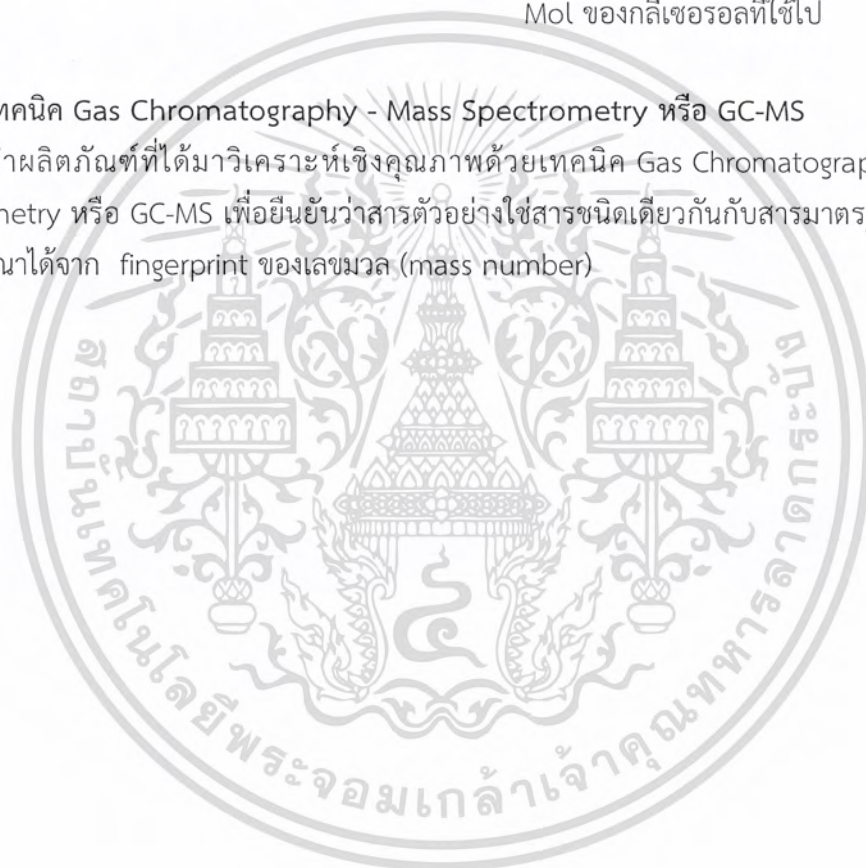
ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟีแล้วคำนวณหาค่าการเปลี่ยนแปลง (Conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต (Selectivity)

$$\text{การคำนวณ conversion ของกลีเซอรอล (\%)} = \frac{C(\text{glycerol เริ่มต้น}) - C(\text{glycerol ที่เหลือ})}{C(\text{glycerol เริ่มต้น})}$$

$$\text{ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต} = 100X \frac{\text{Mol ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่เกิดขึ้น}}{\text{Mol ของกลีเซอรอลที่ใช้ไป}}$$

เทคนิค Gas Chromatography - Mass Spectrometry หรือ GC-MS

นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเทคนิค Gas Chromatography - Mass Spectrometry หรือ GC-MS เพื่อยืนยันว่าสารตัวอย่างใช้สารชนิดเดียวกันกับสารมาตรฐานหรือไม่ โดยพิจารณาได้จาก fingerprint ของเลขมวล (mass number)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

# ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษากำล้างไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย และศึกษาการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย เพื่อศึกษาตัวแปรที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต โดยวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ผลการทดลองถูกนำเสนอและอภิปรายตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลกำล้างไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย

4.2 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

4.2.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยด้วยเครื่อง เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

4.2.2 การวิเคราะห์ค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID)

4.2.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC-MS)

4.3 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X)

4.3.1 ผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์หลักฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการสังเคราะห์

1. วิเคราะห์โครงสร้างเพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียม-เปอร์แมงกาเนตโหลดลงในซีโอไลต์ 13X ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

2. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน เพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียม-เปอร์แมงกาเนตโหลดลงในซีโอไลต์ 13X เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ (FTIR) การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

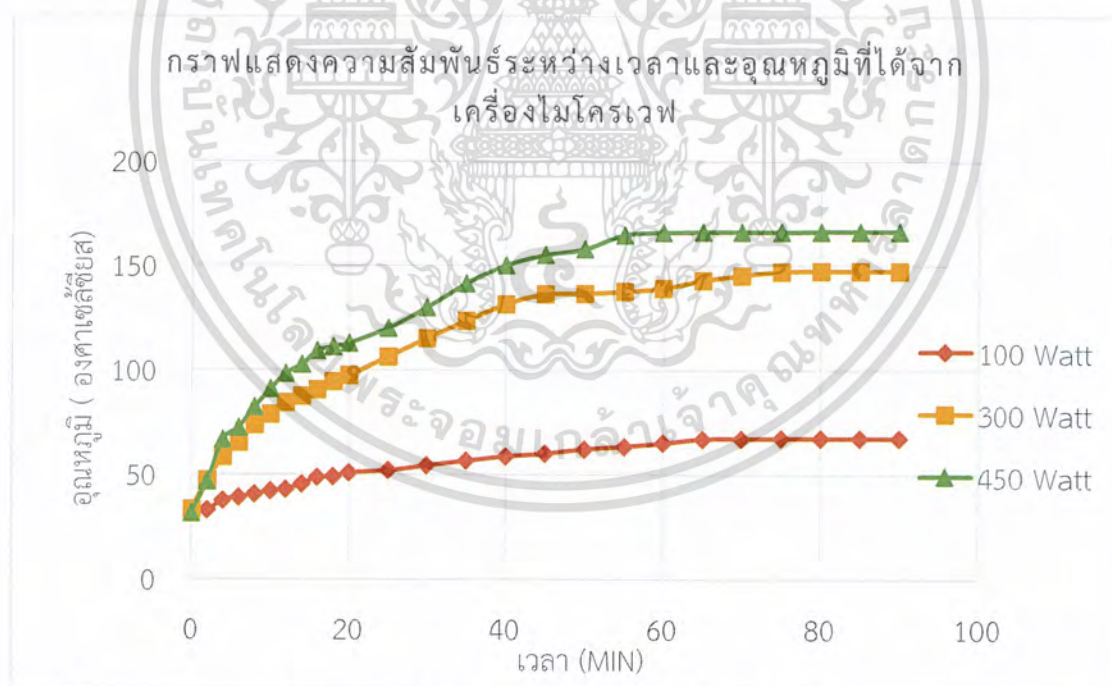
3. วิเคราะห์ตำแหน่งเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH-meter)

4.3.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

4.3.3 การวิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID)

4.3.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC-MS)

#### 4.1 ผลกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย



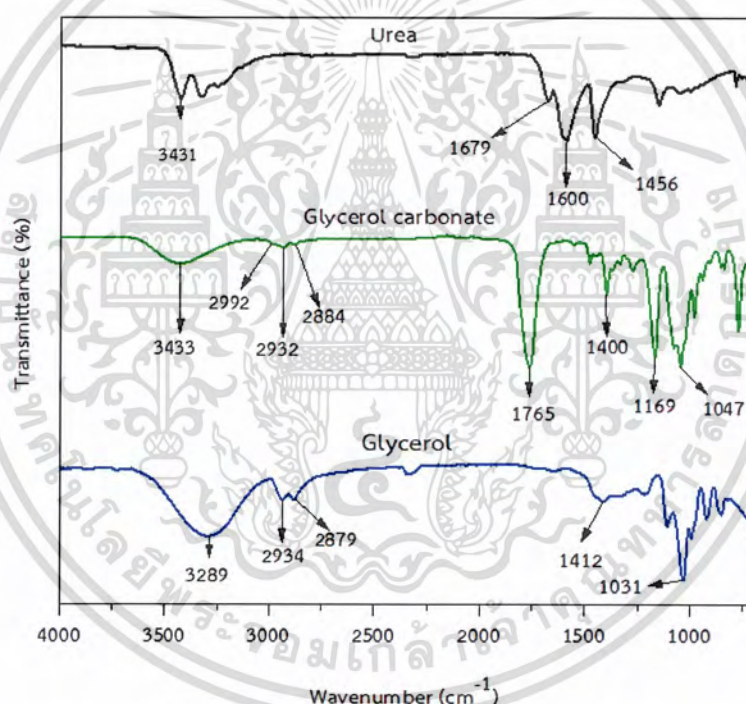
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาที่กำลังไฟฟ้า 100,300 และ 450 วัตต์

จากการทดลองเพื่อหาลูกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่ให้อุณหภูมิเหมาะสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่กำลังไฟฟ้า 100, 300 และ 450 วัตต์ โดยใช้เวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่ากำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ ให้อุณหภูมิสูงสุด 67.4 องศาเซลเซียส, กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ ให้อุณหภูมิสูงสุด 147.7 องศาเซลเซียส และกำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ให้อุณหภูมิ

สูงสุด 166.6 องศาเซลเซียส โดยทั่วไปพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียจะอยู่ในช่วง 140 – 160 องศาเซลเซียสสอดคล้องกับงานวิจัยของ K. Jagadeeswarai และคณะ [57] และสอดคล้องกับผลการทดลองของกำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ซึ่งพบอุณหภูมิช่วง 140 – 160 องศาเซลเซียส ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้นำข้อมูลในส่วนนี้ศึกษาต่อในส่วนที่ 2 โดยทำปฏิกิริยาที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ เป็นเวลา 30, 45 และ 60 นาที

#### 4.2 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

4.2.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)



รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอล, กลีเซอรอลคาร์บอนเนตและยูเรีย ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

จากการวิเคราะห์กลีเซอรอล, ยูเรีย และกลีเซอรอลคาร์บอนเนตด้วยเทคนิค ATR-FTIR ในช่วงความยาวคลื่น 700-4000  $\text{cm}^{-1}$  แสดงดังรูปที่ 4.2 โดยข้อมูลเกี่ยวกับตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.1

ผลการวิเคราะห์พบว่ากลีเซอรอลปรากฏพีคที่เลขคลื่น 3289  $\text{cm}^{-1}$  และ 1412  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นสั่นของพันธะ O-H, เลขคลื่น 2934  $\text{cm}^{-1}$  และ 2879  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ C-H stretching และ 1031  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ C-O stretching แสดงดังรูปที่ 4.2(Glycerol) ต่อไปเป็นผลการวิเคราะห์ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตพบว่าจะมีพีคปรากฏเลขคลื่น 3433  $\text{cm}^{-1}$  และ 1400  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ

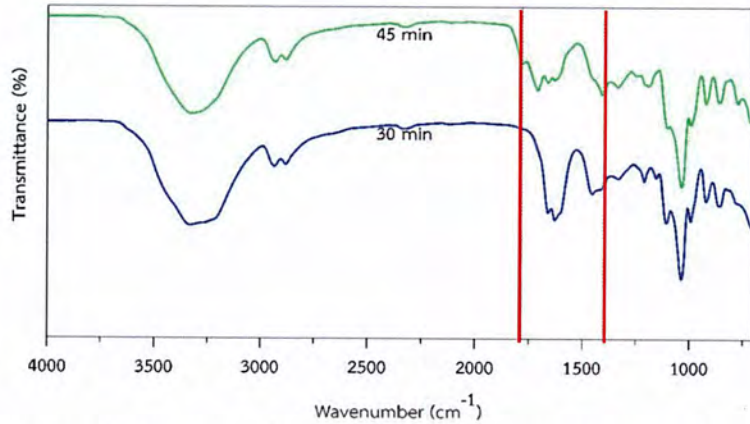
หมู่ O-H สายโซ่ 2-hydroxyethyl, เลขคลื่น  $2992\text{ cm}^{-1}$ ,  $2932\text{ cm}^{-1}$  และ  $2884\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่น  $\text{CH}_2$  และ CH ของ cyclic carbonate, เลขคลื่น  $1765\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นพันธะ C=O stretching ของ 5-membered cyclic carbonate, เลขคลื่น  $1169\text{ cm}^{-1}$  และ  $1047\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ C-O stretching แสดงดังรูปที่ 4.2 (Glycerol carbonate) และผลการวิเคราะห์ของยูเรียพบว่ามีพีคปรากฏเลขคลื่น  $3431\text{ cm}^{-1}$  และ  $1600\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของพันธะ N-H stretching,  $1679\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ C=O stretching และ  $1456\text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่น C-N stretching แสดงดังรูปที่ 4.2(Urea) สอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะกลีเซอรอล, กลีเซอรอลคาร์บอเนต และยูเรีย

ตำแหน่งความถี่	ชนิดการสั่นของพันธะ
กลีเซอรอล	
$3289\text{ cm}^{-1}$	O-H stretching
$2934\text{ cm}^{-1}$ , $2879\text{ cm}^{-1}$	C-H stretching
$1412\text{ cm}^{-1}$	O-H bending
$1031\text{ cm}^{-1}$	C-O stretching
กลีเซอรอลคาร์บอเนต	
$3433\text{ cm}^{-1}$	O-H stretching of 2-hydroxyethyl
$2992\text{ cm}^{-1}$ , $2932\text{ cm}^{-1}$ , $2884\text{ cm}^{-1}$	$\text{CH}_2$ and CH vibrations of the cyclic carbonate
$1765\text{ cm}^{-1}$	C=O stretching of the 5-membered cyclic carbonate
$1400\text{ cm}^{-1}$	O-H bending of 2-hydroxyethyl
$1169\text{ cm}^{-1}$ , $1047\text{ cm}^{-1}$	C-O stretching
ยูเรีย	
$3431\text{ cm}^{-1}$	N-H stretching
$1679\text{ cm}^{-1}$	C=O stretching
$1600\text{ cm}^{-1}$	N-H bending
$1456\text{ cm}^{-1}$	C-N stretching

ส่วนผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลขชั้นของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.3-4.5 ดังนี้

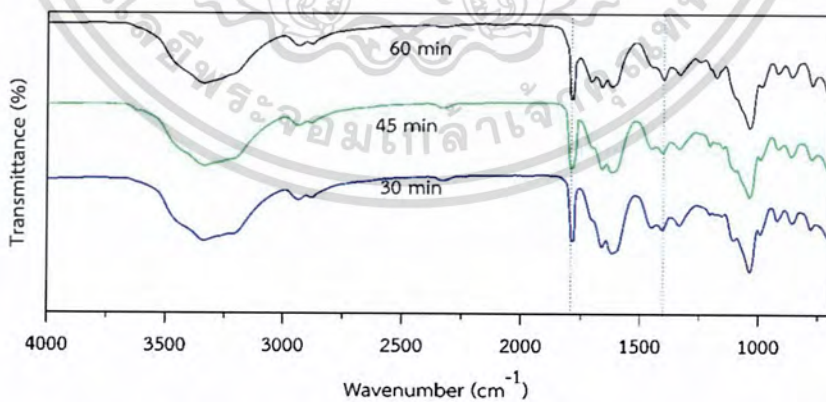
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์กลิเซอรอลคาร์บอเนตที่อัตราส่วนโมลของกลิเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ผลการวิเคราะห์กลิเซอรอลคาร์บอเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกลิเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ ในสภาวะเวลาที่แตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ปรากฏพีคของยูเรียที่เลขคลื่น  $1679\text{ cm}^{-1}$  และ  $1600\text{ cm}^{-1}$  และไม่พบพีคของกลิเซอรอลคาร์บอเนต ในขณะที่เวลา 45 นาที ปรากฏพีคของกลิเซอรอลคาร์บอเนตที่เลขคลื่น  $1765\text{ cm}^{-1}$  และ  $1400\text{ cm}^{-1}$  นอกจากนี้ที่เวลา 30 และ 45 นาที ยังพบพีคของกลิเซอรอลยูรีเทน (Glycerol Urethane) ที่เลขคลื่นประมาณ  $1712\text{ cm}^{-1}$ ,  $1333\text{ cm}^{-1}$  และ  $1252\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

ดังนั้นสรุปได้ว่าอัตราส่วนโดยโมลของกลิเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 30 นาที มีแนวโน้มของผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่เป็นกลิเซอรอลยูรีเทน ส่วนเวลาที่ 45 นาที มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกลิเซอรอลคาร์บอเนตและกลิเซอรอลยูรีเทน

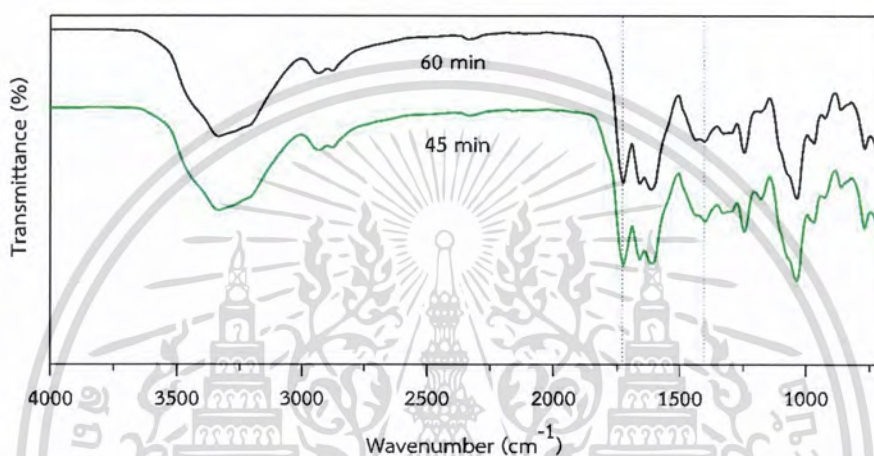


รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์กลิเซอรอลคาร์บอเนตที่อัตราส่วนโมลของกลิเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการวิเคราะห์กาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ ในสภาวะเวลาที่แตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30, 45 และ 60 นาที ปรากฏพีคของกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่เลขคลื่น  $1765\text{ cm}^{-1}$  และ  $1400\text{ cm}^{-1}$  และพีคของกาลีเซอร์อลยูรีเทนที่เลขคลื่นประมาณ  $1712\text{ cm}^{-1}$  และ  $1252\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

ดังนั้นสรุปได้ว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:1 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30, 45 และ 60 นาที มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตและกาลีเซอร์อลยูรีเทน



รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์กาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:2 ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ผลการวิเคราะห์กาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:2 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟในสภาวะเวลาที่แตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 45 และ 60 นาที ปรากฏพีคของกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่เลขคลื่น  $1765\text{ cm}^{-1}$  และ  $1400\text{ cm}^{-1}$  และพีคของกาลีเซอร์อลยูรีเทนที่เลขคลื่นประมาณ  $1333\text{ cm}^{-1}$  และ  $1252\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

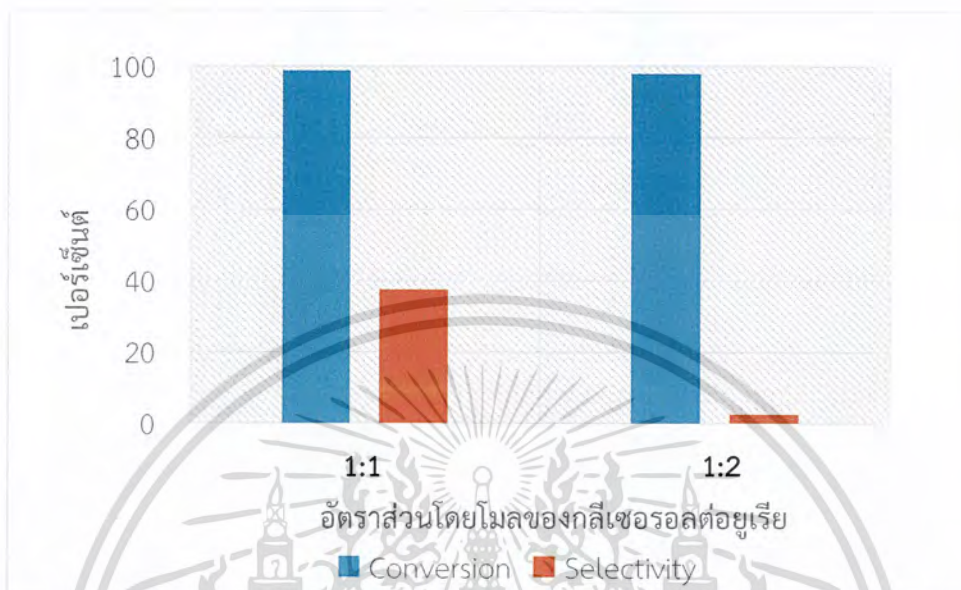
ดังนั้นสรุปได้ว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:2 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 45 และ 60 นาที มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตและกาลีเซอร์อลยูรีเทน

#### 4.2.2 การวิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกาลีเซอร์อล และการเลือกเกิด (selectivity) ของกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID)

1. ผลอัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรียที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกาลีเซอร์อล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการศึกษานี้เป็นการศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5, 1:1 และ 1:2 โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 60 นาที กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ



รูปที่ 4.6 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียแตกต่างกัน

รูปที่ 4.6 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ที่สภาวะสมดุล เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:0.5 ไม่ปรากฏผลการทดลองเนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีสีน้ำตาลและส่งกลิ่นเหม็นไหม้ซึ่งไม่ใช่สีทั่วไปของสารกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่ควรเป็นสีใสหรือไม่มีสี ดังนั้นผู้วิจัยจึงไม่นำผลิตภัณฑ์นี้ไปทำการวิเคราะห์ และอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:2 ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.03 เปอร์เซ็นต์ ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 2.49 เปอร์เซ็นต์ จากผลการทดลองพบว่าค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลสูงแต่ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตต่ำ อธิบายได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่อาจอยู่ในรูปของกลีเซอรอลยูรีเทน โดยผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย ATR-FTIR ดังรูปที่ 4.4 และ 4.5 หรืออยู่ในรูปของ (2-oxo1,3-dioxolan-4-yl)methyl carbamate ที่เกิดจากปริมาณของยูเรียที่มากเกินไปทำปฏิกิริยากับกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่เกิดขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของLiguo Wang [56] และอัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์

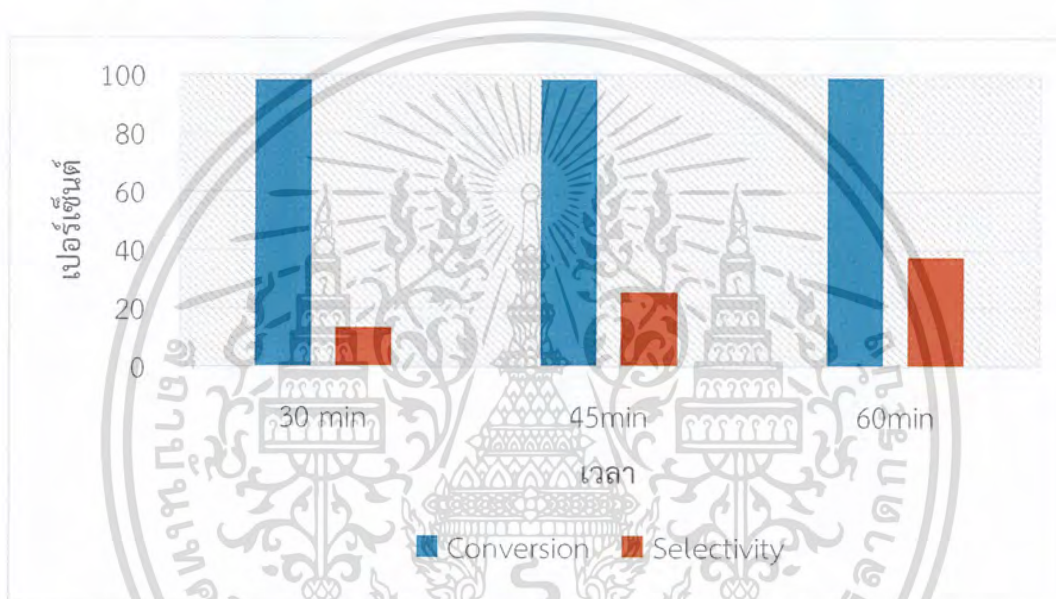
ดังนั้นจากผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรียที่เหมาะสมคือ อัตราส่วนโดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ผู้ใช้เห็นว่าเป็นประโยชน์ในการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์

2. ผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

ในการศึกษานี้เป็นการศึกษาเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เวลา 30, 45 และ 60 นาที อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ



รูปที่ 4.7 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต โดยเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน

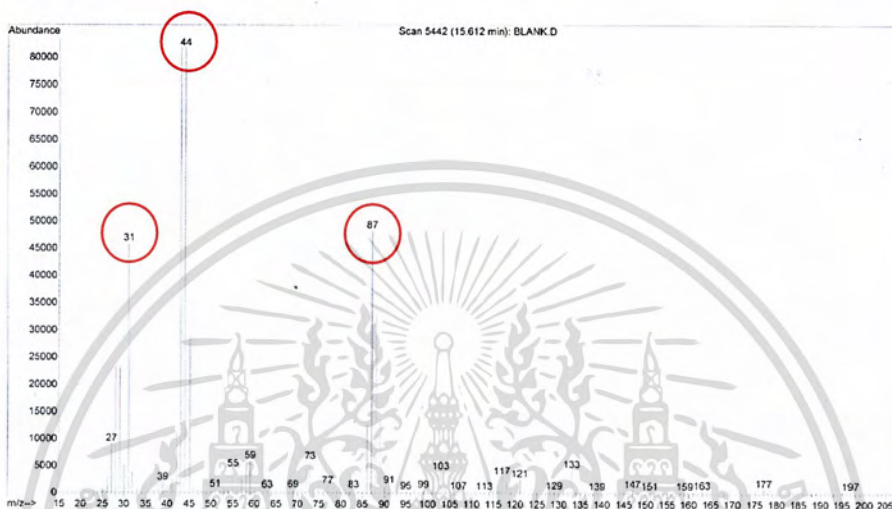
รูปที่ 4.7 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ที่สภาวะสมดุล เมื่อเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตก็จะเพิ่มขึ้น โดยเวลา 30 นาทีให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.08 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 13.32 เปอร์เซ็นต์ ส่วนเวลา 45 นาทีให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.12 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 25.45 เปอร์เซ็นต์ และเวลา 60 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์

ดังนั้นจากผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ 60 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่งงานไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์ใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

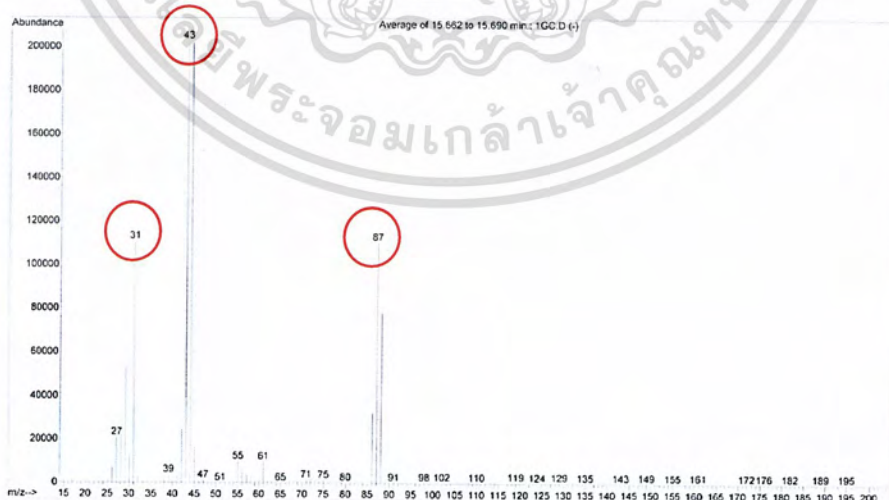
#### 4.2.3 การวิเคราะห์ก๊าสโครอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของก๊าสโครอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC-MS)

File : D:\GLYCEROL\BLANK.D  
 Operator :  
 Acquired : 24 May 2019 16:15 using AcqMethod GLYCEROL  
 Instrument : Instrumen  
 Sample Name: Blank  
 Misc Info :  
 Vial Number: 1



รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ก๊าสโครอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของก๊าสโครอลต่อยูเรีย 1:1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 60 นาที โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค GC-MS

File : D:\GLYCEROL\1GC.D  
 Operator :  
 Acquired : 24 May 2019 14:42 using AcqMethod GLYCEROL  
 Instrument : Instrumen  
 Sample Name: 1\* GC  
 Misc Info :  
 Vial Number: 1



รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์สารมาตรฐานก๊าสโครอลคาร์บอนเนตด้วยเทคนิค GC-MS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

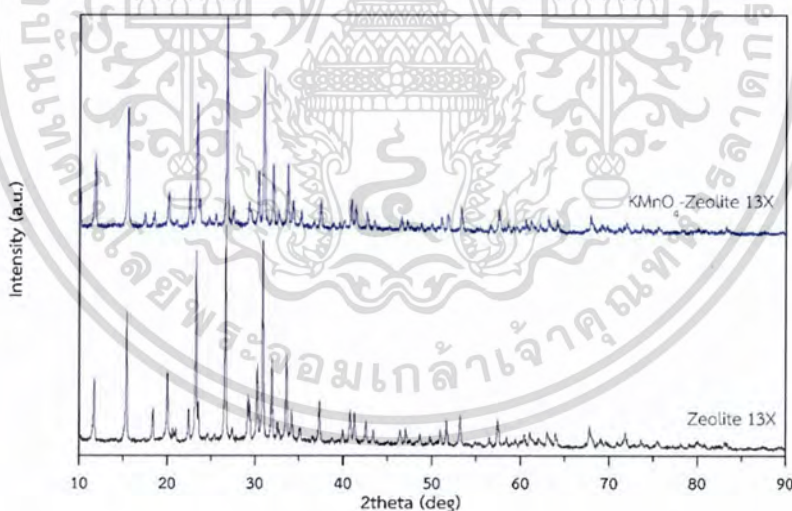
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สังเคราะห์ ด้วยเทคนิค GC-MS เปรียบเทียบกับสารมาตรฐานกลีเซอรอลคาร์บอนเนตพบว่า Retention time ของสารมาตรฐานกลีเซอรอลคาร์บอนเนตขั้นพีคที่ 15.68 min ส่วนตัวอย่างขั้นพีคที่ 15.62 และพิจารณาเลขมวลของสารทั้ง 2 แสดงดังรูปที่ 4.8 และ 4.9 จากผลการวิเคราะห์พบว่า สารตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 เวลา 60 นาที โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังรูปที่ 4.8 ปรากฏพีคเลขมวล 31, 43 และ 87 ซึ่งตรงกับเลขมวลของสารมาตรฐานกลีเซอรอลคาร์บอนเนตแสดงดังรูปที่ 4.9 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Marilien Van Oudenhove [63]

ดังนั้นผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-MS สามารถยืนยันได้ว่ากลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สังเคราะห์ได้คือสารกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเนื่องจากปรากฏพีคของ Retention time และพีคเลขมวลที่ตรงกัน

### 4.3 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $\text{KMnO}_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X)

#### 4.3.1 ผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์พื้นฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการสังเคราะห์

1. วิเคราะห์โครงสร้างเพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตโหลดลงในซีโอไลต์ 13X ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

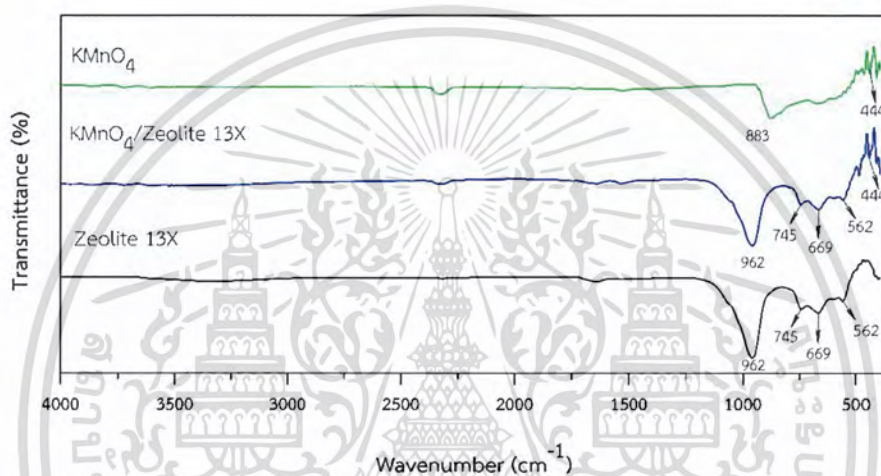


รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์

จากผลการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่า  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite13X มีตำแหน่งพีคของ Zeolite 13X ที่  $2\theta$  เท่ากับ 15.6, 20.1, 25.3, 26.6 และ 30.9 เกิดขึ้นอย่างชัดเจนสอดคล้องกับงานวิจัยของ Chowdam Ramakrishna [64] และไม่พบพีคของ  $\text{KMnO}_4$  ที่เติมลงไป ซึ่งการไม่พบพีคของ  $\text{KMnO}_4$  ที่ปรากฏนี้ อาจมีสาเหตุมาจาก  $\text{KMnO}_4$  ที่เติมลงไปมีปริมาณน้อย หรือตัวที่เติมลงไปนั้นไม่ได้ก่อตัวเป็นผลึกขนาดใหญ่ที่สามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิค XRD หรืออาจก่อตัวเป็นผลึกขนาดเล็กที่ไม่สามารถตรวจวัดได้ด้วยเทคนิค

XRD และเป็นไปได้ว่าตัวที่เติมลงไปนั้นเกิดเป็นเพียงแค่โครงสร้างอสัณฐาน (amorphous) ที่แผ่กระจายอยู่บนพื้นผิว Zeolite13X แต่สามารถตรวจพบความเปลี่ยนแปลงของตำแหน่งพีคตัวรองรับ Zeolite13x ส่วนที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ  $13.7$  เป็นผลึกขนาดเล็ก ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากการเปลี่ยนรูปของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่เติมลงไป

2. วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน เพื่อตรวจสอบว่าสิ่งที่สังเคราะห์ได้มีโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต โหลดลงในซีโอไลต์ 13X ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)



รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนต เทคนิค ATR-FTIR

จากการวิเคราะห์ ATR-FTIR ของตัวเร่ง Zeolite13X, โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการสังเคราะห์คือ  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite13X แสดงดังรูปที่ 4.11 ในช่วงความยาวคลื่น  $400$ - $4000 \text{ cm}^{-1}$  โดยข้อมูลเกี่ยวกับตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.4

ผลการวิเคราะห์พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite13X ปรากฏพีคเลขคลื่น  $962.48 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นการสั่นของ Si-O stretching, เลขคลื่น  $745 \text{ cm}^{-1}$ ,  $669 \text{ cm}^{-1}$  เป็นพีคการสั่นของ T-O-T symmetric stretching (T คือ Si หรือ Al) โดยเลขคลื่น  $745 \text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ External linkage symmetric stretching ของ TO4 (tetrahedral) ส่วนเลขคลื่น  $669 \text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นแบบ internal tetrahedral stretching และเลขคลื่น  $562 \text{ cm}^{-1}$  เป็นการสั่นของ double six member ring (D6R) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Sandeep K. Lakhera [65] และ Mishra, D. [66]

ผลการวิเคราะห์โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตพบว่าเลขคลื่น  $883 \text{ cm}^{-1}$  เป็นพีคการสั่นของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตและเลขคลื่น  $444 \text{ cm}^{-1}$  เป็นพีคการสั่นของ Mn-O stretching ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ M.E. Becerra [67] โดยข้อมูลดังกล่าวนี้สอดคล้องกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ทำการสังเคราะห์  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite13X โดยมีพีคปรากฏที่เลขคลื่น  $962 \text{ cm}^{-1}$ ,  $745 \text{ cm}^{-1}$ ,  $669 \text{ cm}^{-1}$

และ  $562\text{ cm}^{-1}$  บ่งบอกว่า เป็นพีคของซีโอไลต์ 13X และนอกจากนี้ยังปรากฏพีคที่  $444\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นพีคการสั่นของ Mn-O stretching

ดังนั้นผู้วิจัยจึงสามารถยืนยันได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ได้มีโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้าไปฟอร์มตัวกับซีโอไลต์ 13X

ตารางที่ 4.2 ตำแหน่งความถี่และชนิดการสั่นของพันธะของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตำแหน่งความถี่	ชนิดการสั่นของพันธะ
$962\text{ cm}^{-1}$	Si-O stretching
$745\text{ cm}^{-1}$	External linkage symmetric stretching ของ TO4 (tetrahedral)
$669\text{ cm}^{-1}$	internal tetrahedral stretching
$562\text{ cm}^{-1}$	double six member ring (D6R)
$883\text{ cm}^{-1}$	$\text{KMnO}_4$
$444\text{ cm}^{-1}$	Mn-O stretching

### 3. วิเคราะห์ตำแหน่งเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH-meter)

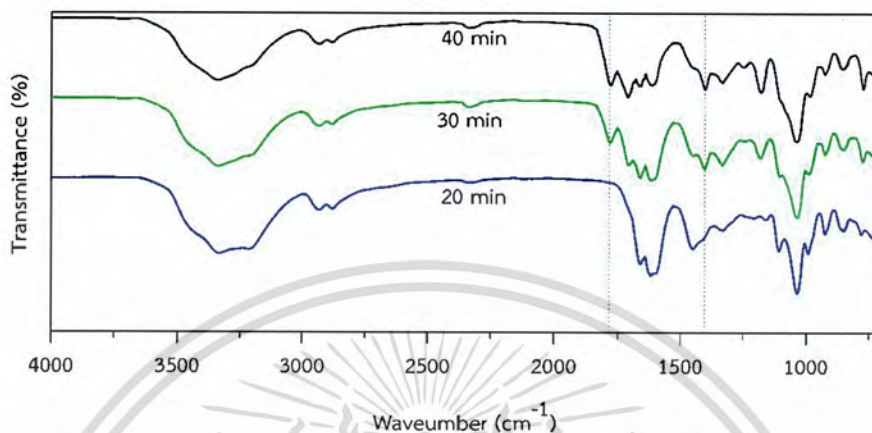
ตารางที่ 4.3 ความเป็นกรดเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาและ Basic site ของตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	pH	Basic site ( $\mu\text{mol/g}$ )
Zeolite 13X	9.23	0.1681
$\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X	9.65	0.4422

ตารางที่ 4.3 แสดงผลของความเป็นกรดเบสของตัวเร่งปฏิกิริยาและตำแหน่งเบสของตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิด คือ ตัวเร่ง Zeolite 13X และ  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X มีความเป็นเบสที่ pH 9.23 และมีตำแหน่งเบส  $0.1681\ (\mu\text{mol/g})$  และเมื่อทำการโหลด  $\text{KMnO}_4$  เข้าไปในตัวเร่ง Zeolite 13X จะทำให้ค่าความเป็นเบสเพิ่มขึ้นโดยมีค่า pH 9.65 และมีตำแหน่งเบส  $0.4422\ (\mu\text{mol/g})$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของ กลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR)

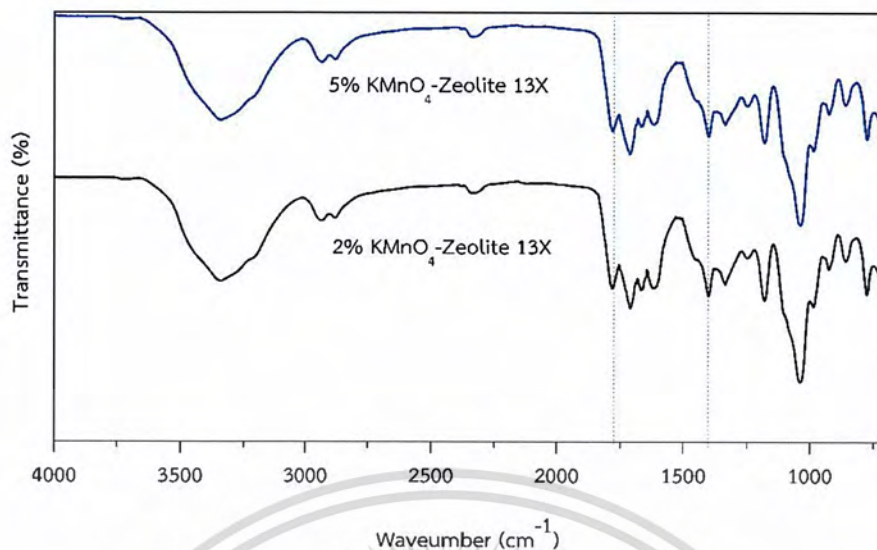


รูปที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ผลการวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟในสภาวะเวลาที่แตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่าเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 30 และ 40 นาที ปรากฏพีคของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตเลขคลื่น  $1765 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1400 \text{ cm}^{-1}$  และพีคของกลีเซอรอลยูรีเทนเลขคลื่นประมาณ  $1712 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1333 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1252 \text{ cm}^{-1}$  ส่วนเวลาที่ 20 นาที ปรากฏพีคของกลีเซอรอลยูรีเทนเลขคลื่น  $1333 \text{ cm}^{-1}$  และพีคของยูเรียเลขคลื่น  $1679 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1600 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

ดังนั้นสรุปได้ว่าเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 20 นาที มีแนวโน้มของผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่เป็นกลีเซอรอลยูรีเทน เนื่องจากไม่ปรากฏพีคของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ส่วนเวลาที่ 30 และ 40 นาที มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกลีเซอรอลคาร์บอนเนตและกลีเซอรอลยูรีเทน

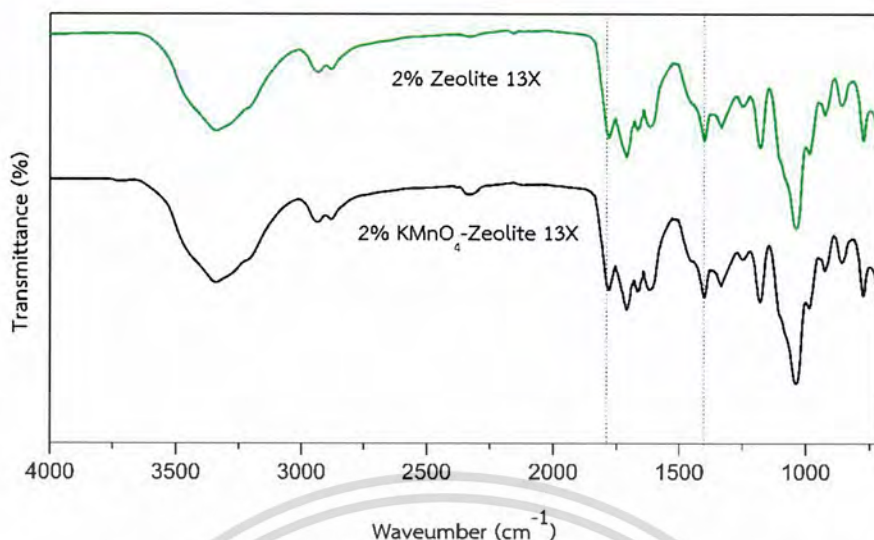
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกาลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอรอล เวลา 40 นาที ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ผลการวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X เวลา 40 นาที กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ ปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.13 พบว่าปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอรอล ปรากฏพีคของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนตเลขคลื่น  $1765 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1400 \text{ cm}^{-1}$  และพีคของกาลีเซอรอลยูรีเทนเลขคลื่นประมาณ  $1712 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1333 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1252 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

ดังนั้นสรุปได้ว่าปริมาณตัวเร่งที่ไหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอรอล มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกาลีเซอรอลคาร์บอนเนตและกาลีเซอรอลยูรีเทน



รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกาลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และ Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอรอล เวลา 40 นาที ด้วยเทคนิค ATR-FTIR

ผลการวิเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน เป็นเวลา 40 นาที กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ แสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และ Zeolite 13X ปรากฏพีคของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนตเลขคลื่น  $1765 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1400 \text{ cm}^{-1}$  และพีคของกาลีเซอรอลยูรีเทนเลขคลื่นประมาณ  $1712 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1333 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1252 \text{ cm}^{-1}$  ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Calvino-Casilda และคณะ [62]

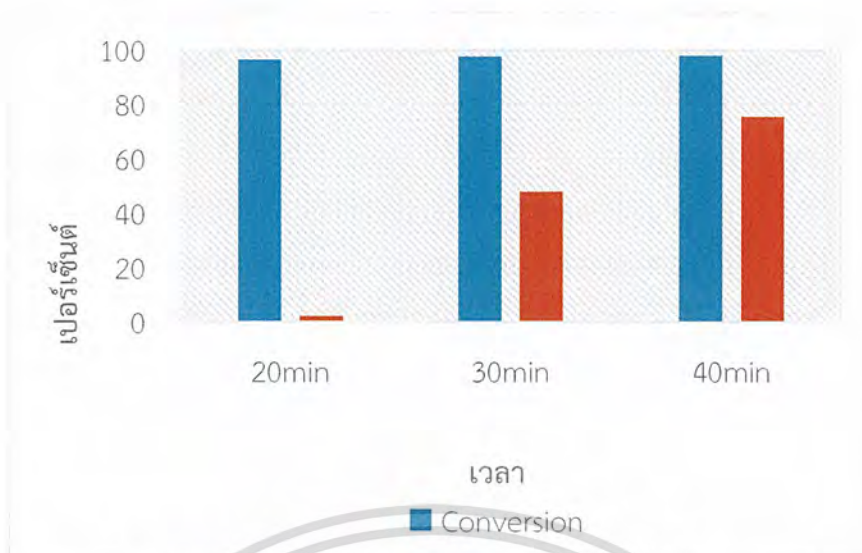
ดังนั้นสรุปได้ว่าการสังเคราะห์กาลีเซอรอลคาร์บอนเนตด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X และ Zeolite 13X มีแนวโน้มที่จะเกิดทั้งกาลีเซอรอลคาร์บอนเนตและกาลีเซอรอลยูรีเทน

4.3.3 การวิเคราะห์หาค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกาลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนต ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography – Flame Ionization Detector, GC-FID)

1. ผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลขชันของกาลีเซอรอลกับยูเรียที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกาลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกาลีเซอรอลคาร์บอนเนต

ในการศึกษานี้เป็นการศึกษาเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลขชันของกาลีเซอรอลกับยูเรีย เวลา 30, 45 และ 60 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอรอล อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



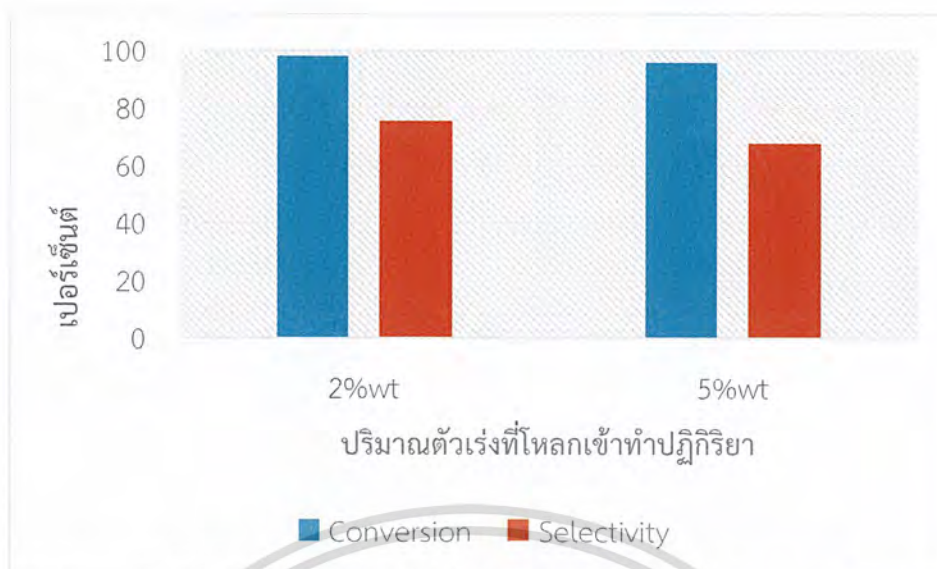
รูปที่ 4.15 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ที่เวลาในการทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน

รูปที่ 4.15 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ที่สภาวะสมดุล เมื่อเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटก็จะเพิ่มขึ้น โดยเวลาที่ 20 นาทีให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 96.35 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 1.96 เปอร์เซ็นต์ จากผลการทดลองเห็นได้ว่าค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลสูงแต่ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटต่ำสามารถอธิบายได้ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่แล้วอาจอยู่ในรูปของกลีเซอรอลยูรีเทน หรือเกิดเป็นผลพลอยได้ (by-Product) โดยข้อมูลที่กล่าวข้างต้นนี้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย ATR-FTIR ดังรูปที่ 4.12 และสอดคล้องกับงานวิจัยของ Liguó Wang [56] ส่วนที่เวลา 30 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.43 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 47.67 เปอร์เซ็นต์ และเวลาที่ 40 นาทีให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 75.38 เปอร์เซ็นต์

ดังนั้นจากผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ 40 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 75.38 เปอร์เซ็นต์

2. ผลของปริมาณตัวเร่งที่ไหลเข้าทำปฏิกิริยาและส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट

ในการศึกษานี้เป็นการศึกษาปริมาณตัวเร่งที่ไหลเข้าทำปฏิกิริยา 2 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X เวลา 40 นาที ที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์และให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟ นำไปใช้



รูปที่ 4.16 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X เวลา 40 นาที ปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยาแตกต่างกัน

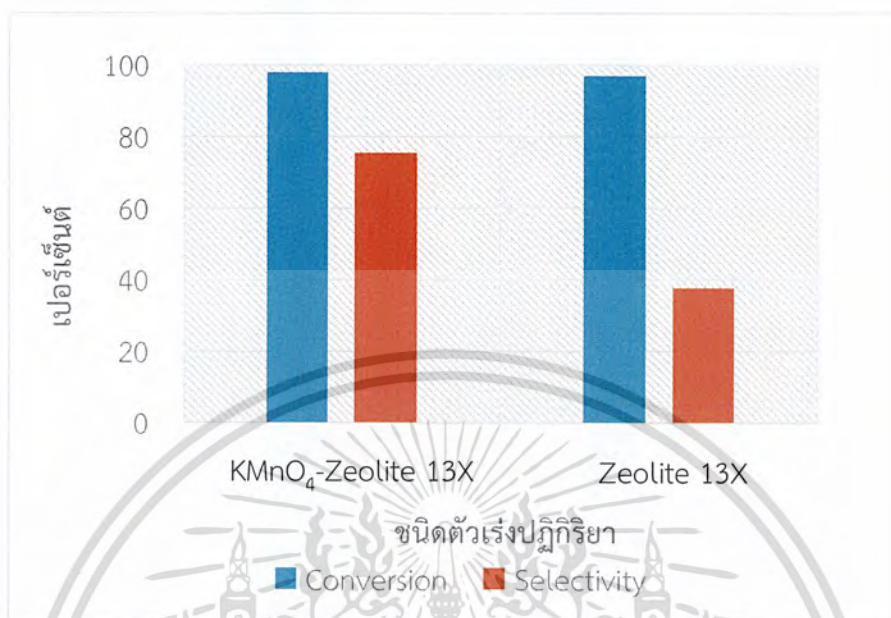
รูปที่ 4.16 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ที่สภาวะสมดุล เมื่อปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 75.38 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยา 5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 95.77 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 67.56 เปอร์เซ็นต์ จากการทดลองพบว่าการเพิ่มปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยาจาก 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอลเป็น 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ให้ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटลดลง เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่อาจอยู่ในรูปของกลีเซอรอลยูรีเทน หรือเกิดเป็นผลพลอยได้ (by-Product) โดยข้อมูลที่กล่าวข้างต้นนี้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วย ATR-FTIR ดังรูปที่ 4.13 และสอดคล้องกับงานวิจัยของLiguo Wang [56]

ดังนั้นจากผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ ปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล ซึ่งให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 75.38 เปอร์เซ็นต์

3. ผลของตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X เทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X ที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट

ในการศึกษานี้เป็นการศึกษาชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X และ Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลคเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เป็นเวลา 40 นาที

ที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อ ยูเรีย 1:1 กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์และให้พลังงานความร้อนด้วย ไมโครเวฟ



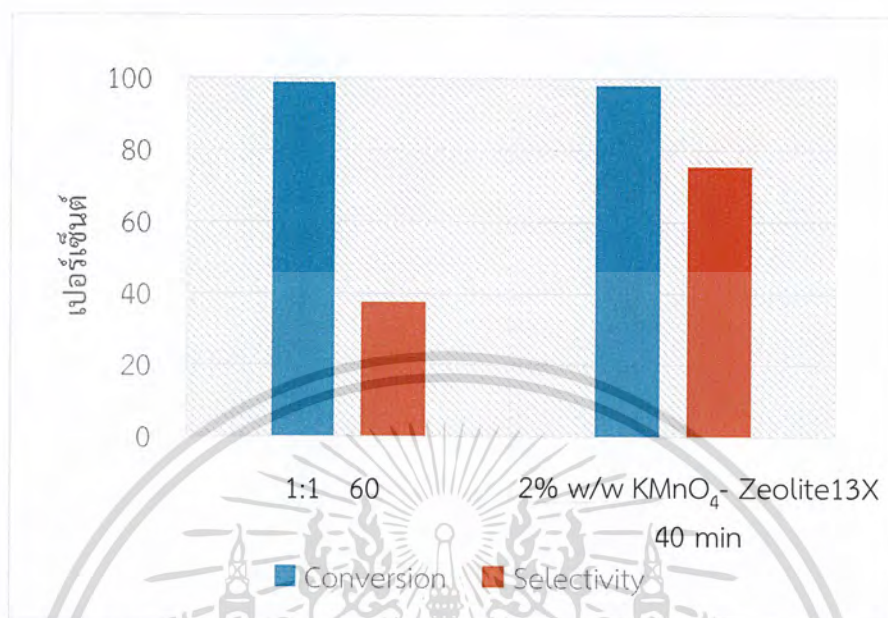
รูปที่ 4.17 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแตกต่างกัน ปริมาณตัวเร่งที่ไหลตเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เป็นเวลา 40 นาที

รูปที่ 4.17 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต ที่สภาวะสมดุล เมื่อชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการสังเคราะห์ KMnO<sub>4</sub>- Zeolite 13X ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 75.38 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.05 เปอร์เซ็นต์และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.76 เปอร์เซ็นต์ จากการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>- Zeolite 13X ให้ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงกว่าตัวเร่ง Zeolite 13X เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>-Zeolite 13X มีปริมาณ basic site ที่มากกว่า แสดงดังตารางที่ 4.3 ซึ่งตัวเร่งที่มีปริมาณ basic site มาก หมายความว่าตัวเร่งมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียส่งผลทำให้มีค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สูง สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ligu Wang [56]

ดังนั้นจากการทดลองสรุปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>-Zeolite 13X เป็นตัวเร่งที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย และให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ส่งผลต่อค่าการเปลี่ยนแปลง (conversion) ของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิด (selectivity) ของกลีเซอรอลคาร์บอนेट



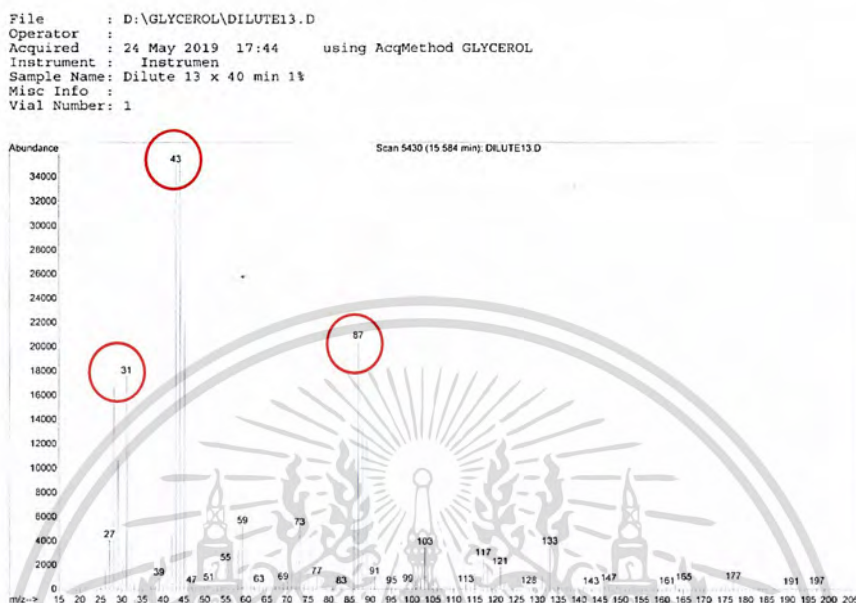
รูปที่ 4.18 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลและค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย

รูปที่ 4.18 แสดงค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट ที่สถานะไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลกับยูเรีย 1:1 ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 37.43 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้เวลาทำปฏิกิริยา 60 นาที ในขณะที่การทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา KMnO<sub>4</sub>- Zeolite 13X ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล 97.92 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेट 75.38 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 40 นาที จากการทดลองพบว่าการทำปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งจะให้ค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटสูงและช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วมากขึ้นสอดคล้องกับงานวิจัย Ba Khiem Nguyen และคณะ [61]

ดังนั้นผลการทดลองสรุปได้ว่าการทำปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้เร็ว และให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอล และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนेटที่สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.3.4 การวิเคราะห์กาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกาลีเซอร์อลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC-MS)



รูปที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์กาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่อัตราส่วนโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:1 เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 40 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลลงเข้าปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอร์อล ด้วยเทคนิค GC-MS

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่สังเคราะห์ ด้วยเทคนิค GC-MS เปรียบเทียบกับสารมาตรฐานกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตพบว่า Retention time ของสารมาตรฐานกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตขึ้นพีคที่ 15.68 min ส่วนตัวอย่างขึ้นพีคที่ 15.59 และพิจารณาเลขมวลของสารทั้ง 2 แสดงดังรูปที่ 4.9 และ 4.19 จากผลการวิเคราะห์พบว่าสารตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลของกาลีเซอร์อลต่อยูเรีย 1:1 เวลา 40 นาที โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ - Zeolite 13X ปริมาณตัวเร่งที่ไหลลงเข้าปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกาลีเซอร์อล แสดงดังรูปที่ 4.19 ปรากฏพีคเลขมวล 31, 43 และ 87 ซึ่งตรงกับเลขมวลของสารมาตรฐานกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Marilien Van Oudenhove [63] แสดงดังรูปที่ 4.9

ดังนั้นผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-MS สามารถยืนยันได้ว่ากาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตที่สังเคราะห์ได้นั้นคือสารกาลีเซอร์อลคาร์บอนเนตเนื่องจากปรากฏพีคของ Retention time และพีคเลขมวลตรงกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการวิจัย

1. จากการศึกษาส่วนที่ 1 ผลกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่มีอุณหภูมิเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย พบว่าที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ให้อุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยมีอุณหภูมิในช่วง 140-160 องศาเซลเซียส

2. จากการศึกษาส่วนที่ 2 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียที่สภาวะต่างๆ โดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 เวลา 60 นาที ให้การเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลสูงถึง 98.72 เปอร์เซ็นต์ และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 37.43 เปอร์เซ็นต์

3. จากการศึกษาส่วนที่ 3 ผลของการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ( $KMnO_4$ ) บนตัวรองรับซีโอไลต์ 13X ( $KMnO_4$ -Zeolite 13X) พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อยูเรีย 1:1 ปริมาณตัวเร่งที่ไหลเข้าทำปฏิกิริยา 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกลีเซอรอล เวลา 40 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลสูงถึง 97.92 เปอร์เซ็นต์และค่าการเลือกเกิดของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตสูงถึง 75.38 เปอร์เซ็นต์

4. ตัวเร่งปฏิกิริยา  $KMnO_4$ -Zeolite 13X เป็นตัวเร่งที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรียและช่วยทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้เร็ว

### 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาการพิสูจน์เอกลักษณ์หลักฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถหาปริมาณ basic site ด้วยเทคนิค  $CO_2$ -TPD

2. ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการไหลโลหะชนิดต่างๆ ลงบนซีโอไลต์และไหลเข้าในปริมาณที่แตกต่างกันเพื่อใช้ในการศึกษาการทำปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับยูเรีย

3. ศึกษาปริมาณของตัวเร่งที่ไหลเข้าทำปฏิกิริยา โดยศึกษาในช่วงที่ไม่ได้ศึกษาในงานวิจัยครั้งนี้

4. ควรระมัดระวังปริมาณของ  $KMnO_4$  ที่ไหลลงใน Zeolite เนื่องจาก  $KMnO_4$  สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันอย่างรุนแรงกับสารตั้งต้น

5. การใช้เครื่องไมโครเวฟแบบมาตรฐานในการให้ความร้อนควรจะต้องคำนึงถึงปริมาณสารชนิดของสารและกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟ เนื่องจากทำให้เกิดอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

6. ปรับปรุงเครื่องไมโครเวฟ โดยเพิ่มอุปกรณ์ที่ช่วยในการปั่นกวนสารในระหว่างทำปฏิกิริยา

7. ควรให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นก่อนทำปฏิกิริยาเพื่อให้สารละลายเข้ากันได้ดีมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Lam MK, Lee KT, Mohamed AR. 2010. "Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel." *Biotechnology Advances*. 28(4) : 500–518.
- [2] Arbab, M.I., Masjuki, H.H., Varman, M., Kalam, M.A., Imtenan, S., and Sajjad, H. 2013. "Fuel properties, engine performance and emission characteristic of common biodiesels as a renewable and sustainable source of fuel." *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 22(1) : 133–147.
- [3] Bozkurt, Ö.D., Tunç, F.M., Bağlar, N., Çelebi, S., Günbaş, İ.D., and Uzun, A. 2015. "Alternative fuel additives from glycerol by etherification with isobutene: Structure–performance relationships in solid catalysts." *Fuel Processing Technology*. 138(1) : 780–804.
- [4] Ciriminna, R., Pina, C. D., Rossi, M., & Pagliaro, M. 2014. "Understanding the glycerol market." *European Journal of Lipid Science and Technology*. 116(10) : 1432–1439.
- [5] Cintas, P., Tagliapietra, S., Calcio Gaudino, E., Palmisano, G., & Cravotto, G. 2014. "Glycerol: a solvent and a building block of choice for microwave and ultrasound irradiation procedures." *Green Chemistry*. 16(3) : 1056–1065
- [6] Sonnati, M. O., Amigoni, S., Taffin de Givenchy, E. P., Darmanin, T., Choulet, O., and Guittard, F. 2013. "Glycerol carbonate as a versatile building block for tomorrow: synthesis, reactivity, properties and applications." *Green Chem.* 15(2) : 283–306
- [7] Marakatti, V. S., and Halgeri, A. B. 2015. "Metal ion-exchanged zeolites as highly active solid acid catalysts for the green synthesis of glycerol carbonate from glycerol." *RSC Advances*. 5(19) : 14286–14293.
- [8] Parameswaram, G., Rao, P. S. N., Srivani, A., Rao, G. N., & Lingaiah, N. 2018. "Magnesia-ceria mixed oxide catalysts for the selective transesterification of glycerol to glycerol carbonate." *Molecular Catalysis*. 451(1) : 135–142.
- [9] Ochoa-Gómez, J.R., Gómez-Jiménez-Aberasturi, O., Ramírez-López, C., and Belsué, M. 2012. "A Brief Review on Industrial Alternatives for the Manufacturing of Glycerol Carbonate, a Green Chemical." *Organic Process Research & Development*. 16(3) : 389–399.
- [10] Manjunathan, P., Ravishankar, R., & Shanbhag, G. V. 2015. "Novel Bifunctional Zn-Sn Composite Oxide Catalyst for the Selective Synthesis of Glycerol Carbonate by Carbonylation of Glycerol with Urea." *ChemCatChem*. 8(3) : 631–639.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่บนสื่อออนไลน์  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] Prakruthi, H. R., Jai Prakash, B. S., & Bhat, Y. S. 2015. "Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate over LDH catalyst: Activity restoration through rehydration and reconstruction." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 408(1) : 214–220.
- [12] ปริญญา ฉกาจโรดม. 2557. "การให้ความร้อนโดยใช้ไมโครเวฟและการประยุกต์ใช้ไมโครเวฟในการแปรรูปวัสดุ." *วิศวกรรมสาร มก.* 87(1) : 57-67
- [13] Zhang, L., Zhang, Z., Wu, C., Qian, Q., Ma, J., Jiang, L., and Han, B. 2018. "Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea." *Pure and Applied Chemistry*. 90(1) : 1–6.
- [14] กลีเซอริน. [Online]. Available: <http://www.bangchakbiofuel.co.th/products/glycerin>
- [15] Chemical formula and model of glycerol molecule vector image. [Online]. Available: <https://www.vectorstock.com/royalty-free-vector/chemical-formula-and-model-of-glycerol-molecule-vector-4577987>
- [16] ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร. 2557. "กลีเซอรอล: การใช้ประโยชน์เพื่อการผลิตแก๊สไฮโดรเจน." *วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง*. 23(2) : 140-159
- [17] กลีเซอริน/กลีเซอรอล. [Online]. Available: <http://www.siamchemi.com/กลีเซอริน>
- [18] Urea. [Online]. Available: <https://en.wikipedia.org/wiki/Urea>.
- [19] Teng, W. K., Ngoh, G. C., Yusoff, R., & Aroua, M. K. 2014. "A review on the performance of glycerol carbonate production via catalytic transesterification: Effects of influencing parameters." *Energy Conversion and Management*. 88(1) : 484–497.
- [20] product safety summary for glycerine carbonate. [Online]. Available: [http://icca.cefic.org/Portal/SafetySummarySheets/635893927565947935\\_PSS%20for%20Glycerine%20carbonate\\_v%201.0%20.pdf](http://icca.cefic.org/Portal/SafetySummarySheets/635893927565947935_PSS%20for%20Glycerine%20carbonate_v%201.0%20.pdf)
- [21] Ma, J., Song, J., Liu, H., Liu, J., Zhang, Z., Jiang, T., Han, B. 2012. "One-pot conversion of CO<sub>2</sub> and glycerol to value-added products using propylene oxide as the coupling agent." *Green Chemistry*. 14(6) : 1743-1748.
- [22] Esteban, J., Ladero, M., & García-Ochoa, F. 2015. "Liquid–liquid equilibria for the Systems ethylene carbonate+ethylene glycol+glycerol; ethylene carbonate+glycerol carbonate+glycerol and ethylene carbonate+ethylene glycol+glycerol carbonate+glycerol at catalytic reacting temperatures." *Chemical Engineering Research and Design*. 94(1) : 440–448.
- [23] Piyush Gupta<sup>1</sup>, Babita Behera, Vijay K. Chhibber and Siddharth S. Ray. 2008. "Microwave Assisted Synthesis of Glycerol Carbonate Over Zinc Incorporated Mesoporous Hydrotalcite Catalyst." *Current Microwave Chemistry*. 5(1) : 13-22

- [11] Prakruthi, H. R., Jai Prakash, B. S., & Bhat, Y. S. 2015. "Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate over LDH catalyst: Activity restoration through rehydration and reconstruction." *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 408(1) : 214–220.
- [12] ปริญญา ฤกษ์โรตม. 2557. "การให้ความร้อนโดยใช้ไมโครเวฟและการประยุกต์ใช้ไมโครเวฟในการแปรรูปวัสดุ." *วิศวกรรมสาร มก.* 87(1) : 57-67
- [13] Zhang, L., Zhang, Z., Wu, C., Qian, Q., Ma, J., Jiang, L., and Han, B. 2018. "Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea." *Pure and Applied Chemistry*. 90(1) : 1–6.
- [14] กลีเซอริน. [Online]. Available: <http://www.bangchakbiofuel.co.th/products/glycerin>
- [15] Chemical formula and model of glycerol molecule vector image. [Online]. Available: <https://www.vectorstock.com/royalty-free-vector/chemical-formula-and-model-of-glycerol-molecule-vector-4577987>
- [16] ภิกษุ รุ่งโรจน์ชัยพร. 2557. "กลีเซอรอล: การใช้ประโยชน์เพื่อการผลิตแก๊สไฮโดรเจน." *วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง*. 23(2) : 140-159
- [17] กลีเซอริน/กลีเซอรอล. [Online]. Available: <http://www.siamchemi.com/กลีเซอริน>
- [18] Urea. [Online]. Available: <https://en.wikipedia.org/wiki/Urea>.
- [19] Teng, W. K., Ngho, G. C., Yusoff, R., & Aroua, M. K. 2014. "A review on the performance of glycerol carbonate production via catalytic transesterification: Effects of influencing parameters." *Energy Conversion and Management*. 88(1) : 484–497.
- [20] product safety summary for glycerine carbonate. [Online]. Available: [http://icca.cefic.org/Portal/SafetySummarySheets/635893927565947935\\_PSS%20for%20Glycerine%20carbonate\\_v%201.0%20.pdf](http://icca.cefic.org/Portal/SafetySummarySheets/635893927565947935_PSS%20for%20Glycerine%20carbonate_v%201.0%20.pdf)
- [21] Ma, J., Song, J., Liu, H., Liu, J., Zhang, Z., Jiang, T., Han, B. 2012. "One-pot conversion of CO<sub>2</sub> and glycerol to value-added products using propylene oxide as the coupling agent." *Green Chemistry*. 14(6) : 1743-1748.
- [22] Esteban, J., Ladero, M., & García-Ochoa, F. 2015. "Liquid–liquid equilibria for the Systems ethylene carbonate+ethylene glycol+glycerol; ethylene carbonate+glycerol carbonate+glycerol and ethylene carbonate+ethylene glycol+glycerol carbonate+glycerol at catalytic reacting temperatures." *Chemical Engineering Research and Design*. 94(1) : 440–448.
- [23] Piyush Gupta<sup>1</sup>, Babita Behera, Vijay K. Chhibber and Siddharth S. Ray. 2008. "Microwave Assisted Synthesis of Glycerol Carbonate Over Zinc Incorporated Mesoporous Hydrotalcite Catalyst." *Current Microwave Chemistry*. 5(1) : 13-22

- [24] Zhang, L., Zhang, Z., Wu, C., Qian, Q., Ma, J., Jiang, L., and Han, B. 2018. "Microwave assisted synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea." *Pure and Applied Chemistry*. 90(1) : 1–6.
- [25] Nguyen-Phu, H., Park, C., and Shin, E. W. 2018. "Dual catalysis over ZnAl mixed oxides in the glycerolysis of urea: Homogeneous and heterogeneous reaction routes." *Applied Catalysis A: General*. 552(1) : 1–10.
- [26] Cronstedt AF. 1756. "Natural zeolite and minerals." *Svenska Vetenskaps Akademiens Handlingar Stockholm*. 17(1) : 120.
- [27] ศิริบุษ ลอยหา. 2556. "ซีโอไลต์และเทคโนโลยีซีโอไลต์ Zeolite and Zeolite Technology." *วารสารวิทยาศาสตร์ มข.* 41(1) : 56-66
- [28] Fricke, R., Kosslick, H., Lischke, G. and Richter, M. 2000. "Incorporation of gallium into zeolites: syntheses, properties and catalytic application." *Chemical Reviews*. 100(6) : 2303-2405.
- [29] อาทิตย์ อควัสซี. 2560. "การเร่งปฏิกิริยาโดยซีโอไลต์ Catalysis by Zeolites." *วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี*. 19(1) : 23-37
- [30] นิรันุช ควรเชิดชู, เอกชัย จารุपालี และสุจิตรา วงศ์เกษมจิตต์. 2556. "การสังเคราะห์ซีโอไลต์ชนิดโซเดียมเอโดยใช้ดินดำสุราษฎร์เป็นแหล่งของซิลิกาและอลูมินาและใช้การเติบโตของผลึกแบบทุติยภูมิ." *วารสารวิจัยรามคำแหง (วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)*. 16(2) : 1-17
- [31] Green Chemistry with Zeolite Catalysts. [Online]. Available: <http://www.cheresources.com/zeolitezz.shtml>
- [32] ดร. จิตรลดา ชูมี. 2555. การดูดซับโลหะทองแดงในสารละลายด้วยซีโอไลต์ที่สังเคราะห์จากแกลบข้าว. [Online]. Available: <http://www.ssruii.ssru.ac.th/bitstream/ssruir/755/1/177-55.pdf>
- [33] Molecular sieves. [Online]. Available: <http://www.siameast.co.th>.
- [34] ผลิตภัณฑ์ของเรา / โมเลกุลลาร์ ซีฟ. [Online]. Available: <http://www.aluminathailand.com/th/molecular-sieve/>
- [35] 13X Molecular Sieve. [Online]. Available: <https://www.deltaadsorbents.com/13x-molecular-sieve>
- [36] Guo, Y., Zhang, H., and Liu, Y. 2018. "Desorption characteristics and kinetic parameters determination of molecular sieve by thermogravimetric analysis/differential thermogravimetric analysis technique." *Adsorption Science & Technology*. 36(7-8): 1389-1404
- [37] Potassium permanganate. [Online]. Available: [https://en.wikipedia.org/wiki/Potassium\\_permanganate](https://en.wikipedia.org/wiki/Potassium_permanganate)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [38] จิตวัต ศิวารุช. 2557. “ผลของปริมาณ อัตราส่วน และลำดับการจุ่มซุบของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะร่วม (ทองแดง สังกะสี และอะลูมิเนียม) บนตัวรองรับซิลิกาไททานีเยสำหรับการผลิตเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์.” วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วิศวกรรมเคมี) สาขาวิศวกรรมเคมี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- [39] ไมโครเวฟ. [Online]. Available: <https://th.wikipedia.org/wiki/ไมโครเวฟ>
- [40] คลื่นไมโครเวฟ คุณสมบัติ และประโยชน์คลื่นไมโครเวฟ. [Online]. Available: <https://www.siamchemi.com/คลื่นไมโครเวฟ/>
- [41] นายคงศักดิ์ ดอกบัว. 2562. ความปลอดภัยของการใช้ ภาชนะพลาสติกในเตาไมโครเวฟ. [Online]. Available: [http://www.thaiplastics.org/content\\_attachment/attach/plastics\\_in\\_microwave.pdf](http://www.thaiplastics.org/content_attachment/attach/plastics_in_microwave.pdf).
- [42] วิจิต ศรีตระกูล. 2559. เตอบไมโครเวฟ. [Online]. Available: [http://thep-center.org/src2/views/daily-life.php?article\\_id=16](http://thep-center.org/src2/views/daily-life.php?article_id=16).
- [43] ผศ.ดร.พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์. 2562. Infrared thermometer / เทอร์โมมิเตอร์ชนิดอินฟราเรด. [Online]. Available: [www.foodnetworksolution.com/wiki/word/4305/infrared-thermometer-เทอร์โมมิเตอร์ชนิดอินฟราเรด](http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/4305/infrared-thermometer-เทอร์โมมิเตอร์ชนิดอินฟราเรด)
- [44] เครื่องวัดพีเอช. [Online]. Available: <https://home.kku.ac.th/chuare/12/pHmeter.pdf>
- [45] pH Meter. [Online]. Available: [www.env.eng.chula.ac.th/?q=content/ph-meter](http://www.env.eng.chula.ac.th/?q=content/ph-meter)
- [46] ระบบลำเลียงแสงที่ 4.1: IR Spectroscopy and Imaging. [Online]. Available: <https://www.slri.or.th/th/beamline/bl41.html>
- [47] บทที่ 10 อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (Infrared spectroscopy). [Online]. Available: <http://e-book.ram.edu/e-book/c/CM328/CM328-10.pdf>.
- [48] ปุณณมา ศิริพันธ์โนน. 2561. เอกสารประกอบการสอนโดย ผศ.ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน บทที่ 2 XRD. [Online]. Available: <file:///C:/Users/COMPUTER9862/Downloads/mat-charac-part1.pdf>
- [49] จิตินัย แก้วแดง. 2530. การเตรียมและศึกษาสมบัติของสารกึ่งตัวนำคอปเปอร์อินเดียมไดซีลีไนด์. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [50] ต้นกล้า อินสว่าง. 2497. “เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC).” จดหมายข่าวศูนย์เครื่องมือวิจัย มหาวิทยาลัยขอนแก่น. 2(7) : 1-8.
- [51] ผกายมาศ อภิวัดน์วรารวงศ์. 2556. “การวิเคราะห์คราบลิปสติกโดยเทคนิค Gas Chromatography และเทคนิค Fluorescence Spectroscopy.” วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิตสาขาวิชานิติวิทยาศาสตร์บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินทางปัญญาของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 [52] หลักการ ของ GC. [Online]. Available: [http://www.thaitechno.net/t1/knowledge\\_detail.php?id=1230&uid=41046](http://www.thaitechno.net/t1/knowledge_detail.php?id=1230&uid=41046)  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น ขอสงวนสิทธิ์ในสิ่งที่ปรากฏและไม่รับผิดชอบต่อข้อผิดพลาดใดๆ ที่ปรากฏในเอกสารฉบับนี้

- [53] ธัญญา ศุภย์คุ้ม. 2557. “การพิสูจน์น้ำมันเบนซินบนฝ่ามือและเสื้อผ้าของผู้วางเพลิงโดยเทคนิค Gas Chromatography - Flame Ionization Detector (GC-FID)” ปริญา วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชานิติวิทยาศาสตร์ บัณฑิตวิทยาลัย, มหาวิทยาลัย ศิลปากร.
- [54] Aresta, M., Dibenedetto, A., Nocito, F., and Ferragina, C. 2009. “Valorization of bio-glycerol: New catalytic materials for the synthesis of glycerol carbonate via glycerolysis of urea.” *Journal of Catalysis*. 268(1) : 106–114.
- [55] Climent, M. J., Corma, A., De Frutos, P., Iborra, S., Noy, M., Velty, A., and Concepción, P. 2010. “Chemicals from biomass: Synthesis of glycerol carbonate by transesterification and carbonylation with urea with hydrotalcite catalysts. The role of acid–base pairs.” *Journal of Catalysis*. 269(1) : 140–149.
- [56] Wang, L., Ma, Y., Wang, Y., Liu, S., and Deng, Y. 2011. “Efficient synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea with lanthanum oxide as a solid base catalyst.” *Catalysis Communications*. 12(15) : 1458–1462.
- [57] Jagadeeswaraiah, K., Kumar, C. R., Prasad, P. S. S., Loridant, S., and Lingaiah, N. 2014. “Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea over tin-tungsten mixed oxide catalysts.” *Applied Catalysis A: General*. 469(1) : 165–172.
- [58] Srinivas, M., Raveendra, G., Parameswaram, G., Saiprasad, P. S., Loridant, S., and Lingaiah, N. 2015. “Understanding the surface and structural characteristics of tungsten oxide supported on tin oxide catalysts for the conversion of glycerol.” *Journal of Chemical Sciences*. 127(5) : 897–908.
- [59] Reviana Inda, Dwi Suyatmo, Hary Sulisty, and Wahyudi Budi Sediawan. 2016. “The Synthesis of Glycerol Carbonate from Biodiesel By product Glycerol and Urea over Amberlyst 15.” *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 6(2) : 143-149.
- [60] Fernandes, G. P., and Yadav, G. D. 2018. “Selective glycerolysis of urea to glycerol carbonate using combustion synthesized magnesium oxide as catalyst.” *Catalysis Today*. 309(1) : 153–160.
- [61] Ba Khiem Nguyen, T-Que Phuong Phan, Huu Thien Pham, and Dinh Thanh Nguyen. 2018. “Synthesis of solid acid-base catalysts based on Zn-Sn and Al-Sn used for carbonylation of glycerol with urea into glycerol carbonate.” *Vietnam Journal of Science and Technology*. 56 (3B) : 235-243.

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [62] Calvino-Casilda, V., Mul, G., Fernández, J. F., Rubio-Marcos, F., & Bañares, M. A. 2011. "Monitoring the catalytic synthesis of glycerol carbonate by real-time attenuated total reflection FTIR spectroscopy." *Applied Catalysis A: General*. 409-410 : 106–112.
- [63] Van Oudenhove, M. 2015. "Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and urea by using gold-supported catalysts." *Master's dissertation submitted in order to obtain the academic degree of Master of Science in de industriële wetenschappen: chemie*
- [64] Ramakrishna, C., Saini, B. K., Racharla, K., Gujarathi, S., Sridara, C. S., Gupta, A., Rao, P. V. L. 2016. "Rapid and complete degradation of sulfur mustard adsorbed on M/zeolite-13X supported (M = 5 wt% Mn, Fe, Co) metal oxide catalysts with ozone." *RSC Advances*. 6(93) : 90720–90731.
- [65] Sandeep K. Lakhera, SreeHarsha A., Sidharth Suman. 2014-2015. "Synthesis and Characterization of 13X Zeolite/ Activated Carbon Composite." *Int.J. ChemTech Res.* 7(3) : 1364-1368.
- [66] D., M. 2004. "IR X-ray and thermal studies on zeolite-13X and its Mn(II) and Zn(II) exchange and adsorbed derivatives." *Studies in Surface Science and Catalysis*. 1693–1699.
- [67] Becerra, M. E., Arias, N. P., Giraldo, O. H., López Suárez, F. E., Illán Gómez, M. J., & Bueno López, A. 2011. "Soot combustion manganese catalysts prepared by thermal decomposition of  $\text{KMnO}_4$ ." *Applied Catalysis B: Environmental*. 102(1-2) : 260–266.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

วิธีคำนวณการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ในปริมาณ 50 กรัม โดย โหลด  $\text{KMnO}_4$  5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

ในการทดลองได้ทำการทดสอบการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า Zeolite 13X 1 g สามารถดูดซับน้ำได้ 1 ml ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X ปริมาณ 50 กรัม แสดงว่าต้องเตรียมสารละลายของ  $\text{KMnO}_4$  50 ml โดยเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

ในสารละลาย 100 ml

มี  $\text{KMnO}_4$  5 g

ในสารละลาย 50 ml

มี  $\text{KMnO}_4$   $(5 \times 50) / 100 = 2.5$  g



รูปที่ ก-1 ตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X



รูปที่ ก-2 ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาณ basic site ของตัวเร่งปฏิกิริยา

### 1. ตัวเร่งปฏิกิริยา Zeolite 13X

เมื่อทำการทดสอบความเป็นกรด-เบสด้วยเครื่อง pH meter พบว่าได้ค่า pH เท่ากับ 9.23

วิธีการคำนวณ

$$\text{pOH} = 14 - \text{pH}$$

$$\text{pOH} = 14 - 9.23 = 4.77 \quad ; \quad \text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$$

$$\text{ดังนั้น } [\text{OH}^-] = 10^{-\text{pOH}} = 10^{-4.77} = 1.6982 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

เนื่องจากการเตรียมสารแขวนลอยซีโอไลต์ในน้ำปราศจากไอออนที่ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก หมายความว่า เตรียม Zeolite 13X 1 กรัมละลายน้ำ 9.9 ml

$$\text{ดังนั้น basic site} = 1.6982 \times 10^{-5} \text{ mol/L} \times 9.9 \times 10^{-3} \text{ L/1 g Zeolite}$$

$$\text{basic site} = 1.6812 \times 10^{-7} \text{ mol/g หรือ } 0.1681 \text{ } \mu\text{mol/g}$$

### 2. ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X

เมื่อทำการทดสอบความเป็นกรด-เบสด้วยเครื่อง pH meter พบว่าได้ค่า pH เท่ากับ 9.65

วิธีการคำนวณ

$$\text{pOH} = 14 - \text{pH}$$

$$\text{pOH} = 14 - 9.65 = 4.35 \quad ; \quad \text{pOH} = -\log [\text{OH}^-]$$

$$\text{ดังนั้น } [\text{OH}^-] = 10^{-\text{pOH}} = 10^{-4.35} = 4.4668 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

เนื่องจากการเตรียมสารแขวนลอยซีโอไลต์ในน้ำปราศจากไอออนที่ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก หมายความว่า เตรียม  $\text{KMnO}_4$ -Zeolite 13X 1 กรัมละลายน้ำ 9.9 ml

$$\text{ดังนั้น basic site} = 4.4668 \times 10^{-5} \text{ mol/L} \times 9.9 \times 10^{-3} \text{ L/1 g Zeolite}$$

$$\text{basic site} = 4.4221 \times 10^{-7} \text{ mol/g หรือ } 0.4422 \text{ } \mu\text{mol/g}$$

## ภาคผนวก ค

การสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค GC-FID โดยสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ ค-1

ตารางที่ ค-1 สภาวะการทดลองด้วย GC-FID

Gas Chromatography	
Detector	FID
Column	DB-WAX
-Column material	Polyethylene glycol (PEG)
-Length (m)	30
-Inner diameter (mm)	0.250
-film Thickness (um)	0.25
-Maximum Temperature (°C)	250
Carrier gas	Hydrogen
Carrier gas flow (ml/min)	1.1
Column Temperature	
- Initial (°C)	70 (maintained for 3 min)
- final (°C)	230 (maintained for 17 min)
- Rate (°C/min)	25
Injector Temperature (°C)	250
Detector Temperature (°C)	280
Analyzed compounds	Glycerol, Glycerol carbonate, methanol

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. กลีเซอรอลบริสุทธิ์ ความเข้มข้น 99.5%
2. กลีเซอรอลคาร์บอนेट ความเข้มข้น 90%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การเตรียมสารมาตรฐานและการวิเคราะห์ของกลีเซอรอล

1. เตรียม Stock. ของกลีเซอรอลที่ ความเข้มข้น 180 g/L ปริมาตร 25 ml ของสารละลายมาตรฐาน กลีเซอรอล โดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลาย

#### 1.1 น้ำหนักของสารที่ต้องใช้

สารละลาย 1000 ml	ใช้สารมาตรฐาน	180 g	
สารละลาย 25 ml	ใช้สารมาตรฐาน	$\frac{25 \text{ ml} \times 180 \text{ g}}{1000 \text{ ml}}$	= 4.5 g

#### 1.2 กลีเซอรอลที่ต้องใช้

มีเนื้อสารกลีเซอรอลจริงอยู่ 99.5 g	จากสารละลาย 100 g		
ต้องการเนื้อสารกลีเซอรอล 4.5 g	ต้องใช้สารละลาย	$\frac{4.5 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{99.5 \text{ ml}}$	= 4.52g

#### 1.3 เติมตัวทำละลายเมทานอลจนถึงขีดระดับปริมาตรและเขย่าให้ผสมกัน

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นดังนี้ 20, 40, 80, 120, 140, 160 และ 180 g/L ในขวด วัดปริมาตรขนาด 10 ml ซึ่งปริมาณที่คำนวณแสดงดังตารางที่ ค-2 โดยคำนวณได้จากสมการ

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$C_1$  = ความเข้มข้นของสารละลายก่อนเจือจาง (g/L)

$C_2$  = ความเข้มข้นของสารละลายหลังเจือจาง (g/L)

$V_1$  = ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (ml)

$V_2$  = ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (ml)

- ความเข้มข้น 160 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$180 \text{ g/L} \times V_1 = 160 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 8.89 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 180 g/L ปริมาตร 8.89 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 140 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$180 \text{ g/L} \times V_1 = 140 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 8.75 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 180 g/L ปริมาตร 8.75 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ความเข้มข้น 120 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$140 \text{ g/L} \times V_1 = 120 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 8.57 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 140 g/L ปริมาตร 8.57 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 80 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$120 \text{ g/L} \times V_1 = 80 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 6.67 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 120 g/L ปริมาตร 6.67 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 40 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$80 \text{ g/L} \times V_1 = 40 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 5 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 80 g/L ปริมาตร 5 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 20 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$40 \text{ g/L} \times V_1 = 20 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 5 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 180 g/L ปริมาตร 5 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

ตารางที่ ค-2 ปริมาตรที่ต้องใช้ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml

ขวดวัดปริมาตร	ความเข้มข้นสารมาตรฐาน (g/L)	Stock ที่ใช้	ปริมาตรที่ใช้ (ml)
1	20	ใช้จาก stock 40 g/L	5
2	40	ใช้จาก stock 80 g/L	5
3	80	ใช้จาก stock 120 g/L	6.67
4	120	ใช้จาก stock 140 g/L	8.57
5	140	ใช้จาก stock 160 g/L	8.75
6	160	ใช้จาก stock 180 g/L	8.89
7	180	ใช้จาก stock 180 g/L	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกและต้องแจ้งถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำไปใช้

2.1 .เติมตัวทำละลายเมทานอลให้ถึงขีดของขวดวัดปริมาตรขนาด10 ml เขย่าให้ผสมกัน

3. วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานขวดละ 1 ไมโครลิตรด้วย GC-FID โดยวิเคราะห์ตามสภาวะที่กำหนดไว้ข้างต้น

การเตรียมสารมาตรฐานและการวิเคราะห์ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

1. เตรียม Stock ของกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่ความเข้มข้น 840 g/L ปริมาตร 10 ml ของสารละลายมาตรฐานกลีเซอรอล โดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลาย

1.1 น้ำหนักของสารที่ต้องใช้

สารละลาย 1000 ml	ใช้สารมาตรฐาน	840 g	
สารละลาย 10 ml	ใช้สารมาตรฐาน	$\frac{840 \text{ ml} \times 10 \text{ g}}{1000 \text{ ml}}$	= 8.4 g

1.2 กลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่ต้องใช้

มีเนื้อสารกลีเซอรอลจริงอยู่ 90 g	จากสารละลาย 100 g		
ต้องการเนื้อสารกลีเซอรอลคาร์บอนเนต 8.4 g	ต้องใช้สารละลาย	$\frac{8.4 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{90 \text{ g}}$	= 9.33 g

1.3 เติมตัวทำละลายเมทานอลจนถึงขีดระดับปริมาตรและเขย่าให้ผสมกัน

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นดังนี้ 40, 200, 360, 520, 680 และ 840 g/L ในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml โดยปริมาณที่คำนวณแสดงดังตารางที่ ค-3 โดยคำนวณได้จากสมการ

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$C_1$  = ความเข้มข้นของสารละลายก่อนเจือจาง (g/L)

$C_2$  = ความเข้มข้นของสารละลายหลังเจือจาง (g/L)

$V_1$  = ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (ml)

$V_2$  = ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (ml)

- ความเข้มข้น 680 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$840 \text{ g/L} \times V_1 = 680 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 8.10 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 840 g/L ปริมาตร 8.10 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 520 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$840 \text{ g/L} \times V_1 = 520 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 7.65 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 840 g/L ปริมาตร 7.65 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ความเข้มข้น 360 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$520 \text{ g/L} \times V_1 = 360 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 6.92 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 520 g/L ปริมาตร 6.92 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 200 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$360 \text{ g/L} \times V_1 = 200 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 5.56 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 360 g/L ปริมาตร 5.56 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

- ความเข้มข้น 40 g/L

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$200 \text{ g/L} \times V_1 = 40 \text{ g/L} \times 10$$

$$V_1 = 2 \text{ ml}$$

ดูดสารละลายจาก Stock. 200 g/L ปริมาตร 2 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 10 ml

ตารางที่ ค-3 ปริมาตรที่ต้องใช้ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml

ขวดวัดปริมาตร	ความเข้มข้นสารมาตรฐาน (g/L)	Stock ที่ใช้	ปริมาตรที่ใช้ (ml)
1	40	ใช้จาก stock 200 g/L	2
2	200	ใช้จาก stock 360 g/L	5.56
3	360	ใช้จาก stock 520 g/L	6.92
4	520	ใช้จาก stock 680 g/L	7.65
5	680	ใช้จาก stock 840 g/L	8.10
6	840	ใช้จาก stock 840 g/L	

2.1 .เติมตัวทำละลายเมทานอลให้ถึงขีดของขวดวัดปริมาตรขนาด10 ml เขย่าให้ผสมกัน

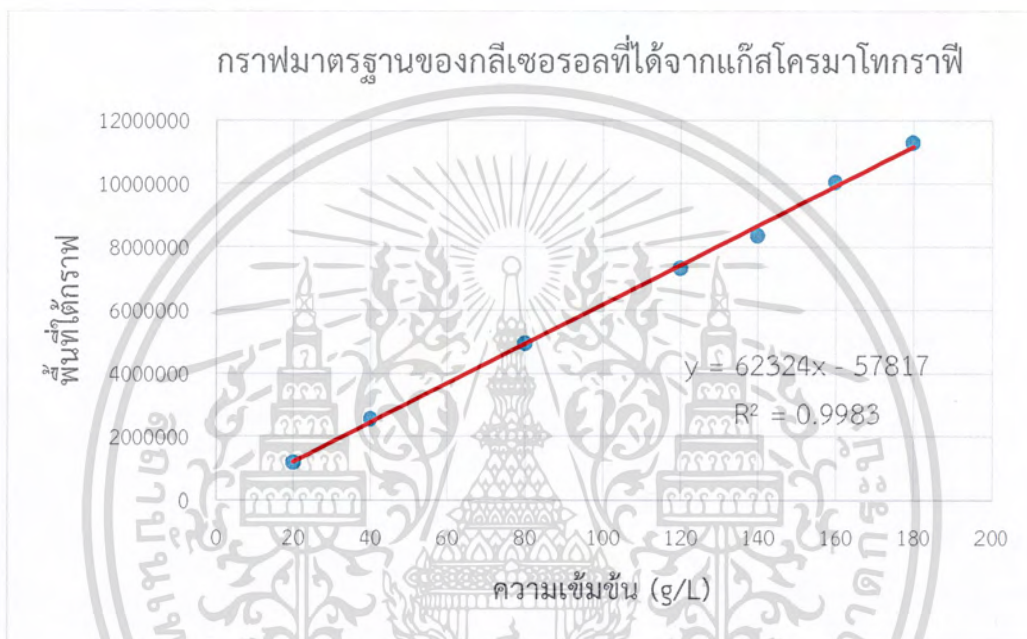
3. วิเคราะห์สารละลายมาตรฐานขวดละ 1 ไมโครลิตรด้วย GC-FID โดยวิเคราะห์ตามสภาวะที่กำหนดไว้ข้างต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

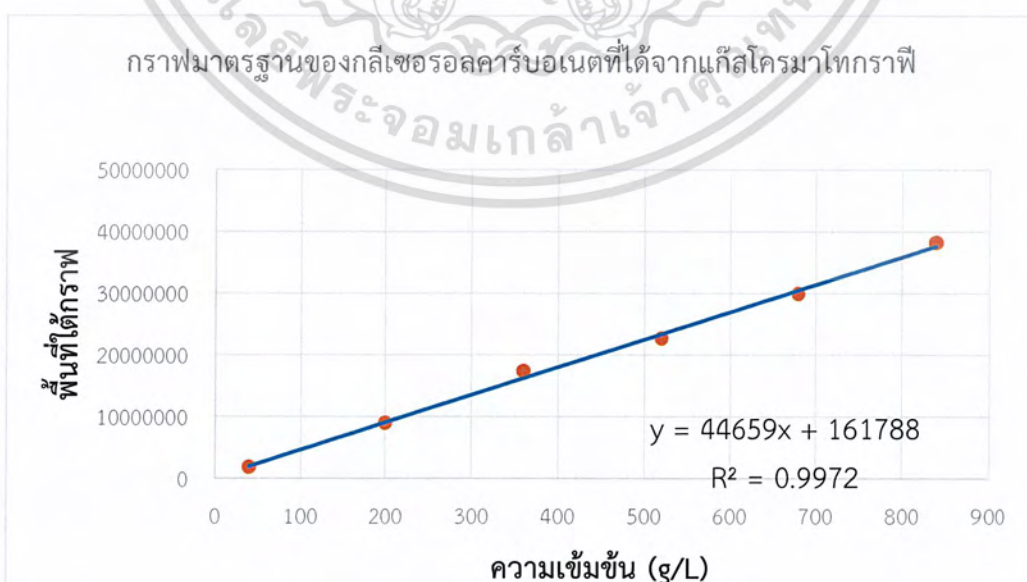
### การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์

1. นำสารตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยามาเจือจางด้วยตัวทำละลายเมทานอล 20 เท่า โดยใช้ปริมาตรสารตัวอย่าง 0.5 ml และเมทานอล 9.5 ml
2. วิเคราะห์สารตัวอย่างขวดละ 1 ไมโครลิตรด้วย GC-FID โดยวิเคราะห์ตามสภาวะที่กำหนดไว้ข้างต้น

### ลักษณะของกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ของสารมาตรฐานที่ได้จาก GC-FID



รูปที่ ค-1 ลักษณะกราฟมาตรฐานของกลีเซอรอลที่ได้จากแก๊สโครมาโทกราฟี GC-FID

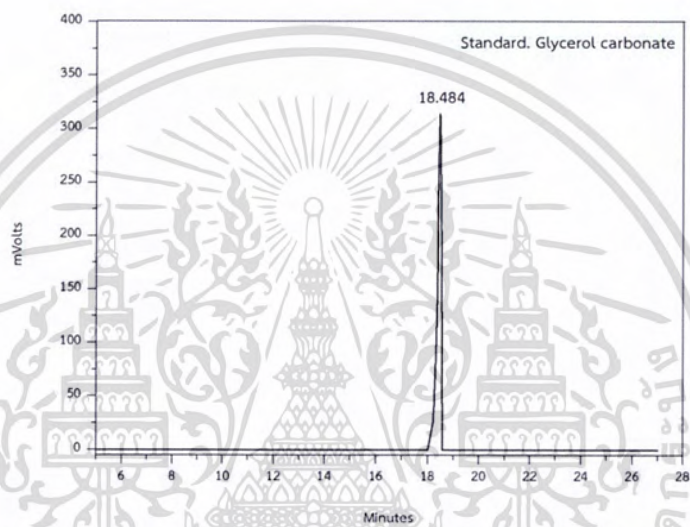


รูปที่ ค-2 ลักษณะกราฟมาตรฐานของกลีเซอรอลคาร์บอนेटที่ได้จากแก๊สโครมาโทกราฟี GC-FID

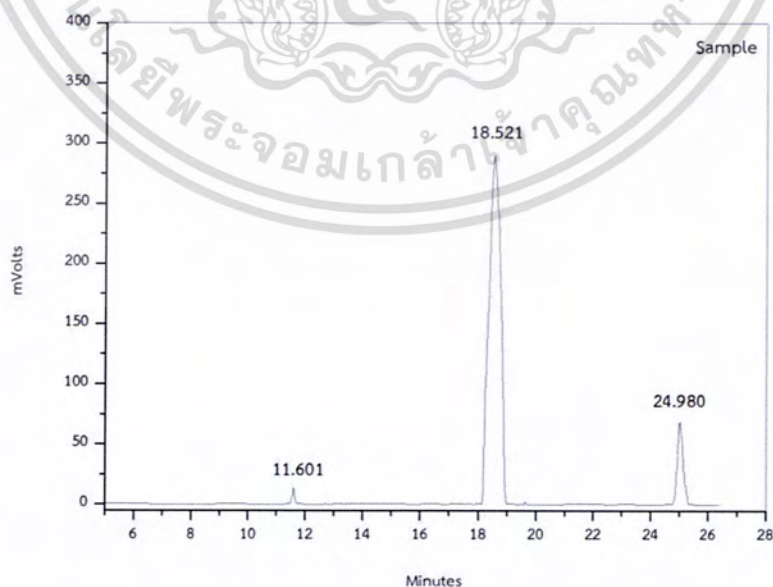
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ต่อแหล่งอื่นโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกกรณีที่มีการนำไปใช้

### การวิเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอเนตด้วยเทคนิค GC-FID

ผลการวิเคราะห์จากเทคนิค GC-FID พบว่าพีคของสารมาตรฐานกลีเซอรอลคาร์บอเนต ปรากฏ Retention time ที่ 18.484 min แสดงดังรูปที่ ค-3 ส่วนสารตัวอย่าง ปรากฏพีค Retention time 3 พีค คือ 11.061, 18.521 และ 24.980 min แสดงดังรูปที่ ค-4 ดังนั้นพีคที่ 18.521 min เป็นพีคของกลีเซอรอลคาร์บอเนต ส่วนพีคที่ 11.061 และ 24.980 min เป็นพีคของกลีเซอรอลและกลีเซอรอลยูรีเทนที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ Marilien Van Oudenhove [63] ซึ่งปรากฏพีคของกลีเซอรอลก่อนกลีเซอรอลคาร์บอเนตและพีคของกลีเซอรอลยูรีเทนขึ้นหลังกลีเซอรอลคาร์บอเนต



รูปที่ ค-3 โครมาโทแกรมของ Standard. Glycerol carbonate ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID



รูปที่ ค-4 โครมาโทแกรมของผลิตภัณฑ์ที่ทำการสังเคราะห์ ด้วยเทคนิค GC-FID

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นประโยชน์จากเอกสารนี้  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ง

ตารางที่ ง-1 ผลการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับ ยูเรียโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

อัตราส่วนโมลของ กลีเซอรอล: ยูเรีย	เวลา	Conversion (%)	Selectivity (%)
1:0.5	30	97.56	*
	45	97.95	16.65
	60	**	**
1:1	30	98.08	13.32
	45	98.12	25.45
	60	98.72	37.43
1:2	30	**	**
	45	97.08	2.72
	60	98.03	2.49

\* ไม่เกิดกลีเซอรอลคาร์บอนเนต

\*\* ผลิตภัณฑ์ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

ที่อัตราส่วน 1:0.5 ที่เวลา 30 นาที ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอลสูงแต่ไม่เกิดการเลือกเกิดเป็นกลีเซอรอลคาร์บอนเนต เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นอาจอยู่ในรูปของ Polyglycerol ซึ่งเกิดจากการที่กลีเซอรอลทำปฏิกิริยากับกลีเซอรอล

ที่อัตราส่วน 1:2 ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงกลีเซอรอลสูงแต่ค่าการเลือกเกิดกลีเซอรอลคาร์บอนเนตต่ำ เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้อาจอยู่ในรูปของกลีเซอรอลยูรีเทน หรือ (2-oxo1,3-dioxolan-4-yl)methyl carbamate ที่เกิดจากปริมาณของยูเรียที่มากเกินไปทำปฏิกิริยากับกลีเซอรอลคาร์บอนเนตที่เกิดขึ้น

ตารางที่ ง-2 ผลการสังเคราะห์กลีเซอรอลคาร์บอนเนตจากปฏิกิริยาคาร์บอนิลเลชันของกลีเซอรอลกับ ยูเรียโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา และปริมาณ ตัวเร่งที่โหลดเข้าทำปฏิกิริยา	เวลา (นาที)	Conversion (%)	Selectivity (%)
2% w/w KMnO <sub>4</sub> - Zeolite 13X	20	96.35	1.96
	30	97.43	47.67
	40	97.92	75.38
5% w/w KMnO <sub>4</sub> - Zeolite 13X	40	95.77	67.56
2% w/w Zeolite 13X	40	97.05	37.76

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น