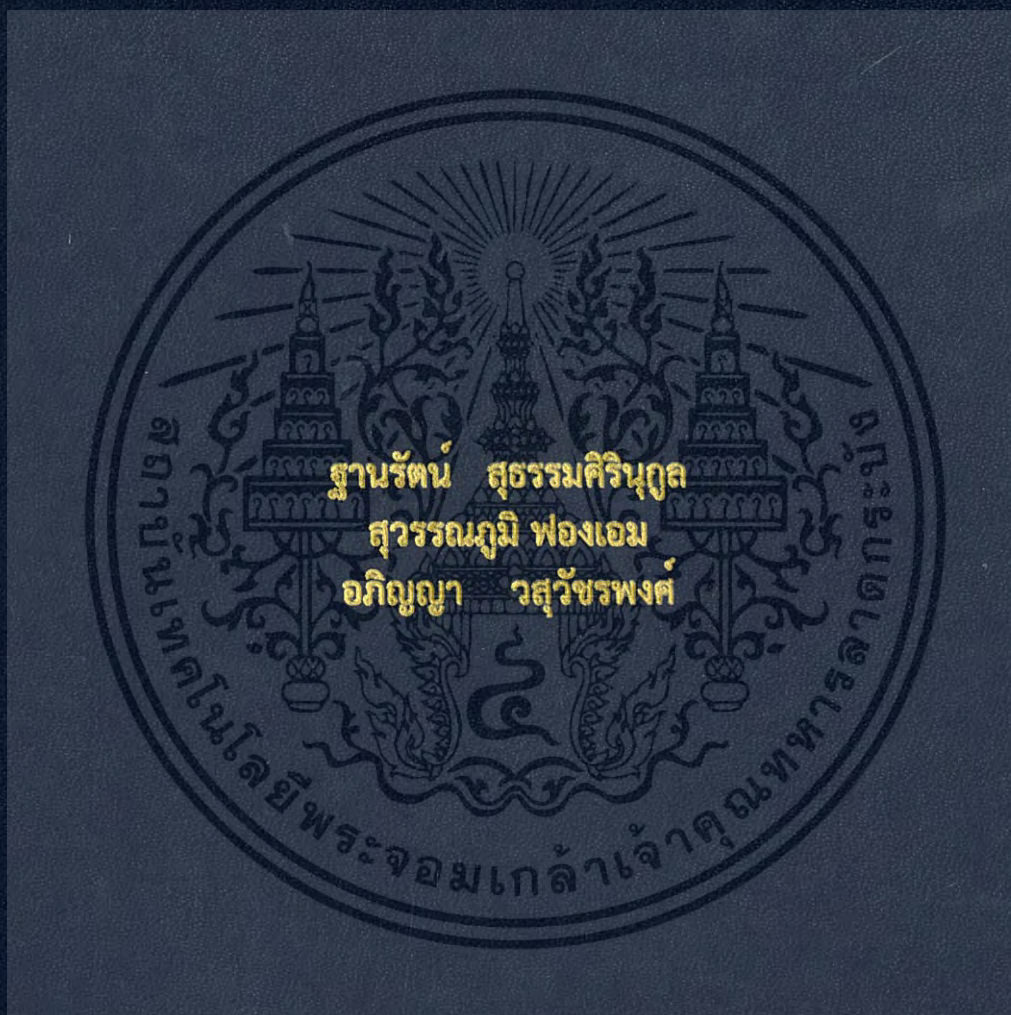


การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์
ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

SYNTHESIS OF DIMETHYL ETHER OVER $\text{CuZnO}/\text{AlPO}_4$
CATALYSTS IN A FIXED-BED REACTOR



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์
ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

SYNTHESIS OF DIMETHYL ETHER OVER CuZnO/ALPO₄
CATALYSTS IN A FIXED-BED REACTOR

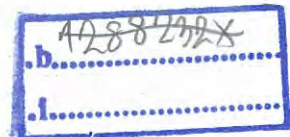


T149202

ฐานรัตน์ สุธรรมศิริกุล
สุวรรณภูมิ พองเอน
อภิญญา วสุวัชรพงศ์

สท.ว.
ฐ 199 ก
2058

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....149202
วันเดือนปี.....29 ส.ค. 2561



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ภายในห้องสมุด ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF DIMETHYL ETHER OVER $\text{CuZnO}/\text{AlPO}_4$
CATALYSTS IN A FIXED-BED REACTOR



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN
PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF SCIENCE., FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง
ชื่อนักศึกษา	นางสาวฐานรัตน์ สุธรรมศิริกุล รหัสนักศึกษา 55050631 นายสุวรรณภูมิ พองเอม รหัสนักศึกษา 55050850 นางสาวอภิญญา วสุวัชรพงศ์ รหัสนักศึกษา 55050863
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2558
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษศึกษาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ผ่านอะลูมิเนียมฟอสเฟตในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่งด้วยการผสมทางกายภาพ (Physical mixing) ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1, 2:1 และ 3:1 โดยการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่างๆได้แก่ เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction : XRD) พบว่าคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 15-16.5 nm. และอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีโครงสร้างอสังฐานเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) พบว่าอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีการสั่นของไฮโดรเจนฟอสเฟตแอนไอออน (HPO_4^{2-}) และโมเลกุลของน้ำภายในผลึก เทคนิคการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน (Adsorption desorption of Nitrogen, BET) ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 มีพื้นที่ผิวสูงที่สุด และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์มีลักษณะเป็นทรงกลมและเป็นแฉกรวมตัวกัน จากนั้นทำการสังเคราะห์ ไดเมทิลอีเทอร์ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาผสมที่เตรียมได้ โดยอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา คือ 250°C ความดัน 40 bar อัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที สำหรับร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นพบว่า ที่อัตราส่วน 2:1 เท่ากับ 22.67 ซึ่งเป็นค่าที่สูงที่สุด ส่วนร้อยละการเลือกเกิดไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณของคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นตามลำดับ และร้อยละผลผลิตของอัตราส่วน 2:1 เท่ากับ 21.05 เป็นอัตราส่วนที่ให้ค่าสูงที่สุด

คำสำคัญ : การผสมทางกายภาพ , การพิสูจน์เอกลักษณ์ , คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ , ไดเมทิลอีเทอร์ , อะลูมิเนียมฟอสเฟต , การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis of dimethyl ether over CuZnO/AlPO ₄ catalysts in a fixed-bed reactor		
Students	Ms. Thanarat Suthumsirinukul	Student ID	55050631
	Mr. Suwanaphum Fongem	Student ID	55050631
	Ms. Apinya Wasuwatcharapong	Student ID	55050863
Degree	Bachelor of Science Program (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2558		
Advisor	Asst. Prof. Dr.Montree Thongkam		

Abstract

The special project was studied synthesis of dimethyl ether over CuZnO/AlPO₄ catalysts in a fixed-bed reactors by physical mixing in the weight of 1:1, 2:1 and 3:1. The catalysts were characterized by X-ray diffraction (XRD) It was found that the crystallize size of CuZnO was in 15-16.5 nanometers and the crystal structure of AlPO₄ had an amorphous structure. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) was indicated that the presence of HPO₄²⁻ and water molecule in the AlPO₄ structure. Adsorption-desorption of nitrogen (BET) was shown that hybrid catalyst in the weight ratio of 1:1 CuZnO had a radial sphere form and the particle size was in range of 3.33-8.75 micrometers, as AlPO₄ had a plate and spherical agglomeration form. Accordingly, synthesis of Dimethyl Ether over hybrid catalyst by reduction temperature 250°C, Air Pressure 40 bar and Flow rate 20 mL/min. The conversion found that the weight ratio of 2:1 as 22.67 which had the highest conversion. The selectivity formation of Dimethyl Ether in tend decrease depend on addition CuZnO and %Yield of Dimethyl Ether the weight ratio of 2:1 as 21.05 had the highest selectivity.

Keywords : Physical mixing, Characterization, CuZnO, Dimethyl Ether, Synthesis of Dimethyl ether

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความอนุเคราะห์จากท่านอาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มนตรี ทองคำ , คุณสัทนา ทองคำ และคุณเอกพงษ์ คงเจริญที่ชี้แนะแนวทางในการวางแผนโครงการทดลองต่างๆ ตลอดจนการให้คำปรึกษาการค้นหาข้อมูล ทำให้โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร. อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล ประธานกรรมการ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ภิเชษฐรุ่งโรจน์ชัยพร ที่กรุณาเป็นกรรมการสอบโครงการพิเศษ ให้คำแนะนำและแก้ไขข้อผิดพลาดให้โครงการพิเศษสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ได้มอบความรู้ด้านวิชาการและคำแนะนำรวมถึงแนวทางการแก้ไขปัญหา

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือตลอดจนการอำนวยความสะดวกตลอดการทำโครงการพิเศษ

ขอขอบพระคุณ เพื่อน พี่ ในภาควิชาเคมีที่ให้คำปรึกษาแนะนำช่วยเหลือและให้กำลังใจในการทำโครงการพิเศษให้ลุล่วงด้วยดี

ฐานรัตน์ สุธรรมศิริกุล
สุวรรณภูมิ พองเอม
อภิญญา วสุวัชรพงศ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	ก
สารบัญตาราง	จ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ไดมัลติมีเตอร์	4
2.2 เทคโนโลยีการผลิต แหล่งผลิต และราคาดีเอ็มอี	5
2.3 ประโยชน์ของไดมัลติมีเตอร์	6
2.3.1 เชื้อเพลิงภายในบ้าน	6
2.3.2 เชื้อเพลิงสำหรับการขนส่ง	6
2.3.3 เซลล์เชื้อเพลิง	6
2.3.4 เชื้อเพลิงสำหรับแหล่งกำเนิดไฟฟ้า	7
2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์-ซิงค์ออกไซด์	8
2.5 การสังเคราะห์ไดมัลติมีเตอร์	8
2.5.1 การสังเคราะห์ไดมัลติมีเตอร์จากแก๊สสังเคราะห์	9
2.5.2 การสังเคราะห์ไดมัลติมีเตอร์จากเมทานอล	9
2.6 โลหะฟอสเฟต	10
2.7 ตัวเร่งปฏิกิริยา	11
2.7.1 การเร่งปฏิกิริยาเคมี	11
2.7.2 คำที่เกี่ยวข้องกับการเร่งปฏิกิริยา	12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.8 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือวิเคราะห์	13
2.8.1 เทคนิคฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี	13
2.8.2 เทคนิคเทอร์มอลกราวิเมตริก	14
2.8.3 การตรวจเอกลักษณ์ด้านสัณฐานวิทยา	15
2.8.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	16
2.8.5 การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา	17
2.9 เครื่องปฏิกรณ์	20
2.9.1 Fixed-bed reactor	20
2.9.2 Slurry phase reactors	20
2.9.3 Fluidized-bed reactor	21
2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	24
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ	24
3.2 เครื่องมือในการตรวจสอบเอกลักษณ์	24
3.3 สารเคมี	25
3.4 วิธีการสังเคราะห์	25
3.4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์	25
3.4.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	27
3.4.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟต	28
3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา	28
3.5.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)	28
3.5.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD)	29
3.5.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	29
3.5.4 เทคนิคการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจน (BET)	29

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.6 การเกิดปฏิกิริยาเพื่อการสังเคราะห์เดเมทิลอีเทอร์	29
3.6.1 ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง (fixed-bed reactor)	29
3.7 การวิเคราะห์ผลการเร่งปฏิกิริยา	31
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	32
4.1 ผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา	32
4.1.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	32
4.1.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	33
4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา	34
4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์	34
4.2.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	34
4.2.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	35
4.2.1.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต	37
4.2.2 ผลการตรวจสอบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์-ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทสโกปี	38
4.2.3 ผลการตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน	40
4.2.4 ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด	41
4.2.5 ผลการวิเคราะห์การแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม	47
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	50
5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา	50
5.2 สรุปผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา	50
5.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึก	50
5.2.2 การตรวจสอบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	51
5.2.3 การตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา	51
5.2.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา	51

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
5.3 สรุปผลการสังเคราะห์ไตเมทิลอีเทอร์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง	51
5.4 ข้อเสนอแนะ	52
เอกสารอ้างอิง	53
ภาคผนวก	57
ภาคผนวก ก	58
ภาคผนวก ข	59
ภาคผนวก ค	61
ภาคผนวก ง	66
ภาคผนวก จ	69
ภาคผนวก ฉ	71
ภาคผนวก ช	74



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของโดเมทิลอีเทอร์กับเชื้อเพลิงอื่น	4
4.1 ร้อยละการผลิตของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	33
4.2 ร้อยละการผลิตของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	33
4.3 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยของคอปเปอร์(I)ออกไซด์ คอปเปอร์(II)ออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์	36
4.4 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา	37
4.5 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผา	37
4.6 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และตัวปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บน อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนต่างๆ	40
4.7 ร้อยละผลผลิตและความจำเพาะของการสังเคราะห์โดเมทิลอีเทอร์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในแต่ละอัตราส่วน	48

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	กระบวนการผลิตโดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม	5
2.2	กระบวนการผลิตโดเมทิลอีเทอร์แบบทางตรง	5
2.3	การเปรียบเทียบค่าการแปลงผันของโดเมทิลอีเทอร์กับสารชนิดอื่น	7
2.4	ค่าใช้จ่ายการผลิตระหว่างโดเมทิลอีเทอร์และก๊าซปิโตรเลียมเหลว	7
2.5	ร้อยละของการเลือกเกิดเป็นโดเมทิลอีเทอร์	8
2.6	การเกิดปฏิกิริยาอย่างง่ายของการเปลี่ยนเมทานอล	10
2.7	ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี	14
2.8	เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน	15
2.9	ส่วนประกอบต่างๆของเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)	16
2.10	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึก	16
2.11	การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและ ภายในรูพรุนของวัสดุ	17
2.12	การดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ	18
2.13	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์	18
2.14	เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor)	20
2.15	เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไดซ์เบด (fluidized-bed reactor)	21
3.1	การจัดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	26
3.2	การจัดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต	27
3.3	ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (fixed-bed reactor)	30
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์(XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	34
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์(XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	35
4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์(XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1	37
4.4	สเปกตร้า FT-IR ของ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	38
4.5	รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์	42
4.6	รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.7	รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1	44
4.8	รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1	45
4.9	รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 3:1	46
4.10	ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1, 2:1 และ 3:1	47
4.11	ค่าการเลือกเกิดเป็นโดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1, 2:1 และ 3:1	47



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

เนื่องจากในปัจจุบันความต้องการทางด้านพลังงานของประเทศมีเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว รวมถึงทั่วโลกกว่าร้อยละ 50 ของความต้องการนี้ จำเป็นต้องมีการนำเข้พลังงานจากต่างประเทศ ซึ่งราคาทางด้านพลังงานที่นำเข้เข้านี้ ก็มีความผันผวนอยู่ตลอดเวลา ส่งผลให้เกิดความไม่มั่นคงในการจัดสรรพลังงานดังกล่าว ขณะที่การใช้ทรัพยากรธรรมชาติภายในประเทศที่สามารถนำมาผลิตและใช้พลังงานก็มีปริมาณลดลงมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งน้ำมันเชื้อเพลิงและแก๊สธรรมชาติ และในอีกไม่นานทรัพยากรธรรมชาติเหล่านั้นก็มีแนวโน้มหมดไปในที่สุด จึงจำเป็นต้องหาพลังงานทดแทนที่สามารถนำมาใช้ในชีวิตประจำวัน หาง่าย ราคาถูก มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมน้อย และไม่ยุ่งยากในเชิงการประยุกต์ใช้ โดยมีการศึกษาวิจัยพลังงานทดแทนในปัจจุบัน เช่น เชื้อเพลิงไฮโดรเจน มีเทน เมทานอล เอทานอล ไบโอดีเซล [ภาณุจนา แสงลิมสุวรรณ] และไดเมทิลอีเทอร์ เป็นพลังงานทางเลือกที่สำคัญ โดยในงานวิจัยพบว่า ไดเมทิลอีเทอร์มีสมบัติทางกายภาพที่ใกล้เคียงกับแก๊สปิโตรเลียมเหลว (Liquefied Petroleum Gas : LPG) และสามารถทำให้เป็นของเหลวได้ง่ายกว่าแก๊สปิโตรเลียมเหลว ซึ่งมีข้อดีในการจัดเก็บและขนส่ง นอกจากนี้ไดเมทิลอีเทอร์มีค่าซีเทน (cetane number) สูงกว่า น้ำมันดีเซลทำให้สามารถใช้เป็นพลังงานในรถยนต์ที่ใช้เครื่องยนต์ดีเซลได้ [Sun, J. และคณะ, 2014] และเมื่อเกิดการเผาไหม้จะเกิดการเผาไหม้แบบสมบูรณ์ จึงไม่เกิดเขม่า ไม่ก่อให้เกิดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ไนโตรเจนออกไซด์ (NO) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂) สารประกอบไฮโดรคาร์บอน และสารชนิดเปอร์ออกไซด์ จึงถือเป็นเชื้อเพลิงสะอาด [Li, Z. และคณะ, 2012] นอกจากนี้ยังมีประโยชน์อีกมากมาย เช่น เป็นสารมัธยันต์ (intermediate) ในการผลิตโอเลฟินส์เบา [Song, W. และคณะ] เมทิลอะซีเตท [Cheung, P. และคณะ, 2006] พอลิดีไฮด์ [Liu, H. และคณะ, 2003] และไดเมทิลอีเทอร์สามารถเกิดโอลิโกเมไรท์ (Oligomerize) เป็นไดเมทอกซีมีเทน (Dimethoxy methane : CH₃OCH₂OCH₃) พอลิออกซีเมทิลีนไดเมทิลอีเทอร์ (Polymethylene dimethyl ethers) ซึ่งเป็นเชื้อเพลิงดีเซลเหลวภายใต้อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ [Liu, H. and Iglesia, 2003] เป็นต้น

ในกระบวนการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยตรงจะใช้แก๊สสังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น โดยแก๊สสังเคราะห์จะถูกเปลี่ยนเป็นเมทานอล จากนั้นจะเกิดกระบวนการเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ด้วยกระบวนการขจัดน้ำ โดยในการเปลี่ยนแก๊สสังเคราะห์เป็นเมทานอลนั้นจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ เช่น Cu/Zn , Cu/Zn/Al , Cu/Zn/Zr , Cu/Zn/Co เป็นต้น จากงานวิจัยพบว่า Cu/Zn [Li., Z. 2014, Mo, X. 2012] มีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์เมทานอลได้ดีที่สุด และในการเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์นั้นจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งกรด (solid-acid catalyst) เช่น γ -Al₂O₃ , HZSM-5 เป็นต้น ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้มีความเป็นกรดสูงจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพได้ง่าย เมื่อทำปฏิกิริยาไปนานขึ้นจะเกิดการสะสมตัวของถ่าน (coke) บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลทำให้อายุการใช้งานน้อยลง ทั้งนี้จากงานวิจัยยังพบว่า โลหะฟอสเฟตนั้นมีความสามารถที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการขจัดน้ำของเมทานอลได้ และมีความเป็นกรด

เอกสาร

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่สูงมากนัก ส่งผลให้สามารถสังเคราะห์เป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้สูง โดยโลหะฟอสเฟตที่สนใจคือ อะลูมิเนียมฟอสเฟต [Corrie, L.2003, Kumar, V.S.2006] เนื่องจากมีความเป็นพิษน้อย ต้นทุนในการสังเคราะห์ต่ำ และสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการขจัดน้ำของเมทานอลไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ได้ดี สำหรับเครื่องปฏิกรณ์เคมีที่ใช้จะขึ้นอยู่กับการประยุกต์ใช้งาน และรูปร่างของเครื่องปฏิกรณ์เคมี ตัวอย่างเครื่องปฏิกรณ์ที่เป็นที่รู้จักและใช้กันอย่างแพร่หลาย ได้แก่ เครื่องปฏิกรณ์ฟลูอิดไคซ์เบด เครื่องปฏิกรณ์เบดนิ่ง และเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ เป็นต้น จากงานวิจัยพบว่า [Farsi, M. 2011] เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ถือได้ว่าถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเคมีและปิโตรเคมี โดยเฉพาะอย่างยิ่งปฏิกิริยาที่เกิดในวัฏภาคแก๊ส เนื่องจากเครื่องปฏิกรณ์ประเภทนี้มีข้อดีคือสามารถออกแบบและจัดสร้างได้ง่าย มีค่าใช้จ่ายในการลงทุนต่ำ การดำเนินงานไม่ซับซ้อน

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงให้ความสนใจในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ เพื่อสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์ และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตในการขจัดน้ำจากเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองจะถูกผสมทางกายภาพในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน จากนั้นนำไปสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยผ่านเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1) ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟต

1.2.2) ศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟตสำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์

1.2.3) ศึกษาอัตราส่วนคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

1.2.4) ศึกษาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1) สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนอย่างง่ายตามลำดับ

1.3.2) สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผสม (Hybrid catalyst) ด้วยการผสมทางกายภาพที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ CuZnO : AlPO₄ เท่ากับ 1:1 2:1 และ 3:1

1.3.3) ศึกษาสมบัติทางเคมีและกายภาพของสารที่เตรียมได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคต่างๆ คือ

1.3.3.1) ตรวจสอบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมไว้ด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานฟอร์ม-อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

1.3.3.2) ตรวจสอบโครงสร้างพื้นผิว ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยวิธี (Scanning Electron Microscopy, SEM)

1.3.3.3) ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสารที่เตรียมไว้ทั้งหมดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

1.3.3.4) ตรวจสอบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน (N₂ adsorption-desorption, BET)

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3.4) ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถวิเคราะห์สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟต
- 2) สามารถวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟตสำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์
- 3) สามารถสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ผ่านเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่งได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากในงานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ซึ่งจะมีการอ้างอิงข้อมูลทางวิชาการ เพื่อประกอบการวิจัย ตลอดจนวิธีการต่างๆที่ใช้ในการสังเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์ทั้งทาง ภายภาพและทางเคมี จะถูกรวบรวมไว้โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1 ไดเมทิลอีเทอร์ [Farsi, M.และคณะ,2011]

ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl Ether: DME) มีสูตรโมเลกุล C_2H_6O และสูตรโครงสร้างคือ CH_3-O-CH_3 มีสถานะแก๊สที่อุณหภูมิห้อง ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น สามารถทำให้เป็นของเหลวได้เมื่อ ถูกอัดภายใต้ความดัน โดยทั่วไปในปัจจุบันไดเมทิลอีเทอร์เกือบทั้งหมดถูกผลิตขึ้นสำหรับใช้เป็นสารผลักดันอากาศ (Aero-Propellant) ในขวดสเปรย์แทนการใช้สารคลอโรฟลูออโรคาร์บอน (Chlorofluorocarbons: CFCs) เนื่องจากสารคลอโรฟลูออโรคาร์บอนเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและทำลายโอโซนในชั้นบรรยากาศชั้นสตราโทสเฟียร์

ไดเมทิลอีเทอร์มีคุณสมบัติทางกายภาพคล้ายกับแก๊สปิโตรเลียมเหลว (Liquefied Petroleum Gas: LPG) ซึ่งมีองค์ประกอบหลักคือ แก๊สโพรเพน (Propane) และแก๊สบิวเทน (Butane) นอกจากนี้ไดเมทิลอีเธอร์ยังสามารถนำมาใช้แทนน้ำมันดีเซลได้ เนื่องจากค่าซีเทนที่สูง ดังนั้นไดเมทิลอีเธอร์จึงได้รับการยอมรับว่าเป็นเชื้อเพลิงทางเลือกแห่งศตวรรษที่ 21 โดยแสดงการเปรียบเทียบคุณสมบัติทางกายภาพดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของไดเมทิลอีเธอร์กับเชื้อเพลิงอื่น[www.tpa.or.th]

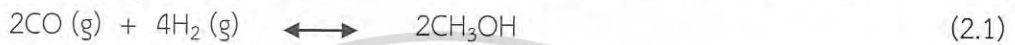
สมบัติ	DME	โพรเพน	มีเทน	เมทานอล	ดีเซล
สูตรโมเลกุล	CH_3OCH_3	C_3H_8	CH_4	CH_3OH	-
จุดเดือด (K)	247.9	231	111.5	337.6	180-370
ความหนาแน่นในสถานะของเหลวที่ 293 K	0.67	0.49	-	0.79	0.84
ความถ่วงจำเพาะ (ในสถานะแก๊สที่เทียบกับอากาศ)	1.59	1.52	0.55	-	-
ความดันไอ (atm) ที่ 293 K	6.1	9.3	-	-	-
จุดวาบไฟ (K)	623	777	905	743	-
เลขซีเทน	55-60	5	0	5	40-55
ค่าความร้อนสุทธิ (J/kg)	28.9	46.46	50.23	21.1	41.86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2. เทคโนโลยีการผลิต แหล่งผลิต และราคาดีเอ็มอี [www.doeb.go.th]

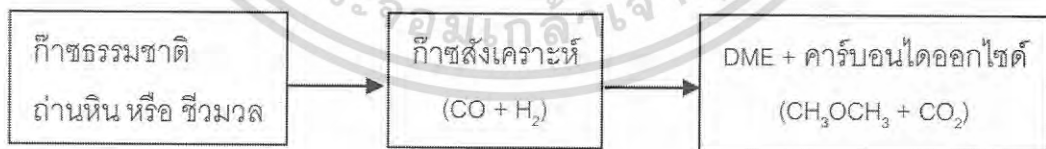
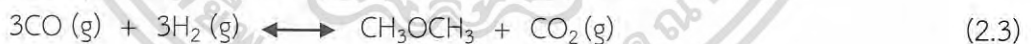
เทคโนโลยีการผลิต วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตดีเอ็มอี ได้แก่ แก๊สธรรมชาติ ถ่านหิน หรือชีวมวล โดย กระบวนการผลิตสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี คือ

2.2.1) การผลิตแบบทางอ้อมโดยผ่านกระบวนการกำจัดน้ำของเมทานอล การผลิตวิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้กันโดยทั่วไป โดยแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจน (แก๊สสังเคราะห์) ที่ได้จากกระบวนการแก๊สซิฟิเคชันของถ่านหินหรือชีวมวล หรือจากกระบวนการรีฟอร์มมิงของแก๊สธรรมชาติ จะถูกนำมาทำปฏิกิริยากันเพื่อผลิต เมทานอล จากนั้นเมทานอลจะเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเกิดเป็น ดีเอ็มอี และน้ำ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรด เช่น ซีโอไลท์หรือแกมมาอะลูมินา ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส ที่ความดันบรรยากาศ ดังสมการที่ 2.1 และสมการที่ 2.2



รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการกำจัดน้ำของเมทานอล (Methanol Dehydration) [Takashi, O.2003]

2.2.2) กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางตรง การผลิตดีเอ็มอีวิธีนี้เป็นเทคโนโลยีที่คิดค้นขึ้นใหม่ ซึ่งมีข้อดีกว่าวิธีการทางอ้อม คือ ไม่จำเป็นต้องมีขั้นตอนของการสังเคราะห์เมทานอลทำให้สามารถลดต้นทุนการผลิตลงได้ โดยในกระบวนการผลิตนี้ แก๊สสังเคราะห์สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีเกิดเป็นดีเอ็มอีได้โดยตรง โดยผ่านกระบวนการทางความร้อนเคมีในเครื่องปฏิกรณ์สารแขวนลอยบนตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ของทองแดง สังกะสี และอะลูมิเนียม ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 30 บรรยากาศ ดังสมการที่ 2.3



รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางตรง (direct DME Synthesis) [www.doeb.go.th]

แหล่งผลิตดีเอ็มอี ปัจจุบันประเทศที่เป็นผู้ผลิตดีเอ็มอีรายใหญ่ ได้แก่ จีน ญี่ปุ่น เกาหลี และบราซิล นอกจากนี้ อีกหลายประเทศก็กำลังอยู่ระหว่างการสร้างโรงงานผลิตดีเอ็มอี อาทิ อียิปต์ อินโดนีเซีย อินเดีย และอิหร่าน

ราคาดีเอ็มอี การกำหนดราคาของดีเอ็มอีที่ผลิตจากเมทานอลจะขึ้นกับราคาของเมทานอลและแก๊สปิโตรเลียมเหลว (แก๊ส LPG) ซึ่งโดยทั่วไปแล้ว เนื่องจากค่าความร้อนของดีเอ็มอีจะอยู่ที่ประมาณร้อยละ 62 ของค่าความร้อนของแก๊ส LPG ดังนั้น ราคาขายดีเอ็มอี จึงอยู่ที่ประมาณร้อยละ 75-90 ของราคาแก๊ส LPG

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 ประโยชน์ของโดเมทิลอีเทอร์

2.3.1 เชื้อเพลิงที่ใช้ภายในบ้าน [Yotaro, O.Norio.และคณะ,2001]

ในประเทศกำลังพัฒนาหลายประเทศยังมีการใช้ถ่านไม้และฟืนเป็นเชื้อเพลิงในการหุงต้มทำให้มีการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นจำนวนมาก แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์นั้นเป็นมลภาวะทางอากาศ ทำให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมภายหลัง จึงมีการพัฒนาใช้แก๊สปิโตรเลียมเหลวแทน แต่ในปัจจุบันมีการศึกษาวิจัยถึงความเป็นไปได้พบว่าสามารถใช้โดเมทิลอีเทอร์แทนแก๊สปิโตรเลียมเหลวได้ เนื่องจากมีสมบัติทางกายภาพที่คล้ายคลึงกับแก๊สปิโตรเลียมเหลวเป็นอย่างมาก เช่น จุดเดือด ความหนาแน่น ความถ่วงจำเพาะ ทำให้มีแนวคิดในการนำโดเมทิลอีเทอร์มาใช้ทดแทนแก๊สปิโตรเลียมเหลว และเนื่องจากแก๊สปิโตรเลียมเหลวมีจุดเดือดที่ต่ำกว่าโดเมทิลอีเทอร์ โดยแก๊สปิโตรเลียมเหลวมีจุดเดือด -42.1 องศาเซลเซียส ส่วนโดเมทิลอีเทอร์มีจุดเดือด -25 องศาเซลเซียส โดเมทิลอีเทอร์จึงสามารถอัดตัวเป็นของเหลวโดยใช้ความดันประมาณ 0.6 เมกะปาสคาล ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้โดเมทิลอีเทอร์มีขั้นตอนการผลิตที่ง่ายกว่าและสามารถจัดเก็บและขนส่งได้ง่ายกว่าปิโตรเลียมเหลว

2.3.2 เชื้อเพลิงสำหรับการขนส่ง [Narudon, S.และคณะ,2001]

ปัจจุบันได้มีการริเริ่มนำโดเมทิลอีเทอร์มาใช้เป็นเชื้อเพลิงในภาคการขนส่งโดยการใช้งานสามารถใช้งานได้กับ

1. เครื่องยนต์ดีเซล เนื่องจากดีเอ็มอีมีค่าซีเทนสูง ดังนั้นจึงสามารถนำดีเอ็มอีมาผสมกับน้ำมันดีเซลหมุนเร็วเพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องยนต์ดีเซลได้โดยจะต้องมีการปรับแต่งเครื่องยนต์เล็กน้อย (ระบบฉีดเชื้อเพลิง) สำหรับอัตราส่วนผสมของดีเอ็มอีสูงสุดที่จะไม่ทำให้เชื้อเพลิงผสมที่ได้มีความหนืดต่ำจนเกินไปอยู่ที่ประมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก

2. เครื่องยนต์เบนซิน เครื่องยนต์เบนซินสามารถนำดัดแปลงให้สามารถใช้แก๊ส LPG ผสมกับดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิงได้ โดยอัตราส่วนผสมสูงสุดของดีเอ็มอีคือประมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้ข้อจำกัดในการใช้ดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์เบนซินคือการที่ดีเอ็มอีมีค่าออกเทนต่ำ ดังนั้นหากมีการผสมดีเอ็มอีในอัตราส่วนที่สูงเกินไปก็จะทำให้เครื่องยนต์มีการน็อคได้

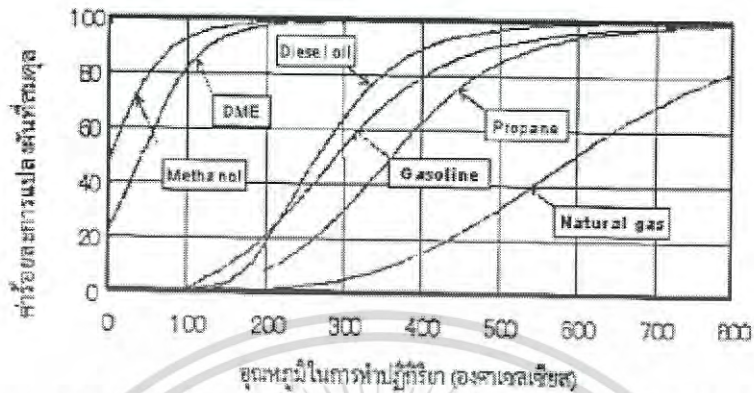
3. เครื่องยนต์ที่ใช้ดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิง ปัจจุบันบริษัทผู้ผลิตรถยนต์หลายรายได้มีการคิดค้นพัฒนารถบรรทุกขนาดใหญ่ที่ใช้ดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิง ตัวอย่างเช่น นิสสัน ฮีโน่ อีซูซุ มิซูบิชิในประเทศญี่ปุ่น และวอลโว่ในประเทศสวีเดน

2.3.3 เซลล์เชื้อเพลิง [Wasin, K.2002.]

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel Cell) เป็นเชื้อเพลิงทดแทนอีกชนิดหนึ่ง เซลล์เชื้อเพลิง ทำงานโดยการเปลี่ยนพลังงานเคมีให้เป็นไฟฟ้าและความร้อนที่สามารถนำไปใช้ได้โดยตรงโดยไม่มีการสันดาปของเชื้อเพลิงทำให้เกิดโอเสียจากการเผาไหม้เกิดขึ้นนั้น หลักการของเซลล์เชื้อเพลิงคือปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างไฮโดรเจนและออกซิเจนทำให้เกิดไฟฟ้าและความร้อนเกิดขึ้น

ในการผลิตเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับรถยนต์นั้นมักใช้มีเทน เมทานอล เอทานอลและ น้ำมันเบนซิน ในการทำปฏิกิริยา แต่สารเหล่านี้จำเป็นต้องใช้ความร้อนสูงในการทำปฏิกิริยาเพื่อให้ได้ ค่าร้อยละ เอกสารการแปลงผันของไฮโดรเจนที่สูง แต่สำหรับโดเมทิลอีเทอร์สามารถผลิตแก๊สไฮโดรเจนได้ และปริมาณค่าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

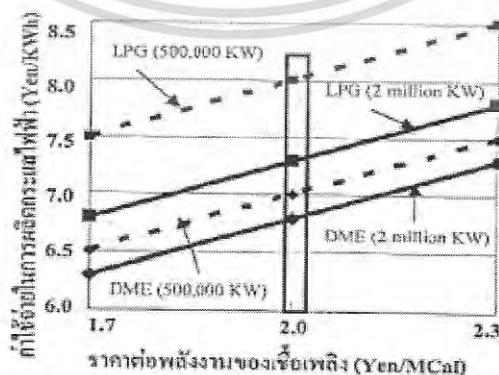
มากแม้จะใช้อุณหภูมิต่ำโดยมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับการใช้เมทานอล ดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 การเปรียบเทียบค่าการแปลงผันของไดเมทิลอีเทอร์กับสารชนิดอื่น [Narudon, S.2001]

2.3.4 เชื้อเพลิงสำหรับแหล่งกำเนิดพลังงานไฟฟ้า [www.doeb.go.th]

ปัจจุบันในประเทศไทยมีการนำแก๊สปิโตรเลียมเหลวมาใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า เนื่องจากแก๊สปิโตรเลียมเหลวมีสมบัติในการลดการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ได้ ดังนั้นจึงมีความต้องการพลังงานจากเชื้อเพลิง ประเภทนี้มากขึ้น แต่การพัฒนาการผลิตพลังงานไฟฟ้าที่ใช้แก๊สปิโตรเลียมเหลวนั้นจำเป็นต้องใช้ ระยะเวลา และต้นทุนการผลิตที่ค่อนข้างสูง ดังนั้นจึงได้เปลี่ยนมาเป็นการใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิงใน โรงงานไฟฟ้าพลังงานความร้อนแทน แต่เกิดปัญหาในการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกสู่บรรยากาศมากเกินไปและมีซีเฝ้าที่เกิดจากการเผาไหม้ถ่านหิน เนื่องจากสาเหตุเหล่านี้จึงมีการเปลี่ยนเป็นการนำถ่านหินไปทำ ปฏิกิริยาแก๊สซิฟิเคชัน (Gasification) เพื่อทำเป็นแก๊สสังเคราะห์ก่อนนำไปผลิตเป็นไดเมทิลอีเทอร์ต่อไป โดยการใช้ไดเมทิลอีเทอร์เป็นพลังงานเชื้อเพลิง สามารถลดค่าใช้จ่ายของการผลิตพลังงานไฟฟ้าได้มากกว่าแก๊สปิโตรเลียมเหลวด้วยดังแสดงในรูปที่ 2.4 แสดงการเปรียบเทียบค่าใช้จ่ายการผลิตระหว่างไดเมทิลอีเทอร์และแก๊สปิโตรเลียมเหลว

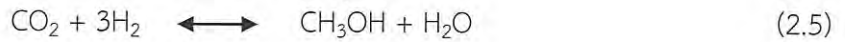


รูปที่ 2.4 ค่าใช้จ่ายการผลิตระหว่างไดเมทิลอีเทอร์และแก๊สปิโตรเลียมเหลว [Narudon, S.2001]

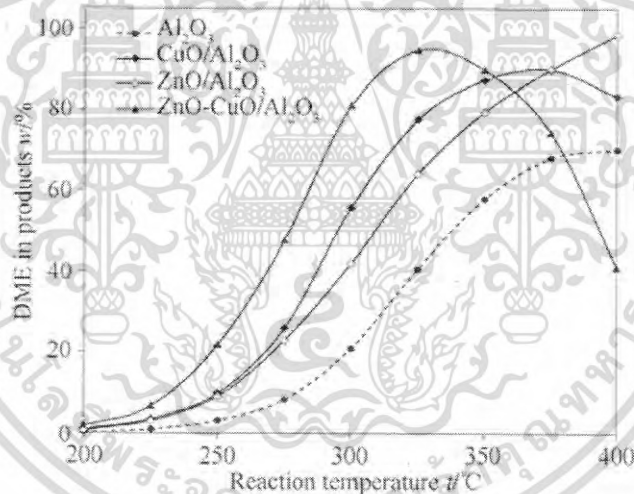
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์-ซิงค์ออกไซด์ [Sameh M.และคณะ,2014]

ในการสังเคราะห์เมทานอลจากแก๊สสังเคราะห์สามารถใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาได้หลายชนิด เช่น CuO-ZnO , CuO-ZnO-Al₂O₃ , CuO-ZnO-Al₂O₃-Ga₂O₃ , CuO-ZnO-Al₂O₃-Cr₂O₃ , CuO-ZnO-Al₂O₃-ZrO₂ เป็นต้น ที่อุณหภูมิ 250-350 องศาเซลเซียส และความดัน 30-50 บรรยากาศ โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



ในปี 2014 Sameh M. K. Aboul-Fotouh ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา แกมมาอะลูมินา ที่ปรับปรุงด้วยคอปเปอร์ออกไซด์ และ/หรือ ซิงค์ออกไซด์ ที่ใช้สำหรับการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ จากการทดลองพบว่าเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยามาทดสอบด้วยเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 200-400 องศาเซลเซียส พบว่าในช่วงอุณหภูมิไม่เกิน 350 องศาเซลเซียส จะเกิดสารไฮโดรคาร์บอนเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมเพียงเล็กน้อย (< 3%) และในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์-ซิงค์ออกไซด์นั้นมีความร้อยละของการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ได้สูงที่สุด อยู่ที่ประมาณร้อยละ 98 [Sameh M.2014]



รูปที่ 2.5 ร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ [Sameh M.2014]

2.5 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ [mis.en.kku.ac.th]

การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์เกิดจากปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล หรือ เมทิลแอลกอฮอล์ที่เป็นแอลิฟาติกแอลกอฮอล์ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอล ดังปฏิกิริยาที่ 2.7

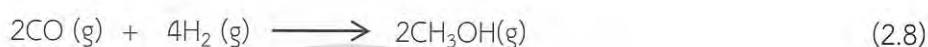


เมทานอลนั้นสามารถผลิตได้จากการกลั่นไม้ การทำปฏิกิริยาจากแก๊สสังเคราะห์ หรือแก๊สที่มีส่วนผสมของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และแก๊สไฮโดรเจน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังสามารถไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

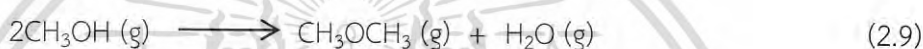
ผลิตได้จากมีเทนในแก๊สธรรมชาติได้อีกด้วย โดยในปัจจุบันการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ ทำได้ 2 วิธีหลัก คือ การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ และการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยตรงจากเมทานอล

2.5.1 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ [www.mfu.ac.th, www.bestsci.com]

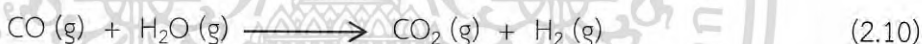
สำหรับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์นั้นเริ่มจากปฏิกิริยาการเปลี่ยนแก๊สสังเคราะห์เป็นเมทานอล



จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาการจัดน้ำของเมทานอลซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นไดเมทิลอีเทอร์



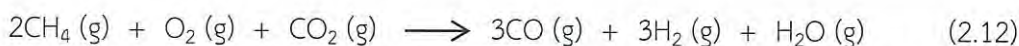
แต่ในการทำปฏิกิริยาอาจมีปฏิกิริยาเกิดแข่งขันคือ ปฏิกิริยาอวเตอร์แก๊สชิฟ (Water gas shift reaction) ขึ้นซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่น้ำในระบบจะเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์



เมื่อรวมปฏิกิริยาแล้วจะได้ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ดังปฏิกิริยาที่ 2.12



ถ้าหากใช้แก๊สธรรมชาติที่มีส่วนประกอบของแก๊สมีเทนในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ จะทำให้เกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียง แต่สามารถทำปฏิกิริยารีฟอร์มมิ่งได้ตั้งปฏิกิริยาต่อไปนี้

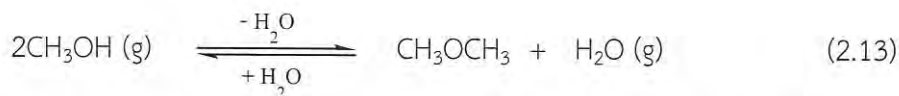


เมื่อทำปฏิกิริยารีฟอร์มมิ่ง จะได้ผลิตภัณฑ์คือ แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ แก๊สไฮโดรเจน และน้ำ จึงสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ในลำดับต่อไป

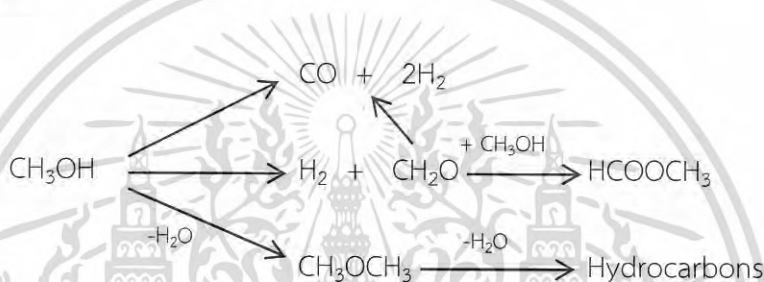
2.5.2 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยตรงจากเมทานอล [www.mfu.ac.th]

เมทานอลเป็นของเหลวใสไม่มีสี สามารถผสมรวมเป็นเนื้อเดียวกับน้ำและสารละลายอินทรีย์บางชนิด มีฤทธิ์กัดกร่อนและทำลายระบบประสาท สามารถเป็นอันตรายได้หากเข้าสู่ร่างกาย เมทานอลสามารถใช้เป็นเชื้อเพลิงสะอาด และสามารถใช้แทนแก๊สโซลีนในเครื่องยนต์ได้ โดยวัดประสิทธิภาพของเครื่องยนต์ด้วยค่าซีเทน ซึ่งเป็นดัชนีการจุดติดไฟ หากมีค่าสูงแสดงว่ามีกรเผาไหม้ดี ค่าไม่ต่ำกว่า ๓๐ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของน้ำมันเชื้อเพลิงภายในเครื่องยนต์อย่างสมบูรณ์ จึงเกิดคาร์บอนมอนอกไซด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ น้อย และไม่มีควันดำ แต่สำหรับเมทานอลที่มีค่าซีเทนประมาณ 5 จึงไม่นิยมใช้เป็นเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์ แต่ใช้ในการสังเคราะห์เชื้อเพลิงชนิดอื่นที่มีค่าซีเทนสูงกว่าเช่น ไดเมทิลอีเทอร์ แก๊สโซลีน เป็นต้น ปัจจุบันมีการศึกษาวิจัยโดยนำเมทานอลมาสังเคราะห์เป็นไดเมทิลอีเทอร์ ซึ่งมีค่าซีเทนสูง โดยผ่านปฏิกิริยาขจัดน้ำ ดังปฏิกิริยาที่ 2.13



จากปฏิกิริยาข้างต้น เมทานอล 2 โมเลกุลเกิดปฏิกิริยาขจัดน้ำได้ผลิตภัณฑ์คือไดเมทิลอีเทอร์และน้ำ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน นอกจากนี้เมทานอล สามารถเกิดปฏิกิริยาอื่นได้หลายปฏิกิริยา ดังต่อไปนี้



รูปที่ 2.6 การเกิดปฏิกิริยาอย่างง่ายของการเปลี่ยนเมทานอล [mis.en.kku.ac.th]

เมทานอลสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ 3 ปฏิกิริยาหลัก คือ ปฏิกิริยาการสลายตัวโดยสลายตัวเป็นแก๊สสังเคราะห์ได้ ปฏิกิริยาดีไฮโดรจีเนชัน (Dehydrogenation) จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นฟอร์มัลดีไฮด์และไฮโดรเจน โดยฟอร์มัลดีไฮด์นั้นสามารถสลายตัวเป็นแก๊สสังเคราะห์ได้เช่นกัน หรืออาจทำปฏิกิริยากับเมทานอลได้เป็นเมทิลฟอร์มเมต สำหรับปฏิกิริยาสุดท้ายคือ ปฏิกิริยาขจัดน้ำ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น ไดเมทิลอีเทอร์และน้ำ ซึ่งสามารถเกิดเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น พาราฟินส์ และโอเลฟินส์

2.6 โลหะฟอสเฟต [www.nanotec.or.th]

โลหะฟอสเฟต เป็นสารที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างหลากหลาย เช่น เป็นสีเคลือบเซรามิก ตัวเร่งปฏิกิริยา สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อน และเป็นปุ๋ยที่มีความสามารถในการปลดปล่อยธาตุอาหารอย่างช้าๆ จึงนับได้ว่าเป็นสารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม การที่ฟอสเฟตจะจัดเรียงตัวอยู่ในรูปแบบใดนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะ อัตราส่วนของฟอสฟอรัสต่อโลหะ ค่าพีเอชชนิดของตัวปรับค่าพีเอช รวมถึงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา สารโลหะฟอสเฟตมีแหล่งที่มา 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและเกิดขึ้นจากฝีมือมนุษย์ด้วยการสังเคราะห์ขึ้น หน่วยย่อยของฟอสเฟตที่มักพบคือ ออโรฟอสเฟต (PO_4^{3-}) ไฮโดรเจนฟอสเฟต (HPO_4^{2-}) ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (H_2PO_4) ไพโรฟอสเฟต ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) และไซโคลเตตระฟอสเฟต ($\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) เป็นต้น

ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตนั้นมีโครงสร้างทั้งโครงสร้างแบบผลึก (Crystalline) และโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous) Kumar ได้ศึกษาความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตในปฏิกิริยาไฮเดรชันของเมทานอลโดยการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยการไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใช้วิธีตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) และวิธีการฝังเคลือบ (Impregnate) ในอัตราส่วนของ อะลูมิเนียมต่อฟอสฟอรัสเป็น 1:1 โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ในสัดส่วนของ อะลูมิเนียมและใช้กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) และแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) ใน สัดส่วนของฟอสฟอรัส พบว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยวิธีการตกตะกอนร่วม จะมีลักษณะโครงสร้างแบบอสัณฐานทั้งหมด ส่วนการเตรียมโดยวิธีการฝังเคลือบการใช้กรดฟอสฟอริกเป็นสัดส่วนของฟอสฟอรัสจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบลักษณะโครงสร้างอสัณฐาน แต่การใช้ แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะโครงสร้างแบบผลึก เมื่อทำการ ทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ชนิดพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มีลักษณะโครงสร้างแบบ อสัณฐานที่มีความว่องไวที่สูงกว่าลักษณะโครงสร้างแบบผลึก เมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึง 350 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยวิธีการตกตะกอนร่วมจะมีความว่องไวสูงขึ้นมาก แต่ ตัวเร่งตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตแบบอสัณฐานที่เตรียมโดยวิธีการฝังเคลือบความว่องไวจะ ลดลง เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงลักษณะโครงสร้างแบบอสัณฐานเป็นโครงสร้างแบบผลึกเกิดขึ้นทำให้ ความว่องไวลดลง จึงอาจสรุปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต แบบอสัณฐานเป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลที่ดีกว่าและช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ 350 องศาเซลเซียสขึ้นไป

2.7 ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี [pharm.kku.ac.th]

2.7.1 การเร่งปฏิกิริยาเคมี

การเร่งปฏิกิริยาเคมี (Catalysis) หมายถึง การทำให้อัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น การใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ซึ่งเป็นสารที่สามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยที่สารนั้นไม่ถูกใช้ไป อย่างถาวรในปฏิกิริยา บุคคลแรกที่ให้คำจำกัดความของคำว่า Catalysis คือ เจ เจ เบอเซเลียส (J.J. Berzelius) ต่อมา มีการสรุปความหมายของตัวเร่งปฏิกิริยาว่า สารที่ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น โดยที่สารตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถกลับคืนสู่รูปเดิมได้ ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาอาจจะเข้าทำปฏิกิริยาแล้วเกิด เป็นสารมัธยันต์ แต่จะกลับคืนรูปเดิมได้ในปฏิกิริยาอย่างค่อยๆ ขึ้นต่อไป ในการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยา นั้นจะเกิดพันธะเคมีกับสารตั้งต้นอย่างน้อยหนึ่งตัว ซึ่งสามารถแบ่งชนิดของการเร่งปฏิกิริยาได้เป็น 2 ประเภท คือ การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์และการเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ นอกจากนี้ยังมีการเร่งปฏิกิริยา ด้วยเอนไซม์ ซึ่งส่วนมากจะเป็นการเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ แต่ก็มีบางชนิดที่จัดเป็นการเร่งปฏิกิริยา แบบเอกพันธ์ จึงแยกเป็นอีกหนึ่งหัวข้อย่อยอีกด้วย คือ

1. การเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ (Homogeneous reaction) คือ ปฏิกิริยาที่ทั้งสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์อยู่ในเฟส (Phase) เดียวกัน จึงต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีเฟสเดียวกันกับสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์ ส่วนใหญ่เป็นเฟสของเหลว เช่น การเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดหรือเบสในสารละลายที่เป็นของเหลว ตัวอย่างในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของเอทิลแอสซิเตต (Ethyl acetate) ใน น้ำ และเป็นเฟสแก๊ส เช่น กระบวนการหลักที่ใช้ในการผลิตกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid) จาก กำมะถัน (Sulphur) ที่เราเรียกว่า กระบวนการห้องตะกั่ว (Lead chamber process) ซึ่งตัวเร่ง- ปฏิกิริยาเอกพันธ์มักเป็นโมเลกุลที่มีตำแหน่งในการเร่งปฏิกิริยาชัดเจน ง่ายต่อการศึกษา แต่มักจะ สลายตัวหรือเสถียรภาพในสภาวะที่ใช้ความร้อนหรือความดันสูง จึงมีข้อดีหลายประการ เช่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.1 การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์มักเกิดขึ้นได้ภายใต้สภาวะปกติ ทำให้ค่าใช้จ่ายในการผลิตต่ำ

1.2 ลดปัญหาเกี่ยวกับการสลายตัวของสารผลิตภัณฑ์ (สารบางตัวอาจสลายตัวที่อุณหภูมิสูงซึ่งการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิไม่สูงมากนัก)

1.3 สามารถออกแบบตัวเร่งปฏิกิริยาให้เลือกเร่งเฉพาะปฏิกิริยาที่ต้องการได้

1.4 ตัวเร่งราคาไม่สูงมากนักเมื่อเทียบกับโลหะที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ เช่น แพลตทินัม (Platinum) และทองคำ (Gold)

2. การเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalysis) คือ ปฏิกิริยาที่สารตั้งต้นและตัวเร่งมีเฟสต่างกัน ส่วนใหญ่นิยมใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งในปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นอยู่ในเฟสแก๊สหรือของเหลว ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่ง มีปฏิกิริยาที่สำคัญๆ ในอุตสาหกรรมผลิตสารเคมีจะใช้การเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ เช่น การผลิตกรดไนตริก การสังเคราะห์แอมโมเนีย และการผลิตตัวเร่งกำจัดน้ำเสีย (Catalyst converter) เป็นต้น จึงมีข้อดีหลายประการ เช่น

2.1 สามารถแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากสารผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นที่เหลือได้ง่าย

2.2 สามารถใช้ที่อุณหภูมิและความดันสูงได้

2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยามีอายุการใช้งานที่ยาวนานและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่าย

2.7.2 ค่าที่เกี่ยวข้องกับการเร่งปฏิกิริยา

1. ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic efficiency) ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทำได้โดยตรงจากค่าความถี่ผันเวียน (Turnover frequency) ซึ่งแสดงโดยค่าคงที่ การเกิดปฏิกิริยา ณ ตำแหน่งกัมมันต์ หรือ เลขผันเวียน (Turnover number) ซึ่งหมายถึงจำนวนวัฏจักรของการเร่ง ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาต่อหน่วยเวลา

2. วัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยา (Catalytic cycle) วัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยาจะประกอบด้วย กลไกปฏิกิริยา (Reaction mechanism) ที่แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นไปเป็นสารมัธยันตร์ (Intermediates) และสารผลิตภัณฑ์ โดยอาจมีการเปลี่ยนแปลงของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่เมื่อวัฏจักรของการเร่งปฏิกิริยาครบรอบแล้วจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยากลับคืนมา และสามารถหากฎอัตราของปฏิกิริยารวมได้จากกลไกของปฏิกิริยา ในการหากลไกปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ หากจากสมดุลของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะ ส่วนการหากลไกปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์หาจากไอโซเทอร์มของการดูดซับบนโลหะ

3. การเปลี่ยนแปลงพลังงาน (Energetics) ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถเพิ่มความเร็วของปฏิกิริยาได้โดยเปลี่ยนแปลงวิถีของปฏิกิริยา โดยมีค่าพลังงานก่อกัมมันต์ของกิบส์ต่ำแต่ไม่ต่ำกว่าค่าของสารผลิตภัณฑ์ ถ้ามีค่าต่ำกว่าแสดงว่าเกิดพอยซันนิง (Poisoning) จะทำให้วัฏจักรของปฏิกิริยาถูกทำลายและเกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ

4. กัมมันตภาพ (Activity) คือ ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาเพื่อเข้าสู่สมดุล เป็นการวัดเชิงปริมาณว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทำงานได้มากเพียงใดในการเปลี่ยนสารตั้งต้นไปเป็นสารผลิตภัณฑ์ การหาร้อยละของกัมมันตภาพแบบง่ายที่สุดหาได้ ดังสมการนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\%Activity = \left(\frac{\text{Input reactant} - \text{Output reactant}}{\text{Input reactant}} \right) \times 100 \quad (2.14)$$

5. สัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยา (Selectivity) คือ ความสามารถในการเลือกเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ โดยเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง (Side reaction) น้อยที่สุด การหาสัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยาหาจากสัดส่วนของปฏิกิริยาที่ต้องการให้เกิด (Desired reaction) มากที่สุดหารด้วยปฏิกิริยาที่สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งหมด (All reactions)

$$\%Selectivity = \frac{\text{Desired reaction}}{\text{All reaction}} \times 100 \quad (2.15)$$

6. อายุการใช้งาน (Lifetime) คือ อายุการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต้องมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน สามารถใช้ในการเร่งวัฏจักรของปฏิกิริยาได้หลายรอบโดยไม่มีการเสื่อมสภาพ การเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาและปฏิกิริยาข้างเคียงบางอย่างอันอาจทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเปลี่ยนไปอยู่ในรูปที่ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาอีกต่อไป กล่าวคือเปลี่ยนเป็นสารที่หยุดกัมมันต์ (Inactive) หรือเสื่อมสภาพ (Deactivated)

7. การทำให้คืนสภาพ (Regeneration) คือ การนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เสื่อมสภาพแล้วหลังจากการใช้งานมาทำให้กลับไปอยู่ในสภาพที่ว่างไวและใช้งานได้เหมือนเดิม

8. ตัวยับยั้ง (Inhibitor) คือ สารที่ทำให้อัตราเร็วของปฏิกิริยาช้าลง ถ้าเป็นตัวยับยั้งชนิดแข่งขัน (Competitive inhibitor) จะแข่งขันกับสารตั้งต้นในการเกิดพันธะกับตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวยับยั้งปฏิกิริยาที่แข็งแรงมาก คือ เกิดพันธะได้แข็งแรงมากทำให้สารตั้งต้นไม่สามารถเกิดพันธะกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เรียกว่า เกิดพอยซัน (Poison)

2.8 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือวิเคราะห์

2.8.1 เทคนิคฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

[www.il.mahidol.ac.th]

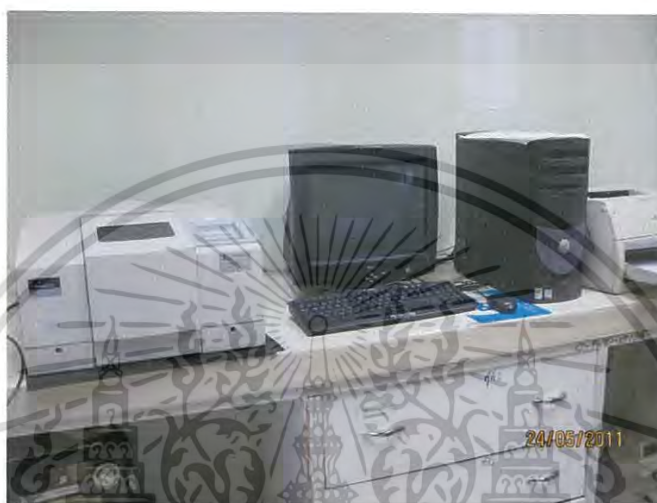
Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสาร โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด ที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น (Wave number) ประมาณ $12800-10 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งของแข็ง ของเหลว และแก๊ส

รังสีอินฟราเรด (Infrared radiation) เป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่า แต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้ รังสีอินฟราเรดอยู่ระหว่างช่วง Visible radiation กับ Microwave radiation โดยช่วงของรังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่

1. Near Infrared ($12800-4000 \text{ cm}^{-1}$)
2. Middle Infrared ($4000-200 \text{ cm}^{-1}$)
3. Far Infrared ($200-10 \text{ cm}^{-1}$)

ช่วงของรังสีอินฟราเรดที่ใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ทางเคมีได้แก่ช่วง Middle IR เนื่องจากรังสีอินฟราเรดมีพลังงานค่อนข้างต่ำ เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเข้าไปจะทำให้พันธะไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในโมเลกุลเกิดการสั่นและการหมุน ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลง ของโมเลกุล การที่โมเลกุลจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดได้นั้นความถี่ของรังสีอินฟราเรดต้องเท่ากับความถี่การสั่นของโมเลกุลของสารนั้นๆ ซึ่งสารอินทรีย์แต่ละชนิดจะมีความถี่ของการสั่นที่จำเพาะและแตกต่างกันไปทำให้สามารถนำเทคนิคนี้มาใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างและชนิดของสารอินทรีย์ได้ การแสดงผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้แสดงเป็นความสัมพันธ์ระหว่าง Wave number กับ Transmittance ซึ่งเรียกว่า Infrared spectrum



รูปที่ 2.7 พูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี [www.il.mahidol.ac.th]

2.8.2 เทคนิคเทอร์โมอลกราวิเมตริก [www.il.mahidol.ac.th]

Thermogravimetric Analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุ โดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วง อุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (Decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน หรือ ปริมาณสารสัมพันธ์

ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

ความสามารถในการวิเคราะห์ทดสอบ

- องค์ประกอบของสาร (Composition)
- เสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability/decomposition)
- ปริมาณสารสัมพันธ์ที่เกิดปฏิกิริยา (Stoichiometry of reaction)
- จลพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา (Kinetics of reactions)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- กระบวนการดูด/คายพลังงาน (Desorption/adsorption processes)
- การระเหย (Evaporation)

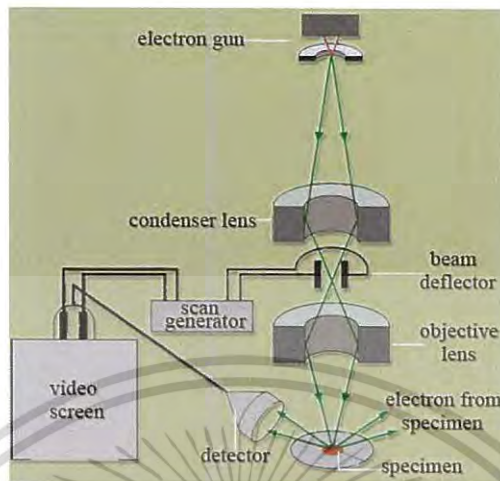


รูปที่ 2.8 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน [www.il.mahidol.ac.th]

2.8.3 การตรวจเอกลักษณ์ด้านสัณฐานวิทยา [www.mtec.or.th]

Scanning Electron Microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น มีหลักการการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอรับภาพต่อไป และสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอได้เลย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

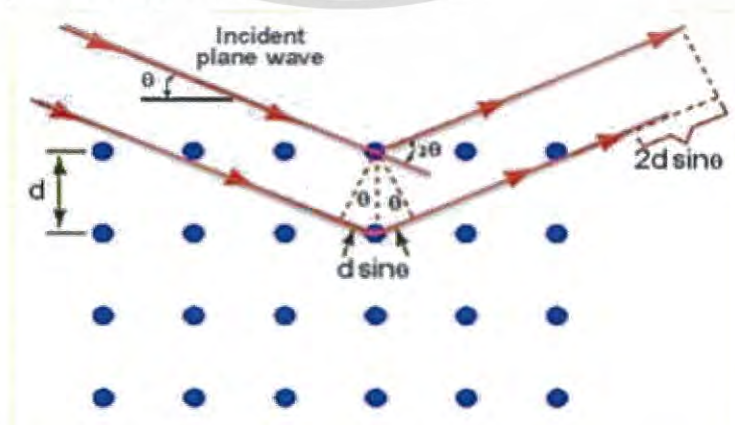


รูปที่ 2.9 ส่วนประกอบต่างๆของเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)
[www.mtec.or.th]

เครื่อง SEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุหรือสารมลทินได้ ซึ่งข้อมูลที่ได้สามารถนำไปใช้ในการปรับปรุง และพัฒนางานวิจัย งานในกระบวนการผลิต งานวิเคราะห์ความเสียหายของวัสดุ งานแก้ไขปัญหาอุตสาหกรรม และงานควบคุมคุณภาพของวัสดุได้เป็นอย่างดี [27]

2.8.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) [science.kmutt.ac.th]

เป็นเทคนิคที่มีการใช้กันแพร่หลายในการวิเคราะห์วัสดุต่างๆโดยสามารถใช้ในการวิเคราะห์ทดสอบชนิดปริมาณคุณภาพของสารประกอบแบบผลึกต่างๆในชิ้นงานได้โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อลำรังสีตกกระทบบั้วตึกหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของลำรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบบ



รูปที่ 2.10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึก [science.kmutt.ac.th]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้เห็นแบบใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปสามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้จากสมการของ Bragg's Law คือ $2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$ โดยที่ λ แทน ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
 n แทน ลำดับการสะท้อน
 d_{hkl} แทน ระยะห่างระหว่างระนาบ

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบและแร่สามารถแยกแยะประเภทและชนิดของวัสดุที่พบในธรรมชาติว่ามีรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบใดหรือจำแนกได้ว่าวัสดุที่พบเห็นนั้นเป็นธาตุชนิดใดโดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกันและระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบก็แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม สารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัวเปรียบเช่นเดียวกับลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกันจากหลักการทำงานของXRD มีการนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์วัสดุที่มีสูตรโครงสร้างทางเคมีเหมือนกันแต่มีโครงสร้างผลึกต่างกัน

2.8.5 การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา [lib3.dss.go.th]

Brunauer Emmitt Teller (BET) เป็นเทคนิคที่ใช้วัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ โดยคำนวณจากปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุซึ่งพื้นที่ ผิวจำเพาะของวัสดุ เป็นสมบัติทางกายภาพที่มีความสำคัญต่อการนำไปใช้ประกอบการพิจารณาเพื่อนำวัสดุนั้นไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่มีคุณภาพตามที่ต้องการหรือตามที่มาตรฐานกำหนด

รูปที่ 2.11 การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนผิวหน้าและ ภายในรูพรุนของวัสดุ [lib3.dss.go.th]

บรูเนอร์ เอ็มเมทท์และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ได้ศึกษาการดูดซับแก๊สไนโตรเจนทั้งบนผิวหน้าและภายในรูพรุนของวัสดุ ดังแสดงในรูปที่ 2.10 พบว่าแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับนั้นจะมี ส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุล ชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิวก่อน จากนั้นแก๊สไนโตรเจนที่เหลือ แพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลหลายชั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้น เป็นสมการที่ เรียกว่า “สมการของ BET” ได้ดังนี้ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

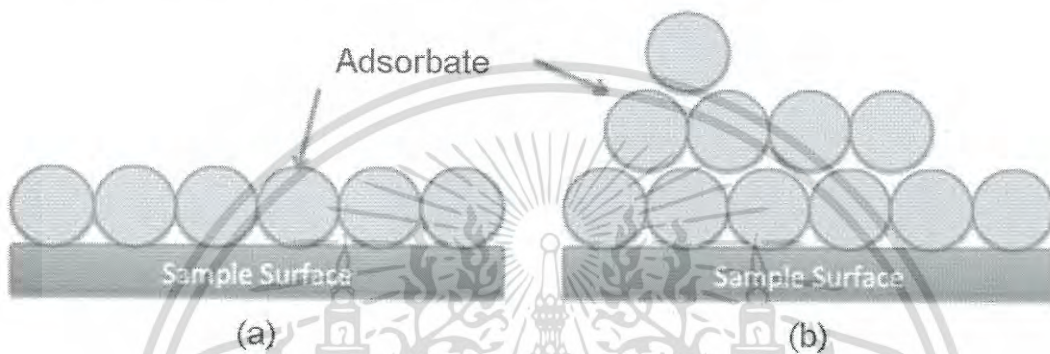
$$\frac{1}{W \left[\left(\frac{P_0}{P} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right) \tag{2.16}$$

โดย W = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ ความดันสัมพัทธ์ P/P₀

W_m = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ เคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะที่ทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

P₀ = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วย เป็นมิลลิเมตรปรอท)

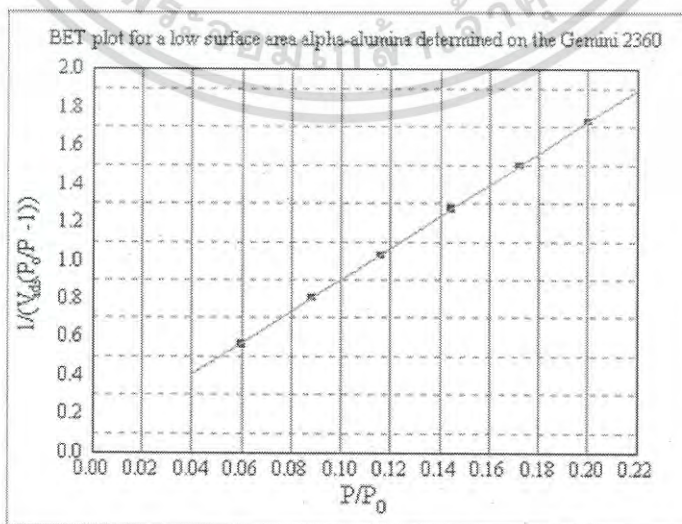


รูปที่ 2.12 แสดงการดูดซับโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ [lib3.dss.go.th] จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $1/W[(P_0/P) - 1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง ดังแสดงใน รูปที่ 2.12 มีความชัน (slope, s) ดังสมการ

$$S = \frac{C-1}{W_m C} \tag{2.17}$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการ

$$i = \frac{1}{W_m C} \tag{2.18}$$



รูปที่ 2.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อวัตถุประสงค์เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุใน ลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว (W_m) คำนวณโดยนำ s และ i แทนค่าในสมการ

$$W_m = \frac{1}{s + i} \quad (2.19)$$

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุคำนวณโดยนำ W_m แทนค่าในสมการ

$$S_t = \frac{W_m NA_{cs}}{M} \quad (2.20)$$

โดย S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุ (หน่วยเป็นตารางเมตร)

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

M = น้ำหนักโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจน (28 กรัมต่อโมล)

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

(หน่วยเป็นตารางเมตร)

ค่า S_t ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (w) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ หน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$S = \frac{S_t}{W} \quad (2.21)$$

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (r_p) ของวัสดุ คำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

$$V_p = \frac{W_s}{P} \quad (2.22)$$

$$r_p = \frac{2V_p}{S_t} \quad (2.23)$$

โดย W_s = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของ วัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1

r = ความหนาแน่นของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1

S_t = พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทดสอบได้

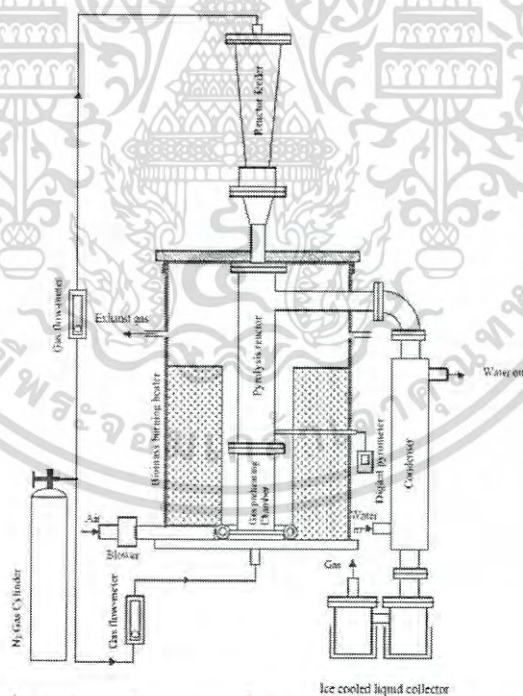
ในการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรรูพรุน ดังแสดงในภาพที่ 4 ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุวัสดุ ตัวอย่างที่ต้องการทดสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ ส่วนอีกเซลล์ไม่ใส่ วัสดุตัวอย่างแต่ทำหน้าที่เป็นเซลล์อ้างอิง ก่อนการทดสอบ ต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างเพื่อไล่ความชื้นและโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับชนิดอื่นให้ออกจากผิวหน้าของ วัสดุตัวอย่าง จากนั้นทำให้เซลล์ทั้งสองเป็นสุญญากาศ เพื่อให้ ภายในเซลล์ไม่มีโมเลกุลของแก๊สชนิดอื่น ก่อนจุ่มเซลล์ทั้ง 2 ลงในภาชนะที่บรรจุไนโตรเจนเหลวเพื่อให้เซลล์ทั้งสองอยู่ใน ภาวะอุณหภูมิต่ำ จากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้ามาในเซลล์ทั้ง 2 โดยแก๊สไนโตรเจนที่เข้ามาในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่าง จะถูกดูดซับบนผิวของวัสดุทำให้ความดันภายในเซลล์ที่บรรจุ วัสดุตัวอย่างลดลงจนกระทั่งถึง (P) ในขณะที่เซลล์ที่ไม่มี วัสดุตัวอย่างความดันของแก๊สไนโตรเจนจะคงที่ (P_0) ข้อมูลที่ เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (W) โดยวัสดุตัวอย่างจากนั้นเครื่องจะปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้ามาอีกเช่นเดียวกับครั้งแรก และแก๊สไนโตรเจนถูกดูดซับจนความดันคงที่อีกเป็นเช่นนี้จนกระทั่ง ความดันภายในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไม่ลดลง ($P/P_0 \cong 1$) แสดงว่า ไม่เกิดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนอีกแล้ว จากข้อมูลค่าความดัน สัมพัทธ์

และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ได้ เครื่อง ทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผล ออกมาเป็น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรของรูพรุน

2.9 เครื่องปฏิกรณ์ [tpa.or.th]

2.9.1 Fixed-bed reactor [tpa.or.th]

เนื่องจากความเรียบง่ายและค่าใช้จ่ายที่ต่ำเครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้มากที่สุดทั้งในห้องปฏิบัติการก็คือเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งในระบบดังกล่าวข้อจำกัดการแพร่ระหว่างเฟสจะถูกกำจัดโดย gas-solid contactor นอกจากนี้การดำเนินงานในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งเป็นทางเลือกที่น่าสนใจที่ทำให้อุณหภูมิตลอดความยาวของเครื่องปฏิกรณ์จากทางเข้าจนถึงทางออกมีความเหมาะสม เครื่องปฏิกรณ์ชนิดนี้มีการออกแบบอย่างง่ายให้มีการบรรจุวัสดุภายในเครื่องแบบคงที่ดังนั้นวัสดุจะไม่มีการเคลื่อนที่เลยในขณะที่มีการให้ความร้อนจนกระทั่งวัสดุแตกตัวจนหมดสิ่งเดียวที่สามารถเคลื่อนที่ได้ภายในเครื่องปฏิกรณ์คือผลิตภัณฑ์ที่เป็นของไหลเครื่องปฏิกรณ์นี้เป็นแบบที่ง่ายที่สุดจึงนิยมใช้กันมากในระดับห้องปฏิบัติการเนื่องจากในการทดสอบไม่จำเป็นต้องใช้วัสดุปริมาณมากนักลักษณะการทำงานของระบบจะเป็นแบบกึ่งต่อเนื่องซึ่งเมื่อวัสดุที่ป้อนเข้าสู่ถึงเกิดปฏิกิริยาจนเสร็จสิ้นเรียบร้อยแล้วก็ต้องทำการเปิดฝาเครื่องปฏิกรณ์เพื่อนำผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งออกจากถังแล้วป้อนวัสดุชุดใหม่ลงไปเครื่องปฏิกรณ์ชนิดนี้แสดงได้ดังใน รูปที่ 2.13



รูปที่ 2.14 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed reactor) [tpa.or.th]

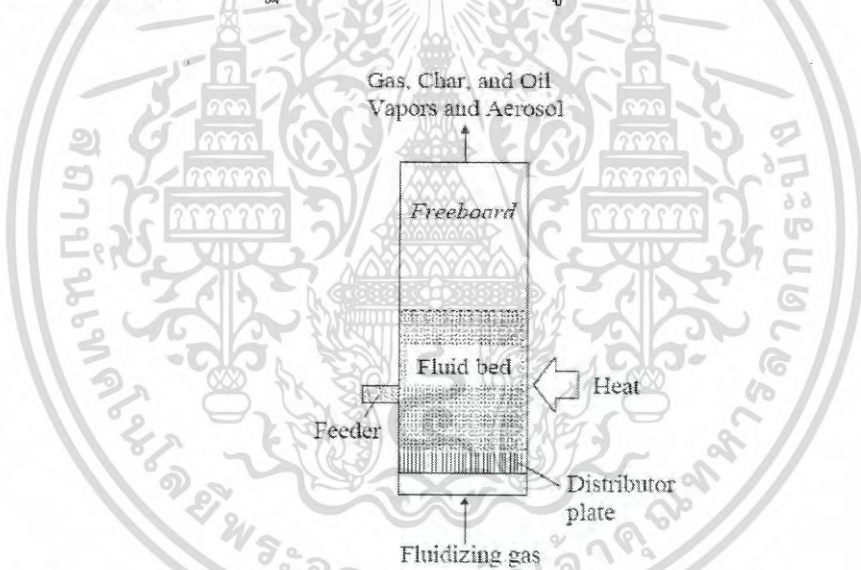
2.9.2 Slurry phase reactors [tpa.or.th]

นอกจากเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งแล้วเครื่องปฏิกรณ์อีกชนิดหนึ่งที่ใช้กันทั่วไปในเทคโนโลยีการสังเคราะห์ไฮโดรเมทัลลอร์แบบทางตรงคือ Slurry phase reactors ใน three-phase slurry reactors แก๊สสังเคราะห์จะถูกทำให้แตกเป็นฟองในตัวทำละลายเพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาลอยตัว เครื่องปฏิกรณ์แบบนี้มีการลงทุนต่ำและมีการถ่ายโอนความร้อนที่ดีในหนึ่งขั้นตอนของการสังเคราะห์ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถผลิตไดเมทิลอีเทอร์ได้ในปริมาณมากสำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์แก๊สสังเคราะห์จากการถ่ายโอนจากฟองแก๊สไปยังตัวทำละลายที่เป็นของเหลวและจากนั้นจะไปยังตัวเร่งปฏิกิริยา กระบวนการนี้มีข้อจำกัดในการถ่ายโอนมวลระหว่างเฟสและการลดลงของอัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยรวมอย่างไรก็ตามที่การควบคุมอุณหภูมิของ slurry reactor ทำได้ดีกว่าเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งเนื่องจากตัวทำละลายมีความจุความร้อนมาก

2.9.3 Fluidized-bed reactor [tpa.or.th]

ถึงปฏิกรณ์ชนิดนี้ออกแบบให้วัสดุสามารถเคลื่อนตัวภายในถังปฏิกรณ์ได้โดยเป็นการเคลื่อนตัวแบบปั่นป่วนจนกระทั่งแตกตัวหมดตั้งนั้นวัสดุบดจึงควรมีขนาดเล็กเพียงพอที่จะสามารถเคลื่อนตัวภายในถังแบบปั่นป่วนได้อย่างอิสระการป้อนวัสดุเข้าสู่ถังจะเป็นแบบกึ่งต่อเนื่องโดยเริ่มต้นป้อนวัสดุเข้าสู่ถังตามปริมาณที่ต้องการซึ่งเมื่อวัสดุเข้าสู่ถังในถังก็จะถูกแก๊สตัวพาทำให้เคลื่อนที่ภายในถังแบบปั่นป่วนจากนั้นให้ความร้อนกับถังจนกระทั่งวัสดุแตกตัวหมดก็ทำการป้อนวัสดุเข้าไปใหม่จึงเห็นได้ว่าแม้การป้อนวัสดุจะเป็นแบบกึ่งต่อเนื่องแต่การทำงานของถังปฏิกรณ์จะเป็นแบบต่อเนื่องถึงปฏิกรณ์ชนิดนี้แสดงได้ดังในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.15 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไดซ์เบด (fluidized-bed reactor) [tpa.or.th]

เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไดซ์ได้รับการเสนอโดยนักวิจัยว่าเป็นเครื่องปฏิกรณ์ที่สมบูรณ์แบบสำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ปฏิกรณ์แบบนี้สามารถกำจัดความร้อนได้ดีเนื่องจากอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลื่อนที่ได้อย่างอิสระอย่างไรก็ตามการชนกันระหว่างอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาและผนังเครื่องปฏิกรณ์ทำให้มีการสูญเสียของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.10 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Corrie L. Carnes et al. ปี 2003 จากการศึกษาอนุภาคนาโน เพื่อใช้ในการเตรียมและศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ ซึ่งใช้ในการเตรียมเมทานอลจากแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการศึกษาคือ ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) นิกเกิลออกไซด์ (NiO) และคอปเปอร์ออกไซด์-ซิงค์ออกไซด์ (CuO-ZnO) ที่ทำการเตรียมโดยไม่ว่างานใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทคนิคโซล-เจล พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาซิงค์ออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ และคอปเปอร์ออกไซด์ มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอลขึ้น ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ออกไซด์ ไม่เกิดการสังเคราะห์เมทานอล เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์ไม่เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอล เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์-ซิงค์ออกไซด์มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอลสูงที่สุด

Kumar V. S. et al. ปี 2006 ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่แตกต่างกัน 4 ชนิดใช้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ ซึ่งทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยใช้วิธีการตกตะกอน (Precipitation) และวิธีการฝังเคลือบ (impregnation) ในอัตราส่วนอะลูมิเนียมต่อฟอสฟอรัสเป็น 1:1 โดยใช้อะลูมิเนียมไนเตรทโนนะไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เป็นแหล่งอะลูมิเนียม และใช้กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) หรือไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) เป็นแหล่งฟอสฟอรัส เมื่อทำการทดสอบความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 4 ชนิด โดยในการเปลี่ยนแปลงเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ ถูกดำเนินการในช่วงอุณหภูมิ 448-548 องศาเซลเซียส ความดันบรรยากาศ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ใช้ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตเป็นแหล่งฟอสเฟต มีความว่องไวในการขจัดน้ำของเมทานอลสูงที่สุด มีจำนวนตำแหน่งที่เป็นกรด (Number of acid site) มาก และมีความจำเพาะในการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ (DME selectivity) 100 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 548 องศาเซลเซียส

Yaripour F. et al. ปี 2009 ได้ศึกษาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ห้อตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างอะลูมิเนียมกับฟอสฟอรัส และเปรียบเทียบความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มีอัตราส่วนระหว่างอะลูมิเนียมกับฟอสฟอรัสเป็น 1.5 (AP1.5) มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงที่สุด และสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา เนื่องจากการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จะเกิดบนตำแหน่งที่มีความเป็นกรดอ่อน (weak acid site) ซึ่งในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต AP1.5 มีจำนวนตำแหน่งของกรดอ่อนบนพื้นที่ผิวสูงที่สุด และสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินา จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาอัตราส่วนนี้มีความว่องไวและเหมาะสมกับปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล

Sajo P. Naik et al. ปี 2010 ได้ศึกษาการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์สองตัวได้แก่ $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3/\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$ และ $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{HZSM}-5$ โดยใช้ อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส ความดัน 5MPa และ $\text{GHSV } 3000 \text{ mLg}_{\text{cat}}^{-1}\text{h}^{-1}$ ในการเกิดปฏิกิริยา ภายใน fixed-bed reactors และ slurry reactors โดยวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นแบบการตกตะกอนร่วมและนำไปกรองแบบลดความดันสารที่เราจะได้คือ $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3$, $\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$ และ HZSM-5 จากนั้นนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำสารที่เตรียมได้มาทำการผสมกันด้วยการบดให้เข้ากันคือ $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ ผสมกับ $\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$ และ $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ ผสมกับ HZSM-5 ทำการอัดเม็ดและนำไปใช้เป็นตัวเร่งในเตาปฏิกรณ์ ผลที่ได้ปรากฏว่าตัวเร่งปฏิกิริยา $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{HZSM}-5$ มีเปอร์เซ็นต์ในการเกิดไดเมทิลอีเทอร์สูงกว่าตัว $6\text{CuO}-3\text{ZnO}-\text{Al}_2\text{O}_3/\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$ และมีความจำเพาะในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าและปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ดีใน fixed-bed reactors มากกว่าใน slurry reactors

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Krit Lertjamratn et al. ปี 2010 เป็นการศึกษาเกี่ยวกับอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เปรียบเทียบกับระหว่างอะลูมิเนียมฟอสเฟตกับแกมมาอะลูมินา (γ - Al_2O_3) สำหรับการเกิดปฏิกิริยาขจัดน้ำของไดเมทิลอีเทอร์อยู่ในช่วงอุณหภูมิ 150-300 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา อะลูมิเนียมฟอสเฟตมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าแกมมาอะลูมินา เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินามีจำนวนแอคทีฟไซต์ (active site) ที่แสดงความเป็นกรดต่ำกว่า จึงทำให้ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาต่ำกว่า หลังจากนั้นจึงทำการปรับสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยการ hydrothermal pretreatment ด้วย 10 โมลเปอร์เซ็นต์ไอน้ำ พบว่าเมื่อทำการ pretreatment ด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 200-300 องศาเซลเซียส แสดงถึงความว่องไวของปฏิกิริยาที่สูงขึ้นกว่ากระบวนการที่ไม่ผ่านการ pretreatment



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยสนใจศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่าง คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการ ตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนอย่างง่ายตามลำดับ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นทั้งหมดจะถูก นำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ทางกายภาพและเคมีด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก เพื่อศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยา และตรวจสอบน้ำในผลึกตัวเร่งปฏิกิริยา อะลูมิเนียมฟอสเฟต เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา เทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เพื่อตรวจสอบรูปแบบของการสั่นของพันธะ ภายในโมเลกุลของแอนไอออน PO_4^{3-} และ H_2O ภายในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตและ ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการ สังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยผ่านเครื่องปฏิกรณ์ในห้องปฏิบัติการ

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดเครื่องแก้ว
2. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
3. Hot plate stirrer (IKA) C-MAG HS7
4. โถดูดความชื้น (Desiccator)
5. เครื่องชั่งสาร ความละเอียด 4 ตำแหน่ง (AND) GR-200 บริษัท A&D Company
6. pH meter (Denver-Instrument) Ultra Basic series บริษัท Denver instrument
7. กระดาษกรอง (Filter paper) 5C (70 mm.) บริษัท Advance Toyo Kaisha, Ltd.
8. กระดาษกรอง (Filter paper) 5C (90 mm.) บริษัท Advance Toyo Kaisha, Ltd.
9. เครื่องกรองแบบลดความดัน Model WJ-20 Serial no. 1YS94S บริษัท SIBATA
10. เตาอบ (Oven) Serial no.8 502.0522 บริษัท MEMMERT

3.2 เครื่องมือในการตรวจสอบเอกลักษณ์

1. เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรดรุ่น FT-IR spectrum GX บริษัท Perkin elmer
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น EVO M10 บริษัท Carl Zeiss

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์และสงวนไว้เพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่สามารถนำเอกสารนี้ไปเผยแพร่หรือใช้เพื่อการค้าโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสาร
 3. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ รุ่น D8 advance บริษัท Bruker AG
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวด้วยการดูดซับ-คายซับแก๊สไนโตรเจน รุ่น Autosorb-1 บริษัท Quantachrome Instruments
5. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) รุ่น CP-3000 บริษัท Varian

3.3 สารเคมี

1. คิวปริกไนเตรทไตรไฮเดรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Loba Chemie Pvt, Ltd.
2. ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98.0 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Loba Chemie Pvt, Ltd.
3. โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Sigma-Aldrich Pte, Ltd.
4. ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) ความบริสุทธิ์ 98.0 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Loba Chemie Pvt, Ltd.
5. อะลูมิเนียมไนเตรทโนนะไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98.0 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Loba Chemie Pvt, Ltd.
6. สารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH) ความบริสุทธิ์ 30 เปอร์เซ็นต์ เกรดวิเคราะห์ บริษัท Carlo Erba
7. ไอโซโพรพานอล ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fisher Scientific UK Limited
8. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

3.4 วิธีการสังเคราะห์

3.4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์

1. ชั่งคอปเปอร์ไนเตรทไตรไฮเดรต 15.0117 กรัม และซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 18.4339 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิลิตร คนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน (Metal mixture solution; สารละลายโลหะผสม)
2. ชั่งโซเดียมคาร์บอเนต 13.1712 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร คนจนละลายหมด ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตรและปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตรเท่ากับ 500 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต และสารละลายโลหะผสม จำนวน 250 มิลลิลิตรลงในกรวยแยก และจัดอุปกรณ์ดังรูป 3.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

4. ทำการหยดสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต และสารละลายโลหะผสมลงในปิกเกอร์ขนาด 3000 มิลลิลิตร ซึ่งภายในระบบจะควบคุมอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียส พีเอมีค่าประมาณ 7 และปั่นกวน 600 รอบต่อนาที
5. เมื่อสารละลายโลหะผสมหมด ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 60 นาที
6. นำปิกเกอร์มาห่อด้วย wrapping film และตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ และล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนที่มีอุณหภูมิ ประมาณ 70-80 องศาเซลเซียส จำนวน 10 ครั้ง
8. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
9. เมื่อตะกอนแห้งสนิท ให้นำตะกอนไปชั่งน้ำหนัก และบันทึกผลให้ตารางบันทึกผล
10. นำถ้วยกระเบื้องที่อบแห้งแล้วออกจากโถดูดความชื้นแล้วนำชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง และบันทึกน้ำหนักของถ้วยกระเบื้อง
11. นำสาร CuCO_3 ที่เตรียมได้มาจำนวนครึ่งหนึ่งลงในถ้วยกระเบื้องจากข้อ 1 ไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอน และบันทึกน้ำหนักของสารตัวอย่าง
12. นำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารไปเผาบนเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
13. เมื่อเสร็จแล้วใช้คีบคีบถ้วยกระเบื้องออกมาวางบนตะแกรงลวด และปล่อยให้เย็นภายในโถดูดความชื้น เพื่อป้องกันไม่ให้สารตัวอย่างและถ้วยกระเบื้องดูดความชื้นได้อีก จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักเมื่อถ้วยกระเบื้องเย็นแล้ว และบันทึกผล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

14. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักผลึกในสารตัวอย่างที่ได้

3.4.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

จากปฏิกิริยา



1. ชั่งอะลูมิเนียมไนเตรทโนนะไฮเดรต 37.5130 กรัม ลงในบีกเกอร์ 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร
2. ชั่งไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต 13.2060 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรทโนนะไฮเดรต และสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ลงในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร และจัดอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต

4. ทำการปั่นกวนสารละลายผสมจากข้อ 3 ที่ 600 รอบต่อนาที และควบคุมอุณหภูมิ ที่ 0 องศาเซลเซียสด้วยน้ำแข็ง

5. ปรับค่าความเป็น กรด-ด่าง (pH) ด้วยสารละลายแอมโมเนียจนกระทั่งเป็นกลาง (pH = 7) โดยลักษณะของสารที่ได้จะอยู่ในรูปของเจล และทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. นำบีกเกอร์มาห่อด้วย wrapping film และตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จำนวน 6 ครั้ง และล้างด้วยไอโซโพรพานอลเพื่อดึงน้ำออกจากผลึก
8. นำเจลที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
9. เมื่อตะกอนแห้งสนิทให้นำตะกอนไปชั่งน้ำหนัก และบันทึกผลในตารางบันทึกผล
10. นำถ้วยกระเบื้องที่อบแห้งแล้วออกจากโถดูดความชื้นแล้วนำไปชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง และบันทึกน้ำหนักของถ้วยกระเบื้อง
11. นำสาร $AlPO_4 \cdot xH_2O$ ที่เตรียมได้มาจำนวนครึ่งหนึ่ง ลงในถ้วยกระเบื้องจากข้อ 1 ไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอน และบันทึกน้ำหนักของสารตัวอย่าง
12. นำถ้วยกระเบื้องพร้อมสารไปเผาบนเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
13. เมื่อเสร็จแล้วใช้คีมคีบถ้วยกระเบื้องออกมารวางบนตะแกรงลวด และปล่อยให้เย็นภายในโถดูดความชื้น เพื่อป้องกันไม่ให้สารตัวอย่างและถ้วยกระเบื้องดูดความชื้นได้อีก จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักเมื่อถ้วยกระเบื้องเย็นแล้ว และบันทึกผล
14. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักผลึกในสารตัวอย่างที่ได้

3.4.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟต

1. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ และอะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก
2. นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากข้อ 1 ลงในโถรงบดสาร และบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน
3. ทำซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเปลี่ยนอัตราส่วนเป็น 2:1 และ 3:1 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

3.5 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.5.1 ตรวจสอบการสั่นของโมเลกุลด้วยฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปก

โทรสโกปี (FTIR)

สำหรับสารที่เป็นตัวอย่างที่เป็นของแข็ง จะทำการเตรียมตัวอย่างสำหรับฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีรุ่น FTIR spectrum GX บริษัท Perkin Elmer ด้วยวิธี KBr Pellet หรือ Pellet technique โดยนำสารตัวอย่างประมาณ 5-10 มิลลิกรัมผสมกับ KBr ที่อบไล่ไอน้ำหรือความชื้นออกหมด 100-200 มิลลิกรัม บดรวมกันให้ละเอียด จากนั้นบรรจุลงแม่พิมพ์ (Die) ของเครื่องอัดที่แห้งอัดด้วยความเร็วประมาณ 7 ตัน แล้วค้ำคองที่ความดันนี้ไว้ประมาณ 1-2 นาที จะได้แผ่นสารตัวอย่างที่โปร่งใสที่เรียกว่า KBr Disc และนำไปบันทึก IR Spectrum ในช่วงความยาวคลื่น 4,000

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

-400 cm^{-1} โหมดการส่องผ่าน (Transmission mode) โดยก่อนการบันทึก IR spectrum จะทำการเทียบมาตรฐานของสเปกตรัม (Calibration) ด้วยแผ่น Polystyrene

3.5.2 ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD)

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ รุ่น D8 advance บริษัท Bruker AG ทำการชั่งสารตัวอย่าง 300-500 มิลลิกรัม บดให้ผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาแตกตัวให้สม่ำเสมอ ใส่ลงใน (sample holder) วิเคราะห์ที่มุมตกกระทบ (2θ) 10-80 องศา และ step-size 2.4 องศา/นาที ด้วยเครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray source) CuK ที่ความยาวคลื่น 1.54 อังสตรอม

3.5.3 ตรวจสอบสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น EVO M10 บริษัท Carl Zeiss ของสารตัวอย่างด้วยวิธีสารแขวนลอย (suspension) โดยนำสารตัวอย่าง 25 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวดขนาดเล็ก (Vial) ละลายด้วย 2-โพรพานอล (2-propanol) ประมาณ 2-3 มิลลิเมตร นำไปโซนิเคชัน (sonication) เป็นเวลา 2 นาที อุณหภูมิของสารกระจายตัวออกจากกัน นำสารละลายที่ได้หยดและปล่อยให้ระเหยจนแห้ง นำสตั๊บ (stub) ที่ติดด้วยแผ่นคาร์บอนติดลงบนอุณหภูมิของสารตัวอย่างที่ปล่อยให้ระเหยจนแห้ง นำสตั๊บ (stub) ที่ได้เคลือบทองด้วยเทคนิค Ion Sputtering เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไปโดยกำลังขยาย สำหรับการวิเคราะห์ที่อยู่ในช่วง 10,000-30,000 เท่าจากภาพปกติ

3.5.4 ตรวจสอบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน (BET)

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจนรุ่น Autosorb-1 บริษัท Quantachrome Instrument ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนเตรียมพื้นที่ผิวของตัวอย่าง (Degassing station) และส่วนการการดูดซับ-คายซับแก๊สไนโตรเจน โดยทำการชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่าง 50-100 มิลลิกรัม ลงในหลอดสารตัวอย่าง (sample cell) ก่อนการวิเคราะห์สารตัวอย่างต้องให้ความร้อนภายใต้สุญญากาศเพื่อกำจัดสารที่ดูดซับบนพื้นที่ผิวของสารตัวอย่างก่อนด้วยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 6 องศาเซลเซียสต่อนาที และการดูดซับ-คายซับแก๊สไนโตรเจน ทำการวิเคราะห์ทั้งหมด 44 จุดที่อุณหภูมิในการวิเคราะห์ -196 องศาเซลเซียส

3.6 การเกิดปฏิกิริยาเพื่อการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

3.6.1 ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (fixed-bed reactor)

การทดลองนี้เป็นการศึกษาถึงกระบวนการในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอลด้วยปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ซึ่งอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง (fixed-bed reactor)

1. ก่อนเริ่มทำการเร่งปฏิกิริยาต้องทำการเก็บตัวอย่างแก๊สสังเคราะห์ (syngas) ไปตรวจด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) เพื่อวิเคราะห์ว่ามีองค์ประกอบอะไรบ้าง
2. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา CuZnO/AlPO_4 ในอัตราส่วนที่เราเตรียมไว้คือ 1:1 ประมาณ 0.25 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งตวงวัด 4 ตำแหน่ง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาบรรจุลงในเครื่องปฏิกรณ์
3. ป้อนแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เพื่อไล่แก๊สออกซิเจนและสารตกค้างอื่นๆ
4. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 20 นาทีจนอุณหภูมิถึง 150 องศาเซลเซียส
5. คงอุณหภูมิไว้ที่ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 นาที
6. ลดอัตราการให้ความร้อนลงคงเหลือ 3 องศาเซลเซียสต่อนาทีเป็นเวลา 47 นาที จนมีอุณหภูมิถึง 250 องศาเซลเซียส
7. ป้อน 5% แก๊สไฮโดรเจนแทนแก๊สไนโตรเจนเพื่อทำการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
8. ป้อนแก๊สสังเคราะห์ (syngas) แทน 5%แก๊สไฮโดรเจน โดยใช้อัตราส่วนของแก๊ส $\text{H}_2:\text{CO}$ เป็น 1:1 ซึ่งมีอัตราการไหลคือ 20 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อเริ่มสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ซึ่งจะใช้เวลาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
9. เก็บตัวอย่างแก๊สทุกๆ 1 ชั่วโมง แล้วนำไปตรวจสอบโดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC)
10. ทำข้อ 2 ซ้ำ โดยเปลี่ยนจากตัวเร่งปฏิกิริยา CuZnO/AlPO_4 อัตราส่วน 1:1 เป็นอัตราส่วน 2:1 และ 3:1 แทนตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.7 การวิเคราะห์ผลการเร่งปฏิกิริยา

ในการวิเคราะห์ผลการวิจัย นำผลที่ได้จากเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโตกราฟีมาทำการคำนวณหาร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ร้อยละการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ โดยมีสูตรในการคำนวณดังนี้

คิดโดยวิธีสมดุละตอมของคาร์บอน

ร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์

$$= \frac{\text{จำนวนโมลคาร์บอนทั้งหมดของผลิตภัณฑ์}}{\text{จำนวนโมลคาร์บอนทั้งหมดของผลิตภัณฑ์} + \text{จำนวนโมลคาร์บอนที่เหลืออยู่ของผลิตภัณฑ์}} \times 100 \quad (3.2)$$

$$\text{ค่าร้อยละการเลือกเกิด} = \frac{\text{จำนวนโมลอะตอมของคาร์บอนในไดเมทิลอีเทอร์}}{\text{จำนวนโมลอะตอมของคาร์บอนในเมทานอลที่ถูกใช้ในปฏิกิริยา}} \times 100 \quad (3.3)$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

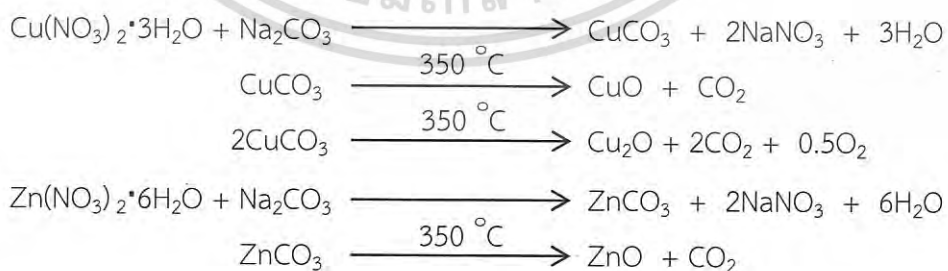
งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ (Cu/ZnO) ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO₄) และตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต (CuZnO/AlPO₄) เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ โดยใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วม การตกตะกอนอย่างง่าย และการผสมทางกายภาพตามลำดับ ซึ่งทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มสเปกโทรสโกปี การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ (Cu/ZnO) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์เมทานอล และตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO₄) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการขจัดน้ำของเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์

4.1.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ เตรียมจากสารตั้งต้นคอปเปอร์ไนเตรตไตรไฮเดรต (Cu(NO₃)₂·3H₂O) และซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (Zn(NO₃)₂·6H₂O) โดยตกตะกอนร่วมกับ โซเดียมคาร์บอเนต (Na₂CO₃) จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังต่อไปนี้



จากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ สามารถสรุปผลที่ได้ ดังตารางที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

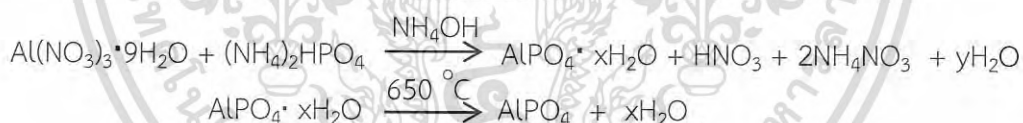
ตารางที่ 4.1 แสดงร้อยละการผลิตของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	น้ำหนักสารที่ได้ จากทฤษฎี (g)	Cu/ZnO (g)	ร้อยละผลผลิต (%)
14.9059	18.4893	10.0000	8.3684	83.68

จากตารางที่ 4.1 พบว่าร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมมีร้อยละผลผลิตประมาณ 83.68 ซึ่งอาจเกิดขึ้นจากขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตได้น้อยกว่าในทางทฤษฎี โดยขั้นตอนการกรองและล้างตะกอนของตัวเร่งปฏิกิริยานั้น ใช้น้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ล้าง 10 ครั้งเพื่อการขจัดโซเดียมไอออนออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากโซเดียมไอออนจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการเสื่อมสภาพได้ ซึ่งในตอนนี้ทำให้เกิดการสูญเสียสารผลิตภัณฑ์ไปมาก และนอกจากนี้การควบคุมอุณหภูมิและค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ในการสังเคราะห์ส่งผลต่อร้อยละของผลิตภัณฑ์ด้วย

4.1.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต เตรียมจากสารตั้งต้นอะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) โดยตกตะกอนกับสารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH) จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น



จากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต สามารถสรุปผลที่ได้ ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงร้อยละการผลิตของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	น้ำหนักสารที่ได้จาก ทฤษฎี (g)	AlPO_4 (g)	ร้อยละผลผลิต (%)
37.5130	12.2650	10.8034	88.08

จากตารางที่ 4.2 พบว่าร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีร้อยละผลผลิตประมาณ 88.08 ซึ่งอาจเกิดจากจากขั้นตอนในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตได้น้อยกว่าทางทฤษฎี โดยในขั้นตอนการกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนที่

อุณหภูมิห้องและ 2-โพรพานอล เพื่อขจัดแอมโมเนียมไนเตรตที่เป็นผลิตภัณฑ์ออกไป โดยได้ทำการ
 ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วัดค่าการนำไฟฟ้าให้มีค่าใกล้เคียงกับค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออน เนื่องจากแอมโมเนียม-ไอออนจะทำให้การขจัดน้ำของตัวเร่งปฏิกิริยามีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาต่ำลง และนอกจากนี้ การควบคุมอุณหภูมิและค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ในการสังเคราะห์ส่งผลต่อร้อยละของผลิตภัณฑ์ด้วย

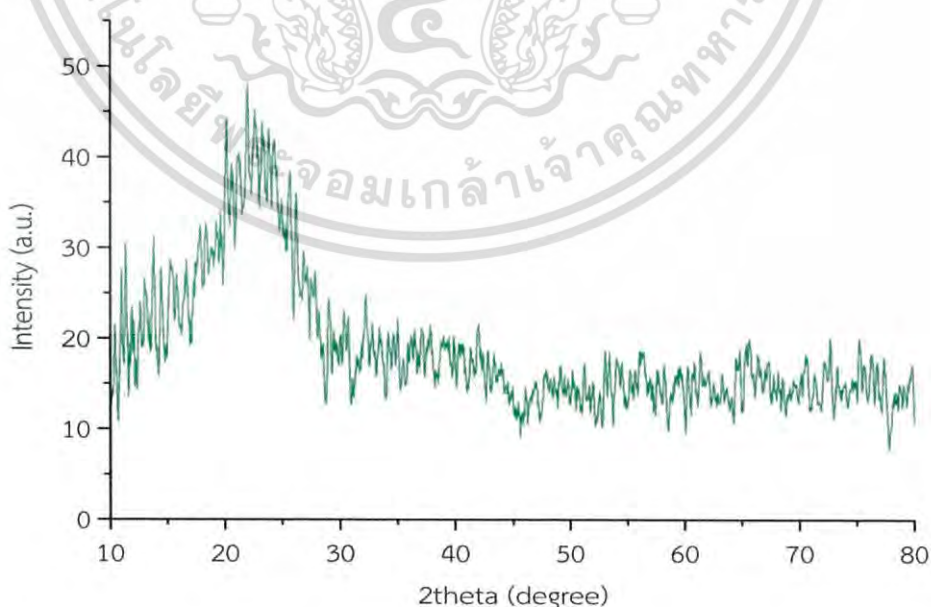
4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วย ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งหมดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ และตรวจสอบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการ ดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน

4.2.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์

4.2.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ ที่มุมตกกระทบ 2θ ระหว่าง 10-80 แสดงดังรูปที่ 4.1



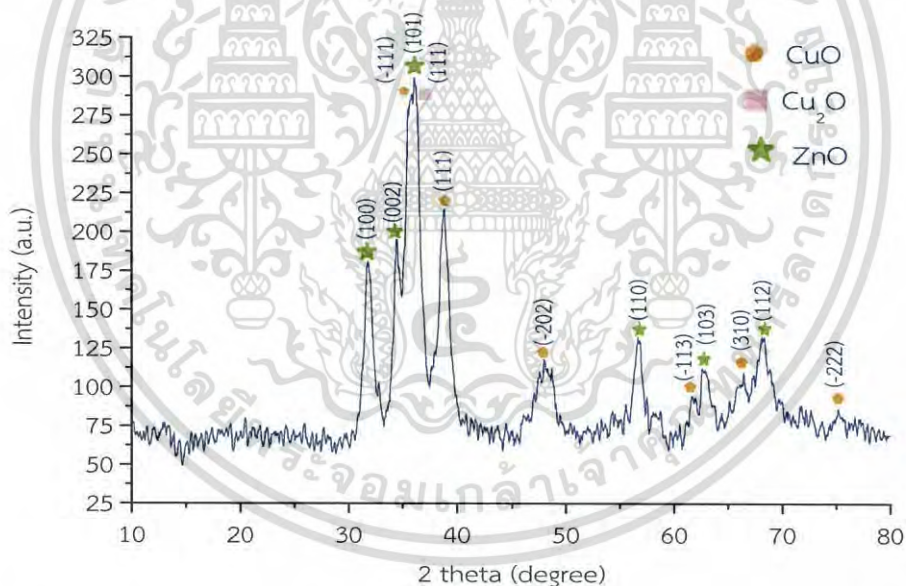
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่งผลให้การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ไม่สามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตได้ ซึ่งตรงกับงานวิจัยของ Kumar V. S. และคณะ [11] จึงจำเป็นต้องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทสโกปี (FTIR) เพื่อยืนยันโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมได้

4.2.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ที่มุมตกกระทบ 2θ ระหว่าง 10-80 โดยจากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ พบว่าตรงกับข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน PDF#895899 สำหรับคอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) รูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน PDF#782076 สำหรับคอปเปอร์(I)ออกไซด์ (Cu_2O) และรูปแบบการเลี้ยวเบนข้อมูลมาตรฐาน PDF#891397 สำหรับซิงค์ออกไซด์ (ZnO) แสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

จากรูปที่ 4.2 รูปแบบของการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ซึ่งตรงกับงานวิจัยของ Xunhua M. และคณะ [9] จะเห็นได้ว่าพีคของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ คอปเปอร์(I)ออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์แยกออกจากกันไม่ชัดเจน โดยพีคของคอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) เด่นชัดที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 35.511 (-111), 38.869 (111), 48.200 (-202), 61.400 (-113), 66.280 (310) และ 75.360 (-222) โดยใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบน

มาตรฐาน PDF#895899 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นโมโนคลินิก (Monoclinic) ส่วนพีคของคอปเปอร์(I)ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ไม่ชัดเจน เนื่องจากมีการทับซ้อนกันของพีคกัน
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) เติมน้ำที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 35.511 (-111) , 38.869 (111) , 48.200 (-202) , 61.400 (-113) , 66.280 (310) และ 75.360 (-222) โดยใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน PDF#895899 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นโมโนคลินิก (Monoclinic) ส่วนพีคของคอปเปอร์ (I)ออกไซด์ เติมน้ำที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 36.459 (111) โดยใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน PDF#782076 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นทรงลูกบาศก์ (Cubic) ในขณะที่ส่วนพีคของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เติมน้ำที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 31.701 (100) , 34.404 (002) , 36.459 (101) , 56.791 (110) , 62.606 (103) และ 68.180 (112) โดยใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน PDF#891397 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (Hexagonal)

ค่าแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยของคอปเปอร์(I)ออกไซด์ คอปเปอร์(II)ออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ แสดงดังตารางที่ 4.3

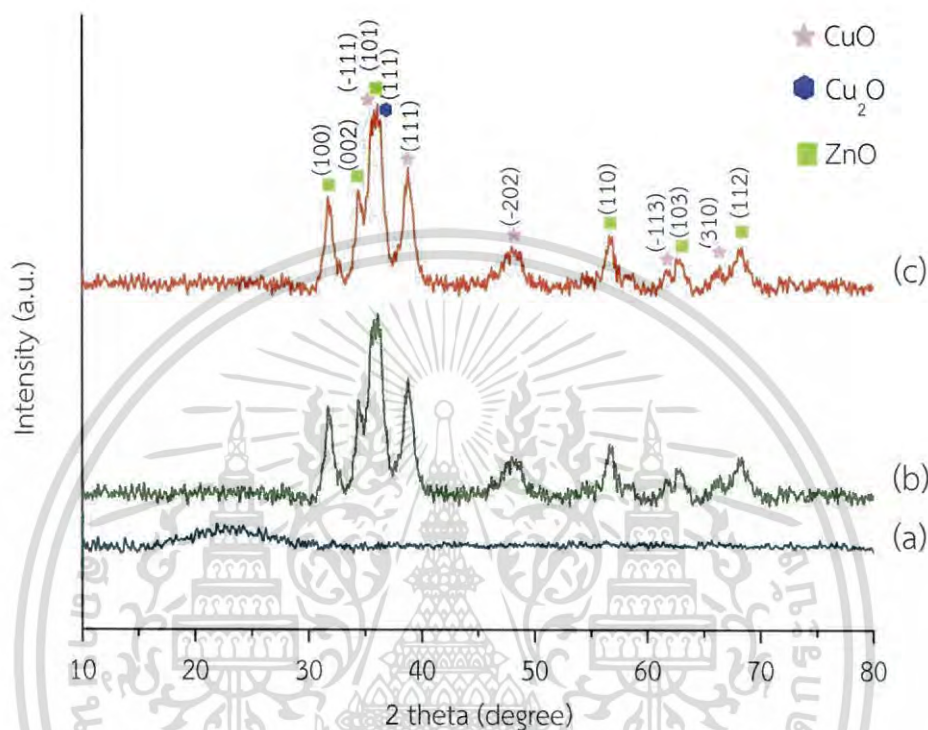
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยของคอปเปอร์(I)ออกไซด์ คอปเปอร์(II)ออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์

สารประกอบ	ระบบ	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β (degree)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm)
CuO	PDF#895899	4.6890	3.4200	5.130	99.5700	-
	This work	4.708(1)	3.340(1)	5.064(7)	100.0416	16.5
DIF. This work – PDF		0.0191	-0.0799	-0.0653	0.4716	
Cu ₂ O	PDF#782076	4.2672	-	-	-	-
	This work	4.357(4)	-	-	-	15.2
DIF. This work – PDF		0.0902	-	-	-	
ZnO	PDF#891397	3.2530	-	5.2130	-	-
	This work	3.234(0)	-	5.227(7)	-	15.0
DIF. This work – PDF		-0.0190	-	0.0147	-	

จากตารางที่ 4.3 พบว่า คอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) ที่ 2 θ เท่ากับ 38.869 องศา มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย เท่ากับ 16.5 นาโนเมตร และค่าเซลล์พารามิเตอร์ของ a , b , c คือ 4.708(1) , 3.340(1) , 5.064(7) คอปเปอร์(I)ออกไซด์ (Cu₂O) ที่ 2 θ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย เท่ากับ 15.2 นาโนเมตร และค่าเซลล์พารามิเตอร์ ของ a เท่ากับ 4.357(4) ในขณะที่ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่ 2 θ เท่ากับ 31.701 องศา มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย เท่ากับ 15.0 นาโนเมตร และค่าเซลล์พารามิเตอร์ของ a , c คือ 3.234(0) , 5.227(7) โดยผลึกของคอปเปอร์(I)ออกไซด์ คอปเปอร์(II)ออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ จำเป็นต่อการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอล (Methanol synthesis) จากแก๊สสังเคราะห์ ซึ่งเป็นสารมัธยันต์ (Intermediate) สำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 ทำการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ที่มุมตกกระทบ 2θ ระหว่าง 5-80 แสดงดังรูป 4.3



(a) $AlPO_4$ (b) $CuZnO$ (c) Hybrid catalyst in weight ratio of 1:1

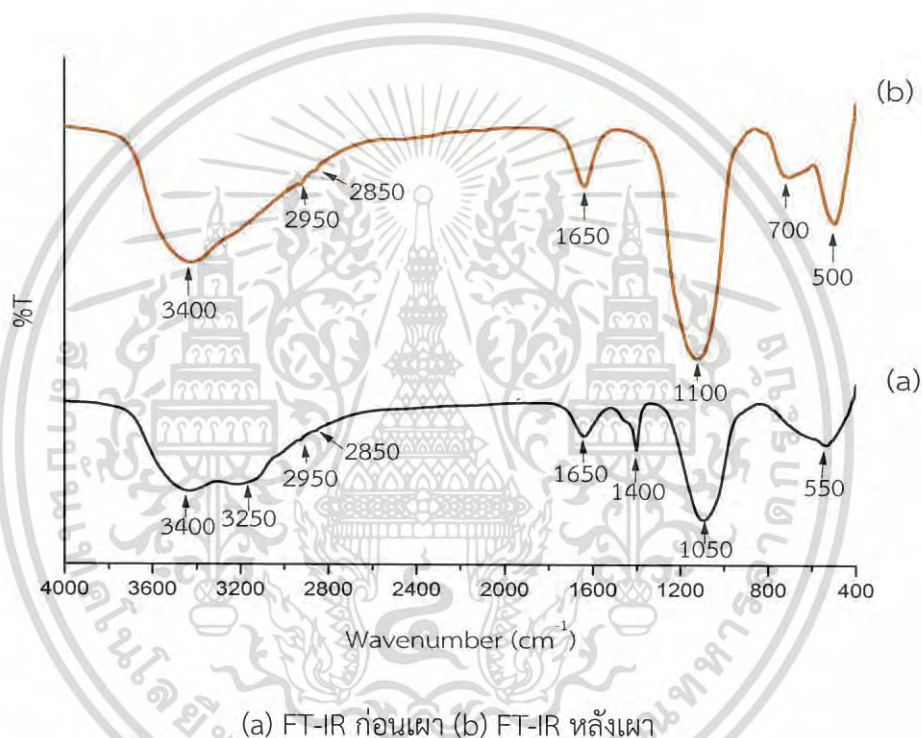
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1

จากรูปที่ 4.3 แสดงถึงรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตซึ่งผสมทางกายภาพในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 ซึ่งเป็นตัวแทนการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1 และ 3:1 ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ เนื่องจากการผสมทางกายภาพ พบว่า พีคที่เกิดขึ้นจะปรากฏพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์เท่านั้น เพราะว่าพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีลักษณะโครงสร้างเป็นอสัณฐาน และมีค่าความเข้ม (Intensity) ของพีคที่ปรากฏต่ำกว่าพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ จึงปรากฏเพียงพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ซึ่งพีคประกอบด้วย 3 ชนิด คือ คอปเปอร์(I)ออกไซด์ (Cu_2O) , คอปเปอร์(II)ออกไซด์ (CuO) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) แต่พีคทั้ง 3 ไม่แยกออกจากกันโดยชัดเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 ผลการตรวจสอบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเทคนิคฟูเรียร์-ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทสโกปี

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารที่มีความถี่ต่างๆ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุลอินฟราเรด เป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีเลขคลื่น (Wave number) อยู่ในช่วงประมาณ 4000 ถึง 400 cm^{-1} ผลการบันทึกสเปกตรัมของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (FT-IR) แสดงดังรูป 4.4



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม FT-IR ของ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

จากรูปที่ 4.4 แสดงสเปกตรัม FT-IR ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งตรงกับงานวิจัยของ Kumar V. S. และคณะ , Lertjamratn K. และคณะ [11,33] เมื่อเทียบกับค่ามาตรฐานการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำและรูปแบบการสั่นของโมเลกุลอะลูมิเนียมฟอสเฟต พบว่ามีแถบการสั่นของ Hydrogen Phosphate Anion (HPO_4^{2-}) เหมือนกับที่กล่าวไว้ข้างต้น ซึ่งเลขคลื่น 1650 cm^{-1} เป็นแถบการสั่นของ H_2O ในขณะที่ แถบการสั่นของ PO_2 และ Al-O-P ปรากฏที่เลขคลื่น 1100 cm^{-1} และ 500 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งเป็นการยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยวิเคราะห์เอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผาและหลังเผาจะพบว่าหลังเผาแถบการสั่นของ H_2O กับ NH_2 จะหายไปและเกิดแถบการสั่นของ POH เกิดขึ้น ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา

รูปแบบการสั่น	แถบการสั่น (cm ⁻¹)
ν (P-OH single, bridge or germinal)	3400
การสั่นยืดหดแบบอสมมาตร ν_3 (H ₂ O)	3250
Acid band (ν_{OH} , HPO_4^{2-})	2950, 2850
การสั่นแบบโค้งงอ ν_2 (H ₂ O)	1650
การสั่นของพันธะ NH ₂	1400
ν (PO ₂)	1050
ν (Al-O-P)	550

จากตารางที่ 4.4 แสดงรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา โดยรูปแบบการสั่นที่พบ คือ 3400 ν (P-OH single, bridge or germinal) , 3250 การสั่นยืดหดแบบอสมมาตรของโมเลกุลน้ำ (ν_3 H₂O), 2950 และ 2850 Acid band (ν_{OH} , HPO_4^{2-}) , 1650 การสั่นแบบโค้งงอของโมเลกุลน้ำ (ν_2 H₂O) , 1400 การสั่นของพันธะ NH₂ , 1050 ν (PO₂) และ 550 cm⁻¹ ν (Al-O-P) ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า แถบการสั่นของ PO₂ stretching (ν (PO₂)) และ P-OH stretching (ν (P-OH single, bridge or germinal)) ทำให้ทราบได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และแถบการสั่นของโมเลกุลน้ำในผลึก คือ การสั่นยืดหดแบบอสมมาตรของโมเลกุลน้ำ (ν_3 H₂O) และ การสั่นแบบโค้งงอของโมเลกุลน้ำ (ν_2 H₂O) ทำให้ทราบได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผายังคงมีโมเลกุลของน้ำอยู่ในผลึก

ตารางที่ 4.5 แถบการสั่นและจำแนกรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผา

รูปแบบการสั่น	แถบการสั่น (cm ⁻¹)
ν (P-OH single, bridge or germinal)	3400
Acid band (ν_{OH} , HPO_4^{2-})	2950, 2850
การสั่นแบบโค้งงอ ν_2 (H ₂ O)	1650
ν (PO ₂)	1100
γ (POH)	700
ν (Al-O-P)	500

จากตารางที่ 4.5 แสดงรูปแบบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา โดยรูปแบบการสั่นที่พบ คือ 3400 ν (P-OH single, bridge or germinal), 2950 และ 2850 Acid band (ν_{OH} , HPO_4^{2-}), 1650 การสั่นแบบโค้งงอของโมเลกุลน้ำ (ν_2 H₂O), 1100 ν (PO₂), 700 การสั่นแบบ rocking (γ (POH)) และ 500 cm⁻¹ ν (Al-O-P)ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า แถบการสั่นของเอกสตรนเป็นเอกสตรนที่สั่นวงวนเวลาสำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับอยู่ใต้หน้าไปเซปรีเซชันด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PO_2 stretching ($\nu(\text{PO}_2)$) และ P-OH stretching ($\nu(\text{P-OH single, bridge or germinal})$) ทำให้ทราบว่ามีตัวเร่งปฏิกิริยาหลังเผายังคงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ในขณะที่มีแถบการสั่นแบบโค้งงอของโมเลกุลน้ำ ($\nu_2 \text{H}_2\text{O}$) ทำให้ทราบได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผายังคงมีโมเลกุลของน้ำอยู่ในผลึก

โดยสเปกตรัมของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต แสดงให้เห็นถึงความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากแถบการสั่นที่ 2950 และ 2850 cm^{-1} เป็นรูปแบบการสั่นของ Acid band ($\nu_{\text{OH}}, \text{HPO}_4^{2-}$) ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถนำไปใช้ในปฏิกิริยาการขจัดน้ำ (Methanol dehydration) ของเมทานอล ในการสังเคราะห์เป็นไดเมทิลอีเทอร์ได้ [11,33,34]

4.2.3 ผลการตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน

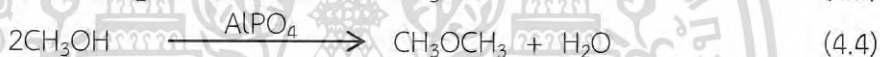
การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ ในหน่วยของพื้นที่ต่อน้ำหนักโดยวิธีการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน ซึ่งพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ เนื่องจากพื้นที่ผิวมากทำให้มีการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น ส่งผลให้การเปลี่ยนแปลงของแก๊สสังเคราะห์เป็นไดเมทิลอีเทอร์มากขึ้น

ตารางที่ 4.6 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และตัวปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยา		พื้นที่ผิว (m^2/g)	ปริมาตรรูพรุน (cm^3/g)	ขนาดรูพรุน (\AA)
คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ (C)		50.87	0.3590	282.90
อะลูมิเนียมฟอสเฟต (A)		183.00	0.9730	212.70
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก (C:A)	1:1	152.70	0.7460	195.40
	2:1	100.90	0.5268	208.80
	3:1	92.87	0.4367	188.10

จากตารางที่ 4.6 แสดงพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงออกไซด์มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 50.87 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.359 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม และขนาดรูพรุนเท่ากับ 282.90 อังสตรอม ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 183.00 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 0.973 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม และขนาดรูพรุนเท่ากับ 212.70 อังสตรอม และตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ พบว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1 : 1 มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเท่ากับ 152.70 ตารางเมตรต่อกรัม และ 0.7460 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม ตามลำดับ ในขณะที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 3:1 มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนต่ำที่สุดเท่ากับ 92.87 ตารางเมตรต่อกรัม และ 0.4367 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม ตามลำดับ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมทั้ง 3 อัตราส่วน มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 180-210 อังสตรอม

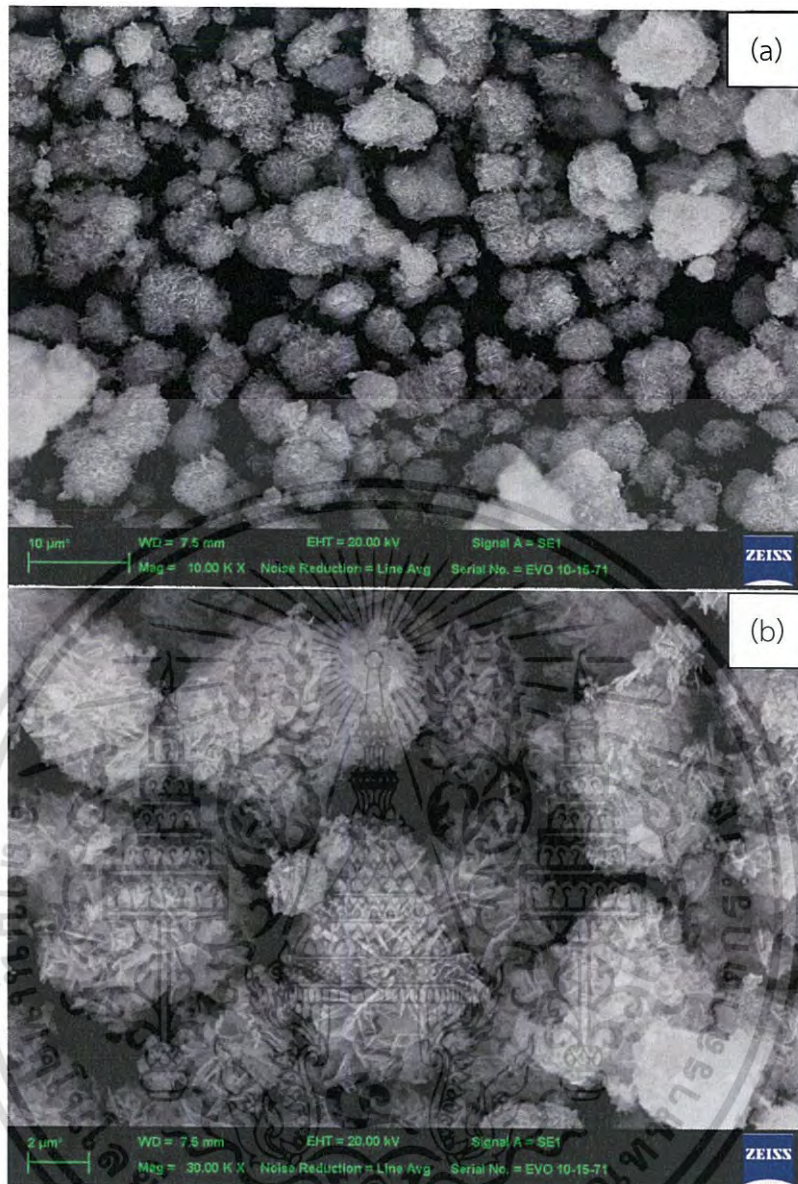
การเกิดไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ แสดงดังสมการที่ 4.3-4.4



จากสมการที่ 4.3-4.4 พบว่าการเกิดเมทานอล เกิดจากตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงออกไซด์ และการเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์จำเป็นต้องใช้เมทานอล 2 โมลเป็นสารตั้งต้น จึงต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงออกไซด์มากกว่า ทำให้อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1 และ 3:1 เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาเป็นไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์มากกว่า ถึงแม้ว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 จะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงที่สุด

4.2.4 ผลการตรวจสอบสัญญาณวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

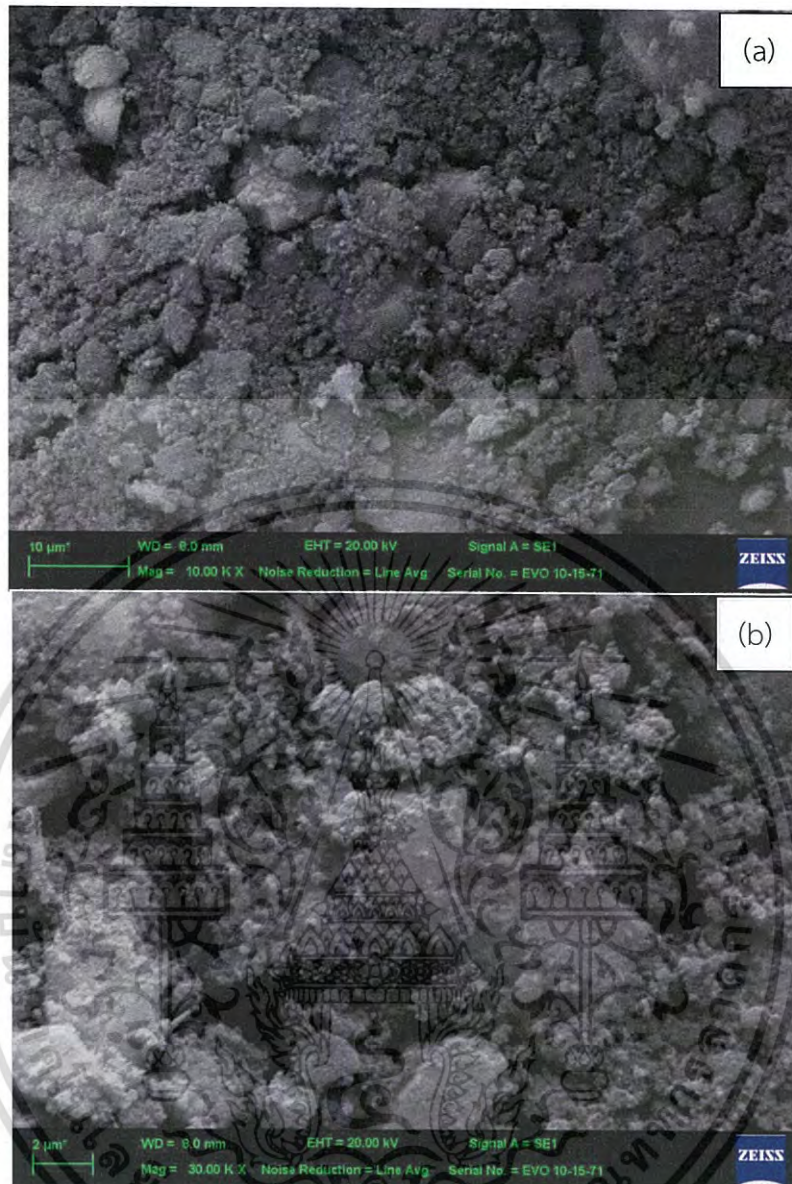
การตรวจสอบสัญญาณวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงออกไซด์ , ตัวเร่งปฏิกิริยา อะลูมิเนียมฟอสเฟต และตัวเร่งปฏิกิริยาผสม ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 2:1 และ 3:1 ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด



(a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) กำลังขยาย 30,000 เท่า
รูปที่ 4.5 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

จากรูปที่ 4.5 แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ที่กำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า พบว่ามีรูปร่างลักษณะเป็นแฉกเกาะกันกลายเป็นทรงกลม โดยมีอนุภาคขนาดเล็กและขนาดใหญ่ปะปนกัน ซึ่งขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3.33-8.75 ไมโครเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

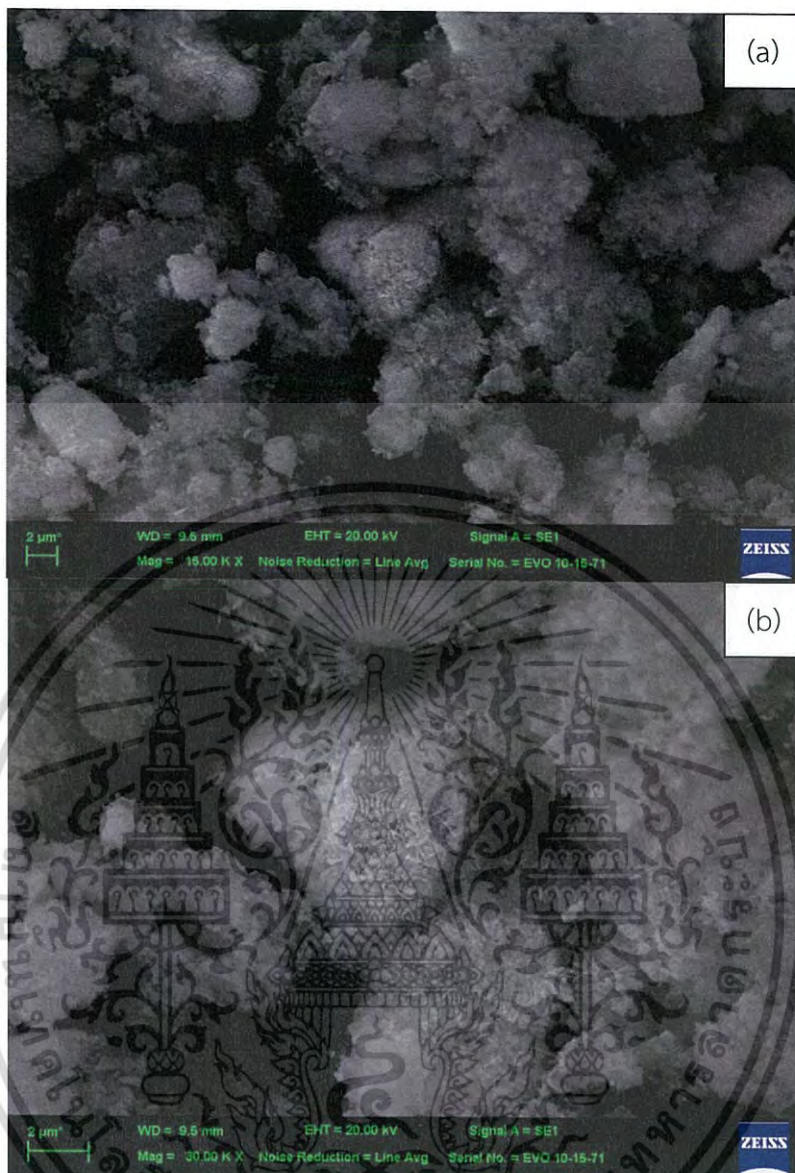


(a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) กำลังขยาย 30,000 เท่า
รูปที่ 4.6 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

จากรูปที่ 4.6 แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ที่กำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า พบว่ามีขนาดอนุภาคแตกต่างกัน โดยมีรูปร่างลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กขนาดใหญ่และทรงกลมปะปนกัน ซึ่งส่วนใหญ่ทรงกลมกระจายตัวอยู่บนรูปร่างลักษณะที่เป็นแผ่น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่ม

การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยการผสมทางกายภาพ ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 , 2:1 และ 3:1 แสดงดังภาพต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

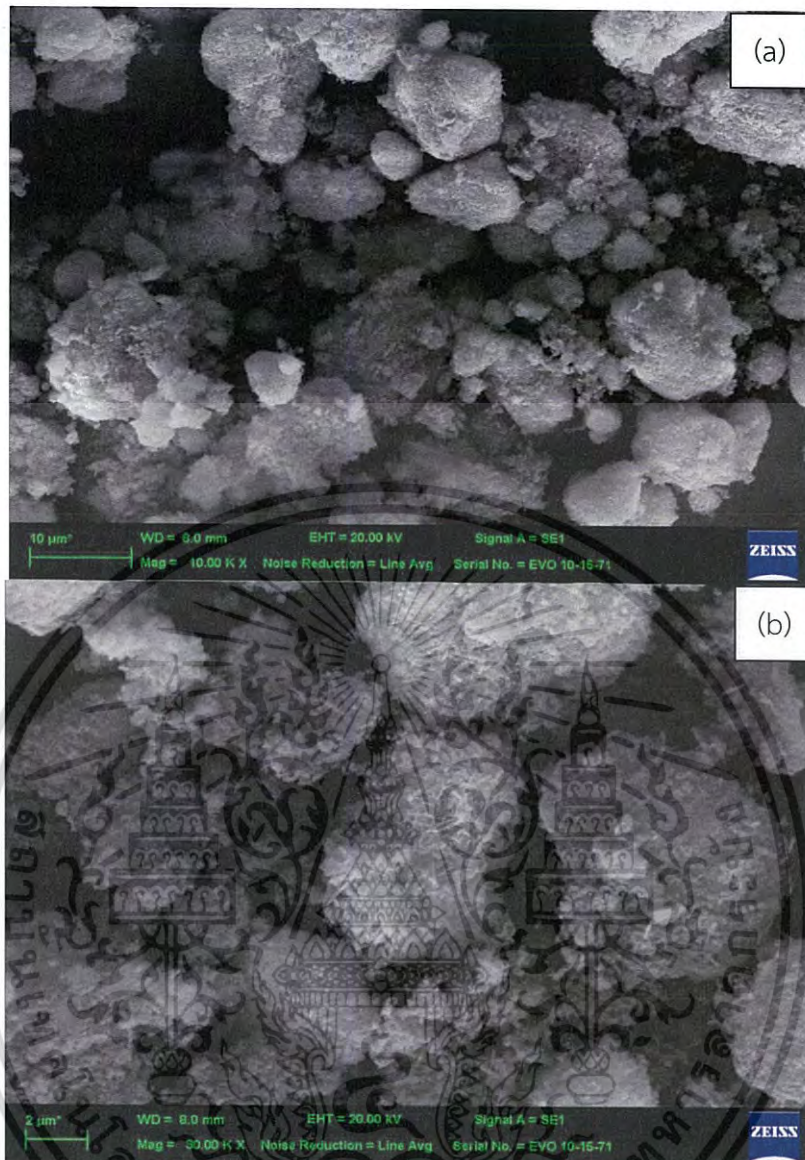


(a) กำลังขยาย 15,000 เท่า (b) กำลังขยาย 30,000 เท่า

รูปที่ 4.7 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1

จากรูปที่ 4.7 แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 ที่กำลังขยาย 15,000 และ 30,000 เท่า พบตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลมแฉก รวมตัวกับตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตซึ่ง มีลักษณะเป็นแผ่นและทรงกลม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

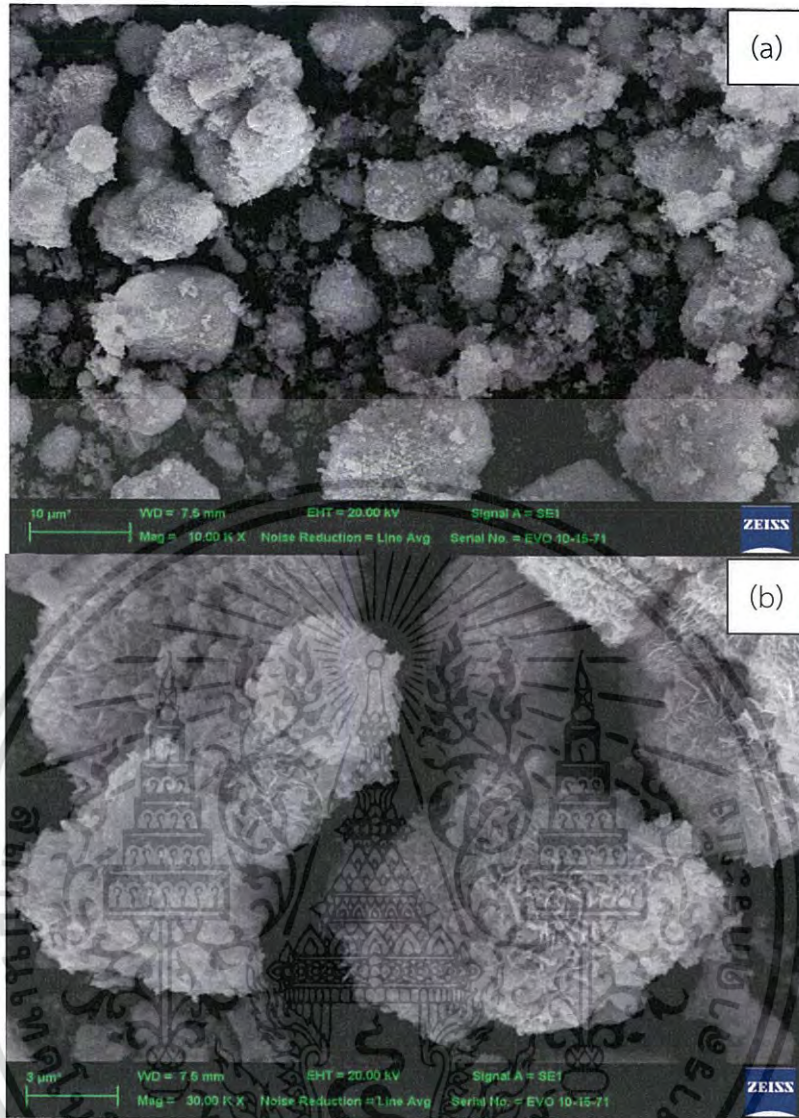


(a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) กำลังขยาย 30,000 เท่า

รูปที่ 4.8 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1

จากรูปที่ 4.11 แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1 ที่กำลังขยาย 15,000 และ 30,000 เท่า พบตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลมแฉก รวมตัวกับตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตซึ่ง มีลักษณะเป็นแผ่นและทรงกลม โดยตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ปริมาณมากกว่าเมื่อ เปรียบเทียบกับรูปสัณฐานวิทยาในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



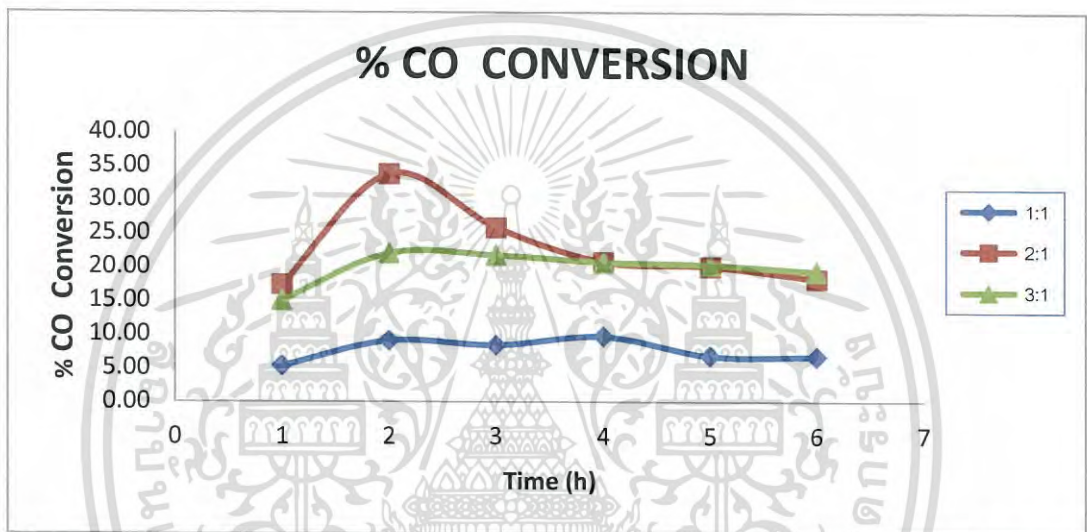
(a) กำลังขยาย 10,000 เท่า (b) กำลังขยาย 30,000 เท่า
รูปที่ 4.9 รูปสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต
ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 3:1

จากรูปที่ 4.9 แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์/อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 3:1 ที่กำลังขยาย 10,000 และ 30,000 เท่า พบตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลมแฉก รวมตัวกับตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นและทรงกลม โดยตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ปริมาณมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับรูปสัณฐานวิทยาในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก 2:1

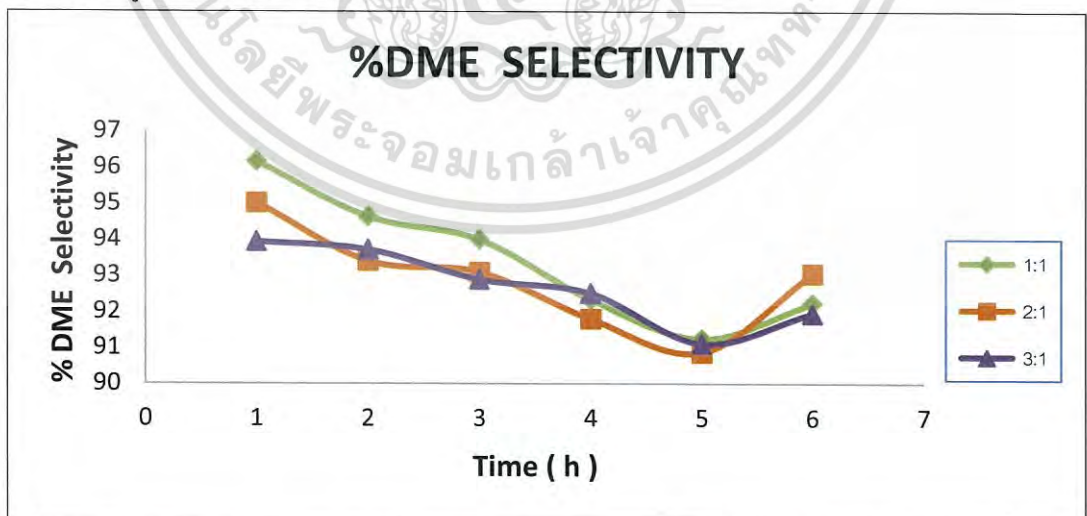
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 ผลการวิเคราะห์การแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม (Gas Chromatography : GC)

การวิเคราะห์การแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม เป็นการวิเคราะห์ผลผลิตและความจำเพาะในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ในอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1, 2:1 และ 3:1 ที่ได้หลังจากการทำปฏิกิริยา จะได้ไดเมทิลอีเทอร์และผลผลิตอื่นๆ ออกมาในรูปของแก๊ส นำไปตรวจสอบผลผลิตที่ได้ด้วยเครื่อง Gas Chromatography (GC) จากนั้น นำมาคำนวณร้อยละผลผลิตและความจำเพาะที่ได้ในแต่ละอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟตดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 แสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1, 2:1 และ 3:1



รูปที่ 4.11 แสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้ จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1, 2:1 และ 3:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลดลงเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์มากขึ้น เนื่องจากในช่วงแรกของการทำปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีประสิทธิภาพในการทำงานได้ดีเมื่อผ่านช่วงเวลาหนึ่งจะเกิดการ sintering และทำให้ความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยา (Active sites) ในการสังเคราะห์เมทานอลต่ำลง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากการทดลองเกี่ยวกับการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ โดยศึกษาอัตราส่วนโดยน้ำหนักของการผสมทางกายภาพที่เหมาะสมระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์และตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งเตรียมจากเทคนิคการตกตะกอนร่วมและการตกตะกอนอย่างง่ายตามลำดับ สามารถสรุปผลการทดลองโดยมีรายละเอียดตามลำดับดังนี้

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับโครงการพิเศษนี้ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการผลิตเมทานอล และตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล เป็นไดเมทิลอีเทอร์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ เตรียมได้จากคอปเปอร์ไนเตรตไตรไฮเดรต และซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ทำการตกตะกอนร่วมกับโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งมีร้อยละการสังเคราะห์เท่ากับ 83.68 สำหรับ ตัว เร่ง ปฏิกิริยา อะ ลู มิ เนียม ฟอส เฟต เตรียมได้จาก อะ ลู มิ เนียม - ไนเตรตโนนะไฮเดรต และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนีย ซึ่งมีร้อยละการสังเคราะห์เท่ากับ 88.08

5.2 สรุปผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

5.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึก

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต มีลักษณะโครงสร้างแบบออสถูวาน ส่งผลให้ไม่สามารถวิเคราะห์ได้ สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ พบผลึก 3 ชนิด คือผลึกคอปเปอร์(I)ออกไซด์ มีขนาดผลึกเท่ากับ 15.2 นาโนเมตร คอปเปอร์(II)ออกไซด์ มีขนาดผลึกเท่ากับ 16.5 นาโนเมตร และผลึกซิงค์ออกไซด์มีขนาดผลึกเท่ากับ 15.0 นาโนเมตร สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 พบการผลึกของคอปเปอร์(I)ออกไซด์ คอปเปอร์(II)ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ แต่ไม่พบตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตเนื่องจากมีค่าความเข้ม (Intensity) ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2.2 การตรวจสอบการสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

การวิเคราะห์การสั่นของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา ($\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผา (AlPO_4) ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี พบแถบการสั่นระหว่างพันธะของ P-OH, PO_2 และ Al-O-P ที่เลขคลื่น 3400, 1100 และ 500 cm^{-1} ซึ่งเป็นแถบการสั่นที่ยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต และพบแถบการสั่น Acid bands ที่เลขคลื่น 2950 และ 2850 cm^{-1} ซึ่งแสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมได้สามารถเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำจากเมทานอล (Methanol dehydration) ได้

5.2.3 การตรวจสอบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 1:1 มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดเท่ากับ 152.70 ตารางเมตรต่อกรัม และ 0.7460 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม ตามลำดับ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมทั้ง 3 อัตราส่วน มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 180-210 อังสตรอม

5.2.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีรูปร่างลักษณะเป็นแฉกรวมตัวกันเป็นทรงกลม ซึ่งมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3.33-8.75 ไมโครเมตร ในขณะที่สัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต มีรูปร่างลักษณะเป็นแผ่นและทรงกลมซึ่งเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่ม และสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต พบว่าทุกรูปมีคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์กับอะลูมิเนียมฟอสเฟตผสมกันอยู่และมีการกระจายตัวของตัวเร่งเป็นกลุ่มก้อนโดยมีลักษณะเป็นแฉกของคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์เกาะอยู่บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต

5.3 สรุปผลการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟตในอัตราส่วนดังนี้คือ 1:1, 2:1 และ 3:1 โดยมีร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นบนตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ 7.62, 22.67, 19.83 ตามลำดับ และในการคำนวณร้อยละการเกิดไดเมทิลอีเทอร์นั้นได้เท่ากับ 7.11, 21.05, 18.37 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าในอัตราส่วน 2:1 มีร้อยละการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นบนตัวเร่งปฏิกิริยาและร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ได้สูงที่สุด

5.4 ข้อเสนอแนะ

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตสำหรับการสังเคราะห์ไคเมทิลอีเทอร์ โดยมีข้อเสนอแนะดังต่อไปนี้

1. ศึกษาแหล่งสารตั้งต้น (Precursor) เพิ่มเติมสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเช่น ใช้ Acetate-based precursors ในการสังเคราะห์คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ หรือ PO_4 precursors เช่น โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Na_2HPO_4) ในการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต เพื่อให้ได้ร้อยละการผลิตสูงสุด
2. ศึกษาการปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ด้วยโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ เช่น ZrO_2 และ Al_2O_3 เพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา
3. ศึกษาการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเทคนิคอื่นเพิ่มเติม เช่น Temperature programmed reduction ด้วยไฮโดรเจน (H_2 -TPR) เพื่อศึกษาอัตราส่วนที่สามารถเกิดการรีดักชันได้ง่ายที่สุด, Temperature programmed desorption ด้วยแอมโมเนีย เพื่อศึกษาความเป็นกรด (Acidity) และความแรงของกรด (Acid strength) เป็นต้น
4. ศึกษาการเพิ่มปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์ไคเมทิลอีเทอร์ในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่งและทำการติดตั้งเครื่อง GC แบบออนไลน์เพื่อทำการวิเคราะห์แก๊สที่ได้โดยทันที

เอกสารอ้างอิง

กาญจนา แสงลี้มสุวรรณ . BioFuel.Alternative Energy Source . มหาวิทยาลัยกรุงเทพ.

[Online].Available :<http://www.bu.ac.th/knowledgecenter>

Sun, J. Yang , C. Yoneyama , Y. and Tsubaski , N. 2014 Catalysis chemistry of dimethyl ether synthesis. ACS catalysis. 4 : 3346-3356

Li, Z. Li, J Yang, C and Wu, J. 2012 Enhance catalytic performance for direct synthesis of dimethyl ether from syngas over a La₂O₃ modified Cu-ZrO₂/γ-Al₂O₃ hybrid catalyst. Journal of Natural Gas Chemistry. 21 : 360-365

Song,W.Marcus, D.M.Fu , H. Ehesmann , J.O. and Haw, J.F. W An oft-studied reaction that may never have been : direct catalytic conversion of methanol or dimethyl ether to hydrocarbons on the solid acids HZSM-5 or HSAPO-34. Journal of the american Chemistry Society. 124 : 3844-3845

Cheung, P. Bhan, A. Sunley, G. J. and Iglesia, E.2006 Selective carbonylation of Dimethyl Ether to Methyl Acetate catalyzed by Acidic zeolites Angewandte Chemie International Edition. 45 : 1617-1620.

Liu, H. Chenug , P. and Iglesia , E. 2003 . Structure and support effects on the selective oxidation of dimethyl ether to formaldehyde catalyzed by MoO_x domains. Journal of Catalysis. 217 : 222-232

Liu, H. and Iglesia, E. 2003 . Selective one -step synthesis of dimethoxymethane via methanol or dimethyl ether oxidation on H³⁺nV_n MO₁₂.nPO₄₀ kegging structures. Journal of Physical Chemistry B.107:10840-10847.

Li., Z. Li., J. Dai, M. Liu, Y. Han, D. and Wu. J. 2014 . The effect of preparation method of the Cu-La₂O₃-ZrO₂/ γ-Al₂O₃ hybrid catalysts on one -step synthesis of dimethyl ether from syngas. Journal Of Fuel. 121 :173-177

Mo, X. Tsai, Y. Gao, J. Mao, D. and Goodwin Jr., J.G. 2012 Effect of component interaction on the activity of Co/CuZnO for CO hydrogenation. Journal of catalysis.285 : 208-215

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- Corrie, L. C. and Kenneth , J . K. 2003. The catalytic methanol synthesis overnanoparticle metal oxide catalysts. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 194 : 227-23
- Kumar, V.S. Pamasiri, A H. Satyanarayana, C.V.V. Reddy , I.A.K. Raju, B.D. and Rao , K.S.R. 2006 Nature and mode of addition of phosphate precursor in the synthesis of aluminum phosphate and its influence on methanol dehydration to dimethyl ether. *Journal of Catalysis Communications* .7 : 745-751
- Farsi, M. Eslamloueyan, R. Jahanmiri, A. 2011. Modeling, simulation and control of dimethyl ether synthesis in an industrial fixed-bed reactor. *Journal of Chemical Engineering and Processing*. 50 : 85-94
- [Online]. Available : <http://www.tpa.or.th/publisher/pdfFileDownloadS/p95-104.pdf> เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559
- [Online]. Available : http://www.doeb.go.th/v3/knowledge/data/1-Dimethyl_Ether.pdf เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559
- Takashi, O. Norio, I. Tutomu, S. and Yotaro, O. 2003. Direct dimethyl ether synthesis. *Journal of natural gas Chemistry*.12:219-227
- Yotaro, O.Norio. I.and Takashi, O. 2001. Slurry phase synthesis and utilization of dimethyl ether. *NKK Technical review*.85 :23-28
- Narudon, S.and Wainwright, J.M. 2001. DME as a power generation fuel : performance in gas turbines. *Petrotech 2001 Conference*.
- Wasin, K.2002. Hydrogen Purification from sythesis gas by water gas shift and chemisorption absorbent. Master's Thesis. Department of Chemical Technology. Faculty of science. Chulalongkorn University

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

Sameh M. K. Aboul-Fotouh . Production of dimethylether (DME) as a clean fuel using sonochemically prepared CuO and/or ZnO-modified γ -alumina catalysts. Journal of Fuel Chemistry and Technology. vol 42. 2014. pp.350-356

[Online]. Available : http://mis.en.kku.ac.th/administrator/doc_upload/20120221142710.pdf เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/chemical-analysis-instrument-menu/item/139-ftir-raman-spectrometer.html> เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559

[online]. Available : <http://www.bestsci.com/Advanced-Analytical/Thermal-Analysis-application-Mettler-Toledo-MT/Thermogravimetry-TGA-DSC-Mettler-Toledo.html> เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559

[Online]. Available : http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569 เข้าถึงเมื่อวันที่ 16 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://pharm.kku.ac.th/blog/centrallab/?paged=4> เข้าถึงเมื่อวันที่ 20 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html> เข้าถึงเมื่อวันที่ 20 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html> เข้าถึงเมื่อวันที่ 20 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/index.php/th/2014-09-04-06-23-37/14-uncategorised/41-sem-th> เข้าถึงเมื่อวันที่ 20 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/physics/16-x-ray-driffraction> เข้าถึงเมื่อวันที่ 23 ม.ค. 2559

[Online]. Available : http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2555_189_60_p22-24.pdf เข้าถึงเมื่อวันที่ 23 ม.ค. 2559

[Online]. Available : <http://tpa.or.th/publisher/pdfFileDownloadS/p95-104.pdf>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอน ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ขออนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- Yaripour, F.Mollavali, M.Mohammadi, Sh. J. andAtashi, H. 2009. Catalytic dehydration of methanol to dimethyl ether catalyzed by aluminium phosphate catalysts. *Journal of Energy & Fuel*. 23 : 1896-1900.
- Sajo P. Naika, TaegongRyub, VyBuib, Jan D. Millerb, Nicholas B. Drinnanc, WlodzimierzZmierczakb. 2011. Synthesis of DME from CO₂/H₂ gas mixture. *Chemical Engineering Journal*. 167 : 362–368
- Lertjamratn, K. Praserthdam, P. Arai, M. and Panpranot, J. 2010. Modification of acid properties and catalytic properties of AlPO₄ by hydrothermal pretreatment for methanol dehydration to dimethyl ether. *Journal of Applied Catalysis A : General*. 378 : 119-123
- Kannan, C.Muthuraja, K. and R. Devi, M. 2013. Hazardous dyes removal from aqueous solution over mesoporousaluminophosphate with textural porosity by adsorption. *Journal of Hazardous Materials*. 244-245 : 10-20.

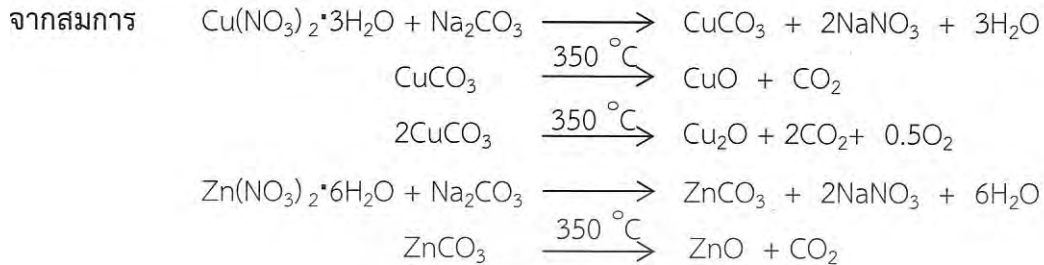
- เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์ซิงค์ออกไซด์ (CuO/ZnO)



ข้อมูล	มวลโมเลกุลคอปเปอร์ไนเตรต($\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	241.60	กรัม
	มวลโมเลกุลซิงค์ไนเตรต($\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	297.48	กรัม
	มวลโมเลกุลโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3)	105.99	กรัม
กำหนดให้	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก CuO:ZnO	50:50	

ต้องการ คอปเปอร์ออกไซด์/ซิงค์ออกไซด์ (CuO/ZnO) 10 กรัม ประกอบด้วย

-คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO)	4.9409	กรัม
-ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	5.0591	กรัม

เตรียม CuO จาก $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

CuO	79.50	กรัม	ได้จาก	$\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	241.60	กรัม
CuO	4.9049	กรัม	ได้จาก	$\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$\frac{4.9049 \times 241.60}{79.50}$	=14.9059 กรัม

เตรียม ZnO จาก $\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ZnO	81.40	กรัม	ได้จาก	$\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	297.49	กรัม
ZnO	5.0591	กรัม	ได้จาก	$\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	$\frac{5.0591 \times 297.49}{81.40}$	=18.4893 กรัม

จากการสังเคราะห์ได้น้ำหนักของ CuO/ZnO เท่ากับ 8.3684 กรัม (น้ำหนักทางทฤษฎี เท่ากับ 10.0000 กรัม)

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละผลผลิต} &= \frac{\text{น้ำหนักสารที่เตรียมได้จากการทดลอง}}{\text{น้ำหนักสารที่คำนวณจากทฤษฎี}} \times 100 \\ &= \frac{8.3684}{10.0000} \times 100 \\ &= 83.6840 \text{ เปอร์เซ็นต์} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณร้อยละผลผลิตของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต(AlPO_4)

จากสมการ



ข้อมูล	มวลโมเลกุลอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต	375.13	กรัม
	มวลโมเลกุลไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทโรฟอสเฟต	132.06	กรัม
กำหนดให้	ความเข้มข้นของสารละลายอะลูมิเนียม/แอมโมเนียม	1	โมลาร์
	ปริมาตรสารละลาย	150	มิลลิลิตร

ดังนั้น โมลของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต

$$\begin{aligned} \frac{\text{CV}}{1000} &= \frac{\text{g}}{\text{MW}(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})} \\ \frac{(1 \text{ M})(100 \text{ mL})}{1000} &= \frac{\text{g}}{375.13} \\ \text{g} &= 37.5130 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

∴ น้ำหนักของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต เท่ากับ 37.5130 กรัม

ดังนั้น โมลของไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทโรฟอสเฟต

$$\begin{aligned} \frac{\text{CV}}{1000} &= \frac{\text{g}}{\text{MW}((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)} \\ \frac{(1 \text{ M})(100 \text{ mL})}{1000} &= \frac{\text{g}}{132.06} \\ \text{g} &= 13.2060 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

∴ น้ำหนักของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนอะไฮเดรต เท่ากับ 13.2060 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการสังเคราะห์ได้น้ำหนักของ AlPO_4 เท่ากับ 10.8034 กรัม (น้ำหนักทางทฤษฎี เท่ากับ 12.2650 กรัม)

$$\begin{aligned}
 \text{ร้อยละผลผลิต} &= \frac{\text{น้ำหนักสารที่เตรียมได้จากการทดลอง}}{\text{น้ำหนักสารที่คำนวณจากทฤษฎี}} \times 100 \\
 &= \frac{10.8034}{12.2650} \times 100 \\
 &= 88.08 \text{ เปอร์เซ็นต์}
 \end{aligned}$$

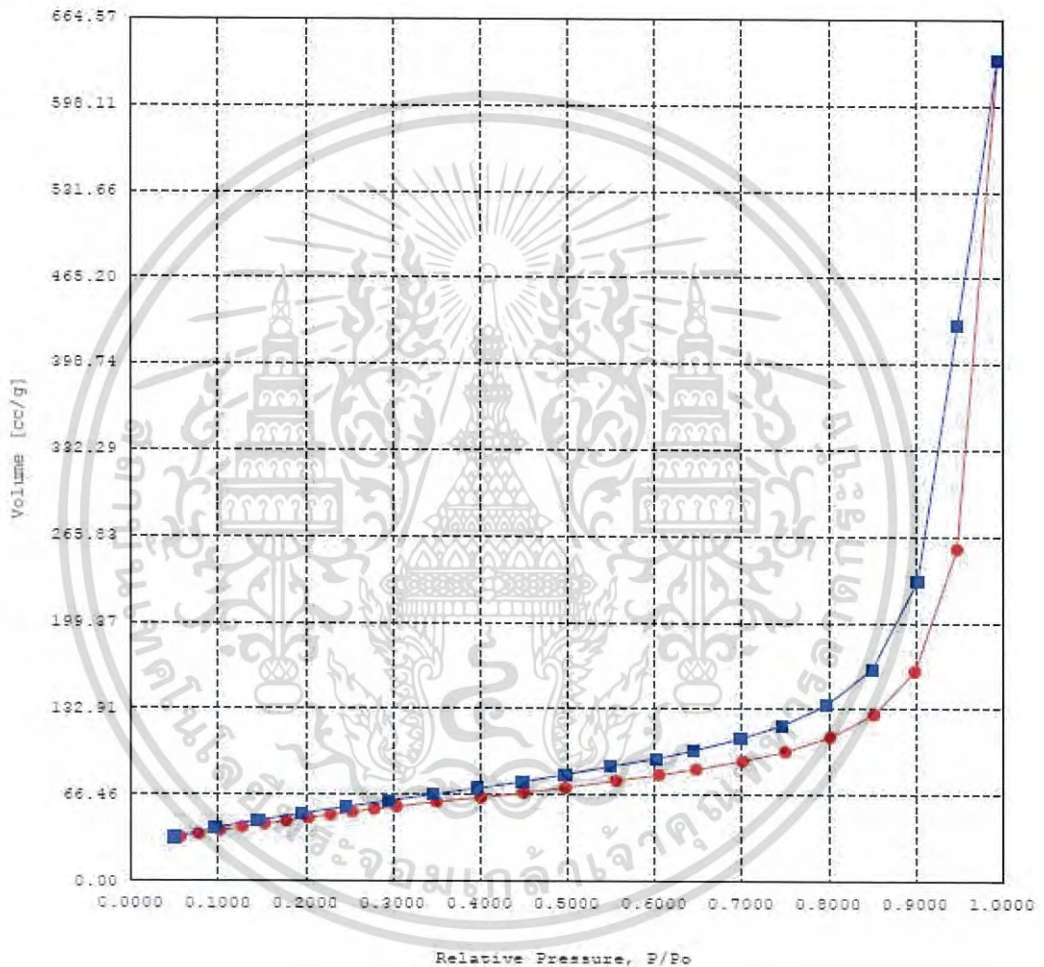


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับของแก๊สไนโตรเจน

- กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยแก๊สไนโตรเจน

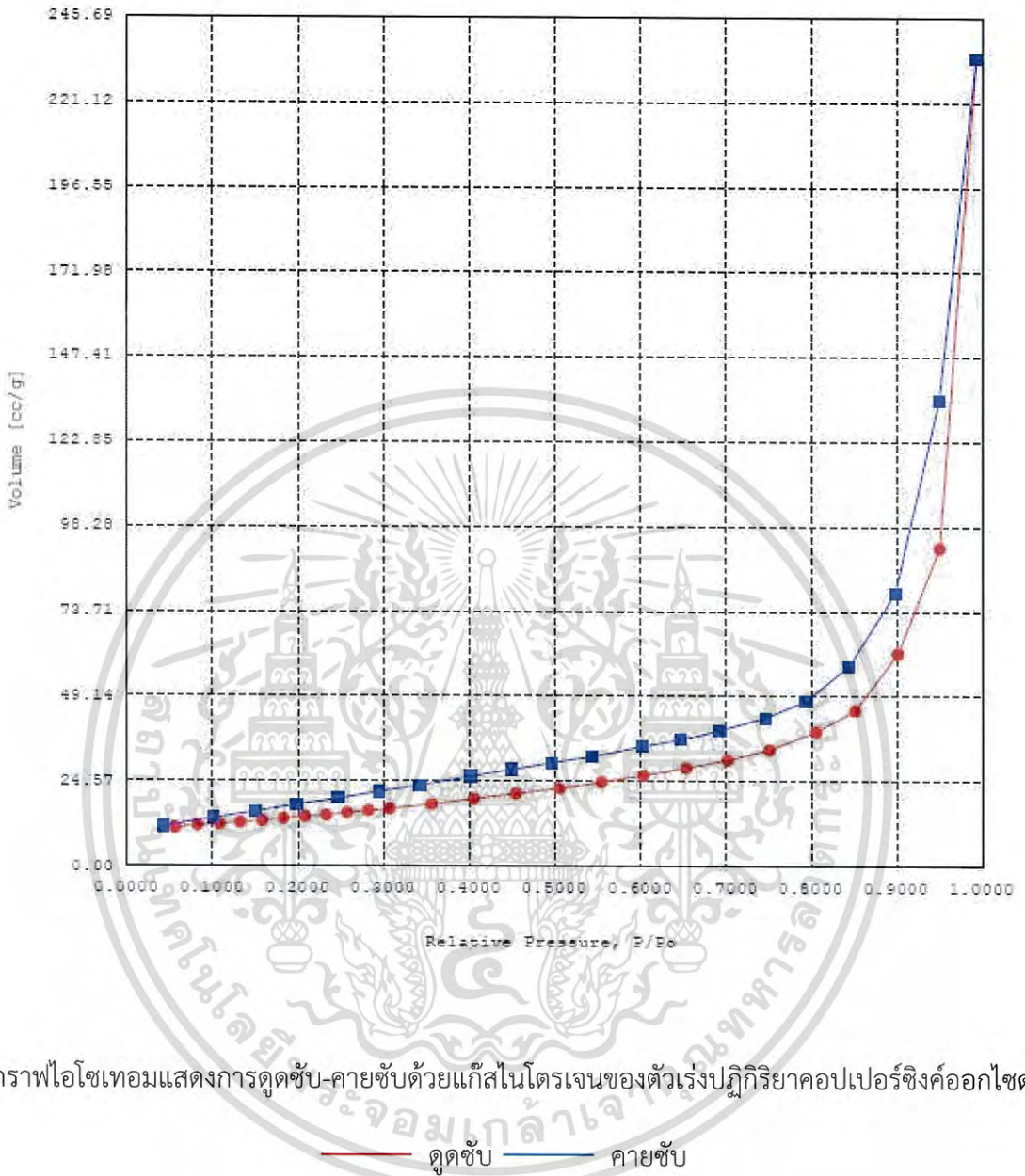


กราฟไอโซเทอมแสดงการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต

—●— ดูดซับ —■— คายซับ

- กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ด้วยแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

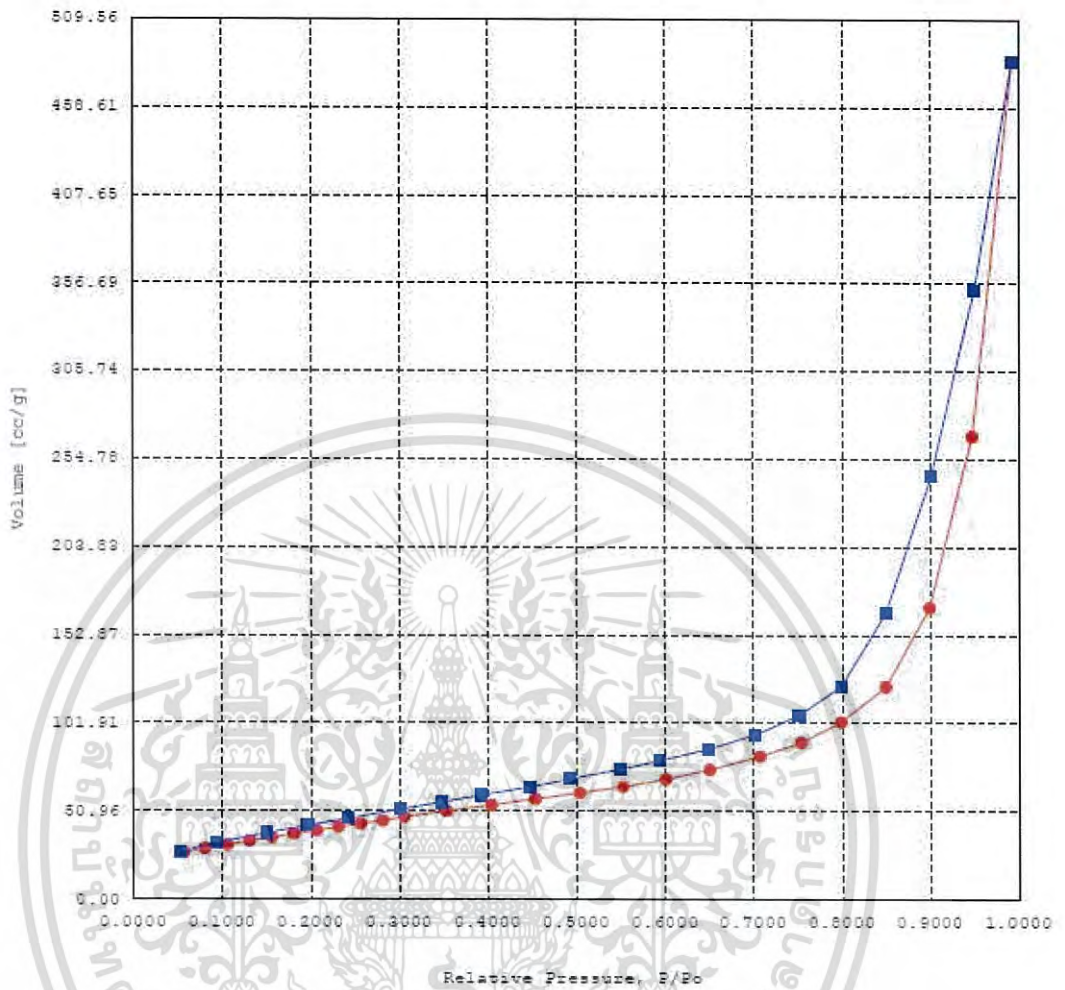


กราฟไอโซเทอมแสดงการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

—●— ดูดซับ —■— คายซับ

- กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 1:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

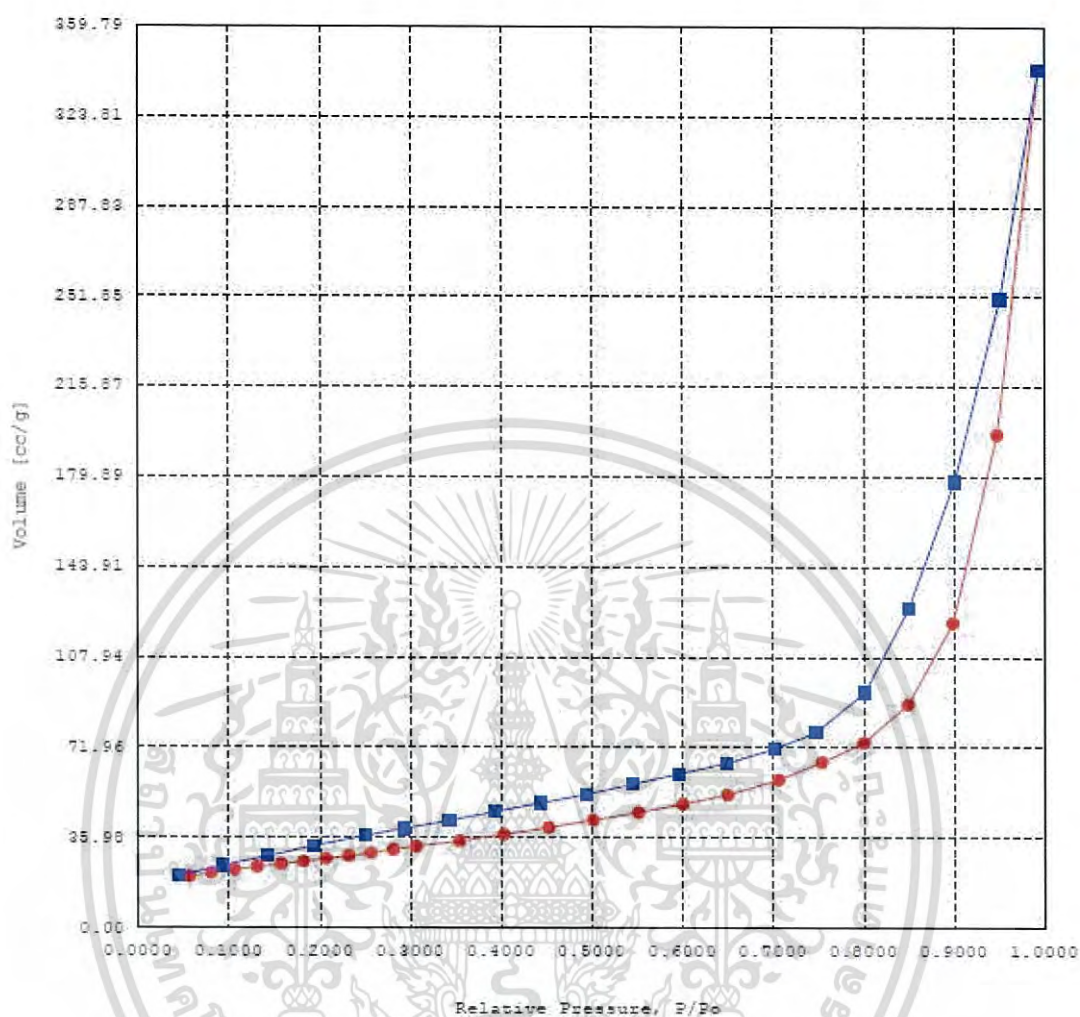


กราฟไอโซเทอมแสดงการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 1:1

—●— ดูดซับ —■— คายซับ

- กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 2:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

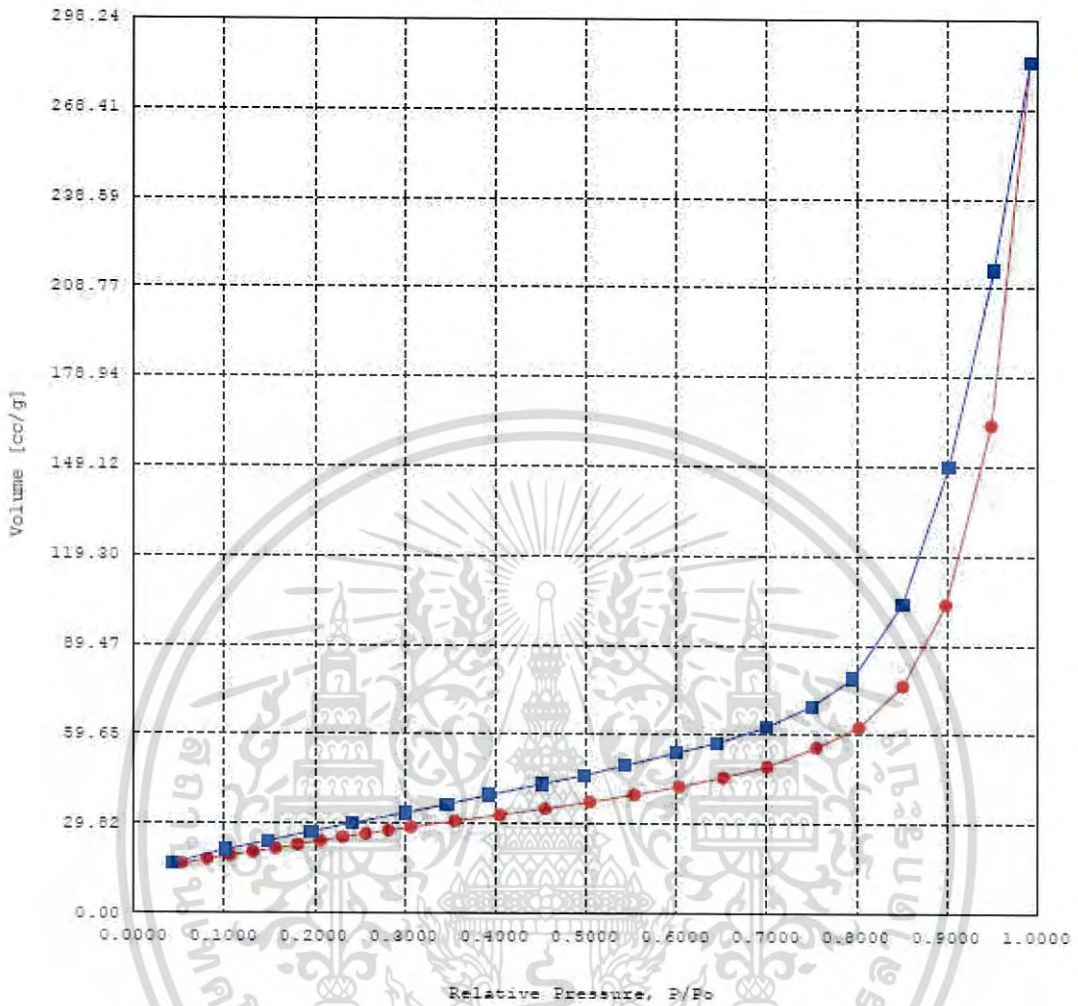


กราฟไอโซเทอมแสดงการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 2:1

— ดูดซับ — คายซับ

- กราฟไอโซเทอมการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 3:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



กราฟไอโซเทอมแสดงการดูดซับ-คายซับด้วยแก๊สไนโตรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์บนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อัตราส่วน 3:1

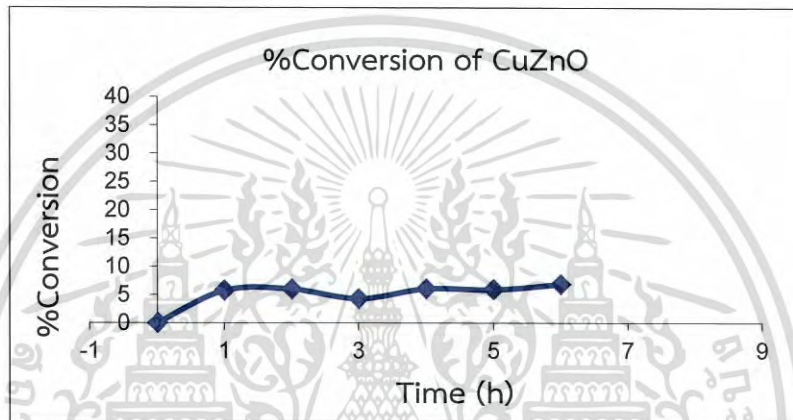
— ดูดซับ — คายซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่ง ปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

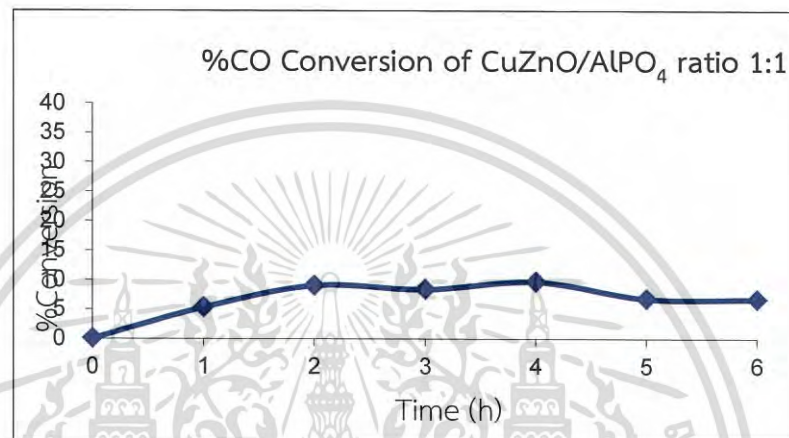
- กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์



กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา
คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

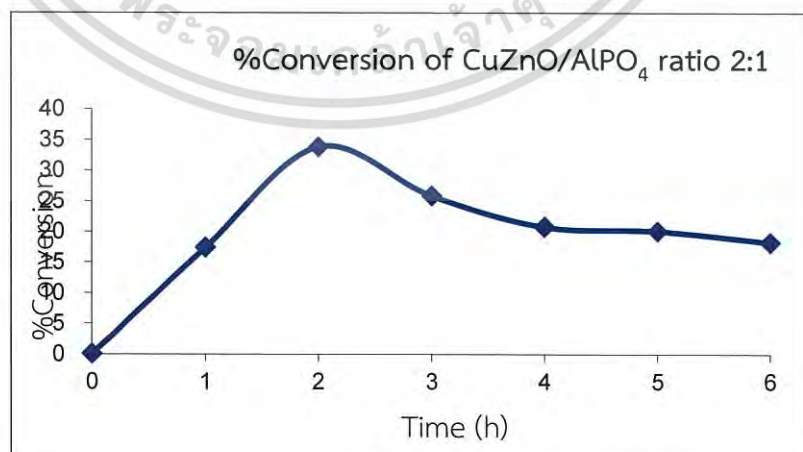
กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่ง ปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์กับอะลูมิเนียมฟอสเฟต

- กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1



กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1

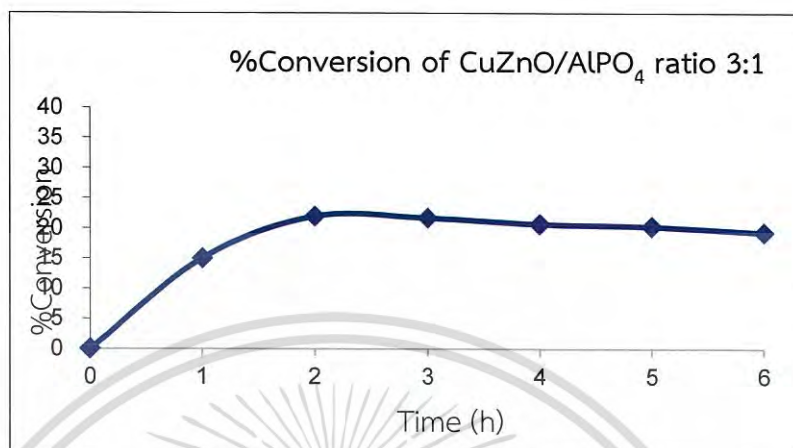
- กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1



กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1 ใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสม คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 3:1



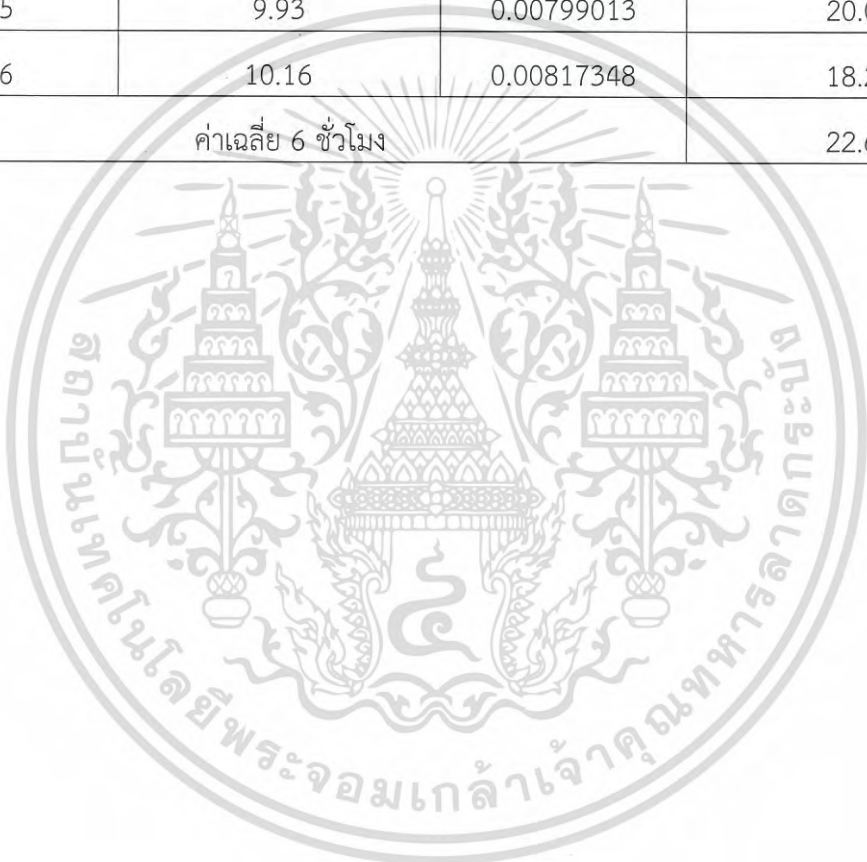
กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสม คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 3:1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1 ทั้ง 6 ชั่วโมง

ชั่วโมงที่	Syngas's peak area	n_{out}	% CO Conversion
1	10.37	0.00825894	17.37
2	8.23	0.00661837	33.78
3	9.22	0.00741436	25.82
4	9.85	0.00792060	20.76
5	9.93	0.00799013	20.06
6	10.16	0.00817348	18.23
ค่าเฉลี่ย 6 ชั่วโมง			22.67

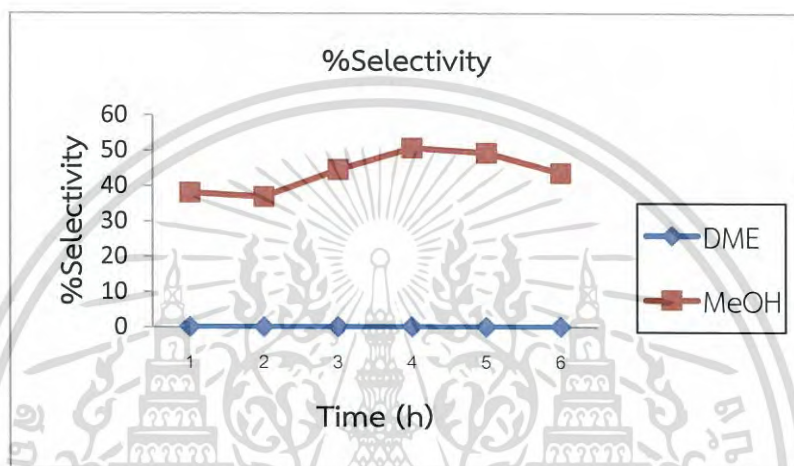


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก จ

กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นเมทานอลที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

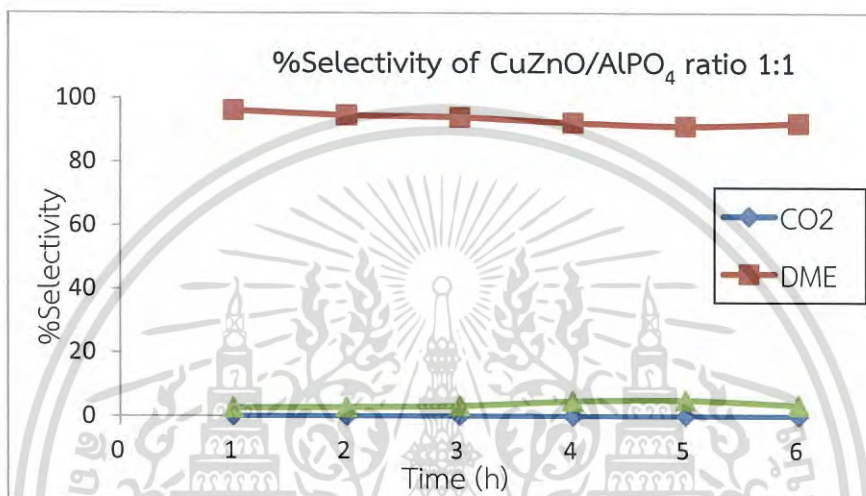
- กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นเมทานอลที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์



กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นเมทานอลที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา
คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์

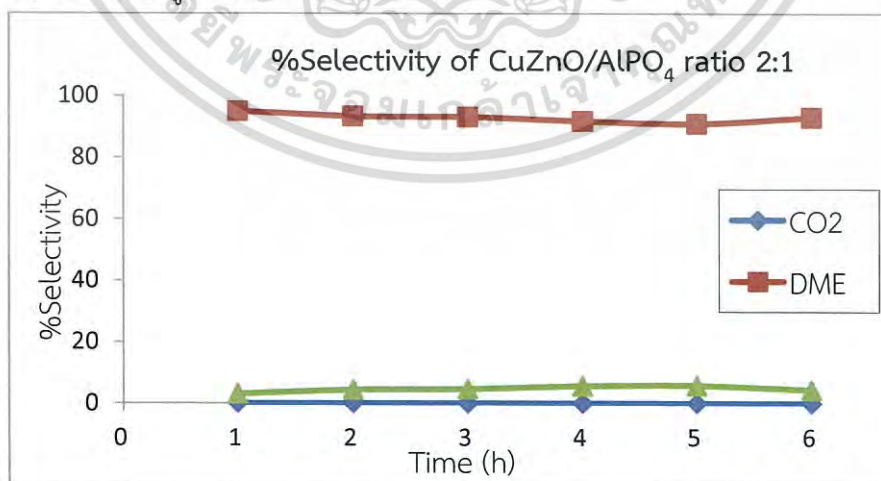
กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์กับอะลูมิเนียมฟอสเฟต

- กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1



กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 1:1

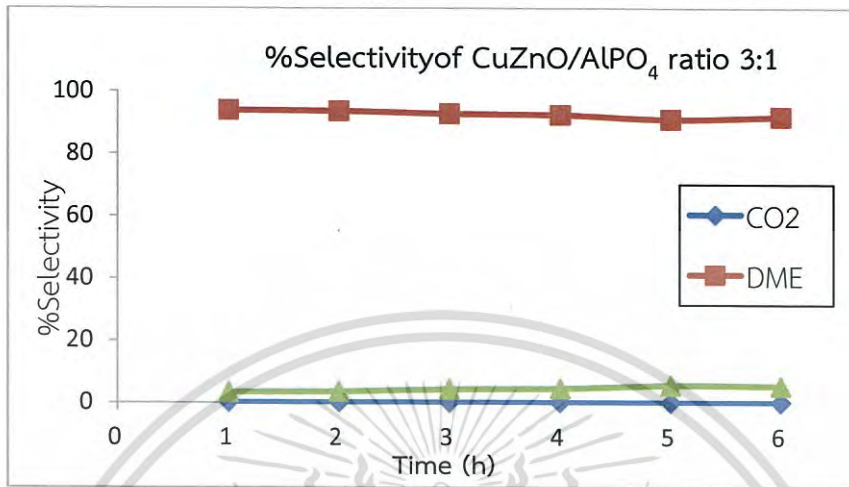
- กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1



กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 3:1



กราฟแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 3:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{MeOH} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{232680}{76113320} \right] \times 1$$

$$= 0.00005013 \text{ mol/min}$$

$$\text{CO}_2 = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{0}{76113320} \right] \times 1$$

$$= 0 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_1 = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{12740}{76113320} \right] \times 1$$

$$= 0.00000274 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_2 = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{11623}{76113320} \right] \times 2$$

$$= 0.00000501 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_3 = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{0}{76113320} \right] \times 3$$

$$= 0 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_{4i} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{7530}{76113320} \right] \times 4$$

$$= 0.00000649 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_{4n} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{0}{76113320} \right] \times 4$$

$$= 0 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_{5i} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{4277}{76113320} \right] \times 5$$

$$= 0.00000461 \text{ mol/min}$$

$$\text{C}_{5n} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{108}{76113320} \right] \times 5$$

$$= 0.00000012 \text{ mol/min}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$C_{6i} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{1222}{0.049049} \right] \times 6$$

$$= 0.00000158 \text{ mol/min}$$

$$C_{6n} = \left[\frac{1 \text{ atm} \times 0.02 \frac{\text{L}}{\text{min}}}{0.08206 \frac{\text{L}\cdot\text{atm}}{\text{K}\cdot\text{mol}} \times 303 \text{ K}} \times \frac{0}{0.049049} \right] \times 6$$

$$= 0.00000765 \text{ mol/min}$$

จากสูตร

$$\% \text{ DME Selectivity} = \frac{2 \times \text{DME moles produced}}{\text{All products (moles)}} \times 100$$

$$= \frac{0.00148977 \text{ mol/min}}{(0.00148977 + 0.00005013 + 0 + 0.00000274 + 0.00000501 + 0 + 0.00000649 + 0 + 0.00000461 + 0.00000012 + 0.00000158 + 0.00000765) \text{ mol/min}} \times 100$$

$$= \frac{0.00148977 \text{ mol/min}}{0.00156809 \text{ mol/min}} \times 100$$

$$= 95.01\%$$

ตารางแสดงค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่ได้จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ต่ออะลูมิเนียมฟอสเฟต 2:1 ทั้ง 6 ชั่วโมง

ชั่วโมง	% DME Selectivity
1	95.01
2	93.40
3	93.09
4	91.80
5	90.97
6	93.05
ค่าเฉลี่ย 6 ชั่วโมง	92.88

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้