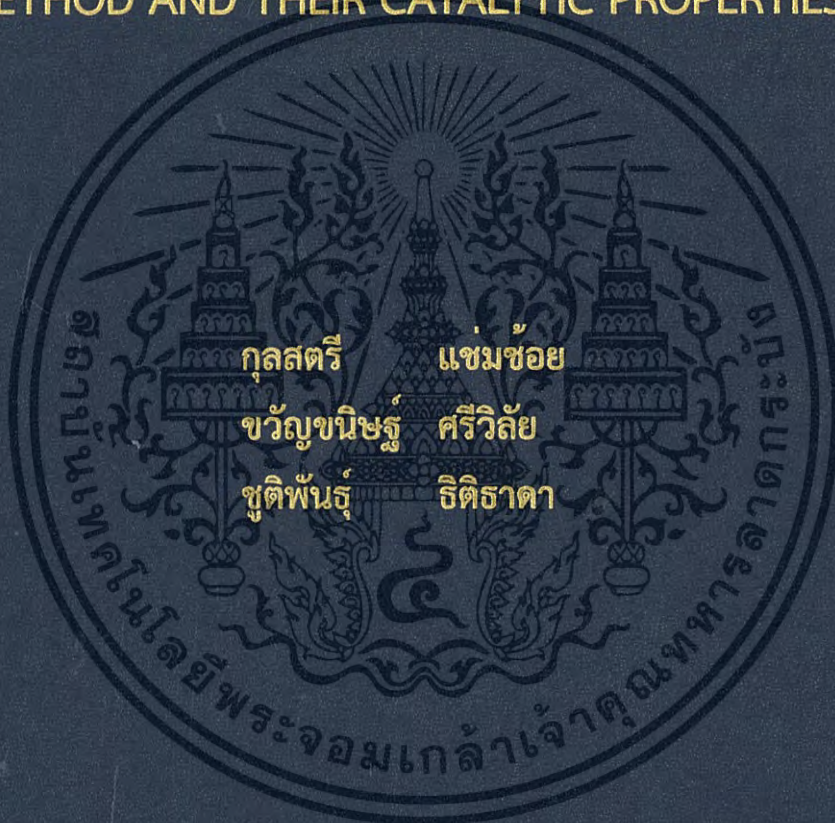


การศึกษาการเตรียมคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์/กราฟีน
ออกไซด์คอมโพสิตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย
และสมบัติการเร่งปฏิกิริยา

STUDIES ON THE PREPARATION OF CZA OXIDE/GO
COMPOSITES BY A SIMPLE CO-PRECIPITATION
METHOD AND THEIR CATALYTIC PROPERTIES



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

การศึกษาการเตรียมคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์/กราฟีน
ออกไซด์คอมโพสิตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่าย
และสมบัติการเร่งปฏิกิริยา

STUDIES ON THE PREPARATION OF CZA OXIDE/GO
COMPOSITES BY A SIMPLE CO-PRECIPIATION
METHOD AND THEIR CATALYTIC PROPERTIES



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDIES ON THE PREPARATION OF CZA OXIDE/GO
COMPOSITES BY A SIMPLE CO-PRECIPIATION
METHOD AND THEIR CATALYTIC PROPERTIES



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PART FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาการเตรียมคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์/กราฟีนออกไซด์
คอมโพสิตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่ายและสมบัติการเร่งปฏิกิริยา

ชื่อนักศึกษา นางสาวกุลสตรี แซ่มซ้อย รหัสนักศึกษา 57050379
นางสาวขวัญชนิษฐ์ ศรีวิสัย รหัสนักศึกษา 57050382
นายชุตินันท์ ธิธาดา รหัสนักศึกษา 57050402

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2560

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
อนุมัติให้ โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต
(เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2560

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการ	
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาการเตรียมคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์/กราฟีนออกไซด์คอมโพสิตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่ายและสมบัติการเร่งปฏิกิริยา		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกุลสตรี	เข้มซ้อย	รหัสนักศึกษา 57050379
	นางสาวขวัญชนิษฐ์	ศรีวิสัย	รหัสนักศึกษา 57050382
	นายชุตติพันธ์	ธิดิธาดา	รหัสนักศึกษา 57050402
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
ปีการศึกษา	2560		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการเตรียม การพิสูจน์เอกลักษณ์ และสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์ผสมกราฟีนออกไซด์ (CZA/GO) คอมโพสิต โดยตัวเร่งปฏิกิริยาจะสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่ายโดยใช้ โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เป็นตัวช่วยตกตะกอนและใช้เกลือไนเตรดของโลหะคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียม ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ซึ่งจะกำหนดอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมต่อกราฟีนออกไซด์ เท่ากับ 10:1 20:1 และ 30:1 เพื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต หลังจากตกตะกอนแล้วนำไปล้างตะกอนและอบให้แห้งก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ขึ้นไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (EDS) และเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (TGA) ผลของ XRD และ FT-IR สามารถยืนยันลักษณะโครงสร้างผลึกและหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ของวัสดุผสม CZA/GO โดยพบว่าลักษณะจะตรงกับโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) และ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) แต่ไม่พบพีคเอกลักษณ์ของ GO ผลจากเทคนิค SEM แสดงให้เห็นลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค CZA/GO คอมโพสิตไม่แตกต่างจาก CZA (ไม่เติม GO) จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) (ยังไม่เผา) CZA และทุกอัตราส่วนของ CZA/GO คอมโพสิต โดยจะเก็บตัวอย่างของความสามารถในการเปลี่ยนแก๊สสังเคราะห์ คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ผสม ไฮโดรเจน (H_2) ไปเป็นผลิตภัณฑ์ไดเมทิลอีเทอร์ (DME) และไฮโดรคาร์บอนชนิดต่าง ๆ เช่น มีเทน (C1) อีเทน (C2) โพรเพน (C3) บิวเทน (C4) และ เพนเทน (C5) เป็นต้น โดยผลปรากฏว่า CZA ที่เติม GO จะ

แสดงความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าCZAที่ไม่ได้ผสมGO ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากการเติม GO ลงไปในวัสดุผสม CZA/GO ทำให้เพิ่มพื้นที่ในการทำปฏิกิริยาบนพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาและเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

คำสำคัญ: การตกตะกอนร่วม กราฟีนออกไซด์ แก๊สสังเคราะห์ คอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์ วัสดุผสม ร้อยละการเปลี่ยนแปลง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Studies on the preparation of CZA oxide/GO composites by a simple co-precipitation method and their catalytic properties
Students	Kullasatee Chamchoi Student ID 57050379 Khwankhanit Sriwilai Student ID 57050382 Chutipan Tititada Student ID 57050402
Degree	Bachelor of Science (Industrail Chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2017
Advisor	Dr.Chaval Sriwong

Abstract

This special project studied the preparation, characterization and catalytic properties of Copper-Zinc-Aluminium oxide/graphene oxide (CZA/GO) composites. These catalyst samples were synthesized through a simple co-precipitation method using sodium carbonate (Na_2CO_3) as a precipitating agent based on the use of $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ as precursors with different weight ratios of Copper-Zinc-Aluminium/GO, such as 10:1, 20:1 and 30:1, respectively. Then, the precipitated products were filtered, washed, dried and calcined at 350°C for 3 hr. After that the synthesized CZA/GO samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), Fourier-transformed infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscope (SEM), energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and thermogravimetric analysis (TGA) techniques. XRD and FT-IR results confirmed that the major crystalline phases and the characteristic functional groups of CZA /GO composites were corresponding to pristine CuO, ZnO and Al_2O_3 , whereas the GO characteristic peak was not observed. From the SEM results, the morphologies of CZA/GO particles were not different form the pure CZA (without GO loading). Moreover, the catalytic properties of layer double hydroxy (LDH) (without calcined), CZA and all the CZA/GO composite catalysts were also

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

investigated by conversion of synthesis gases, carbon monoxide (CO) and hydrogen gases to dimethyl ether and hydrocarbon gases like methane (C1), ethane (C2), propane (C3), butane (C4) and pentane (C5), respectively. The results showed that CZA catalyst loaded with GO exhibited more catalytic performance for conversion percentage of synthesis gases to commercially available products. The improved catalytic property can be attributed to the presence of GO into the CZA/GO composite led to the increase of active site on the catalyst surface, enhancing a high catalytic performance of these composite catalysts.

Keywords: Conversion percentage, Copper-Zinc-Aluminium (CZA) oxide, Graphene oxide (GO), Composite material, Co-precipitation method, Synthesis gases



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี เนื่องมาจากได้รับความกรุณาอนุเคราะห์ ความช่วยเหลือ ความร่วมมือของทุก ๆ ท่านที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยที่ให้คำปรึกษา ดูแลอย่างใกล้ชิด เสียสละเวลาเพื่อแนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัย และขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบงานวิจัย ผศ.ดร. มนตรี ทองคำ และ ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช ที่ให้คำแนะนำ ตรวจสอบแก้ไขข้อผิดพลาด ทำให้งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ ตลอดทั้งเจ้าหน้าที่ภาคเคมีทุก ๆ ท่านที่ได้ช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในการใช้สถานที่รวมถึงวัสดุอุปกรณ์ในการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ ภาควิชาเคมี รวมถึงผู้เกี่ยวข้องในการดำเนินงานวิจัยทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณบิดา มารดา ที่เลี้ยงดู อบรมสั่งสอน และเป็นกำลังใจสนับสนุนอยู่เคียงข้างเสมอ และได้มอบโอกาสทางการศึกษาให้แก่ข้าพเจ้าจนสำเร็จการศึกษา

กุลสตรี

เข้มซ้อย

ขวัญนิษฐ์

ศรีวิไล

ชูติพันธ์ุ

ธิติธาดา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ณ
สารบัญรูปภาพ.....	ญ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ท
บทที่1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ไดมethylอีเทอร์.....	4
2.2 เมทานอล.....	5
2.2.1 กระบวนการผลิตเมทานอล.....	6
2.3 แก๊สสังเคราะห์ (Synthetic Gas).....	6
2.3.1 กระบวนการผลิตแก๊สสังเคราะห์.....	6
2.4 กระบวนการผลิตไดมethylอีเทอร์.....	7
2.4.1 ปฏิกริยาการเกิดไดมethylอีเทอร์.....	7
2.4.1.1 กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางอ้อม.....	7
2.4.1.2 กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางตรง.....	8
2.4.2 การสังเคราะห์ไดมethylอีเทอร์จากเมทานอล.....	8
2.4.3 การสังเคราะห์ไดมethylอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์.....	9
2.4.4 การใช้งานไดมethylอีเทอร์.....	11
2.4.4.1 ใช้เป็นเชื้อเพลิงเพื่อให้ความร้อน.....	11
2.4.4.2 ใช้เป็นเชื้อเพลิงในภาคการขนส่ง.....	11
2.5 กราฟีน.....	12
2.5.1 การผลิตกราฟีน.....	12
2.5.1.1 การผลิตกราฟีนและอนุพันธ์ต่าง ๆ ของกราฟีน โดยกระบวนการทางเคมี.....	13
2.5.2 การใช้งานกราฟีน.....	14
2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ CZA.....	14
2.6.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	15
2.7 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์.....	16
2.7.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ X-ray Diffractometer (XRD).....	16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นว่าไม่เหมาะสมจะแจ้งคืนทันที

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.7.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning electron microscope (SEM).....	17
2.7.3 วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS).....	18
2.7.4 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR).....	19
2.7.5 เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี Gas Chromatography (GC).....	20
2.7.6 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน Thermo Gravimetric Analysis (TGA).....	21
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	22
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	40
3.1 สารเคมีและแก๊ส.....	40
3.2 อุปกรณ์การทดลอง.....	41
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สาร.....	42
3.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	43
3.4.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์.....	43
3.4.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Cu/Zn/Al (CZA).....	43
3.4.3 การการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Cu/Zn/Al (CZA) ผสมกับกราฟีนออกไซด์ (GO)โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation).....	44
3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	44
3.6 การวิเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์.....	45
บทที่ 4 ผลวิจัยและการอภิปรายผล.....	46
4.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	46
4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction ; XRD).....	46
4.1.2 พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared Spectroscopy; FT-IR).....	49
4.1.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาค (SEM).....	50
4.1.4 การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวและองค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาค (EDS).....	53
4.1.5 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermal gravimetric Analysis, TGA).....	57
4.2 การศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไคเมทิลเอทีเทอร์.....	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 ผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	61
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	61
5.1.1 สรุปผลจากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	61
5.1.2 สรุปผลการใช้งานตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ (DME).....	61
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	62
เอกสารอ้างอิง.....	63
ภาคผนวก.....	68
ภาคผนวก ก.....	69
ภาคผนวก ข.....	73
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ.....	79



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงการเปรียบเทียบคุณสมบัติทางกายภาพของ DME และเชื้อเพลิงชนิดอื่น.....	4
2.2 สมบัติทางกายภาพของเมทานอล.....	5
2.3 แสดงอัตราส่วน LDH/GO พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ BET และค่าการดูดซับ CO ₂	25
2.4 แสดงประสิทธิภาพของอนุภาคทองขนาดนาโนบนตัวเร่งต่าง ๆ.....	27
2.5 แสดงอัตราส่วน CZA-nitrate และ CZA-organo ต่อพื้นที่ผิว ความสามารถในการดูดซับ N ₂ O และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ CuO.....	29
2.6 แสดงพื้นที่ผิวปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของตัวเร่งคอปเปอร์ซึ่งบนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์.....	33
2.7 แสดงประสิทธิภาพการเกิดเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ 250 °C และ 15 bar (average over 5 hr).....	34
2.8 แสดงผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเกิดเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยตัวเร่งจากงานวิจัยอื่น ๆ.....	34
2.9 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่าง ๆ.....	35
2.10 เปรียบเทียบร้อยละการหายไปของน้ำหนัก.....	38
3.1 แสดงอัตราส่วนและปริมาณของ CZA ต่อปริมาณ GO.....	44
4.1 องค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH.....	54
4.2 องค์ประกอบธาตุของ GO.....	55
4.3 องค์ประกอบธาตุของ 20CZA : 1GO	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการ ดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration).....	8
2.2 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration).....	8
2.3 แสดงการเกิดปฏิกิริยาอย่างง่ายของการเปลี่ยนเมทานอล.....	9
2.4 แสดงการเปลี่ยนแปลงที่สมดุลของแก๊สสังเคราะห์ ที่ 280 °C 50 atm.....	10
2.5 กระบวนการสังเคราะห์กราไฟนออกไซด์.....	13
2.6 ภาพโครงสร้างทางเคมีของกราฟไฟต์และกราฟไฟนออกไซด์ก่อนและ หลังปฏิกิริยารีดักชัน ซึ่งแสดงจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนที่ลดลง.....	13
2.7 ร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์.....	15
2.8 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	16
2.9 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	17
2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	18
2.11 พูเรีย์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.....	20
2.12 เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	20
2.13 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน.....	21
2.14 อิทธิพลของสภาวะการตกตะกอนร่วมที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....	22
2.15 ร้อยละการเกิดเมทานอลที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ.....	22
2.16 พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ.....	23
2.17 พื้นที่ผิวของโลหะคอปเปอร์ในสภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ.....	23
2.18 ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ.....	24
2.19 ภาพถ่ายจาก TEM ของตัวเร่งในระหว่างกระบวนการเตรียม (a) ตัวเร่งที่ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง หลังการตกตะกอนร่วม	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่

หน้า

(b) ตัวเร่งที่ผ่านการเผาที่ 300 องศาเซลเซียส	
(c) ภาพขยายจากภาพ	
(b) (d) ตัวเร่งหลังผ่านปฏิกิริยารีดักชันภายใต้บรรยากาศ H ₂	24
2.20 กราฟ XRD (a) LDH (b) 20LDH : 1GO (5 wt % GO) (c) 10LDH : 1GO (9 wt % GO) (d) 1LDH : 1GO (50 wt % GO) (e) 0.1LDH : 1GO (91 wt % GO) (f) GO และ (g) GO ที่ไม่ผ่านการเผา.....	25
2.21 พื้นผิวของวัสดุผสมก่อน-หลังเผา ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส.....	26
2.22 ภาพ TEM ของ 1LDH :1GO ที่กำลังขยายต่าง ๆ.....	26
2.23 ภาพจำลองแสดงการกระจายตัวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ บนกราฟีนที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....	26
2.24 แผนภาพการเตรียมอนุภาคทองขนาดนาโนบนวัสดุผสม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีน.....	27
2.25 ภาพ TEM ของ (a) Au : GO (b) Au : NiAl-LDH และ (c) Au : NiAl-LDH/rGO.....	28
2.26 ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่อัตราส่วน 6Cu:2Zn:1Al เป็น (a) (c) 6Cu:3Zn:1Al-nitrate และ (b) (d) 6Cu:3Zn:1Al-organo.....	28
2.27 แสดงการกระจายตัวของ 6Cu:3Zn:1Al-nitrate และ 6Cu:3Zn:1Al-organo.....	29
2.28 การเลือกเกิดผลิตภัณฑ์ของตัวเร่ง CZA, 6Cu:3Zn:1Al-organo และ 6Cu:3Zn:1Al-nitrate. GHSV=900Nmlh ⁻¹ gcat ⁻¹ 40 bar 260 °C	30
2.29 ภาพ SEM ของ (a) rGO (b) calcined rGO (c) 5%CuZn:rGO (d) 10%CuZn/rGO (e) 20%CuZn/rGO และ (f) 30%CuZn/rGO.....	31
2.30 ภาพ TEM ของ (a) rGO (b) calcined rGO (c) 5%CuZn:rGO (d) 10%CuZn/rGO (e) 20%CuZn/rGO และ (f) 30%CuZn/rGO.....	31
2.31 กราฟ XRD ของ (a) GO (b) rGO (c) calcined rGO (d) 5%CuZn/rGO (e) 10% CuZn:rGO (f) 20%CuZn/rGO และ (g) 30%CuZn/rGO.....	32
2.32 กราฟ FTIR ของ (a) GO (b) rGO (c) calcined rGO (d) 5% CuZn/rGO (e) 10%	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
CuZn/rGO (f) 20%CuZn/rGO และ (g) 30%CuZn/rGO.....	32
2.33 กราฟ TGA ของ (a) rGO และ (b) 30%CuZn/rGO.....	33
2.34 กราฟ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่าง ๆ [*] CuO ; [*] ZnO.....	35
2.35 ภาพ TEM ของ CuO-ZnO / Al ₂ O ₃ ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่างๆ (a) CZA (b) 5G:CZA (c) 10G:CZA (d) ภาพ HRTEM ของ 10G:CZA และ (e)15G:CZA.....	36
2.36 ภาพจำลองโครงสร้างของชั้นไฮดรอกไซด์ Mg-Al-CO ₃	36
2.37 กราฟ FTIR.....	37
2.38 กราฟ XRD.....	37
2.39 กราฟ TGA ของ (a) ชั้นไฮดรอกไซด์ก่อนเผา และ (b) ชั้นโลหะออกไซด์ ที่ผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียสแล้วตั้งทิ้งไว้ 48 ชั่วโมง.....	37
2.40 แสดงผลการทดสอบที่ความดันต่าง ๆ (a) การแปลงของคาร์บอนมอนอกไซด์ (b) ร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์ และ (c) ความจำเพาะในการเกิดผลิตภัณฑ์ ที่ 275 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโมลาร์ H ₂ /CO เท่ากับ 3.....	38
2.41 แสดงผลการทดสอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ (a) การแปลงของคาร์บอนมอนอกไซด์ (b) ร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์ และ (c) ความจำเพาะในการเกิดผลิตภัณฑ์ ที่ ความดัน 30 บาร์ อัตราส่วน โมลาร์ H ₂ /CO เท่ากับ 3.....	39
3.1 แสดงการจัดวางลักษณะการจัดวางอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ CZA.....	43
4.1 กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO JCPDS on.00-048-1548) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO JCPDS on.01-078-3325) และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al ₂ O ₃ JCPDS on.01- 074-7229).....	46
4.2 กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของ (a) กราฟีนออกไซด์ (b) รีดิวส์กราฟีนออกไซด์ (GO rGO JCPDS no.41-1145).....	47
4.3 กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Cu : Al-LDH).....	47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.4 กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของซิงค์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Zn : Al-LDH).....	47
4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (a) LDH (b) GO (c) 10CZA : 1GO (d) 20CZA : 1GO (e) 30CZA : 1GO และ(f) CZA.....	48
4.6 อินฟราเรดเสปกตราของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) GO (b) LDH (c) CZA (d) 10CZA : 1GO (e) 20CZA : 1GO และ(f) 30CZA : 1GO.....	49
4.7 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 1000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ (d) 30CZA : 1GO.....	50
4.8 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 5000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ(d) 30CZA : 1GO.....	51
4.9 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 10000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ(d) 30CZA : 1GO.....	52
4.10 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH.....	53
4.11 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ สารตัวอย่างของ GO.....	55
4.12 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยา 20CZA : 1GO.....	56
4.13 กราฟ TGA ของ GO LDH CZA 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO.....	58
4.14 กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH CZA 20CZA : 1GO และ30CZA : 1GO.....	59
4.15 กราฟแสดงค่าร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH CZA 20CZA : 1GO และ30CZA : 1GO.....	60

คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
Cu:Zn:Al (CZA)	คอปเปอร์ ซิงค์ อลูมิเนียม
DME	ไดเมทิลอีเทอร์
GO	กราฟีนออกไซด์
LDH	เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

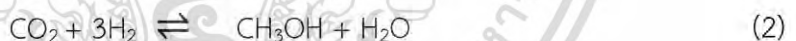
บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันเครื่องยนต์ดีเซลนิยมใช้ในภาคอุตสาหกรรมและคมนาคมอย่างแพร่หลาย ทำให้น้ำมันดีเซลนั้นถูกใช้เป็นจำนวนมาก ซึ่งการเผาไหม้และการผลิตน้ำมันดีเซลก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศเป็นจำนวนมาก นักวิทยาศาสตร์และนักวิจัยต่างมองหาเชื้อเพลิง หรือพลังงานทดแทนที่จะมาใช้แทนน้ำมันดีเซล ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl ether ; DME) จึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับเครื่องยนต์ดีเซล เนื่องจากการเผาไหม้ไดเมทิลอีเทอร์ก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศน้อยกว่าการเผาไหม้น้ำมันดีเซล ไดเมทิลอีเทอร์ไม่เพียงใช้ได้กับเครื่องยนต์ดีเซลเท่านั้น เนื่องจากมีสมบัติคล้ายโพรเพนและบิวเทน จึงสามารถนำมาปรับใช้กับแก๊สปิโตรเลียมเหลว (Liquefied Petroleum Gas ; LPG) ได้ อีกทั้งกระบวนการสังเคราะห์ยังไม่ก่อให้เกิดแก๊สที่เป็นอันตรายจำพวก NO_x SO_x CO และ CO_2 ทำให้ไดเมทิลอีเทอร์ เป็นพลังงานทดแทนที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอย่างมาก [1,2,3]

ไดเมทิลอีเทอร์สามารถสังเคราะห์ได้จากแก๊สสังเคราะห์มี 2 กระบวนการคือ กระบวนการสังเคราะห์ทางตรงและทางอ้อม กระบวนการสังเคราะห์ทางตรงได้จากการสังเคราะห์เมทานอล เป็นกระบวนการสังเคราะห์เพียงครั้งเดียว และกระบวนการสังเคราะห์ทางอ้อม เป็นกระบวนการดัดน้ำออกจากเมทานอลซึ่งเรียกว่า Methanol Dehydration ซึ่งเป็นกระบวนการเป็นกระบวนการสังเคราะห์ 2 ขั้นตอน ปฏิริยาหลักในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ทางตรง แสดงดังสมการต่อไปนี้



สมการที่ (1) และ (2) เป็นการสังเคราะห์จากแก๊สสังเคราะห์ (Syngas) โดยการผสมแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และ แก๊สไฮโดรเจน (H_2) สมการที่ 3 เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เมทานอล คือไดเมทิลอีเทอร์และน้ำ สมการที่ 4 เรียกว่า ปฏิริยา Water-Gas Shift น้ำสามารถเปลี่ยนกลับไปเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และแก๊สไฮโดรเจนได้ [1] ไดเมทิลอีเทอร์สามารถผลิตได้จากกระบวนการทางอ้อม หรือที่เรียกว่า กระบวนการดัดน้ำออกจากเมทานอลโดยใช้ตัวเร่งของแข็งที่เป็นกรด แสดงดังสมการต่อไปนี้



ปฏิริยานี้เป็นขั้นเริ่มต้นของกระบวนการเปลี่ยนเมทานอลเป็นโอเลฟิน และเปลี่ยนเมทานอลเป็นแก๊สโซลีน ตัวเร่งกรดมีอิทธิพลต่อผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งที่เป็นกรดแรงจะทำให้ได้ไดเมทิลอีเทอร์ [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปเผยแพร่ภายนอกโดยไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟีน (Graphene) จัดเป็นวัสดุคาร์บอนรูปแบบใหม่ ซึ่งกราฟีนมีอัญรูปแตกต่างในสมบัติทางกายภาพและทางเคมี รูปแบบการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมแบบหกเหลี่ยมมีความคล้ายกับวงแหวนเบนซีนต่อเนื่องกันไป กราฟีนมีความหนาเพียงอะตอมเดียวเท่านั้นและเป็นวัสดุคาร์บอนแบบ 2 มิติ เราสามารถแบ่งการสังเคราะห์กราฟีนออกเป็น 2 วิธีการใหญ่ๆ คือสังเคราะห์จากใหญ่ไปเล็ก (top-down) และเล็กไปใหญ่ (bottom-up) ซึ่งวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีเป็นที่นิยมมาก เนื่องจากมีกระบวนการที่ง่ายและไม่ซับซ้อน กราไฟต์จะถูกออกซิไดส์ด้วยกรดแก่และออกซิแดนซ์เพื่อให้ได้กราฟีนออกไซด์ จากนั้นจึงทำการอัลตราโซนิก เพื่อให้กราฟีนออกไซด์แต่ละชั้นหลุดออกมาเป็นแผ่นกราฟีนออกไซด์ซึ่งง่ายต่อการนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นวัสดุคอมโพสิตต่าง ๆ [5]

โดยงานวิจัยนี้จะสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดการสังเคราะห์โดเมทิลอีเทอร์ โดยการสังเคราะห์เมทานอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะในรูปออกไซด์โดยใช้คอปเปอร์ ซิงค์ อะลูมิเนียม (Cu : Zn : Al ; CZA) ในอัตราส่วนโดยโมล 6:3:1 และดีไฮเดรชันเมทานอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรด (Acid Catalyst) โดยกราฟีนออกไซด์ (Graphene Oxide ;GO) เป็นอัญรูปหนึ่งของคาร์บอนมีลักษณะคล้ายแผ่นกราฟีนแต่มีหมู่ที่ชอบน้ำหรือมีขี้ ทำให้ละลายได้ด้วยตัวทำละลายที่มีขี้ โดยทั่วไปกราฟีนออกไซด์จัดว่าเป็นอีกหนึ่งอนุพันธ์ของแผ่นกราฟีน ซึ่งกราฟีนออกไซด์เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสูง ความแข็งแรงสูง และความเป็นกรดอยู่ในโครงสร้าง จึงสามารถเข้ากับตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ที่เป็นการตกตะกอนร่วมได้เป็นอย่างดี จึงเหมาะที่จะนำมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเปลี่ยนแก๊สธรรมชาติให้กลายเป็นโดเมทิลอีเทอร์ การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเปลี่ยนแก๊สธรรมชาติให้กลายเป็นโดเมทิลอีเทอร์จะใช้กระบวนการสังเคราะห์ทางตรง โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation) ระหว่างการเตรียม CZA : GO โดยใช้อัตราส่วน 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ30CZA : GO เพื่อศึกษาผลของปริมาณ CZA : GO ที่แตกต่างกันต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาได้แก่ CZA และCZA : GOสำหรับใช้ในกระบวนการผลิตโดเมทิลอีเทอร์
- 2) เพื่อศึกษาผลของปริมาณ CZA : GO ที่แตกต่างกันต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในกระบวนการผลิตโดเมทิลอีเทอร์
- 3) เพื่อศึกษาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในกระบวนการผลิตโดเมทิลอีเทอร์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ ซิงค์ อลูมิเนียม (Cu : Zn : Al ; CZA) ในอัตราส่วน 6:3:1โดยโมลด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยใช้ Na_2CO_3 เป็นตัวช่วยในการตกตะกอน
- 2) สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์ ซิงค์ อลูมิเนียม ผสมกับกราฟีนออกไซด์ (CZA : GO) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนัก 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : GO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) ตรวจสอบคุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สังเคราะห์ดังนี้

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ; SEM)
- วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ; EDS)
- เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analysis ; TGA)
- เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer ; XRD)
- เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (Fourier Transform Infrared Spectroscopy ; FT-IR)
- เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ; GC)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถเข้าใจถึงขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในกระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์
- 2) สามารถเข้าใจถึงกระบวนการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ ในกระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์
- 3) สามารถเข้าใจสมบัติพื้นฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับผลิตไดเมทิลอีเทอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไดเมทิลอีเทอร์

ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl Ether; DME) หรือที่เรียกขื่อย่อว่า ดีเอ็มอี มีสูตรทางเคมี คือ C_2H_6O เป็นสารออกซิเจนเนตประเภทอีเทอร์ ซึ่งมีสถานะเป็นแก๊สที่ไม่มีสีที่อุณหภูมิและความดันบรรยากาศ ทั้งนี้ คุณสมบัติของดีเอ็มอีจะคล้ายคลึงกับแก๊สปิโตรเลียมเหลว (LPG) กล่าวคือ มีจุดเดือด ณ ความดันบรรยากาศ ที่ $-25^{\circ}C$ จึงสามารถทำให้อยู่ในรูปของเหลวได้ง่าย [6]

2.1.1. สมบัติทางเคมีและกายภาพของไดเมทิลอีเทอร์

สมบัติทางกายภาพของไดเมทิลอีเทอร์ มีความใกล้เคียงกับเชื้อเพลิงปิโตรเลียมเหลว เช่น โพรเพน (Propane) และบิวเทน (Butane) มีค่าซีเทนอยู่ในช่วง 55-60 ซึ่งมีค่ามากกว่าน้ำมันดีเซล เล็กน้อย การเผาไหม้ของไดเมทิลอีเทอร์จึงดีกว่าน้ำมันดีเซล ไดเมทิลอีเทอร์จะอยู่ในสถานะแก๊สที่อุณหภูมิห้อง ในการนำไดเมทิลอีเทอร์ไปใช้งานสามารถทำให้เป็นของเหลวที่อุณหภูมิ $-25^{\circ}C$ ที่ความดันบรรยากาศ หรือเมื่อถูกอัดที่ความดันประมาณ 6 เท่าของความดันบรรยากาศ (6 bar) ที่อุณหภูมิห้อง [7]

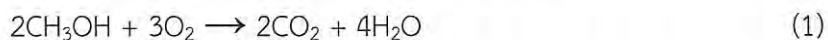
ตารางที่ 2.1 แสดงการเปรียบเทียบคุณสมบัติทางกายภาพของ DME และเชื้อเพลิงชนิดอื่น [7]

คุณสมบัติ	ดีเอ็มอี	โพรเพน	เมทานอล	น้ำมันดีเซล
สูตรโครงสร้างทางเคมี	CH_3OCH_3	C_3H_8	CH_3OH	-
จุดเดือด (K)	247.9	231	337.6	180-370
ค่าซีเทน	55-60	5	5	40-55
ความถ่วงจำเพาะ (เปรียบเทียบกับอากาศ)	1.59	1.52	-	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 เมทานอล

เมทานอล (Methanol) หรือ เมทิลแอลกอฮอล์ (Methyl alcohol) มีสูตรโครงสร้างแบบย่อ CH_3OH เป็นของเหลวใส ระเหยง่าย เป็นพิษ นิยมใช้เป็นตัวทำละลาย และใช้เป็นเชื้อเพลิง ในธรรมชาติ เมทานอลเป็นผลิตภัณฑ์จากการสลายสารอาหารแบบไม่ใช้ออกซิเจนของแบคทีเรียหลายชนิด ซึ่งเมทานอลจะระเหยออกสู่อากาศภายนอก แล้วสลายตัวได้คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ หากเราเผาเมทานอลกับอากาศ จะได้คาร์บอนไดออกไซด์กับน้ำ ดังสมการด้านล่างนี้



ซึ่งเปลวไฟที่ได้จากการเผาเกือบจะมองไม่เห็นเลย ดังนั้นจึงควรระมัดระวังหากมีการใช้เมทานอลเป็นเชื้อเพลิง [8]

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของเมทานอล [8]

คุณสมบัติ	
สูตรเคมี	CH_3OH
มวลต่อหนึ่งโมล	32.05 g/mol
ความหนาแน่น	0.7918 g/cm ³ (ของเหลว)
จุดหลอมเหลว	-97 °C , -142.9 °F (176 K)
จุดเดือด	64.7 °C , 148.4 °F (337.8K)
ความสามารถละลายได้ในน้ำ	ผสมเข้ากันได้
ความหนืด	0.59 mPa.s ที่ 20 °C
Dipole moment	1.69 D (แก๊ส)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.1 กระบวนการผลิตเมทานอล

ในอดีตเมทานอลเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดจากการกลั่นไม้ (Wood Spirit) ซึ่งมีปริมาณน้อยมาก ไม่สามารถผลิตในเชิงอุตสาหกรรมได้ หลังจากนั้น การผลิตเมทานอลในอุตสาหกรรมเริ่มต้นในประเทศเยอรมันโดยบริษัทบัพ (BASF) ซึ่งใช้แก๊สสังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 320 – 380 °C ความดัน 350 บาร์ ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโครเมียมออกไซด์ซิงค์ออกไซด์ซึ่งรู้จักกันในชื่อ กระบวนการความดันสูง เทคโนโลยีการผลิตเมทานอลปัจจุบัน ก๊าซธรรมชาติจะถูกทำปฏิกิริยาโดยใช้ไอน้ำ (Steam Reforming) เพื่อเปลี่ยนเป็นแก๊สสังเคราะห์ก่อนทำปฏิกิริยาต่อไปเป็นเมทานอลตามลำดับ แก๊สชีวภาพนั้นมียังประกอบด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) และน้ำ (H₂O) ตามลำดับ พบว่าแก๊สมีเทนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในสัดส่วนโมลที่เท่ากัน และน้ำเพียงเล็กน้อยสามารถเกิดปฏิกิริยารีฟอร์มมิ่งที่อุณหภูมิ 700 ถึง 800 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศ โดยมีสารเร่งปฏิกิริยาจำพวกโลหะนิกเกิลอะลูมินา (Ni/Al₂O₃) จะเปลี่ยนรูปเป็นแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และแก๊สไฮโดรเจน (H₂) เมื่อลดอุณหภูมิลงจนถึงช่วง 200 ถึง 230 °C โดยเพิ่มความดัน 40 บรรยากาศ บนสารเร่งปฏิกิริยาชนิดทองแดงสังกะสีออกไซด์บนอะลูมินา (Cu/ZnO/ Al₂O₃) จะก่อให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นเมทานอล (CH₃OH) [9]

2.3 แก๊สสังเคราะห์ (Synthetic Gas)

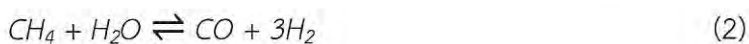
แก๊สสังเคราะห์ เป็นเชื้อเพลิงในสถานะแก๊สที่สามารถใช้เป็นเชื้อเพลิงได้โดยตรง เชื้อเพลิงในรูปของแก๊สนับเป็นเชื้อเพลิงที่สะอาดในการนำไปใช้งาน สามารถเผาไหม้ได้อย่างสมบูรณ์ ปัจจุบันเชื้อเพลิงในสภาพแก๊สที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลายคือ มีเทน (Methane) หรือแก๊สธรรมชาติ (Natural Gas) และ LPG Liquid Petroleum Gas) ซึ่งเป็นผลผลิตจากอุตสาหกรรมแยกแก๊ส และโรงกลั่นน้ำมัน ตามลำดับ มีเทนยังสามารถผลิตขึ้นโดยกระบวนการทางชีวภาพ (Biological Processes) ต่าง ๆ โดยอาศัยการทำงานของแบคทีเรียและเอนไซม์ ส่วนการผลิตมีเทนจากกระบวนการเคมีความร้อนสามารถทำได้แต่ไม่นิยมเนื่องจากมีค่าใช้จ่ายสูง แก๊สสังเคราะห์ที่ได้จากกระบวนการเคมีร้อนส่วนใหญ่เป็นแก๊สที่มีโมเลกุลขนาดเล็กได้แก่ แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และไฮโดรเจน เป็นต้น [10]

2.3.1 กระบวนการผลิตแก๊สสังเคราะห์

กระบวนการเคมีความร้อนที่ใช้ในการผลิตแก๊สสังเคราะห์สามารถแบ่งได้เป็น 2 กระบวนการหลัก แตกต่างกันในสารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการ ได้แก่ กระบวนการรีฟอร์มมิ่ง (Reforming Processes) และกระบวนการแกซิฟิเคชัน (Gasification Processes)

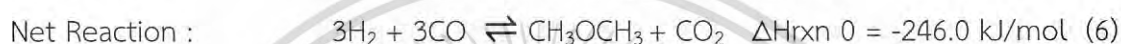
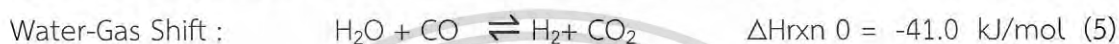
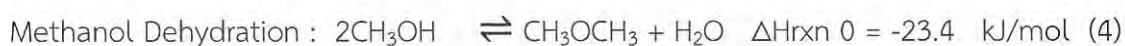
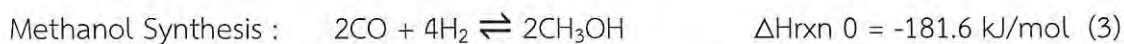
กระบวนการรีฟอร์มมิ่ง เป็นกระบวนการในการแปรรูปเชื้อเพลิงในสถานะของเหลวหรือแก๊สเป็นแก๊สสังเคราะห์ โดยอาศัยสารอื่นร่วมทำปฏิกิริยาด้วย เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ หรือไอน้ำ กระบวนการที่รู้จักกันอย่างแพร่หลายและใช้การอุตสาหกรรมการได้แก่ กระบวนการรีฟอร์มมิ่งมีเทนด้วยไอน้ำ (Steam Methane Reforming; SMR) กระบวนการนี้เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างมีเทน

(CH₄) และไอน้ำ (H₂O) ซึ่งได้แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และไฮโดรเจนเป็นผลิตภัณฑ์ ดังสมการด้านล่าง [10]



2.4 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์

2.4.1 ปฏิกิริยาการเกิดไดเมทิลอีเทอร์เป็นดังสมการต่อไปนี้

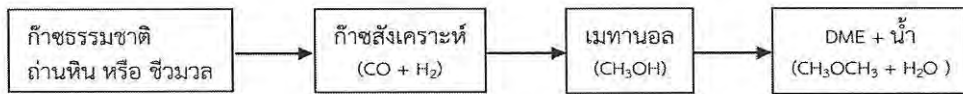


จากสมการการเกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ข้างต้น สารตั้งต้นที่ใช้คือแก๊สสังเคราะห์ โดยมีองค์ประกอบคือ คาร์บอนออกไซด์และไฮโดรเจน แก๊สเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอล (Methanol Synthesis) ผ่านกระบวนการคาร์บอนมอนอกไซด์ไฮโดรจีเนชัน (CO Hydrogenation) ซึ่งในกระบวนการนี้นิยมใช้จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะหรือโลหะออกไซด์ เพื่อผลิตแอลกอฮอล์ได้ในปริมาณมาก [4] หลังจากนั้นเมทานอลถูกขจัดน้ำออกเพื่อเปลี่ยนไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์และน้ำโดยอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยากรด เมื่อน้ำมีปริมาณมากขึ้นจะสามารถเกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นปฏิกิริยา Water Gas Shift เกิดเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และไฮโดรเจน เมื่อคาร์บอนไดออกไซด์ในระบบมีปริมาณมากขึ้น ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยากับไฮโดรเจนได้ เกิดเป็นเมทานอล ผ่านกระบวนการคาร์บอนไดออกไซด์ไฮโดรจีเนชัน (CO₂ Hydrogenation) ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ

โดยทั่วไปวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ ได้แก่ แก๊สธรรมชาติ ถ่านหินหรือชีวมวล โดยกระบวนการผลิตสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี คือ การผลิตแบบทางอ้อม และการผลิตแบบทางตรง [11]

2.4.1.1 กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางอ้อม

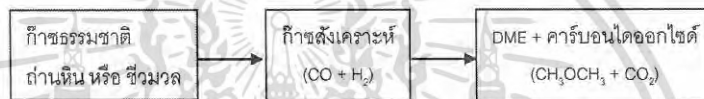
การผลิตแบบทางอ้อมโดยผ่านกระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล การผลิตวิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้กันโดยทั่วไป โดยแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจน (แก๊สสังเคราะห์) ที่ได้จากกระบวนการแกซิฟิเคชัน ของถ่านหินหรือชีวมวล หรือจากกระบวนการรีฟอร์มมิงของแก๊สธรรมชาติ จะถูกนำมาทำปฏิกิริยากันเพื่อผลิตเมทานอล จากนั้นเมทานอลจะเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเกิดเป็น ดีเอ็มอี และน้ำ



รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการ ดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration) [11]

2.4.1.2 กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางตรง

การผลิตดีเอ็มอีวิธีนี้เป็นเทคโนโลยีที่คิดค้นขึ้นใหม่ ซึ่งมีข้อดีกว่าวิธีการทางอ้อม คือ ไม่จำเป็นต้องมีขั้นตอนของการสังเคราะห์เมทานอล ทำให้สามารถลดต้นทุนการผลิตลงได้ โดยในกระบวนการผลิตนี้ แก๊สสังเคราะห์สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีเกิดเป็นดีเอ็มอีได้โดยตรง [11]



รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการ ดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration) [11]

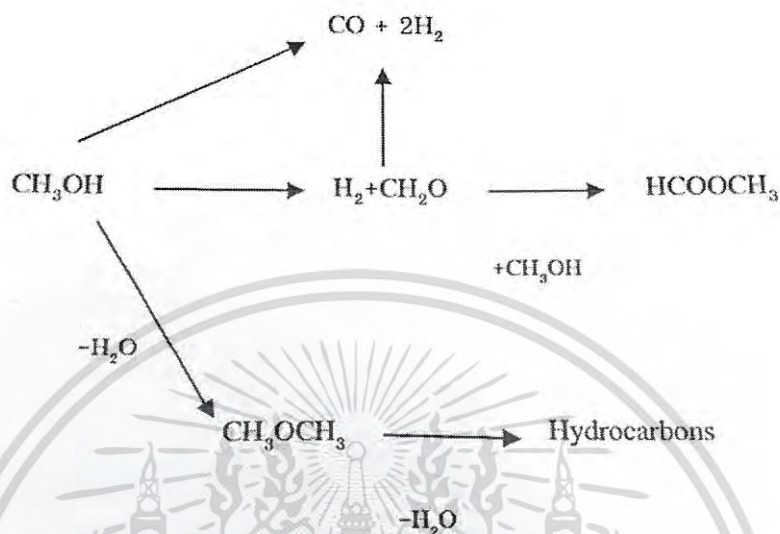
2.4.2 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอล

เมทานอลเป็นของเหลวใสไม่มีสี สารผสมรวมกันเป็นเนื้อเดียวกับน้ำและสารละลายอินทรีย์ มีกลิ่นเหม็นเล็กน้อย มีฤทธิ์กัดกร่อน และทำลายระบบประสาท สามารถเป็นอันตรายได้ ถ้าเข้าสู่ร่างกาย เมทานอลสามารถเป็นเชื้อเพลิงสะอาด และสามารถใช้แทนแก๊สโซลีนได้ โดยวัดประสิทธิภาพของเครื่องยนต์ด้วยค่าซีเทน ซึ่งเป็นค่าดัชนีการจุดติดไฟ หากมีค่าซีเทนสูงแสดงว่ามีการเผาไหม้ของน้ำมันเชื้อเพลิงภายในเครื่องยนต์อย่างสมบูรณ์ ซึ่งเกิดคาร์บอนไดออกไซด์น้อย ไม่มีควันดำ และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แต่สำหรับเมทานอลจะมีค่าซีเทนต่ำ จึงไม่นิยมใช้เป็นพลังงานเชื้อเพลิงเครื่องยนต์ แต่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นเชื้อเพลิงชนิดอื่นที่มีค่าซีเทนสูงกว่า เช่น ไดเมทิลอีเทอร์ แก๊สโซลีน เป็นต้น ปัจจุบันมีการศึกษาวิจัย โดยนำเมทานอลมาสังเคราะห์เป็น ไดเมทิลอีเทอร์ ซึ่งมีค่าซีเทนสูงกว่า และสามารถนำมาผลิตในอุตสาหกรรมได้ การสังเคราะห์ ไดเมทิลอีเทอร์เกิดจากปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล เมทิลแอลกอฮอล์ เป็นแอลิฟาติก แอลกอฮอล์มีโครงสร้างคือ CH_3OH ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอลแสดงดังใน สมการที่ (7)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากปฏิกิริยาข้างต้นเมทานอล 2 โมเลกุลเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันได้ผลิตภัณฑ์คือ ไดเมทิลอีเทอร์และน้ำอย่างละ 1 โมเลกุลซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน นอกจากนี้เมทานอลสามารถเกิดปฏิกิริยาอื่นได้หลายปฏิกิริยาดังแสดงในรูปที่ 2.3

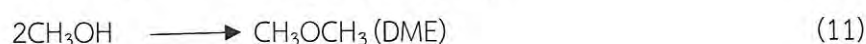


รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดปฏิกิริยาอย่างง่ายของการเปลี่ยนเมทานอล [9]

เมทานอลสามารถเกิดได้ 3 ปฏิกิริยาหลักดังนี้คือปฏิกิริยาการสลายตัวที่คอมโพลีชันโดยสามารถสลายตัวเป็นแก๊สสังเคราะห์ ได้ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นฟอร์มมาดีไฮด์และไฮโดรเจนฟอร์มมาดีไฮด์สามารถสลายไปเป็นแก๊สสังเคราะห์ ได้เช่นกัน หรืออาจทำปฏิกิริยากับเมทานอลเป็นเมทิลฟอเมตได้ สำหรับปฏิกิริยาสุดท้ายคือปฏิกิริยาการจัดน้ำจะได้ผลิตภัณฑ์ไปเป็นได้เมทิลอีเทอร์และน้ำ ซึ่งสามารถเกิดเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น พาราฟินโอเลฟิน ปฏิกิริยาข้างเคียงที่สำคัญในการสังเคราะห์ดีเมทิลอีเทอร์จากเมทานอล คือปฏิกิริยาการสังเคราะห์โอเลฟินจากเมทานอล ซึ่งมักเกิดกับตัวเร่งที่มีปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดสูง โดยทำให้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารอีเทอร์สามารถเปลี่ยนเป็นสารไฮโดรคาร์บอน [9]

2.4.3 การสังเคราะห์ดีเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์

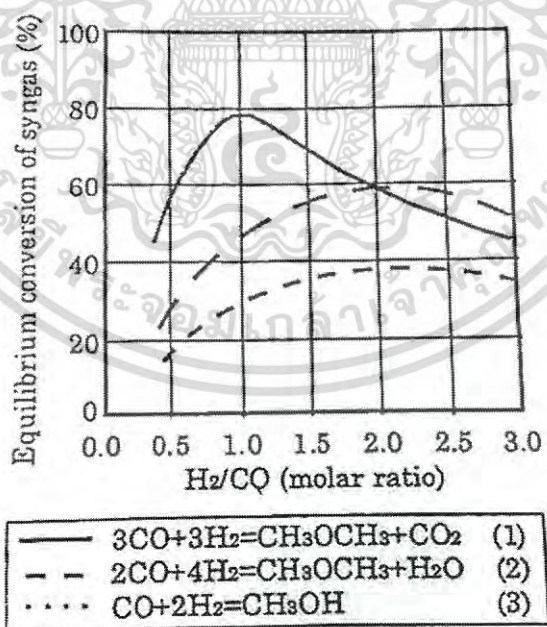
การสังเคราะห์ดีเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ซึ่งได้แก่ แก๊สไฮโดรเจนและแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์สามารถแสดงสมการการเกิดปฏิกิริยาได้ดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- (8) และ (9) เป็นปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์
 (10) เป็นปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอล
 (11) เป็นปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล
 (12) shift reaction

(8) และ (9) เป็นปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์ การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จึงสามารถผลิตได้จากทั้งปฏิกิริยา (8) และ (9) ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของแก๊สไฮโดรเจนต่อแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่ป้อนเข้าไป รูปที่ 2.4 แสดงค่าการเปลี่ยนที่สมดุลของแก๊สสังเคราะห์ร่วมกับแก๊สไฮโดรเจน ที่ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของแก๊สไฮโดรเจนต่อแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เริ่มต้น (H_2/CO) ปฏิกิริยาที่ (8) และ (9) พบว่าจุดที่ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงที่สมดุลมากที่สุด คือที่อัตราส่วนของ (H_2/CO) มีค่าสอดคล้องกับ Stoichiometric ของสมการการเกิดปฏิกิริยาเคมีนั้น ๆ โดยปฏิกิริยาที่ (8) ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงสมดุลมากที่สุดอยู่ที่ $H_2/CO = 1$ ปฏิกิริยาที่ (9) และ (10) ให้ค่าการเปลี่ยนแปลงสมดุลมากที่สุดอยู่ที่ $H_2/CO = 2$ จะเห็นได้ว่าที่อัตราส่วนของ $H_2/CO = 1$ จะให้ค่าสมดุลมากที่สุดมากกว่า $H_2/CO = 2$ ดังนั้นจึงแสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนของ $H_2/CO = 1$ เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ เนื่องจากให้ค่าการเปลี่ยนแปลงที่สูง



รูปที่ 2.4 แสดงการเปลี่ยนแปลงที่สมดุลของแก๊สสังเคราะห์ ที่ 280 °C 50 atm [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การผลิตไดเมทิลอีเทอร์จากถ่านหินนับเป็นการใช้ถ่านหินให้เป็นประโยชน์โดยการเปลี่ยนถ่านหินให้เป็นเชื้อเพลิงที่ใช้พลังงานมากขึ้นโดยการนำถ่านหินที่ได้มาทำแกซิฟิเคชัน ที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้แก๊สสังเคราะห์คือแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งมีอัตราส่วน H_2/CO เท่ากับ 0.5 - 1 เราสามารถปรับเปลี่ยนให้ $H_2/CO = 2$ ได้ก่อนที่จะนำมาสังเคราะห์เป็นไดเมทิลอีเทอร์ แต่อุปกรณ์คอนเวอร์เตอร์ของการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ในการเกิดปฏิกิริยา (9) มีราคาสูงกว่าในการเกิดปฏิกิริยา (8) ดังนั้นในการเลือกผลิตไดเมทิลอีเทอร์จึงผลิตจากสารตั้งต้นที่มีอัตราส่วน $H_2/CO = 1$ เนื่องจากให้รายละเอียดการเปลี่ยนแปลงที่มากกว่าและราคาถูกลงกว่า [9]

ปัจจุบันประเทศที่เป็นผู้ผลิตดีเอ็มอีรายใหญ่ ได้แก่ จีน ญี่ปุ่น เกาหลี และบราซิล นอกจากนี้อีกหลายประเทศก็กำลังอยู่ระหว่างการสร้างโรงงานผลิตดีเอ็มอี อาทิ อียิปต์ อินโดนีเซีย อินเดีย และอิหร่าน

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

2.4.4 การใช้งานไดเมทิลอีเทอร์

การใช้ไดเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงเป็นการเพิ่มแหล่งพลังงานทางเลือก และสร้างความมั่นคงทางด้านพลังงานให้กับประเทศจากการลดการพึ่งพาการนำเข้าพลังงานจากต่างประเทศโดยเฉพาะแก๊ส LPG เนื่องจากไดเมทิลอีเทอร์ที่ผลิตจากชีวมวลสามารถหาได้ภายในประเทศ ทั้งยังเป็นเชื้อเพลิงที่เผาไหม้สะอาดจึงช่วยมลพิษที่ปล่อยออกสู่บรรยากาศได้ การใช้งานดีเอ็มอีเพื่อเป็นเชื้อเพลิง แบ่งออกได้เป็น 2 รูปแบบ คือ

2.4.4.1 ใช้เป็นเชื้อเพลิงเพื่อให้ความร้อน

การใช้เป็นเชื้อเพลิงเพื่อให้ความร้อนเป็นรูปแบบของการใช้งานส่วนใหญ่โดยเฉพาะในประเทศจีน ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้นว่าดีเอ็มอีมีคุณสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์ที่คล้ายคลึงกับแก๊ส LPG ดังนั้นจึงสามารถนำมาผสมกับแก๊ส LPG เพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับหุงต้มในครัวเรือนได้ โดยอัตราส่วนผสมของดีเอ็มอีที่สามารถใช้ได้ โดยไม่ต้องมีการปรับแต่งเตาเผาและอุปกรณ์โครงสร้างพื้นฐานที่ใช้ในการบรรจุ ขนส่งหรือเก็บรักษา คือประมาณร้อยละ 20 โดยปริมาตร

2.4.4.2 ใช้เป็นเชื้อเพลิงในภาคการขนส่ง

ปัจจุบันได้มีการริเริ่มนำดีเอ็มอีมาใช้เป็นเชื้อเพลิงในภาคการขนส่ง โดยการใช้งานสามารถใช้งานได้กับ

- เครื่องยนต์ดีเซล

เนื่องจากไดเมทิลอีเทอร์มีค่าซีเทนสูง จึงสามารถนำดีเอ็มอีมาผสมกับน้ำมันดีเซลหมุนเร็วเพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องยนต์ดีเซลได้ แต่ต้องมีการปรับแต่งเครื่องยนต์เล็กน้อย สำหรับอัตรา

ส่วนผสมของดีเอ็มอีสูงสุดที่จะไม่ทำให้เชื้อเพลิงผสมที่ได้มีความหนืดต่ำจนเกินไปอยู่ที่ประมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก

- เครื่องยนต์เบนซิน

เครื่องยนต์เบนซินสามารถนำมาดัดแปลงให้สามารถใช้แก๊ส LPG ผสมกับโดเมทิลอีเทอร์ เป็นเชื้อเพลิงได้โดยอัตราส่วนผสมสูงสุดของดีเอ็มอีคือประมาณร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้ยังมีข้อจำกัด ในการใช้โดเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์เบนซิน เนื่องจากการที่โดเมทิลอีเทอร์มีค่าออกเทนต่ำกว่าผสมโดเมทิลอีเทอร์ในอัตราส่วนที่สูงเกินไปก็จะทำให้เครื่องยนต์น็อคได้

- เครื่องยนต์ที่ใช้ดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิง

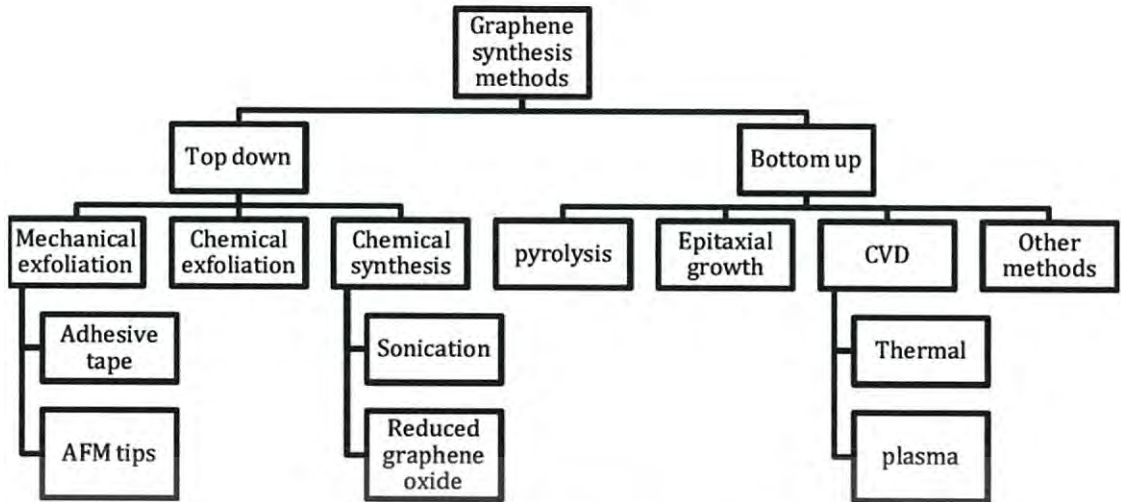
ปัจจุบันบริษัทผู้ผลิตเครื่องยนต์หลายรายได้มีการคิดค้นพัฒนาเครื่องยนต์ขนาดใหญ่ที่ใช้ดีเอ็มอีเป็นเชื้อเพลิง เช่น นิสสัน ฮีโน่ อีซูซุ มิตซูบิชิในประเทศญี่ปุ่นและวอลโว่ในประเทศสวีเดน [11]

2.5 กราฟีน

กราฟีน (Graphene) เป็นหนึ่งชั้นอะตอมของกราฟไฟต์ (Graphite) คาร์บอนอะตอมมีการจัดเรียงตัวแบบ sp^2 -hybridized ในรูปแบบหกเหลี่ยมรังผึ้งสองมิติทั่วไปด้วยพันธะโควาเลนต์ที่มีความแข็งแรงทำให้กราฟีนมีสมบัติเชิงกลที่ดี เช่น มีค่า Young's modulus สูง (~1.0 TPa) ค่าความแข็งแรงดึงสูง (130 GPa) และด้วยลักษณะของกราฟีนที่มีความหนาเพียงหนึ่งอะตอมคาร์บอนทำให้กราฟีนมีพื้นที่ผิวมาก ($2630 \text{ m}^2/\text{g}$) โปร่งแสงโดยมีค่าการดูดซับแสงอยู่ที่ 2.3% นอกจากนี้พันธะ π นอกกระนาบผลึกจากการจัดเรียงตัวแบบ sp^2 -hybridized ทำให้สมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางความร้อนที่ดี เช่น ค่า band gap ต่ำ (0 eV), นำไฟฟ้าได้ดี ($\sim 10^6 \text{ S/cm}$) และนำความร้อนดี (3000-5000 W/m/K) เนื่องจากการเคลื่อนที่อย่างอิสระของอิเล็กตรอน กราฟีนเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติเฉพาะต่างจากวัสดุทั่วไปด้วยคุณสมบัติดังที่กล่าวมาข้างต้น จึงทำให้กราฟีนรวมทั้งอนุพันธ์ต่าง ๆ ของกราฟีน เช่น การไฟต์ออกไซด์ กราฟีนออกไซด์ และรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เป็นต้น เป็นที่สนใจของนักวิจัยในปัจจุบันอย่างกว้างขวาง [12]

2.5.1 การผลิตกราฟีน

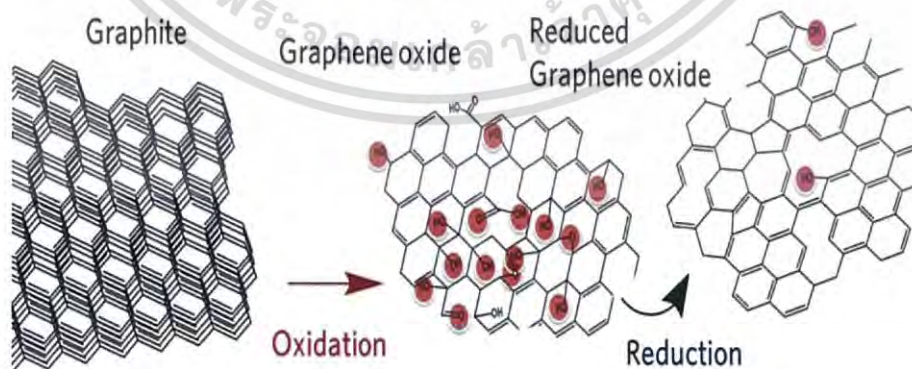
การผลิตกราฟีนทำได้หลายวิธี นักวิจัยได้พัฒนาวิธีการผลิตกราฟีนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น และมีสมบัติที่ควบคุมได้จากการควบคุมโครงสร้าง เราสามารถแบ่งการสังเคราะห์กราฟีนออกเป็น 2 วิธีใหญ่ คือ การสังเคราะห์จากใหญ่ไปเล็กหรือบนลงล่าง (top-down) และการสังเคราะห์จากเล็กไปใหญ่หรือล่างขึ้นบน (bottom-up) กระบวนการสังเคราะห์แบบล่างขึ้นบนเป็นการสังเคราะห์ที่ยุ่งยากและซับซ้อน แต่ให้กราฟีนในปริมาณมาก ส่วนกระบวนการสังเคราะห์แบบบนลงล่างสามารถทำได้ง่ายกว่าสามารถทำในห้องปฏิบัติการงานวิจัยได้ [13]



รูปที่ 2.5 กระบวนการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์ [14]

2.5.1.1 การผลิตกราฟีนและอนุพันธ์ต่าง ๆ ของกราฟีน โดยกระบวนการทางเคมี

เริ่มจากการออกซิไดซ์กราไฟต์เพื่อให้หมู่ฟังก์ชันระหว่างชั้นของกราไฟต์ให้ห่างออกจากกัน (Exfoliation) และเรียกผลผลิตที่ได้ว่า กราไฟต์ออกไซด์หรือกราฟีนออกไซด์ ขึ้นอยู่กับความหนาของวัสดุ (กราฟีนออกไซด์ 1 ชั้นมีความหนา ประมาณ 0.9 นาโนเมตร) จากนั้นทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อลดจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนลงและเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้า ข้อดีของการสังเคราะห์ด้วยวิธีการทางเคมีคือ สามารถผลิตกราฟีนได้ในจำนวนมากทั้งยังมีต้นทุนต่ำ ข้อเสียคือกราฟีนที่ได้มีสมบัติด้อยกว่าจึงนิยมนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่าง ๆ เช่น การนำไปใช้ในวัสดุคอมโพสิตเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุ เป็นต้น



รูปที่ 2.6 ภาพโครงสร้างทางเคมีของกราไฟต์และกราฟีนออกไซด์ก่อนและหลังปฏิกิริยารีดักชัน

ซึ่งแสดงจำนวนหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนที่ลดลง [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2 การใช้งานกราฟีน

- ทางการแพทย์ มีรายงานว่ากราฟีนช่วยปรับปรุงปฏิกิริยาของโฆโซพอลิเมอร์หรือ PCR โดยการเพิ่มผลผลิตของดีเอ็นเอด้วยสมบัติการนำความร้อนที่ดีของกราฟีน

- อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากกราฟีนมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี มีค่าต้านทานต่ำและมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีทำให้มันถูกนำมาใช้ในด้านอิเล็กทรอนิกส์อย่างหลากหลาย เช่น ชั่วไฟฟ้าไปรงแสงที่จำเป็นสำหรับการใช้งานเช่น หน้าจอสัมผัส (Touchscreen), จอแสดงผลแบบคริสตัลเหลว, เซลล์แสงอาทิตย์แบบอินทรีย์, ไดโอดเปล่งแสงแบบอินทรีย์ (Organic Light-Emitting Diode) และทรานซิสเตอร์แบบ FET

- ตัวเร่งปฏิกิริยา จากการที่กราฟีนมีความสามารถในการทำปฏิกิริยาและมีพื้นที่ผิวสูงจึงถูกนำมาใช้ทั้งโดยตรงและการประยุกต์ใช้กับตัวเร่งอื่น ๆ เช่น ในกระบวนการแยกเกลือออกจากน้ำหลายงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าตัวกรองกราฟีนจะมีประสิทธิภาพสูงกว่าเทคนิคอื่น ๆ อย่างมีนัยสำคัญหรือใช้ในการกลั่นเอทานอลเพื่อให้ได้ความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ที่สูงขึ้นในการผลิตที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ต้องมีการใส่ความร้อนหรือสุญญากาศด้วยวิธีการกลั่นแบบดั้งเดิม มีการใช้กราฟีนเนื่องจากหมู่ออกไซด์ของกราฟีนยอมให้น้ำซึมผ่านไปได้แต่ไม่ยอมให้ของเหลวหรือแก๊สอื่นแม้แต่ไฮเลียมซึมผ่านได้ เป็นการส่งเสริมการพัฒนาและการค้าอาจนำไปสู่การปฏิวัติเศรษฐกิจศาสตร์ของการผลิตเชื้อเพลิงชีวภาพและอุตสาหกรรมเครื่องตีแอลกอฮอล์ [16]

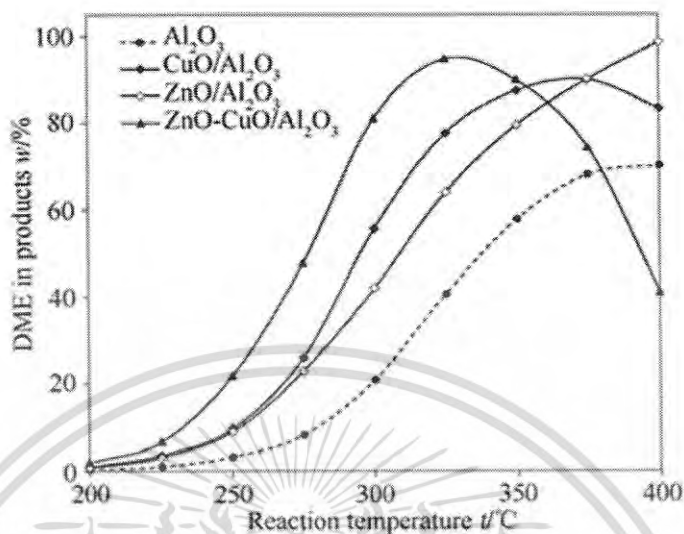
2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ (CZA)

ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะชนิดหนึ่ง จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะส่วนใหญ่เป็นโลหะทรานซิชัน ซึ่งเป็นตัวเร่งที่ดีสำหรับปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับอะตอมของไฮโดรเจนและสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ได้แก่ Pd, Pt, Ag, Zn และ Cu เป็นต้น เนื่องจากเป็นโลหะที่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ไม่ดี เพราะตัวเร่งโลหะจะถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายจึงนิยมสังเคราะห์เป็นโลหะออกไซด์เพื่อรีดิวซ์ให้เป็นโลหะบริสุทธิ์และเร่งปฏิกิริยาได้ดี แต่จากข้อเสียที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะมีประสิทธิภาพการใช้งานต่ำที่อุณหภูมิสูงและความดันสูง J.C. Slaa และคณะ [17] กล่าวว่าในปี 1982 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพและเหมาะกับการเร่งปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอลนั้นคือตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคอปเปอร์เป็นหลักและมีซิงค์ออกไซด์จากคาร์บอนมอนอกไซด์และคาร์บอนไดออกไซด์ ต่อมา มีการเพิ่มสารประกอบอื่นเพื่อเป็นการช่วยให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพได้ช้าลง เนื่องจากเกิดกระบวนการเผาผนึก (Sintering Process) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีองค์ประกอบของ CZA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์เมทานอลได้ดีเนื่องจากอลูมิเนียมจะช่วยลดการหลอมรวมกันของคอปเปอร์และซิงค์ ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์อลูมิเนียมออกไซด์นั้น โลหะคอปเปอร์เป็นโลหะที่ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์เมทานอลและปฏิกิริยา Water Gas Shift การเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้มีประสิทธิภาพดีพื้นที่ผิวของคอปเปอร์นั้นเป็นสิ่งสำคัญ ซิงค์ออกไซด์ช่วยให้คอปเปอร์กระจายตัวได้ดีขึ้นทำให้ตำแหน่งที่เร่งปฏิกิริยาสามารถสัมผัสกับสารตั้งต้นได้ดีขึ้นอีกด้วย

ดังรูปที่ 2.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาออกเปอร์ออกไซด์ซิงค์ออกไซด์อลูมิเนียมออกไซด์นั้น มีค่าร้อยละ ของการเลือกเกิด ไดเมทิลอีเทอร์ได้สูงที่สุด อยู่ที่ประมาณร้อยละ 98 [18]



รูปที่ 2.7 ร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ [18]

2.6.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอนร่วม เป็นที่นิยมอย่างมาก เป็นวิธีของการแยก ไอออนหรือโมเลกุลของสารที่เราสนใจ ซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายอยู่ในเฟส ของแข็ง หรือที่เรียกว่าตะกอน โดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอน เช่น ค่าความเป็น กรด-เบส (pH) ความเข้มข้น บรรยากาศและอัตราการผสมสารละลาย เป็นต้น ซึ่งจะบริสุทธิ์แค่ไหน นั้นจะพิจารณาจากการเปรียบเทียบระหว่างค่าผลคูณของไอออน (Ion Product) กับค่าค่าที่ของการ ละลาย (Solubility Product Constant ; K_{sp}) เป็นวิธีที่มีกระบวนการเตรียมไม่ยุ่งยาก ได้ผลผลิตที่ สูง และจะเรียกชื่อวิธีการสังเคราะห์ตามชนิด ของตัวกลางหลักที่ใช้ ทำโดยการนำสารตั้งต้น หรือ สารละลายเกลือของโลหะที่ต้องการมาละลายร่วมกันในตัวทำละลายที่เหมาะสม เพื่อให้ได้ขนาดของ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี ซึ่งสารตั้งต้น (สารละลายเกลือ) ที่นิยมนำมาใช้คือ สารละลายไนเตรด อะซีเตด ซัลเฟต คลอไรด์ เป็นต้น ส่วนสารตั้งต้น (สารละลายเบส) ที่นิยม คือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ แอมโมเนียมคาร์บอเนต โซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมคาร์บอเนต [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์

2.7.1. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer ; XRD)



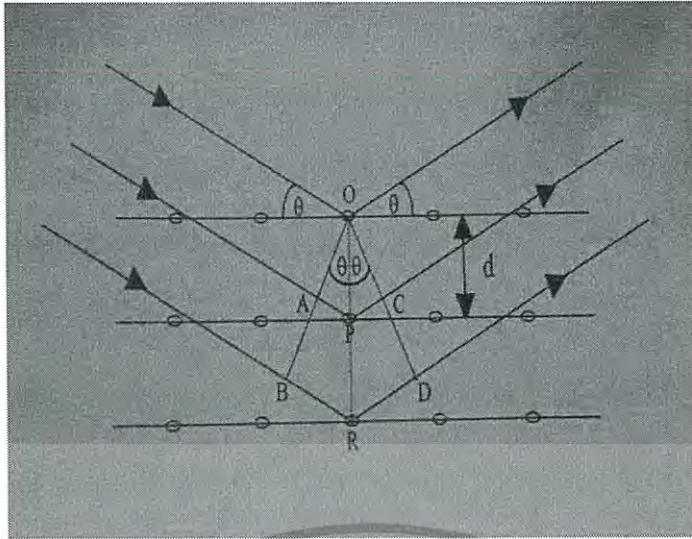
รูปที่ 2.8 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [19]

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-Destructive) ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก (Crystal Structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงปริมาณ (Qualitative) และเชิงคุณภาพ (Quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก (Crystallography) สามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

- ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
- ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic Structure) ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี (Chemical Bonding)
- ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก (Crystal Structure) หรือ โมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อลำรังสีเอ็กซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอ็กซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนของลำรังสีเอ็กซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนเกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม แสดงดังรูปที่ 2.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [20]

สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ

- รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
- ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

สมการของแบรกก์ (Bragg's equation)

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึก

λ คือ ความยาวคลื่น (wave length) ของแสง [20]

2.7.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้ในงานวิจัย 2 ด้านหลัก คือ ถ่ายภาพสภาพพื้นผิวแบบสามมิติและวิเคราะห์ธาตุซึ่งตัวอย่างจะมาจากหลากหลาย สาขาเช่น ด้านวัสดุศาสตร์(การถ่ายภาพพื้นผิวและวิเคราะห์ธาตุ) ด้านชีวภาพ (พื้นผิวตัวอย่างที่มีขนาดเล็กแบบสามมิติ) ตัวอย่างทางการแพทย์ เกษษกรรม ทันตกรรม ตัวอย่างจากงานด้าน วิศวกรรมวัสดุ ตัวอย่างจากงานวิจัยทางวิทยาศาสตร์ประยุกต์ ตัวอย่างด้านอาหารหรือเทคโนโลยีชีวภาพ วิเคราะห์ตัวอย่างจาก เหมืองแร่ ตัวอย่างจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนรถยนต์และอื่น ๆ [21] ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สัญญาณภาพที่ได้เกิดจากการใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron detector ;

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SE detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้น หรือใช้การวัดอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscatter Electron Detector ; BSE Detector) มาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้น ดังนั้น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบนี้จะสามารถประกอบอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ได้ทั้งแบบ Energy Dispersive X-ray Spectrophotometry ;EDS และ Wavelength Dispersive X-ray Spectrophotometry ;WDS เพื่อใช้วิเคราะห์ธาตุโดยอาศัยหลักการแยกรังสีตามระดับพลังงาน [20]



รูปที่ 2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [22]

2.7.3. วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ; EDS)

ในระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์สำหรับ SEM นี้ใช้ระบบวิเคราะห์แบบ EDS ซึ่งนิยมใช้กันมาก รูปแบบการวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่างในระบบ EDS หรือ WDS กระทำด้วยสามวิธีด้วยกันคือ

- การวิเคราะห์ส่องกราดเฉพาะพื้นที่ (Area Scan Analysis) หรือที่เรียกกันว่า เอ็กซ์เรย์แมปปิง (X-ray Mapping) เป็นการวิเคราะห์ที่ใช้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดบนผิวตัวอย่างเป็นพื้นที่เล็กๆ โดยความกว้างของพื้นที่ขึ้นกับกำลังขยายที่ใช้ และมีลักษณะการส่องกราดเป็นแนวจากซ้ายไปขวา และบนลงล่างเหมือนโทรทัศน์ รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวที่พุ่งออกมาจากตัวอย่างจะเป็นจุดต่อจุด ภาพที่ได้จากการวิเคราะห์แบบนี้จะแสดงถึงลักษณะการกระจายของธาตุนั้นๆ

- การวิเคราะห์ส่องกราดตามแนวเส้น (Line Scan Analysis) เป็นการวิเคราะห์ที่ใช้การส่องกราดลำอิเล็กตรอนเป็นแนวนอนบนตัวอย่าง ณ ตำแหน่งที่สนใจ เพื่อวัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว นิยมใช้ในกรณีที่ต้องการจะหาขอบเขต (Boundary) ของรอยต่อหรือเฟสของโครงสร้าง

- การวิเคราะห์เฉพาะจุด เป็นการวิเคราะห์ที่ให้ลำอิเล็กตรอนกระทบอยู่หนึ่งกับที่บนผิวตัวอย่าง ณ จุดที่ต้องการวิเคราะห์ เพื่อวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวตรงจุดที่ต้องการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสามารถในการแจกแจงพลังงาน (Energy Resolution) ความสามารถในการแจกแจงพลังงานในที่นี้ สิ่งที่ต้องการวัดคือ รังสีเอกซ์เฉพาะตัวของแต่ละธาตุในตัวอย่างนั่นเองรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดจากตัวอย่างจะมีพลังงานตามสมการข้างล่างนี้

$$E = hv = hc/\lambda$$

E คือ พลังงานของรังสีเอกซ์ (กิโลอิเล็กตรอนโวลต์)

H คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck,s constant) (6.625×10^{-34} จูลวินาที)

V คือ ความถี่ของรังสีเอกซ์ (เฮิรซ์)

C คือ ความเร็วแสงในสุญญากาศ (3×10^8 เมตรต่อวินาที)

λ คือ ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)

2.7.3.1 การประยุกต์ใช้งานของ SEM-EDS

- การประเมินคุณลักษณะเฉพาะ (Characterization Evaluation) สามารถดูได้จากขนาดเกรน (Grain Size) ความขรุขระของผิว (Surface Roughness) ความพรุน (Porosity) การกระจายตัวของขนาดอนุภาค (Particle Size Distribution) และความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุ (Material Homogeneity)

- การวิเคราะห์จุดบกพร่อง (Failure Analysis) สามารถดูได้จากการปนเปื้อนเฉพาะบริเวณ (Contamination Location) การประเมินกลไกการเกิดความเสียหาย (Mechanical Damage Assessment) บริเวณที่เกิดการแตกหักในระดับจุลโครงสร้าง (Micro-Crack Location)

- การควบคุมคุณภาพ (Quality Control Screening) สามารถดูได้จากการเปรียบเทียบตัวอย่างที่ดีและไม่ดี การกำหนดความหนาของฟิล์มและชั้นเคลือบ การทวนสอบขนาด (Dimension verification) เป็นต้น [21]

2.7.4. พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectroscopy ; FT-IR)

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาของหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลโดยข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างทางโมเลกุลที่ได้เป็นได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณนิยมใช้วิเคราะห์ทดสอบสารอินทรีย์ใช้ได้กับสารตัวอย่างที่มีความบริสุทธิ์สูงทั้งที่อยู่ในรูปของแข็งของเหลวก๊าซโดยเป็นเทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงเมื่อแสงอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ ผ่านเข้าสู่สารอินทรีย์พันธะเคมีในโมเลกุลของสารจะดูดกลืนพลังงานที่มีค่าความยาวคลื่น 1 ข้อมูลนี้จะถูกประมวลโดยคอมพิวเตอร์โดยการใช้สมการเชิงอนุพันธ์ที่เรียกว่าฟูเรียร์ทรานสฟอร์มซึ่งจะคำนวณพลังงานของแต่ละความยาวคลื่นและแปลผลออกมาเป็นสเปกตรัม เนื่องจากสารแต่ละชนิดให้สเปกตรัมที่มีลักษณะเฉพาะสามารถนำมาเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปเผยแพร่ภายนอกการคำนวณว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารที่มีอยู่ในฐานข้อมูลเพื่อใช้ในการพิสูจน์และบ่งชี้ชนิดของสารตัวอย่างได้เนื่องจากการใช้ FT-IR ในปัจจุบันมีข้อจำกัดหลายด้านโดยเฉพาะอย่างยิ่งการใช้เทคนิคนี้ในการวิเคราะห์หาชนิดของสารปนเปื้อนขนาดเล็กในวัสดุอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ได้จากอุตสาหกรรมการผลิตพลาสติกและอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์เนื่องจากยังมีข้อจำกัดในการเตรียมตัวอย่างเพื่อนำมาทดสอบเนื่องจากในบางครั้งสิ่งปนเปื้อนเหล่านี้มีขนาดเล็กมาก [23]



รูปที่ 2.11 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ [24]

2.7.5. เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ; GC)



รูปที่ 2.12 เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี [25]

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคสำหรับการแยกสารตัวอย่างที่เป็นสารผสม โดยตัวอย่างจะถูกทำให้เป็นไอที่อุณหภูมิหนึ่ง แล้วให้ไอของสารเหล่านั้นผ่านไปยังคอลัมน์ ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ โดยเอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่งวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่หรือองค์ประกอบของสารที่มีความสามารถในการเคลื่อนที่และการกระจายตัวผ่านเฟสของที่แตกต่างกันจะแยกออกจากกัน ในการวิเคราะห์สารผสมตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้าที่ Sample Injection Port สารผสมจะถูกให้ความร้อนจนกลายเป็นไอ แล้วถูกพาเข้าไปในคอลัมน์ด้วยเฟสเคลื่อนที่ องค์ประกอบของสารผสมสายแยกออกจากกัน เคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์และถูกตรวจวัดโดย detector สัญญาณจากการตรวจวัดที่ได้จาก Detector จะถูกบันทึก และแสดงออกมาในรูปของโครมาโตแกรม ซึ่งวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี สามารถวัดได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยในเชิงคุณภาพสามารถหาชนิดของสารได้จากการเปรียบเทียบค่า Retention Time ของสารละลายมาตรฐานที่ศึกษา ในส่วนเชิงปริมาณสามารถคำนวณปริมาณความเข้มข้นของสารได้จากการเปรียบเทียบพื้นที่ หรือหาความสูงของพีคกับพีคของสารละลายมาตรฐานที่ศึกษา [26]

2.7.6. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analysis ; TGA)



รูปที่ 2.13 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน [27]

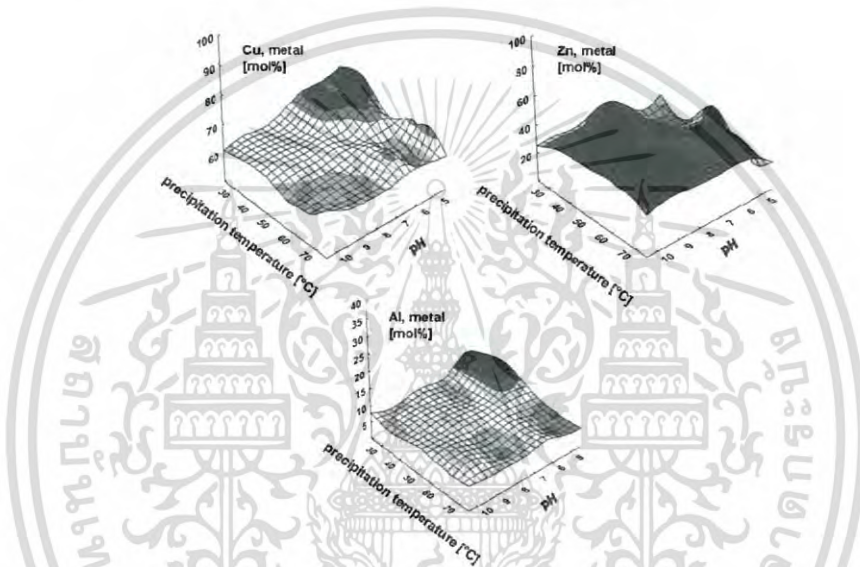
TGA เป็นเทคนิคทางความร้อนใช้วิเคราะห์มวลวัตถุตัวอย่างที่อุณหภูมิและเวลาที่เปลี่ยนไป โดยวัตถุตัวอย่างนั้นจะถูกควบคุมภายใต้ช่วงอุณหภูมิและสภาวะที่กำหนด ในการวิเคราะห์ตัวอย่างตัวอย่างจะถูกวางบนจานเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาเป็นระบบปิด สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศหรือออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ ผลการทดสอบจะถูกแสดงออกมาในรูปกราฟ ซึ่งมีแกน Y แสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนไป และแกน x แสดงอุณหภูมิหรือเวลาตามที่กำหนดการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิเคราะห์ผลจำเป็นต้องทราบการทำปฏิกิริยาทางเคมี และอุณหภูมิการสลายตัวของวัตถุตัวอย่าง หรือมีอุณหภูมิการสลายตัวของวัตถุอ้างอิงชนิดต่าง ๆ ก่อนที่จะนำมาใช้เปรียบเทียบผลได้ [28]

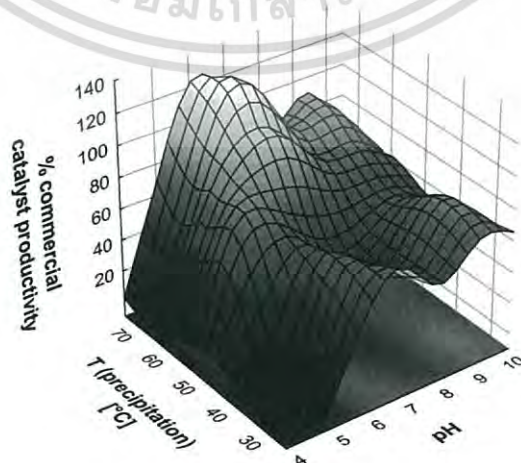
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ C. Baltès และคณะได้ทำการศึกษาความสัมพันธ์ของสภาวะการสังเคราะห์สารตั้งต้น โครงสร้างและประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่ง CZA สำหรับการสังเคราะห์เมทานอล ผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยควบคุม pH และอุณหภูมิในการตกตะกอนร่วมตัวเร่ง CZA ที่อัตราส่วนต่าง ๆ รวมทั้งอุณหภูมิที่ใช้เผาตัวเร่ง จากนั้นทำการทดสอบหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งและร้อยละการเกิดเมทานอล ดังแสดงในรูป 2.14



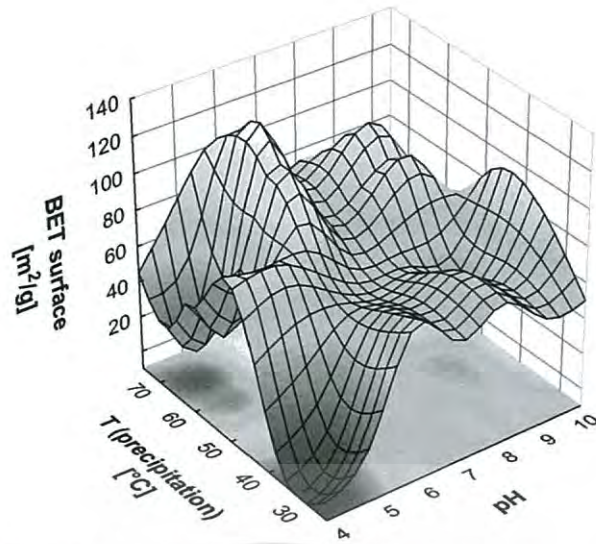
รูปที่ 2.14 อิทธิพลของสภาวะการตกตะกอนร่วมที่อัตราส่วนต่าง ๆ [29]

จากการสังเคราะห์ตัวเร่งที่อัตราส่วนต่าง ๆ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่าอัตราส่วน 60Cu : 30Zn : 10Al mol% เป็นอัตราส่วนที่ดี เหมาะต่อการนำไปปรับใช้ในเชิงพาณิชย์

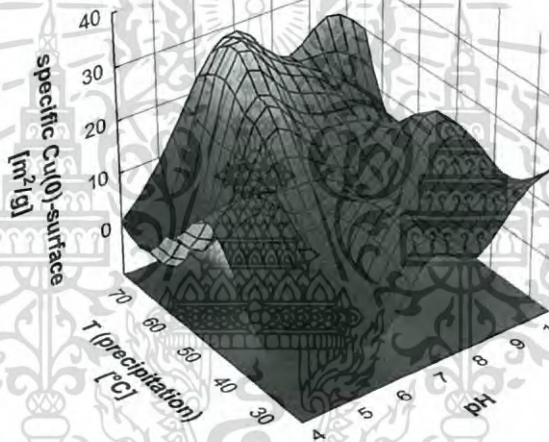


รูปที่ 2.15 ร้อยละการเกิดเมทานอลที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

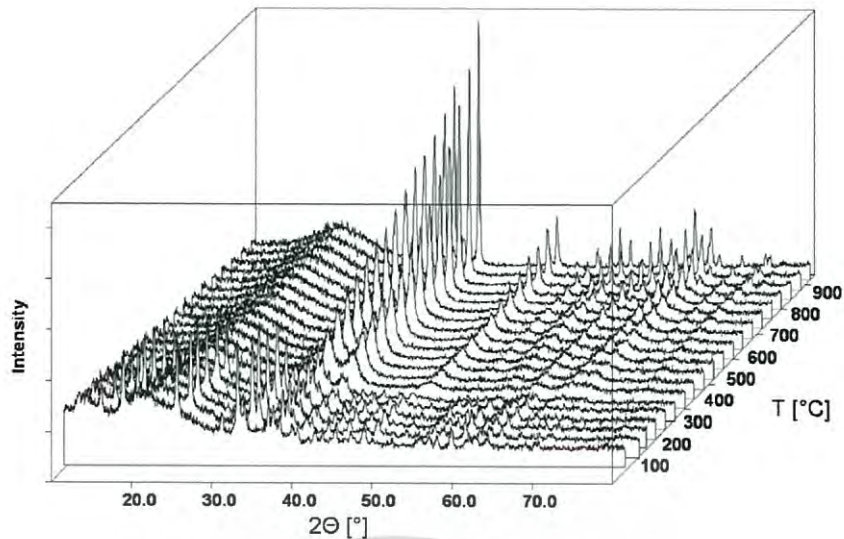


รูปที่ 2.16 พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ [29]



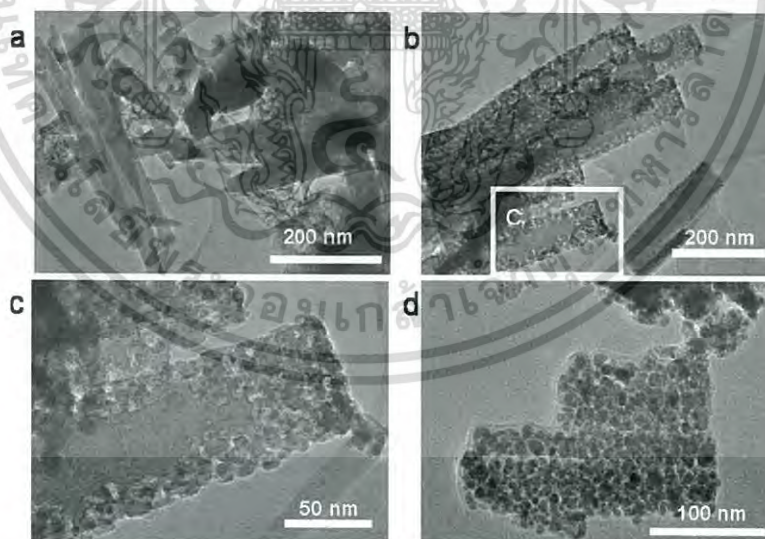
รูปที่ 2.17 พื้นที่ผิวของโลหะคอปเปอร์ในสภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ [29]

จากผลการทดสอบหาร้อยละการเกิดเมทานอล พื้นที่ผิว และพื้นที่ผิวของโลหะคอปเปอร์ของตัวเร่งที่สังเคราะห์ในสภาวะที่อุณหภูมิและ pH ต่าง ๆ พบว่าที่สภาวะอุณหภูมิการตกตะกอนร่วม 70 °C และ pH 7 เป็นสภาวะที่ให้ค่าร้อยละการเกิดเมทานอล และพื้นที่ผิวของโลหะคอปเปอร์ของตัวเร่งดีที่สุด



รูปที่ 2.18 ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ [29]

ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ พบว่าร้อยละการเกิดเมทานอลเพิ่มขึ้นเมื่อตัวเร่งถูกเผาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นและปรับตัวลดลงที่อุณหภูมิมากกว่า 300 องศาเซลเซียส เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้เกิดวัฏภาคโลหะออกไซด์มากขึ้นจนถึง 300 องศาเซลเซียส วัฏภาคไฮดรอกซีคาร์บอเนตเกิดเป็นวัฏภาคโลหะออกไซด์ทั้งหมดร้อยละการเกิดเมทานอลของตัวเร่งจึงปรับตัวลดลงและเพิ่มขึ้นที่ 350 องศาเซลเซียสเนื่องจากการจัดเรียงผลึกเกิดการกระจายตัวของโลหะคอปเปอร์ออกไซด์ที่มากขึ้น [31]



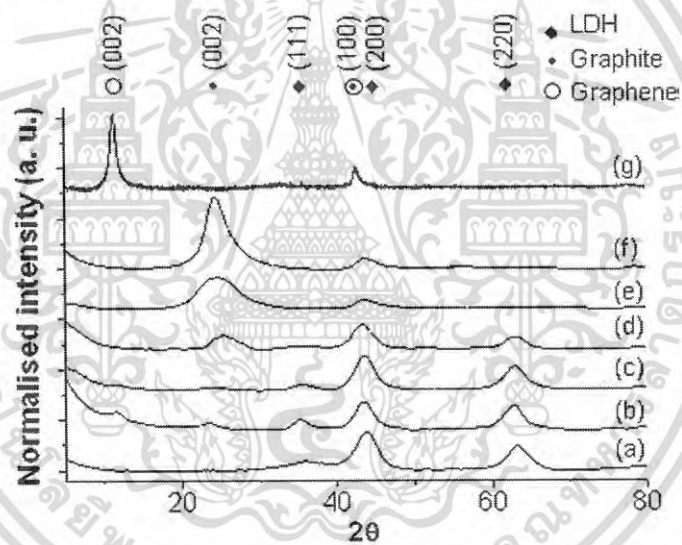
รูปที่ 2.19 ภาพถ่ายจาก TEM ของตัวเร่งในระหว่างกระบวนการเตรียม (a) ตัวเร่งที่ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง หลังการตกตะกอนร่วม (b) ตัวเร่งที่ผ่านการเผาที่ 300 องศาเซลเซียส (c) ภาพขยายจากภาพ (b) (d) ตัวเร่งหลังผ่านปฏิกิริยารีดักชันภายใต้บรรยากาศ H_2 [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A. G. Gallastegui และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์และตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุผสม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีน (LDH/GO) เพื่อพัฒนาสมบัติการเป็นตัวดูดซับก๊าซ คาร์บอนไดออกไซด์ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (coprecipitation) ภายใต้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ pH 7 ด้วยอัตราส่วนเป็น 0.1LDH : 1GO 1LDH : 1GO 10LDH : 1GO และ 20LDH : 1GO ดังตารางที่ 2.3 แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ได้วัสดุผสม LDH/GO จากนั้นนำไปตรวจ พิสูจน์เอกลักษณ์

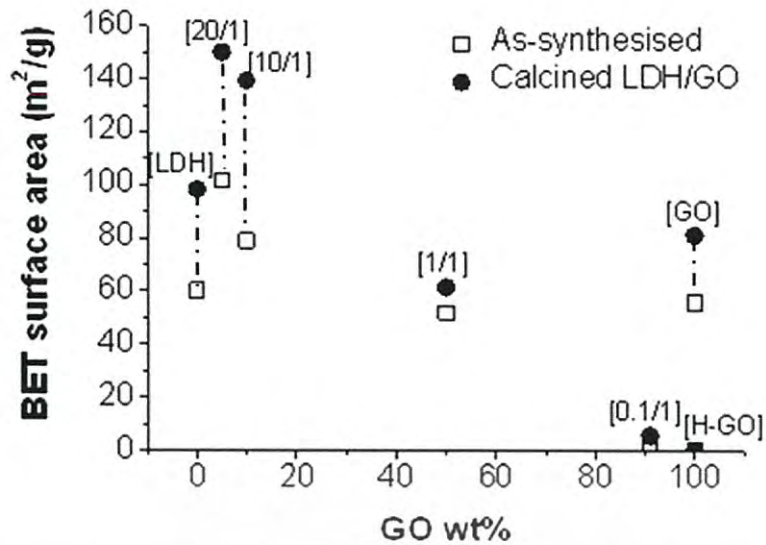
ตารางที่ 2.3 แสดงอัตราส่วน LDH/GO พื้นที่ผิวจากการวิเคราะห์ BET และค่าการดูดซับ CO₂ [30]

LDH/GO [wt/wt]		wt% GO		BET surface area (m ² /g)	crystallite size ^a (nm)	(molCO ₂ /kg adsorbent)
nom	actual	nom	actual			
LDH	LDH	0	0	98.3 ± 0.08	29.9	0.28 ± 0.01
20/1	13.3/1	5	7	149.9 ± 0.35	10.3	0.45 ± 0.02
10/1	7.3/1	9	12	139.3 ± 0.54	11.6	0.38 ± 0.08
1/1	2/1	50	33	61.5 ± 0.13	10.8	0.30 ± 0.07
0.1/1	0.2/1	91	83	5.6 ± 0.11		0.10 ± 0.03
H-GO	GO	100	100	0.1 ± 0.01		



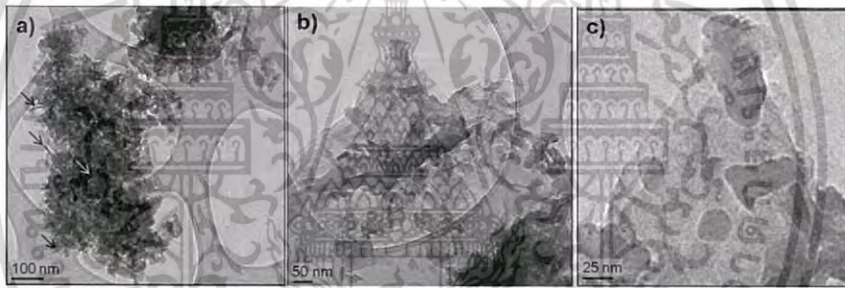
รูปที่ 2.20 กราฟ XRD (a) LDH (b) 20LDH : 1GO (5 wt % GO) (c) 10LDH : 1GO (9 wt % GO) (d) 1LDH : 1GO (50 wt % GO) (e) 0.1LDH : 1GO (91 wt % GO) (f) GO และ (g) GO ที่ไม่ผ่านการเผา [30]

จากกราฟ XRD พบว่าเมื่อทำการเจือเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ลงบนกราฟีนในอัตราส่วนที่มากขึ้นทำให้ความเข้มพีคเอกลักษณ์ของกราฟีนลดลงจากการที่เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ไปแทรก ระหว่างชั้นกราฟีนออกไซด์ทำกราฟีนออกไซด์เกาะกลุ่มกันน้อยลง

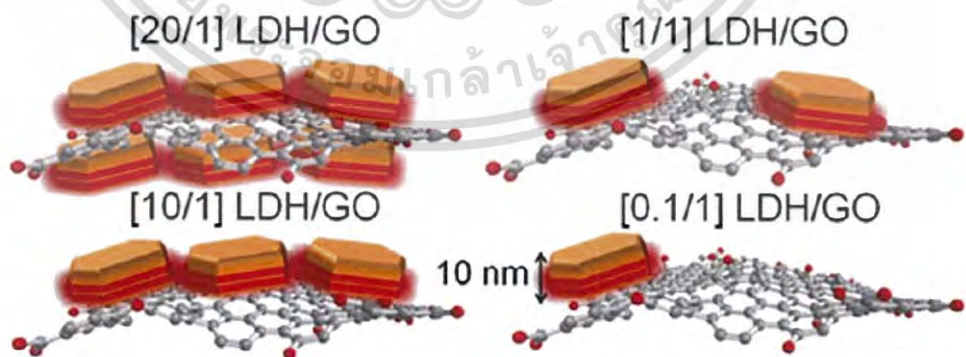


รูปที่ 2.21 พื้นผิวของวัสดุผสมก่อน-หลังเผา ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส [30]

จากกราฟแสดงพื้นผิวของวัสดุผสมก่อน-หลังเผา ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าที่อัตราส่วน LDH : GO ที่ 20 : 1 มีพื้นที่ผิวก่อนและหลังเผามากที่สุดเนื่องมีการกระจายตัวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ดี [30]



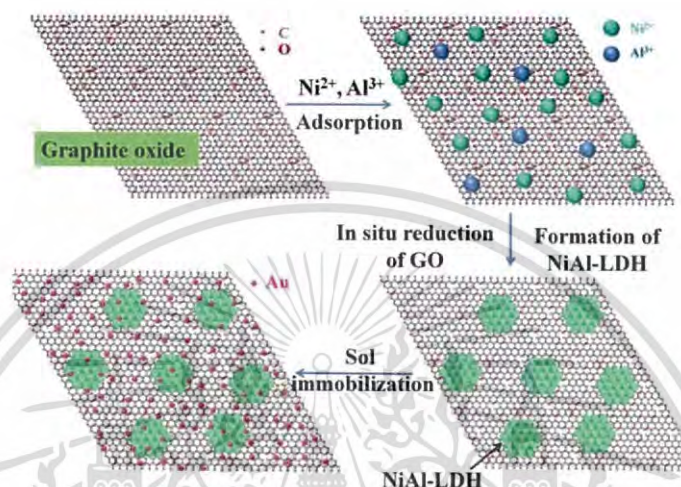
รูปที่ 2.22 ภาพ TEM ของ 1LDH : 1GO ที่กำลังขยายต่าง ๆ [30]



รูปที่ 2.23 ภาพจำลองแสดงการกระจายตัวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์บนกราฟีนที่อัตราส่วนต่าง ๆ [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

M. Y. Miao และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์และตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์อนุภาคทองขนาดนาโนบนวัสดุรองรับผสมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีนสำหรับการเลือกเกิดออกซิเดชันของเบนซิลแอลกอฮอล์ โดยเริ่มจากสังเคราะห์วัสดุผสมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีนด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจากนั้นนำไปตกแต่งด้วยอนุภาคทองขนาดนาโนด้วยวิธี sol-immobilization ดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 แผนภาพการเตรียมอนุภาคทองขนาดนาโนบนวัสดุผสมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีน [31]

ตารางที่ 2.4 แสดงประสิทธิภาพของอนุภาคทองขนาดนาโนบนตัวเร่งต่าง ๆ [31]

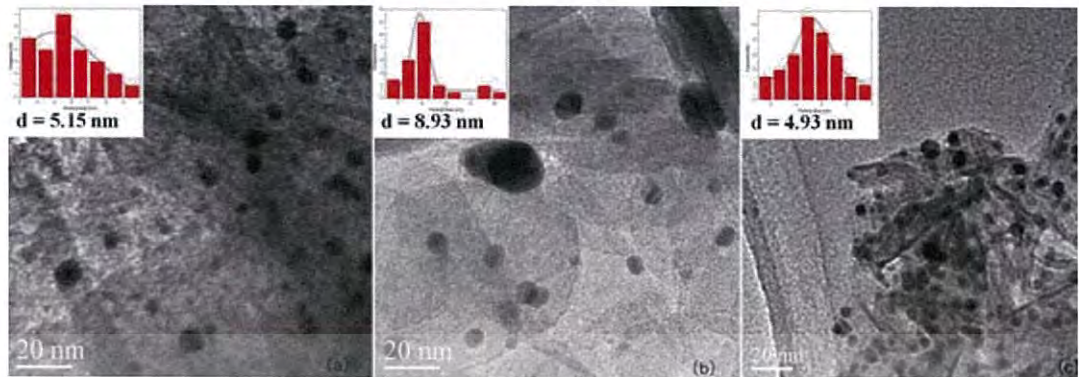
Catalysts	Specific surface area (m ² /g)	Au loading (wt. %)	Mean Au size (nm)	Conversion (%)	Selectivity (%)	TON ^[a]
Au/GO	136.93	0.52	2.92	7.1	60.6	2604.7
Au/RGO	141.89	0.65	2.89	6.3	82.1	2724.6
Au/NiAl-LDH	61.18	0.82	4.18	51.8	63.3	12024.9
Au/NiAl-LDH/RGO	172.47	0.66	2.63	62.0	65.2	17893.4
Au/GO + Au/NiAl-LDH ^[b]	—	0.75	—	38.2	60.2	9686.8

[a] TON values were calculated with respect to the total loading of Au after 10 h reaction.

[b] Au/GO + Au/NiAl-LDH is the physical mixture of Au/GO and Au/NiAl-LDH

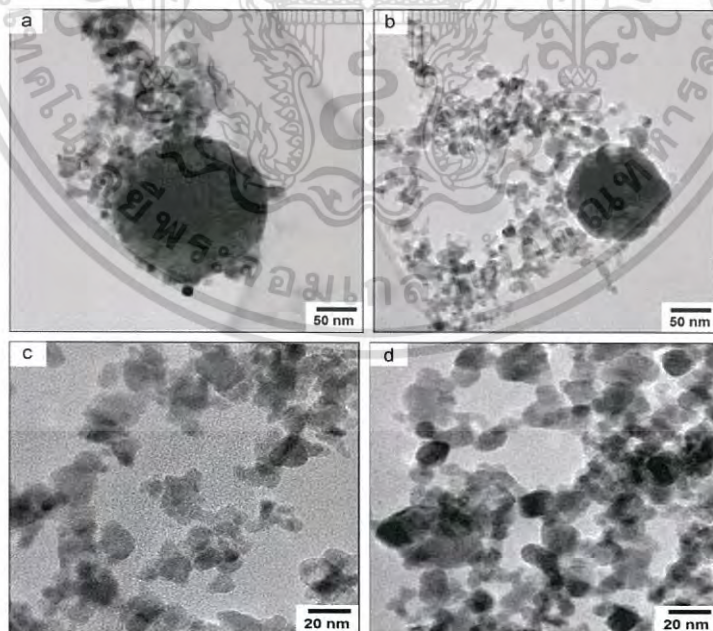
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 2.4 จะเห็นว่าอนุภาคทองบนวัสดุผสมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์กับกราฟีน ออกไซด์มีพื้นที่ผิวมากกว่าขนาดอนุภาคที่เล็กและการกระจายตัวที่ดีทำให้มีประสิทธิภาพสูง [31]



รูปที่ 2.25 ภาพ TEM ของ (a) Au : GO (b) Au : NiAl-LDH และ (c) Au : NiAl-LDH/RGO. [31]

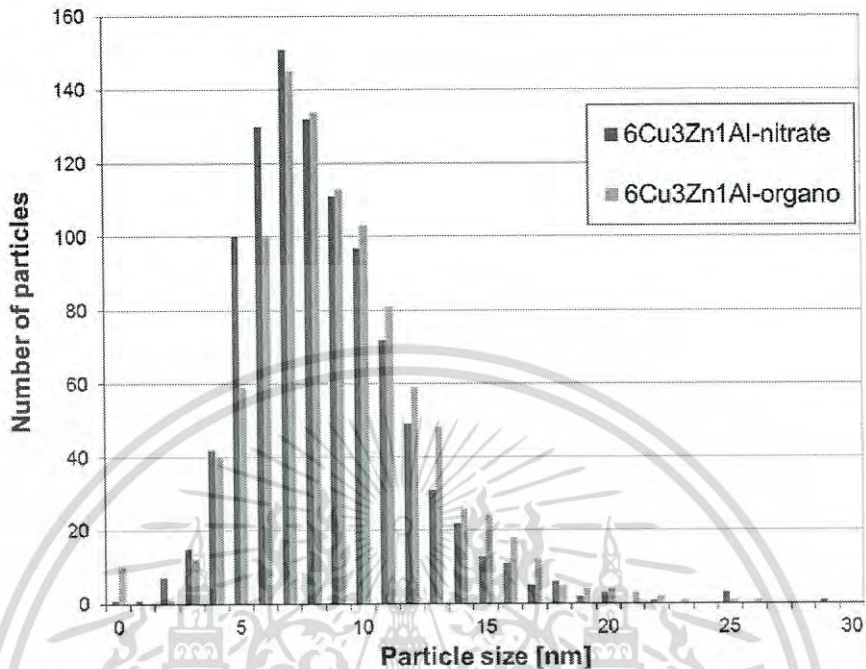
S. Lee และคณะ ได้ทำการศึกษาผลของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA สำหรับใช้ในการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ทางตรงด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame Spray Pyrolysis: FSP) โดยทำการสังเคราะห์ตัวเร่งดังกล่าวผ่านสารตั้งต้น 2 ชนิด ได้แก่ โลหะไนเตรท (Metal Nitrate) และโลหะอินทรีย์ (Organometallic) ที่อัตราส่วน 5Cu:4Zn:1Al เท่ากับ 6Cu:3Zn:1Al และ 7Cu:2Zn:1Al แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และทดสอบประสิทธิภาพการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์



รูปที่ 2.26 ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่อัตราส่วน 6Cu:2Zn:1Al เป็น (a) (c) 6Cu:3Zn:1Al-nitrate และ (b) (d) 6Cu:3Zn:1Al-organo [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาพ TEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคและผลจากเทคนิค EDS พบว่าอนุภาคเล็กประกอบด้วยคอปเปอร์และซิงออกไซด์ อนุภาคใหญ่ ๆ ประกอบด้วยอลูมิเนียมออกไซด์เป็นส่วนใหญ่



รูปที่ 2.27 แสดงการกระจายตัวของ 6Cu:3Zn:1Al-nitrate และ 6Cu:3Zn:1Al-organo [1]

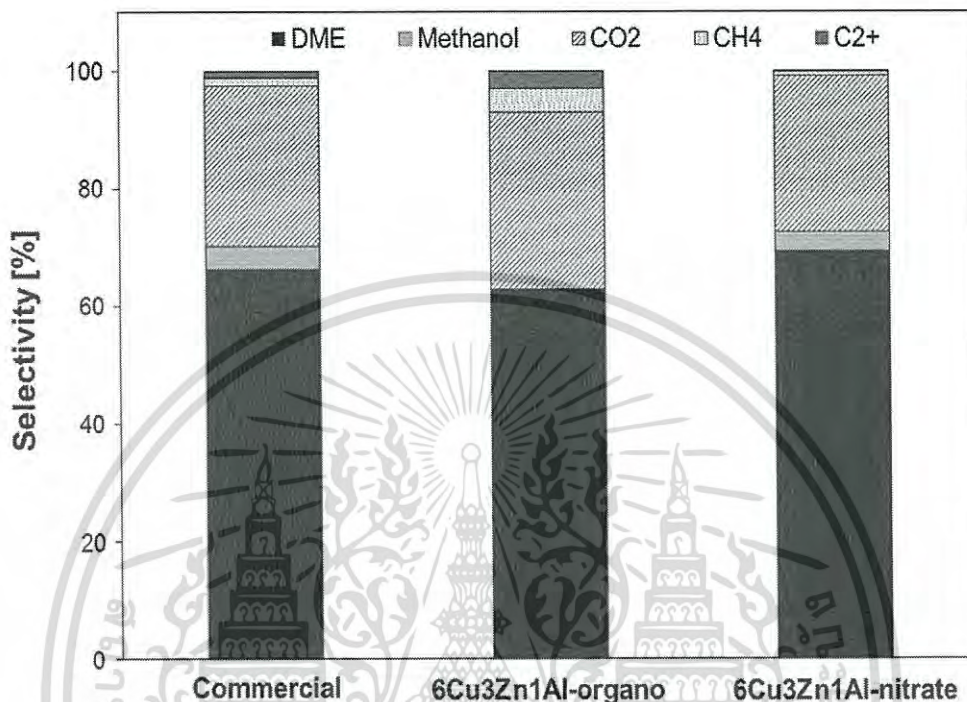
จากรูปที่ 2.27 พบว่าขนาดอนุภาคมีขนาดค่อนข้างคล้ายคลึงกัน สารตั้งต้นจึงมีผลต่อขนาดอนุภาคสารน้อย

ตารางที่ 2.5 แสดงอัตราส่วน CZA-nitrate และ CZA-organo ต่อพื้นที่ผิว ความสามารถในการดูดซับ N_2O และเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ CuO [1]

	BET surface area (m^2/g_{cat})	Cu surface area (m^2/g_{cat}) ^a	N_2O chemisorption capacity ($\mu mol/g_{cat}$)	CuO (wt%) ^b
5Cu4Zn1Al-nitrate	33.39	13.8	170	-
6Cu3Zn1Al-nitrate	41.04	18.6	226	63.4
7Cu2Zn1Al-nitrate	39.95	16.4	200	-
5Cu4Zn1Al-organo	54.00	8.6	104	-
6Cu3Zn1Al-organo	63.70	10.6	130	55.1
7Cu2Zn1Al-organo	60.77	7.0	86	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 2.5 พบว่าสารตั้งต้นโลหะอินทรีย์ให้พื้นที่ผิวตัวเร่งมาก แต่สารตั้งต้นโลหะไนเตรท ให้พื้นที่ผิวคอปเปอร์มากกว่า ทำให้มีค่าการเลือกเกิดเมทานอลดีกว่า นอกจากนี้จะพบว่าที่อัตราส่วน 7Cu:2Zn:1Al มีองค์ประกอบของคอปเปอร์มากกว่า 6Cu:3Zn:1Al แต่มีพื้นที่ผิวของคอปเปอร์น้อยกว่า

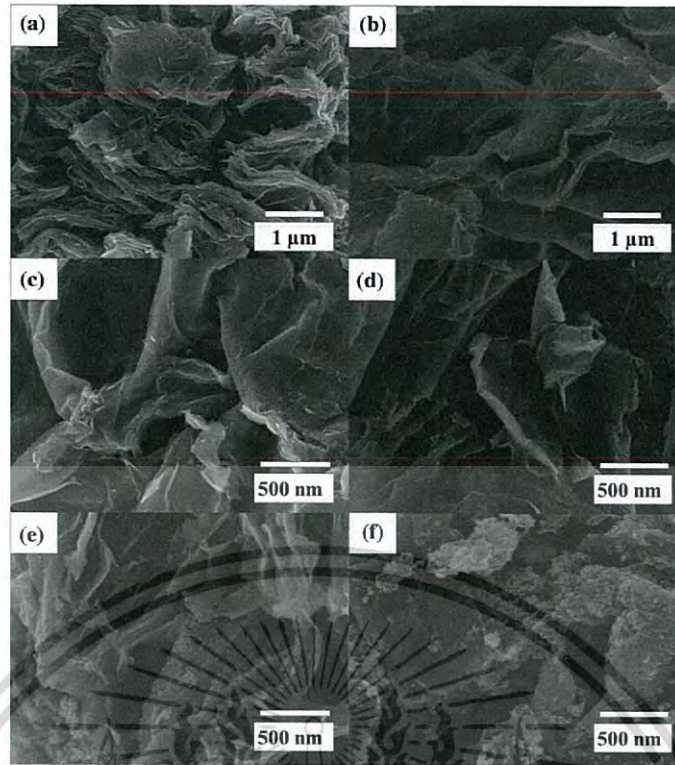


รูปที่ 2.28 การเลือกเกิดผลิตภัณฑ์ของตัวเร่ง CZA, 6Cu:3Zn:1Al-organo และ 6Cu:3Zn:1Al-nitrate. GHSV=900Nmlh⁻¹gcat⁻¹ 40 bar 260 °C. [1]

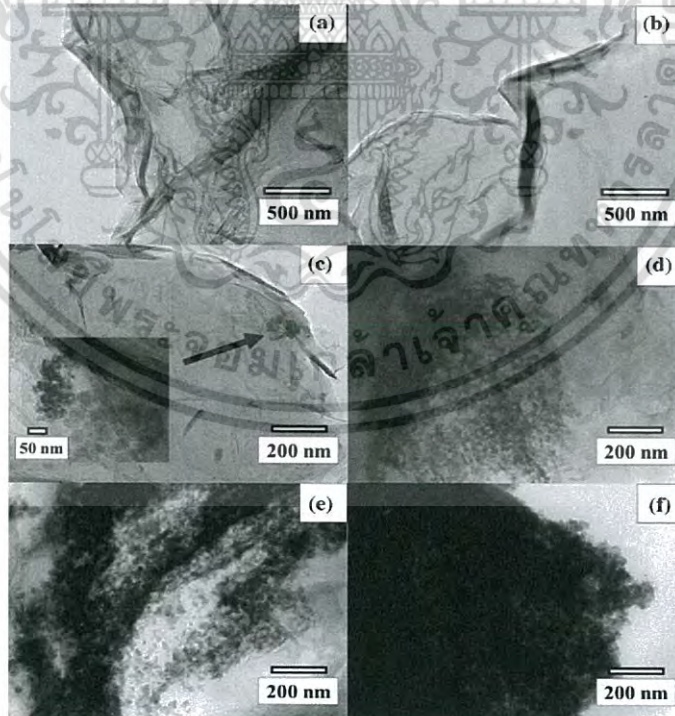
จากรูปที่ 2.28 พบว่าสารตั้งต้นโลหะไนเตรทมีค่าการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์สูงและค่าการเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงต่ำ จากงานวิจัยชิ้นนี้สรุปได้ว่าอัตราส่วน Cu:Zn เท่ากับ 2 เป็นอัตราส่วนที่เกิดตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสุดและการสังเคราะห์ตัวเร่งด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสเป็นวิธีที่รวดเร็วจึงเป็นทางเลือกที่ดีในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA [1]

v. Deerattrakul และคณะ ทำการผลิตเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Cu:Zn บนตัวรองรับรีดิทซ์กราฟีนออกไซด์ขนาดนาโนสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีการจุ่มชุบ (incipient wetness impregnation) ร้อยละของน้ำหนักโลหะคอปเปอร์ซึ่งเท่ากับ ร้อยละ 5CuZn:rGO 10CuZn:rGO 15CuZn:rGO 20CuZn:rGO และ 30CuZn:rGO แล้วนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเมทานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



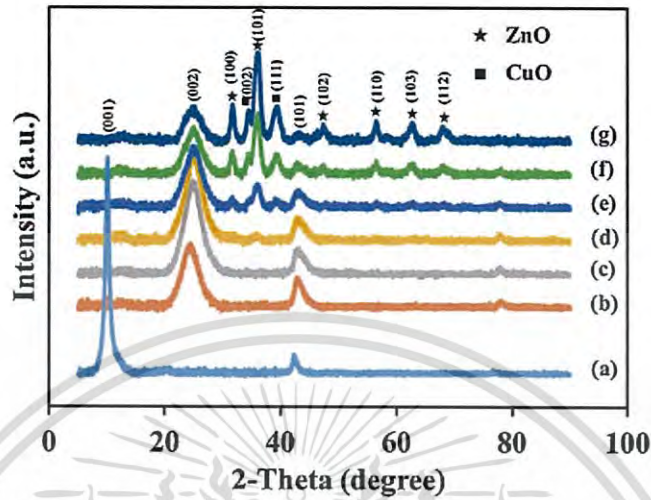
รูปที่ 2.29 ภาพ SEM ของ (a) rGO (b) calcined rGO (c) 5%CuZn:rGO (d) 10%CuZn:rGO (e) 20%CuZn:rGO และ (f) 30%CuZn:rGO. [32]



รูปที่ 2.30 ภาพ TEM ของ (a) rGO (b) calcined rGO (c) 5%CuZn:rGO (d) 10%CuZn:rGO (e) 20%CuZn:rGO และ (f) 30%CuZn:rGO [32]

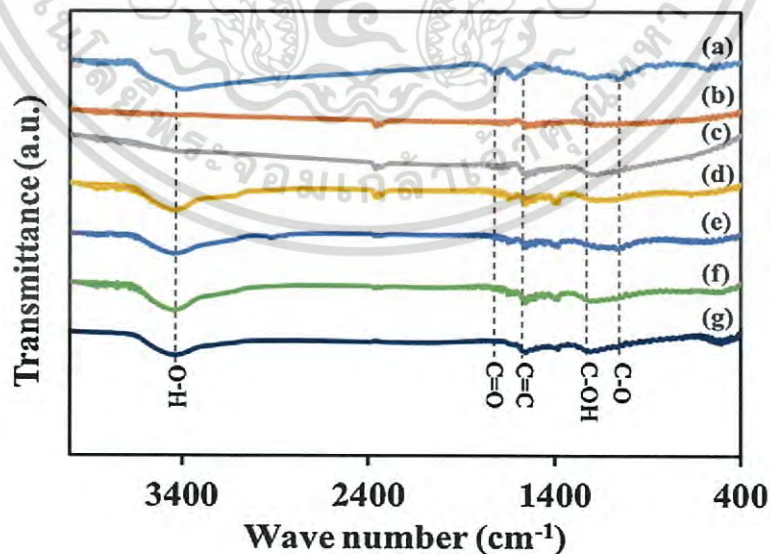
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพ SEM และ TEM พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโลหะคอปเปอร์ซึ่งจะมีการกระจายตัวบนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มากขึ้นและจะเกิดการเกาะกลุ่มกันเมื่อเพิ่มปริมาณโลหะคอปเปอร์ซึ่งมากขึ้น



รูปที่ 2.31 กราฟ XRD ของ (a) GO (b) rGO (c) calcined rGO (d) 5%CuZn/rGO (e) 10% CuZn/rGO (f) 20%CuZn/rGO และ (g) 30%CuZn/rGO [32]

จากรูปที่ 2.10 กราฟ XRD แสดงปริมาณโลหะคอปเปอร์ซึ่งเพิ่มขึ้นด้วยชั้นด้วยพีคของคอปเปอร์ออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ที่สูงขึ้นและพีคเอกลักษณ์ของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณโลหะคอปเปอร์ซึ่ง



รูปที่ 2.32 กราฟ FTIR ของ (a) GO (b) rGO (c) calcined rGO (d) 5% CuZn/rGO (e) 10% CuZn/rGO (f) 20%CuZn/rGO และ (g) 30%CuZn/rGO. [32]

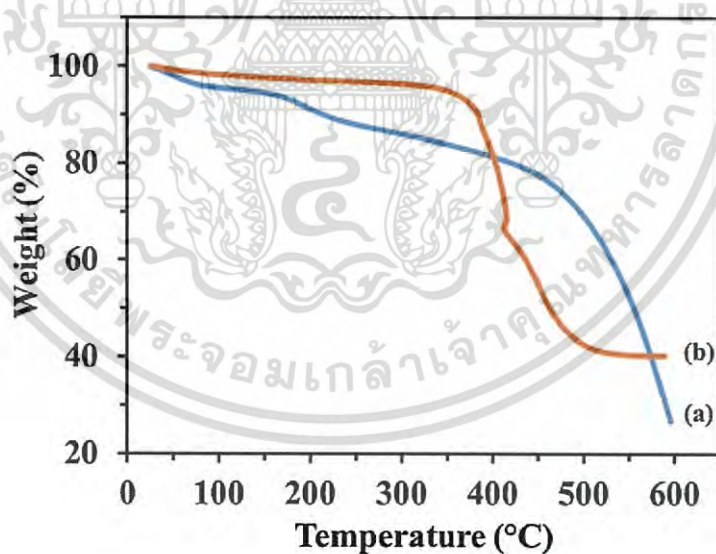
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.32 ผลจากเทคนิค FTIR ช่วยยืนยันโครงสร้างของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ที่เผาและตัวเร่งคอปเปอร์ซิงค์บนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

ตารางที่ 2.6 แสดงพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของตัวเร่งคอปเปอร์ซิงค์บนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ [32]

Sample	BET Surface Area ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	Pore Volume ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)	Average Pore Diameter (nm)
rGO	58	0.2589	4
rGO-calcined	117	0.5955	4
5%CuZn/rGO	66	0.2094	4
10%CuZn/rGO	83	0.2273	4
20%CuZn/rGO	41	0.1468	4
30%CuZn/rGO	42	0.1424	4

จากตารางที่ 2.6 พบว่าพื้นที่ผิวรีดิวซ์กราฟีนจากการทดลองมีค่าน้อยกว่าค่าจากทฤษฎี ($2630 \text{m}^2 \text{g}^{-1}$) เนื่องจากการซ้อนกันของแผ่นกราฟีนและมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อนำไปเผาจากการที่สิ่งปนเปื้อนกำจัดออกการใส่โลหะคอปเปอร์ซิงค์ช่วยลดการเกาะกลุ่มกันของแผ่นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ แต่สามารถเกิดการเกาะกลุ่มกันเองได้เมื่อใส่ในปริมาณมาก



รูปที่ 2.33 กราฟ TGA ของ (a) rGO และ (b) 30%CuZn/rGO. [32]

จากรูปที่ 2.33 กราฟ TGA พบว่าโลหะคอปเปอร์ซิงค์ไปลดอุณหภูมิสลายตัวของรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์จะเห็นว่าเริ่มเกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สามารถยืนยัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้ว่าการเผาตัวเร่งที่ 350 องศาเซลเซียสไม่เกิดการสลายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์บนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์

ตารางที่ 2.7 แสดงประสิทธิภาพการเกิดเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ 250 °C และ 15 bar (average over 5 h). [32]

Sample	CO ₂ conversion (%)	CH ₃ OH selectivity (%)	CO selectivity (%)	CH ₄ selectivity (%)	STY of CH ₃ OH (mg/g _{cat} h)
5%CuZn/rGO	14	2.8	69.2	11.1	220
10%CuZn/rGO	26	5.1	33.9	7.1	424
20%CuZn/rGO	19	8.5	55.9	15.0	244
30%CuZn/rGO	20	15.6	62.4	16.0	244

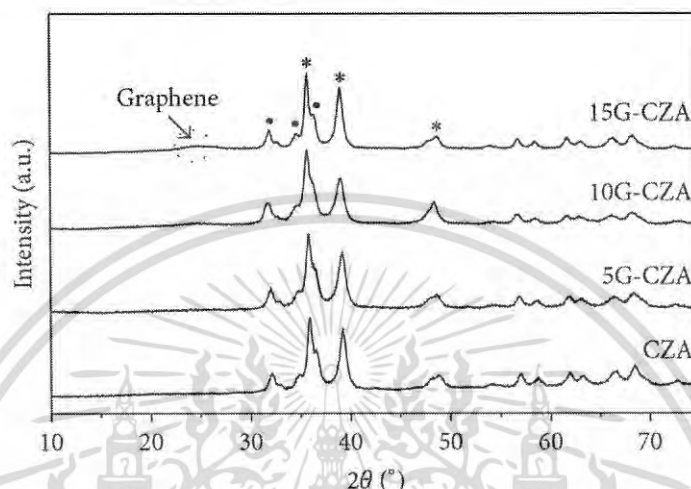
ตารางที่ 2.8 แสดงผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเกิดเมทานอลจากปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยตัวเร่งจากงานวิจัยอื่น ๆ [32]

Catalysts	CO ₂ Conv. (%)	STY _{CH₃OH} (mg/g _{cat} h)	Condition T (°C)/P (bar)	Reference
CuZnGa	15.8	135	270/30	[17]
Cu-ZnO/Al ₂ O ₃	9.4	11	250/20	[31]
Cu-Zn/SiO ₂	2.0	66	250/20	[37]
16%Pd _{0.1} Zn ₁ /CNTs	6.2	37	220/80	[50]
Cu-ZnO	11.2	9	250/30	[83]
Cu/ZnO/ZrO ₂	24.6	210	270/50	[84]
10Cu60Zn30	21.0	274	250/15	[85]
10%CuZn/rGO	26.0	424	250/15	This work

จากตารางที่ 2.7 และ 2.8 จะเห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ซิงค์บนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนที่รีดิวซ์กราฟีนที่ร้อยละโดยน้ำหนักโลหะคอปเปอร์ซิงค์เท่ากับ 10 เป็นอัตราส่วนที่ตัวเร่งคอปเปอร์ซิงค์บนตัวรองรับรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์มีประสิทธิภาพสูงที่สุดและเมื่อเทียบกับตัวเร่งจากงานวิจัยอื่นพบว่าให้ค่าผลได้ของเมทานอลสูงสุดเท่ากับ 424 มิลลิกรัมเมทานอลต่อกรัมตัวเร่งปฏิกิริยาต่อหนึ่งชั่วโมง โดยใช้ความดันต่ำที่สุด [32]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Z. J. Lui และคณะได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์และประสิทธิภาพของตัวเร่งกราฟีนที่ตกแต่งด้วย CZA เพื่อสังเคราะห์เมทานอลจากการดิงน้ำออกจาก CO₂ โดยสังเคราะห์ตัวเร่งดังกล่าวด้วยวิธีตกตะกอนร่วมระหว่างแผ่นกราฟีนขนาดนาโนและสารละลายผสมของคอปเปอร์ไนเตรท ซิงค์ไนเตรทและอลูมิเนียมไนเตรท โดยมีโซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน จากผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนแผ่นกราฟีนขนาดนาโนเพิ่มขึ้นทำให้ได้ตัวเร่งที่มีพื้นผิวมากขึ้นเนื่องจากแผ่นกราฟีนขนาดนาโนไปช่วยเพิ่มการกระจายตัวของ CZA [33]



รูปที่ 2.34 กราฟ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่างๆ : [*] CuO ; [-] ZnO [33]

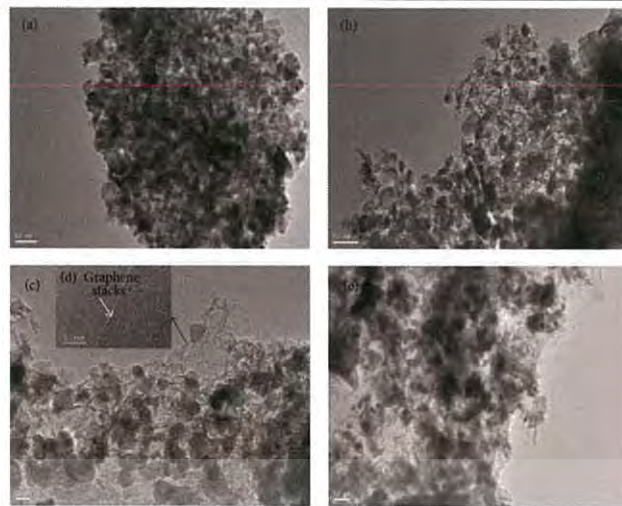
ผลจาก XRD พบว่าพีคเอกลักษณ์ของกราฟีนลดลงเมื่อเจือกราฟีนในปริมาณที่น้อยลงจากโครงสร้างกราฟีนที่ไม่สมบูรณ์เนื่องจากการกระจายตัวของโลหะออกไซด์บนกราฟีน ที่อัตราส่วน 10G:CZA เป็นอัตราส่วนที่มีการกระจายตัวของตัวเร่งโลหะออกไซด์ที่ดีที่สุดและมีพื้นผิวที่ว่องไวต่อปฏิกิริยามากที่สุดจึงเป็นอัตราส่วนที่ทำให้ตัวเร่งมากที่สุด ดังผลในตารางที่ 2.9 และรูปที่ 2.34

ตารางที่ 2.9 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่าง ๆ [33]

Catalysts	D _{Cu} (%)	MSA (m ² /g _{Cu})	Conversion of CO ₂ (%)	Selectivity of CH ₃ OH (%)	STY of CH ₃ OH (mg/g·h)
CZA	7.2	10.8	8.5	55.7	187
5G-CZA	8.2	11.7	12.1	59.9	287
10G-CZA	9.4	12.6	14.6	62.3	360
15G-CZA	7.7	11.3	12.3	57.7	281

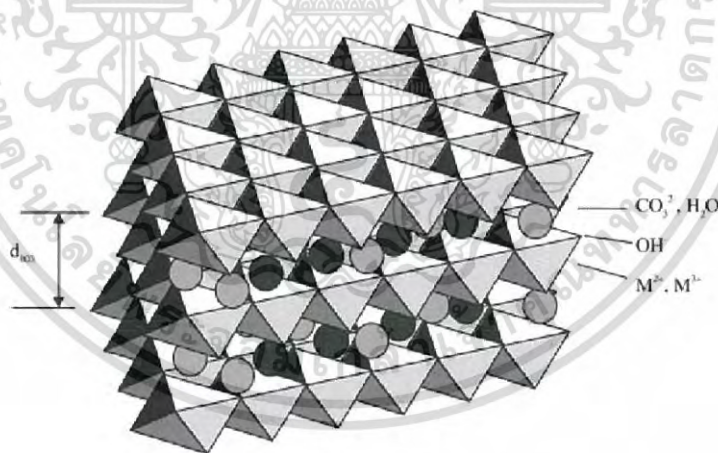
Reaction conditions: temperature = 250°C; pressure = 3.0 MPa; SV = 12000 ml/h·g_{catal}.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



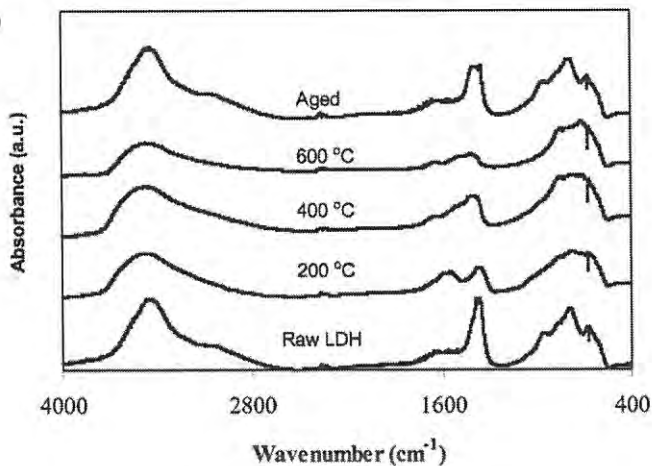
รูปที่ 2.35 ภาพ TEM ของ CuO-ZnO : Al₂O₃ ที่เจือด้วยกราฟีนอัตราส่วนต่างๆ (a) CZA (b) 5G:CZA (c) 10G:CZA (d) ภาพ HRTEM ของ 10G:CZA และ (e) 15G:CZA [33]

M. K. Ram และคณะได้ทำการศึกษาโครงสร้างและการเกิดใหม่ของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการจับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ โดยทำการตกตะกอนร่วมระหว่างสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท แล้วนำชั้นไฮดรอกไซด์ที่ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ตั้งแต่ 200 – 600 องศาเซลเซียส [36]

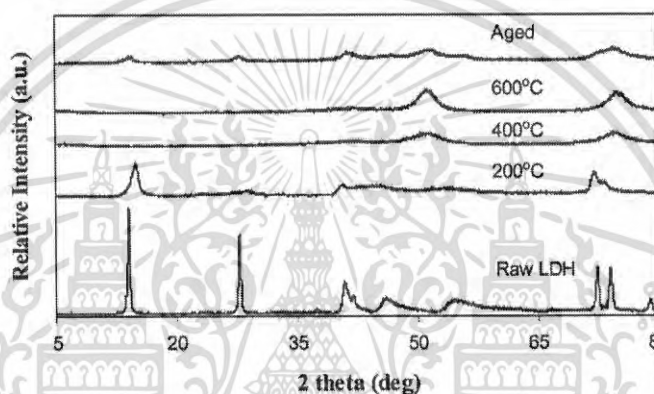


รูปที่ 2.36 ภาพจำลองโครงสร้างของชั้นไฮดรอกไซด์ Mg-Al-CO₃ [34]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

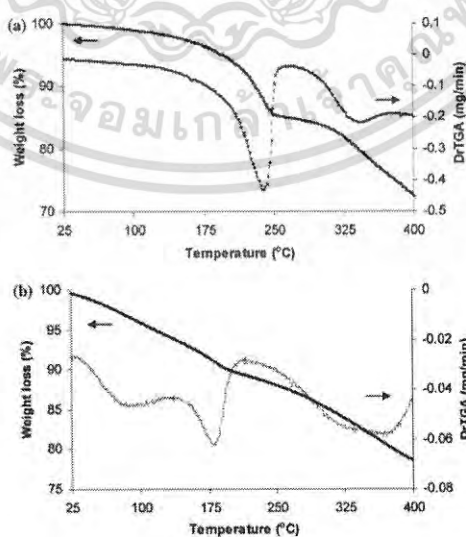


รูปที่ 2.37 กราฟ FTIR [34]



รูปที่ 2.38 กราฟ XRD [34]

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ XRD พบว่าชั้นไฮดรอกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิมากกว่า 400 องศาเซลเซียสไม่ปรากฏพีคของชั้นไฮดรอกไซด์และเกิดพีคของโลหะออกไซด์



รูปที่ 2.39 กราฟ TGA ของ (a) ชั้นไฮดรอกไซด์ก่อนเผา และ (b) ชั้นโลหะออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียสแล้วตั้งทิ้งไว้ 48 ชั่วโมง [34]

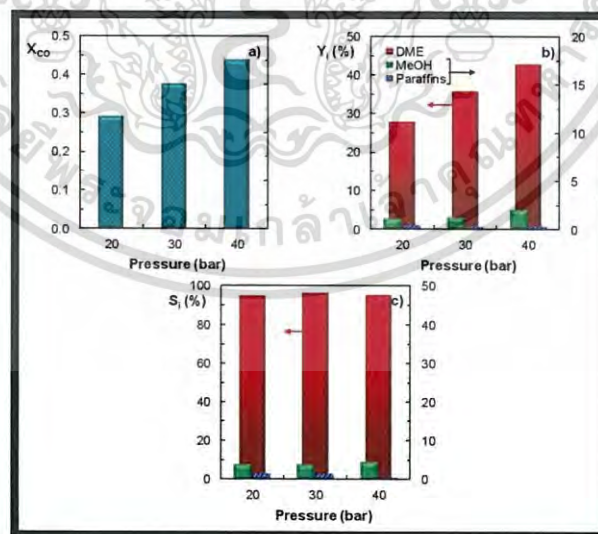
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.10 เปรียบเทียบร้อยละการหายไปของน้ำหนัก [34]

temperature range (°C)	species lost	weight loss (%)		
		raw LDH	aged LDO	fresh LDO
≤190	loosely held H ₂ O	4.63	9.68	0.27
190–280	–OH attached to Al and Mg	10.87	3.74	0.57
280–400	–OH attached to Mg and CO ₃ ²⁻	11	8.05	0.59
total		26.5	21.47	1.44

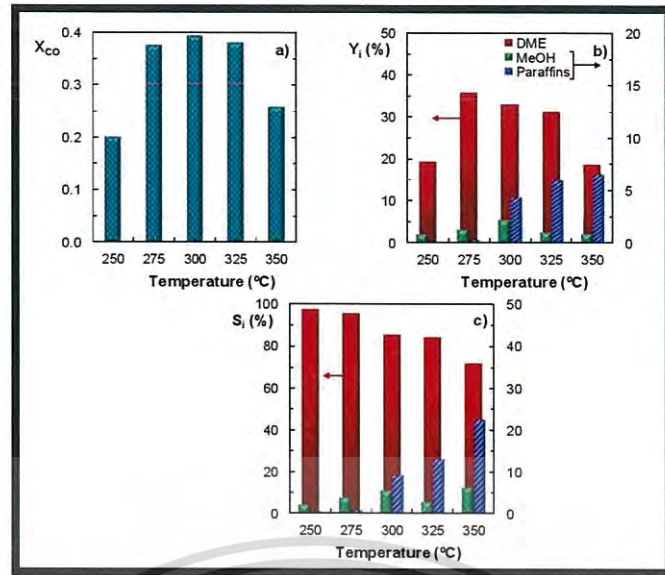
จากผลการวิเคราะห์ร้อยละการหายไปของน้ำหนักพบว่า ที่อุณหภูมิ 190-280 องศาเซลเซียสการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกไซด์ซึ่งจะเห็นว่าในชั้นไฮดรอกไซด์มีร้อยละการสลายตัวมากซึ่งส่งผลให้ค่าการดูดซับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลดลง และยังพบว่าชั้นโลหะออกไซด์สามารถเปลี่ยนกลับไปเป็นเลเยอร์ไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้องได้เมื่อสัมผัสกับอากาศหรือน้ำ [34]

A. Ateka และคณะได้ทำการศึกษาสภาวะการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ทางตรงด้วยตัวเร่ง CuO:ZnO:MnO/SAPO-18 โดยทำการสังเคราะห์ตัวเร่งโลหะออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมแล้วผสมทางกายภาพกับ SAPO-18 จากนั้นนำไปทดสอบที่อุณหภูมิและความดันต่าง ๆ พบว่า ที่ความดัน 40 บาร์อุณหภูมิ 275 องศาเซลเซียสเกิดไดเมทิลอีเทอร์มากแต่เกิดพาราฟินขึ้น ที่ความดัน 40 บาร์อุณหภูมิ 250 องศาจึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุด [35]



รูปที่ 2.40 แสดงผลการทดสอบที่ความดันต่าง ๆ (a) การแปลงของคาร์บอนมอนอกไซด์ (b) ร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์ และ (c) ความจำเพาะในการเกิดผลิตภัณฑ์ ที่ 275 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโมลาร์ H₂/CO เท่ากับ 3 [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.41 แสดงผลการทดสอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ (a) การแปลงของคาร์บอนมอนอกไซด์ (b) ร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์ และ (c) ความจำเพาะในการเกิดผลิตภัณฑ์ ที่ ความดัน 30 บาร์ อัตราส่วน โมลาร์ H_2/CO เท่ากับ 3 [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยเรื่องการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ผสมของ CZA ผสมกับกราฟีนออกไซด์ (GO) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation) เพื่อนำไปผลิตไดเมทิลอีเทอร์ (DME) งานวิจัยนี้มีสารเคมี แก๊ส อุปกรณ์ เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สาร การดำเนินงานวิจัยและการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนี้

3.1 สารเคมีและแก๊ส

สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัยการการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ผสมของ CZA ผสมกับ กราฟีนออกไซด์ (GO) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation) เพื่อนำไปผลิตไดเมทิลอีเทอร์ (DME) มีดังนี้

1. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเส (KMnO_4) Assay 9.95%, CARLO ERBA
2. ผงกราไฟต์ (Graphite Powder) Assay 99%, SIGMA-ALDRICH
3. โซเดียมไนเตรท (NaNO_3) Assay 96%, CARLO ERBA
4. กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Sulphuric acid) Assay 96%,QReD
5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) Assay 30%,SIGMA-ALDRICH
6. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) Assay 37%,CARLO ERBA
7. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water ; DI water)
8. น้ำกลั่น (High purity water)
9. อะลูมิเนียมไนเตรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) Assay 98%, Laboratory Reagent & Fine Chemicals
10. คอปเปอร์ไนเตรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) Assay 99.5%, Laboratory Reagent & Fine Chemicals
11. โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) Assay 99.5% - 100.5%, Laboratory Reagent & Fine Chemicals
12. ซิงค์ไนเตรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) Assay 98%, Laboratory Reagent & Fine Chemicals
13. แก๊สไนโตรเจน (N_2) Assay 99.99% ,Praxair (Thailand),Ltd.
14. แก๊สไฮโดรเจน (H_2) Assay 5.00% ในแก๊สไนโตรเจน (N_2), Praxair (Thailand),Ltd.
15. แก๊สสังเคราะห์ ($\text{H}_2 : \text{CO} = 1:1$) ,United industrial gases Co.,Ltd.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

16. ทรายควอตซ์ (Quartz Sand) ,Wako Pure Chemical Industries,Ltd.

3.2 อุปกรณ์การทดลอง

1. โกร่งบดสาร
2. ขวดก้นกลม
3. ขาตั้ง และแคลมป์จับ
4. Hot plate stirrer
5. ซ้อนตักสาร
6. หลอดหยด
7. วอเตอร์บาท
8. กระจกตวงปริมาตร 100 มิลลิลิตร
9. กระจกนาฬิกา
10. ปีกเกอร์ ขนาด 3000 ml
11. ปีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร
12. ปีกเกอร์ ขนาด 600 ml
13. ปีกเกอร์ ขนาด 250 ml
14. แฝงแก้ว
15. เครื่อง Sonochemist
16. เทอโมมิเตอร์
17. เตอบ
18. ขวดน้ำกลั่น
19. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
20. เครื่องปั่นกวน
21. ขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร
22. กรวยแยก
23. อ่างควบคุมอุณหภูมิ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

24. เครื่องวัดค่าความเป็นกรด - ด่าง
25. กระดาษกรองเบอร์ 2
26. ชุดอุปกรณ์การกรองแบบลดความดัน
27. คูชิเบิล
28. ตะแกรงร่อน
29. เครื่องอัดเม็ด
30. โกร่งบดสาร
31. ชุดเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง
32. โถดูดความชื้น
33. ฉนวนใยแก้ว (Glass wool)

3.3.เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สาร

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ; SEM) ผลิตโดยประเทศญี่ปุ่น รุ่น JEOL-JSM5800LV
2. วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ; EDS)) ผลิตโดยประเทศ อังกฤษ รุ่น Oxford ISIS 300
3. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analysis ; TGA) ผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo ประเทศ อเมริกา
4. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer ; XRD) ผลิตโดยบริษัท Phillips รุ่น X'Pert MPD ประเทศเนเธอร์แลนด์
5. ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectroscopy ; FT-IR) ผลิตโดยบริษัท Thermo Fisher Scientific Inc รุ่น Nicolet iS50
6. เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ; GC) ผลิตโดยบริษัท Varian รุ่นCP-3800

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

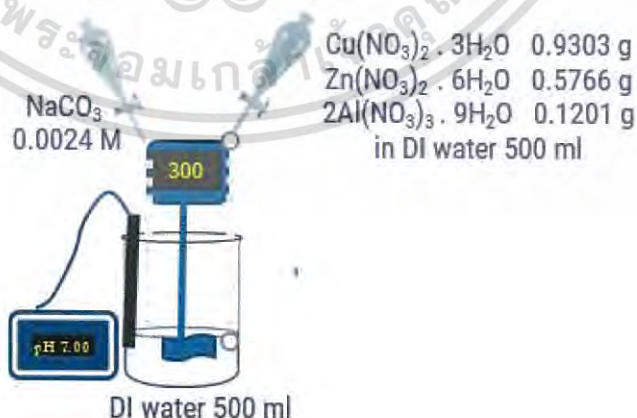
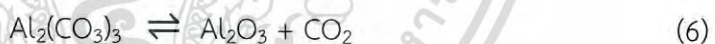
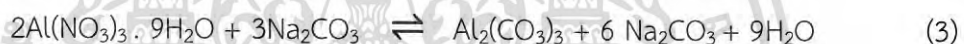
3.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์

ทำการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์โดยใช้กระบวนการปรับปรุงวิธีของฮัมเมอร์ (Modified Hummers method) เพื่อทำการออกซิไดส์กราฟไฟต์ด้วยกรด และโพแทสเซียมเปอร์แมงการเนส จากกลุ่มวิจัย ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ก็จะได้กราฟีนออกไซด์ จากนั้นนำไปโซนิเคชัน (Sonication) ในน้ำปราศจากไอออนเป็นเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำไปปั่นเหวี่ยงที่ 3000 รอบ/7นาที ก็จะได้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ในน้ำเข้มข้น 3.2 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร (mg/ml)

3.4.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA

การการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ผสมกับกราฟีนออกไซด์ (GO) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation) เพื่อนำไปผลิตไดเมทิลอีเทอร์ (DME) ใช้สัดส่วนโดยโมลของ Cu:Zn:Al คือ 6 : 3 : 1 ใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน โดยมีปฏิกิริยาดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.1 แสดงการจัดวางลักษณะการจัดวางอุปกรณ์ในการสังเคราะห์ CZA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ผสมกับกราฟีนออกไซด์ (GO) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation)

1. ชั่งคอปเปอร์ไนเตรต ชั่งซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต และชั่งอะลูมิเนียมไนเตรตไนเนไฮเดรตผสมกันตามตารางที่ 3.1 จากนั้น ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 500 มิลลิลิตร
2. ชั่งโซเดียมคาร์บอเนตตามตารางที่ 3.1 ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 500 มิลลิลิตร
3. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 1. และ ข้อ 2. เทใส่กรวยแยกปริมาตร 500 มิลลิลิตร แล้วนำมาตกตะกอนร่วม ในบีกเกอร์ขนาด 2,000 มิลลิลิตร ที่มีสารละลายกราฟีนออกไซด์อยู่ ซึ่งบีกเกอร์จะอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียส โดยใช้ pH meter วัดเพื่อควบคุม pH ไว้ที่ 7
4. พักตะกอนทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำมากรองแบบลดความดันและล้างตะกอน โดยใช้น้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
5. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้น นำไปเผาที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียส/นาที
6. จะได้ตะกอนสีดำซึ่งก็คือ CZA/GO และบดให้ละเอียดด้วยโกร่ง

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนและปริมาณของ CZA ต่อปริมาณ GO

อัตราส่วน	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}(\text{g})$	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}(\text{g})$	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}(\text{g})$	$\text{Na}_2\text{CO}_3(\text{g})$	GO(g)
10:1	0.9303	0.5766	0.1201	0.6794	1.0000
20:1	0.9303	0.5766	0.1201	0.6794	0.5000
30:1	0.9303	0.5766	0.1201	0.6794	0.3333

3.5 การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

1. นำตัวเร่งปฏิกิริยา CZA/GO มาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปอัดเม็ดโดยใช้เครื่องอัดเม็ด โดยมีความดัน 2,000 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ทิ้งไว้เป็นเวลาประมาณ 3 นาที
2. นำตัวเร่งปฏิกิริยา CZA/GO ที่อัดเม็ดแล้วมาบดด้วยโกร่ง
3. หลังจากบดตัวเร่งปฏิกิริยา CZA/GO แล้ว นำมาร้อนผ่านตะแกรงที่มีขนาด 500 ไมโครเมตร
4. สังเคราะห์ปฏิกิริยาไดเมทิลอีเทอร์โดยตรง โดยนำตัวเร่งปฏิกิริยา CZA/GO ที่ผ่านการร่อนแล้ว 0.5 กรัมมาผสมกับทรายควอตซ์ และอัดฉนวนใยแก้ว (Glass wool) ลงไปในคอลัมน์
5. นำคอลัมน์แพ็กลงไปเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. ขั้นตอนการทำปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง เริ่มจากนำแก๊สสังเคราะห์ (Syn gas) ไปตรวจวัดด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี
7. จากนั้นใส่แก๊สไนโตรเจน 99% เข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง
8. เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จนกระทั่งอุณหภูมิถึง 150 องศาเซลเซียส และคงอุณหภูมิให้คงที่ เป็นเวลา 30 นาที จนกระทั่งอุณหภูมิถึง 250 องศาเซลเซียส
9. ทำการเปลี่ยนแก๊ส จากแก๊สไนโตรเจนไปเป็นแก๊สไฮโดรเจน 5% ในแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
10. จากนั้นเปลี่ยนแก๊สเป็นแก๊สสังเคราะห์ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างไฮโดรเจนต่อคาร์บอนมอนอกไซด์ เท่ากับ 1:1 โดยมวลที่มีอัตราการไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อเริ่มสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ ประมาณ 6 ชั่วโมงและควบคุมความดัน 40 บาร์ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส
11. เก็บตัวอย่างแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีทุก ๆ 1 ชั่วโมง

3.6. การวิเคราะห์และการพิสูจน์เอกลักษณ์

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ; SEM) เพื่อศึกษาและวิเคราะห์พื้นผิวของ กราฟีนออกไซด์ LDH และ 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO ใช้กำลังขยาย 1000 5000 และ 10000 เท่า
2. วิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ; EDS) ซึ่งสามารถทำการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในเชิงปริมาณ คือการทดสอบแบบแผนที่ธาตุ (X-ray mapping) เพื่อดูการกระจายตัวของธาตุ
3. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analysis ; TGA) เพื่อศึกษาและวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของกราฟีน LDH ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO โดยให้พลังงานความร้อนที่อุณหภูมิ 50 – 700 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส/นาที
4. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer ; XRD) เพื่อศึกษาและวิเคราะห์การเกิดผลึกของกราฟีน LDH ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO โดยวัดมุม 2θ ตั้งแต่ 10° - 80° และอัตราการเร็วของการเคลื่อนที่ 0.02° /วินาที
5. พูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectroscopy ; FT-IR) เพื่อศึกษาและวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในกราฟีน LDH ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO
6. เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ; GC) เพื่อวิเคราะห์แก๊สองค์ประกอบและแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ได้ทำจากปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

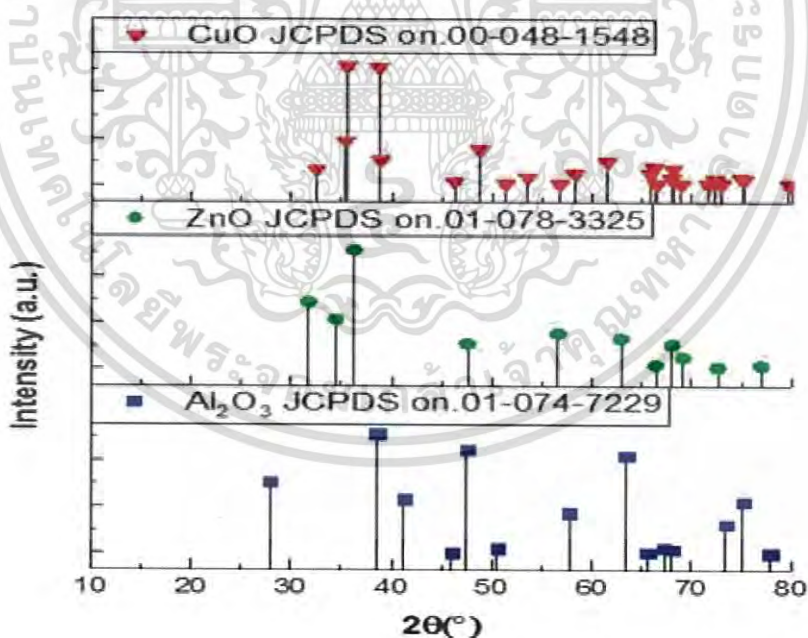
ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

4.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยา

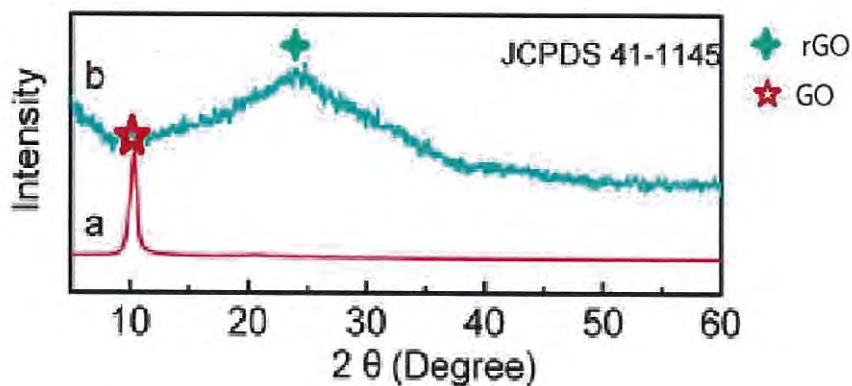
การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 5 แบบ คือ เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์คอปเปอร์ ซิงก์ อะลูมิเนียม (CuZnAl-LDH), คอปเปอร์ออกไซด์ซิงก์ออกไซด์อะลูมิเนียมออกไซด์ (CZA) ในอัตราส่วน 6:3:1 โดยโมล และคอปเปอร์ออกไซด์ซิงก์ออกไซด์อะลูมิเนียมออกไซด์ (CZA) ในอัตราส่วน 6:3:1 ผสมกราฟีนออกไซด์ (GO) ในอัตราส่วน 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO

4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction ; XRD)

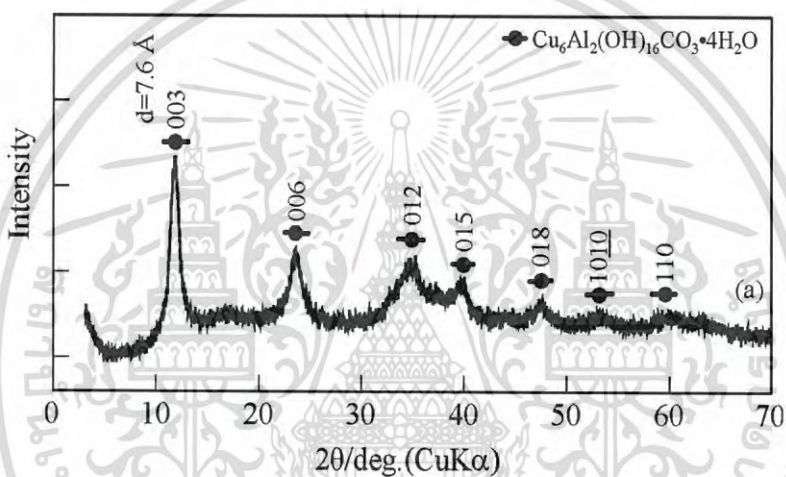
เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction ; XRD) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์สารประกอบในสารตัวอย่าง และศึกษารายละเอียดโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่าง โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer นอกจากนี้ XRD ยังสามารถยืนยันโครงสร้างของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ โดยเทียบกับโครงผลึกมาตรฐานของสารนั้น ๆ



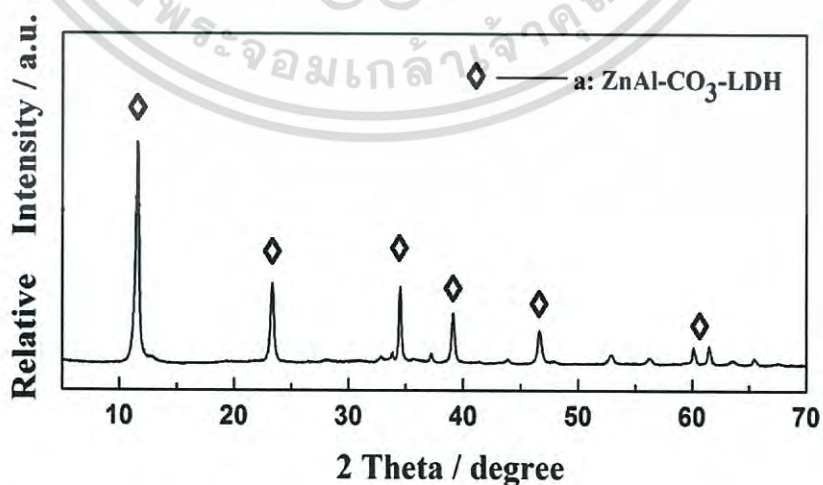
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO JCPDS on.00-048-1548) ซิงก์ออกไซด์ (ZnO JCPDS on.01-078-3325) และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃ JCPDS on.01-074-7229) [36]



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของ (a) กราฟีนออกไซด์ (b) รีดิวส์กราฟีนออกไซด์ (GO rGO JCPDS no.41-1145) [37]

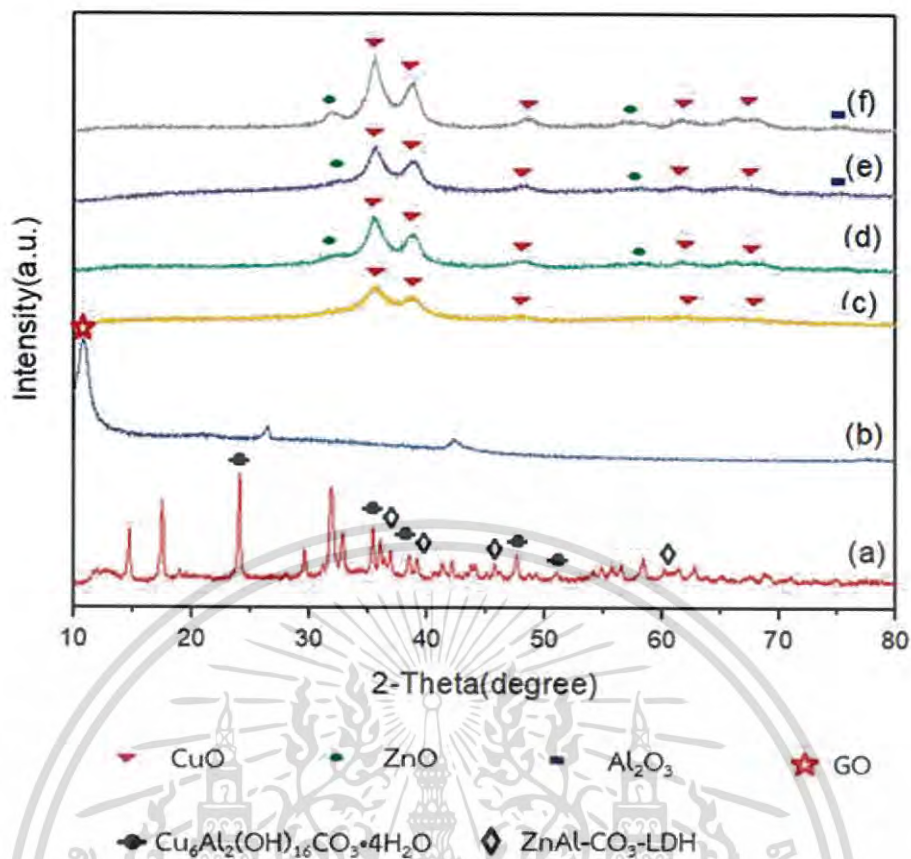


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Cu/Al-LDH) [38]



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของซิงค์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Zn/Al-LDH) [39]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

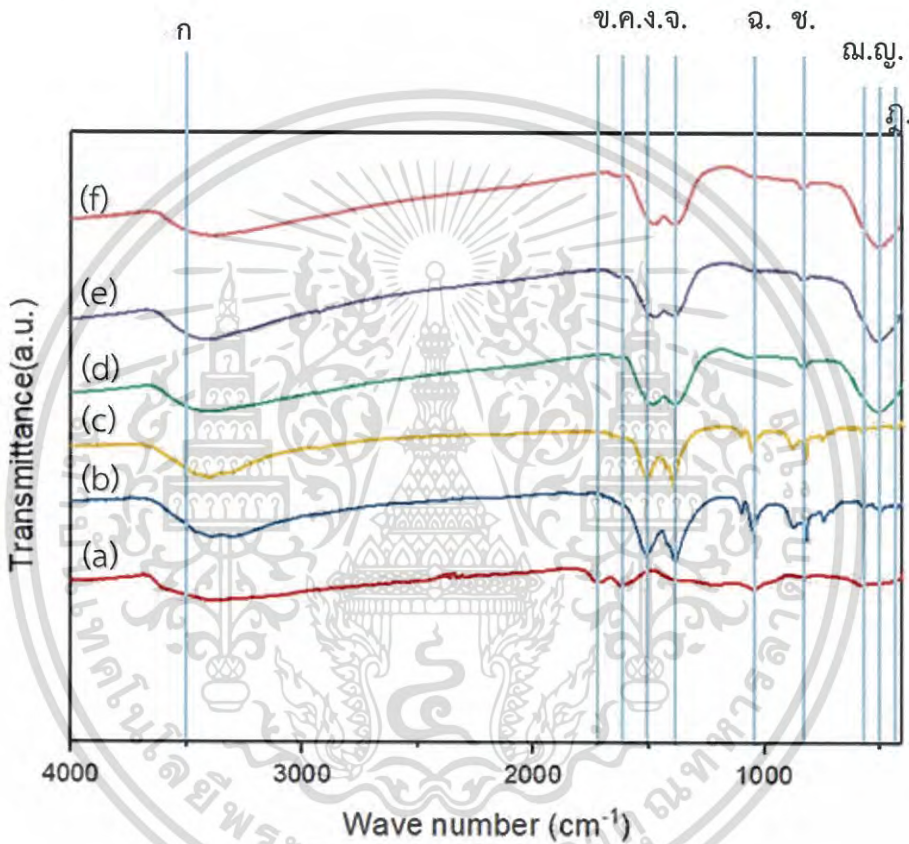


รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (a) LDH (b) GO (c) 10CZA : 1GO (d) 20CZA : 1GO (e) 30CZA : 1GO และ(f) CZA

จากรูปที่ 4.5 พบพีคของโครงสร้าง คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ที่ตำแหน่ง 2-Theta ต่าง ๆ ในกราฟ (c) (d) (e) และ (f) ที่ตำแหน่ง 35.5° 38.5° 48.5° 61.5° และ 68.5° ใกล้เคียงกับกราฟมาตรฐานคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO JCPDS on.00-048-1548) ในรูปที่ 4.1 และพบพีคของโครงสร้างซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่ตำแหน่ง 2-Theta ต่าง ๆ ในกราฟ (d) (e) และ (f) ที่ตำแหน่ง 33.5° 59.0° ใกล้เคียงกับกราฟมาตรฐานซิงค์ออกไซด์ (ZnO JCPDS on.01-078-3325) ในรูปที่ 4.1 ต่อมาพบพีคของโครงสร้างอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ที่ตำแหน่ง 2-Theta ในกราฟ (e) และ (f) ที่ตำแหน่ง 76.5° ใกล้เคียงกับกราฟมาตรฐานซิงค์ออกไซด์ (Al_2O_3 JCPDS on.01-074-7229) ในรูปที่ 4.1 กราฟ (b) พบพีคของกราฟีนออกไซด์ (GO) ที่ตำแหน่ง 10.5° ใกล้เคียงกับกราฟมาตรฐานกราฟีนออกไซด์ (GO rGO JCPDS no.41-1145) ในรูปที่ 4.2 ส่วนกราฟ (a) พบพีคของโครงสร้างของ Cu : Al-LDH ที่ตำแหน่ง 24.0° , 35.5° , 38.0° , 47.5° , 51.5° ใกล้เคียงกับกราฟตัวอย่างของ Cu:Al-LDH ในรูปที่ 4.3 และ Zn : Al-LDH ที่ตำแหน่ง 37.5° , 39.5° , 46.5° 61.0° ใกล้เคียงกับกราฟตัวอย่างของ Zn : Al-LDH ในรูปที่ 4.4 ซึ่งจะสังเกตได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ผสม GO ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่มีปริมาณของ GO มากขึ้นจะส่งผลให้ความเป็นผลึกลดลงเล็กน้อย ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา LDH เมื่อเผาแล้วจะกลายเป็น CZA โดยจะกลายเป็นโลหะออกไซด์เกือบทั้งหมด สังเกตได้จาก พีคของคอปเปอร์อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และ ซิงค์อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ เปลี่ยนไปเป็น คอปเปอร์ออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไซด์ และอะลูมิเนียมออกไซด์ แต่ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA มีความเป็นผลึกไม่มากนัก อาจเป็นเพราะ หลงเหลือคาร์บอนเนื่องจากเผาที่อุณหภูมิ 350°C ยังไม่มากพอที่จะทำให้คาร์บอนสลายตัวได้ ทั้งหมด คาร์บอนที่เหลืออยู่ จะเข้าไปแทรกระหว่างผลึกโลหะออกไซด์ ทำให้มีความเป็นผลึกต่ำกว่าปรกติ

4.1.2 ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared Spectroscopy; FT-IR)



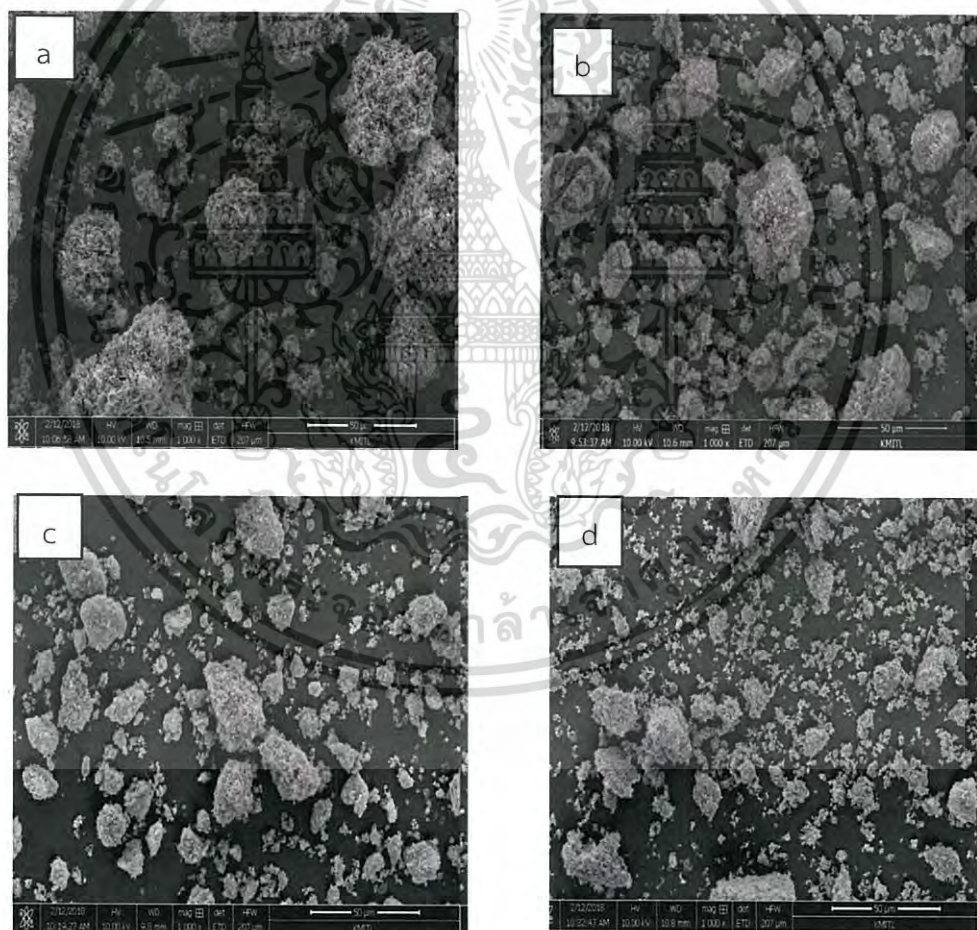
รูปที่ 4.6 อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) GO (b) LDH (c) CZA (d) 10CZA : 1GO (e) 20CZA : 1GO (f) 30CZA : 1GO

จากรูปที่ 4.6 พบตำแหน่งการสั่นของ (ก.) O-H 3500cm^{-1} (ข.) C=O 1750cm^{-1} (ค.) C=C 1650cm^{-1} (ง. และ จ.) CO_3^{2-} $1400\text{-}1500\text{cm}^{-1}$ (ฉ.) C-O 1100cm^{-1} (ช.) Al-O 850cm^{-1} (ฌ.) Cu-O 624cm^{-1} (ญ.) Cu-O และ Zn-O เกิดการซ้อนทับกัน 500 cm^{-1} และ (ฎ.) Zn-O 455cm^{-1} [40,41] เริ่มจาก GO เนื่องจาก GO เกิดจากการออกซิไดซ์แกรไฟต์แบบสุ่ม ทำให้เกิดหมู่ฟังก์ชันที่หลากหลาย เช่น ไฮดรอกซิล คาร์บอนิว คาร์บอกซิลิก เป็นต้น จึงพบพีคสำคัญคือ (ก.) (ข.) (ค.) และ(ฉ) และในการสังเคราะห์ LDH นั้นผู้วิจัยได้ใช้โซเดียมคาร์บอเนตในการช่วยตกตะกอน ทำให้ คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) เข้าไปแทรกระหว่างชั้นของ LDH และตัวเร่งปฏิกิริยา LDH เองมีโครงสร้างที่เต็มไปด้วยเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไฮดรอกไซด์ และสังเกตได้ว่าอะลูมิเนียมที่อยู่ใน LDH จะอยู่ในรูปของ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) ส่วน คอปเปอร์ และ ซิงค์ ยังมีบางส่วนอยู่ในรูปของออกไซด์อยู่ ทำให้พบพีคสำคัญคือ (ก.) (ง.) (จ.) (ฉ.) (ช.) (ฅ.) และ (ญ.) CZA ที่เกิดจากการนำ LDH ไปเผาที่อุณหภูมิ $350^{\circ}C$ ทำให้คาร์บอนลดลง แต่โลหะออกไซด์กลุ่มนี้ เมื่อทิ้งไว้ให้เย็นตัวในที่มีความชื้นเพียงเล็กน้อย จะมีหมู่ไฮดรอกซิลมาเกาะ ทำให้พบพีคสำคัญคล้ายกับ LDH คือ (ก.) (ง.) (จ.) (ฉ.) (ช.) (ฅ.) และ (ญ.) แต่จะต่างที่หมู่ไฮดรอกซิลจะมีปริมาณที่น้อยกว่า และการเติม GO ลงใน CZA พบว่า GO เข้าไปแทนที่คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-}) ในบางส่วนทำให้พีคของ CO_3^{2-} มีปริมาณที่ลดลง และพีคของ คอปเปอร์ ออกไซด์ และ ซิงค์ออกไซด์ที่เกิดการซ้อนทับกัน ทำให้พบพีคสำคัญได้แก่ (ก.) (ง.) (จ.) (ช.) และ (ญ.)

4.1.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาค (SEM)

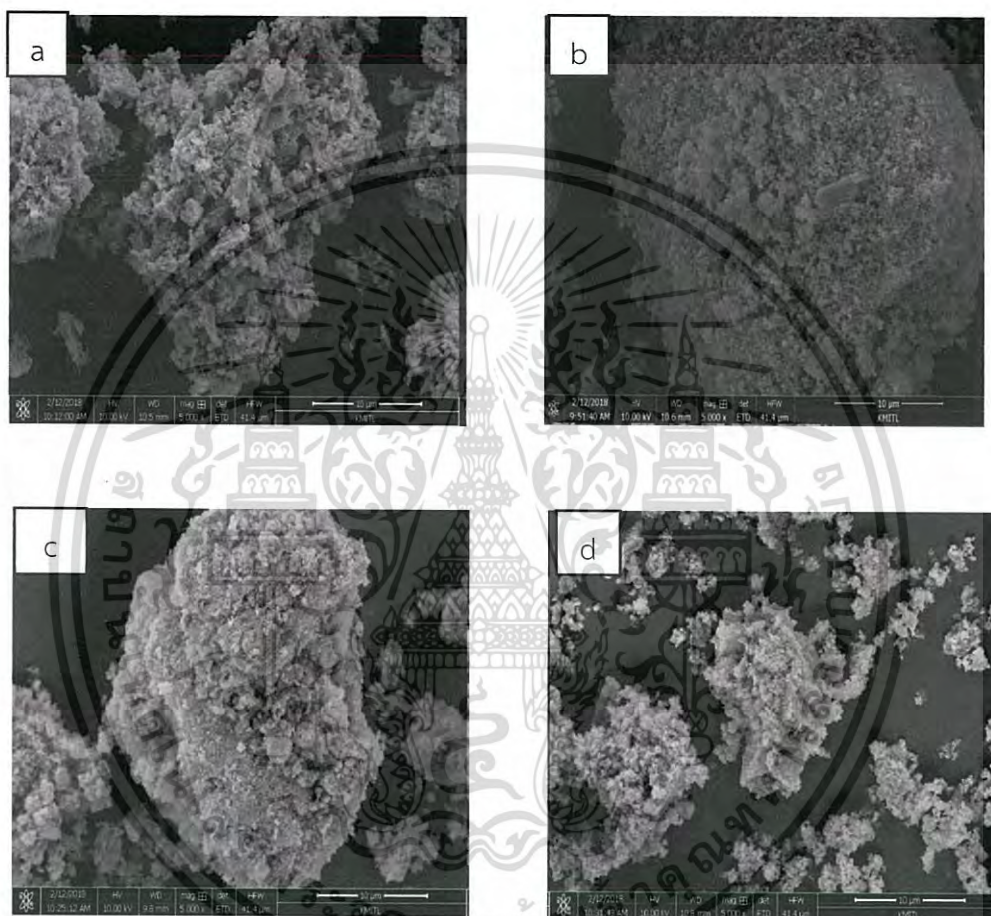
การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสามารถอธิบายลักษณะพื้นที่ผิว ขนาด และการกระจายตัวของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 4.7 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 1000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ (d) 30CZA : 1GO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

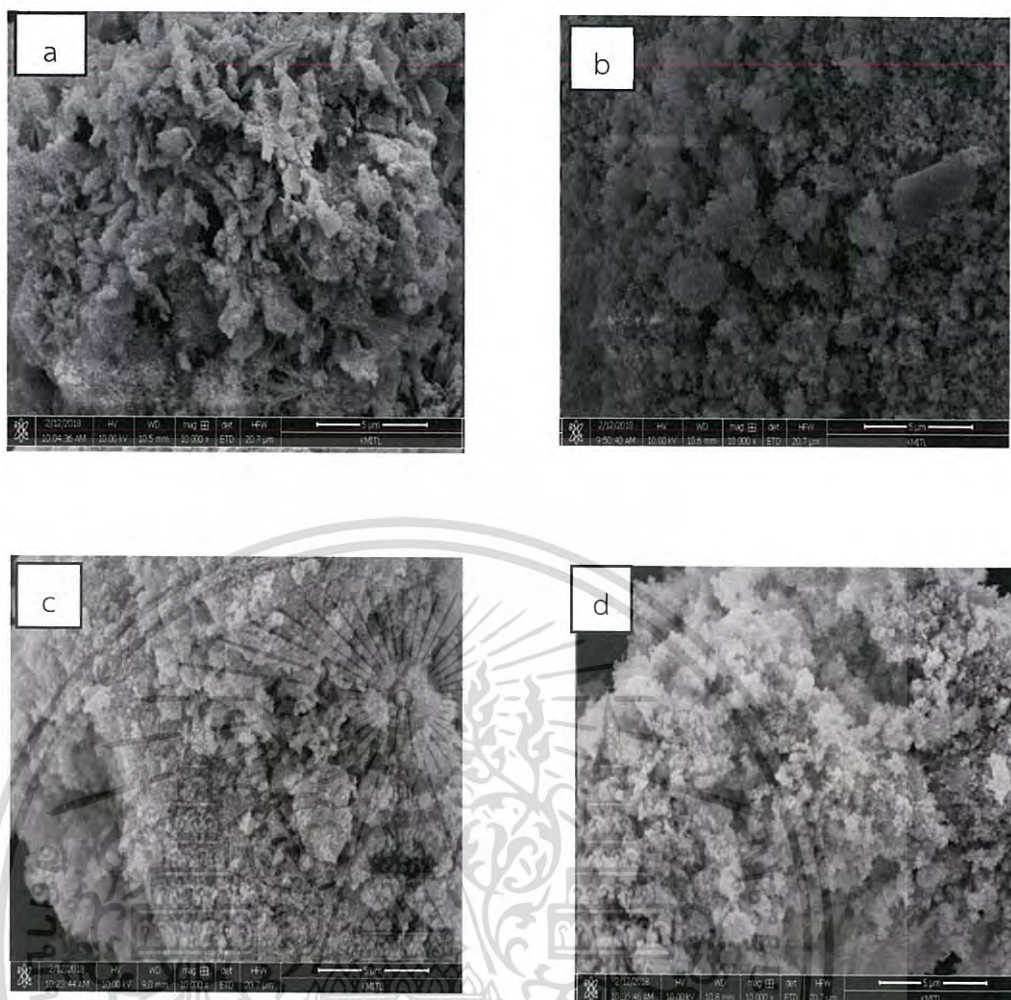
จากรูปที่ 4.7 อนุภาคของ (a) มีลักษณะเกาะกลุ่มกันและมีอนุภาคใหญ่ที่สุด รองลงมา เป็น (b) (c) และ (d) ตามลำดับ พื้นผิวของ (b) (c) และ(d) มีความขรุขระน้อยกว่า (a) เนื่องจาก LDH มีพื้นผิวที่เป็นบวก และตอนเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาตัวนี้ใช้ โซเดียมคาร์บอเนตในการช่วยตกตะกอน ทำให้มีคาร์บอเนตไอออนที่มีประจุลบเข้ามาแทรกระหว่างชั้นของ LDH ทำให้แต่ละแผ่นของ LDH เกาะติดกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อเจือจกราคาฟีนออกไซด์ที่มีพื้นผิวเป็นประจุลบและมีความเป็นระเบียบสูงเข้าไป GO จะเข้าไปแทรกระหว่างชั้นของ LDH ทำให้การกระจายตัวของอนุภาคและขนาดของอนุภาคเล็กลง ตามภาพ (b) (c) และ(d)



รูปที่ 4.8 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 5000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ(d) 30CZA : 1GO

จากรูปที่ 4.8 ลักษณะพื้นผิวของอนุภาค (a) และ (b) มีลักษณะขรุขระมากและมีช่องว่างหรือรูพรุนจำนวนมาก ส่วนลักษณะอนุภาคของ (c) และ (d) นั้นมีพื้นผิวค่อนข้างเรียบไม่มีรูพรุน และส่วนที่ยื่นที่แหลมเหมือน (a) ขนาดของอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา (d) จะมีขนาดเล็กที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

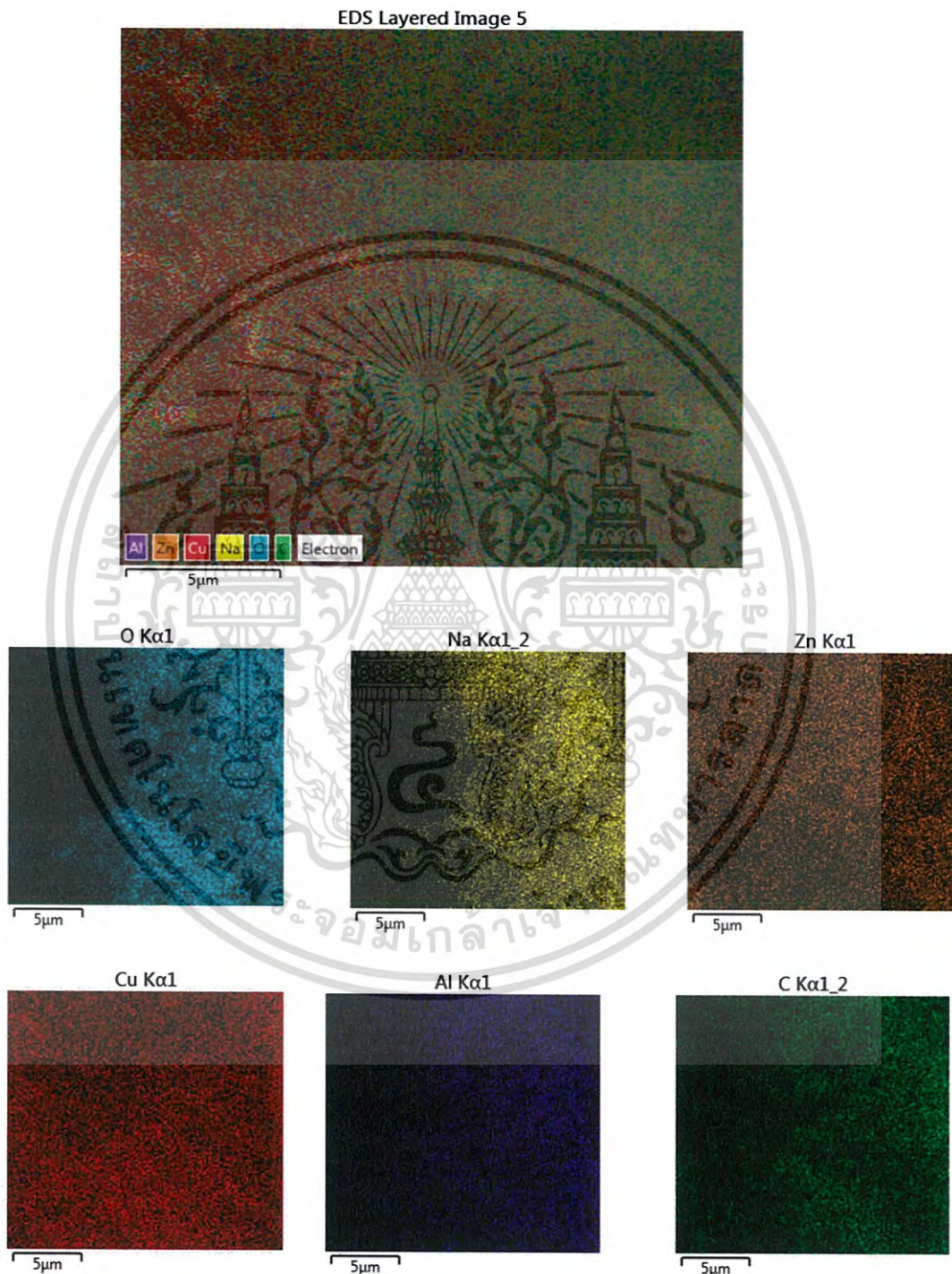


รูปที่ 4.9 รูปร่างสัณฐานวิทยากำลังขยาย 10000X เท่าของตัวเร่งปฏิกิริยา (a) LDH (b) 10CZA : 1GO (c) 20CZA : 1GO และ(d) 30CZA : 1GO

จากรูปที่ 4.9 เนื่องจากเป็นภาพถ่ายที่มีกำลังขยายสูงจะทำให้สังเกตเห็นพื้นผิวของอนุภาคได้ชัดเจนมากขึ้น ทำให้สังเกตได้ว่า พื้นผิวของอนุภาค (a) มีลักษณะเป็นแผ่นทรงสี่เหลี่ยมขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น มีพื้นผิวที่ขรุขระมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอื่น ๆ เนื่องจากว่า LDH มีความเป็นผลึกสูงและมีโครงสร้างเป็นแผ่นขนาดเล็กซ้อนทับกันจึงเกิดลักษณะของการซ้อนทับกันจนเป็นแท่งทรงสี่เหลี่ยมยื่นออกมาเป็นผิวขรุขระตามภาพ ส่วนพื้นผิวของอนุภาค (b) (c) (d) ที่เป็นวัสดุผสมที่มีความเป็นผลึกต่ำทำให้พื้นผิวและอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มกันและในบางพื้นที่ก็รวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันและมีพื้นผิวที่ขรุขระน้อยลักษณะเป็นอสัณฐาน อนุภาค (d) มีลักษณะแหลมคมกว่า (c) และ (d) เล็กน้อย เนื่องจากมีการเจือ GO ลงเป็นในปริมาณที่ต่ำที่สุดทำให้ยังคงความเป็นผลึกอยู่ในบางส่วน

4.1.4 การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวและองค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยาในระดับจุลภาค (EDS)

การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวและองค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสามารถอธิบายลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคและองค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยา



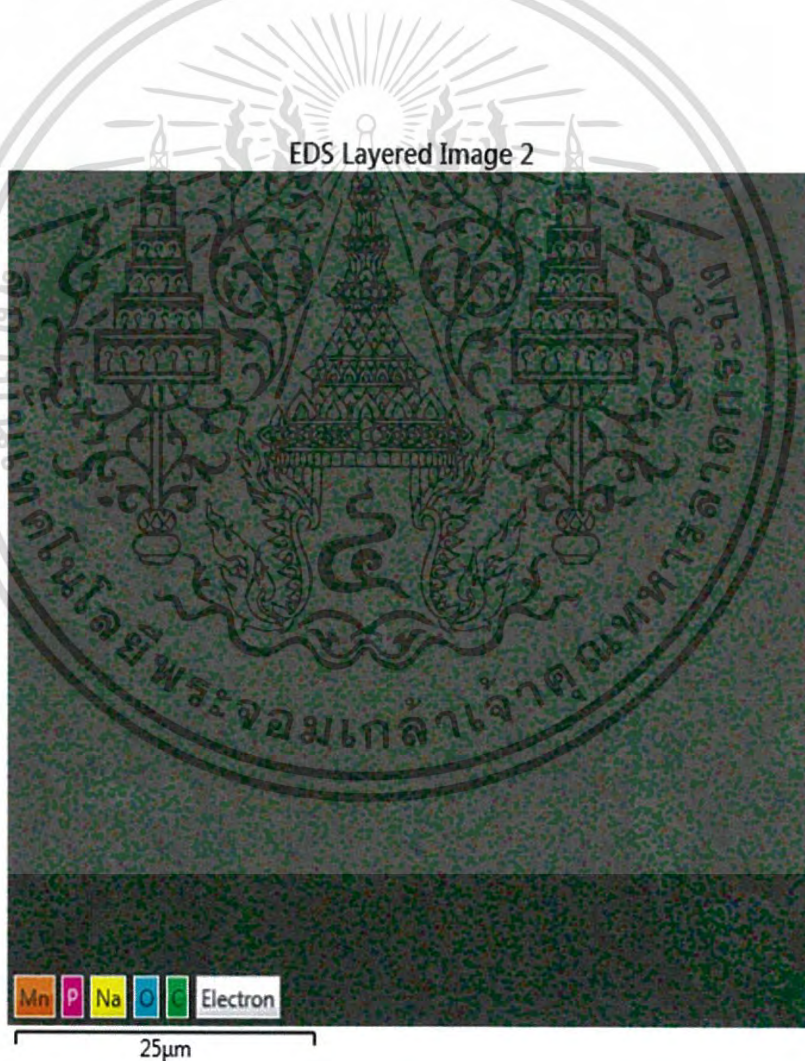
รูปที่ 4.10 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

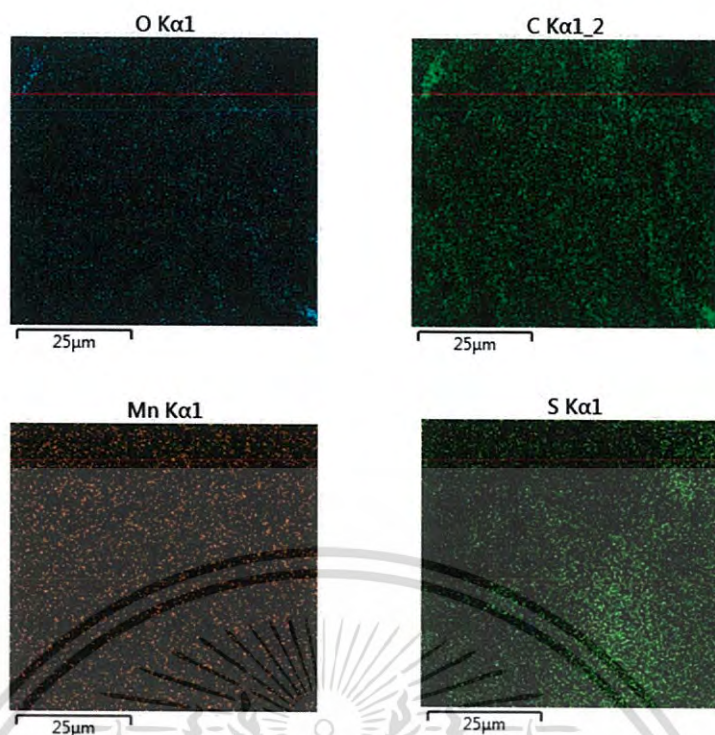
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH

Element	C	O	Na	Al	Cu	Zn	Total:
Wt%	14.35	48.42	0.75	1.33	20.23	14.91	100

จากรูป 4.10 และตารางที่ 4.1 พบองค์ประกอบธาตุสำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH ได้แก่ คาร์บอน ออกซิเจน อลูมิเนียม คอปเปอร์ และซิงค์โดยมีการกระจายตัวของธาตุเป็นอย่างดีไม่มีธาตุใดเกาะกลุ่มเป็นพิเศษที่ต่างจากตัวอื่น พบ คอปเปอร์ และ ซิงค์ทั่วทั้งพื้นที่ เนื่องจากฐานที่ใช้รองตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับวิเคราะห์ SEM เป็นคอปเปอร์และซิงค์ เมื่อ คำนวนอัตราส่วนของ Cu:Zn:Al แล้วจะได้อัตราส่วนโดยโมลคือ 6.4 : 4.4 : 1 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่เตรียมคือ 6 : 3 : 1 จึงคาดว่าอัตราส่วนของโลหะมีค่าใกล้เคียงกับอัตราส่วนที่เตรียม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



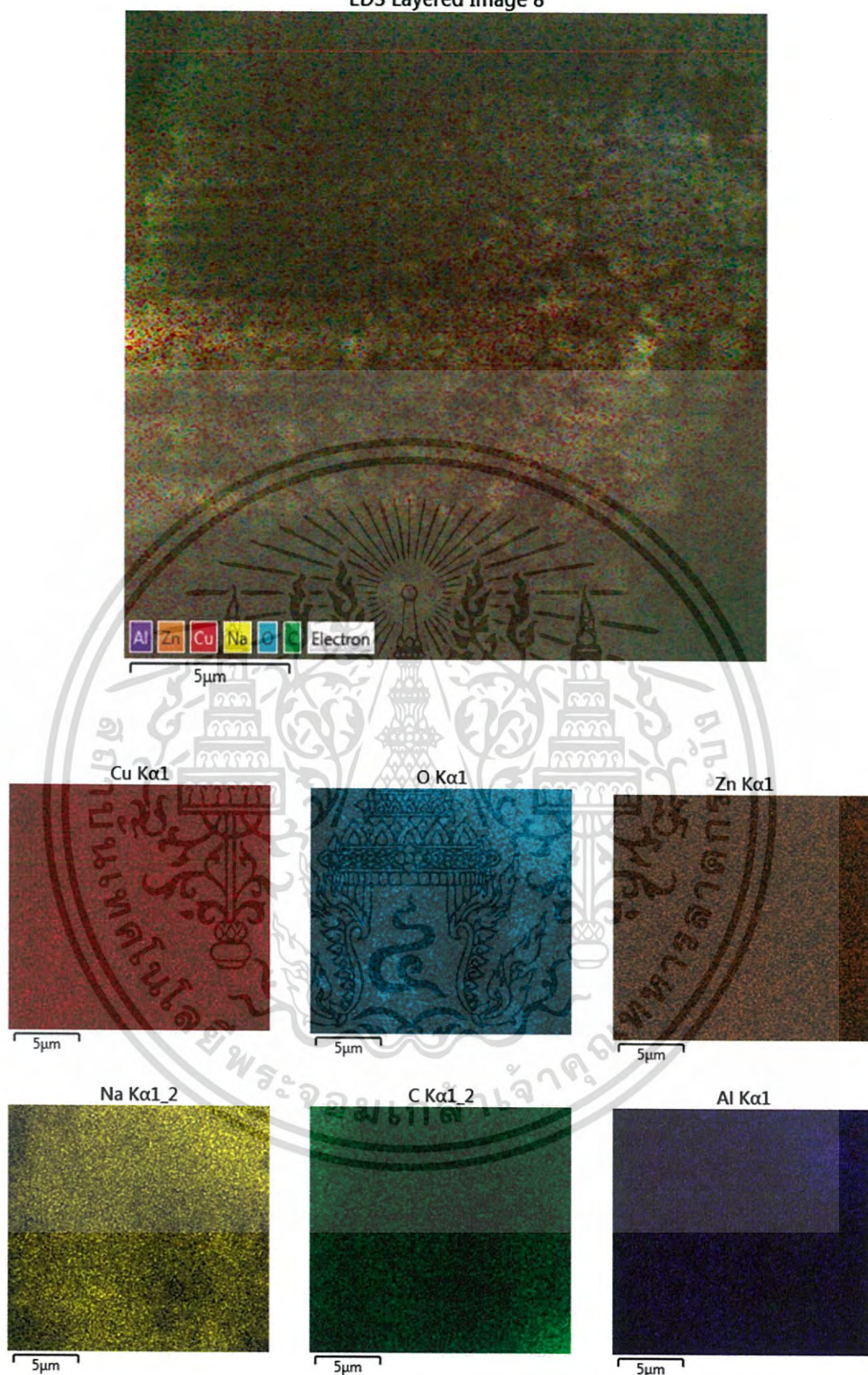
รูปที่ 4.11 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของสารตัวอย่าง GO

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบธาตุของ GO

Element	C	O	S	Mn	Total:
Wt%	26.37	71.33	0.34	1.96	100

จากรูป 4.11 และตารางที่ 4.2 พบองค์ประกอบธาตุสำคัญของกราฟีนออกไซด์ ได้แก่ คาร์บอน และ ออกซิเจน โดยมีการกระจายตัวของธาตุเป็นอย่างดี พบปริมาณซัลเฟอร์ และ แมงกานีสเล็กน้อย ที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาในการเตรียมกราฟีนออกไซด์ ส่วนของพื้นที่ GO ที่เป็นชั้นซ้อนกันจะพบปริมาณธาตุต่าง ๆ หนาแน่นเป็นพิเศษ

EDS Layered Image 8



รูปที่ 4.12 ภาพการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยา 20CZA : 1GO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบธาตุของ 20CZA : 1GO

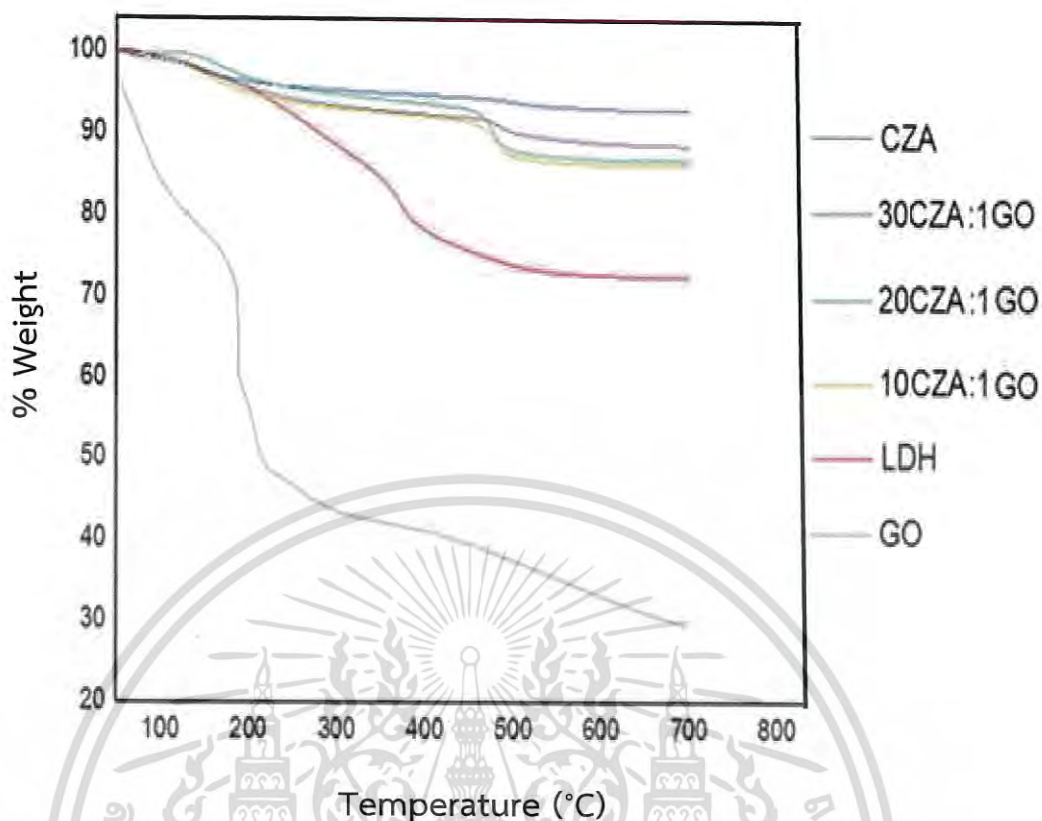
Element	C	O	Na	Al	Cu	Zn	Total:
Wt%	12.57	44.9	0.71	1.16	27.07	13.6	100

จากรูป 4.12 และตารางที่ 4.3 พบองค์ประกอบธาตุสำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA20 : 1GO ได้แก่ คาร์บอน ออกซิเจน อะลูมิเนียม คอปเปอร์ และซิงค์ โดยมีการกระจายตัวของธาตุเป็นปกติ พบโซเดียมที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาในการเตรียม 20CZA : 1GO ในปริมาณที่น้อยมาก เมื่อคำนวณอัตราส่วนของ Cu:Zn:Al แล้วจะได้อัตราส่วนโดยโมลคือ 9.9 : 6.9 : 1 ซึ่งต่างกับค่าที่เตรียมคือ 6 : 3 : 1 โดยอะลูมิเนียมมีปริมาณน้อยกว่าครึ่งหนึ่ง และซิงค์มีค่ามากกว่าเล็กน้อย คาดว่าการที่อะลูมิเนียมมีปริมาณที่น้อยในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานี้เป็นผลมาจากการที่สารตั้งต้นหรือ อะลูมิเนียมไนเตรดมีความชื้นสูงและซิงค์ในปริมาณที่น้อย ทำให้เกิดการคาดเคลื่อนได้มาก

4.1.5 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermal gravimetric Analysis, TGA)

การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนเพื่อวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของตัวเร่งเมื่อถูกนำไปใช้งานที่อุณหภูมิต่าง ๆ ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ที่ให้แผนภาพการสลายตัวทางความร้อนของสารตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 4.13

จากรูปที่ 4.13 และ จากการศึกษาลักษณะของแผนภาพการสลายตัวทางความร้อน พบว่า GO มีการสูญเสียน้ำหนัก 2 ช่วง ในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 100 – 300 °C เกิดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอย่างรวดเร็วจากโมเลกุลของน้ำในโครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจน เช่น หมู่ไฮดรอกซิล และหมู่อีพอกซี ช่วงการสลายตัวที่ 2 ที่อุณหภูมิ 300 – 700 °C เป็นการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนที่หลงเหลืออยู่และคาร์บอนในแผ่นกราฟีน จากกราฟ CZA ผสม GO มีการสลายตัว 2 ช่วงที่คล้ายกัน ในช่วงแรกเป็นการสลายตัวของโมเลกุลน้ำที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C ช่วงที่ 2 อุณหภูมิ 200 - 470 °C พบว่าเป็นการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิลที่เกิดจากตัวอย่างสัมผัสความชื้นในอากาศระหว่างการเก็บรักษาใน CZA และ CZA ผสม GO สำหรับ LDH เป็นการสลายตัวของหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างการเติมกราฟีนออกไซด์ลงไปจะทำให้เสถียรภาพทางความร้อนลดลง เนื่องจากกราฟีนออกไซด์สลายตัวในปริมาณมากได้ง่าย เนื่องจากกราฟีนมีส่วนประกอบของหมู่ฟังก์ชันที่หลากหลายและปริมาณมาก น้ำหนักส่วนใหญ่จะมาจากออกซิเจน เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้สลายตัว และกราฟีนออกไซด์ ก็มีความเป็นไปได้ที่จะเป็นรีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 350°C LDH จะสลายตัวมากกว่า CZA โดยจะสลายหมู่ไฮดรอกซิล และกลายเป็นโลหะออกไซด์ แต่ CZA ยังพบการสลายตัว อยู่เล็กน้อย อาจเป็นผลจากความชื้น และการเกาะตัวเกิดใหม่ของไฮดรอกซิล เมื่อทิ้งให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเย็นตัวในสภาวะที่มีความชื้น และ คาร์บอนที่หลงเหลือจากการเผาที่ 350°C

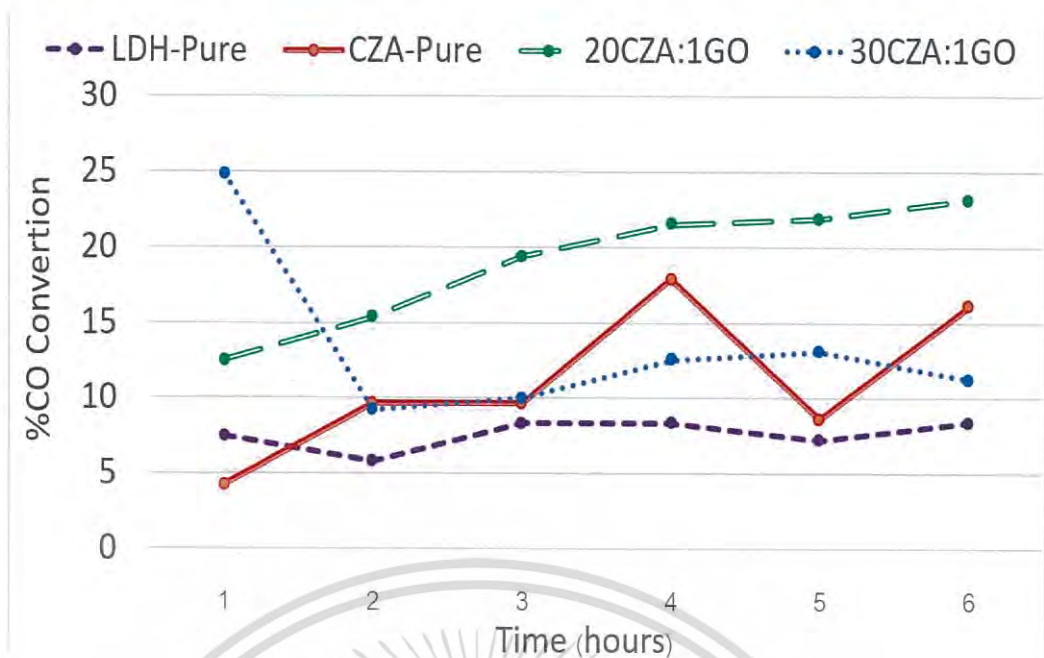


รูปที่ 4.13 กราฟ TGA ของ GO LDH CZA 10CZA : 1GO 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO

4.2 การศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

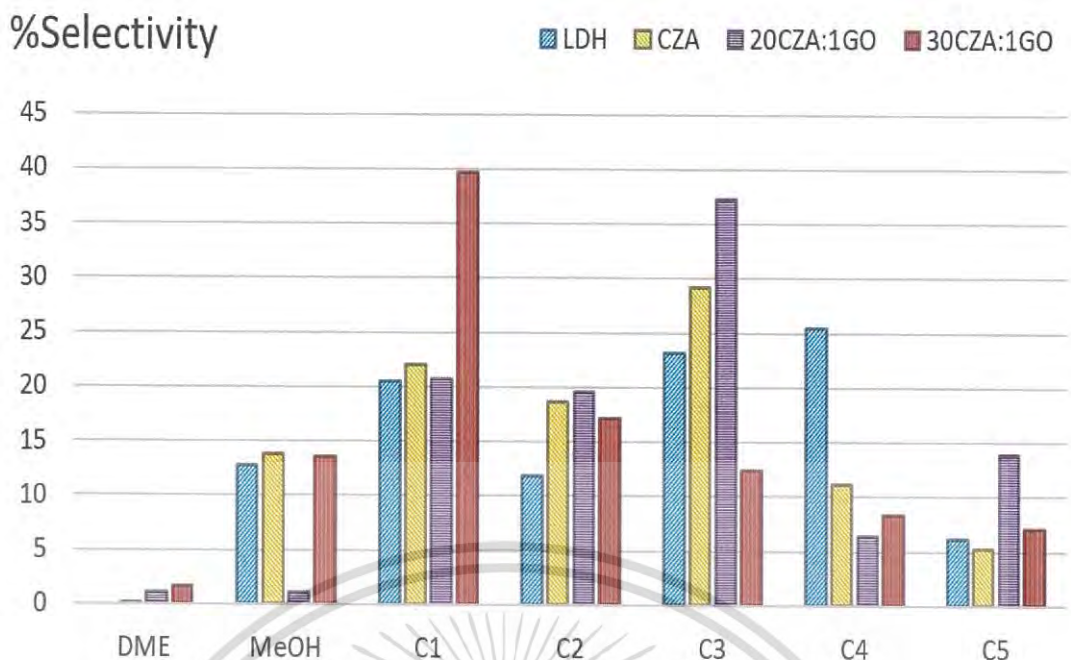
ในการทดสอบผลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed-bed Reactor) จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.5 กรัม ขั้นตอนการทดลองจะปรับสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแก๊สไนโตรเจน โดยจะเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 150 °C และคงสภาพไว้ 30 นาที จากนั้นจึงจะป้อนไฮโดรเจน 100 เปอร์เซ็นต์เข้าไปเพื่อรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาและเพิ่ม อุณหภูมิจนถึง 250 °C คงสภาพไว้ 2 ชั่วโมง Syngas ที่ใช้มีอัตราส่วนระหว่าง CO : H₂ เป็น 1 : 1 ใช้อัตราการไหลของ Syngas 1.2 ลิตรต่อชั่วโมง กักความดันในเครื่องปฏิกรณ์ที่ 40 บาร์ ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง โดยเก็บผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจวัดทุก ๆ ชั่วโมง โดยการวิเคราะห์จะสนใจปริมาณสารตั้งต้นที่เปลี่ยนไปและความจำเพาะของผลิตภัณฑ์ ทั้งเมทานอลที่เป็นผลิตภัณฑ์รอง และไดเมทิลอีเทอร์ที่เป็นผลิตภัณฑ์หลัก เมื่อทำปฏิกิริยาได้ผลิตภัณฑ์ออกมาจะนำไป ตรวจวิเคราะห์ด้วย Offline Gas Chromatography รุ่น CP-3800 ยี่ห้อ VARIAN โดยใช้คอลัมน์ CP-7538 ต่อกับ Thermal Conductivity Detector (TCD) เพื่อวิเคราะห์แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และอาร์กอน และคอลัมน์ HP-PLOT/Q ต่อกับ Flame Ionization Detector (FID) เพื่อวิเคราะห์ เมทานอล ไดเมทิลอีเทอร์ และไฮโดรคาร์บอนอื่น ๆ ตั้งแต่ C1 ถึง C6 และคาร์บอนไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 กราฟแสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH CZA 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO

จากรูปที่ 4.14 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีมีความสามารถในการทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีที่สุดคือ 20CZA : 1GO CZA และ 30CZA : 1GO ตามลำดับ ซึ่งมีความสามารถใกล้เคียงกันมากเพราะ 30CZA : 1GO มีปริมาณ GO ที่น้อยมากและมีองค์ประกอบของ CZA ที่เหมือนกันจึงทำให้ประสิทธิภาพไม่ต่างกันมากนัก แต่ CZA จะมีประสิทธิภาพมากกว่าเมื่อเวลาผ่านไป 4 ถึง 6 ชั่วโมง เพราะการเติมกราฟีนลงไปทำให้ 30CZA : 1GO มีเสถียรภาพทางความร้อนลดลง เมื่อใช้งานในสภาวะที่มีอุณหภูมิสูงก็จะเกิดการสลายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาบางส่วนจึงพบว่า CZA มีค่า %CO Conversion ที่สูงกว่าเล็กน้อย ตัวเร่งปฏิกิริยา LDH นั้นมีประสิทธิภาพต่ำที่สุด เนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มกันเองของอนุภาค ส่วนในช่วงชั่วโมงที่ 1 ของตัวเร่งปฏิกิริยา CZA30 : 1GO นั้นมีค่าต่างไปเนื่องมาจากขั้นตอนการกักความดัน ที่อาจเกิดความผิดพลาดของผู้วิจัย ที่ใช้เวลาในการเพิ่มความดันของเตาปฏิกรณ์มากกว่าปกติ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยา CZA30 : 1GO ในชั่วโมงที่ 1 มีเวลาทำปฏิกิริยามากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอื่น



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงค่าร้อยละการเกิดผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา LDH CZA 20CZA : 1GO และ 30CZA : 1GO

จากรูปที่ 4.15 พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ หรือ ไดเมทิลอีเทอร์ (DME) ที่เกิดขึ้นในการทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชนิดมีปริมาณที่น้อยมาก และได้แก๊สเชื้อเพลิงไฮโดรคาร์บอนชนิดมีเทน (C1) อีเทน (C2) โพรเพน (C3) บิวเทน (C4) และเพนเทน (C5) ในปริมาณมาก ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด 20CZA : 1GO มีความสามารถในการเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ (DME) ได้มากที่สุด เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันกับตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอื่น ซึ่งควรจะได้ปริมาณของ MeOH ที่ใกล้เคียงกัน แต่กลับพบ MeOH ในปริมาณที่น้อยมาก โดยคาดการณ์ว่า MeOH ถูกดีไฮเดรชันเป็น DME ไปแล้ว แต่เหตุที่พบ DME ในปริมาณที่น้อยนั้น เนื่องจาก DME ที่เกิดขึ้นอาจมีความว่องไวต่อ กราฟีนออกไซด์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันซ้ำอีกรอบกับ DME กลายเป็นไฮโดรคาร์บอนตัวอื่น ส่วนในตัวเร่งปฏิกิริยา LDH และ CZA ให้ผลต่างกันไม่มากนัก แต่เกิดปริมาณของแก๊สไฮโดรคาร์บอนอื่น ๆ จำนวนมากเช่นกัน เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใส่เข้าไปนั้น มีทั้งคาร์บอนมอนอกไซด์ และไฮโดรเจน จึงมีโอกาสเกิดไฮโดรคาร์บอนชนิดอื่น ๆ ได้เช่นกัน

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 สรุปผลจากการพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

จากผลของการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องมือต่าง ๆ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด คอปเปอร์ ออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ อะลูมิเนียมออกไซด์ (CZA) และ คอปเปอร์ออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ อะลูมิเนียม ออกไซด์ กราฟีนออกไซด์ (CZA : GO) ในอัตราส่วนต่าง ๆ ทั้งหมดมีโครงสร้างผลึกของ คอปเปอร์ ออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ อะลูมิเนียมออกไซด์จริง และการเติมกราฟีนออกไซด์ลงในตัวเร่งปฏิกิริยา CZA ส่งผลให้ความเป็นผลึกของ CZA ลดลง การเติมกราฟีนออกไซด์ (GO) เล็กน้อยจะช่วยเพิ่มการ กระจายตัวของอนุภาคให้ดีขึ้น แต่เมื่อเติม GO ในปริมาณมากขึ้น จะทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น เล็กน้อย CZA ที่ผสม GO ลงไปไม่พบพีคเอกลักษณ์ของ GO โดยผู้วิจัยคาดว่า GO ที่เติมลงไปเมื่อ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 350°C GO ทั้งหมดได้ถูกรีดิวซ์เป็น รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์ (rGO) ที่มีลักษณะ พีคที่ค่อนข้างกว้างและมีความเป็นผลึกต่ำ การกระจายตัวขององค์ประกอบธาตุต่าง ๆ ของตัวเร่ง ปฏิกิริยาทุกตัวมีการกระจายตัวที่ดีมาก แต่มีธาตุองค์ประกอบอื่น ๆ ที่ไม่ต้องการผสมอยู่ในปริมาณที่ น้อยมาก และอัตราส่วนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบางตัวเกิดการคลาดเคลื่อนเล็กน้อย เสถียรภาพ ทางความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด CZA และ CZA : GO ในทุกอัตราส่วนมีเสถียรภาพที่ดีเมื่อใช้ใน สภาวะที่มีอุณหภูมิไม่เกิน 400°C แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) จะสูญเสีย สภาพและเปลี่ยนแปลงไปเมื่ออยู่ในสภาวะที่มีอุณหภูมิ 200°C จึงไม่เหมาะสมต่อการใช้สังเคราะห์ได เมทิลอีเทอร์ (DME) ที่อุณหภูมิ 250°C

5.1.2 สรุปผลการใช้งานตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ (DME)

เมื่อนำแก๊สที่ได้จากการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ไปตรวจสอบด้วย แก๊สโครมาโตกราฟี (GC) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 20CZA : 1GO มีความสามารถในการเปลี่ยนแก๊ส CO เป็นผลิตภัณฑ์ได้มากที่สุด แต่ผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่ไม่ใช่ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ โดยจะได้แก๊ส อื่น ๆ ได้แก่ มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน และเพนเทน เป็นปริมาณมากแทน โดยคาดการณ์ว่า สภาวะการทำปฏิกิริยาไม่เหมาะสมกับการใช้ GO เป็นตัวเร่งในฝั่งกรดทำให้ DME ที่เกิดขึ้นเกิดการ ดีไฮเดรชัน กลายเป็นไฮโดรคาร์บอนชนิดดังกล่าว สังเกตจากการที่มีเมทานอล (MeOH) เกิดขึ้นจาก การทำปฏิกิริยาน้อยทั้งที่มีปริมาณ CZA ใกล้เคียงกัน และมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีกว่าควรจะ เกิด MeOH มาก ผู้วิจัยคิดว่า MeOH ที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาในฝั่งโลหะ ถูกเปลี่ยนไปเป็น DME โดย GO เกือบทั้งหมด จึงตรวจพบ MeOH ในปริมาณที่น้อย

จากการสังเคราะห์และทดสอบใช้งานตัวเร่งปฏิกิริยา สรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผู้วิจัยสังเคราะห์มาไม่เหมาะสำหรับการสังเคราะห์ DME เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมี DME น้อยเกินไป เหมาะแก่การสังเคราะห์ แก๊สไฮโดรคาร์บอนมากกว่า และ GO ที่เติมลงไปส่งผลให้ ความเป็นผลึกของโลหะออกไซด์ลดลง มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ตีมากขึ้น และเปลี่ยน MeOH เป็น DME ได้เมื่อมีปริมาณ GO มาก

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาสถานะที่เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยา หรือ สถานะที่ทำให้เลือกเกิดปฏิกิริยาที่ต้องการ
2. ตัวเร่งปฏิกิริยาในงานวิจัยนี้ควรใช้ในการสังเคราะห์แก๊สไฮโดรคาร์บอน
3. การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาควรเตรียมในปริมาณที่มากเพื่อที่จะทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนระหว่างช่วงให้น้อยลง และใช้สารเคมีในการเตรียมที่อยู่ในสภาพที่สมบูรณ์เท่านั้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] S. Lee, K. Schneider, J. Schuman, A. k. Mogalicherla, P. Pfeifer and R. Dittmeyer. 2015. "Effect of metal precursor on Cu/ZnO/Al₂O₃ synthesized by flame spray pyrolysis for direct DME production." Chemical Engineering Science. Volume 138. Pages 194-202.
- [2] P. S. Prasad, J. W. Bae, S.H. Kang, Y. J. Lee, K. W. Jun. 2008. "Single-step synthesis of DME from syngas on Cu-ZnO-Al₂O₃/zeolite bifunctional catalysts : The superiority of ferrierite over the other zeolites." ScienceDirect. Volume 89. Pages 1281-1286.
- [3] S. H. Kang, J. W. Bae, K. W. Jun, H. S. Potdar. 2008. "Dimethyl ether synthesis from syngas over the composite catalysts of Cu-ZnO-Al₂O₃/Zr-modified zeolites." Catalysis Communications. Volume 9. Pages 2035-2039.
- [4] R. D.Beka, M. F. G. Ribeiro, A. Fernandes, M. Motaka. 2015 "Dehydration of methanol to dimethyl ether over modified vermiculites." ScienceDirect. Volume 18. Pages 1211- 1222.
- [5] วิศณุสรณ์ ชาติอารยะวดี. 2556. กราฟีน ตอนที่ 1: การสังเคราะห์คาร์บอนรูปแบบใหม่. วารสารนครสวรรค์ปีที่ 6 . หน้าที่ 1-23. [Online]. Available :<http://tcithaijo.org/index.php/journalup/article/> .เข้าถึงเมื่อ 5 มกราคม 2561.
- [6] ธวัชชัย จอมแสง. 2558. การศึกษาสารประกอบไดเมทิลอีเทอร์ เพื่อใช้ทดแทนก๊าซปิโตรเลียมเหลวในประเทศไทย. [Online]. Available : <http://tujournals.tu.ac.th/tsti/detailart.aspx?ArticleID=724>. เข้าถึงเมื่อ 8 มกราคม 2561.
- [7] สถาบันพลาสติก. 2558. ไดเมทิล อีเทอร์ (DIMETHYL ETHER). [Online]. Available : http://asp.plastics.or.th:8001/Article_Detail.aspx?id=80. เข้าถึงเมื่อ 8 มกราคม 2561.
- [8] เมทานอล.2560 [Online]. Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B9%80%E0%B8%A1%E0%B8%97%E0%B8%B2%E0%B8%99%E0%B8%AD%E0%B8%A5>. เข้าถึงเมื่อ 8 มกราคม 2561.
- [9] กมลทิพย์ ภูเจริญและคณะ. "การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ (CZA) และซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 เจือโครเมียม เพื่อใช้ในกระบวนการผลิต DME". วิทยานิพนธ์ ภาควิชาเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2558
- [10] ประพันธ์ คูชลธรา. 2551. เชื้อเพลิงสังเคราะห์จากกระบวนการเคมีความร้อน. [Online]. Available : <http://www.vcharkarn.com/varticle/37774>.เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม 2561.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] กลุ่มพัฒนามาตรฐานน้ำมันเชื้อเพลิง สำนักคุณภาพน้ำมันเชื้อเพลิง. 2554. ไดมethylอีเทอร์. [Online] Available : http://www.doeb.go.th/knowledge/data/1Dimethyl_Ether.pdf. เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม 2561.
- [12] กราฟีน. 2559. [Online]. Available : <https://sites.google.com/site/graphenewebsite/graphenewebsite/>. เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม 2561.
- [13] วิศณุสรรค์ ขาติอารยะวดี. 2556. กราฟีน ตอนที่ 2: สมบัติและการนำไปประยุกต์ใช้. วารสารนเรศวรพะเยา. ปีที่ 6 . หน้า 1-23. [Online] Available : <http://tcithaijo.org/index.php/journalup/index.php/journalup/article/view/43268>. เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม 2561.
- [14] กระบวนการสังเคราะห์กราฟีนออกไซด์. [Online]. Available : https://www.researchgate.net/figure/Summary-of-graphene-synthesis-methods-76_fig1_307605665. เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม 2561
- [15] Y.Wicaksono. “Dynamical mean-field theoretical approach to explore the magnetic field dependence of magnetite-graphene oxide nanoparticle systems” วิทยานิพนธ์ ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยอินโดนีเซีย. 2559
- [16] ดร.ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ. 2560. MTEC: แกรฟีน วัสดุ 2 มิติ เพื่ออนาคต. ปีที่ 6. หน้า 65-70. [Online] Available : https://www2mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/302_65.pdf. เข้าถึงเมื่อ 10 มกราคม.
- [17] J. C. Slaat, J. G. van Ommen and J. R.H. Ross. 1992. “The synthesis of higher alcohols using modified Cu/ZnO/Al₂O₃ catalysts.” Catalysis Today. Volume 15. Pages 129-148.
- [18] โชติมา รัตนศักดิ์ปรากร. “การสังเคราะห์ Cu/Zn/Al โดยใช้คลื่นไมโครเวฟช่วยตกตะกอนร่วมผสมกับ HZSM-5 เจือ Zr เพื่อใช้ในกระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ จากแก๊สสังเคราะห์.” วิทยานิพนธ์ ภาควิชาเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2559.
- [19] เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์. [Online]. Available : <http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/linkToolC/20171017091723>. เข้าถึงเมื่อ 13 มกราคม 2561
- [20] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. 2543. เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์ : ทฤษฎีและหลักการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [21] บวรกิตติ พันธุ์เสถียร,บุญส่ง กองสุข,วิธาน เตียเจริญ. 2557. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ; SEM). จดหมายข่าวเครื่องมือวิจัย มหาวิทยาลัยขอนแก่น. ปีที่ 1. หน้า 4. [Online] Available : https://www.kku.ac.th/news_letters/view.php?l=th&did=00346#.VA60CvnV8eF. เข้าถึงเมื่อ 13 มกราคม.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [22] กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด. [Online]. Available : http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/linkToolC/2017101709_0901. เข้าถึงเมื่อ 13 มกราคม 2561.
- [23] วรจกมล อนุชิตโอฬาร. (2546). FT-IR Imaging. วารสารเพื่อการพัฒนาเทคโนโลยีและวัสดุ ปีที่ 33 หน้า ที่ 67. [Online] Available : https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/212_67-70.pdf. เข้าถึงเมื่อ 13 มกราคม.
- [24] พูเรียร์ทรานสฟอร์มมอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์.[Online]. Available : <http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/linkToolC/20171017092238>. เข้าถึง เมื่อ 13 มกราคม 2561
- [25] เครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี. [Online]. Available : <http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/linkToolC/20171017093932>. เข้าถึง เมื่อ 13 มกราคม 2561
- [26] หลักการของ Gas Chromatography . [Online] Available : [kpsu.ac.th /psu kb/bitstream/2553/2814/2/262380_app.pdf](http://kpsu.ac.th/psu/kb/bitstream/2553/2814/2/262380_app.pdf). เข้าถึงเมื่อ 13 มกราคม.
- [11] เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน. [Online]. Available : <http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/inkToolC20kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/inkToolC2017101709324>. เข้าถึง เมื่อ 13 มกราคม 2561
- [27] เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน. [Online]. Available : <http://www.science.kmitl.ac.th:8080/sic/index.php/CHome/inkToolC201710170932417>. เข้าถึง เมื่อ 13 มกราคม 2561
- [28] จนิษฐา ภูลวรรณ. 2557. การวิเคราะห์หาค่าประกอบในพลาสติกด้วยเทคนิคทางความร้อน. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ, ปีที่ 62. หน้า ที่ 13. [Online] Available : http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2557_62_194.pdf
- [29] C. Baltés, S. Vukojević, F. Schüth. 2008. "Correlations between synthesis, precursor, and catalyst structure and activity of a large set of CuO/ZnO/Al₂O₃ catalysts for methanol synthesis" Journal of Catalysis. Volume 258. Pages 334-344.
- [30] A. G. Gallastegui, D. Iruretagoyena, V. Gourea, M. Mokhtar, A. M. Asiri, S. N. Basahel, S. A. Al-Thabiti, A. O. Alyoubi, D. Chadwick, M.S. P. Shaffer. 2012. "Graphene oxide as support for layered Double Hydroxide : Enhancing the CO₂ Adsorption Capacity". Chemistry of materials. Pages 4531-4539.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [31] M. Y. Miao, J. T. Feng , Q. Jin. 2015. “Hybrid Ni- Al layered double hydroxide/graphene composite supported gold nanoparticles for aerobic selective oxidation of benzyl alcohol”. RSC Advances.
- [32] V. Deerattrakul, P. Dittanet, M. Sawangphruk. 2016. “CO₂ hydrogenation to methanol using Cu-Zn catalyst supported on reduced graphene oxide nanosheets”. Journal of CO₂ Utilization. Volume 16. Pages 104–113.
- [33] Z.J.Liu, X.J.Tang, S.Xu and X.L.Wang. 2014. “Synthesis and Catalytic Performance of Graphene Modified CuO-ZnO-Al₂O₃ for CO₂ Hydrogenation to Methanol”. Journal of Nanomaterials. Volume 1. Pages 1-6.
- [34] M. K. Ram, Z. P. Xu, G. Q. (Max) Lu, and J. C. Diniz da Costa. 2006. “Layered Double Hydroxides for CO₂ Capture: Structure Evolution and Regeneration” Australian Research Council (ARC) Centre for Functional Nanomaterials and The Cooperative Research Centre for Greenhouse Gas Technologies, School of Engineering, UniVersity of Queensland, Brisbane 4072, Australia. Volume 45. Pages 7504-7509.
- [35] A. Ateka, P. P. Uriarte, M. S. Contador. 2016. “Direct synthesis of dimethyl ether from syngas on CuO-ZnO-MnO/SAPO-18 Bifunctional catalyst” Journal of Hydrogen energy. Volume 4. Pages 18015-18026.
- [36] กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO JCPDS on.00-048-1548) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO JCPDS on.01-078-3325) และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al₂O₃ JCPDS on.01-074-7229) [Online]. Available : <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2011/jmjm/c0jm03827j/unauth#!divAbstract>. เข้าถึง เมื่อ 20 พฤษภาคม 2561
- [37] กราฟแสดงโครงสร้างผลึกมาตรฐานของ (a) กราฟีนออกไซด์ (b) รีดิวิสกราฟีนออกไซด์ [Online] Available : <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/nj/c5nj00743gi/unauth#!divAbstract>. เข้าถึง เมื่อ 20 พฤษภาคม 2561
- [38] กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Cu:Al-LDH) [Online]. Available : <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/niic5nj00743g/unauth#!divAbstract>. เข้าถึง เมื่อ 20 พฤษภาคม 2561
- [39] กราฟแสดงตัวอย่างโครงสร้างผลึกของซิงค์อะลูมิเนียม เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Zn : Al-LDH) [Online]. Available : <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2016/ra/c6ra09096f/unauth#!divAbstract>.
- [40] F. Z. Mahjoubi, A. Khalidi, M. Abdennouri, N. Barka. 2017. “Zn–Al layered double hydroxides intercalated with carbonate, nitrate, chloride and sulphate ions:

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Synthesis, characterisation and dye removal properties”. Journal of Taibah University for Science. Volume 11. Pages 90-100

[41] บทที่ 3 อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี. [Online]. Available : <http://pws.npru.ac.th/arunrat/data/files/ch3%20IR.pdf>. เข้าถึง เมื่อ 20 พฤษภาคม 2561



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

1.มวลโมเลกุลของสาร

มวลโมเลกุลของคอปเปอร์ไนเตรตไตรไฮเดรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	คือ 241.60 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	คือ 297.48 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของอะลูมิเนียมไนเตรตโนนะไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)	คือ 375.13 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO)	คือ 79.55 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	คือ 81.37 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3)	คือ 101.96 กรัมต่อโมล
มวลโมเลกุลของโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3)	คือ 105.99 กรัมต่อโมล

2.วิธีการคำนวณการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์

ทำการตกตะกอนตัวเร่งปฏิกิริยาผสมคอปเปอร์ไนเตรตซิงค์ไนเตรต และอะลูมิเนียมไนเตรตในอัตราส่วน 6:3:1 โดยโมล โดยใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวช่วยตกตะกอน ดังปฏิกิริยา



2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ CZA ในอัตราส่วน 6:3:1 โดยโมล

ต้องการคอปเปอร์ (Cu) 6 กรัม จากธาตุองค์ประกอบทั้งหมด คือ และสารตั้งต้นคอปเปอร์ไนเตรตไตรไฮเดรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

$$\frac{x}{63.55} = \frac{6}{155.94}$$

$$x = 2.4452 \text{ กรัม}$$

$$\text{คิดเป็นโมล} \quad \frac{2.4452}{63.55} = 0.0385 \text{ โมล}$$

$$\text{คำนวณหาปริมาณ CuO จาก Cu} \quad 0.0385 = \frac{g}{79.55}$$

$$g = 3.0627 \text{ กรัม}$$

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\frac{3.0627}{79.55} = \frac{g}{241.63}$$

ดังนั้นต้องซื้ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 9.3028 กรัม

ต้องการซิงค์ (Zn) 3 กรัม จากธาตุองค์ประกอบทั้งหมด คือ และสารตั้งต้นซิงค์ไนเตรต
เฮกซะไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

$$\frac{x}{65.41} = \frac{3}{155.94}$$

$$x = 1.2584 \text{ กรัม}$$

คิดเป็นโมล $\frac{1.2584}{65.41} = 0.0192$ โมล

คำนวณหาปริมาณ ZnO จาก Zn $0.0192 = \frac{g}{81.41}$

$$g = 1.5631 \text{ กรัม}$$

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

$$\frac{1.5631}{81.41} = \frac{g}{297.55}$$

$$g = 5.7663 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นต้องซื้ $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 5.7663 กรัม

ต้องการอลูมิเนียม (Al) 1 กรัม จากธาตุองค์ประกอบทั้งหมด คือ และสารตั้งต้นอลูมิเนียมไนเตรต
โนนนะไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)

$$\frac{x}{26.98} = \frac{1}{155.94}$$

$$x = 0.1730 \text{ กรัม}$$

คิดเป็นโมล $\frac{0.1730}{26.98} = 0.0064$ กรัม

คำนวณหาปริมาณ Al_2O_3 จาก Al $0.0064 = \frac{g}{101.96}$

$$g = 0.6525 \text{ กรัม}$$

คำนวณหาปริมาณ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ จาก Al_2O_3

$$\frac{0.6525}{101.96} = \frac{2g}{375.19}$$

$$g = 1.2005 \text{ กรัม}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นต้องชั่ง $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 1.2005 กรัม

2.2 เตรียมสารละลาย Cu/Zn/Al ในเตรต 1 โมลาร์ ในน้ำ 100 มิลลิลิตร

จากน้ำหนักของสารตั้งต้นที่คำนวณได้นั้น สามารถหาความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร ดังนี้

$$(\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 0.7700 \text{ โมลาร์}$$

$$(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0.3876 \text{ โมลาร์}$$

$$(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}) = 0.0640 \text{ โมลาร์}$$

เทสารละลายรวมกันและต้องใช้สารละลาย 81.86 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนให้เป็น 100 มิลลิลิตร

2.3 เตรียมสารละลาย Na_2CO_3 ในน้ำ 250 มิลลิลิตร

โมลของโซเดียมคาร์บอเนตที่ใช้ในปฏิกิริยา = โมลของคอปเปอร์ไนเตรต + โมลของซิงค์ไนเตรต + โมลของอลูมิเนียมไนเตรต

$$= 0.0385 + 0.01921 + 0.0064$$

$$= 0.0641 \text{ โมล}$$

$$\text{ปริมาณโซเดียมคาร์บอเนต} \quad 0.0641 = \frac{\text{g}}{105.99}$$

$$\text{g} = 6.7940 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นต้องชั่งโซเดียมคาร์บอเนต 6.7940 กรัม

3.วิธีการคำนวณปริมาณกราฟีนออกไซด์ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

จาก วิธีการคำนวณการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ ผู้วิจัยทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ ปริมาณทั้งหมด 10 กรัม แสดงตัวอย่างในการเติมกราฟีนออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา 10CZA:1GO จะใช้อัตราส่วนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์กับกราฟีนออกไซด์ คือ 10:1

จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ 10 กรัม และกราฟีนออกไซด์ 1 กรัม

โดยกราฟีนออกไซด์ที่ใช้จะเป็นสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ความเข้มข้น 0.0023 กรัมต่อมิลลิลิตร ถ้าต้องการกราฟีนออกไซด์ 1กรัม จะต้องใช้ สารละลายแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ เท่ากับ

$$\text{ความเข้มข้น} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ปริมาตร}}$$

$$0.0023 \text{ กรัม/มิลลิลิตร} = \frac{1 \text{ กรัม}}{X \text{ มิลลิลิตร}}$$

$$X = 434.7826 \text{ มิลลิลิตร}$$

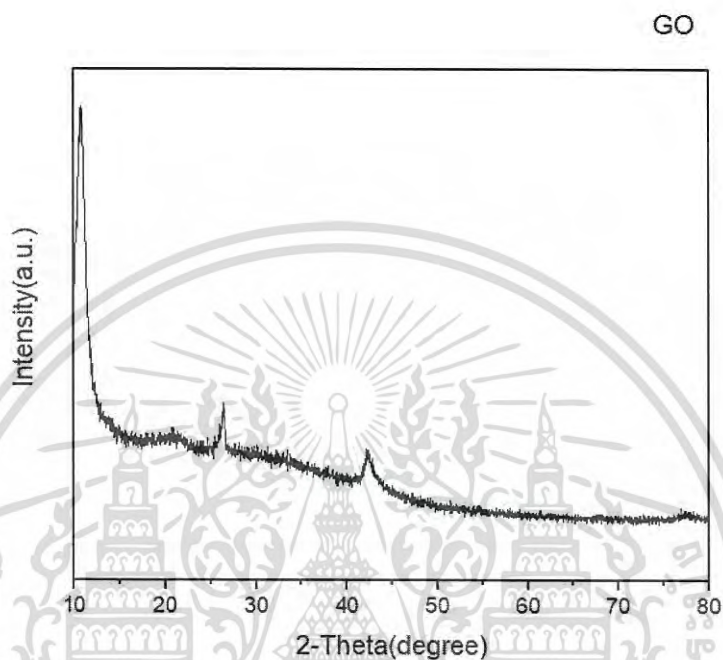


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

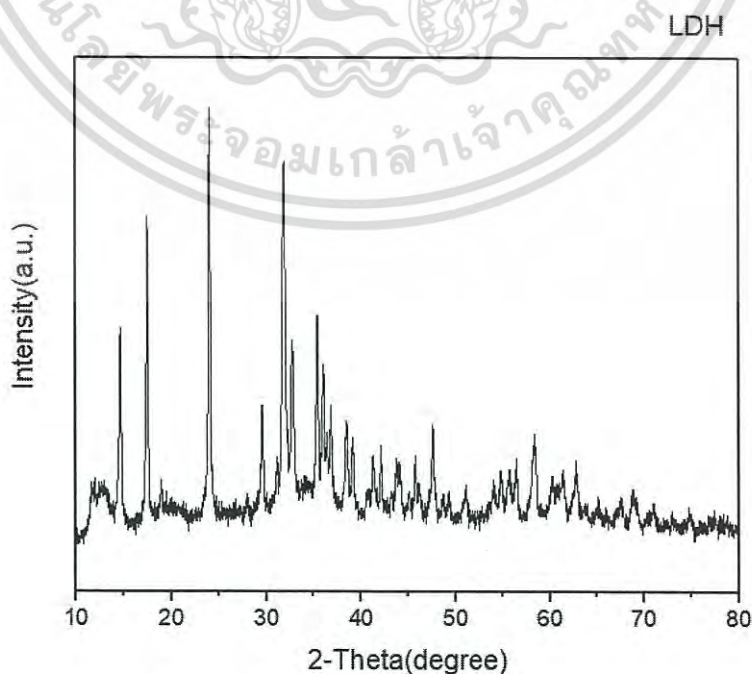
ภาคผนวก ข

1. ข้อมูลการวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction ; XRD)

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของกราฟีนออกไซด์

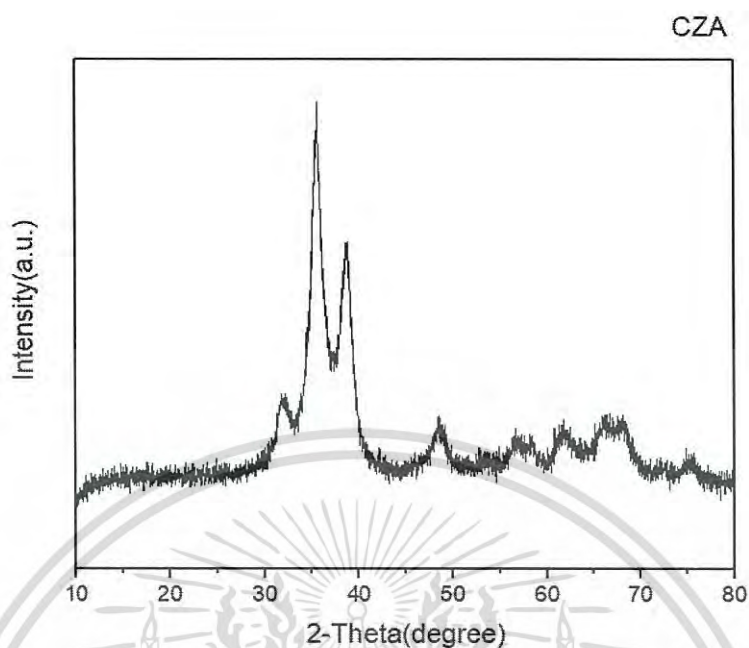


1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

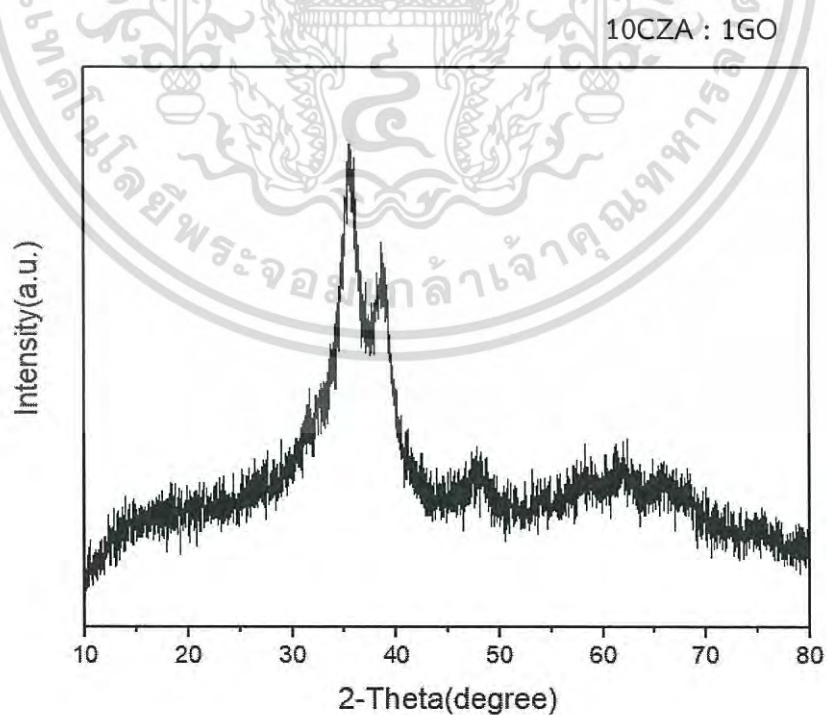


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียม



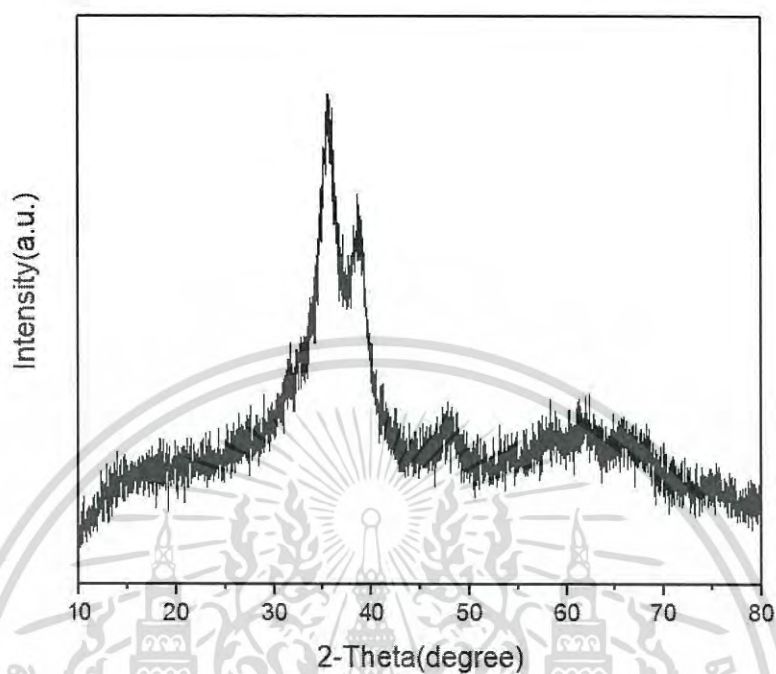
1.4 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมผสมกราฟีน ออกไซด์ในอัตราส่วน 10 : 1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

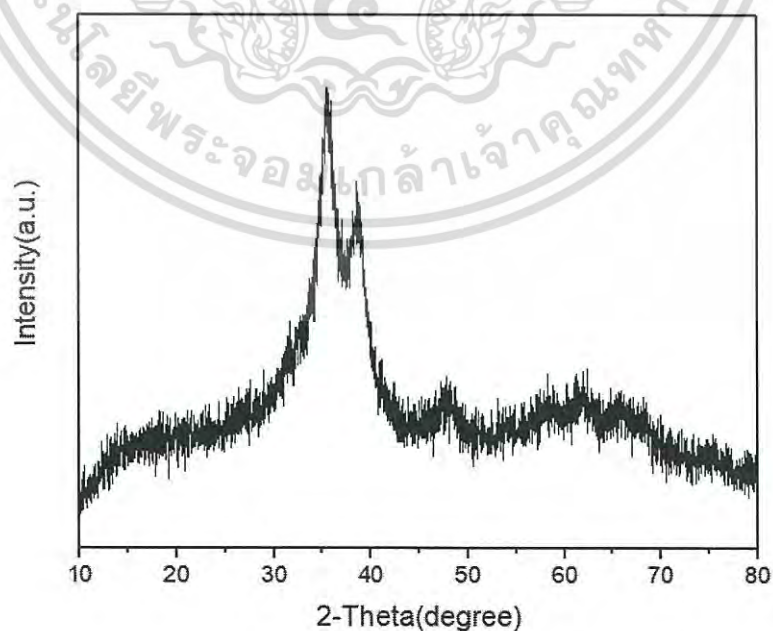
1.5 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมผสมกราฟีน ออกไซด์ในอัตราส่วน 20 : 1

20CZA : 1GO



1.6 การวิเคราะห์โครงสร้างและความเป็นผลึกของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมผสมกราฟีน ออกไซด์ในอัตราส่วน 30 : 1

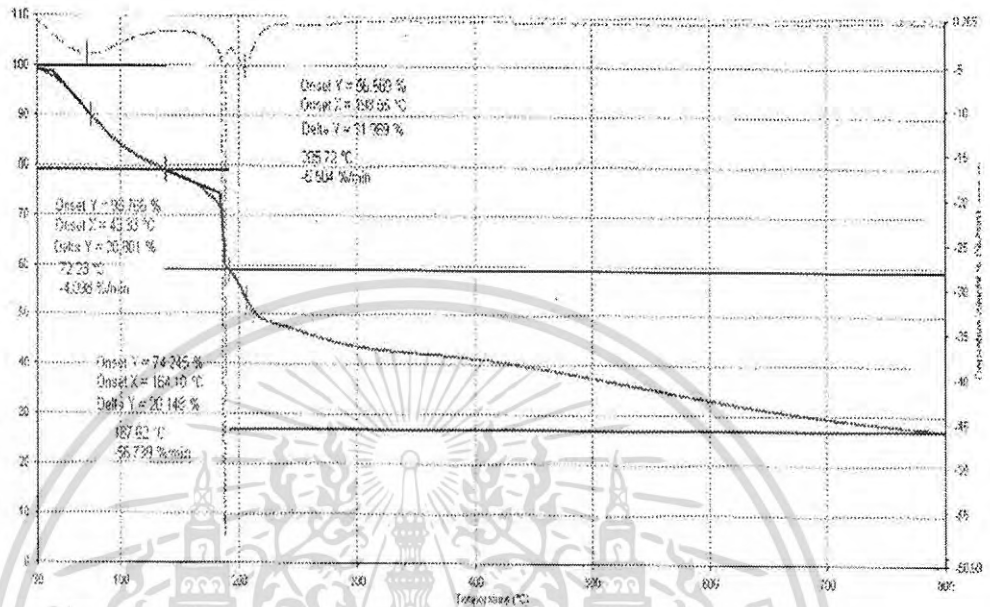
30CZA : 1GO



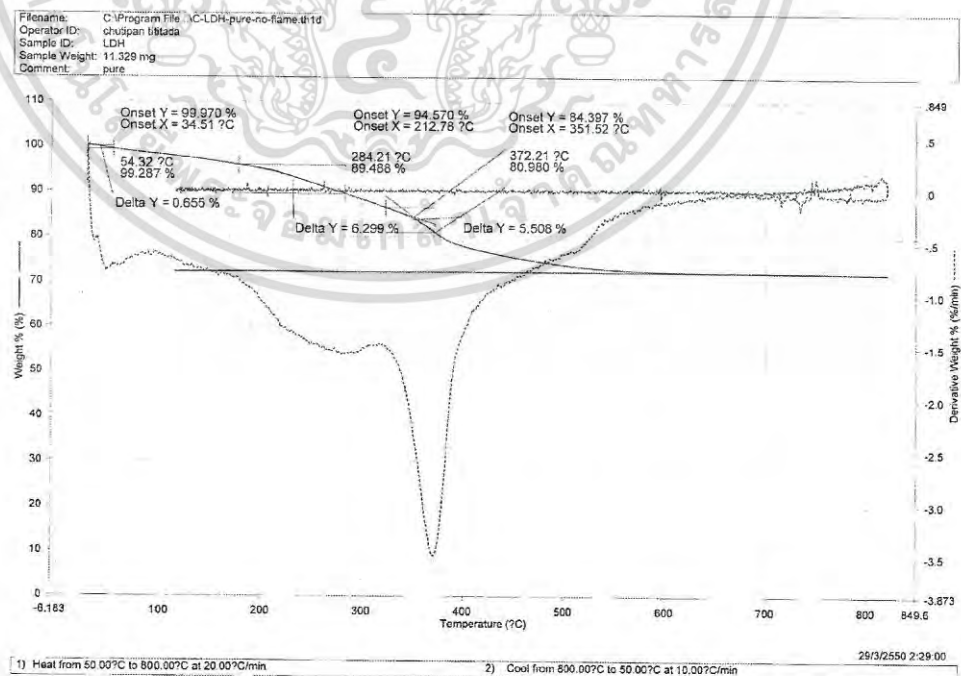
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ข้อมูลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อน (Thermal Gravimetric Analysis ; TGA)

2.1 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของกราฟีนออกไซด์

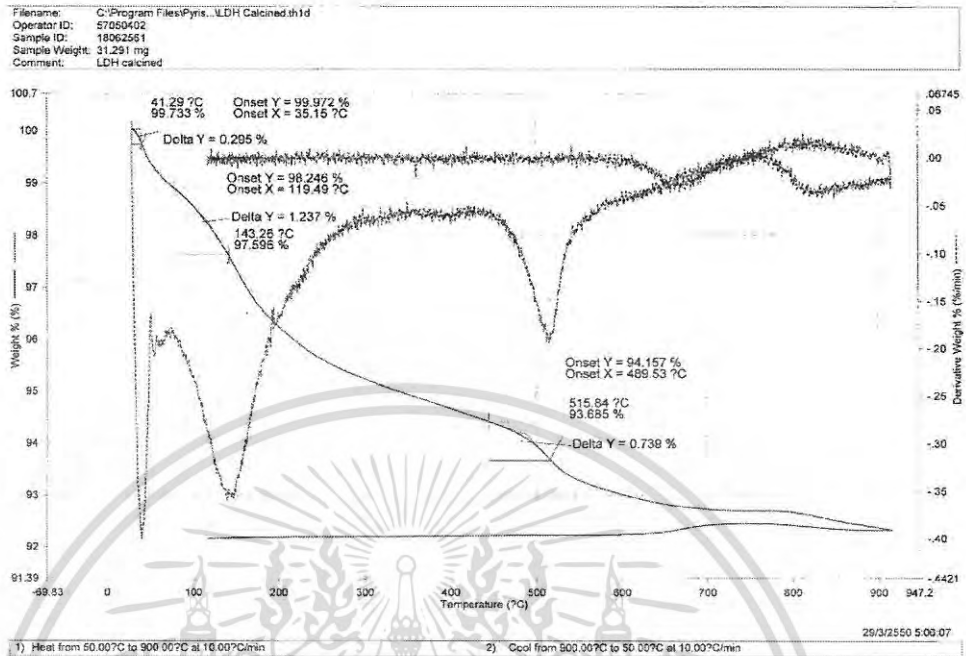


2.2 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

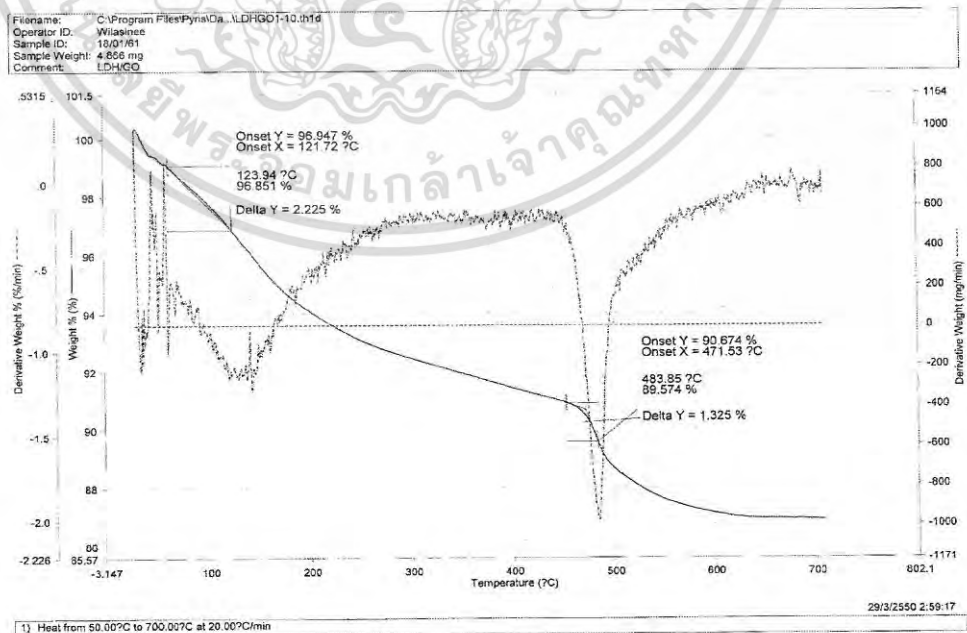


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียม

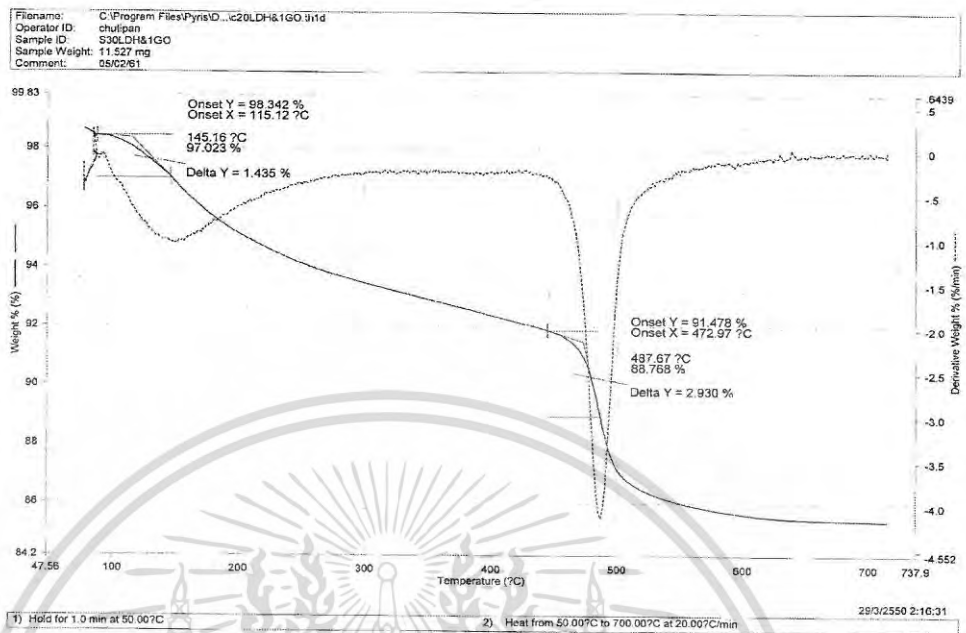


2.4 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมผสมกราฟีนออกไซด์ในอัตราส่วน 10 : 1

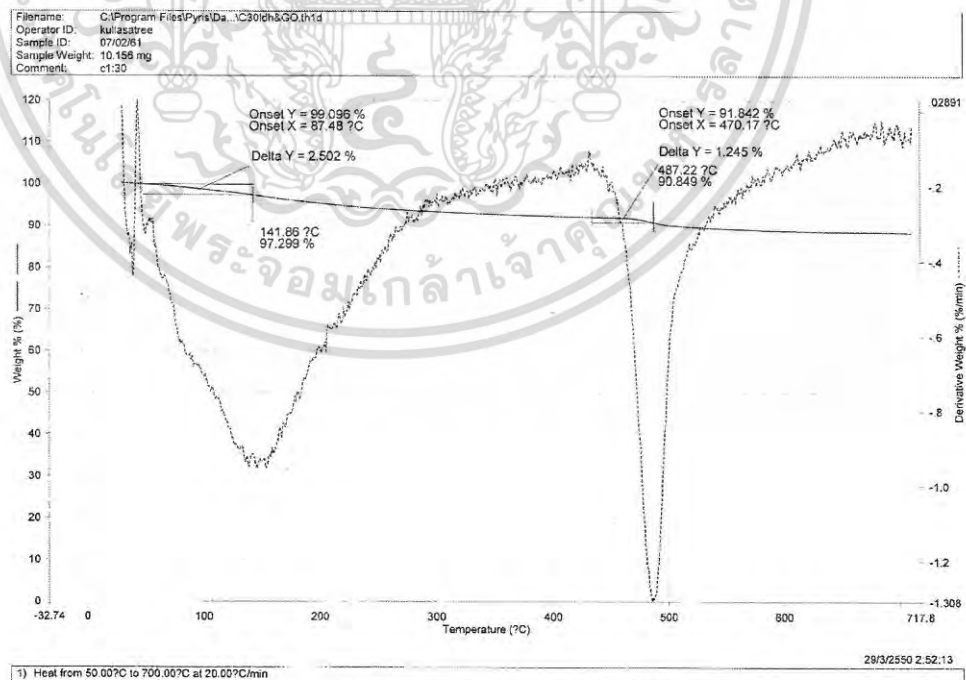


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของคอปเปอร์ซิงค์ อะลูมิเนียมผสมกราฟีนออกไซด์ในอัตราส่วน 20:1



2.6 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยใช้สมบัติทางความร้อนของคอปเปอร์ซิงค์ อะลูมิเนียมผสมผสมกราฟีนออกไซด์ในอัตราส่วน 30:1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ

วันที่ 16 เดือน กรกฎาคม พ.ศ. 2561

ข้าพเจ้า นางสาว กุลสตรี แซ่มซ้อย รหัสประจำตัว 57050379
 นางสาว ขวัญนิษฐ์ ศรีวิสัย รหัสประจำตัว 57050382
 นาย ชุตินันท์ ธิติธาดา รหัสประจำตัว 57050402

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม ภาควิชา เคมี
ขอรับรองว่าโครงการพิเศษ เรื่อง

ชื่อภาษาไทย การศึกษาการเตรียมคอปเปอร์ซิงค์อะลูมิเนียมออกไซด์/กราฟีนออกไซด์คอมโพสิตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมอย่างง่ายและสมบัติการเร่งปฏิกิริยา

ชื่อภาษาอังกฤษ Studies on the preparation of CZA oxide/GO composites by a simple co-precipitation method and their catalytic properties

ปีการศึกษา 2560

เป็นผลงานวิจัยที่มีได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่นและได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อนเรียบร้อยแล้ว และได้แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่มโครงการพิเศษฉบับสมบูรณ์แล้ว

โปรแกรมอักขรวิสุทธิ์..... 0.76% หรือโปรแกรม Turnitin..... -%

ลงชื่อ กุลสตรี แซ่มซ้อย
(กุลสตรี แซ่มซ้อย)
นักศึกษา

ลงชื่อ ชุตินันท์ ธิติธาดา
(ชุตินันท์ ธิติธาดา)
นักศึกษา

ลงชื่อ ขวัญนิษฐ์ ศรีวิสัย
(นางสาวขวัญนิษฐ์ ศรีวิสัย)
นักศึกษา

ข้าพเจ้า ดร. ขวาลย์ ศรีวงษ์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ได้ตรวจสอบโครงการพิเศษของนักศึกษาข้างต้นแล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมีเนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็นหลักฐาน

ลงชื่อ.....
อาจารย์ที่ปรึกษา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้