

การสังเคราะห์และหาค่าคงที่ของตัวเร่งปฏิกิริยา

อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$)

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM
PHOSPHATE ($AlPO_4$) CATALYST

นางสาวชญาภิต ปานทอง

นางสาวอนชรา พุ่มนันทน์

โครงการพิเศษเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาระดับปริญญาโท สาขาเคมีอนินทรีย์

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2555

การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยา

อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$)

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM
PHOSPHATE ($AlPO_4$) CATALYST**



นางสาวชฎานิศ

ปานทอง

นางสาว อนุสรา

พุ่มมัน

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

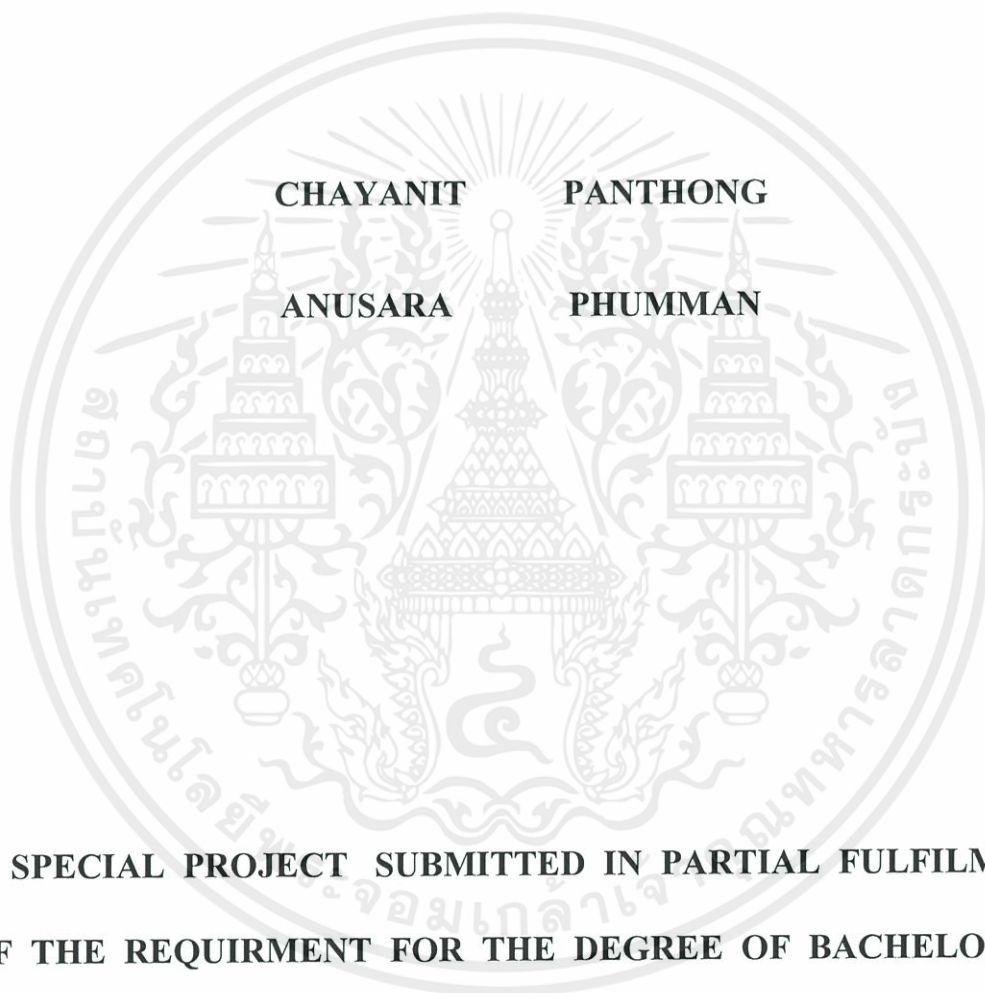
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ปีการศึกษา 2555
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM
PHOSPHATE (AlPO₄) CATALYST**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF
SCIENCE**

IN INDUSTRIAL CHEMISTRY-ANALYTICAL INSTRUMENTATION

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2012

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยา
อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AIPO₄)
Synthesis and Chracterization of Aluminium Phosphate (AIPO₄)
Catalyst

ชื่อนักศึกษา นางสาวชญาณิศ ปานทอง
นางสาวอนุสรรา พุ่มมัน




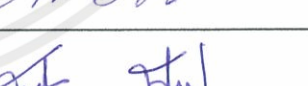
ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผศ.ดร.บรรจง บุญชม

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติ
ให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชา
เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2555

คณะกรรมการการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย	
ดร.สามารถ กงทวีเลิศ	
ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ	
ผศ.ดร.บรรจง บุญชม	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอก ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์ ของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO ₄)	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวชญาณิช ปานทอง	
	นางสาวอนุสรรา พุ่มมัน	
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์	
ปีการศึกษา	2555	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.บรรจง บุญชม	

บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO₄) โดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยวิธีอย่างง่ายและรวดเร็วที่มีการควบคุมอุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของอะลูมิเนียมฟอสเฟตไดไฮเดรต (AlPO₄·2H₂O) ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก เพื่อหาอุณหภูมิในการเผา AlPO₄·2H₂O ไปเป็น AlPO₄ ตรวจสอบเอกลักษณ์ทางโครงสร้างของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด (AlPO₄·2H₂O และ AlPO₄) ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ใช้เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และเทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิในการสลายตัวของ AlPO₄·2H₂O ไปเป็น AlPO₄ ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส การตรวจสอบแถบการสั่นของ PO₂ และ Al-O-P บริเวณรอบๆความยาวคลื่น 1100 cm⁻¹ และอะลูมิเนียมฟอสเฟตทั้งหมดที่เตรียมได้มีโครงสร้างแบบออสติงตัน สูดทำยคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้ทั้งหมดถูกรายงานในโครงการพิเศษนี้เป็นครั้งแรก

คำสำคัญ : โลหะฟอสเฟต, ตัวเร่งปฏิกิริยาฟอสเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis and Characterization of Aluminium Phosphate (AlPO ₄) Catalyst
Student	Miss Chayanit Panthong Miss Anusara Phumman
Degree	Bachelor of Science
Major Program	Industrial Chemistry - Analytical Instrumentation
Academic Year	2012
Advisor	Assistant Professor Dr. Montree Thongkam
Co-Advisor	Assistant Professor Dr. Banjong Boonchom

Abstract

This project studies on simple and rapid synthesis and characterization of aluminium phosphate and at temperature 0 ° C. Thermal behaviors of the studied materials and carried out by thermo gravimetric analysis which revealed calcined temperature of aluminium phosphate dehydrate and to transform aluminium phosphate .Structural synthetic substances (AlPO₄•2H₂O and AlPO₄) are characterized by fourier transform infrared spectroscopy and morphologies of all samples are check by X-ray Diffraction method and scanning electron microscopy Finally, The results showed that the temperature in the decomposition of AlPO₄ • 2H₂O to AlPO₄ at 650 ° C, is detected the vibrations of PO₂ and Al-OP around wavelength 1100 cm⁻¹ and aluminum phosphate prepared an amorphous structure physical properties of all synthetic substances have been reported by the project for the first time

Keywords : Metal Phosphate , Phosphate Catalyst

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ดีตามจุดประสงค์ที่ตั้งไว้ ด้วยความกรุณาจากท่านอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ และ ผศ.ดร.บรรจง บุญชม ที่ให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณอย่างสูงสำหรับ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย และ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ ที่ให้ความกรุณาเป็นคณะกรรมการในการสอบและตรวจทาน แก้ไข ให้โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จไปได้

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำรวมถึงแนวทางแก้ไขปัญหา

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และสารเคมี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์สาร

ขอขอบพระคุณครอบครัวอันเป็นที่รักยิ่งที่เฝ้าคอยใจเสมอมา

ขอขอบพระคุณเพื่อนๆ พี่ๆ ที่คอยช่วยเหลือและเฝ้าคอยใจเสมอมา

ชญาธิศ

อนุสร

ปานทอง

พุ่มมัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูปภาพ.....	VIII

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะฟอสเฟต.....	4
2.2 ไดมethylอีเทอร์.....	9
2.3 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์.....	15
2.3.1 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน (Precipitation).....	15
2.3.2 เทคนิคการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method).....	15
2.3.3 เทคนิคการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel).....	16
2.3.4 เทคนิคการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (Media synthetic method)	16
2.3.5 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method).....	17
2.3.6 เทคนิคการเตรียมแบบใช้โซลโวเทอร์มัล (Solvothermal method).....	17
2.3.7 เทคนิคการเตรียมด้วยไมโครเวฟ (Microwave method).....	17
2.4 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์.....	18
2.4.1 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การสั่นภายในโมเลกุล.....	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4.1.1 การเตรียมตัวอย่าง.....	19
2.4.1.1.1 สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง.....	19
2.4.1.1.2 สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว.....	19
2.4.1.1.3 สารตัวอย่างที่เป็นแก๊ส.....	19
2.4.2 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสง.....	24
2.4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	26
2.4.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางความร้อน.....	29
2.4.4.1 เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลง น้ำหนัก	29
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	30
บทที่ 3 วิธีการทดลอง	
3.1 บทนำ.....	34
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	34
3.3 สารเคมี.....	35
3.4 วิธีการสังเคราะห์.....	35
3.4.1 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{H}_3\text{PO}_4$	35
3.4.2 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$	36
3.4.3 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$	37
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	
4.1 ผลการสังเคราะห์	38
4.1.1 ผลการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4).....	38
4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method).....	40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

4.2.1 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสัน.....	40
4.2.2 ตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	45
4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา.....	51
4.2.4 ผลการตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก.....	55
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการสังเคราะห์.....	59
5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method).....	59
5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์การตรวจสอบรูปแบบการสันของโมเลกุลหรือ ไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้าง.....	60
5.2.2 สรุปผลการตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	60
5.2.3 สรุปผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา.....	60
5.2.4 สรุปผลการวิเคราะห์ตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อน โดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก.....	61
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	61
เอกสารอ้างอิง.....	63
ภาคผนวก.....	65
ภาคผนวก ก.....	66

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของโคเมทิลอิเทอร์และเชื้อเพลิงอื่นๆ	10
ตารางที่ 2.2 ข้อกำหนดมาตรฐานคุณภาพของดีเอ็มอีสำหรับใช้เป็นเชื้อเพลิง.....	13
ตารางที่ 2.3 แสดงการสันพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในผลิตภัณฑ์ช่วงเลขคลื่นต่างๆ.....	22
ตารางที่ 2.4 แสดงรูปแบบการสันของโมเลกุลอะลูมิเนียมฟอสเฟต.....	22
ตารางที่ 2.5 แสดงค่าความถี่ของการสันของ PO_4	23
ตารางที่ 4.1 น้ำหนักของสาร $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ ที่ใช้ตัวกลางแตกต่างกัน ที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี และร้อยละของผลิตภัณฑ์ จากการสังเคราะห์ $AlPO_4 \cdot 2H_2O$	39
ตารางที่ 4.2 น้ำหนักของสาร $AlPO_4$ ที่ใช้ตัวกลางแตกต่างกัน ที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี และร้อยละของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ $AlPO_4$	40
ตารางที่ 4.3 แถบการสันและการจำแนกรูปแบบการสันของสาร $AlPO_4 \cdot 2H_2O$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นตัวเดียวกันและใช้แหล่งฟอสเฟตแตกต่างกัน.....	44
ตารางที่ 4.4 แถบการสันและการจำแนกรูปแบบการสันของสาร $AlPO_4$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นตัวเดียวกันและใช้แหล่งฟอสเฟตแตกต่างกัน.....	45
ตารางที่ 4.5 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค TGA ของ $AlPO_4 \cdot 2H_2O$	55

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1	โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต.....	7
รูปที่ 2.2	คำร้อยละการแปลงผันเมทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม ค่า WHSV ของเมทานอลเท่ากับ 2.05 h ⁻¹	8
รูปที่ 2.3	คำร้อยละการแปลงผันเมทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ ในขั้นตอน เพิ่มและลดอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต 0.5 กรัม ค่า WHSV ของเมทานอลเท่ากับ 2.05 h ⁻¹	8
รูปที่ 2.4	การเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์ของ ไดเมทิลอีเทอร์ของ ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆที่สถานะเดียวกัน.....	9
รูปที่ 2.5	กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration).....	11
รูปที่ 2.6	เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)	20
รูปที่ 2.7	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี.....	25
รูปที่ 2.8	แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง X-ray Diffractometer.....	26
รูปที่ 2.9	แผนภาพขององค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM).....	28
รูปที่ 4.1	สเปกตรัม FTIR ของสาร AlPO ₄ •2H ₂ O ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g AlCl ₃ •6H ₂ O + 250 mL H ₂ O + 50 mL 1 M H ₃ PO ₄ ปรับ pH ด้วย NH ₄ OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10.0 ° c / min.....	41
รูปที่ 4.2	สเปกตรัม FTIR ของสาร AlPO ₄ •2H ₂ O ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g AlCl ₃ •6H ₂ O + 250 mL H ₂ O + 50 mL 1 M Na ₂ HPO ₄ ปรับ pH ด้วย NH ₄ OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10.0 ° c / min	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

- รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL } 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0^\circ \text{C} / \text{min}$ 42
- รูปที่ 4.4 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกันระหว่าง (a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (b) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5.....42
- รูปที่ 4.5 สเปกตรัม FTIR ของสาร AlPO_4 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกันระหว่าง (a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (b) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5.....43
- รูปที่ 4.6 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH46
- รูปที่ 4.7 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH47
- รูปที่ 4.8 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียม ด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH48
- รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ทั้งหมด เมื่อ (a) = XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH , (b) = XRD ของ สาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ + 1 M Na_2HPO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH และ	
(c) XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	
+ 1 M NaH_2PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	49
รูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ของสาร AlPO_4 เมื่อ (a) = XRD ของสาร AlPO_4	
ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ + 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	
และ (b) = XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียม ด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	
+ 1 M Na_2HPO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	50
รูปที่ 4.11 รูปแบบ XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	
+ 1 M NaH_2PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	51
รูปที่ 4.12 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4	
(b) ที่ได้จากระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1 M H_3PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	52
รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4	
(b) ที่ได้จากระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1 M Na_2HPO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	53
รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4	
(b) ที่ได้จากระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1 M NaH_2PO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	54
รูปที่ 4.15 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ	
60.3625 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 250 mL H_2O + 50 mL 1 M H_3PO_4	
ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10.0 ° c / min	56
รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g	
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 250 mL H_2O + 50 mL 1 M Na_2HPO_4 ปรับ pH ด้วย NH_4OH	
ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10.0 ° c / min.....	56
รูปที่ 4.17 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ	
60.3625 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 250 mL H_2O + 50 mL 1 M NaH_2PO_4	
ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10.0 ° c / min	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับโครงการวิจัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.18 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบ

ของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่ง

โลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกัน ระหว่าง (a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

+ 1.0 M H_3PO_4 + 1.0 M NH_4OH pH 6.5,

(b) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M Na_2HPO_4 + 1.0 M NH_4OH pH 6.5,

(c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 1.0 M NaH_2PO_4 + 1.0 M NH_4OH pH 6.558



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มา และความสำคัญ

ปัจจุบันการเพิ่มจำนวนของประชากรโลกเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ทำให้มีการขยายตัวทางด้านอุตสาหกรรม การขนส่ง และการอุปโภคบริโภคเพิ่มมากขึ้น จึงก่อให้เกิดปัญหาทางด้านการใช้พลังงานซึ่งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง น้ำมันเชื้อเพลิงและก๊าซธรรมชาติ ทำให้เกิดความต้องการในการใช้น้ำมันเชื้อเพลิงมากขึ้น ส่งผลให้ราคาน้ำมันมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ แต่เนื่องจากมีอยู่อย่างจำกัดและคาดว่าจะหมดไปในอนาคต จึงต้องหาพลังงานทดแทนเพื่อนำไปใช้ในชีวิตประจำวัน ที่หาได้ง่ายและมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมน้อย ซึ่งมีการศึกษาวิจัยอยู่อย่างแพร่หลาย ในปัจจุบันพบว่าพลังงานส่วนใหญ่ที่ใช้คือ ไฮโดรเจน มีเทน เมทานอล เอทานอล เชื้อเพลิงชีวมวล และหนึ่งในนั้นคือ ไดเมทิลอีเทอร์ (ดีเอ็มอี, DME) โดยมีงานวิจัยพบว่า ดีเอ็มอีมีสมบัติคล้ายคลึงกับ ก๊าซปิโตรเลียมเหลว (LPG) และสามารถทำให้เป็นของเหลวได้ง่าย เมื่อเกิดการเผาไหม้จะไม่ก่อให้เกิดไนโตรเจนออกไซด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ สารประกอบไฮโดรคาร์บอน ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ สารชนิดเปอร์ออกไซด์ และฝุ่นละอองเล็ก (aerosol) ซึ่งเป็นมลพิษทางอากาศ และไม่มีปัญหาด้านความเป็นพิษ การเก็บรักษา และการขนส่ง จึงได้รับการยอมรับให้เป็นพลังงานทดแทนได้ ดีเอ็มอียังมีประโยชน์อีก เช่น เป็นสารมัธยันตร์ (Intermediate) ในการผลิตโอเลฟินส์เบา เมทิลอะซีเตท ไดเมทิลซัลเฟต เป็นต้น ด้วยเหตุผลดังกล่าวดีเอ็มอีจึงเป็นสารที่น่าสนใจในการพัฒนาการผลิตเพื่อนำมาใช้เป็นพลังงานทางเลือกใหม่

การผลิตดีเอ็มอีสามารถผลิตได้ 2 กระบวนการคือ กระบวนการสังเคราะห์โดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์ และกระบวนการขจัดน้ำของเมทานอล ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์โดยตรงจะใช้แก๊สสังเคราะห์นั้นเปลี่ยนเป็นเมทานอล จากนั้นก็เปลี่ยน เมทานอลเป็นดีเอ็มอีด้วยปฏิกิริยาการขจัดน้ำ และยังพบว่าปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลจำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้เกิดผลิตภัณฑ์ตามที่ต้องการ โดยในกระบวนการผลิตดีเอ็มอีจากก๊าซสังเคราะห์ปฏิกิริยาเคมีเกิดเป็นดีเอ็มอีได้โดยตรง ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเปลี่ยนก๊าซสังเคราะห์เป็นเมทานอล ได้แก่ Cu/Zn, Cu/Zn/Al, Cu/Cr/Fe, Cu/Zn/Ga, Cu/Zn/Cr, Cu/Zn/Co เป็นต้น จากงานวิจัยหลายๆงานวิจัยพบว่า Cu/Zn มีประสิทธิภาพและมีสมบัติที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เมทานอลได้ และเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเปลี่ยนเมทานอลเป็นดีเอ็มอี ได้แก่ γ -Al₂O₃, TiO₂-ZrO₂, silica-alumina, zeolites, HZSM-5 เป็นต้น ซึ่งข้อเสียของตัวเร่งปฏิกิริยาเกรดการค้าเหล่านั้นคือ ไม่สามารถควบคุมผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้ อีกทั้งเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการไม่สูงมากนัก เนื่องจากความเป็นกรดที่สูงของตัวเร่งปฏิกิริยา ทำ

ให้เกิดกระบวนการเปลี่ยนเมทานอลเป็นโอลิฟินส์ ดังนั้นผลิตภัณฑ์จึงไม่หยุดอยู่ที่ ดีเอ็มอี อีกทั้งเมื่อการทำปฏิกิริยานานขึ้น จะทำให้เกิดโค้กบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้อายุการใช้งานลดลง แต่ไม่นานมานี้มีงานวิจัยหลายงานพบว่าโลหะฟอสเฟตที่ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีตกตะกอนร่วม นั้นมีความสามารถเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลได้และมีความเป็นกรดไม่สูงมากนัก จึงส่งผลทำให้มีผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนการขจัดน้ำโดยใช้ อะลูมิเนียมฟอสเฟต(AlPO_4) ที่เตรียมขึ้นจากวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายเพื่อใช้สำหรับสังเคราะห์ดีเอ็มอีจากแก๊สสังเคราะห์

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ด้วยวิธีอย่างง่ายและรวดเร็ว

1.2.2 ศึกษาพฤติกรรมทางการสลายตัวทางความร้อนของอะลูมิเนียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) กลายเป็นอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ด้วยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (Thermal behavior analysis, TGA)

1.2.3 ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction method : XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์สารกลุ่มอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) โดยใช้เทคนิคการตกตะกอนอย่างง่าย โดยมีสภาวะที่ใช้ในการทดลองดังนี้ สารตั้งต้นคือ Aluminium trichloride (AlCl_3) ทำปฏิกิริยากับ phosphate source (H_3PO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4) ที่สภาวะพีเอช (pH) 6.5 และชนิดของสารปรับพีเอช (pH) คือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)

1.3.2 ศึกษาสมบัติทางเคมีและกายภาพของสารที่เตรียมได้ทั้งหมด ด้วยเทคนิคต่างๆคือ

- ตรวจสอบการสั่นของสารที่เตรียมได้ทั้งหมด รวมถึงอนุพันธ์ทางความร้อนของ

เอกสารนี้เป็นสาร ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) ไม่ว่าจะกรณีใดก็ตามก็จำเป็นต้องอ่านให้ชัดเจนเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่เตรียมได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของ

รังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction method : XRD)

- ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของสารที่เตรียมได้ทั้งหมด รวมถึงอนุพันธ์ทางความร้อนของสาร ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

- ตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนอลไลซิส (Thermal Gravimetric Analysis , TGA)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

จากโครงการพิเศษนี้เมื่อเสร็จสมบูรณ์แล้วคาดว่าจะได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1.5.1 ได้ความรู้ ความเข้าใจสำหรับการเตรียมอะลูมิเนียมฟอสเฟต ที่ง่าย สะดวก และรวดเร็ว

1.5.2 ได้รูปแบบพฤติกรรมทางความร้อนของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด

จากข้อมูลต่างๆที่ได้รับจากงานวิจัยนี้ ในอนาคตน่าจะมีโอกาสถูกนำไปใช้เป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการเลือกใช้สารที่ศึกษานี้ เพื่อใช้ประโยชน์ทั้งระดับภาคการศึกษาและระดับอุตสาหกรรมต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้กล่าวถึงข้อมูลทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับฟอสเฟตเทคนิคต่างๆที่ใช้ในการสังเคราะห์สารเทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารในกลุ่มฟอสเฟตและงานวิจัยต่างๆที่เกี่ยวข้องโดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1 โลหะฟอสเฟต

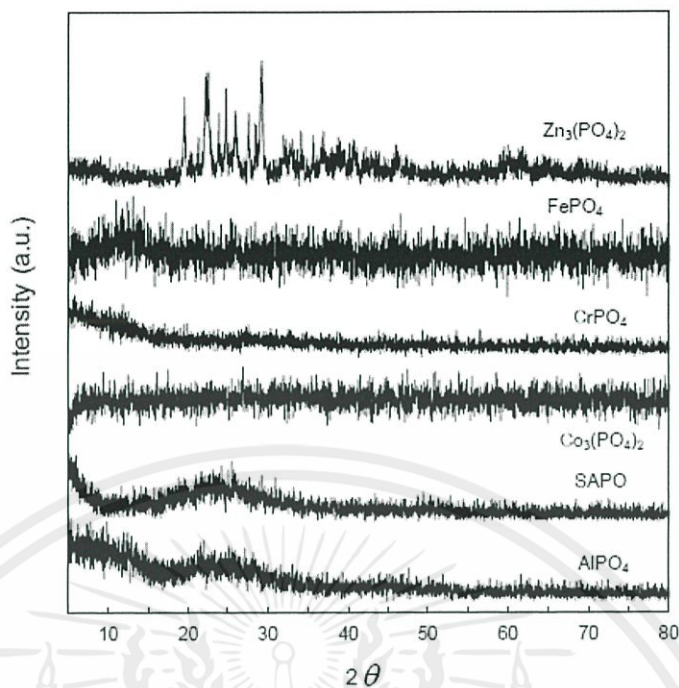
สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตเป็นสารที่สามารถที่จะนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น เป็นลิเคลือบเซรามิกส์ ตัวเร่งปฏิกิริยา สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อนและเป็นปุ๋ยที่มีความสามารถในการปลดปล่อยธาตุอาหารอย่างช้าๆจึงนับได้ว่าเป็นสารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมซึ่งสารโลหะฟอสเฟตมีแหล่งที่มาสำคัญ 2 แหล่งคือเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ จะเรียกว่าแร่ฟอสเฟตและเกิดขึ้นจากฝีมือมนุษย์ด้วยการสังเคราะห์ขึ้น โดยหน่วยย่อยของฟอสเฟตที่มักพบคือ Orthophosphate, Hydrogenphosphate, Dihydrogenphosphate, Pyrophosphate และ Cyclotetraphosphate เป็นต้น สำหรับสารแร่ฟอสเฟตที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจะเกิดผ่านกลไกที่เรียกว่า กระบวนการเฟอร์โรลิตซิส (Ferrololysis process) โดยเกิดผ่านปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ด้วยสภาวะความเป็นกรด - เบส ระยะเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสม ส่วนใหญ่เกิดตะกอนโลหะฟอสเฟตที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยมาก เช่น $MnPO_4 \cdot H_2O$, $FePO_4 \cdot 2H_2O$, $AlPO_4 \cdot 2H_2O$, $MgHPO_4 \cdot 2H_2O$, $MnHPO_4 \cdot 3H_2O$, $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$, $Mn_3(PO_4)_2 \cdot 3H_2O$, $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 3H_2O$, $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$ หรือ $Mg(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$ โดยจะเกิดจากตะกอนระหว่างปุ๋ยฟอสเฟตที่มาจาก การใส่ปุ๋ยของเกษตรกรและแร่ธาตุโลหะที่เป็นองค์ประกอบภายในดินเองที่สภาวะที่เป็นกรดหรือเบสที่เหมาะสม เมื่อเกิดตะกอนแล้วทำให้ดินแข็งและเกิดภาวะเสื่อมโทรม ส่งผลให้พืชไม่สามารถดูดซับธาตุอาหารดังกล่าวไปใช้ประโยชน์ได้ สำหรับสารโลหะฟอสเฟตที่เกิดจากการสังเคราะห์ขึ้นจากฝีมือมนุษย์ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตในรูปแบบที่ต้องการได้ ซึ่งมีผู้สนใจสังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตในรูปแบบที่ต้องการได้ ซึ่งมีผู้สนใจสังเคราะห์สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตในรูปแบบต่างๆมากมาย เช่น ในปีคริสตศักราช 1995 A. Bensalem และ G. Iyer [1] ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสาร

แมกนีเซียม (II) ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$) โดยทำการเตรียมตัวอย่างด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่างแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่อุณหภูมิห้องโดยผสมสารทั้ง 2 ตัว ในอัตราส่วนที่ต้องการในน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการปั่นกวนต่ออย่างรวดเร็ว และปรับค่า pH = 6.0 โดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ลงไป ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้นแล้วนำสารละลายที่ได้ไปกรองผ่านเครื่องกรองลดความดัน ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน และนำไปอบที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด ซึ่งเป็นสารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าด้วยเทคนิค XRD และเทคนิค FTIR ก็จะสามารถตรวจสอบลักษณะของสารที่สังเคราะห์ได้ซึ่งตะกอนที่ได้มีลักษณะคล้ายฝุ่นและเมื่อตรวจสอบแล้วพบว่า สารมีระบบผลึกเป็นแบบ orthorhombic (ออร์โธโรมบิก) มีแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 9.295 \text{ \AA}$, $b = 8.038 \text{ \AA}$, $c = 10.482 \text{ \AA}$ ต่อมาในปีคริสต์ศักราช 2006 V. Siva Kumar, A.H. Padmasri และคณะ [2] ได้ศึกษาการเติมสารตั้งต้นฟอสเฟตเพื่อทำหน้าที่ในการสังเคราะห์อะลูมิเนียมซัลเฟตและเฟิงพอในการเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ โดยสามารถเตรียมได้ทั้งหมด 4 วิธีโดยวิธีแรก ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรตและกรดฟอสฟอริก ปั่นกวนที่อุณหภูมิห้อง ปรับค่า pH ด้วย 5 เปอร์เซ็นต์ (percent) สารละลายแอมโมเนียให้ pH = 9 และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ นาน 12 ชั่วโมงแล้วเผา ที่อุณหภูมิ $923^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 2 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยกรดฟอสฟอริก นำไปอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ แล้วเผา ที่อุณหภูมิ $923^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 3 ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรตและสารละลายไดแอมโมเนียม ไฮโดรเจนฟอสเฟต ปั่นกวนที่อุณหภูมิห้อง ปรับค่า pH ด้วย 5 เปอร์เซ็นต์ (percent) สารละลายแอมโมเนียให้ pH = 9 และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ นาน 12 ชั่วโมงแล้วเผา ที่อุณหภูมิ $923^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 4 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยสารละลายไดแอมโมเนียม ไฮโดรเจน ฟอสเฟต นำไปอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ แล้วเผา ที่อุณหภูมิ $923^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET-S.A., XRD, FT-IR, and NH_3 -TPD. ^{27}Al และ ^{31}P MAS NMR การสังเคราะห์ อะลูมิเนียมฟอสเฟตมีวิธีการเตรียมที่รวดเร็วด้วย วิธีการตกตะกอนร่วม แต่ว่าจากผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้นี้ไม่มีประสิทธิภาพที่จะใช้ในขั้นตอนการขจัดน้ำในเมทานอลเพื่อเปลี่ยนเป็นไดเมทิลอีเทอร์ ต่อมาในปี คริสต์ศักราช 2010 Krit Lertjiamratn และคณะ ได้มีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติความเป็นกรดและคุณสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เตรียมได้นี้ไม่มีประสิทธิภาพที่จะใช้ในขั้นตอนการขจัดน้ำในเมทานอลเพื่อเปลี่ยนเป็นไดเมทิลอีเทอร์ ต่อมาในปี คริสต์ศักราช 2010 Krit Lertjiamratn และคณะ ได้มีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติความเป็นกรดและคุณสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้

วิธีการทำไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ในการพรีทรีทเมนต์ (pretreatment) เพื่อเหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนเมทานอล ไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์โดยวิธีตกตะกอนโดยผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรดกับกรดฟอสฟอริก พร้อมควบคุมอุณหภูมิที่ 0°C และปรับค่า pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียให้ $\text{pH} = 7$ และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 110°C นาน 24 ชั่วโมงแล้วเผา ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียม ฟอสเฟต จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ผ่านการทำไฮโดรเทอร์มอลพรีทรีทเมนต์ (Hydrothermal pretreatment) ที่อุณหภูมิ $100 - 300^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 15 นาที ก่อนนำไปทดสอบความแอททิวิตี (activity) สำหรับการเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FT-IR และ FT-Raman แล้วเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ได้ผ่านการทำไฮโดรเทอร์มอลพรีทรีทเมนต์ (Hydrothermal pretreatment) จะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำพรีทรีทเมนต์ (pretreatment) จะช่วยเพิ่มความแอททิวิตี (activity) และช่วยปรับปรุงประสิทธิภาพของความแรง (acid strength) และความเป็นกรด (acidity) ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตและเพิ่มจำเพาะ (selectivity) ในการเกิดไดเมทิลอีเทอร์ได้มากขึ้น ในปีคริสต์ศักราช 2011 มานิตย์ ดวงเพ็ญมาตร์, สุชาสินี เนรมิตตกพงษ์ และ อาทิตย์ เนรมิตตกพงษ์ [3] ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสารอะลูมิเนียมฟอสเฟต โคบอลต์ฟอสเฟต โครเมียมฟอสเฟต เฟอรัส (III) ฟอสเฟต ซิงค์ฟอสเฟตและซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยการ เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยกวนสารละลายโลหะไนเตรดกับสารละลายกรดฟอสฟอริก ที่อุณหภูมิ 0°C และปรับค่า pH ด้วย สารละลายแอมโมเนีย ได้สารที่เป็นเจล นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองเอาตะกอนไปอบอุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตแล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ก็จะสามารถตรวจสอบลักษณะของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้และวิเคราะห์ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการ Titration ion exchange ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตด้วยเครื่อง XRD พบว่าทุกตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนั้นมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออสฐานทั้งหมดดัง รูปที่ 2.1

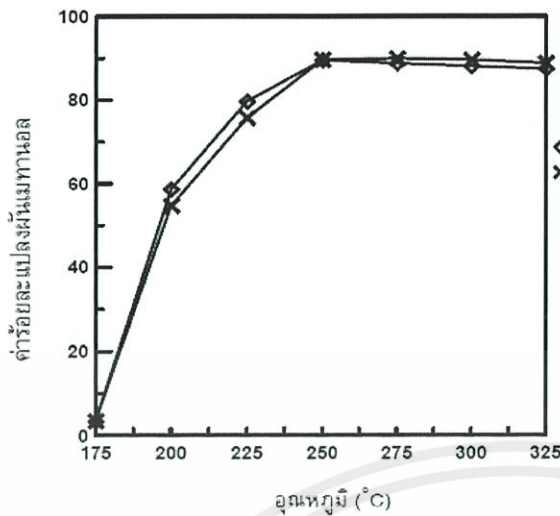
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



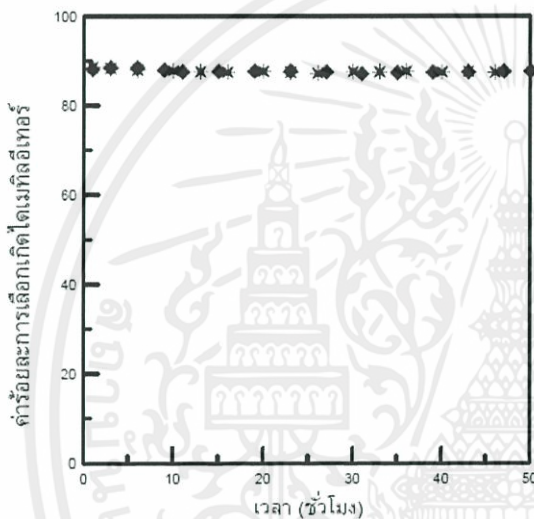
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต

เมื่อทดสอบปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลพบว่าค่าร้อยละการแปลงผันเมทานอลของทุกตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันและปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลที่อุณหภูมิ 250°C (รูปที่ 2.1) แต่ปัจจัยการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลนั้น ไม่ได้ขึ้นอยู่กับความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตเพียงอย่างเดียวอาจมาจากชนิดของโลหะที่ทำหน้าที่ในการกระตุ้น (Active site) ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา ก็มีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลที่ดีขึ้นและพบว่าเมื่อเติมซัลฟิดกลงไปในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โมเลกุลของซัลฟิดาได้เข้าไปจัดเรียงตัว ดังรูปที่ 3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 ค่าร้อยละการแปลงผันเมทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้ตัวเร่ง ปฏิกิริยา 0.5 กรัม ค่า WHSV ของเมทานอลเท่ากับ 2.05 h^{-1}

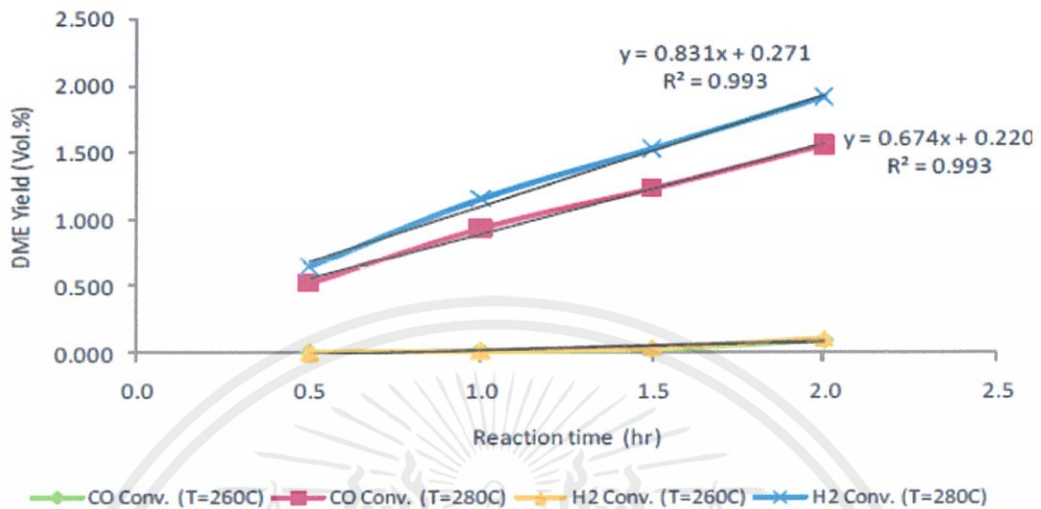


รูปที่ 2.3 ค่าร้อยละการแปลงผันเมทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ ใน ขั้นตอนเพิ่มและลดอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต 0.5 กรัม ค่า WHSV ของเมทานอลเท่ากับ 2.05 h^{-1}

ดังนั้นปฏิกิริยาการขจัดน้ำเพื่อให้ได้ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตนั้น ขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตและความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา จึงพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีความเป็นกรดของพื้นผิวที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยานี้ และในปีเดียวกัน Rafidah Jalil¹, Tomohisa Miyazawa และคณะ [4] ได้สังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเศษไม้โดยใช้การสังเคราะห์ทางตรงที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี 2 หมู่ฟังก์ชัน (function) เตรียมได้โดยผสมสารละลายคอปเปอร์ไนเตรตและซิงค์ไนเตรตในอัตราส่วน 1 : 1 ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวตกตะกอน ให้ได้ pH = 7 ควบคุมอุณหภูมิที่ 60°C แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 ชั่วโมง แล้วนำไปกรองผ่านเครื่องกรองลดความดันนำตะกอนที่ได้ไปผสมกับแกมมา-อะลูมิเนียมออกไซด์ในอัตราส่วน 1:1 โดยเติมน้ำกลั่นแล้วรดให้เข้ากัน นำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 105°C นาน 24 ชั่วโมง แคลไซน์ต่อที่อุณหภูมิ 500°C นาน 3 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอีก 2 ตัว เพื่อเป็นการทำซ้ำ (repeatability) เพื่อยืนยันผลการทดลอง เตรียมได้โดยผสม แกมมา-อะลูมิเนียมออกไซด์ ในระหว่างที่กำลังตกตะกอน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้ง 2 ตัวนี้จะเตรียมเช่นเดียวกัน จากนั้นก็นำตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้ไปเข้ากระบวนการสังเคราะห์ไดเมทิล

อีเทอร์ ในเครื่องปฏิกรณ์ สภาวะที่ใช้ จะให้อุณหภูมิ 230-280 °C ใช้ความดัน 2 MPa อัตราการไหลของแก๊ส 50-100 mL/min และน้ำหนักสารที่ใช้ คือ 3-5 กรัม

Effect of Temperature on the CO & H₂ Conversion at Constant Flow Rate (50ml/min) & Catalyst Weight



รูปที่ 2.4 การเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์ของไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆที่สภาวะเดียวกัน

จากผลการทดลองพบว่าที่ อุณหภูมิ 280 °C ความดัน 2MP น้ำหนักสาร 3 กรัม ใช้อัตราการไหลของแก๊สที่ 50 mL/min และใช้ความเร็วของแก๊สที่เกิดขึ้นในช่องทุกๆชั่วโมง (GHSV) เท่ากับ 1000 ml/g.cat.hr จะให้เปอร์เซ็นต์คอนเวอร์ชัน (conversion percent) ของไดเมทิลอีเทอร์สูงที่สุด

2.2 ไดเมทิลอีเทอร์ [5]

ในช่วงปี พ.ศ.2538 ที่การประชุมสมาคมวิศวกรรมยานยนต์ (Society of Automotive Engineering : SAE) สหรัฐอเมริกาได้มีการนำเสนอแนวทางการนำไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl ether, DME) มาใช้ในเครื่องยนต์ของรถยนต์ รวมทั้งการศึกษอย่างกว้างขวางเกี่ยวกับการผลิต ผลที่ดีที่สุดคือสิ่งแวดล้อมนับเป็นการเริ่มต้นการศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ DME เป็นพลังงานทางเลือกอย่างชัดเจน นับจากนั้นเป็นต้นมาได้มีการทำการศึกษาและทดลองติดตั้งเครื่องยนต์ที่ใช้DMEเป็นเชื้อเพลิงในยานยนต์เป็นอันมาก ทั้งในยุโรปและเอเชีย โดยการศึกษาส่วนใหญ่มุ่งไปที่รถยนต์ดีเซลขนาดใหญ่ในระบบขนส่งมวลชนของรัฐและรถบรรทุกขนาดใหญ่ ประกอบกับปัญหาราคาน้ำมันที่เพิ่มขึ้นอย่างมากในปัจจุบันทำให้การศึกษาที่เกี่ยวข้องกับการใช้DMEเป็นเชื้อเพลิงทดแทนเป็นไปอย่างกว้างขวางมากยิ่งขึ้นเพราะDMEเป็นเชื้อเพลิงที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับเชื้อเพลิงอื่นๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ดังแสดงใน ตารางที่ 2.1

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของไดเมทิลอีเทอร์และเชื้อเพลิงอื่นๆ

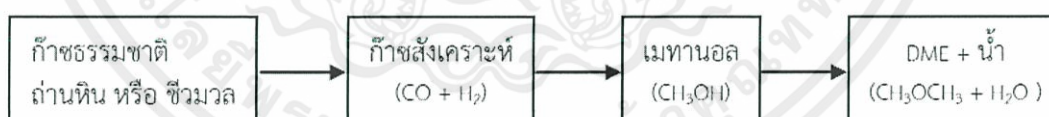
properties	DME	Propane (LPG)	Methane	Methanol	Diesel
Chemical formula	CH ₃ OCH ₃	C ₃ H ₈	CH ₄	CH ₃ OH	-
Boiling point (K)	-25.1	-42	-161.5	64.8	180-370
Liquid density (g/cm ³)	0.67	0.49	-	0.79	0.84
Specific gravity (vs.air)	1.59	1.52	0.55	-	-
Vapor pressure (atm) ^a	6.1	9.3	-	-	-
Cetane number	55 - 60	5	0	5	40 - 55
Net calocific Value (10 ⁶ J/Nm ³)	59.44	91.25	36	-	-
thermal energy value (kcal/kg)	6,900	11,100	12,000	4,800	10,000

DME เป็นเชื้อเพลิงสะอาดที่สามารถผลิตได้ทั้งจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมและวัตถุดิบอื่นๆ การศึกษาผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมของ DME พบว่า DME เป็นสารประกอบอินทรีย์กลุ่มระเหยง่าย (Volatile Organic Compound) แต่ไม่เป็นพิษ ไม่มีผลต่อการก่อมะเร็งและก่อให้เกิดการกลายพันธุ์ของสิ่งมีชีวิต ครึ่งชีวิตของการสลายตัวของ DME ในชั้นบรรยากาศเป็นเวลาสั้นมากเมื่อเทียบกับก๊าซเรือนกระจกตัวอื่นๆ เช่น CO₂ หรือมีเทน เป็นต้นนอกจากนี้การศึกษาในแง่การเผาไหม้ของก๊าซ DME ยังพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการเผาไหม้จะสะอาด คือ ปราศจากเขม่าและมีปริมาณก๊าซคาร์บอนมอนนอกไซด์น้อยมากอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากในโครงสร้างของโมเลกุลมีลักษณะเป็นพันธะเดี่ยว ซึ่งไม่มีพันธะระหว่างอะตอมคาร์บอนโดยมีอะตอมของออกซิเจนประกอบอยู่ระหว่าง

อะตอมคาร์บอนสองอะตอม ปริมาณออกซิเจนจึงเพียงพอที่จะทำให้เกิดการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ ลักษณะพันธะของ โมเลกุลเป็นพันธะเดี่ยวระหว่างธาตุคาร์บอนและออกซิเจน พลังงานของการเกิดปฏิกิริยาจึงมีค่าต่ำ ทำให้ความร้อนที่ได้การเผาไหม้มีน้อย แต่สามารถปลดปล่อยพลังงานเคมีที่อุณหภูมิต่ำกว่าเชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ จึงมีความเป็นไปได้ในการลดปริมาณความร้อนที่สูญเสียลงได้ แต่อย่างไรก็ตามค่าปริมาณพลังงานที่ปลดปล่อยต่อปฏิกิริยามีค่าน้อยกว่าน้ำมันหรือเชื้อเพลิงที่ใช้อยู่ในปัจจุบัน นั่นคือ หากต้องการนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิง ต้องใช้มวลเชื้อเพลิงมากกว่าเชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ

ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl ether, DME) เป็นพลังงานที่สามารถผลิตได้จากวัตถุดิบหลากหลายชนิด เช่น ก๊าซธรรมชาติ ถ่านหิน หรือสารชีวภาพต่างๆ ได้โดยผ่านกระบวนการเคมี ซึ่งกระบวนการผลิตสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี คือ

1) การผลิตแบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) โดยผ่านกระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล (methanol dehydration) การผลิตวิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้กัน โดยทั่วไป ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ และก๊าซไฮโดรเจน (ก๊าซสังเคราะห์) ที่ได้จากกระบวนการก๊าซซิฟิเคชัน (gasification) ของถ่านหินหรือชีวมวลหรือจากกระบวนการรีฟอร์มมิง (reforming) ของก๊าซธรรมชาติจะถูกนำมาทำปฏิกิริยากันเพื่อผลิตเมทานอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาพวกโลหะ เช่น โคบอลต์ เป็นต้น จากนั้นเมทานอลจะเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเกิดเป็น ดีเอ็มอี และน้ำ แต่ข้อเสียของการผลิตแบบทางอ้อม คือ ถ้าระยะเวลาที่ใช้ในขั้นตอนรีฟอร์มมิง (reforming) นานเกินไปจะทำให้เมทานอลเกิดการเปลี่ยนแปลง (shift) กลายมาเป็นก๊าซ คาร์บอนไดออกไซด์แทน และสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายสูง



รูปที่ 2.5 กระบวนการผลิตไดเมทิลอีเทอร์แบบทางอ้อม (Indirect DME Synthesis) หรือ กระบวนการ ดีไฮเดรชันของเมทานอล (Methanol Dehydration)

2) กระบวนการผลิตดีเอ็มอีแบบทางตรง (Direct DME Synthesis) การผลิตดีเอ็มอี

วิธีนี้เป็นเทคโนโลยีที่คิดค้นขึ้นใหม่ซึ่งมีข้อดีกว่าวิธีการทางอ้อมคือไม่จำเป็นต้องมีขั้นตอนของการสังเคราะห์เมทานอลทำให้สามารถลดต้นทุนการผลิตลงได้ โดยในกระบวนการผลิตนี้ ก๊าซสังเคราะห์สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีเกิดเป็นดีเอ็มอีได้โดยตรงโดยใช้ตัวเร่ง

ปฏิกิริยาที่มี 2 หมู่ฟังก์ชัน (function) ซึ่งประกอบด้วยของผสมระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์เมทานอล เช่น Cu/Zn, Cu/Zn/Al, Cu/Cr/Fe, Cu/Zn/Ga, Cu/Zn/Cr, Cu/Zn/Co จากงานวิจัยหลายๆงานวิจัยพบว่า Cu/Zn มีประสิทธิภาพและคุณสมบัติที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เมทานอลได้ดีที่สุดกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กำจัดน้ำตัวอย่างเช่น Silica-Titania, Modified-gamma Al₂O₃, Zeolite เป็นต้น โดยเกิดผ่าน 3 ปฏิกิริยาดังขั้นตอนดังสมการ



ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในขั้นตอนการกำจัดดังกล่าวนี้ไม่สามารถควบคุมผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้อีก ทั้งเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการไม่สูงมากนักเนื่องจากว่าความเป็นกรดที่สูงของตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวเร่งปฏิกิริยายังเสื่อมสภาพได้ง่ายตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดสูงจะทำให้กระบวนการเปลี่ยนเมทานอลเป็น โอลิฟินส์และไม่หยุดอยู่ที่ไดเมทิลอีเทอร์อีกทั้งเมื่อการทำปฏิกิริยานานขึ้นจะทำให้เกิดโค้กบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้อายุการใช้งานลดลงแต่ไม่นานมานี้มีงานวิจัยพบว่า โลหะฟอสเฟตที่ถูกเตรียมขึ้นด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนั้นมีความสามารถเร่งปฏิกิริยาการกำจัดน้ำของเมทานอลได้และมีความเป็นกรดไม่สูงมากนัก จึงส่งผลทำให้มีผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสูง เมื่อใช้ควบคู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาพวก คอปเปอร์ ซิงค์ออกไซด์

มาตรฐานคุณภาพของดีเอ็มอี

จากการสำรวจพบว่าหน่วยงานที่ประกาศกำหนดมาตรฐานคุณภาพของดีเอ็มอีสำหรับใช้งานเป็นเชื้อเพลิง 2 แห่ง ได้แก่ International Energy Agency (IEA) และ Japan Industrial Standard (JIS) โดยรายละเอียดของแต่ละมาตรฐานได้แสดงไว้ในตารางข้างล่างนี้ ทั้งนี้จะเห็นได้ว่าคุณสมบัติสำคัญที่มีการกำหนดมาตรฐานไว้คือ ความบริสุทธิ์ของดีเอ็มอี ปริมาณเมทานอล และปริมาณน้ำ นอกจากนี้ ยังมีการจำกัดปริมาณของสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ ที่มาจากการทำปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ หรือ การเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงในขั้นตอนการผลิต ตัวอย่างเช่น แอลกอฮอล์ อีเทอร์ชนิดอื่นๆ กรดฟอร์มิก และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารทูลสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีเหตุผลเบ็ดเสร็จเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 ข้อกำหนดมาตรฐานคุณภาพของดีเอ็มอีสำหรับใช้เป็นเชื้อเพลิง

คุณสมบัติ	อัตราสูง	IEA ¹⁾	JIS ²⁾
ปริมาณดีเอ็มอี (DME purity), ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่ต่ำกว่า	99.6	99.0
ปริมาณเมทานอล (Methanol content), ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่สูงกว่า	0.05	1.0
ปริมาณน้ำ (Water content), ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่สูงกว่า	0.01	1.0
ปริมาณเมทิลเอทิลเอทานอล (Methyl ethyl ethanol content), ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่สูงกว่า	0.2	-
ปริมาณแอลกอฮอล์ที่หนักกว่าเมทานอล (Higher fatty alcohol), ร้อยละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่สูงกว่า	0.05	-
ปริมาณอีเทอร์ที่หนักกว่าดีเอ็มอี (Higher fatty ether), ร้อยละโดยน้ำหนัก (% wt)	ไม่สูงกว่า	0.05	-
ปริมาณคีโตน (Ketone Content), ร้อยละโดยน้ำหนัก (% wt)	ไม่สูงกว่า	0.05	-
ปริมาณสารเติมแต่ง (Lubricant, viscosity), ร้อยละโดยน้ำหนัก (% wt)	ไม่สูงกว่า	0.2	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้คงเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำไปใช้

ปริมาณกรดฟอร์มิก (Formic acid content), ร้อยละโดยน้ำหนัก (% wt)	ไม่สูงกว่า	-	0.01
ปริมาณก๊าซ คาร์บอนไดออกไซด์ (Carbondioxide content), ร้อยละโดยน้ำ หนัก (% wt)	ไม่สูงกว่า	-	0.1
ปริมาณกำมะถัน (Sulphur content), ร้อย ละโดยน้ำหนัก (%wt)	ไม่สูงกว่า	-	ตรวจไม่พบ
ปริมาณสิ่งตกค้าง (Remaining residuals), มิลลิกรัม/กิโลกรัม (mg/kg)	ไม่สูงกว่า	-	1.0
ความดันไอ (Vapor pressure) ณ อุณหภูมิ 40oC, เมกะปาสกาล (MPa)	ไม่สูงกว่า	-	-

- 1) International Energy Agency
- 2) Japan Industrial Standard
- 3) ให้เป็นไปตามข้อตกลงระหว่างผู้ซื้อและผู้ขาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์

เทคนิคการเตรียมสารโลหะฟอสเฟตมีหลายชนิด ตัวอย่างเช่น หลักการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal method) หลักการเตรียมแบบสถานะของแข็ง (solid state method) หลักการเตรียมแบบโซล-เจล (sol-gel method) หลักการเตรียมด้วยตัวกลาง (media method) หลักการเตรียมไมโครเวฟ (microwave) หลักการเตรียมแบบสถานะอุณหภูมิสูง (high thermal method) หลักการเตรียมแบบการตกตะกอน (precipitation method) และหลักการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) เป็นต้น จากหลักการเตรียมที่แตกต่างกัน จะก่อให้เกิดสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารที่ต้องการตัวหนึ่งๆมีความแตกต่างกันและยังพบอีกว่าสถานะตัวแปรการเตรียม เช่น อุณหภูมิ เวลา ความเป็นกรด-เบส และสารตั้งต้นจะแตกต่างกันขึ้นกับเทคนิคของการเตรียม

2.3.1 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน (Precipitation) [6]

การตกตะกอน (precipitation) เป็นการแยกตะกอนแขวนลอยออกจากของเหลวเพื่อให้ได้ส่วนของชั้นใส (Clear fluid) และชั้นของ slurry ที่มีความเข้มข้นของตะกอนสูง การเตรียมแบบการตกตะกอนถือเป็นกระบวนการเตรียมที่ง่าย สะดวกและรวดเร็วคือเตรียมสารตั้งต้นให้เป็นสารละลายตามความเข้มข้นที่ต้องการ จากนั้นเตรียมสารที่สามารถทำให้เกิดการตกตะกอน ซึ่งตัวทำให้เกิดตะกอนส่วนมากจะเป็นสารที่เป็นกรดแก่ หรือ เบสแก่ โดยส่วนใหญ่สารโลหะฟอสเฟตจะตกตะกอนในสภาพความเป็นกรดหรือเบสที่แตกต่างกัน เช่นการเตรียม $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ จากระบบสารตั้งต้น $1.0 \text{ M Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ที่ pH 6 ด้วย 0.1 M NaOH การเตรียม $\text{CoHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ จากระบบสารตั้งต้น $1.0 \text{ M Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ที่ pH 6 ด้วย $0.1 \text{ M NH}_4\text{OH}$ เป็นต้น

2.3.2 เทคนิคการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method) [7,8]

หลักการ คือ การผสมสารตั้งต้นที่ประกอบไปด้วยสารโลหะซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารในกลุ่มโลหะออกไซด์ (metal oxide) สารแหล่งของฟอสฟอรัส ได้แก่ H_3PO_4 , NaH_2PO_4 , Na_2HPO_4 , KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ และสารสุดท้ายคือน้ำ โดยผสมตามสัดส่วนโมลของสารขึ้นอยู่กับสารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ จากนั้นบรรจุในอุปกรณ์ที่ปิดสนิท นำเข้าเตาเผาที่

อุณหภูมิสูงที่เหมาะสมพร้อมกำหนดระยะเวลา เช่น การสังเคราะห์ $Mg(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ โดยการเติมน้ำและกรอฟอสฟอริก (H_3PO_4) หลังจากนั้นตามด้วย diethylenetriamide (DETA) และปรับค่า pH เริ่มต้นเท่ากับ 7.4 จะได้สารที่เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วทำการตกผลึกใน autoclave ที่อุณหภูมิ $180^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.3.3 เทคนิคการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) [9]

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมสูงเนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพสูงและนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลง ประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตสารเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) ตัวดูดซับ (Adsorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin film) การฉาบผิววัสดุ (Coatings) เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ (Nuclear fuel) แผ่นกรองและเส้นใยเซรามิกส์แก้วชนิดพิเศษ ผงขัด และวัสดุชีวภาพ(Biomaterials) ต่างๆ คำว่า “ โซล-เจล ” เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆมากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล โดยทั่วไปกระบวนการ โซล-เจล คือกระบวนการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “ โซล ” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน ไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นวัณมีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “ เจล ” ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ โซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis , Water condensation และ Alcohol condensation มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วน โมลของน้ำกับโลหะและอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติโครงสร้างต่างกัน ข้อดีของเทคนิค โซล-เจล คือมีการรวมตัวกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคขนาดเล็กละเอียดมากอยู่ในช่วง 20 ถึง 50 นาโนเมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลึกเพื่อให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.3.4 เทคนิคการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (Media synthetic method)

การเตรียมแบบนี้ส่วนใหญ่จะใช้สารตั้งต้นผสมกันในตัวกลางที่ไม่ใช่น้ำแต่อาจจะเป็นแอลกอฮอล์ สาร โพลีเมอร์หรือสาร โปรตีน เป็นต้น เมื่อผสมแล้วทำให้ตกตะกอนโดยใช้สภาวะไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ดัดแปลงเนื้อหา และค่าต่างๆอีกทั้งเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้อุณหภูมิหรือสภาพความเป็นกรดหรือเบส ก็จะได้สาร โลหะฟอสเฟตที่ต้องการออกมา

2.3.5 เทคนิคการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) [10]

คือกระบวนการที่จะนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างสารโลหะฟอสเฟต ทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ที่เรียกว่า ทวิโลหะฟอสเฟต (binary metal phosphates) ซึ่งหลักการจะคล้ายกับวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา คือ เตรียมสารละลายโลหะสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งของฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อจะทำให้เกิดตะกอน เช่น การสังเคราะห์ (ยังไม่เสด)

2.3.6 เทคนิคการเตรียมโดยใช้โซลโวเทอร์มัล (Solvothermal method)

วิธีโซลโวเทอร์มัลคือการเตรียมสารโลหะฟอสเฟตโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาในผลึกของสารอินทรีย์ และใช้ตัวทำละลายที่เป็นสารอินทรีย์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้สภาวะอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำ ใช้ความดันในการสังเคราะห์สูง ซึ่งปฏิกิริยานี้สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ค่าความว่องไวได้เองและแสดงสมบัติในการจำเพาะเจาะจงมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในอุตสาหกรรมเนื่องจากการใช้ความดันที่สูงในการทดลองจึงจำเป็นต้องทำการสังเคราะห์ในหม้อความดัน (autoclave) ทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแรง ทนทาน และสามารถทนอุณหภูมิได้สูง โดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในของหม้อความดันด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย ซึ่งผลึกที่ได้จะมีความเป็นผลึกสูง มีรูปร่างเหมือนกัน และมีการกระจายตัวใกล้เคียงกัน

2.3.7 เทคนิคการเตรียมโดยไมโครเวฟ (Microwave method)

กระบวนการเตรียมโดยไมโครเวฟ เป็นกระบวนการที่ให้ความร้อนด้วยตัวมันเองที่เกิดขึ้น โดยผ่านการดูดซึมพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้า เนื่องจากสารจะดูดซึมพลังงานไมโครเวฟโดยตรง จึงทำให้ได้รับความร้อนอย่างสม่ำเสมอ รวดเร็ว เสร็จในระยะเวลาสั้นและใช้อุณหภูมิต่ำกว่าที่จำเป็น กระบวนการนี้ถูกนำไปใช้ในการทำเซรามิกส์ เป็นจำนวนมาก วิธีการเผาของเตาอบ ไมโครเวฟ ในประเทศมีราคาถูกและสะดวกดังนั้นวิธีการเตรียมโดยไมโครเวฟจะเป็นวิธีที่ประหยัดมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 เทคนิคสำหรับการตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

2.4.1 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การสั่นภายในโมเลกุล

หลักการคือการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสาร ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุลอินฟราเรด เป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีเลขคลื่น (wave number) อยู่ในช่วงประมาณ $12,800$ ถึง 10 cm^{-1} หรือช่วงความยาวคลื่นจาก 0.78 - 1000 nm ช่วงของอินฟราเรดแบ่งได้เป็น 3 ช่วง คือ

- ช่วงใกล้อินฟราเรด (near IR region) เป็นช่วงที่อยู่ใกล้กับช่วงวิสิเบิล พบว่าแถบการดูดกลืน (absorption band) ที่ได้ค่อนข้างต่ำ มีประโยชน์ในการวิเคราะห์สารประกอบอะโรมาติก (aromatic compounds)

- ช่วงกลางอินฟราเรด (middle IR region) ช่วงนี้แบ่งออกเป็น group –frequency region อยู่ระหว่าง 4000 - 1300 cm^{-1} ซึ่งสเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่ได้จากพวกหมู่ฟังก์ชัน (functional groups) แต่ไม่ให้โครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์และ fingerprint region อยู่ระหว่าง 1300 - 200 cm^{-1} สเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่เกิดจากโครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์ ดังนั้นสเปกตรัมที่ได้จึงค่อนข้างยุ่งยาก การวิเคราะห์จึงต้องใช้วิธีเปรียบเทียบกับสเปกตรัมที่ของสารทราบโครงสร้างแล้ว

- ช่วงไกลอินฟราเรด (far IR region) ช่วงนี้ไม่ค่อยได้ใช้ในการวิเคราะห์เนื่องจากสเปกตรัมช่วงนี้มักจะเกิดจากการสั่นของโครงสร้างหรือเกิดการหมุนของโมเลกุล ช่วงนี้อยู่ระหว่าง 200 - 10 cm^{-1} สำหรับช่วงเลขคลื่นที่ใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์นั้น เป็นช่วงกลางอินฟราเรดเป็นส่วนใหญ่ คือ 4000 - 400 cm^{-1} กระบวนการดูดกลืนแสงอินฟราเรด โมเลกุลของสารจะดูดกลืนแสงอินฟราเรดได้ต้องมีลักษณะ และสภาวะที่เหมาะสม คือ

1. รังสีหรือแสงนั้นจะต้องมีพลังงานพอเหมาะพอดี ที่จะทำให้เกิดทรานซิชัน

2. ต้องเกิดการคู่ควบ (coupling) พอดีระหว่างสนามไฟฟ้าจากการแผ่รังสี กับสารนั้น เมื่อมีการดูดกลืนพลังงานแล้วจะทำให้เกิดโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุลนั้นเปลี่ยนไป ดังนั้นเมื่อแสงอินฟราเรดผ่านเข้าไปในโมเลกุลของสารใดก็ตามแล้วเกิดปรากฏการณ์ทั้งสองอย่างข้างบนนี้เรียกระบบนั้นว่า IR active ถ้าไม่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่แสดงว่าสารนั้นเป็น IR inactive ถือว่าไม่มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรด ถ้ามีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่มากจะได้ฟิสิกส์แถบดูดกลืนสูงถ้าเปลี่ยนแปลงน้อยจะได้ฟิสิกส์แถบดูดกลืนต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

2.4.1.1.1 สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง

1. เทคนิคมัลล์ (mull technique) เป็นวิธีการเตรียมสารโดยการบดสารใน Mineral oil เช่น นูจอล (nujol) การเตรียมสารที่เป็นของแข็งมักมีปัญหาเกี่ยวกับการกระเจิงแสงจึงแก้ปัญหาโดยการบดสารตัวอย่างให้เป็นผงละเอียดและให้แขวนลอยในของเหลวที่มีดัชนีหักเหใกล้เคียงกับของแข็งเพื่อตัดการกระเจิงแสง

2. วิธีการอัดเม็ด (pellet method) วิธีนี้ให้ของแข็งแขวนลอยในเม็ดโพแทสเซียมโบรไมด์ ซึ่งถูกอัดด้วยความดันสูงด้วยเครื่องไฮดรอลิกเม็ดของสารตัวอย่างโปร่งแสงจึงใช้วิเคราะห์คุณภาพและปริมาณได้

3. เทคนิคฟิล์ม (film technique) ทำได้โดยตัดวางตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ โดยใช้เครื่องตัดหรือหลอม สารตัวอย่างแล้วทิ้งให้แห้งจนได้เป็นแผ่นฟิล์ม

4. วิธีเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นของเหลวนำตัวอย่างมาละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมโดยมีของแข็งประมาณ 5 เปอร์เซ็นต์

2.4.1.1.2 สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว

ตัวอย่างที่เป็นของเหลววิเคราะห์ได้ในสภาพของเหลวที่บริสุทธิ์โดยเตรียมใส่เซลล์ที่มีความหนอพประมาณ ถ้าใช้ตัวทำละลายต้องเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วเพื่อป้องกันไม่ให้ตัวทำละลายดูดกลืนแสงอินฟราเรด

2.4.1.1.3 สารตัวอย่างที่เป็นแก๊ส

ตัวอย่างที่เป็นแก๊สใส่ในเซลล์บรรจุแก๊สที่เป็นหลอดแก้วคล้ายท่อมีหน้าต่างทำด้วยโซเดียมคลอไรด์ โพแทสเซียมโบรไมด์ หรือ แคลเซียมฟลูออไรด์

เครื่องอินฟราเรด สเปกโทรสโคปี

เครื่องอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ

1) เครื่องอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้ ระบบกระจายแสง (dispersive infrared spectrophotometer) ซึ่งมีทั้งลำแสงเดี่ยว (single beam) และชนิดลำแสงคู่ (double beam) แต่ลำแสงคู่เป็นเครื่องที่ได้รับความนิยมมากกว่า และพบเห็นโดยทั่วไปเพราะแบลคกราวนด์ (background) ที่เกิดจากแก๊สในบรรยากาศเช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำ จะหมดปัญหาไป

2) เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR) โดยทั่วไปเครื่องมือทางสเปกโทรสโคปี นั้นมักใช้หลักการกระจายแสงของสเปกตรัม การแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงที่สนใจ เป็นตัวกำหนด เช่น ในช่วงของอินฟราเรดซึ่งที่กล่าวมาแล้ว จากการบันทึกผลของค่าความเข้มของแสงต่อความถี่ หรือความยาวคลื่นซึ่งได้ออกมาเป็นสเปกตรัมเรียกว่า frequency-domain spectrum ดังที่เป็นกันอยู่ แต่ถ้าใช้วิธีการวัดต่างไป

โดยวัดความเข้มข้นของแสงหรือกำลังของแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆกันอย่างต่อเนื่องเทียบกับเวลา เรียกว่า Time-domain spectroscopy หรือโดยทั่วไปเรียก Fourier Transform Spectroscopy ซึ่งจะให้สเปกตรัมที่ได้จากการวัดการดูดกลืนแสงที่ความถี่ต่างๆพร้อมกันหมด ดังนั้นจึงสามารถช่วยให้การวิเคราะห์รวดเร็วขึ้น การแยก (resolution) ก็ดีขึ้น หรือเป็นการทำให้ signal-to-noise ratio ดีขึ้นกว่าวิธีธรรมดา

ส่วนประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์โดยทั่วไป มีส่วนประกอบสำคัญ คือ

1. ต้นกำเนิดแสงอินฟราเรด (IR Source)
2. เซลล์ที่ใส่ตัวอย่าง (Sample Cell)
3. โมโนโครเมเตอร์ (Monochromator)
4. เครื่องวัดแสงอินฟราเรด (IR Detector)
5. เครื่องบันทึกสเปกตรัม (Recorder หรือ Readout Devices)



รูปที่ 2.6 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

ข้อมูลที่ได้จะเกิดจากการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของโมเลกุล ซึ่งโมเลกุลจะประกอบด้วยอะตอมที่ยึดเกาะกันด้วยพันธะเคมีโดยปกติแล้วอะตอมจะมีการเคลื่อนไหวหรือการสั่น (Vibration) อยู่ตลอดเวลา การสั่นแบบพื้นฐานของพันธะเคมีมีอยู่ 2 แบบ คือการยืดหด

(Stretching) และการโค้งงอ (Bending) เมื่อสารตัวอย่างดูดกลืนแสงอินฟราเรด ซึ่งพลังงานของช่วง IR จะอยู่ระหว่าง $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ทำให้มีผลต่อการสั่นของพันธะเคมีแต่ละชนิดแตกต่างกันไป

พลังงานที่มีผลต่อการสั่นของพันธะเคมีแต่ละชนิด ทำให้สามารถจำแนกชนิดของหมู่ฟังก์ชันในองค์ประกอบของสารนั้นๆ ได้

การดูดกลืนแสงอินฟราเรดมีรูปแบบการสั่นของโมเลกุล ดังนี้

- การยืดหด (Stretching) เป็นการเปลี่ยนแปลงความยาวระหว่างอะตอมที่เกิดพันธะกันอยู่ มีทั้งการยืดหดแบบสมมาตร (Symmetric stretching) และแบบการยืดหดแบบไม่สมมาตร (Asymmetric stretching) การ โค้งงอ (Bending) หรือการผิดรูป (Deformation) เกิดจากการเปลี่ยนแปลงมุมระหว่างพันธะ 2 อัน ที่เรียกว่า Scissoring

- การหมุนที่ถูกขัดขวาง (hindered rotation) หรือ ไวเบรชัน (Vibration) เกิดจากการหมุนแบบกลับไปกลับมา (Rotation oscillations) ของ โมเลกุลน้ำซึ่งเกิดอันตรกิริยากับอะตอมข้างเคียง แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ขึ้นอยู่กับทิศทางของแกนหมุนหลัก ได้แก่ Rocking (R_x), Wagging (R_y) และ Twisting (R_z)

1. รูปแบบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในโครงผลึก (Fundamental vibrational modes of crystal water, H_2O)

ในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด $4000-400\text{ cm}^{-1}$ โมเลกุลน้ำจะดูดซับรังสีแล้วทำให้เกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งน้ำประกอบด้วย 3 อะตอม จึงสามารถแสดงรูปแบบการสั่นพื้นฐาน ดังนี้ คือ $3N-6 = (3 \times 3) - 6 = 3$ (เมื่อ N คือจำนวนอะตอมภายในโมเลกุลหรือไอออนของหน่วยย่อยโครงสร้าง) ซึ่งประกอบด้วย การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (symmetry stretching, V_1) การสั่นแบบโค้งงอ (bending mode, V_2) และการสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (asymmetry stretch, V_3) นอกจากการสั่นพื้นฐานแล้วโมเลกุลของน้ำยังแสดงรูปแบบการหมุนพื้นฐานอีก 3 แบบคือ Rocking (R_x), Wagging (R_y) และ Twisting (R_z) โดยแถบการสั่นและรูปแบบการสั่นแสดงไว้ใน ตารางที่

2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 แสดงการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในผลึกที่ช่วงเลขคลื่นต่างๆ

โหมด	ช่วงเลขคลื่น (cm^{-1})
การยืดของ O-H (ν)	3600-3000
การงอของ O-H (δ)	1660-1590
การแกว่งของ O-H (ρ)	900-350

2. รูปแบบการสั่นพื้นฐานของไพโรฟอสเฟตแอนไอออน (Fundamental vibrational modes of pyrophosphate anion, $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$)

ในช่วงความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ โมเลกุลไพโรฟอสเฟตแอนไอออน (HPO_4^{2-}) จะดูดซับรังสีแล้วทำให้เกิดการสั่นของพันธะ ซึ่งประกอบไปด้วย 9 อะตอม จึงสามารถแสดงรูปแบบการสั่นพื้นฐานดังนี้ คือ $3N - 6 = (3 \times 9) - 6 = 21$ (เมื่อ N คือจำนวนอะตอมภายในโมเลกุลหรือไอออนของหน่วยย่อยโครงสร้าง) ซึ่งจะเกิดการซ้อนทับกัน ทำให้สังเกตแถบการสั่นหลักๆ ได้ 6 รูปแบบ ดังแสดงในตาราง และรูปแบบการสั่นโดยแถบการสั่นโดยทั่วไปแสดงไว้ใน ตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงรูปแบบการสั่นของโมเลกุลอะลูมิเนียมฟอสเฟต

รูปแบบการสั่น	แถบการสั่น (cm^{-1})
$\nu_{\text{as}}(\text{PO}_3)$	1108s
$\nu_{\text{s}}(\text{PO}_3)$	1050s
$\nu_{\text{as}}(\text{POP})$	970vs
$\nu_{\text{s}}(\text{POP})$	763m
$\delta(\text{PO}_3)$	580s
$\delta(\text{POP})$	557vs

โดยที่ as คือ asymmetry vs คือ very strong
s คือ symmetry s คือ strong

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับเอาไว้ใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
m คือ medium
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.5 แสดงค่าความถี่ของการสั่นของ PO_4

Iron	Calculation frequencies (cm^{-1})	Symmetry species	Description
PO_4^{-3}, T_d	1010	F_2	
	934	A_1	
	566	F_2	
	422	A_2	
$\text{HPO}_4^{-2}, C_{3v}$	1076	E	
	989	A_1	
	846	A_1	
	582	E	
	536	A_1	
	395	E	
$\text{H}_2\text{PO}_4^{-}, C_{2v}$	1155	A_1	
	1076	B_1	
	942	B_2	
	874	A_1	
	572	A_1	
	545	B_2	
	538	B_1	
	502	A_2	
	378	A_1	
$\text{H}_3\text{PO}_4, C_{3v}$	1174	A_1	
	1007	E	
	888	A_1	
	560	E	
	399	A_1	
	354	E	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

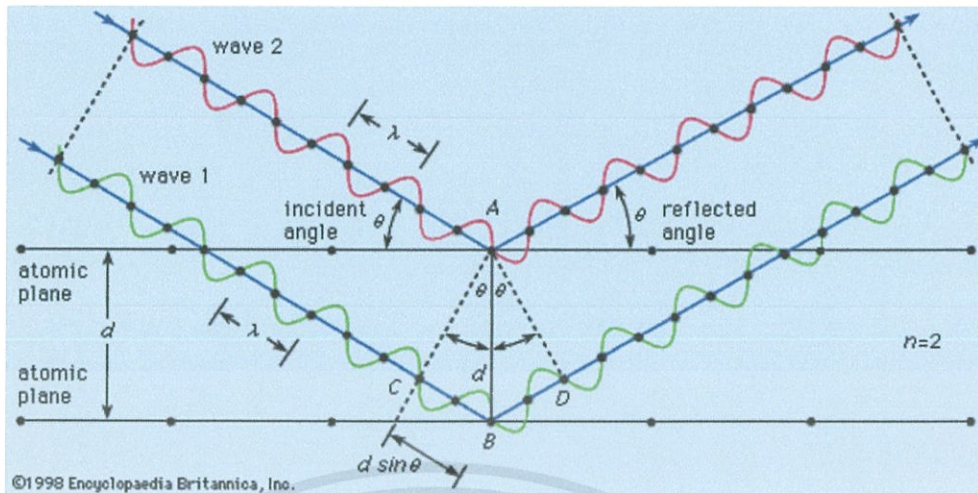
เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive analysis) ซึ่งนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุเบื้องต้นข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะประกอบด้วยข้อมูลของชุดค่า d-spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจจับได้ ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice Parameters) โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) อย่างคร่าวๆ ชนิดของเฟสที่ปรากฏ ขนาดของเกรน (Grain Size) และในบางกรณียังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงของส่วนประกอบของโครงสร้าง (Texture Analysis) ได้อีกด้วย รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตรเมื่อรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกิริยากับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง การดูดกลืนการกระเจิงแสงหรือการเลี้ยวเบน ซึ่งปรากฏเหล่านี้จะมีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิดเนื่องจากของแข็งที่เป็นผลึกจะมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบเมื่อรังสีเอ็กซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆ ด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้เกิดพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้น

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ แบ่งออกเป็น 2 ชนิดคือ สำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single -Crystal X-ray Diffraction)

1. Powder X-ray Diffraction ซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้เนื่องจากการเกิดรังสีเอ็กซ์ Diffraction จะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุ สามารถบอกวิถุภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่ามีความเป็นผลึกหรือสัณฐานเทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา รวมทั้งวิถุภาคของวัสดุได้

2. Single-Crystal X-ray Diffraction หรือ X-ray Crystallography สามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะ มุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะ มุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้เนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ต้องเป็นผลึกเดี่ยว ดังนั้นขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์นั้นขนาดความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็งซึ่งทำให้รังสีเอ็กซ์สามารถเกิดการเลี้ยวเบนได้ดังแสดงใน **รูปที่ 2.7**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



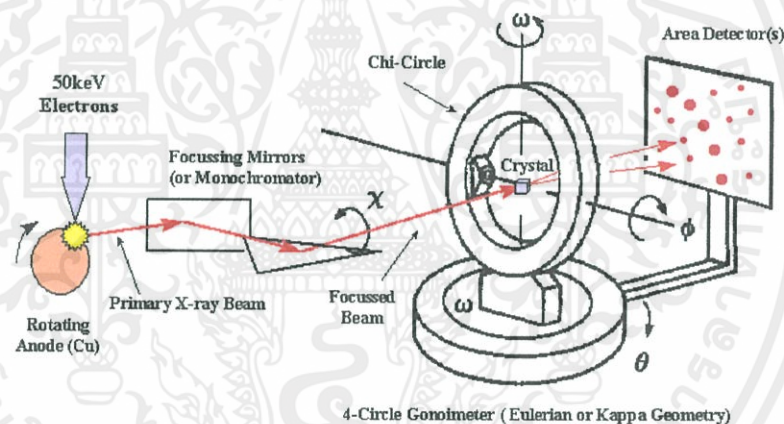
รูปที่ 2.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี

การเลี้ยวเบนประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรก คือ การกระเจิง (scattering) ของรังสีตกกระทบซึ่งทำมุม θ กับผิวหน้าของของแข็ง มุมของรังสีกระเจิงจะเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบซึ่งในแต่ละระนาบของโครงสร้างผลึกจะมีการกระเจิงของรังสีเอกซ์ ขั้นตอนที่สองคือการเกิดการแทรกสอด (interference) ของรังสีกระเจิงที่เกิดขึ้นจากระนาบต่างๆ ถ้าการแทรกสอดเป็นแบบเสริม (Constructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นจากต่างระนาบตรงกัน จะทำให้รังสีกระเจิงมีค่าสูงของคลื่นเพิ่มขึ้น ซึ่งเมื่อนำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดสว่างใหญ่ขึ้น ถ้าการแทรกสอดเป็นแบบหักล้าง (destructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นต่างเฟสกันรังสีกระเจิงจะมีค่าแอมพลิจูดลดลงถ้านำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดที่เล็กกว่าหรือไม่เห็นเลยถ้าเกิดการหักล้างอย่างสมบูรณ์ โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและมุมตกกระทบ สามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's law) ดังสมการ

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

โดย n คือ จำนวนเต็มที่เรียกว่าอันดับของการสะท้อน λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก และ θ คือมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึกเครื่องมือที่วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์คือเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer) โดยมีหลักการการทำงานคือ เมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยังขั้วแคโทด ซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อน เพื่อให้ได้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอ ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมาจากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอโนด ซึ่งเป็นโลหะที่นำความร้อนได้ดี (โลหะที่นิยมใช้เป็นขั้วแอโนดคือทองแดงและ โมลิบดีนัม โดยหลอดที่ใช้ทองแดงจะเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่เหมาะสมกับผลึกขนาดเล็กหรือมีขนาดหน่วย

เซลล์ใหญ่ ส่วนโมลิบดีนัมเหมาะสำหรับผลึกขนาดใหญ่หรือผลึกที่มีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ดี) จึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมาเมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่นเข้าไปแทนที่ออร์บิทัลที่ว่างแวนเดอวาล์วจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์และความร้อนจะต้องนำหล่อเย็นโดยทั่วไปรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นโดยประมาณ 1 % ของพลังงานที่คายออกมาทั้งหมด รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมามีทั้งรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (Characteristic) ที่เป็น $K \alpha$ และ $K \beta$ จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการ กำจัดเอาพีคของ $K \beta$ ออกไปเพื่อให้เหลือรังสีเอ็กซ์ที่มีการเดี่ยวเบนจะถูกตรวจวัดโดยดีเทกเตอร์ (Detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีกระเจิงได้ ณ มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเดี่ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไป โดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเดี่ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer) ดังแสดงดัง รูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer)

2.4.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เป็นเทคนิคที่เกิดจากการคิดค้นเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพในการมองเห็นวัตถุของกล้องจุลทรรศน์ให้สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิมโดยการประยุกต์นำเอาอิเล็กตรอนให้สามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพได้มากขึ้นกว่าเดิม ที่มีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นแสงมาใช้แทนคลื่นแสงและใช้เลนส์สนามไฟฟ้ามาแทนเลนส์กระจกและมีตัวตรวจวัดที่จะมาจับสัญญาณอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนไปกระทบผิวตัวอย่างจากนั้นก็จะมีอุปกรณ์ในการแปลงสัญญาณที่ได้ให้เป็นสัญญาณภาพที่ปรากฏบนจอรับภาพต่อไปเทคนิคนี้มีการใช้งานอย่าง

กว้างขวางในหลายสาขา เช่น วัสดุศาสตร์ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ธรณีวิทยา ชีววิทยา และการแพทย์ ซึ่งมีจุดเด่นที่สำคัญ 3 ประการ ได้แก่ (1) สามารถให้ภาพที่มีความชัดลึกสูง (High Depth of Field) (2) สามารถให้กำลังแยกแยะเชิงสูง (High Spatial Resolution) (3) สามารถใช้ร่วมกับเทคนิคอื่น เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) เพื่อเป็นข้อมูลเชิงเคมี โดยเครื่องมือที่ใช้ เรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

หลักการทำงานของ SEM เมื่อจากการผ่านลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Gun) ภายใต้ภาวะสุญญากาศ ผ่านชุดเลนส์รวมแสง (Condenser Lens) ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอน (Electron Beam) ให้มีขนาดแคบลงเพื่อเป็นการเพิ่มความเข้มของอิเล็กตรอนจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ (Objective Lens) ซึ่งมีหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุหรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (Scanning Coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนพื้นผิวที่ระดับต่างๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณชนิดต่างๆ ออกมา

สัญญาณที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่างๆ ที่เกิดขึ้น คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนพลังงานต่ำประมาณ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่ผิวระดับไมลิก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวที่ผิวอิเล็กตรอนต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron) เป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่เสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมาซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอ็กซ์ ชนิดที่เป็นรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีพลังงานสูงกว่าโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงจรรอบมาทำให้อิเล็กตรอนต้องรักษาสมดุลของโครงสร้างภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ และต้องลดพลังงานภายในเนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนที่มีระดับพลังงานสูงกว่าโดยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่เข้ามาแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุตามลำดับพลังงานของตัวอย่าง ได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพส่วนประกอบของ

SEM

ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปและมี ส่วนประกอบสำคัญอยู่ในท่อสุญญากาศ โดยหน้าที่ของส่วนประกอบแต่ละอันมีรายละเอียดดังนี้

1) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบปืนอิเล็กตรอน (Electron Gun) โดยทั่วไปใช้ขดลวดทั้ง สเทน อิเล็กตรอนที่ใช้ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด คือ อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ และอิเล็กตรอนทุติยภูมิ

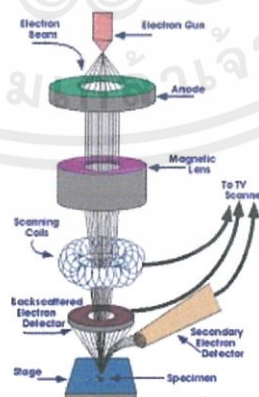
2) เลนส์รวมแรง (Condenser Lens) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนมีขนาด และความเข้มข้น เหมาะสมกับตัวอย่างเพื่อให้ได้ภาพที่ชัดที่สุดที่กำลังขยายที่ต้องการ การลดขนาดของลำอิเล็กตรอน จะช่วยเพิ่มขนาดของกำลังขยาย

3) ขดลวดสำหรับการส่องกราด (Scanning Coil) ทำหน้าที่บังคับให้อิเล็กตรอนเคลื่อนใน แนววนอนและแกนตั้งบนระนาบของตัวอย่าง

4) เลนส์วัตถุ (Objective Lens) เป็นเลนส์ที่ทำให้อิเล็กตรอนเกิดภาพขั้นต้น อาศัยอำนาจ สนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็ก สามารถปรับเปลี่ยนกำลังขยายความคมชัดของภาพได้ โดยการปรับ ปริมาณกระแสไฟฟ้าในขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของเส้น แรงแม่เหล็ก

5) ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอน (Detector) ตัวเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณไฟฟ้า หรือสัญญาณภาพ โดยเก็บสัญญาณแต่ละจุดจากปลายอิเล็กตรอน ปรากฏเป็นภาพบนจอภาพ รูปที่

2.7 แผนภาพขององค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตัวอย่างที่ใช้ในการ วิเคราะห์ต้องเป็นตัวอย่างที่นำไฟฟ้า และต้องทำให้แห้งด้วยการอบไล่ความชื้นถ้าตัวอย่างไม่นำ ไฟฟ้าต้องนำมาทำเคลือบเพื่อให้นำไฟฟ้า การเคลือบจะช่วยลดการสะสมของประจุและเพิ่มปริมาณ ของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ส่วนมากใช้ทองเป็น โลหะเคลือบ เทคนิคที่นิยมใช้ได้แก่การสปัตเตอร์ (Sputtering)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด

รูปที่ 2.9 แผนภาพขององค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning

Electron Microscopy, SEM)

2.4.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางความร้อน

การวิเคราะห์เชิงความร้อนเป็นกลุ่มเทคนิควิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีเพื่อติดตามพฤติกรรมของตัวอย่างเมื่อเวลาหรืออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงไปด้วยการควบคุมจากโปรแกรมอุณหภูมิ โปรแกรมอุณหภูมิอาจเกี่ยวกับการทำให้ร้อนขึ้นหรือการทำให้เย็นลงในอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิกงที่ หรือเรียกว่า “อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิกงที่” ซึ่งพฤติกรรมทางความร้อนของสารกลุ่มพอสเฟตสามารถศึกษาด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเทคนิค ดังนี้

2.4.4.1 เทคนิคการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก (Thermogravimetric Analysis, TGA)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของวัสดุต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยใช้การวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวและความละเอียดสูงต่อการเปลี่ยนแปลงสูง และเทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการควบแน่นแก๊สหรือการระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงการสลายตัว (decomposition) ของตัวอย่างและสามารถใช้ศึกษาสมบัติของตัวอย่างตัวอย่างได้หลากหลายชนิด ทั้งตัวอย่างในกลุ่ม เซรามิกส์ โพลีเมอร์ หรือสารอนินทรีย์ ต่างๆ ได้สามารถวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลว การสูญเสียน้ำหนัก หาระเบิดปนในตัวอย่างและยังสามารถใช้ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันได้

เมื่อต้องการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกนำไปวางบนถาด (pan) ซึ่งต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูงโดยที่บริเวณภายในเตาทั้งหมดจะสามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น แก๊สไนโตรเจนหรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น แก๊ส ออกซิเจนหรืออากาศ โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นจะเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Bensalem และ G. Iyer (1995) ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสาร $\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78 \text{H}_2\text{O}$ โดยทำการเตรียมตัวอย่างด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่าง $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่อุณหภูมิห้องโดยผสมสารทั้ง 2 ตัวในอัตราส่วนที่ต้องการในน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการปั่นกวนตัวอย่างรวดเร็ว ก็จะมีตะกอนเกิดขึ้น และปรับค่า pH = 6.0 โดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_3OH) แล้วนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดันล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะได้สารที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว ซึ่งจะมีโครงสร้างเหมือนกับ $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2 \text{H}_2\text{O}$ ตกตะกอนมีลักษณะคล้ายวุ้นละเอียดแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และเครื่อง FT-IR สารมี orthorhombic unit cell คือ $a = 9.295\text{\AA}$, $b = 8.038\text{\AA}$, $c = 10.482\text{\AA}$ เมื่อเทียบแล้วมีขนาดต่างจาก $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2 \text{H}_2\text{O}$ เล็กน้อย ซึ่งได้ทำการเตรียม $\text{MgHPO}_4 \cdot 1.2 \text{H}_2\text{O}$ โดยปฏิกิริยาผันกลับของ Hydration ที่อุณหภูมิสูงถึง 200°C และจากการวิเคราะห์ TGA และ DTA แสดงผลตรงกัน คือตำแหน่ง จุดความร้อน 3 ช่วงและมีตำแหน่งสารเกิดการสลายตัว (weight loss) 3 ครั้งคือครั้งที่ 1 เกิดการสลายตัว 2% ที่ 100°C , ครั้งที่ 2 เกิดการสลายตัว 8.5% ที่ 180°C และ ครั้งที่ 3 เกิดการสลายตัว 7.5% ที่ 300°C แสดงว่ามีการกำจัด H ของ OH group 3 ครั้ง ดังนั้นจึงใช้การสลายตัวครั้งที่ 1 และ 2 ในการกำจัด H_2O ที่แทรกตัวอยู่ในโครงสร้างองค์ประกอบของสารตัวอย่างที่สรุปได้คือ $\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78 \text{H}_2\text{O}$

2006 V. Siva Kumar , A.H. Padmasri และคณะ ได้ศึกษาการเติมสารตั้งต้นฟอสเฟตเพื่อทำหน้าที่ในการสังเคราะห์อะลูมิเนียมซิลเฟตและเฟิงพอในการเปลี่ยนเมทานอลเป็นทิลอิเทอร์ โดยสามารถเตรียมได้ทั้งหมด 4 วิธี โดยวิธีแรก ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรตและกรดฟอสฟอริก ปั่นกวนที่อุณหภูมิห้อง ปรับค่า pH ด้วย 5 เปอร์เซ็นต์ (percent) สารละลายแอมโมเนียให้ pH = 9 และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 110°C นาน 12 ชั่วโมงแล้วเผา ที่อุณหภูมิ 923°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 2 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยกรดฟอสฟอริก นำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C แล้วเผาที่อุณหภูมิ 923°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 3 ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรตและสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตปั่นกวนที่อุณหภูมิห้อง ปรับค่า pH ด้วย 5 เปอร์เซ็นต์ (percent) สารละลายแอมโมเนียให้ pH = 9 และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 110°C นาน 12 ชั่วโมงแล้วเผาที่อุณหภูมิ 923°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิธีที่ 4 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยสารละลายไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ฟอสเฟต นำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C แล้วเผา ที่อุณหภูมิ 923°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET-S.A., XRD, FT-IR, and NH_3 -TPD. ^{27}Al และ ^{31}P MAS NMR การสังเคราะห์ อะลูมิเนียมฟอสเฟตมีวิธีการเตรียมที่รวดเร็วด้วย วิธีการตกตะกอนร่วม แต่ว่าจากผลการ

ทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้นี้ไม่มีประสิทธิภาพในการกำจัด ค็อก (coke) ที่เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนการทำงาน เพราะมีแอซิดไซด์ (acid site) ที่มีความแรงปานกลาง ดังนั้นสารตั้งต้นฟอสเฟตที่ผ่านขั้นตอนการขจัดน้ำแล้วจึงไม่เหมาะที่จะนำมาตั้งน้ำออกในการเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์

Krit Lertjiamratn และคณะ (2010) ได้มีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติความเป็นกรดและคุณสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้วิธีการทำไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ในการพรีทรีทเมนต์ (pretreatment) เพื่อเหมาะสมสำหรับการเปลี่ยนเมทานอล (methanol) ไปเป็น ไดเมทิลอีเทอร์ (dimethyl ether) โดยวิธีตกตะกอน โดยผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรดกับกรดฟอสฟอริก พร้อมควบคุมอุณหภูมิที่ 0°C และปรับค่า pH ด้วยสารละลายแอมโมเนีย ให้ $\text{pH} = 7$ และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน เอาตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 110°C นาน 24 ชั่วโมงแล้วเผา ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ผ่านการทำไฮโดรเทอร์มอลพรีทรีทเมนต์ (Hydrothermal pretreatment) ที่อุณหภูมิ $100 - 300^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 15 นาที ก่อนนำไปทดสอบความแอคทีวิตี (activity) สำหรับการเปลี่ยนเมทานอลไปเป็น ไดเมทิลอีเทอร์ (dimethyl ether) แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FT - IR และ FT - Raman แล้ว เปรียบเทียบผลกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ได้ผ่านการทำไฮโดรเทอร์มอลพรีทรีทเมนต์ (Hydrothermal pretreatment) จะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำพรีทรีทเมนต์ (pretreatment) จะช่วยเพิ่มความแอคทีวิตี (activity) และช่วยปรับปรุงประสิทธิภาพของความแรง (acid strength) และความเป็นกรด (acidity) ของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตและเพิ่มจำเพาะ (selectivity) ในการเกิดไดเมทิลอีเทอร์ (dimethyl ether) ได้มากกว่า

Rafidah Jalil1, Tomohisa Miyazawa และคณะ (2010) ได้สังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเศษไม้โดยใช้การสังเคราะห์ทางตรงที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี 2 หมู่ฟังก์ชัน (function) เตรียมได้โดยผสมสารละลายคอปเปอร์ไนเตรดและซิงค์ไนเตรดในอัตราส่วน 1 : 1 ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวตกตะกอน ให้ได้ $\text{pH} = 7$ ควบคุมอุณหภูมิที่ 60°C แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 ชั่วโมง แล้วนำไปกรองผ่านเครื่องกรองลดความดัน นำตะกอนที่ได้ไปผสมกับ แกมมา-อะลูมิเนียมออกไซด์ ในอัตราส่วน 1:1 โดยเติมน้ำกลั่นแล้วบดให้เข้ากัน นำไปกรองด้วยเครื่องกรองลดความดัน จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 105°C นาน 24 ชั่วโมง แคลไซน์ต่อที่อุณหภูมิ 500°C นาน 3 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอีก 2 ตัว เพื่อเป็นการทำซ้ำ (repeatability) เพื่อยืนยันผลการทดลอง เตรียมได้โดยผสม แกมมา-อะลูมิเนียมออกไซด์ ในระหว่างที่กำลังตกตะกอน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้ง 2 ตัวนี้จะเตรียมเช่นเดียวกันจากนั้นก็นำตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้ไปเข้ากระบวนการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ ในเครื่องปฏิกรณ์ สภาวะที่ใช้ จะให้อุณหภูมิ $230-280^{\circ}\text{C}$ ใช้ความดัน 2 MPa อัตราการไหลของแก๊ส 50-100 mL/min และนำน้ำหนักสารที่ใช้ คือ 3-5 กรัม จากผลการทดลองพบว่าที่ อุณหภูมิ

280 °C ความดัน 2MP น้ำหนักสาร 3 กรัม ใช้อัตราการไหลของแก๊สที่ 50 mL/min และใช้ความเร็วของแก๊สที่เกิดขึ้นในช่องทุกๆ ชั่วโมง (GHSV) เท่ากับ 1000 ml/g.cat.hr จะให้เปอร์เซ็นต์คอนเวอร์ชัน (conversion percent) ของไดเมทิลอีเทอร์สูงที่สุด

มานิตย์ ดวงเพ็ญมาตรและคณะ (2011) ได้ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะของสารอะลูมิเนียมฟอสเฟต โคบอลต์ฟอสเฟต โครเมียมฟอสเฟต เฟอร์รัส(III)ฟอสเฟต ซิงค์ฟอสเฟตและซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยการเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยกวนสารละลายโลหะในเตรตกับ สารละลายกรดฟอสฟอรัสที่อุณหภูมิ 0 °C และปรับค่า pH ด้วย สารละลายแอมโมเนียได้สารที่เป็นเจล จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองเอาตะกอนไปอบอุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วเผา ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ก็จะสามารถตรวจสอบลักษณะของสารที่สังเคราะห์ขึ้นได้และวิเคราะห์ความเป็นกรดของตัวเร่ง ปฏิกิริยาด้วยวิธีการ Titration ion exchange ผลการวิเคราะห์โครงสร้าง ผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตด้วยเครื่อง XRD พบว่าทุกตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนั้นมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออสถอนทั้งหมด เมื่อทดสอบปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล พบว่าค่าร้อยละการแปลงผันเมทานอลของทุกตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันและปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลที่อุณหภูมิ 250 °C (รูปที่) แต่ปัจจัยการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลนั้น ไม่ได้ขึ้นอยู่กับความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตเพียงอย่างเดียวอาจมาจากชนิดของโลหะที่ทำหน้าที่ในการกระตุ้น (Active site) ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา ก็มีส่วนช่วยในการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลที่ดีขึ้นและพบว่าเมื่อเติมซิลิกาลงไปในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โมเลกุลของซิลิกาได้เข้าไปจัดเรียงตัวดังนั้นปฏิกิริยาการขจัดน้ำเพื่อให้ได้ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตนั้น ค่าร้อยละของการแปลงผันเมทานอลจะขึ้นอยู่กับ ชนิดของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตและความเป็นกรดของ ตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำเพื่อให้ได้ ไดเมทิลอีเทอร์นั้น ต้องการความเป็นกรดแบบปานกลาง จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีความเป็นกรดของพื้นผิวที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยานี้และนอกจากนี้ยังพบว่า การเติมซิลิกาลงไปในตัวเร่ง ปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตนั้น ส่งผลให้ความเป็นกรดของตัวเร่ง ปฏิกิริยาซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟตสูงขึ้น ซึ่งมีผลต่อความเสถียรของ ตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลในระยะเวลาที่สั้นลง มีเพียงตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตเท่านั้นที่มีความเสถียรสูงและให้ค่าร้อยละการแปลงผันของเมทานอลที่สูง

ที่สูง ตลอดระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 50 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิการทำ ปฏิกิริยา 300°C พบว่าไดเมทิลอีเทอร์เป็นผลิตภัณฑ์หลัก และ ฟอรั่มลดีไฮด์เป็นผลิตภัณฑ์รอง ค่าการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตทุกชนิดให้ค่าที่สูงประมาณร้อยละ 9



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 บทนำ

โครงการวิจัยนี้สนใจศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และไม่ก่อให้เกิดอันตรายในขณะเตรียมสาร สำหรับสารที่สนใจ ได้แก่ สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟต คือ อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) จากนั้นพบว่าสารในกลุ่มนี้สามารถสลายตัวไปเป็นสารกลุ่มไพโรฟอสเฟต

จากสารที่เตรียมขึ้นจะถูกนำไปตรวจสอบเอกลักษณ์ทางด้านเคมีและทางด้านกายภาพของสารที่เตรียมขึ้นได้ด้วยเทคนิคต่างๆ คือ เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier transform Infrared, FTIR), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดเครื่องแก้ว
2. เตาเผา
3. เครื่องให้ความร้อน (Hot plate) model 4S0707V2 Serial number 6091
บริษัท ไทย เพ็ชช ชาญ จำกัด
4. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง (Sartorius) Serial number 14203112 ประเทศ ญี่ปุ่น
5. pH meter (Metron) Serial number B139300052 บริษัท METTLER TOLEDO
6. โถดูดความชื้น
7. เครื่องกรองแบบลดความดัน (Ultrafiltration pressure) model WJ-20 Serial number 1Y5945
8. ตู้อบ (Oven) model ULE 500 Serial number g502.0552 บริษัท MEMMERT
9. เครื่องปั่นกวน Model EURO-STD serial number 01.439439 บริษัท IKA ประเทศเยอรมัน
10. เครื่องตรวจวัดสารระเหยอินทรีย์และอนินทรีย์ในบรรยากาศด้วยระบบอินฟราเรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับงานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR GX รุ่น 60237) บริษัท Perkin Elmer Ltd. ประเทศ เยอรมัน

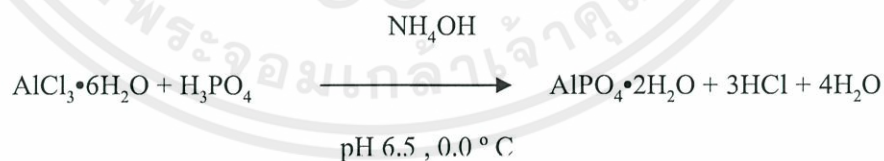
12. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM รุ่น LEO 1455 VP) บริษัท LEO ประเทศ อังกฤษ

3.3 สารเคมี

1. ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต (H_3PO_4) เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 85-87 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร บริษัท CARLO ERBA RGAETIPte, Ltd
2. อะลูมิเนียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์ บริษัท LOBA Chemie
3. โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Na_2HPO_4) เกรดวิเคราะห์ ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Fisher chemical
4. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร

3.4 วิธีการสังเคราะห์

3.4.1 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{H}_3\text{PO}_4$

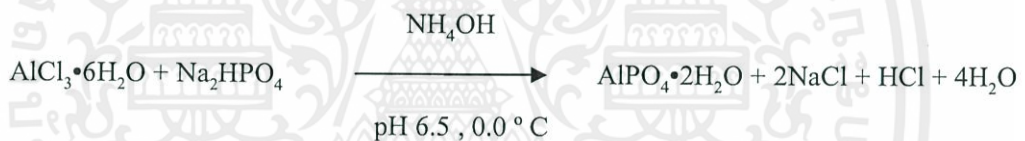


1. ชั่ง $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 60.3625 g มาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 250 ml ให้ได้สารละลายความเข้มข้น 1 M
2. เตรียมสารละลายกรด 85% w/v H_3PO_4 ให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 1 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ผสมสารละลาย $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารละลายกรด 85% w/v H_3PO_4 อย่างละ 50 mL ลงในบีกเกอร์ 100 mL พร้อมปั่นกวนด้วย Magnetic stirring ปั่นกวนต่อไปเรื่อยๆประมาณ 5 นาที ปรับอุณหภูมิให้คงที่ 0°C
4. ปรับค่า pH 6.5 ด้วยเบส 30 % NH_4OH จะได้ตะกอนสีขาว ปั่นกวนต่อ 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ นาน 24 ชั่วโมง
5. นำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สุดท้ายล้างด้วย แอซิโตน อบตะกอนให้แห้งที่ 120°C นาน 12 ชั่วโมง
6. เก็บตะกอนที่ได้ใส่ขวดเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป โดยแบ่งตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 200°C นาน 2 ชั่วโมง

3.4.2 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$

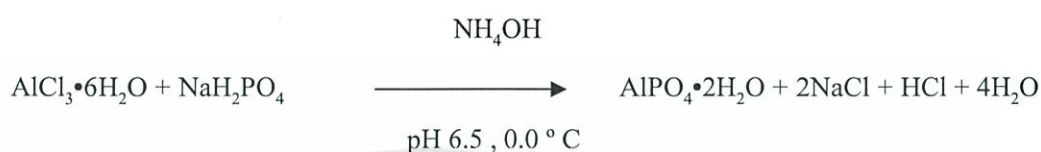


1. ชั่ง $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 60.3625 g มาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 250 ml ให้ได้สารละลายความเข้มข้น 1 M
2. ชั่ง Na_2HPO_4 35.4900 g มาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 250 mL ให้ได้สารละลายความเข้มข้น 1 M
3. ผสมสารละลาย $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารละลาย Na_2HPO_4 อย่างละ 50 mL ลงในบีกเกอร์ 100 mL พร้อมปั่นกวนด้วย Magnetic stirring ปั่นกวนต่อไปเรื่อยๆประมาณ 5 นาที ปรับอุณหภูมิให้คงที่ 0°C
4. ปรับค่า pH 6.5 ด้วยเบส 30 % NH_4OH จะได้ตะกอนสีขาว ปั่นกวนต่อ 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ นาน 24 ชั่วโมง
5. นำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สุดท้ายล้างด้วยแอซิโตน อบตะกอนให้แห้งที่ 120°C นาน 12 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. เก็บตะกอนที่ได้ใส่ขวดเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป โดยแบ่งตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 200 °C นาน 2 ชั่วโมง

3.4.3 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{NaH}_2\text{PO}_4$



1. ชั่ง $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 60.3625 g มาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 250 ml ให้ได้สารละลายความเข้มข้น 1 M
2. ชั่ง NaH_2PO_4 39.0025 g มาละลายด้วยน้ำ DI ปริมาตร 250 mL ให้ได้สารละลายความเข้มข้น 1 M
3. ผสมสารละลาย $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และสารละลาย NaH_2PO_4 อย่างละ 50 mL ลงในบีกเกอร์ 100 mL พร้อมปั่นกวนด้วย Magnetic stirring ปั่นกวนต่อไปเรื่อยๆ ประมาณ 5 นาที ปรับอุณหภูมิให้คงที่ 0 °C
4. ปรับค่า pH 6.5 ด้วยเบส 30 % NH_4OH จะได้ตะกอนสีขาว ปั่นกวนต่อ 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ นาน 24 ชั่วโมง
5. นำไปกรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สุดท้ายล้างด้วย แอซิโตน อบตะกอนให้แห้งที่ 120 °C นาน 12 ชั่วโมง
6. เก็บตะกอนที่ได้ใส่ขวดเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป โดยแบ่งตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 200 °C นาน 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

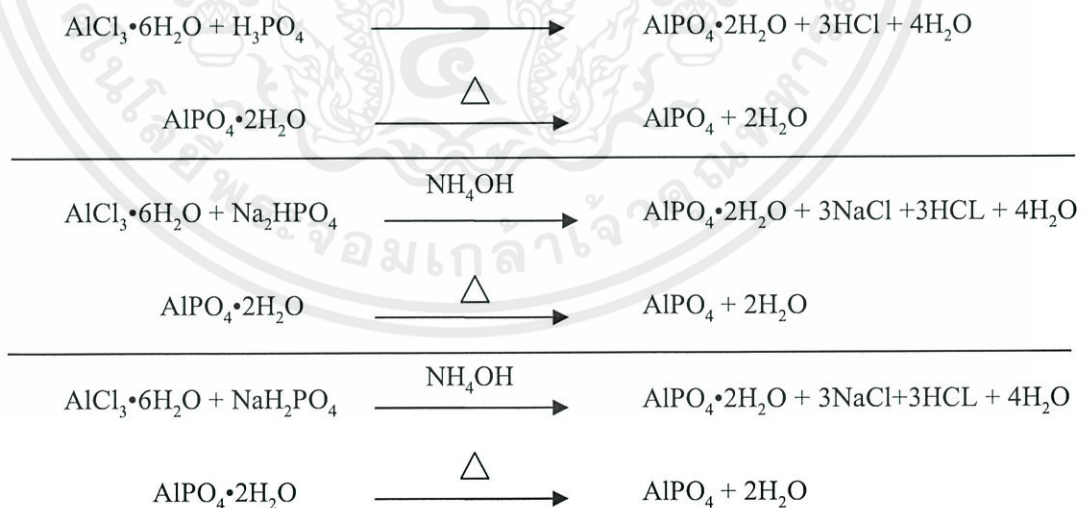
ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายและรวดเร็ว และกล่าวถึงขั้นตอนการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ เช่น สมบัติทางกายภาพและการตรวจสอบสัณฐานวิทยา โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์

4.1.1 ผลการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO₄)

จากการเตรียมสารสำหรับโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการเตรียมสารอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากสารตั้งต้นอะลูมิเนียมไตรคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (AlCl₃•6H₂O) ตกตะกอนร่วมกับ 1 โมล ของแหล่งฟอสเฟตที่ต่างกัน ได้แก่ กรดฟอสฟอริก (H₃PO₄), โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Na₂HPO₄) และ โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (NaH₂PO₄) โดยใช้ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH₄OH) เป็นตัวปรับค่า pH ให้มีค่าเท่ากับ 6.5 ในสภาวะที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ 0 องศาเซลเซียส ตะกอนที่ได้จะผ่านการอบและเผาที่อุณหภูมิสูง ในลำดับถัดไป ดังปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารจากการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO₄) ที่ใช้ตัวกลางแตกต่างกัน สรุปหน้าหนึ่งของ
ไม่ว่ากรณีใดก็ตาม สารที่ได้จากทฤษฎี หน้ากระดาษที่ได้จากการทดลอง และร้อยละผลผลิตของอะลูมิเนียมฟอสเฟต

ไดไฮเดรต ($\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ได้ดังตารางที่ 4.1 และตารางที่ 4.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.1 น้ำหนักของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้ตัวกลางแตกต่างกัน ที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี และร้อยละของผลิตภัณฑ์ จากการสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

ตัวกลาง	ครั้งที่	สารตั้งต้น $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (g)	น้ำหนักสาร ที่ได้จาก ทฤษฎี (g)	น้ำหนัก สารที่ได้ จากการ ทดลอง (g)	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ (%)	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ เฉลี่ย (%)
H_3PO_4	1	60.3647	60.3625	12.7633	32.31	30.61
	2	60.3643	60.3625	11.7045	29.63	
	3	60.3650	60.3625	11.8901	30.10	
Na_2HPO_4	1	60.3631	60.3625	11.0408	27.95	26.58
	2	60.3631	60.3625	9.2448	23.40	
	3	60.3645	60.3625	18.4180	28.38	
NaH_2PO_4	1	60.3666	60.3625	7.4205	18.79	18.87
	2	60.3645	60.3625	7.256	18.37	
	3	60.3652	60.3625	7.685	19.46	

จากตารางที่ 4.1 พบว่าตัวกลางที่เป็นกรดฟอสฟอริกให้ร้อยละผลิตภัณฑ์เฉลี่ยสูงที่สุดเท่ากับ 30.61 รองลงเป็น Na_2HPO_4 ให้ร้อยละผลิตภัณฑ์เฉลี่ย เท่ากับ 26.58 และสุดท้ายคือ NaH_2PO_4 ให้ร้อยละผลิตภัณฑ์เฉลี่ย เท่ากับ 18.87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 น้ำหนักของสาร AlPO_4 ที่ใช้ตัวกลางแตกต่างกัน ที่ได้จากการทดลองและทฤษฎี และร้อยละของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ AlPO_4

ตัวกลาง	น้ำหนักก่อนเผา (g)	น้ำหนักหลังเผา (g)	น้ำหนักสารที่ได้ จากทฤษฎี (g)	ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%)
H_3PO_4	15.0070	7.9187	11.5877	68.34
Na_2HPO_4	15.0134	9.1193	11.5926	78.66
NaH_2PO_4	15.0207	8.6268	11.5983	74.38

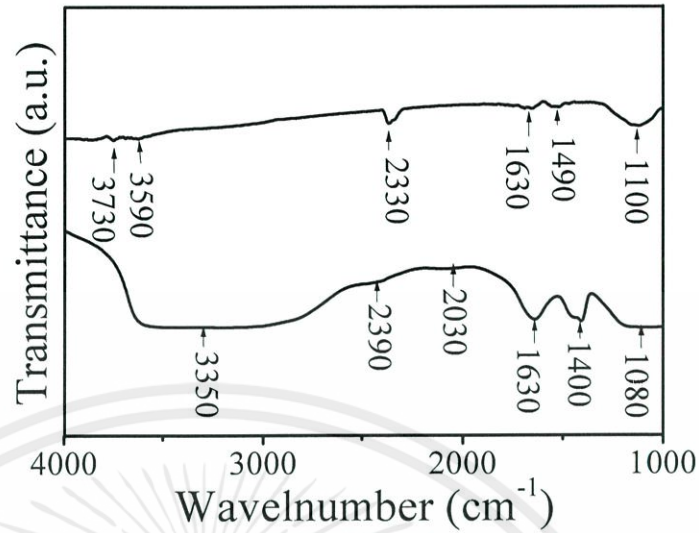
4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ คือตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิค FTIR, ตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักด้วยเทคนิค TGA, ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD และสุดท้ายตรวจสอบสัณฐานวิทยาเพื่อดูขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค SEM

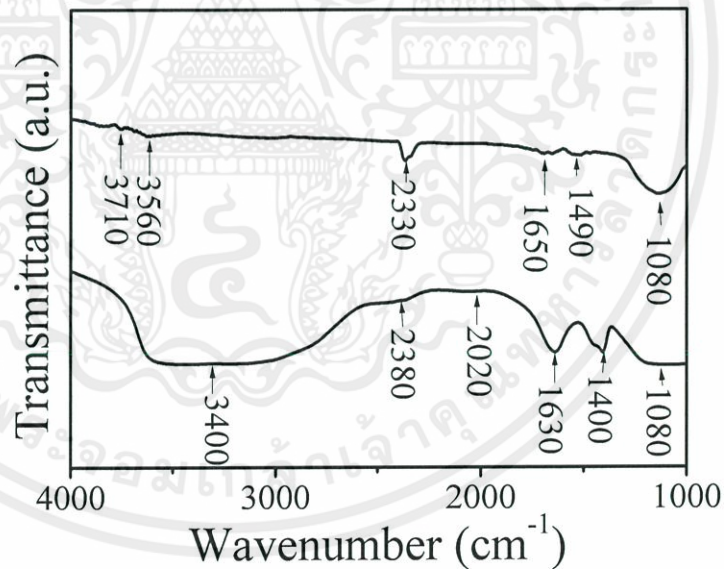
4.2.1 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่น

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสาร ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุลอินฟราเรด เป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีเลขคลื่น (wave number) อยู่ในช่วงประมาณ $12,800$ ถึง 10 cm^{-1} หรือช่วงความยาวคลื่นจาก 0.78 - 1000 nm ผลการบันทึกสเปกตรา FTIR แสดงในรูปที่ 4.1 – 4.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

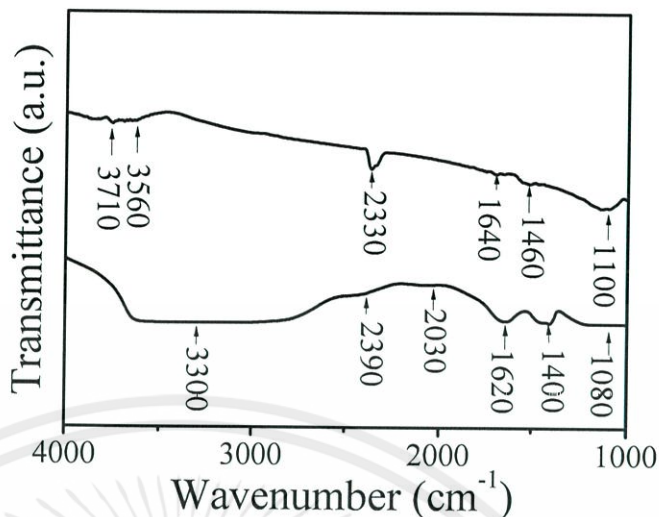


รูปที่ 4.1 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $60.3625 \text{ g AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL } 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0^\circ \text{C} / \text{min}$

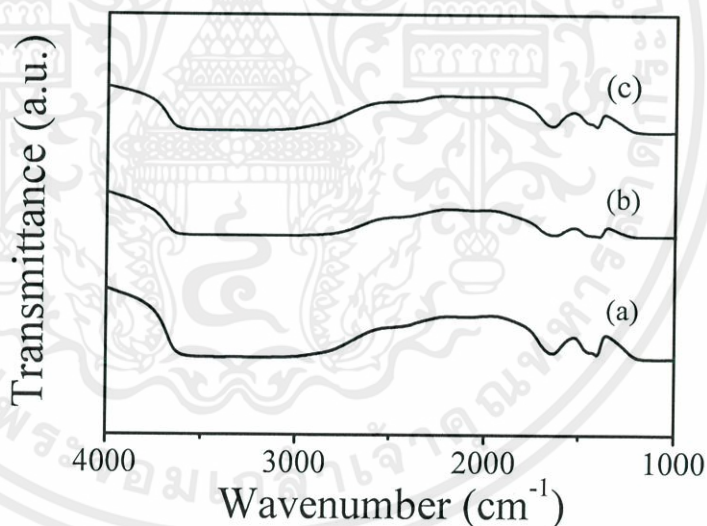


รูปที่ 4.2 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $60.3625 \text{ g AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL } 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0^\circ \text{C} / \text{min}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



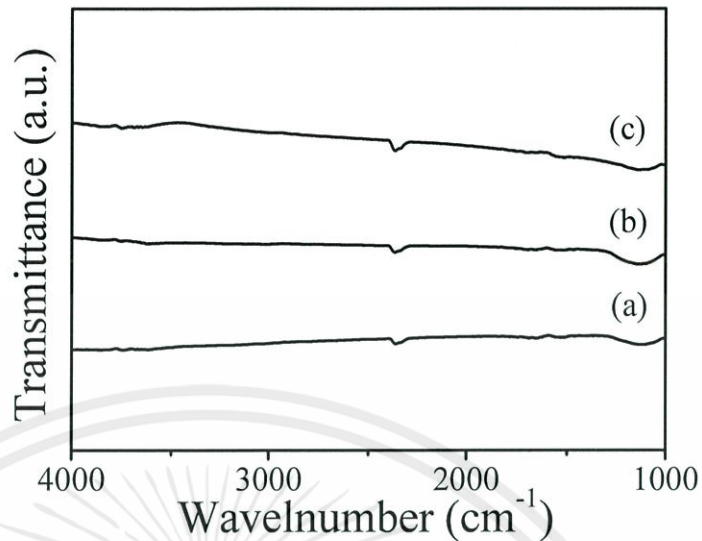
รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $60.3625 \text{ g AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL } 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0 \text{ }^\circ\text{C/min}$



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม FTIR ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกัน ระหว่าง (a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (b)

$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

+ 1.0 M $\text{NaH}_2\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5



รูปที่ 4.5 สเปกตรัม FTIR ของสาร AlPO_4 ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกัน ระหว่าง (a)

$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (b) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M}$

$\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5, (c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH}$ pH 6.5

จากรูปที่ 4.4–4.5 แสดงสเปกตรัม FTIR ของสารที่สังเคราะห์ได้รวม 3 ตัว พบว่ามีแถบการสั่นของ Hydrogen Phosphate Anion (HPO_4^-) เหมือนกันกับที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น ซึ่งเลขคลื่น 1650 cm^{-1} จะเป็นแถบการสั่นของ H_2O และแถบการสั่นของ PO_2 และ Al-O-P จะปรากฏที่เลขคลื่น 1100 cm^{-1} ซึ่งจะเป็นการยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็น AlPO_4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ AlPO_4 ตามลำดับ แบ่งการจำแนกรูปแบบการสั่นออกเป็น 3 รูปแบบการสั่น คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสั่น 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลของน้ำ (H_2O) ซึ่งรูปแบบการสั่นพื้นฐานของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์ตำแหน่งการสั่นและแจกแจงชนิดแถบการสั่นคือ 300-500 $\delta(\text{PO}_2)$, 700-900 $\gamma(\text{POH})$, 1160-900 $\delta(\text{POH})$, 840-930 $\nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$, 1000-1200 $\nu(\text{PO}_2)$, 2300-2400 B band (ν_{OH} , HPO_4^{2-}), 2800-3120 A band (ν_{OH} , HPO_4^{2-}) และ 3200-3500 cm^{-1} ν_{OH} (ν_1 และ ν_3 , H_2O) ν_{OH} (ν_1 และ ν_3 , H_2O) ตามลำดับ ในขณะที่รูปแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น 3 รูปแบบ คือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (ν_1), การสั่นยืดหดแบบอสมมาตร (ν_3), และการสั่นแบบโค้งงอ (ν_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง 3100 – 3146 , 3200 – 3400, 1600 – 1700 cm^{-1} สำหรับแถบการสั่นและการจำแนกระบุพิกัดของสารกลุ่มนี้แสดงในตารางที่ 4.3-4.4

ตารางที่ 4.3 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นตัวเดียวกันและใช้แหล่งฟอสเฟตแตกต่างกัน

แถบการสั่น (cm^{-1}) ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{H}_3\text{PO}_4$	ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$	ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{NaH}_2\text{PO}_4$	
3730	3710	3710	$\nu_3 (\text{H}_2\text{O})$
3590	3560	3560	$\nu_3 (\text{H}_2\text{O})$
2330	2330	2330	B band
1630	1650	1640	$\nu_2 (\text{H}_2\text{O})$ or C band
1490	1490	1460	$\nu_2 (\text{H}_2\text{O})$ or C band
1100	1080	1100	$\nu(\text{PO}_2)$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แถบการสั่นและการจำแนกรูปแบบการสั่นของสาร AlPO_4 โดยการเตรียมจากสารตั้งต้นตัวเดียวกันและใช้แหล่งฟอสเฟตแตกต่างกัน

แถบการสั่น (cm-1) ของ AlPO_4			Possible assignment
ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{H}_3\text{PO}_4$	ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$	ระบบการเตรียมสาร $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{NaH}_2\text{PO}_4$	
2390	2380	2390	B band
2030	2020	2030	C band
1630	1630	1620	$\nu_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
1400	1400	1400	$\nu_2(\text{H}_2\text{O})$ or C band
1080	1080	1080	$\nu(\text{PO}_2)$

4.2.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

จากการตรวจสอบเอกลักษณ์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive analysis) ซึ่งนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุเบื้องต้น ข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะประกอบด้วยข้อมูลของชุดค่า d-spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจวัดได้ ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice Parameters) โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) อย่างคร่าวๆ การตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) จึงเป็นเทคนิคที่เหมาะสมที่ใช้หาขนาดของผลึกของตัวอย่างโดยใช้สมการของ Scherrer [12]

$$D = 0.9\lambda / \beta \cos\theta \quad (1)$$

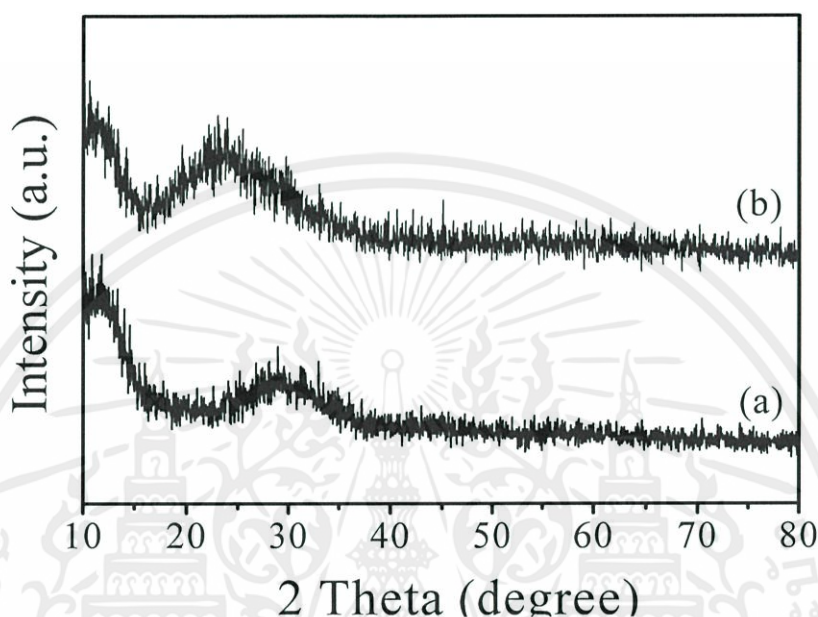
เมื่อ λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

β = ครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุด

θ = มุมสะท้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

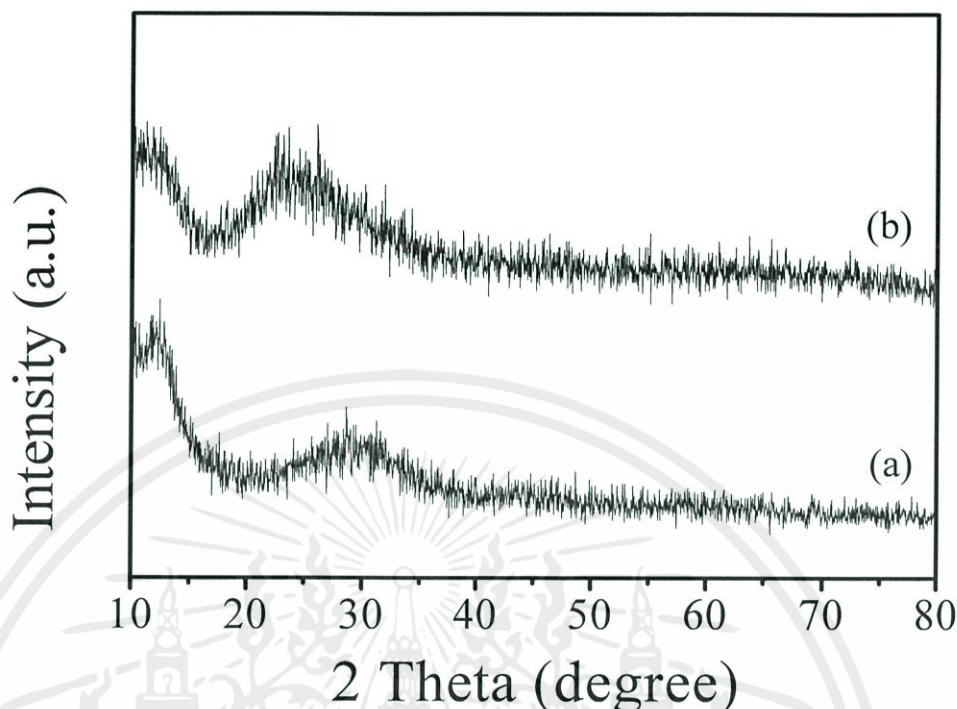
จากการวิเคราะห์ผลการตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 ที่เตรียมได้จากสารตั้งต้นชนิดเดียวกันแต่แตกต่างกันที่แหล่งฟอสเฟต 3 ชนิด แสดงผลดังรูปที่ 4.5 - 4.7



รูปที่ 4.6 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.6 รูปแบบ XRD ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH มีลักษณะของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวของความร้อน พิกของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) มีความเข้มต่ำ พิกที่มีความเข้มสูงไม่แสดงให้เห็นเด่นชัด เช่นเดียวกับรูปแบบพิกของ AlPO_4 ที่เตรียมได้หลังจากนำ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ไปเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งพิกของ AlPO_4 (b) แสดงค่าความเข้มต่ำ พิกที่มีความเข้มสูงไม่แสดงให้เห็นเด่นชัด แต่มีความชัดเจนของพิกที่มากกว่า $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) เนื่องจากการลดลงของตัวรบกวนในขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นสารที่เตรียมได้จากระบบนี้มีโครงสร้างแบบออสถฐาน

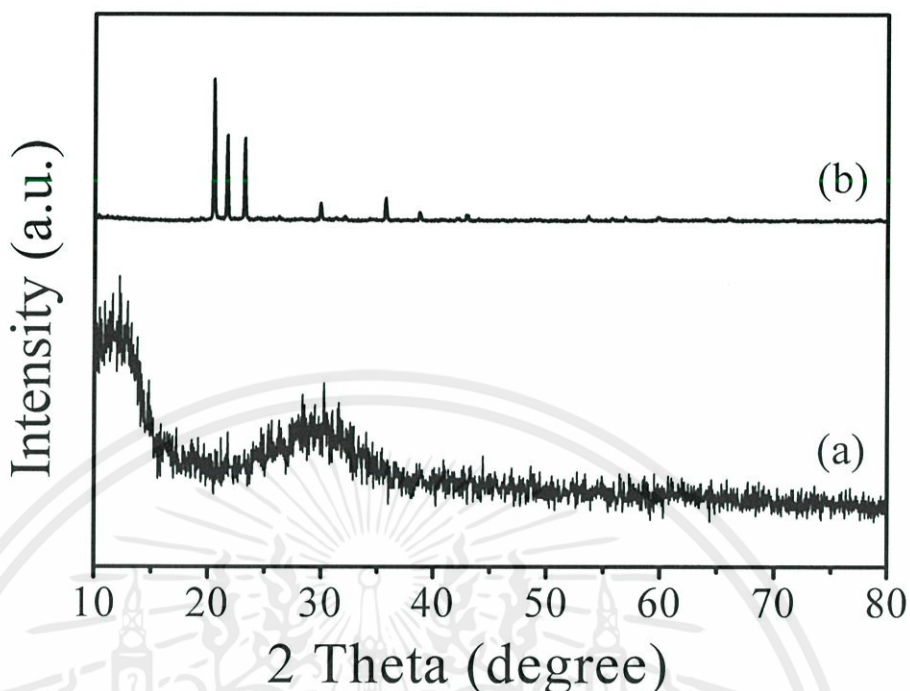
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.7 รูปแบบ XRD ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH มีลักษณะของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวของความชื้น โดยจะสังเกตพีกของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) มีค่าความเข้มต่ำ ไม่แสดงพีกที่มีความเข้มสูงเด่นชัด เช่นเดียวกับรูปแบบพีกของ AlPO_4 ที่เตรียมได้หลังจากนำ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ไปเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งพีกของ AlPO_4 (b) แสดงค่าความเข้มต่ำ พีกที่มีความเข้มสูงไม่แสดงให้เห็นเด่นชัด แต่มีความชัดเจนของพีกที่มากขึ้นกว่า $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) เนื่องจากมีการลดลงของตัวบวกรวมในขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง ดังนั้นสารที่เตรียมได้จากระบบนี้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

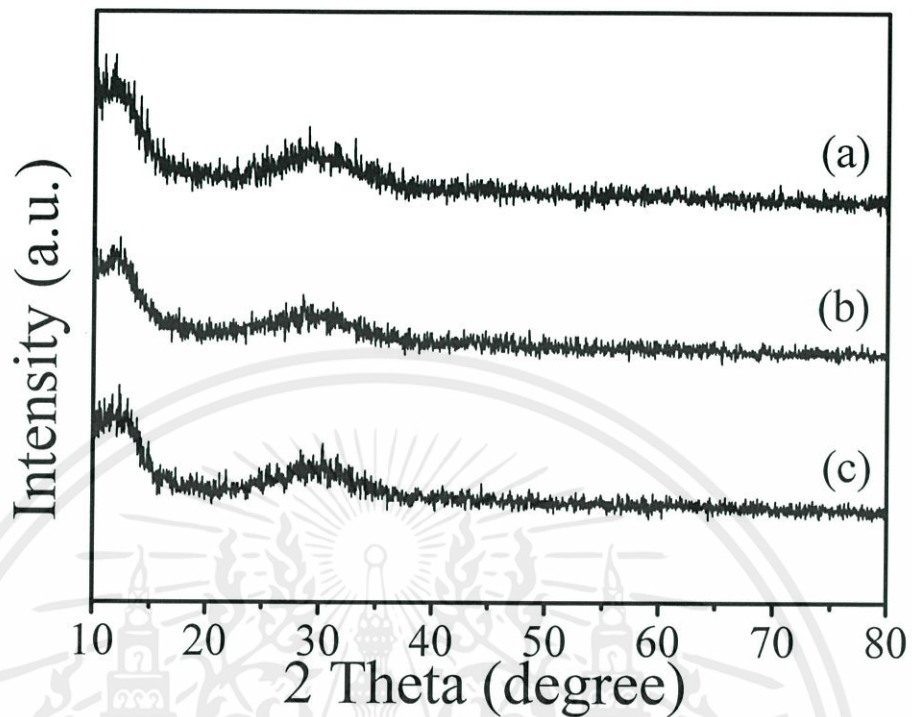


รูปที่ 4.8 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4

(b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.8 รูปแบบ XRD ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH มีลักษณะของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวทางความร้อน โดยจะสังเกตพีกของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) มีค่าความเข้มต่ำ ไม่แสดงพีกที่มีความเข้มสูงเด่นชัด แต่รูปแบบพีกของ AlPO_4 ที่เตรียมได้หลังจากนำ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ไปเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งพีกของ AlPO_4 (b) แสดงค่าความเข้มสูง แสดงให้เห็นเด่นชัด มีความชัดเจนของพีกที่มากขึ้นกว่า $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) มาก เนื่องจากการลดลงของตัวรบกวนในขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง ภายในโครงสร้างของสารอาจมีโครงสร้างแบบผลึกอยู่ในระบบ เป็นระยะสั้นๆ เป็นบางจุด ดังนั้นสารที่เตรียมได้จากระบบนี้มีทั้งโครงสร้างแบบ อัมมูฐานและแบบผลึก

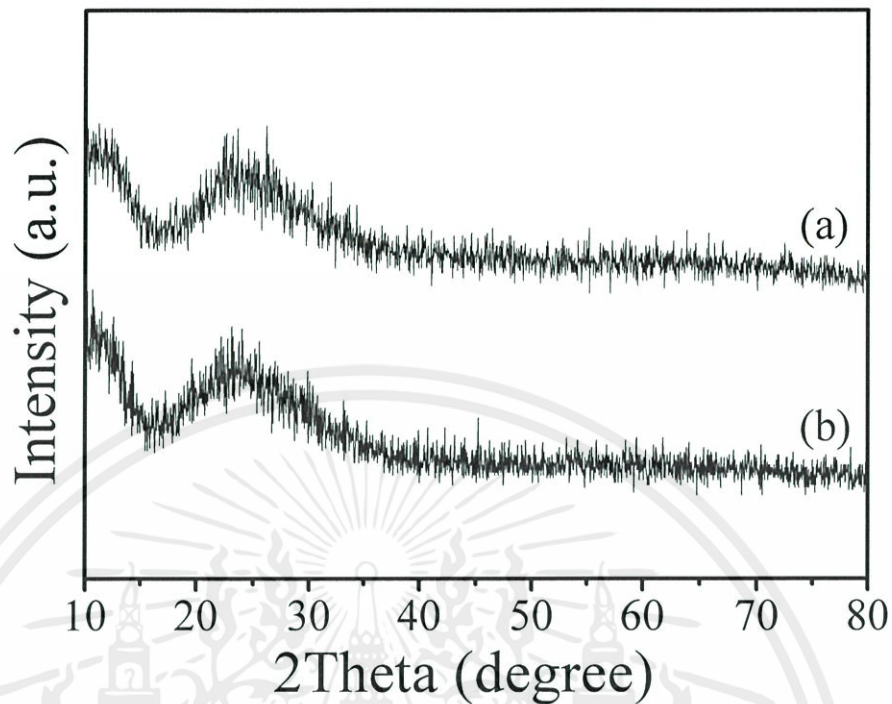
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ทั้งหมด เมื่อ (a) = XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH , (b) = XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH และ (c) XRD ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จากการเตรียมในระบบที่แตกต่างกัน ฟังก์ชันของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ทั้งหมดที่เตรียมได้จากทุกตัวกลาง จะมีความเข้มต่ำในรูปแบบเดียวกัน ไม่แสดงความชัดเจนของฟังก์ชันโพสเฟตไดไฮดรตที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนี้จะมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานทั้งหมด

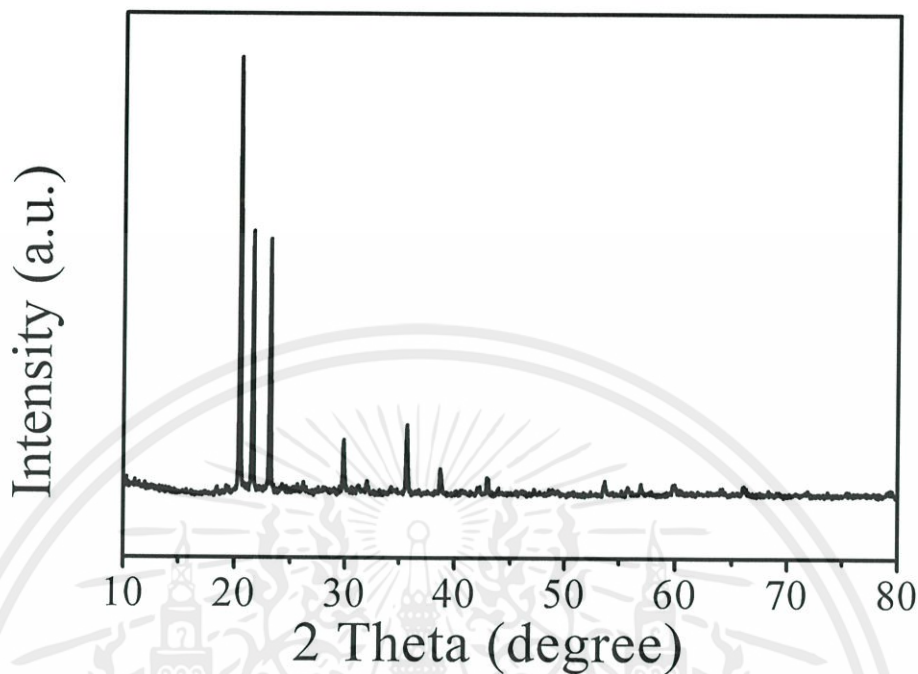
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ของสาร AlPO_4 เมื่อ (a) = XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH และ (b) = XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียม ด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ของ AlPO_4 ของระบบ (a) 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH และ (b) ที่เตรียมด้วยระบบ 1 M $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH จะสังเกตเห็นความแตกต่าง XRD ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เพียงเล็กน้อย เนื่องจากการลดลงของตัวรบกวนในขั้นตอนการเผาที่อุณหภูมิสูง อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนี้จะมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานทั้งหมด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



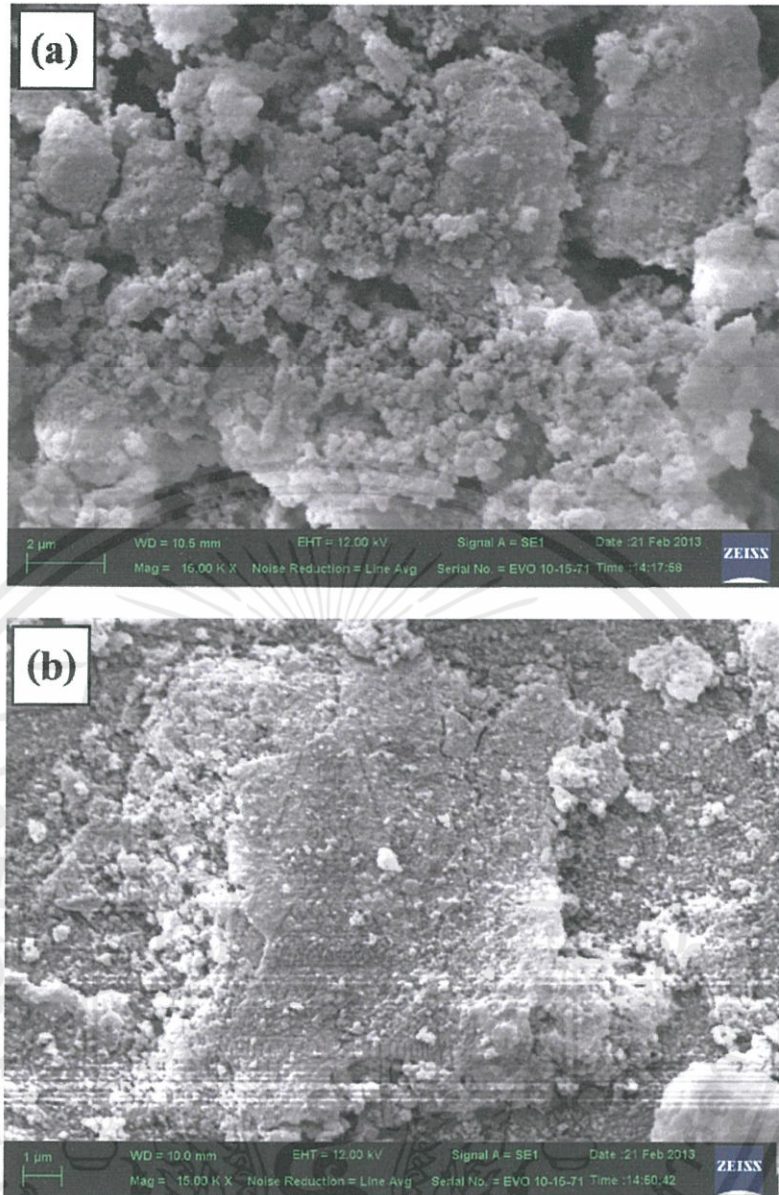
รูปที่ 4.11 รูปแบบ XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

จากรูปที่ 4.11 รูปแบบ XRD ของสาร AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH จะมีความแตกต่างกับระบบ AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH และ AlPO_4 ที่เตรียมด้วยระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH เนื่องจากแสดงให้เห็นค่าความเข้มที่สูงมีความชัดเจนของพีคที่เด่นชัด อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมนี้ ภายในโครงสร้างของสารมีโครงสร้างแบบผลึกและอสัณฐาน

4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา

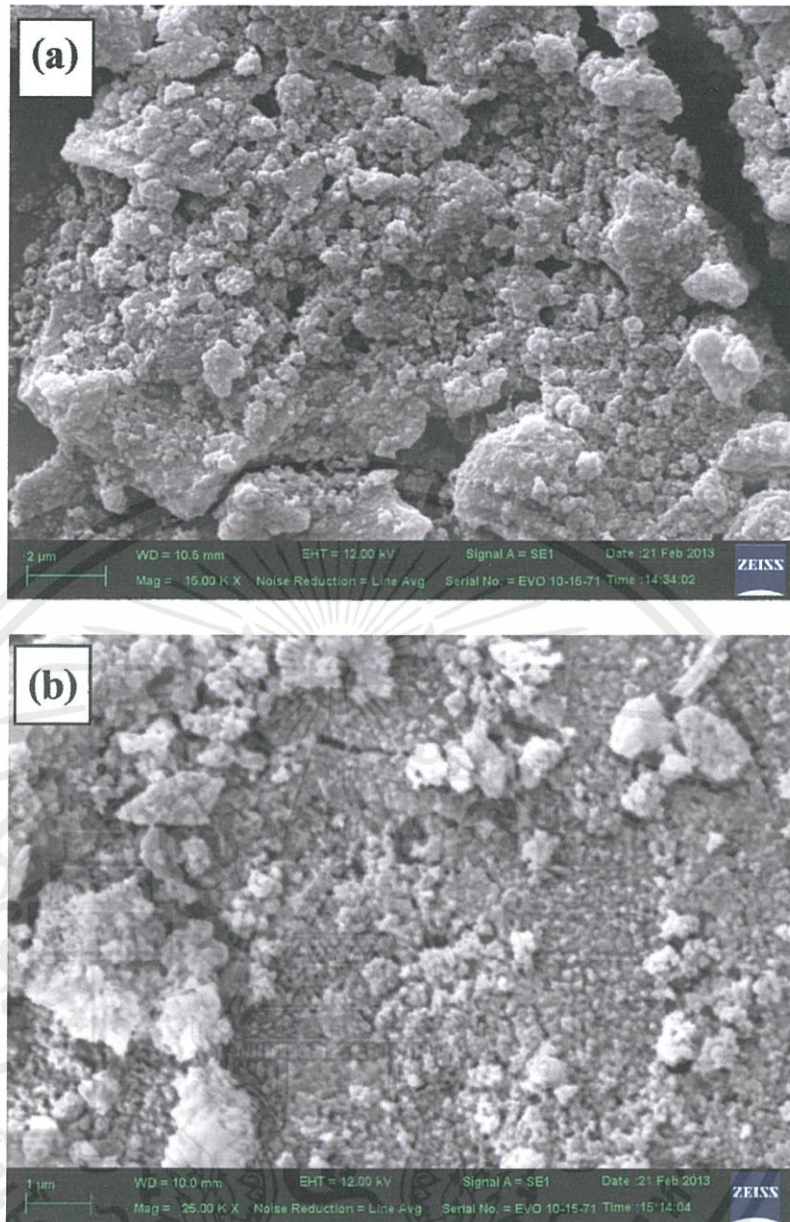
การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้และอนุพันธ์ทางความร้อนของสารทั้งหมดแสดงดังรูปที่ 4.12-4.14 โดยเรียงลำดับความสัมพันธ์เป็นคู่ดังนี้ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - AlPO_4 ที่มี H_3PO_4 เป็นตัวกลาง, $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - AlPO_4 ที่มี Na_2HPO_4 เป็นตัวกลาง และ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - AlPO_4 ที่มี NaH_2PO_4 เป็นตัวกลาง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



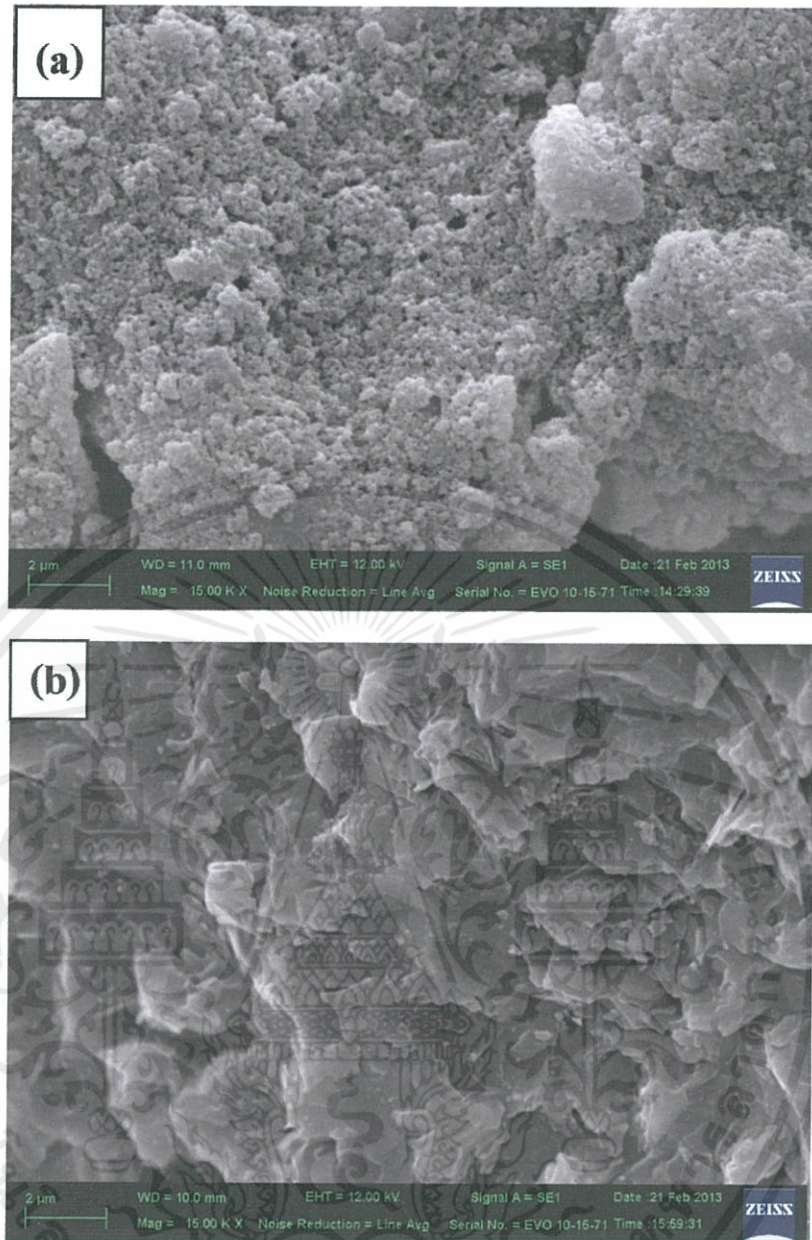
รูปที่ 4.12 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่ได้จากระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH (กำลังขยาย 12000 เท่า)

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 ในรูปที่ 4.12 มีรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวของความร้อน โดยรูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเล็กใหญ่ สลับกันอย่างไม่เป็นระเบียบ มีรูปร่างและรูปทรงที่ไม่แน่นอน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ AlPO_4 มีลักษณะเป็นแผ่นหนางไม่เท่ากันและมีรูปร่างและรูปทรงที่ไม่แน่นอน เช่นกันกับสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่ได้จากระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH (กำลังขยาย 12000 เท่า)

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 ในรูปที่ 4.13 มีรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวของความชื้น โดยรูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเล็กใหญ่ สลับกันอย่างไม่เป็นระเบียบ มีรูปร่างและรูปทรงที่ไม่แน่นอน ในขณะที่รูปร่างสัณฐานวิทยาของ AlPO_4 มีลักษณะของอนุภาคเป็นก้อนเล็กใหญ่ต่างกัน และมีรูปร่างและรูปทรงที่ไม่แน่นอน เช่นกันกับสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยา SEM ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (a) และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 (b) ที่ได้จากระบบ $1 \text{ M AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH (กำลังขยาย 12000 เท่า)

รูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 ในรูปที่ 4.14 มีรูปร่างของอนุภาคที่แตกต่างกันเนื่องมาจากการสลายตัวของความร้อน โดยรูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อน มีรูปร่างและรูปทรงที่ต่างกันกันในขณะที่รูปร่างของ AlPO_4 ไม่ว่าจะผลิตโดยวิธีใดก็ตามก็ให้ผลเปลี่ยนเนื้อหา และต้องอ้างถึงเจ้าของเอกสารที่ทำการนำไปใช้ มีลักษณะคล้ายกับว่าจะมีโครงสร้างแบบผลึก แต่ยังไม่มีความชัดเจนในการเข้าสมาธิ ไม่มี

เป็นระเบียบที่สม่ำเสมอ ซึ่งแสดงลักษณะที่ไม่แน่นอนเช่นกันกับสัณฐานวิทยาของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนและที่บริเวณของอนุภาคมีลักษณะปลายแหลมยื่นออกมากระจายทั่วๆ ไม่เป็นระเบียบ ไม่มีแบบแผน

4.2.4 ผลการตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก

สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 3 ตัว ถูกตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนอลไลซิส (Thermogravimetric analysis, TGA) ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0^\circ\text{C}/\text{min}$ โดยแสดงข้อมูลไว้ในตารางที่ 4.8

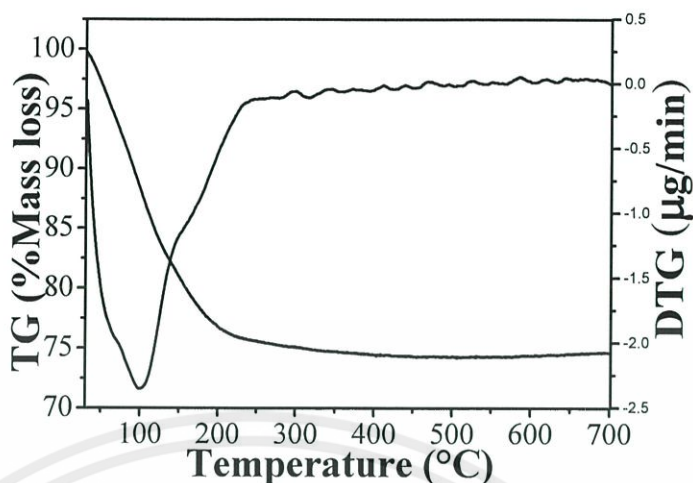
ตารางที่ 4.5 แสดงข้อมูลโดยสรุปที่ได้จากเทคนิค TGA ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

$\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ได้จาก	ขั้นตอนการสลายตัว	ปริมาณการสลายตัว (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	
		ขั้นที่ 1 ($600-700^\circ\text{C}$)	ขั้นที่ 2
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{H}_3\text{PO}_4$	1	24.20	-
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$	1	24.74	-
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{NaH}_2\text{PO}_4$	1	26.95	-

ขั้นตอนการสลายตัวของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 ตัว สามารถสรุปได้ดังสมการต่อไปนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

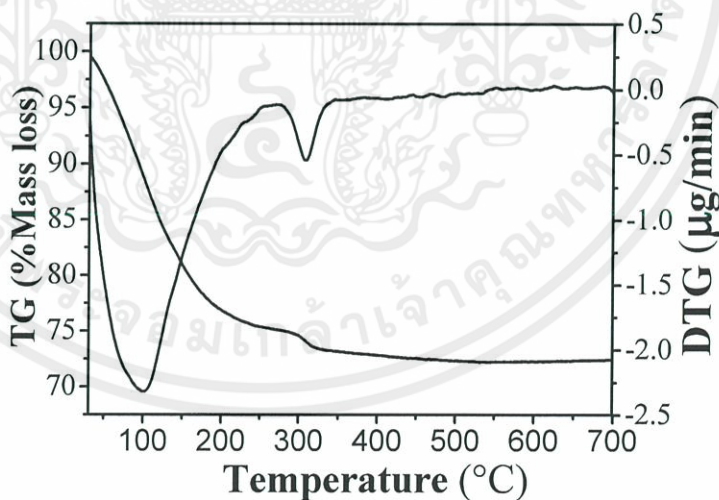


รูปที่ 4.15 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g

$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL 1 M H}_3\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่

อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0 \text{ }^\circ\text{C} / \text{min}$

จากรูปที่ 4.15 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้สารตั้งต้นคือ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และใช้แหล่งฟอสเฟตคือ H_3PO_4 ซึ่งพบว่าใช้ขั้นตอนสลายตัวขั้นตอนเดียวและอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวคือ $200\text{-}300 \text{ }^\circ\text{C}$



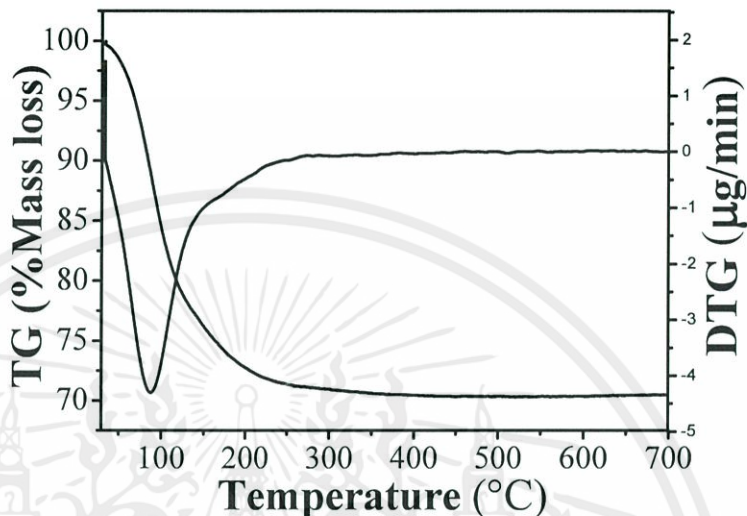
รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ 60.3625 g

$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250 \text{ mL H}_2\text{O} + 50 \text{ mL 1 M Na}_2\text{HPO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH

ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0 \text{ }^\circ\text{C} / \text{min}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้เพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

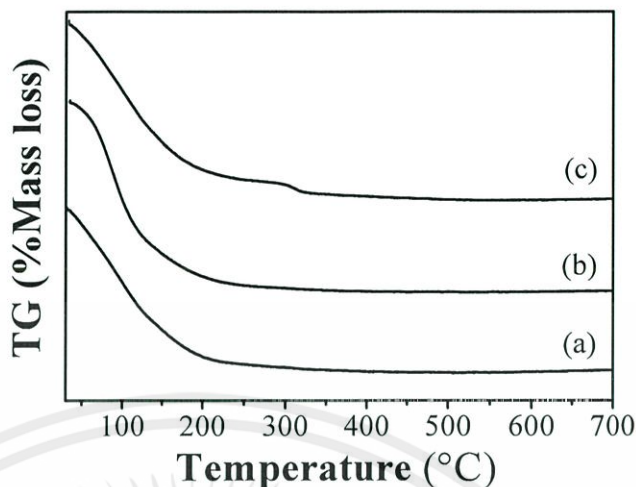
จากรูป 4.16 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้สารตั้งต้นคือ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และใช้แหล่งฟอสเฟตคือ Na_2HPO_4 ซึ่งพบว่าใช้ขั้นตอนสลายตัวขั้นตอนเดียว และอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวคือ $200\text{-}300^\circ\text{C}$



รูปที่ 4.17 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งเตรียมด้วยระบบ $60.3625\text{ g AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 250\text{ mL H}_2\text{O} + 50\text{ mL } 1\text{ M NaH}_2\text{PO}_4$ ปรับ pH ด้วย NH_4OH ที่อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ $10.0^\circ\text{C}/\text{min}$

จากรูปที่ 4.17 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้สารตั้งต้นคือ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และใช้แหล่งฟอสเฟตคือ NaH_2PO_4 ซึ่งพบว่าใช้ขั้นตอนสลายตัวขั้นตอนเดียว และอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวคือ $200\text{-}300^\circ\text{C}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 เทอร์โมแกรม TGA ของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่แสดงการเปรียบเทียบของการเปลี่ยนแปลงสารที่ใช้สารตั้งต้นตัวเดียวกันแต่ใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่ต่างกัน ระหว่าง (a) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M H}_3\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH pH 6.5}$, (b) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M Na}_2\text{HPO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH pH 6.5}$, (c) $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + 1.0 \text{ M NaH}_2\text{PO}_4 + 1.0 \text{ M NH}_4\text{OH pH 6.5}$

จากรูปที่ 4.18 สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 3 ตัว มีสูตรคล้ายๆกันทำให้พฤติกรรมทางความร้อนและกลไกการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักมีลักษณะเหมือนกัน กล่าวคือ สาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีการสลายตัวไปเป็น AlPO_4 ชั้นตอนเดียว คือใช้อุณหภูมิในการสลายตัว 200-300 °C อธิบายได้ว่าการสูญเสียน้ำ ที่เรียกว่า “ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration reaction)” และในการทดลองนี้เราใช้อุณหภูมิ 650 °C ในการกำจัดโมเลกุลของน้ำในโครงสร้างของสารเพราะช่วงนี้อุณหภูมิเสถียรคือไม่มีการสูญเสียน้ำหนักของสาร และไม่มีการสลายตัวไปมากกว่านี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์

จากการสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้นตัวเดียวกัน คือ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ H_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 ที่ใช้เป็นตัวกลางทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น และใช้ 30 % แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (30 % NH_4OH) เป็นตัวปรับค่า pH ให้เท่ากับ 6.5 ซึ่งถือว่าเทคนิคนี้เป็นเทคนิคในการสังเคราะห์ที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อให้สารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตที่สังเคราะห์ได้สลายตัวไป เป็นสารโลหะฟอสเฟต คือ AlPO_4 และนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบองค์ประกอบและเอกลักษณ์ของสารผ่านเทคนิคต่างๆ เพื่อระบุสูตรโครงสร้างโมเลกุลของสาร ซึ่งสูตรโมเลกุลได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic

Materials and Identification method)

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ขึ้น ได้เรียงลำดับการวิเคราะห์ คือ ตรวจสอบ รูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) จากนั้นตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟกชัน (X-ray diffraction, XRD) ต่อด้วยตรวจสอบตรวจสอบพื้นฐานวิทยาของสาร รวมถึงอนุพันธ์ทางความร้อนของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และสุดท้ายตรวจสอบการสลายตัวทางความร้อนของสารด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนอลไลซิส (Thermogravimetric analysis, TGA) ผลที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2.1 สรุปผลการวิเคราะห์การตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออน ที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้าง

สำหรับสาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ AlPO_4 ตามลำดับ แบ่งการจำแนกรูปแบบการสั่นออกเป็น 3 รูปแบบการสั่น คือ สารกลุ่มไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยย่อยการสั่น 2 แบบ คือ HPO_4^{2-} แอนไอออนและโมเลกุลของน้ำ (H_2O) ซึ่งรูปแบบการสั่นพื้นฐานของหน่วยย่อย HPO_4^{2-} แอนไอออนจะแสดงเอกลักษณ์ตำแหน่งการสั่นและแจกแจงชนิดแถบการสั่นคือ $300\text{-}500 \text{ } \delta(\text{PO}_2)$, $700\text{-}900 \text{ } \gamma(\text{POH})$, $1160\text{-}900 \text{ } \delta(\text{POH})$, $840\text{-}930 \text{ } \nu(\text{PO}_2(\text{OH}))$, $1000\text{-}1200 \text{ } \nu(\text{PO}_2)$, $2300\text{-}2400 \text{ B band } (\nu_{\text{OH}}, \text{HPO}_4^{2-})$, $2800\text{-}3120 \text{ A band } (\nu_{\text{OH}}, \text{HPO}_4^{2-})$ และ $3200\text{-}3500 \text{ cm}^{-1} \nu_{\text{OH}} (\nu_1 \text{ และ } \nu_3, \text{H}_2\text{O})$ $\nu_{\text{OH}} (\nu_1 \text{ และ } \nu_3, \text{H}_2\text{O})$ ตามลำดับ ในขณะที่รูปแบบการสั่นของโมเลกุลน้ำ (H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น 3 รูปแบบ คือการสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร (ν_1), การสั่นแบบยืดหดแบบอสมมาตร (ν_3), และการสั่นแบบโค้งงอ (ν_2) โดยจะพบแถบการสั่นในช่วง $3100 - 3146$, $3200 - 3400$, $1600 - 1700 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเลขคลื่น 1650 cm^{-1} จะเป็นแถบการสั่นของ H_2O และแถบการสั่นของ PO_2 และ Al-O-P จะปรากฏที่เลขคลื่น 1100 cm^{-1} ซึ่งจะเป็นการยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็น AlPO_4

5.2.2 สรุปผลการตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

จากการวิเคราะห์ผลการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และอนุพันธ์ทางความร้อน AlPO_4 ที่เตรียมจากตัวกลางที่ต่างกันทั้ง 3 ตัว พบว่าการจัดเรียงตัวไม่มีความเป็นระเบียบ มีความเข้มต่ำ ไม่มีแผนการซ้ำดังนั้นจึงมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน

5.2.3 สรุปผลการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของสารอะลูมิเนียมฟอสเฟต

สำหรับผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) จากสารที่เตรียมได้จาก 2 ระบบแรก (มี Na_2HPO_4 และ NaH_2PO_4 เป็นตัวกลาง ตามลำดับ) พบว่ามีขนาดอนุภาคที่ไม่แน่นอน เล็กบ้าง ใหญ่บ้างอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบ และมีการจับกันเป็นกลุ่มก้อนมีพื้นผิวขรุขระไม่มีความเป็นผลึก ส่วนผลการเตรียมในระบบที่ 3 พบว่ามีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างแบบผลึก แต่ยังไม่มีการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบที่สม่ำเสมอ ซึ่งแสดงลักษณะที่ไม่แน่นอน ไม่มีความเป็นผลึก ดังนั้นสรุปได้ว่าสารที่เตรียมได้จากทุกระบบ มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่แสดงถึงความเป็นอสัณฐานทั้งหมด

5.2.4 สรุปผลการวิเคราะห์ตรวจสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก

สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด 3 ตัวมีสูตรคล้ายๆกัน ทำให้พฤติกรรมทางความร้อนและกลไกการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักมีลักษณะเหมือนกัน กล่าวคือ สาร $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ มีการสลายตัวไปเป็น AlPO_4 ขั้นตอนเดียวคือใช้อุณหภูมิในการสลายตัว 200-300 °C อธิบายได้ว่าเป็นการสูญเสียน้ำที่เรียกว่า “ปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration reaction)” และในการทดลองนี้เราใช้อุณหภูมิ 650 °C ในการกำจัดโมเลกุลของน้ำในโครงสร้างของสารเพราะช่วงนี้อุณหภูมิเสถียรคือ ไม่มีการสูญเสียน้ำหนักของสาร และไม่มีการสลายตัวไปมากกว่านี้

5.3 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมสารขึ้น 3 ตัวคือ AlPO_4 ที่ได้จากสารตั้งต้นตัวเดียวกันคือ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้แหล่งโลหะฟอสเฟตที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ H_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 โดยมีข้อเสนอแนะดังนี้

5.3.1 ในขั้นตอนการชั่งสาร ควรชั่งน้ำหนักสารหลังจากชั่งไปแล้วสิบวินาทีทุกครั้ง เนื่องจากเครื่องชั่งไม่ได้มาตรฐานจึงต้องชั่งสารให้มีความถูกต้อง

5.3.2 ในขั้นตอนการใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ในการปรับค่าพีเอช (pH) ไม่ควรหยดเร็วเกินไป เนื่องจากอาจทำให้ไม่ได้ค่าพีเอชตามที่ต้องการ เมื่อหยดแล้วควรรอให้ค่าพีเอชหยุดนิ่งถึงทำการหยดครั้งต่อไปเพื่อให้ผลการทดลองที่ได้มีความคลาดเคลื่อนน้อยที่สุด

5.3.3 ในขั้นตอนการสังเคราะห์โลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต เมื่อได้ค่าพีเอชตามที่ต้องการแล้วควรปั่นควนสารก่อนนำไปกรองประมาณ 5 นาที เพื่อทำให้เกิดการตกตะกอนอย่างสมบูรณ์และทำให้ขนาดของอนุภาคมีความสม่ำเสมอ

5.3.4 เมื่อกรองได้ตะกอนของสารโลหะไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรตแล้ว ไม่ควรนำเข้าเตาอบทันที ควรทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องก่อน และเก็บสารที่สังเคราะห์ได้ใน โถสุญญากาศ

5.3.5 ขนาดตะกอนของสารมีขนาดเล็กกว่าขนาดรูของกระดาษกรองจึงทำให้ตะกอน

เอกสารนี้เป็นสามารถผ่านกระดาษกรองไปได้ ค่าร้อยละผลผลิตที่ได้จึงมีค่าน้อยกว่าที่ควรจะเป็น ดังนั้นควรใช้กระดาษกรองที่มีขนาดรูที่เล็กกว่านี้ หรืออาจจะตั้งสารทิ้งไว้ 1 คืน แล้วค่อยนำมากรอง จะทำให้ได้ค่าร้อยละผลผลิตที่สูงขึ้น

5.3.6 ร้อยละผลิตภัณฑ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้มีค่าน้อย การเพิ่มค่าร้อยละผลิตภัณฑ์ให้สูงขึ้น จากอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นต่อแหล่งฟอสเฟต 1:1 โมล ควรเพิ่มจำนวนโมลของแหล่งฟอสเฟตให้มากขึ้นจากเดิม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Bensalem, A. and Iyer, G. 1995 Ambient Pressure and Temperature Synthesis of New Layered Magmesium Phosphate: $MgHPO_4 \cdot 0.78H_2O$. **Journal of solid state chemistry.**, 114, 598-600
- [2] Available from : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566736706000653>
- [3] Available from : <https://161.246.22.23/,DanaInfo=.awxyCwholvloou4sr9Qu76+science>
- [4] Available from : <http://www.google.co.th/#hl=en&sclient=psy>
- [5] Available from : http://www.doeb.go.th/v3/knowledge/data/1Dimethyl_Ether.pdf
- [6] van der Gijp, S., M.H.J.E., Winnubst A.J.A. and Verweij, H. "Preparation of $BaTiO_3$ by Homogeneous Precipitation". **Journal of European Ceramic Society.** 19, 1683-1690
- [7] Michael, Z-C.Hu, V.K., Andrew Payzant, E., Claudia, J., Rawn Rodney, Hunt Wetchemical, D. "Synthesis of monodispersed barium titanate particles hydrothermal conversion of TiO_2 microspheres to nanocrystalline $BaTiO_3$ ". **PowderTechnology.** 110, 2-14.
- [8] Xiao Wei, G.X., Zhaohui Ren, Yonggang Wang, Ge Shen, Gaorong Han. "Size-controlled synthesis off $BaTiO_3$ nanocrystals via a hydrothermal route". **Materials Letters.** 62, 3666-3669.
- [9] Wei Li, G.X., Ruiqing Chu, Peng Fu, Jingong Hao. "Structure and electrical properties of $BaTiO_3$ prepare by sol-gel process". **Journal of Alloys and Compounds.** 482, 137-140
- [10] ดร.บรรจง บุญชม. (2554). โครงการ การสังเคราะห์ จลนพลศาสตร์และเทอร์โมไดนามิกส์ของการสลายตัวทางความร้อนโลหะฟอสเฟตไฮเดรต. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ (สกว.)
- [11] Available from : <http://www.ijaser.com/articles/vol1>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[12] Available from : <https://161.246.22.23/DanaInfo=.awxy>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณสาร ที่ความเข้มข้น 1 โมล

การคำนวณหาปริมาณสารในระบบ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} - \text{Na}_2\text{HPO}_4$

การคำนวณหาปริมาณ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\frac{\text{g}}{\text{MW}} = \frac{\text{CV}}{1000}$$

$$\frac{\text{g (ทฤษฎี)}}{241.45} = \frac{1 \times 250}{1000}$$

$$\text{g (ทฤษฎี)} = 60.3625$$

การคำนวณหาปริมาณ 85 % H_3PO_4

จาก 100 ml มี H_3PO_4 อยู่ 85 กรัม

$$\frac{\text{g}}{\text{Mw}} = \frac{\text{cv}}{1000}$$

$$\frac{85}{98} = \frac{c \times 100}{1000}$$

$$C = 8.6735$$

$$\text{จาก } C1V1 = C2V2$$

$$8.6735 \times V1 = 1 \times 250$$

$$V1 = 28.8234$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned}
 &= \frac{60.3625 \times 158}{241.45} \\
 &= 39.5000 \\
 \text{ร้อยละผลผลิต} &= \frac{\text{g AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O (การทดลอง)} \times 100}{\text{g AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O (ทฤษฎี)}} \\
 &= \frac{11.0408 \times 100}{39.5000} \\
 &= 27.95 \%
 \end{aligned}$$

หมายเหตุ : สารตั้งต้นชนิดเดียวกันแต่แตกต่างกันที่แหล่งฟอสเฟตก็สามารถคำนวณได้ในวิธีเดียวกันดังที่ได้แสดงในตารางที่ 4.1

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของสาร $\text{AlPO}_4 \cdot \text{Na}_2\text{HPO}_4$



$$\text{โมล AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{โมล AlPO}_4$$

$$\text{g AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{g AlPO}_4$$

$$\frac{\text{MW AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{MW AlPO}_4}$$

$$\text{MW AlPO}_4$$

$$\text{g AlPO}_4 \text{ (ตามทฤษฎี)} = \frac{\text{g AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \times \text{MW AlPO}_4}{\text{MW AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่หรือใช้ในด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\begin{aligned}
 &= \frac{15.0134 \times 122}{158} \\
 &= 11.5926 \\
 \text{ร้อยละผลผลิต} &= \frac{\text{g AlPO}_4 \text{ (การทดลอง)} \times 100}{\text{g AlPO}_4 \text{ (ทฤษฎี)}} \\
 &= \frac{9.1193 \times 100}{11.5926} \\
 &= 78.66\%
 \end{aligned}$$

หมายเหตุ : สารตั้งต้นชนิดเดียวกันแต่แตกต่างกันที่แหล่งฟอสเฟตก็สามารถคำนวณได้ในวิธีเดียวกันดังที่ได้แสดงในตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้