การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินาสำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

Synthesis of Metal Oxide Catalysts by Sol-Gel Method Coated on Alumina Membrane for Olefin Synthesis

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ธนะกุลรังสรรค์
นายชัชวาลย์ สุขมั่น

ประจำปีงบประมาณ 2548

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินาสำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

Synthesis of Metal Oxide Catalysts by Sol-Gel Method Coated on Alumina Membrane for Olefin Synthesis

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราภรณ์ ธนะกุลรังสรรค์ สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิชาเทคโนโลยีเคมี
นายชัชวาลย์ สุขมั่น สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิชาเทคโนโลยีเคมี

สนับสนุนโดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ ที่ได้สนับสนุนทุนวิจัยงบประมาณเงินผลประโยชน์ประจำปี 2548 ขอขอบคุณสาขาวิชาเคมี อุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพที่เอื้อเฟื้อสถานที่ทำการทดลอง และท้ายสุดขอขอบคุณ ดร.ปทุมทิพย์ ต้นทับทิมทอง ที่ให้ความกรุณาช่วยตรวจทานเล่มรายงาน

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์นิเกิลออกไซด์ที่มีรูพรุนขนาดเมโซด้วยวิธีโซล-เจล โดยศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิว คือ สารละลายทวีน 20 และสารละลายทวีน 80 ความเข้มข้น 10% โดยปริมาตร ที่มีผลต่อสมบัติของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ และการใช้นิเกิลออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาดีไฮโดรจีเนชันของอีเทนเพื่อให้ได้เอทิลีน ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 300, 350 และ 400 °C ในการสังเคราะห์นิเกิลออกไซด์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณ 3 mL ผลการทดลองพบว่า เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยวิธี BET ของ นิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้สารละลายทวีน 80 มีค่าสูงกว่า เมื่อใช้สารละลายทวีน 20 ซึ่งอาจเป็นผลมาจากสารละลายทวีน 80 มีโครงสร้างโมเลกุลที่ซับซ้อนกว่า ในการทดสอบปฏิกิริยาดีไฮโดรจีเนชันของอีเทนโดยใช้นิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สภาวะการทดลองคือ อัตราการป้อนแก๊ส 50 mL/min ที่ความดัน 10 atm และอุณหภูมิต่างๆ พบว่า ที่ 400 °C ความแปลงของอีเทนเท่ากับ 33.5% และผลได้ของเอทิลีนเท่ากับ 19%

ABSTRACT

In this work mesoporous nickel oxide was synthesized via sol-gel method. The effect of surfactant, 10% by volume aqueous solution of Tween 20 and Tween 80, on the physical properties of synthesized nickel oxide was studied. The nickel oxide was used as catalyst in the dehydrogenation of ethane to ethylene at various temperature of 300, 350 and 400°C. The result showed that with 3 mL of the surfactant solution, the BET surface area of the synthesized nickel oxide using Tween 80 solution was higher than that using Tween 20 solution. This may be resulted from the complexity of the structure of Tween 80. The dehydrogenation of ethane was performed with gas feed rate of 50 mL/min and 10 atm. It was found that the highest conversion of ethane was 33.5% at 400°C and the ethylene yield was 19%

สารบัญ

หน้า

รายการตาราง

ตารางที่ **หน้า**

รายการรูป

รูป หน้า

รูป **หน้า**

ประมวลคำศัพท์และคำย่อ

^{o}C	=	องศาเซลเซียส
XRD	=	X-Ray Diffraction
SEM	=	Scanning Electron Microscope
BET	=	Branuer-Emmett-Teller
min	=	minute
GC	=	Gas Chromatography
mm	=	มิลลิเมตร
nm	=	นาโนเมตร
NiO	=	นิเกิลออกไซด์
TiO_2	=	ไททาเนียมไดออกไซด์
mL/min	=	มิลลิลิตรต่อนาที
atm	=	บรรยากาศ
mL	=	มิลลิลิตร
m^2/g	=	ตารางเมตรต่อกรัม

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

อุตสาหกรรมทางเคมีส่วนใหญ่มีการนำเอาตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) มาใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยามีบทบาทในการเปลี่ยนแปลงกลไกการเกิดปฏิกิริยาคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยตัวเร่งปฏิกิริยานี้จะไม่มีผลต่อสมดุลของปฏิกิริยา (Equilibrium constant , K_{eq}) นอกจากนั้นการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการต่างๆ จะช่วยลดการใช้พลังงานอีกทางหนึ่งด้วย ในช่วงหลายปีที่ผ่านมาประเทศไทยต้องเสียดุลการค้า เป็นจำนวนมากจากการนำเข้า ตัวเร่งปฏิกิริยาจากต่างประเทศ เพื่อนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเคมี การศึกษาและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยา และการประยุกต์ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แนวทางต่างๆ ในประเทศไทยมีเพิ่มขึ้นแต่ไม่แพร่หลายนัก เนื่องจากงานวิจัยส่วนใหญ่ยังขาด การสนับสนุนจากบริษัทเอกชนด้วยเหตุผลทางด้านต้นทุนการผลิต และคุณภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ผลิตได้ กลุ่มวิจัยเห็นว่าการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาให้มีคุณสมบัติที่ดีเป็นสิ่งสำคัญ การเลือก วิธีสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาจึงมีความสำคัญด้วยเช่นกัน

วิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยทั่วๆ ไป มีอยู่หลายแนวทางอาทิเช่น การสังเคราะห์แบบตกตะกอน (Precipitation method) การสังเคราะห์แบบฝัง (Impregnation method) และการสังเคราะห์แบบโซล-เจล (Sol-gel method) เป็นต้น การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาในสองวิธีแรกการควบคุมขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาทำได้ยาก ขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จึงไม่สม่ำเสมอ ส่วนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีโซล-เจล สามารถที่จะควบคุมการกระจายตัวและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ง่ายกว่าในสองวิธีแรก จึงเป็นวิธีที่น่าสนใจที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งมีการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมปิโตรเคมี เป็นต้น กระบวนการโซล-เจลสามารถจำแนกได้เป็น 2 กระบวนการคือ กระบวนการโซล-เจลของคอลลอยด์ (Sol-gel processing of colloids) และ กระบวนการโซล-เจลของสารประกอบอัลค็อกไซด์ (Sol-gel processing of metal organic compounds) ในงานวิจัยนี้เลือกการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้กระบวนการโซล-เจลของคอลลอยด์ เนื่องจากเป็นวิธีสังเคราะห์ที่ไม่ยุ่งยาก โดยหลักการของวิธีโซล-เจล คือ การทำให้สารตั้งต้นอยู่ในรูปของโซล (Sol) แล้วทำการระเหยให้อยู่ในรูปของเจล (Gel) เจลที่ได้รับผ่านการแคลไซน์ (calcine) ให้อยู่ในรูปโลหะออกไซด์หลังจากนั้นจึงทำการตรวจคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผลิตได้โดยอาศัยเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์โดยวิธีโซล-เจล เนื่องจากนิเกิลออกไซด์สามารถหาได้ง่าย และมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีโซล-เจลนี้จะมีความบริสุทธิ์สูง และเป็นเนื้อเดียวกัน

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล

1.2.2 เพื่อสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์เคลือบทับบนเยื่อแผ่นเซรามิก

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของสารเติมแต่งที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพ และโครงสร้างทางจุลภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 ศึกษาผลงานวิจัยที่ผ่านมาเพื่อใช้เป็นข้อมูลและใช้เป็นอกสารอ้างอิงในงานวิจัยนี้

1.3.2 เลือกสารตั้งต้นที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์

1.3.3 สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล โดยเลือกใช้สารตั้งต้นคือ นิเกิลไนเตรต นิเกิลคลอไรด์ และนิเกิลซัลเฟต ที่ความเข้มข้นต่างๆ คือ 0.3 0.5 และ 0.7 M

1.3.4 ทดสอบสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค XRD, SEM และ BET

1.3.5 สร้างชุดปฏิกรณ์เพื่อใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

1.3.6 สังเคราะห์สารประกอบโอเลฟินโดยใช้เยื่อแผ่นที่เคลือบทับด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

1.3.7 วิเคราะห์ผลการทดลอง

1.3.8 สรุปผลการทดลอง

1.3.9 เขียนรายงานฉบับสมบูรณ์

1.4 วิธีการทำงานวิจัย

1.4.1 สารตั้งต้นที่เป็นเกลือโลหะต่างชนิดกันได้แก่ นิเกิลไนเทรต นิเกิลคลอไรด์ และนิเกิลซัลเฟต ถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูปไฮดรอกไซด์โดยการเติมเบสจนกระทั่งสารมีค่า pH เท่ากับ 9

1.4.2 ทิ้งสารละลายที่เตรียมได้เป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้สารตกตะกอน

1.4.3 นำตะกอนที่ได้ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง

1.4.4 นำโซลที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จะได้เจล

1.4.5 นำเจลที่ได้มาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 350 550 และ 750°C ตามลำดับ

1.4.6 นำตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่ได้ไปตรวจสอบคุณลักษณะ โดยใช้ XRD, SEM และ BET

1.4.7 นำตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์เคลือบบนเยื่อแผ่นเซรามิกเพื่อสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟินในชุดทดลองที่สร้างขึ้น

1.4.8 นำสารเติมแต่ง Tween 20 และ Tween 80 มาใช้ร่วมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย

1.5.1 ได้ทราบการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการโซล-เจล

1.5.2 สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาได้ในปริมาณมากๆ และมีความบริสุทธิ์สูง

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

บทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎี และบทความซึ่งเกี่ยวข้องกับการศึกษาสมบัติของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-Gel method) เพื่อเป็นแนวทางในการทำงานวิจัยมีหัวข้อ ดังต่อไปนี้

2.1 โลหะออกไซด์ [1]

การเร่งปฏิกิริยามีบทบาทสำคัญมากโดยส่วนใหญ่เป็นงานที่เกี่ยวข้องกับเคมีในอุตสาหกรรมเคมีมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือสารที่ใช้ในการเพิ่มหรือลดอัตราของปฏิกิริยาและปริมาณของตัวเร่งที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยาจะน้อยกว่าตัวเข้าทำปฏิกิริยามาก ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น โลหะออกไซด์ เป็นต้น โลหะออกไซด์ที่ศึกษาคือ นิเกิลออกไซด์

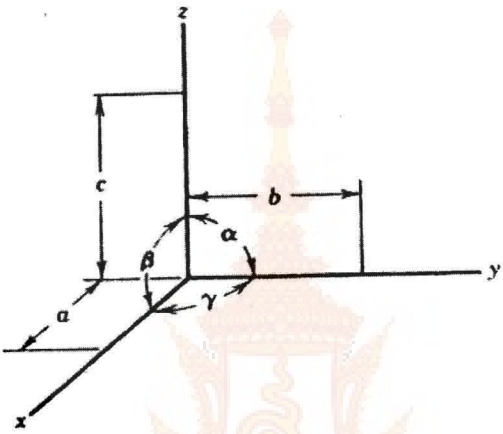
2.1.1 โครงสร้างของผลึก

ผลึกประกอบขึ้นจากการเรียงตัวของอะตอม ไอออน หรือโมเลกุล อย่างเป็นระเบียบสม่ำเสมอในสามมิติ และยึดกันอยู่ด้วยแรงชนิดต่างๆ กัน ผลึกมีโครงสร้างทรงเรขาคณิตที่แน่นอน โดยทั่วไปการอธิบายเกี่ยวกับผลึกใช้แนวความคิดที่เรียกว่า แลตติซ โดยใช้จินตนาการว่า ผลึกสามารถสร้างขึ้นจากจุดเล็กๆ ติดต่อแบบซ้ำๆ กัน โดยให้จุดเล็กๆ นี้เป็นจุดแลตติซ แต่ละจุดแลตติซจะต้องมีสิ่งแวดล้อมเหมือนกับจุดอื่นๆ ในทุกทิศทางที่เหมือนกัน จุดแลตติซอาจเป็นตำแหน่งของอะตอม ไอออน โมเลกุล หรือกลุ่มของไอออนก็ได้ หรืออาจเป็นจุดจำนวนหนึ่งที่เลือกขึ้นซึ่งทำให้แต่ละจุดมีสิ่งแวดล้อมเหมือนกับจุดอื่นๆ ในทิศทางที่เหมือนกันแลตติซในสามมิติ เรียกว่า space lattice อาจพิจารณาแลตติซในลักษณะของระนาบหลายๆ ระนาบที่ขนานกันเป็นระยะๆ เท่าๆ กัน ซึ่งระนาบดังกล่าวเรียกว่า ระนาบแลตติซ ผิวหน้าของผลึกที่สมบูรณ์จะขนานกับระนาบแลตติซเหล่านี้ ถ้าจะแบ่งของแข็งโดยอาศัยแรงยึดเหนี่ยวของโมเลกุล อะตอมหรือไอออนที่มีอยู่ในของแข็งสามารถแบ่งชนิดของของแข็งออกเป็นผลึกโมเลกุล ผลึกไอออนิก ผลึกโคเวเลนต์ และผลึกโลหะ

2.1.2 ระบบของผลึก

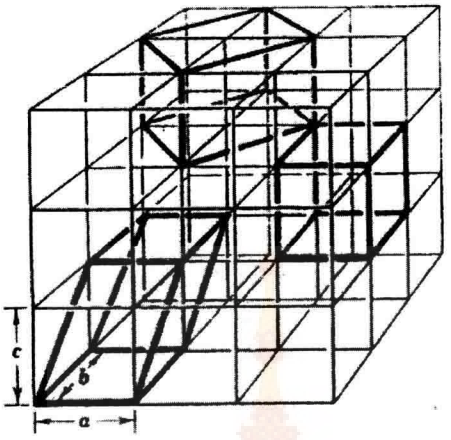
ผลึกมีรูปทรงเรขาคณิตที่แน่นอน ในการบอกรูปทรงของผลึกอาจทำได้โดยการตั้งแกนให้มีความสัมพันธ์กับรูปร่างภายนอกของผลึกนั้นๆ คือ ตั้งให้ขนานหรือทับกับพื้นผิวของผลึกในสามมิติ เรียกแกนทั้งสามนี้ว่า แกนคริสแทลโลกราฟิก (crystallographic axes) ดังนั้นรูปแบบของผลึกจึงกำหนดขึ้นโดยการตัดของพื้นผิวกับแกนต่างๆ และมุมที่เกิดขึ้นระหว่างแกน กรณีที่ผลึกมีรูป

ร่างเป็นลูกบาศก์ แกนและมุมต่างๆ ของแกนคริสแทลโลกราฟิก มีลักษณะตามรูปที่ 2.1 ในรูปนี้จะเห็นว่าแกน x, y, z มีจุดตัดที่ a, b และ c ตามลำดับ มุมที่เกิดขึ้นระหว่างแกน y และแกน z เรียกว่ามุม α ระหว่างแกน x และแกน z เรียกว่ามุม β ส่วนมุมระหว่างแกน x และแกน y เรียกว่ามุม γ



รูปที่ 2.1 แกนคริสเทลโลกราฟิกของผลึกรูปลูกบาศก์

ผลึกประกอบขึ้นจากชุดของแลตติซเป็นไปตามที่อยู่ของอะตอมหรือไอออนในผลึก โครงร่างที่ประกอบให้เป็นผลึกอาจใช้จินตนาการได้จากการเรียงตัวของจุดแลตติซในทิศทางต่างๆ แบบเป็น ตาข่ายดังในรูปที่ 2.2 รูปร่างของผลึกอาจบอกได้จากหน่วยที่เล็กที่สุดเรียกว่า หน่วยเซลล์ (unit cell)



รูปที่ 2.2 หน่วยเซลล์ที่เกิดจาก space lattice

ซึ่งแสดงไว้ด้วยเส้นทึบในรูป สิ่งสำคัญในการเลือกหน่วยเซลล์คือ พยายามเลือกหน่วยเซลล์ให้มีสมมาตรสูงสุด ส่วนขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์กำหนดโดยความยาวตามขอบ a, b, c ตามแกนคริสแทลโลกราฟิก และมุม แกนที่เลือกขึ้นจะเป็นสิ่งกำหนดรูปร่างของหน่วยเซลล์ หน่วยเซลล์ที่สร้างขึ้นซ้ำๆ กัน ในสามมิติจะได้รูปร่างผลึกใหญ่

หน่วยเซลล์ที่สร้างขึ้นจะมีจุดแลตติซส่วนหนึ่งหรือทั้งหมดตามมุมต่างๆ ของหน่วยเซลล์ทำให้เกิดระบบของผลึกเป็น 7 ระบบด้วยกันซึ่งจะเห็นได้จากตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ระบบของผลึก 7 ชนิด

ระบบ	มุม	ความยาวของแกน
Triclinic	$\alpha \neq \beta \neq \gamma\ 90°$	$a \neq b \neq c$
Monoclinic	$\alpha \neq \gamma = 90^0, \beta \neq 90°$	$a \neq b \neq c$
Orthorhombic	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	$a \neq b \neq c$
Tetragonal	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	$a = b \neq c$
Rhombohedral (Trigonal)	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	$a = b = c$
Hexagonal	$\alpha = \beta = 90°;\ \gamma = 120°$	$a = b \neq c$
Cubic	$\alpha = \beta = \gamma = 90°$	$a = b = c$

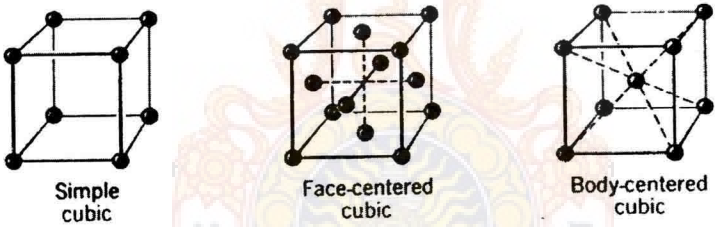
อย่างไรก็ตามจุดตามมุมต่างๆ ที่ประกอบขึ้นเป็นหน่วยเซลล์ไม่สามารถบรรยายรูปส่วนประกอบได้ละเอียดพอเป็นต้นว่าในระบบลูกบาศก์ (cubic system) นอกจากจะมีอะตอมหรือไอออนตามมุมทั้งแปดแล้วอาจจะมีอะตอมหรือไอออนที่จุดศูนย์กลางของพื้นผิวทั้งหก หรือตรงใจกลางของลูกบาศก์ด้วยก็ได้ เพราะฉะนั้นสำหรับระบบลูกบาศก์จึงมีแลตติซ หรือหน่วยเซลล์ถึงสามอย่างคือ

(1) simple หรือ primitive cubic โดยมีจุดที่มุมของลูกบาศก์เท่านั้น

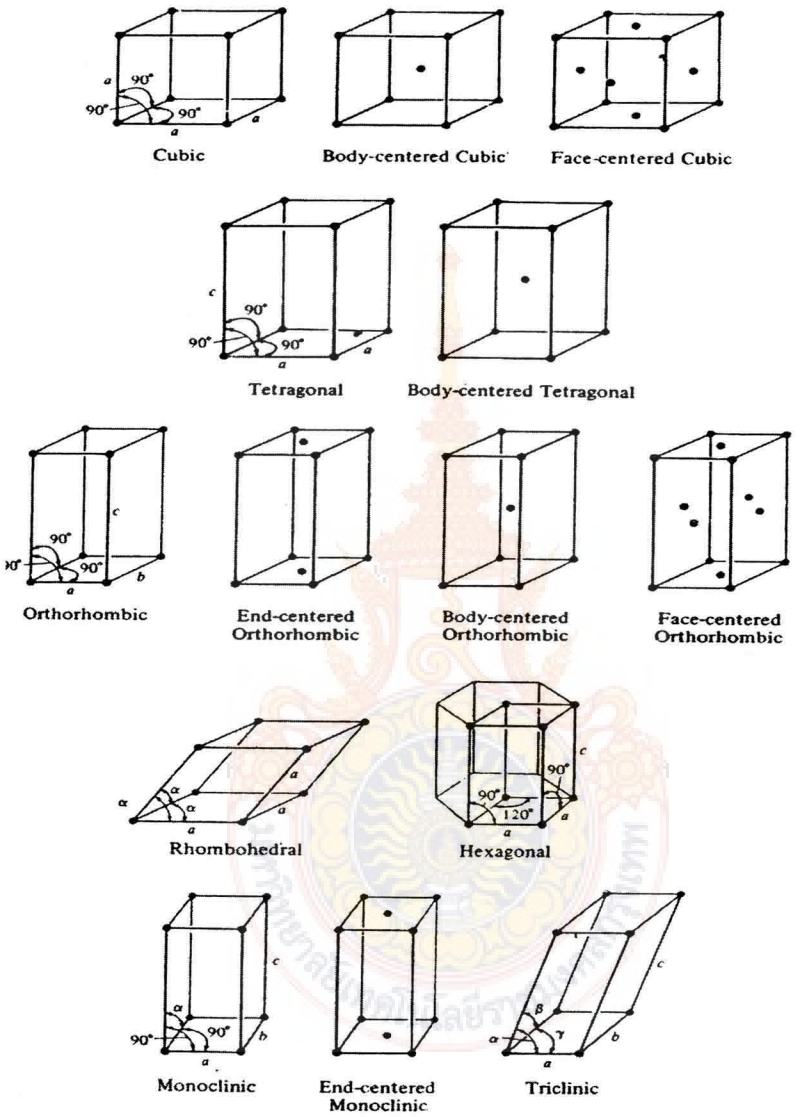
(2) face centered cubic โดยมีจุดที่มุมของลูกบาศก์และตรงจุดศูนย์กลางของผิวหน้าทุกหน้า

(3) body centered cubic โดยมีจุดที่มุมและที่จุดศูนย์กลางของลูกบาศก์

ทั้งสามอย่างปรากฏดังแสดงในรูปที่ 2.3 ส่วนระบบอื่นๆ มีแลตติซอย่างอื่นนอกเหนือจากที่เป็น simple หรือ primitive และแลตติซที่กล่าวนี้เรียกว่าแลตติซบราเวส์ (Bravais lattices) มีทั้งหมด 14 แบบ ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.3 หน่วยเซลล์ต่างๆ ของระบบลูกบาศก์



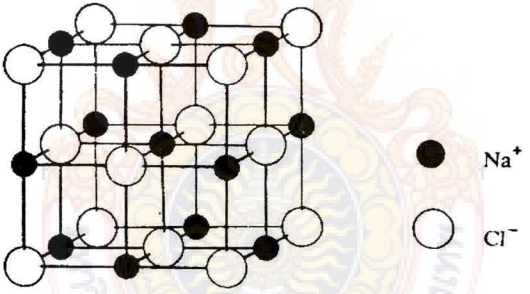
รูปที่ 2.4 แลตติซบราแวส์ในแต่ระบบของผลึก

2.1.3 <u>โครงสร้างผลึกสามัญบางชนิด</u>

ผลึกแต่ละชนิดมีโครงสร้างที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับสมบัติต่างๆ เช่น การจัดเรียงตัว เป็นต้น โครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ มีดังนี้

2.1.3.1 โครงสร้างโซเดียมคลอไรด์ (rock-salt structure)

ในโครงสร้างนี้อาจคิดได้ว่า คลอไรด์ไอออนเป็นแบบโครงสร้างการ บรรจุชิดที่สุดรูปลูกบาศก์ (ccp) และมีโซเดียมไอออนบรรจุในช่องออกตะฮีดรอล แต่โซเดียมไอออนมีขนาดโตกว่าช่องออกตะฮีดรอลที่เกิดขึ้นจากคลอไรด์ไอออน จึงทำให้คลอไรด์ไอออนถูกผลักออกจากกัน และแต่ละคลอไรด์ไอออนจึงไม่สัมผัสกัน แต่จะสัมผัสกับไอออนของโซเดียมทั้งหกไอออนและแต่ละโซเดียมไอออนก็สัมผัสกับไอออนของคลอไรด์ หกไอออนเช่นเดียวกัน กรณีเช่นนี้เรียกว่าโซเดียมคลอไรด์มีเลขโคออร์ดิเนชันแบบ 6:6 โครงสร้างแบบโซเดียมคลอไรด์โดยทั่วไปเรียกว่า rocksalt structure (รูปที่ 2.5) ถ้าดูจากรูปอย่างผิวเผินจะเห็นว่าการประกอบขึ้นเป็นหน่วยเซลล์ (unit cell) ไม่ค่อยเด่นชัดนัก แต่ถ้าดูให้ละเอียดจะเห็นว่ามีการซ้อนกันอยู่ระหว่าง face centered cubic structure ของคลอไรด์ไอออนกับ face centered cubic structure ของโซเดียมไอออน



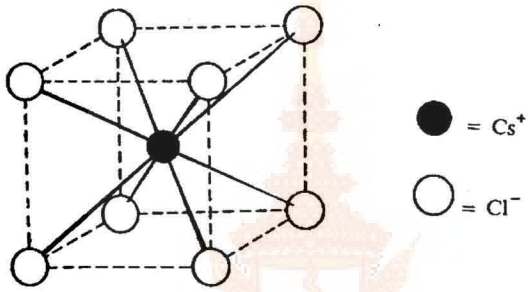
รูปที่ 2.5 โครงสร้างโซเดียมคลอไรด์ (rock-salt structure)

สารประกอบเฮไลด์ของโลหะอัลคาไลน์ ออกไซด์และซัลไฟด์ของอัลคาไลน์เอิร์ทส่วนใหญ่มีโครงสร้างแบบโซเดียมคลอไรด์ เป็นต้นว่า KCl, KBr, KI, LiI, CaO, CaS และสารประกอบของธาตุอื่นๆ เช่น AgCl, AgBr, NH_4I, MnS, MnO, NiO และ PbS เป็นต้น

2.1.3.2 โครงสร้างซีเซียมคลอไรด์ (cesium chloride structure)

จากโครงสร้างของ NaCl ซึ่งได้กล่าวมาแล้วทำให้ทราบว่า การที่ขนาดของโซเดียมไอออนโตกว่าช่องที่จะบรรจุเข้าไปจึงต้องมีการขยายโครงสร้างการบรรจุชิดที่สุดให้ห่างออกไป สำหรับกรณีของ CsCl นั้นมีสิ่งที่น่าสนใจคือ ขนาดของซีเซียมไอออนและคลอไรด์ไอออน ไม่ได้

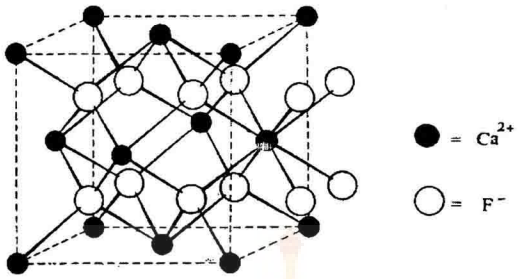
แตกต่างกันมากนักกล่าวคือ ซีเซียมไอออนมีขนาด 169 พิโคเมตร (pm) ส่วนคลอไรด์ไอออนเท่ากับ 181 พิโคเมตร เพราะฉะนั้นโครงสร้างจึงเป็นโครงสร้างการบรรจุชิดที่สุดไม่ได้ ตามรูปที่ 2.6 จะเห็นว่าซีเซียมคลอไรด์ประกอบด้วย simple cubic structure ของไอออนแต่ละชนิดซ้อนเข้าหากัน และหน่วยเซลล์จะเป็นแบบ body-centered cubic structure แต่ละไอออนจึงล้อมด้วยไอออนอื่นอีกแปดไอออนทำให้เลขโคออร์ดิเนชันเป็นแบบ 8:8 สารประกอบอื่นๆ ที่มีโครงสร้างลักษณะนี้ เช่น CsBr, CsI, RbCl, RbBr, NH_4Cl, NH_4Br



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของซีเซียมคลอไรด์

2.1.3.3 โครงสร้างฟลูออไรด์ (fluorite structure)

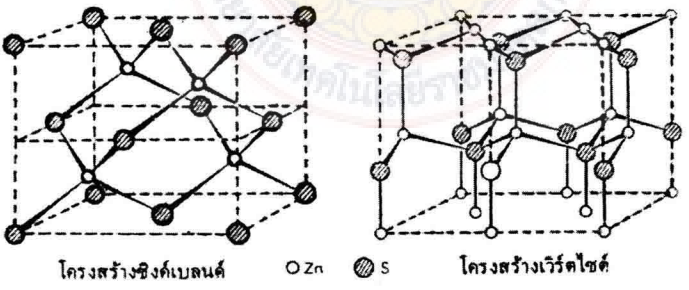
ในโครงสร้างนี้อาจพิจารณาได้ว่าแคลเซียมไอออนใน CaF_2 จัดตัวเป็นแบบโครงสร้าง การบรรจุชิดที่สุด รูปลูกบาศก์ (ccp) และฟลูออร์ไรด์ไอออนบรรจุอยู่ในช่องเตตระฮีดรอลทั้ง 8 แห่งรอบๆ แคลเซียมไอออน ดังในรูปที่ 2.7 แต่ละแคลเซียมไอออนสัมผัสกับฟลูออไรด์ไอออนแปดไอออน แต่ละฟลูออไรด์ไอออนสัมผัสกับแคลเซียมไอออนเพียงสี่ไอออนเท่านั้น จึงมีเลขโคออร์ดิเนชันของแคลเซียมฟลูออไรด์เป็น 8 : 4 และโครงสร้างนี้เรียกว่า โครงสร้างฟลูออไรด์ ตัวอย่างอื่นๆ ของโครงสร้างนี้ เช่น SrF_2, $SrCl_2$, BaF_2, $BaCl_2$, CdF_2, PbF_2, ZrO_2, HfO_2, NpO_2, NpO_2, ThO_2, PuO_2, AmO_2



รูปที่ 2.7 โครงสร้างของแคลเซียมฟลูออไรด์ (โครงสร้างฟลูออไรต์)

2.1.3.4 ซิงค์ซัลไฟด์ (Zinc blende and wurtzite structures)

โครงสร้างนี้มีลักษณะอย่างเดียวกับของแคลเซียมฟลูออไรด์ แต่การบรรจุไอออนของสังกะสีมีเพียงครึ่งหนึ่งในช่องเตตระฮีดรอลรอบไอออนของกำมะถันดังในรูปที่ 2.8 ทางซ้ายมือ ซึ่งหมายความว่าแต่ละไอออนของสังกะสีสัมผัสกับซัลไฟด์ไอออนสี่ไอออน และซัลไฟด์ไอออนสัมผัสกับไอออนของสังกะสีสี่ไอออน ทำให้มีเลขโคออร์ดิเนชันเป็น 4 : 4 ทั้งไอออนของสังกะสีและของซัลไฟด์จัดตัวเองในการล้อมรอบแบบทรงสี่หน้า โครงสร้างชนิดนี้เรียกว่า โครงสร้างซิงค์แบลนด์ (zinc blende structure) ซึ่งจะเห็นได้จากรูปที่ 2.8 ทางซ้ายมือ ถ้าทุกไอออน (สังกะสีและกำมะถัน) ของโครงสร้างนี้ถูกแทนที่ด้วยอะตอมของคาร์บอนทั้งหมด โครงสร้างนี้ จะเป็นแบบเดียวกันกับโครงสร้างของเพชร ตัวอย่างสารที่มีโครงสร้างชนิดนี้ เช่น CuF, CuCl, BeS, CuBr, CuI, CdS, AgI, HgS, SiC



รูปที่ 2.8 เปรียบเทียบสองโครงสร้างของซิงค์ซัลไฟด์ (ZnS)

ซิงค์ซัลไฟด์ยังมีโครงสร้างแบบที่สองเรียกว่า โครงสร้างเวิร์ตไซต์ (wurtzite) ทั้งสองโครงสร้างมีส่วนที่คล้ายคลึงกันคือ แต่ละไอออนของสังกะสีและซัลไฟด์ต่างล้อมรอบด้วยไอออนชนิดตรงข้ามสี่ไอออนในลักษณะทรงสี่หน้า และมีเลขโคออร์ดิเนชันเป็น 4:4 เหมือนกัน สิ่งที่แตกต่างกันคือในโครงสร้างเวิร์ต ไซต์ซัลไฟด์ไอออนอยู่ตามตำแหน่งที่ของ โครงสร้างการบรรจุชิดที่สุดรูปเฮกซะโกนอล (hcp) ส่วนในโครงสร้างซิงค์เบลนด์ ซัลไฟด์ไอออนอยู่ตามตำแหน่งที่ของโครงสร้างการบรรจุชิดที่สุดรูปลูกบาศก์ (ccp) รูปเปรียบเทียบของทั้งสอง โครงสร้างจะเห็นได้จาก รูปที่ 2.8 ตัวอย่างของโครงสร้างเวิร์ตไซต์ เช่น BeO, MnSe, MnTe, AlN, GaN, InN, NH_4F

2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา [2, 3]

2.2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา หมายถึง สารที่ทำหน้าที่ช่วยเร่งอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยา โดยการไปลดพลังงานก่อกัมมันต์ (Activated Energy) ของปฏิกิริยาให้น้อยลง แต่จะไม่มีส่วนในการทำปฏิกิริยาแต่อย่างใด ตัวอย่างการเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมต่างๆ แสดงอยู่ใน ตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตัวอย่างการเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ heterogeneous ในอุตสาหกรรมต่างๆ

Reaction	Catalyst and reactor type (continuous operation unless otherwise noted)
Dehydrogenation	
C_4H_{10} (butane) $\rightarrow$ butenes	Cr_2O_3 Al_2O_3 (fixed bed, cyclic)
Butenes $\rightarrow$ C_4H_6 (butadiene)	Fe_2O_3 promoted with Cr_2O_3 and Kr_2O_3
$C_6H_5C_2H_5 \rightarrow C_6H_5CH{=}CH_2$ (ethyl benzene $\rightarrow$ Styrene)	Fe_2O_3 promoted with Cr_2O_3 and Kr_2O_3 (fixed bed, in presence of steam)
CH_4 or other hydrocarbon + $H_2O \rightarrow CO + H_2$ (steam reforming)	Supported Ni (fixed bed)
$(CH_3)_2CHOH \rightarrow CH_3COCH_3 + H_2$ (isopropanol $\rightarrow$ acetone + hydrogen)	ZnO
$CH_3CH(OH)C_2H_5 \rightarrow CH_3COC_2H_5 + H_2$	ZnO

ตารางที่ 2.2 (ต่อ)

Reaction	Catalyst and reactor type (continuous operation unless otherwise noted)
Hydrogenation	
Of edible fats and oils	Ni on a support (slurry reactor, batch)
Various hydrogenation of fine organic chemicals	Pd or Pt carbon (slurry reactor, usually batch)
$C_6H_6 + 3H_2 \rightarrow C_6H_{12}$	Ni or noble metal on support (fixed bed or slurry reactor)
$N_2 + 3H_2 \rightarrow 2NH_3$	Fe promoted with Al_2O_3, K_2O, CaO, and MgO (adiabatic fixed bed)
Oxidation	
$SO_2 + 1/2O_2$ (air) $\rightarrow SO_3$	V_2O_5 plus K_2SO_4 on silica (adiabatic, fixed beds)
$2NH_3 + 5/2O_2$ (air) $\rightarrow 2NO + 3H_2O$	90% Pt-10%Rh wire gauze, oxidizing conditions
$NH_3 + CH_4$ + air $\rightarrow$ HCN (Andrussow process)	90% Pt-10% Rh wire gauze, under net reducing condition
$C_{10}H_8$ or 1,2-$C_6H_4(CH_3)_2 + O_2 \rightarrow C_6H_4(CO)_2O$ (naphthalene or o-xylene + air $\rightarrow$ phthalic anhydride)	V_2O_5 on titania (multitube fixed bed)
n-$C_4H_{10} + O_2 \rightarrow C_4H_2O_3$ (butane + air $\rightarrow$ maleic anhydride)	Vanadia-phosphate (multitube fixed bed or fluidize bed)
$C_2H_4 + 1/2O_2 \rightarrow (CH_2)_2O$ (ethylene oxide)	Ag on α-Al_2O_3, promoted with Cl and Cs (multitube fixed bed)
$CH_3OH + O_2 \rightarrow CH_2O + H_2$ and/or H_2O	Ag (adiabatic reactor) or $Fe_2(MoO_4)_3$ (multitube fixed bed)
$C_3H_6 + O_2 \rightarrow CH_2$=CHCHO (acrolein) and/or CH_2=CHCOOH (acrylic acid)	Bismuth molybdate plus other components
$C_3H_6 + NH_3 + 3/2O_2 \rightarrow CH_2$=CHCN $+ 3H_2O$	Complex metal molybdates (fluidized bed)
Complete oxidation of CO and hydrocarbons, for pollution control	Pt or Pt, or both, on monolith support

ตารางที่ 2.2 (ต่อ)

Reaction	Catalyst and reactor type (continuous operation unless otherwise noted)
Reaction of Synthesis Gas	
$CO + 2H_2 \rightarrow CH_3OH$	CU^I-ZnO promoted with Al_2O_3 (adiabatic, fixed bed with interstage cooling or multitube fixed bed)
$CO + 3H_2 \rightarrow CH_4 + H_2O$ (methanation)	Supported Ni (fixed bed)
$CO + H_2 \rightarrow$ paraffins, etc. (Fischer-Tropsch synthesis)	Fe or Co with promoters (multitube fixed bed or transport reactor)
Acid catalyzed Reactions	
Catalytic cracking	Zeolite in SiO_2 . Al_2O_3 matrix plus other ingredients (transport reaction)
Hydrocracking	Pd on zeolite in an amorphous matrix ; NiMo on silica-alumina , various other dual-function catalysts (adiabatic fixed bed)
Paraffin isomerization	Pt on H-mordenite zeolite in alumina matrix Pt,
Catalytic reforming	Pt-Re or Pt-Sn on acidified Al_2O_3 or on zeolite in matrix (adiabatic, fixed bed, or moving bed, with interstage heating)
Polymerization	H_3PO_4 on clay (fixed bed)
Hydration, e.g., propylene to isopropyl alcohol	Mineral acid or acid-type ion-exchange resin (fixed bed)
$CH_3OH + isoC_4H_8 \rightarrow$ methylene tert. Butyl ether (MTBE)	Acid-type ion-exchange resin

ตาราง 2.2 (ต่อ)

Reaction	Catalyst and reactor type (continuous operation unless otherwise noted)
Other	
Oxychlorination (e.g., $C_2H_4 + 2HCl + 1/2O_2$ $C_2H_4Cl_2 + H_2O$)	$CuCl_2/Al_2O_3$ with KCl promoter
Hydrodesulfurization, hydrodenitrogenation, hydrotreating	$CoMo/Al_2O_3$ or $NiMo/Al_2O_3$, sulfided (adiabatic, fixed bed with interstage cooling)
$SO_2 + 2H_2S \rightarrow 3S + 2H_2O$ (Claus process)	Al_2O_3 (fixed bed)
$H_2O + CO \rightarrow CO_2 + H_2$ (water-gas shift)	Fe_3O_4 promoted with Cr_2O_3(adiabatic fixed bed) ; for a second, lower temperature stage, Cu-ZnO on Al_2O_3; CoMo on support

2.2.2 <u>โลหะไว (Active agent)</u> [4]

โลหะไวทำจากโลหะ และสารกึ่งตัวนำเพื่อที่จะผลิตพลังงานอิสระของสารประกอบโลหะทรานซิชัน ดังนั้นความเร็วของปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับปฏิกิริยาที่ไม่ถูกเร่ง สารประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกรองรับขึ้นกับตัวรองรับของสารละลาย สำหรับงานวิจัยชิ้นนี้เลือกศึกษาโลหะไวคือ นิเกิล (Nickel)

นิเกิล (Ni) เป็นธาตุที่เกิดรวมอยู่กับ As, S และ Sb เช่นในแร่ millerite (NiS) แร่ pentlandite และ nickeliferous pyrrhotite ซึ่งเป็นของผสมระหว่างซัลไฟด์ของเหล็ก นิเกิล และแร่ garnierite ซึ่งมีซิลิเคตของแมกนีเซียม และนิเกิลปนกัน วิธีที่จะแยกหรือสกัดเอาโลหะนิเกิลออกจากแร่ขึ้นอยู่กับชนิดของแร่ แต่มีหลักอยู่ว่าต้องนำแร่มาย่าง (roasting) เพื่อให้กลายเป็นนิเกิลออกไซด์ แล้วจึงนำไปรีดิวซ์ด้วยคาร์บอนจะได้โลหะนิเกิลซึ่งยังมีสิ่งเจือปนอยู่มาก ต้องนำโลหะนิเกิลที่ได้ไปหลอมและผ่านแก๊ส CO เข้าไปที่อุณหภูมิ 70°C จะเกิดสารประกอบนิเกิลคาร์บอนีล, $Ni(CO)_4$ ซึ่งระเหยง่าย และเมื่อทำให้ร้อนถึง 200°C จะสลายเป็นนิเกิลที่บริสุทธิ์กับแก๊ส CO ดังปฏิกิริยา

$$Ni\,(S) + 4CO\,(g) \underset{200^{\circ}C}{\overset{70^{\circ}C}{\rightleftharpoons}} Ni(CO)_4\,(g) \qquad (2.1)$$

นิเกิลเป็นธาตุเฟอร์โรแมกเนติก (ferromagnetic) มีสีขาวคล้ายเงิน ทำปฏิกิริยากับกรดต่างๆ และออกซิเจนได้ไม่เร็วเท่าเหล็กและโคบอล์ตทนต่อการกัดกร่อนได้ดีเนื่องจากมีออกไซด์บางๆ

เคลือบอยู่ที่ผิวทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดซ์ได้ช้ามาก จึงใช้เป็นประโยชน์ในการชุบโลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating) เมื่อเผาให้ความร้อนจะทำปฏิกิริยากับอโลหะเกิด NiO, NiX_2 (X=F, Cl, Br, I), NiS ,Ni_3C เป็นต้น เมื่อเผานิเกิลให้ร้อนแดงจะทำปฏิกิริยากับไอน้ำได้นิเกิลดูดกลืนไฮโดรเจนได้ นอกจากนี้ยังทำปฏิกิริยาอย่างช้าๆ กับกรดเจือจางต่างๆ แต่ทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเจือจางได้ เร็วกว่า และถ้าเป็นกรดไนตริกเข้มข้นจะหยุดเกิดปฏิกิริยา (passive) นิเกิลไม่เกิดปฏิกิริยากับด่างต่างๆ แม้จะมีออกซิเจนอยู่ด้วย ดังนั้น จึงใช้ทำเบ้าทนไฟ และขั้วไฟฟ้าที่ใช้กับด่าง [5]

นิเกิลออกไซด์เป็นของแข็งสีเขียว มีโครงสร้างแบบ NaCl ไม่ละลายในน้ำ เป็นออกไซด์ที่เป็นเบสสามารถละลายในกรดต่างๆ เกิดไอออนสีเขียวของ $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ เช่นเดียวกับ Fe (II) และ Co (III) และถ้าเติมด่าง (OH^-ไอออน) ลงในสารละลายนี้ จะมีตะกอนวุ้นสีเขียวของ hydrous nickel hydroxide $[Ni(OH)_2.xH_2O]$ เกิดขึ้นตะกอนนี้ไม่ละลายในด่าง แต่ละลายได้ในแอมโมเนียที่มากเกินพอกลายเป็นแอมมีน (ammine) สีน้ำเงิน $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ เมื่อ $Ni(OH)_2$ ทำปฏิกิริยากับด่าง และตัวออกซิไดซ์ที่แรงปานกลางเช่น Br_2 จะได้ของแข็งสีดำซึ่งมีองค์ประกอบใกล้เคียงกับ NiO_2 ดังนั้นจึงสามารถเตรียมออกไซด์ของ Ni(III) และ Ni(IV) ได้แต่ไม่บริสุทธิ์นัก ทั้ง NiO_2 และ Ni_2O_3 เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงมาก Ni_2O_3 ใช้ประโยชน์ใน Edison cell ซึ่งมีปฏิกิริยาดังนี้

$$Fe + Ni_2O_3.H_2O + 2H_2O \longrightarrow Fe(OH)_2 + 2Ni(OH)_2 \qquad (2.2)$$

เกลือที่เสถียรมีเพียงประเภทเดียวเท่านั้นคือ เกลือนิเกิลลัส ซึ่งอาจถือว่าได้มาจากนิเกิลลัสออกไซด์ (NiO) มีออกไซด์อีกตัวหนึ่งคือนิเกิลลิกออกไซด์ (Ni_2O_3) ซึ่งละลายในกรดแล้วได้สารประกอบนิเกิลลัส [3]

2.2.2.1 ปฏิกิริยาของนิเกิลไอออน

ใช้สารละลายของนิเกิลซัลเฟต $NiSO_4.7H_2O$ หรือนิเกิลคลอไรด์ $NiCl_2.6H_2O$ (สารละลายของเกลือนิเกิลลัสมีสีเขียวเนื่องจากมีไอออน $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ ซึ่งปกติมักจะเขียนเพียง Ni^{2+} ตัวอย่างเช่นเมื่อนำนิเกิลมาทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้ตะกอน สีเขียวของนิเกิลลัสไฮดรอกไซด์ $Ni(OH)_2$ ซึ่งไม่ละลายในรีเอเจนต์ที่มากพอ ถ้ามีทาร์เทรตหรือ ซิเทรตอยู่ด้วยจะไม่ตกตะกอน ตะกอน $Ni(OH)_2$ นี้ละลายได้ในสารละลาย NH_3 หรือในสารละลายของเกลือแอมโมเนียมได้สารละลายสีน้ำเงินอมเขียวของไอออนเชิงซ้อนนิเกิลลัสแอมมีน สารละลายเหล่านี้ไม่ถูกออกซิไดซ์โดยการต้มให้เดือดทั้งที่มีอากาศอยู่ด้วย หรือโดยการเติม H_2O_2 ก็ตามตะกอน $Ni(OH)_2$ ถูกออกซิไดซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์ได้นิเกิลไฮดรอกไซด์ $Ni(OH)_3$ สีดำ

$$NiSO_4 + 2NaOH \longrightarrow Ni(OH)_2 + Na_2S \qquad (2.3)$$

$$4Ni(OH)_2 + 2H_2O + O_2 \longrightarrow 4Ni(OH)_3 \qquad (2.4)$$

$$Ni^{2+} + 2OH^- \longrightarrow Ni(OH)_2 \quad (2.5)$$

$$4Ni(OH)_2 + 2H_2O + O_2 \rightarrow 4Ni(OH)_3 \quad (2.6)$$

2.2.2.2 ปัจจัยที่มีผลต่อขนาดของพื้นที่ผิวของนิเกิลบนตัวเร่งปฏิกิริยา [3]

ก. ปริมาณของนิเกิลที่ใช้พบว่าหากใช้ปริมาณนิเกิลมากจะทำให้พื้นที่ผิวของนิเกิลเพิ่มขึ้นแต่การกระจายของนิเกิลบนตัวเร่งจะลดลง

ข. สารรีดิวซ์ (reducing agent) ที่ใช้เช่น ไฮโดรเจน หรือ แอมโมเนีย เพียงอย่างเดียว หรือใช้แบบเติมไนโตรเจนหรือไอน้ำตามลงไปด้วย ซึ่งจะให้พื้นที่ผิวของนิเกิลและเปอร์เซ็นต์ของนิเกิลออกไซด์ที่ถูกรีดิวซ์ที่ต่างกันด้วย ปฏิกิริยารีดักชันนิเกิลออกไซด์แสดงดังนี้

$$NiO + H_2 \longrightarrow Ni + H_2O \quad ; \Delta H^\circ_{298} = 0.5 \text{ kcal/mol} \quad (2.7)$$

พื้นที่ผิวของนิเกิลจะมีค่าสูงสุดเมื่อใช้ก๊าซไฮโดรเจนเพียงอย่างเดียวในการรีดักชัน แต่ถ้าใช้ไอน้ำช่วยในการรีดักชัน พบว่าพื้นที่ผิวของนิเกิลจะลดลง เนื่องจากไอน้ำจะไปออกซิไดซ์นิวคลีไอ (Nuclei) ของนิเกิล เมื่อจำนวนนิวคลีไอลดลงจะได้ผลึกนิเกิลที่ใหญ่ จำนวนผลึกลดลงจึงมีพื้นที่ผิวลดลง

ค. การผนึกตัวของนิเกิลเนื่องจากความร้อน (sintering) ทำให้พื้นที่ผิวนิเกิลลดลงอันเนื่องจากการกระจายตัวลดลง ทำให้ความว่องไวเชิงปฏิกิริยาลดลง พบว่านิเกิลผนึกรวมกันเนื่องจากความร้อนก็ต่อเมื่ออุณหภูมิที่ใช้สูงกว่าอุณหภูมิแทมแมน (อุณหภูมิที่โครงผลึกเริ่มเกิดการเคลื่อนที่) สำหรับนิเกิลมีอุณหภูมิแทมแมนประมาณ 600°C

2.2.3 <u>สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา</u> [3]

สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต้องมีความไว (Activity) ที่สูง มีความเสถียรที่ดี รวมทั้งมีค่าการเลือกจำเพาะของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ

2.2.3.1 ความไว (Activity)

ความไวของตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกี่ยวกับอัตราเร็วของปฏิกิริยา เมื่อถึงสมดุลทางเคมีอัตราเร็วของปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ความดัน ความเข้มข้นของสารทำปฏิกิริยา และ ผลิตภัณฑ์ต่างๆ

2.2.3.2 การเลือกจำเพาะ (Selectivity)

นิยามของการเลือกจำเพาะมี 2 แบบ คือ

- Instantaneous selectivity (S) หมายถึงอัตราส่วนระหว่างอัตราเร็วของการเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการต่ออัตราเร็วของการเกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ

สมมุติว่ามีปฏิกิริยาขนาน

$$A \longrightarrow D \tag{2.8}$$

$$A \longrightarrow U \tag{2.9}$$

ให้สาร D เป็นสารที่ต้องการ และสาร U เป็นสารที่ไม่ต้องการ

จากนิยามการเลือกจำเพาะ

$$\bar{S}_{DU} = \frac{r_D}{r_U} \tag{2.10}$$

- Overall selectivity ($\bar{S}_{DU}$) หมายถึง อัตราส่วนระหว่างมวลของผลิตภัณฑ์หลักทั้งหมดต่อมวลของผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการทั้งหมด ณ ทางออกของเครื่องปฏิกรณ์

ในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

$$\bar{S}_{DU} = \frac{n_D}{n_U} \tag{2.11}$$

ในเครื่องปฏิกรณ์แบบไหลต่อเนื่อง

$$\bar{S}_{DU} = \frac{F_D}{F_U} \tag{2.12}$$

การเลือกจำเพาะที่สูงจะให้ค่าผลิตผลได้ (Yields) ที่สูงในขณะที่ไม่เกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการขึ้น โดยปกติค่าการเลือกจำเพาะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ความดัน คอนเวอร์ชัน (conversion) องค์ประกอบของสารทำปฏิกิริยา และธรรมชาติของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.2.3.3 ความเสถียร (Stability)

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต้องมีความเสถียรที่ดี คือ มีการเปลี่ยนแปลงน้อยมากกับเวลาภายใต้สภาวะที่ใช้การรีเจนเนอร์เรชัน (regeneration) อันที่จริงแล้วในทางทฤษฎี ตัวเร่งปฏิกิริยาต้องไม่เปลี่ยนแปลงในขณะที่มีการทำปฏิกิริยาเกิดขึ้น ถือว่าเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาใน อุดมคติ บางครั้งอาจทำให้เกิดการสูญเสียความไว หรือ ค่าการเลือกจำเพาะ หรือคุณสมบัติทางกลได้ เช่น การเกิดถ่านโค๊กบนตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาไฮโดรจีโนไลซิส (hydrogenolysis) หรือ ผลึกของโลหะมีการขยาย

ขนาดเกิดขึ้น มีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างผลึกของตัวรองรับ ทำให้เกิดการสูญเสียความแข็งแรงทางกลขึ้น

2.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

2.3.1 <u>กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel procees)</u> [6]

กระบวนการโซล-เจล คือ กระบวนการในการสังเคราะห์สารแบบใหม่วิธีหนึ่งซึ่งมีหลักการในการสังเคราะห์โดย การทำให้สารตั้งต้นอยู่ในรูปของโซล (Sol) แล้วทำการระเหยให้ อยู่ในรูปของเจลและจากเจลจึงจะทำให้อยู่ในรูปของผลิตภัณฑ์อีกทีหนึ่ง

2.3.1.1 โซล

คำว่า โซล ตามความหมายของ Jingensons และ Sttraumanis อธิบายไว้ว่าเป็นการแพร่ของคอลลอยด์ (colloids) ซึ่งเป็นอนุภาคของของแข็ง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 10 ถึง 1000 $\overset{0}{A}$ ซึ่งประกอบด้วยอะตอมประมาณ 10^3 ถึง 10^9 อะตอม เมื่อความหนืดของโซล เพิ่มขึ้นเพียงพอจนกระทั่งสูญเสียสภาพการเป็นของเหลวจะกลายเป็นของแข็ง

2.3.1.2 การสังเคราะห์เจล

เป็นขั้นตอนแรกของกระบวนการโซล-เจล สำหรับอัล คอกไซด์ ซึ่งถูกผสมเป็นโซลและทำให้โซลนั้นไม่เสถียร ซึ่งอาจรบกวนด้วยการเติมส่วนประกอบอื่นๆ และได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย เรียกว่าอควาเจล (aquagels)

ส่วนอีกวิธีหนึ่งนั้นจะประกอบด้วยการเริ่มต้นของสารละลายมาขึ้นรูปโดยการควบคุมปฏิกิริยาไฮโดรไลซีส และการควบแน่น (polycondensation) ของอัลคอกไซด์ ซึ่งจะเป็นแบบโครงข่ายของแก้วในอนาคต อนุภาคของเจลจะประกอบกันเป็นโครงข่ายซึ่งมีของเหลวอยู่ภายในได้แก่ สารละลายอัลกอฮอล์ จึงเรียกเจลที่ได้ว่า อัลโคเจล (alcogels)

การผลิตเจลจะเกี่ยวข้องกับการเติบโตและเชื่อมเข้าด้วยกัน ของหน่วยพอลิเมอร์เพื่อแปลงรูปเป็นโครงข่ายขยายกว้างและรวมตัวในของเหลว ในระบบที่สารตั้งต้นเป็นโลหะอัลคอกไซด์ การเติบโตจะเกี่ยวข้องกับการเกิดพอลิเมอร์ของไฮโดรไลซ์โลหะอัลคอกไซด์ในสารละลายอัลลอยด์เพราะฉะนั้นสามารถสรุปปฏิกิริยาในการเตรียมแอนไฮดรัสออกไซด์ (anhydrous oxide) ได้ดังนี้

$$M(OR)_n + xH_2O \longrightarrow M(OH)_x(OR)_{n-x} + xROH \qquad (2.13)$$

$$M(OH)_x(OR)_{n-x} \longrightarrow Mo_{n/2} + x/2H_2O + (n-1)ROH \qquad (2.14)$$

ในขั้นตอนปฏิกิริยาของไฮโดรไลซีส อาจใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งทั้งนี้ขึ้นอยู่กับค่า pH และปริมาณน้ำ การไฮโดรไลซีสของเตตระเอทิลออโธซิลิเคต (tetraethyorthosilicate, $Si(OC_2H_5)_4$, TEOS) สามารถหาผลจากการเกิดพอลิเมอร์ในช่วงจากโซ่ของพอลิไซออกเซน (polysioxane) ถึงอนุภาคที่เป็นคอลลอยด์โดยเฉพาะ SiO_2 บริสุทธิ์ จากคุณสมบัติของการเกิดเจลจะใช้เตรียม monolithic glasses คือจะประกอบด้วยการไฮโดรไลซ์ของอัลคอกไซด์เป็นส่วนใหญ่ ด้วยน้ำที่เกินพอซึ่งมีปริมาณน้อยจนกระทั่งมากคือ ค่า $x > n/2$ ในขณะที่ pH ต่ำถึงปานกลางคือ pH ประมาณ 1-9 ซึ่งเงื่อนไขนี้มีผลต่อโครงสร้างระหว่างโซ่ และอนุภาคของคอลลอยด์ ตัวอย่างเช่น การใช้ X-ray ทดสอบดูการกระจายตัวในสารละลายแสดงการไฮโดรไลซีสของ TEOS 1 โมลกับน้ำ 4 โมล ผลที่ได้คือโครงร่างจะเป็นเส้นสั้นๆ เกาะตัวเป็นตาข่ายเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นเบสและที่ pH 1 และ pH 7 จะได้พอลิเมอร์ที่มีกิ่งก้านสาขามากยิ่งขึ้นกว่าเดิม

ความแตกต่างในโครงสร้างที่เกิดขึ้นสำหรับการเพิ่มของน้ำเพราะที่ pH ต่ำๆ (< 2.5) การไฮโดรไลซีสจะเกิดขึ้นโดยกลไกที่เกี่ยวข้องกับการดึงดูดของ electrophilic บนอัลคอกไซด์ ออกซิเจน และที่ค่า pH กลางๆ จนถึงสูงๆ (> 2.5) การไฮโดรไลซีสและการเกิดพอลิเมอร์จะเกิดขึ้นโดยเกี่ยวข้องกับการดึงดูดของ nucleophilic บนซิลิกอน และการเจริญเติบโตของพอลิเมอร์จะไม่มีผลต่อการเกิดขึ้นของคอลลอยด์ของซิลิกา ในทั้งสองกรณีการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซีสจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อมีน้ำมากเกินพอ และค่า pH สูง

การเกิดเจลนั้นเมื่อพอลิเมอร์ทั้งหมดหรือที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยากำลังเจริญเติบโตและมีการโยงสายพันธะเพื่อทำให้เกิดเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 ทิศทางเกิดขึ้นเนื่องจากการเพิ่มของความหนืดของเจล ซึ่งอาจจะพิจารณาจากกระบวนการโซลิดิฟิเคชัน (solidification) ที่ขั้นตอนของการเกิดพอลิเมอร์ โดยเฉพาะจุดเยือกแข็งของเจล (frozen in gel) พอลิเมอร์จะไม่มีการละลาย เช่น ที่อุณหภูมิต่ำน้ำน้อย และค่า pH ต่ำๆ โครงสร้างจะไม่เปลี่ยนแปลงในระหว่างการ aging อย่างไรก็ตามการทำให้พอลิเมอร์ละลายต้องอยู่ในสภาวะที่มีอุณหภูมิสูงน้ำมากๆ และมีค่า pH สูงๆ ซึ่งมีผลทำให้เปลี่ยนโครงสร้างของเจล

โครงสร้างที่เปลี่ยนไปสามารถเกิดขึ้นได้ในระหว่าง gel desiccation การนำตัวทำละลายออกโดยการระเหยเป็นผลต่อแรงตึงผิว และส่งผลต่อการเกิดความดันภายนอกบนโครงสร้างของเจล การเชื่อมกันของพันธะที่อ่อนมากๆ จะทำให้เกิดการหดตัวที่มากกว่าจุดที่มีการเชื่อมพันธะที่แข็งแรงกว่า การเกิดไฮโดรไลซีสในสภาวะที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นกรดนั้นสามารถเตรียมได้โดยใช้ปริมาณน้ำน้อยๆ ความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างในลักษณะของความหนาแน่นกับค่า pH พบว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้นความหนาแน่นจะลดลง เพราะตัวทำละลายได้ระเหยออกไป และในขณะเดียวกันโครงสร้างก็จะมีลักษณะคล้ายแก้วมากขึ้น

จากที่กล่าวมาสรุปได้ว่าการเกิดเจล คือ

ก. การทำให้สารละลายแขวนลอยไม่เสถียร

ข. ทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซีส

ค. การเกิดพอลิคอนเดนเซชันของโลหะอัลคอกไซด์

การเตรียมเจลนั้นเจลที่ได้จะขึ้นอยู่กับคุณสมบัติทางเคมีโดยประกอบด้วยสารโลหะ และส่วนของน้ำ เอสเทอร์โลหะ (metallic ester) หรือโลหะอัลคอกไซด์ ($M(OR)_n$ ซึ่ง M คือโลหะ n คือเวเลนซี (valency) (3 หรือ 4) และ R คือ alkyl group เช่น CH_3, C_2H_5 เป็นต้น ซึ่งเมื่อเกิดการไฮโดรไลซีสจะเกิดเป็นหน่วยโมโนเมอร์ (monomeric unit) ของการเกิดพันธะและมี $M(OH)_n$ อยู่ตรงกลางเพื่อปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น โดยโลหะอัลคอกไซด์ส่วนมากไม่ละลายในตัวกลางที่เป็นน้ำ ดังนั้นต้องควบคุม pH ความเข้มข้นของโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งจะสามารถหลีกเลี่ยงการตกตะกอนได้ และจะทำให้เจลที่เกิดขึ้นมีลักษณะที่เป็นเนื้อเดียวกันอย่างสม่ำเสมอได้

กระบวนการโซล-เจลแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ

2.3.1.3 กระบวนการเตรียมโซล-เจลจากคอลลอยด์ [7]

ก. ธรรมชาติของคอลลอยด์

คอลลอยด์ได้มีการศึกษามาตั้งแต่ ค.ศ. 1845 โดยในปี ค.ศ.1847 ได้มีการเตรียมเซลไม (selmi) โดยการใช้สารละลายซิลเวอร์คลอไรด์ผสมกับ Prussian blue sols ซึ่ง สารทั้งสองเป็นสารประเภท demulsion และ pseudosolusion ตามลำดับ ระบบนี้จะถูกเตรียมเหมือนกับผงกรดคลอริก และอัลบูมิน (albumin) แต่จะแตกต่างจากการละลายที่แท้จริง เพราะการทดลองเกี่ยวกับผลกระทบของเกลือต่อการตกตะกอน Faraday ได้สังเกตเห็นการกระจายแสงจาก ruby colored gold sol ซึ่งทำโดยการรีดักชันของคอลลอยด์ของทองด้วยฟอสฟอรัส

คำว่าคอลลอยด์ ถูกใช้ขึ้นเป็นครั้งแรกในการอธิบาย Glue-like โดย Graham ซึ่งเตรียมโดยการ dialysis ของกรดซิลลิซิก ซึ่งเตรียมได้จากสารละลายกรดซิลิเคต และสารอินทรีย์อื่นๆ เช่น ยางไม้ กาว คาราเมล แทนนิน และอัลบูมิน ซึ่ง Graham ได้สังเกตเห็นว่าคอลลอยด์ ไม่มีโครงร่างผลึก และมีสภาพการแพร่ต่ำกว่าโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่กว่า ระบบ คอลลอยด์นี้ประกอบด้วย ตัวแพร่ (dispersed phase) ซึ่งอย่างน้อยต้องมีขนาดระหว่าง 1 nm ถึง 1 μm แพร่อยู่ในตัวกลาง (medium) ดังแสดงในตารางที่ 2.3

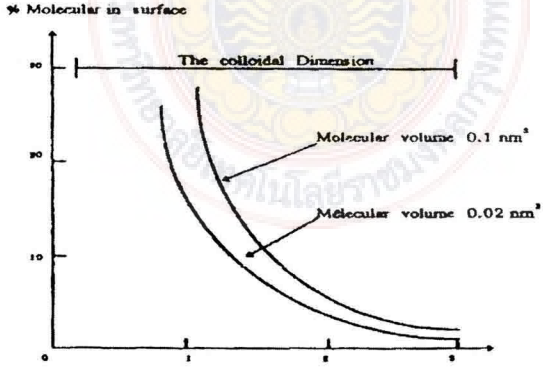
ตารางที่ 2.3 ชนิดของคอลลอยด์

ระบบ	Disperse phase	medium
Dispersion (Sol)	Solid	Liquid
Emulsion	Liquid	Liquid
Solid emulsion	Liquid	Solid
Foam	Gas	Liquid
Fog, mist or aerosol	Liquid	Gas
Smoke or aerosol	Solid	Gas
Alloy, solid suspension	Solid	Solid

ข้อดีของการแบ่งแยกขนาดของคอลลอยด์ คือ

1. อนุภาคที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสมากๆ ตัวอย่างเช่น ถ้าแบ่งโลหะทรงลูกบาศก์ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้เป็นลูกบาศก์ที่เล็กลงโดยแต่ละลูกมีปริมาตร 10^3 ลูกบาศก์นาโนเมตร จะทำให้พื้นที่ผิวเพิ่มจาก 6 cm^2 เป็น $6x10^6$ cm^2

2. เปอร์เซ็นต์นัยสำคัญ (% significant) ของโมเลกุลที่อาศัยอยู่บนพื้นผิวของคอลลอยด์เช่นอนุภาคโซล (sol particles) ซึ่งแสดงได้ในรูปที่ 2.9 และแสดงผลกระทบของความยาวของลูกบาศก์บนพื้นที่ผิวในการกระจายของโมเลกุลที่มีปริมาตร 0.1 nm^3 และ 0.02 nm^3 ถ้าปริมาตรยิ่งน้อย จะทำให้มีโมเลกุลบนผิวมากขึ้น



รูปที่ 2.9 เปอร์เซ็นต์ของโมเลกุลบนผิวลูกบาศก์กับ log ของความยาว (l) สำหรับโมเลกุลที่มีปริมาตร 0.02 nm^3 และ 0.1 nm^3

ข. ความเสถียรของคอลลอยด์

ระบบคอลลอยด์จะถูกจำกัดความด้วยสารประเภท lyophilic หรือ lyophobic และ former ซึ่งจะรวมถึงสารละลายประเภท macromolecular เช่น พอลิเมอร์หรือโปรตีน และไมเซลล์ (micell) ซึ่งเป็นความเสถียรทางด้านเทอร์โมไดนามิกส์ และเกิดความเสถียรทางจลนศาสตร์ขึ้นเพราะแรงดึงดูด และการผลักกันของอิเล็กตรอนระหว่างอนุภาค

ค. การเกิดโซลโดยกระบวนการแคทไอออนไฮโดรไลซีส (Cation Hydrolysis)

โลหะอิออน (M^{z+}) หลายชนิดที่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซีสได้ เพราะมีอิเล็กตรอนสูง เช่น Zr^{4+} หรือความหนาแน่นของประจุสูง เช่น Be^{2+} การเริ่มต้นของการไฮโดรไลซีสสามารถทำได้โดย ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น (condensation polymerization) จากโลหะพอลิเวเลนซ์ หรืออิออนพอลินิวเคลียร์ ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซีส

$$M(H_2O)_b^{2+} \xrightarrow{H_2O} [M(H_2O)_{b-1}OH]^{(Z-1)+} + H^- \qquad (2.15)$$

ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่น

$$2M(H_2O)_b^{2+} \longrightarrow [(H_2O)_{b-1}M(OH)_2M(H_2O)_{b-1}]^{(2Z-2)+} + 2H^+ \qquad (2.16)$$

ตัวอย่างเช่น $[AlO_4Al_{12}(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$ $[AlO_4Al_{12}(OH)_{25}(H_2O)_{11}]^{6+}$ และอื่นๆ ถูกเตรียมโดยการเพิ่ม pH ของสารละลายเกลือ Al (III) โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนต สำหรับอัตราส่วนของ $OH^-/Al > 2$ ซึ่งสารอะลูมินาจะมีโครงสร้างที่ประกอบด้วย $12AlO_6$ ออกตระฮีดรอนและรอบๆ จะมี $1AlO_4$ เตตระฮีดรอน ประจุและ pH หาจากปฏิกิริยาของ H_2O, OH^-, O^{2-} ซึ่งเป็น ligand สำหรับ cation ที่เป็นกลาง อัตราส่วนโมลระหว่าง anion/cation จะ ควบคุมค่าดีกรีของการเกิดพอลิเมอร์และความเสถียรของโซล ตัวอย่างเพิ่มเติมเช่น พอลินิวเคลียร์ อิออน (polynuclear ions) แสดงในตารางที่ 2.4 และ 2.5 ซึ่งตารางที่ 2.4 แสดงความหลากหลายของ cation ที่จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซีส และในตารางที่ 2.5 แสดงผลต่างของการเกิด พอลินิวเคลียร์จาก cation

ตารางที่ 2.4 การเกิดของ Polynuclears cationic hydrolysis product

ชนิดไอออน	แหล่งประจุบวก
M_2OH^{3+}	Be^{2+}, Mn^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, Cd^{2+}, Hg^{2+}, Pb^{2+}
$M_2(OH)_2^{(2Z-2)+}$	Cu^{2+}, Sn^{2+}, UO_2^{2+}, NpO_2^{2+}, PuO_2^{2+}, Vo^{2+}, Al^{3+}, Sc^{3+}, Ln^{3+}, Ti^{3+}, Cr^{3+}, Th^{4-}
$M_3(OH)_4^{3+}$	Be^{2+}, Hg^{2+}
$M_3(OH)_4^{(3Z-4)+}$	Sn^{2+}, Pb^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+}, Fe^{3+}, $In3^{+}$
$M_3(OH)_5^{(3Z-5)+}$	UO_2^{2+}, NpO_2^{2+}, PuO_2^{2-}, Sc^{3+}, Y^{3+}, Ln^{3+}
$M_4(OH)_4^{4+}$	Mg^{2+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Cd^{2+}, Pb^{2+}
$M_4(OH)_8^{8+}$	Zr^{4+}, Th^{4+}
$M_6(OH)_8^{4+}$	Be^{2+}, Pb^{2+}
$M_6(OH)_{12}^{6+}$	Bi^{3+}

ตารางที่ 2.5 Polynuclears anion hydrolysis product ของ Vanadium ที่ 298 K

	Equilibrium	
$VO_2^{+} + 2H_2O$	$\longleftrightarrow$	$VO(OH)_{3(aq)} + H^{+}$
$10VO_2^{+} + 8H_2O$	$\longleftrightarrow$	$V_{10}O_{26}(OH)_2^{4-} + 14H^{+}$
$VO_2^{+} + 2H_2O$	$\longleftrightarrow$	$VO_2(OH)_2^{-} + 2H^{+}$
$2VO_2(OH)_2^{-}$	$\longleftrightarrow$	$V_2O_6(OH)^{3-} + H^{+} + H_2O$
หVO$_2$(OH)$^{2-}$	$\longleftrightarrow$	$VO_4^{3-} + H^{+}$
$2VO_3(OH)^{2-}$	$\longleftrightarrow$	$V_2O_7^{4-} + H_2O$
$3VO_3(OH)^{2-} + 3H^{+}$	$\longleftrightarrow$	$V_3O_9^{3-} + 3H_2O$

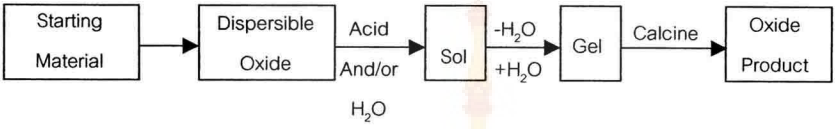
ง. ขั้นตอนการผลิตโดยวิธีโซล-เจลจากคอลลอยด์

การผลิตโดยวิธีโซล-เจลจากคอลลอยด์มีด้วยกัน 5 ขั้นตอนดังแสดงในรูปที่ 2.10 คือ

1. เริ่มจากวัตถุดิบเช่น reagent-grade metal salt
2. เปลี่ยนจากวัตถุดิบเป็น dispersible oxide ด้วยกระบวนการทางเคมี
3. จาก dispersible oxide จะเติมกรดเจือจางหรือน้ำลงไปเพื่อให้เป็นโซล

4. ระเหยน้ำหรือแอนไอออนออกไซด์ (anionoxide) จะได้เจล ซึ่งอาจเป็นรูปทรงกลม เป็นเส้นใย เป็นชิ้น หรือใช้เคลือบบนตัวรองรับได้ และขั้นตอนนี้สามารถผันกลับได้

5. เมื่อนำเจลมาคัลไซน์จะได้ผลิตภัณฑ์ออกไซด์ หลังจากการแตกตัวของเกลือ ด้วยเหตุที่เซรามิกส์พวกที่ไม่ใช่สารประกอบออกไซด์ (non-oxide ceramic) คือพวก คาร์ไบด์และไนไตรด์มีแหล่งคาร์บอนเพิ่มขึ้นในขั้นตอนที่โซล และเจลที่มีคาร์บอนผสมอยู่ถูกให้ความร้อน



รูปที่ 2.10 ขั้นตอนวิธีการผลิตโซล-เจลจากคอลลอยด์

จ. การใช้ประโยชน์ของกระบวนการโซล-เจลในทางอุตสาหกรรม

ความก้าวหน้าของการผลิตเชื้อเพลิงนิวเคลียร์ด้วยกระบวนการโซล-เจลนั้นได้แสดงให้เห็นว่าสามารถเตรียมเจลได้ในปริมาณมากๆ โดยปราศจากสิ่งเจือปน สามารถเตรียมให้อยู่ในรูปของอนุภาคผงทรงกลมที่เป็นออกไซด์ที่เป็นเนื้อเดียวกันได้ ทั้งยังสามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้อีกด้วย กระบวนการนี้ยังสามารถเตรียมผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิต่ำทำให้ประหยัดพลังงานซึ่งเป็นผลดีกับอุตสาหกรรมเซรามิกส์ด้วย

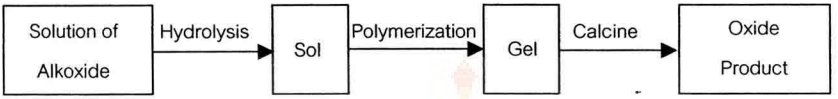
2.3.1.4 กระบวนการโซล-เจลจากสารประกอบโลหะ-อินทรีย์ [7]

กระบวนการโซล-เจลจากคอลลอยด์ได้อธิบายไว้ในข้างต้นเป็นการเตรียมสารประกอบที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน และเป็นผลึกที่อุณหภูมิต่ำกว่าในการผลิตแบบดั้งเดิม อย่างไรก็ตามอนุภาคโซลที่มีโมเลกุลระหว่าง 10^3 –10^9 โมเลกุล และการเกิดปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นโดยแรงกระทำภายในโมเลกุลมากกว่าระดับของคอลลอยด์ แต่ก็สามารถทำได้โดยการไฮโดรไลซีสสารประกอบโลหะอินทรีย์ที่เรียกว่าอัลคอกไซด์ (alkoxide) กระบวนการโซล-เจล ของอัลคอกไซด์ได้รับความสนใจมาตั้งแต่ 15 ปีก่อน เนื่องจากเป็นกระบวนการที่สามารถผลิตแก้วและเซรามิกส์ที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยไม่ผ่านขั้นตอนการหลอมเหลวซึ่งต้องใช้ความร้อนปริมาณมาก

ขั้นตอนของกระบวนการโซล-เจลจากอัลคอกไซด์

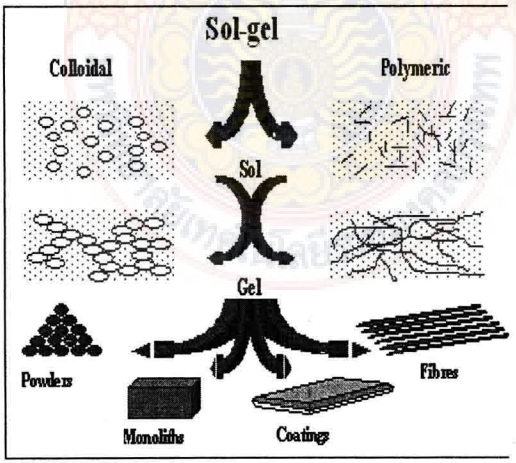
จุดอ่อนของอัลคอกไซด์ต่อการทำไฮโดรไลซีสคือ การสังเคราะห์ที่ยุ่งยาก การไฮโดรไลซีสเป็นกระบวนการเบื้องต้นของกระบวนการโซล-เจล สำหรับสารประกอบโลหะอินทรีย์ดังแสดงในรูปที่ 2.11 วิธีการจะต้องเจือจางอัลคอกไซด์ด้วยอัลกอฮอล์ก่อนการไฮโดรไลซีสและกระบวนการจะไม่สามารถผันกลับได้

อัลคอกไซด์จะถูกผสมเข้ากับตัวทำละลายในขณะที่เป็นโซล และจะเติมสารกระตุ้นซึ่งเป็นเกลือของโลหะถ้าอัลคอกไซด์ที่เหมาะสมนั้นหายาก เมื่อได้เจลแล้วจะนำมาทำการแคลไซน์เพื่อกำจัดน้ำ แอลกอฮอล์ และสลายเกลือที่เติมลงไป ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นออกไซด์



รูปที่ 2.11 ขั้นตอนวิธีการผลิตโซล-เจลจากอัลคอกไซด์

เจลที่มีหลายๆ ส่วนประกอบถูกเตรียมขึ้นจากการเปลี่ยนช่วง pH ของน้ำที่เข้าร่วมทำปฏิกิริยา ดังนั้นโครงสร้างของการทำแห้งเจลจะแปรจาก less highly polymerized (ค่า pH ต่ำ ปริมาณ H_2O น้อย) ไปเป็น more highly polymerized (ค่า pH สูง ปริมาณ H_2O มาก) ซึ่งสามารถสังเกตเห็นค่าของความหนืดได้อย่างชัดเจน และหาค่าความหนืดได้โดยการทดลอง การหดตัวเมื่อมีการเพิ่มของเวลาซึ่งสันนิษฐานได้ว่าเกิดจากปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ และการฟักตัวของโครงข่าย (net work) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของความหนืดนี้จะเกิดอย่างกระทันหัน (มากกว่า 200 เท่า) สำหรับ less high polymerized และสามารถทำนายสมบัติทั่วไปของเจลแบบโลหะอัลคอกไซด์ (metal alkoxide) ได้



รูปที่ 2.12 Sol-gel process

2.3.1.5 ข้อดีและข้อเสียของกระบวนการโซล-เจล เมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตแบบดั้งเดิม

ก. ข้อดีของกระบวนการโซล-เจลเมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตแบบดั้งเดิม

- มีความเป็นเนื้อเดียวกันที่ดี
- มีความบริสุทธิ์สูง
- การสังเคราะห์ทำได้ที่สภาวะอุณหภูมิต่ำ
- ได้เป็นวัสดุอสัณฐานที่มีองค์ประกอบใหม่
- ได้เป็นวัสดุผลึกที่มีองค์ประกอบใหม่จากวัสดุอสัณฐาน
- สามารถผลิตเป็นผลิตภัณฑ์มีสมบัติพิเศษที่ได้รับจากสมบัติเฉพาะตัวของเจล
- สามารถผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีรูปแบบพิเศษ

ข. ข้อเสียของกระบวนการโซล-เจล เมื่อเปรียบเทียบกับการผลิตแบบดั้งเดิม

- สารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตมีราคาสูง
- เกิดการหดตัวของชิ้นงานในระหว่างขั้นตอนการผลิต
- เกิดรูพรุนขนาดเล็กในชิ้นงาน
- ทิ้งส่วนของสารประกอบคาร์บอนไว้ในชิ้นงาน
- ใช้สารเคมีอินทรีย์ที่มีอันตรายต่อสุขภาพของผู้ปฏิบัติงาน
- ใช้ระยะเวลาในการผลิตที่ยาวนาน

2.3.1.6 ประโยชน์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจล

การนำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลไปใช้มีมากมาย ดังตัวอย่างแนวทางที่นำไปใช้งานต่อไปนี้

ก. การทำเป็นแผ่นบางและการเคลือบผิว

การทำเป็นแผ่นบางและการเคลือบผิวเป็นแนวทางการนำกระบวนการโซล-เจลไปใช้ งานจริงในเชิงพาณิชย์ได้มาก ทำได้โดยการจุ่มเคลือบหรือหมุนปั่นซึ่งใช้ปริมาณสารตั้งต้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้นและอาจเป็นกระบวนการที่ทำให้ได้ชิ้นงานที่ปราศจากการแตกหักที่เป็นข้อเสียของกระบวนการโซล-เจลอีกด้วย

ข. ชิ้นงานทรงตัน

ชิ้นงานทรงตันหมายถึงชิ้นงานที่ถูกขึ้นรูปและผ่านขั้นตอนจนได้เป็นชิ้นงานที่ไม่มีรอยแตกหัก ชิ้นงานทรงตันที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เพราะเป็นการผลิตเซรามิกส์ที่มีรูปทรงซับซ้อนและเป็นของแข็งได้ที่อุณหภูมิต่ำโดยไม่ผ่านขั้นตอนการหลอมเหลวซึ่งสามารถนำไปผลิตเป็นใยแก้วนำแสง เลนซ์ grade reflective index (GRIN) glass และ transparent foam

การขึ้นรูปเป็นใยแก้วนำแสงเป็นการขึ้นรูปจากเจลที่มีความหนืดที่ เหมาะสมให้เป็นเส้นทรงกระบอกขนาดเล็ก จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการทำแห้งและการเผาผนึก เมื่อเทียบกับใยแก้วนำแสงที่ได้จากการหลอมเหลว พบว่าใยแก้วนำแสงที่ขึ้นรูปจากโซล-เจลมีข้อดีคือสามารถหลีกเลี่ยงสิ่งปนเปื้อนที่มาจากภาชนะที่ใช้ในอุณหภูมิสูง (crusible) ได้ อีกแนวทางหนึ่งคือการนำชิ้นงานทรงตันไปใช้เป็นชิ้นงานที่มีความบริสุทธิ์สูงสำหรับงานด้านแสง (high purity optical component) ที่ผลิตได้ที่สภาวะอุณหภูมิต่ำ

ค. ผงและอนุภาคทรงกลม

ผงและอนุภาคทรงกลมสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา สารขัดถู หรือสารตั้งต้นในกระบวนการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกส์แบบใช้ความดัน และความร้อน ฯลฯ ข้อดีของผงและอนุภาคทรงกลมที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลเมื่อเทียบกับการผลิตแบบดั้งเดิมคือสามารถควบคุมขนาดและรูปทรงได้รวมถึงมีความเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลที่ดีและยังคงรักษาความว่องไวในการทำปฏิกิริยาไว้ได้ เพราะเป็นการสังเคราะห์ที่สภาวะอุณหภูมิต่ำ ในแง่ของขนาดและรูปทรงของผงและอนุภาคทรงกลมที่มีต่อชิ้นงานเซรามิกส์ Matijevic และ Gherdi (1988) ได้ทำการศึกษาและสรุปว่า ข้อดีของงานเซรามิกส์จากอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดใกล้เคียงกัน (monosize spherical particle) ทำให้โครงสร้างขนาดเล็กของชิ้นงานก่อนทำการเผา (green microstructure) มีการจัดเรียงตัวที่ดีและมีความเป็นระเบียบสูง ซึ่งเป็นผลดีต่อโครงสร้างจุลภาคที่จะส่งผลโดยตรงต่อสมบัติของชิ้นงานเซรามิกส์

ในงานที่เกี่ยวกับสารที่มีการแผ่รังสีหรือสารกัมมันตรังสีนั้น กระบวนการโซล-เจลสามารถช่วยลดความเสี่ยงในการสัมผัสกับสารกัมมันตรังสีโดยตรงของผู้ปฏิบัติงาน ตัวอย่างเช่น การหยดสารกัมมันตรังสีลงในเจลเพื่อให้เจลทำหน้าที่ช่วยห่อหุ้มเอาไว้และยังเป็นการลดอันตรายจากการฟุ้งกระจายของผงฝุ่นของสารกัมมันตรังสี (radioactive dust) เพราะทำในระบบเปียก

ง. เส้นใย

การทำเส้นใยจากกระบวนการโซล-เจลเป็นการดึงเป็นเส้นโดยตรงจากเจลที่มีความหนืดเหมาะสม เส้นใยทรงกระบอกมักนำไปใช้ในงานด้านใยแก้วนำแสง สำหรับเส้นใยที่เป็นเส้นรูปทรงอื่นสามารถนำไปใช้เป็นเส้นใยรับแรง เช่น fiber-reinforced polymer, ceramic matrix

composites, refractory textile และเยื่อกรองสำหรับใช้งานที่อุณหภูมิสูง (high temperature filtration) ปะเก็น (gaskets) สายเคเบิล (cable) ม่านกันไฟ (flame curtains) ฯลฯ

จ. วัสดุมีรูพรุนและเยื่อเลือกผ่าน

พื้นที่ผิวปริมาณมากและรูพรุนขนาดเล็ก เป็นสมบัติที่ไม่สามารถผลิตได้จากกระบวนการผลิตเซรามิกส์แบบดั้งเดิม ซึ่งสมบัตินี้มีประโยชน์มากในงานด้านการกรอง การแยกตัวเร่งปฏิกิริยา ฯลฯ

เมื่อเปรียบเทียบกับเยื่อเลือกผ่านที่เป็นวัสดุประเภท organic polymer พบว่าเยื่อเลือกผ่านชนิดเซรามิกส์ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลมีข้อได้เปรียบหลายประการ เช่น สามารถนำไปใช้ได้ที่สภาวะอุณหภูมิและความดันสูง สามารถนำไปใช้ได้ที่สภาวะความเป็นกรด-ด่างสูงไม่หดตัวหรือขยายตัวเมื่อใช้งานกับของเหลว มีความแข็งแรงสูงกว่า สามารถทนต่อการขีดข่วนได้ดี ฯลฯ

2.3.2 <u>วิธีอื่นๆ</u>

2.3.2.1 วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method) [8]

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวรองรับ (Support) โดยวิธีตกตะกอนหรือตกตะกอนร่วมเป็นเทคนิคที่สำคัญมาก อย่างไรก็ตามการตกตะกอนเป็นวิธีการเตรียมที่ใช้มากกว่าวิธีอื่นๆ เนื่องจาก ผลิตภัณฑ์สามารถแยกออกมาได้หลังจากการตกตะกอน และปริมาตรจำนวนมากของสารละลายที่มีเกลือเป็นส่วนประกอบสามารถเกิดได้ในกระบวนการตกตะกอน การตกตะกอนเป็นวิธีการประยุกต์ที่ใช้มากที่สุดในการเตรียมตัวเร่งโดยเฉพาะอย่างยิ่งสารพยุง ประโยชน์หลักของการตกตะกอนสำหรับการเตรียมวัตถุดิบนั้นเป็นไปได้ว่าจะทำให้เกิดวัตถุดิบที่บริสุทธิ์ และสามารถเปลี่ยนแปลงยืดหยุ่นในกระบวนการเกิดเพื่อให้ได้เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพ ตัวเร่งปฏิกิริยาอื่น โดยพื้นฐานจะเป็นตัวประกอบมากกว่า 1 ชนิด โดยสามารถเตรียมได้จากการตกตะกอนร่วม ตามความหมายของ IUPAC การตกตะกอนร่วมหมายถึง การตกตะกอนพร้อมๆ กันขององค์ประกอบที่สามารถละลายได้อย่างปกติเป็นอนุภาคขนาดใหญ่จากสารละลายโดยเกิดเป็นผลึก อาจจะด้วย การดูดซับ (Adsorption) หรือการดักจับด้วยกลไก (Mechanical entrapment) กล่าวโดยสรุป การตกตะกอนร่วม คือการตกตะกอนพร้อมๆ กันขององค์ประกอบมากกว่า 1 ชนิด การตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่เหมาะสมที่จะทำให้เกิดการกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกันขององค์ประกอบที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หรือการสร้างสารเริ่มต้นที่ต้องการปริมาณสารสัมพันธ์ที่แน่นอน ซึ่งง่ายต่อการเปลี่ยนไปเป็นตัวเร่งที่มีความว่องไว (Active catalyst) มีการกระจายตัวขององค์ประกอบที่เป็นตัวเร่งที่ดีซึ่งถ้าใช้วิธีอื่นจะทำได้ยาก

ในการตกตะกอนของสารละลายผสมระหว่างสารละลายของเกลือนิเกิล และสารละลายของเกลืออะลูมิเนียมนั้น จะเกิดเป็นลักษณะโครงสร้างเป็นชั้น (Layered structure) แต่ไม่ใช่เป็นลักษณะไฮดรอกไซด์แยกกันอยู่ ตะกอนที่ได้จะเป็นพวกไฮโดรทาลไซท์ (hydrotalcite) การละลายของไฮโดรทาลไซด์ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของ Ni/Al ไฮโดรทาลไซด์กลายเป็นอนุภาคที่เสถียร

เมื่อนิเกิลถูกรวมกับ Al(Ni+Al) อัตราส่วนความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 0.5-0.85 เมื่อใช้นิเกิลไนเทรตและอะลูมิเนียมไนเทรต ($Al(NO_3)_3$) ในการตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-เบสต่ำๆ จะส่งผลให้ปริมาณไนเทรตในไฮโดรทาลไซท์เพิ่มขึ้น แม้ว่าขนาดของผลึกนิเกิลของตะกอนที่เตรียมมาได้จะไม่ขึ้นอยู่กับความเป็นกรด-เบส อุณหภูมิของของเหลวระหว่างการตกตะกอนและช่วงระยะเวลาในการตกตะกอนก็มีความสำคัญน้อยมาก

ในขั้นตอนการเผาคัลซิเนชัน (Calcination) ของไฮโดรทาลไซท์นั้น ตะกอนจะเกิดการสลายตัวโดยการสลายตัวของตะกอนจะแปรผันกับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา คัลไซเนชันที่อุณหภูมิต่ำ (330°C) องค์ประกอบจะทำปฏิกิริยากันและจะเกิดเป็นออกไซด์ผสม 2 ชนิด คือ เฟส NiO ที่มีอะลูมินาออกไซด์อยู่น้อย และเฟส Al_2O_3 ที่มีนิเกิลไอออนแค่บางส่วน การมีโซเดียมอยู่จะช่วยส่งเสริมให้เกิดเฟสของอะลูมิเนตขึ้น ปริมาณของอนุภาค NiO อาจมีอยู่จำนวนมากโดยมีนิเกิลอะลูมิเนตปนอยู่และจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิและอัตราส่วนของ Ni/Al อนุภาคของ NiO หรืออาจจะเห็นอนุภาค NiO อยู่บนตัวรองรับนิเกิลอะลูมิเนต อัตราส่วนของ Ni/Al สูงจะช่วยให้กิดเป็นเฟส NiO มากขึ้น ที่อุณหภูมิสูงๆ (> 730°C) จะเกิดเป็นนิเกิลออกไซด์และนิเกิลอะลูมิเนต การมีไอออนของอะลูมินาออกไซด์อยู่หรือใกล้กันกับอนุภาค NiO อาจจะช่วยทำให้ NiO เสถียร มากขึ้นหรือไม่เกิดการผนึกตัวกัน (sintering) อย่างไรก็ตามการมีนิเกิลอะลูมิเนตอยู่จะช่วยทำให้การรีดักชัน (reduction) นิเกิลออกไซด์เป็นไปได้ยาก

2.3.2.2 วิธีการฝังแห้ง (Dry Impregnation Method) [9]

การฝังแห้ง (Dry Impregnation) คือการนำตัวรองรับ (Support) จุ่มลงในสารละลายที่มีเกลือของนิเกิลอยู่ผลที่ได้คือ เนื้อสารและตัวทำละลายจะถูกดูดซับอยู่ในรูพรุนของตัวรองรับ (Support) ถ้าสารละลายมีส่วนประกอบมากกว่า 2 ชนิด อัตราการดูดซับจะเปลี่ยนไป และถ้าปล่อยให้เกิดการสัมผัสนานเกินไปความเข้มข้นของสารละลายก็จะลดลงตามซึ่งทำให้เกิด การสิ้นเปลือง

วิธีการดำเนินการจะใช้วิธี dry impregnation หรือ wet impregnation ก็ได้แต่ทั้งสองอย่างจะมี จุดเริ่มที่เหมือนกันคือ ตัวรองรับ (Support) ที่จะใช้จุ่มในสารละลายจะถูกจุ่ม ลงในสารละลายให้เปียกเสียก่อนโดยเริ่มจากการนำตัวรองรับ (Support) มาจำนวนหนึ่งไม่ต้องทำการจัดเรียงให้เป็นระเบียบ แล้วฉีดพ่นด้วยสารละลายที่มีเกลือของนิเกิลที่มีความเข้มข้นพอเหมาะ ดังนั้นถ้าทราบปริมาตรของรูพรุนจะเป็นการดีในการนำไปคำนวณหาปริมาณของเนื้อสาร (นิเกิล) เพื่อลดการสิ้นเปลืองของเนื้อสาร (นิเกิล) ปริมาณของสารจะมากหรือน้อยนั้นยังขึ้นอยู่กับอีกปัจจัยหนึ่งคือ ความสามารถในการละลายของสารละลายในตัวทำละลาย (reagent) นั้นๆ และสุดท้าย ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกนำไปผ่านการเผาคัลไซเนชัน (Calcination) จนกระทั่งมีลักษณะเป็นผง ในบางครั้งจะทำการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีนี้โดยใช้ตัวรองรับจุ่มลงในสารละลายโลหะที่มีสารละลายที่ช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็ว

(reagent) ผสมอยู่ เพื่อช่วยให้เกิดการดูดซับสารละลายโลหะไว้ที่ผิวได้ดีขึ้นจากนั้นจะนำไปเผาจนเป็นผง

2.4 สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) [10, 11]

สารลดแรงตึงผิวสามารถแบ่งออกเป็นกลุ่มใหญ่ๆได้ 4 ประเภท คือ

1. สารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออน (Anionic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic ให้ประจุลบ ส่วนมากแสดงอยู่ในรูป carboxylate, sulfate, sulfonate หรือ phosphate สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้ใช้มากในอุตสาหกรรมประเภ ทผงซักฟอก, ผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด, น้ำยาล้างชาม เป็นต้น โดยใช้มากถึง 49% ของสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด เนื่องจากสามารถใช้ขจัดคราบสกปรกได้ดี

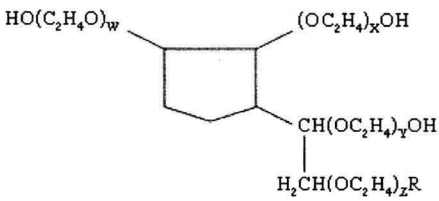
2. สารลดแรงตึงผิวประเภทแค ทไอออน (Cationic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic ให้ประจุบวก ส่วนมากมักจะเป็นพวก quaternary ammonium สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้จะไม่สามารถทำงานได้ในสภาวะแวดล้อมที่เป็นด่างสูง (pH10-11) เนื่องจาก ammonium salt จะมีการสูญเสียประจุบวกทำให้เกิดการตกตะกอนได้ สารลดแรงตึงผิวประเภท cationic จะทำให้เกิดการระคายเคืองมากกว่าสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนนิยมใช้ในพวกน้ำยาปรับผ้านุ่ม ครีมนวดผม และผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับการจัดแต่งทรงผม

3. สารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออน (Nonionic surfactants) สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้จะต่างจากสารลดแรงตึงผิวประเภท anionic และ cationic ตรงที่เป็นโมเลกุลที่ไม่มีประจุ โดยมีพวก polyether หรือ polyhydroxyl เป็นกลุ่มที่แสดงคุณสมบัติคล้ายพวกที่มีประจุใช้มากในผงซักฟอก น้ำยาล้างถ้วยชาม ผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดพื้นผิว

4. สารลดแรงตึงผิวประเภทประจุบวกและประจุลบ (Amphoteric surfactant หรือ Zwitterions) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic สามารถให้ได้ทั้งประจุบวกและประจุลบ โดยจะแสดงคุณสมบัติประเภทใดขึ้นอยู่กับสภาพความเป็นกรด-ด่างของสภาวะแวดล้อม ถ้าสภาวะแวดล้อมเป็นด่าง (pH>7) ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic จะให้ประจุลบ ถ้าสภาวะแวดล้อมเป็นกรด (pH<7) ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic จะให้ประจุบวก และในสภาวะที่เป็นกลางจะไม่เกิดการให้ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้นิยมใช้ในผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับผิวหรือผม ในปัจจุบันยังใช้น้อยกว่าสารลดแรงตึงผิวประเภทอื่น

สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในงานวิจัยนี้มี 3 ชนิด คือ

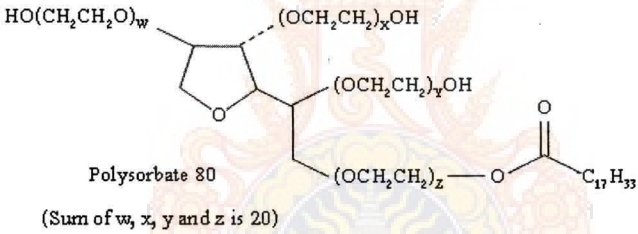
- พอลีออกซีเอทธีลีน (20) ซอร์บิแทนโมโน ลอเรท [polyoxyethylene (20) sorbitan monolaurate] มีชื่อทางการค้าว่าทวีน 20 (Tween 20) เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออน



[w + x + y + z = 20 : R is ($C_{11}H_{21}COO$]

รูปที่ 2.13 สูตรโครงสร้างพอลีออกซีเอทธีลีน (20) ซอร์บิแทนโมโนลอเรท

- พอลีออกซีเอทธีลีน (20) ซอร์บิแทนโมโนโอลีเอท [polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate] มีชื่อทางการค้าว่าทวีน 80 (Tween 80) เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออน



รูปที่ 2.14 สูตรโครงสร้างพอลีออกซีเอทธีลีน (20) ซอร์บิแทนโมโนโอลีเอท

จากการที่ผู้วิจัยได้ทำการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้ พบว่ามีผู้วิจัยหลายท่านได้ทำการทดลองไว้ก่อนหน้านี้ ได้แก่

Ryoji Takahashi และคณะ [12] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ทินไดออกไซด์ (SnO_2) รูพรุนขนาดเมโซ โดยการเติมกรดสเตียริกเพื่อควบคุมขนาดรูพรุน

G.S.Luo และคณะ [13] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการใช้กรดอะซิติกเพื่อควบคุมโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) รูพรุนขนาดเมโซ ผลการทดลองได้พื้นที่ผิวอยู่ในช่วงระหว่าง 41 ถึง 294 m^2/g และขนาดรูพรุนเฉลี่ยอยู่ในช่วงระหว่าง 5.4 ถึง 9.4 nm

บทที่ 3

วิธีการทำงานวิจัย

ในการศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจลครั้งนี้มีอุปกรณ์สารเคมีที่ใช้ และวิธีการทดลองดังนี้

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 สารเคมี

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH)
2. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH)
3. นิเกิลคลอไรด์ (Nickel chloride, $NiCl_2$)
4. นิเกิลซัลเฟต (Nickel sulphet, $NiSO_4$)
5. นิเกิลไนเทรต (Nickel nitrate, $Ni(NO_3)_2$)
6. น้ำกลั่น
7. ก๊าซอีเทน (C_2H_4)
8. ก๊าซออกซิเจน (O_2)
9. ก๊าซไนโตรเจน (N_2)
10. ก๊าซเอทิลีน (C_2H_4)
9. อากาศ (Air)
10. Tween 20 (Polyoxyethylene(20)sorbitan monolaurate)
11. Tween 80 (Polyoxyethylene(20)sorbitan monoleate)

3.1.2 เครื่องแก้วและอุปกรณ์ในการเตรียมตัวอย่าง

1. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 400 mL
2. หลอดหยด (Dropper)
3. ปิเปต (Pipette) ขนาด 5 mL
4. จานเพาะเชื้อ (Petri dishes)
5. เครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter)
6. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (Balance)

7. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer)

8. ตู้อบ (Oven)

9. เตาเผา (Furnace)

10. Gas chromatography

3.1.3 เครื่องมือในการวิเคราะห์โครงสร้างโดยวิธี X-ray Diffraction (XRD)

โดยใช้เครื่อง X-ray Diffraction spectrometer ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW 1830

3.1.4 เครื่องมือในการวิเคราะห์ลักษณะผิวของสารที่เตรียมได้

โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM 5600 LV

3.1.5 เครื่องมือในการวิเคราะห์ Surface Area และ Porosity Meter Analyzer

โดยใช้เครื่อง Surface Area และ Porosity Analyzer ยี่ห้อ Quantachrom (USA) รุ่น Autosorb-1

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

สำหรับขั้นตอนการทดลองในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนด้วยกัน ได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ การสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน และการศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

3.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์

1. เตรียมสารประกอบนิเกิลความเข้มข้น 0.3, 0.5 และ 0.7 M

2. เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 M

3. ค่อยๆเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ลงในสารประกอบนิเกิลที่ความเข้มข้นต่างๆ พร้อมกวนตลอดเวลา จนสารละลายที่มีค่า pH ประมาณ 9

4. กรองตะกอนนิเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้จากข้อ 3 ออก

5. ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง จนกระทั่งน้ำล้างส่วนที่ผ่านกระดาษกรองมีค่า pH ประมาณ 7

6. นำตะกอนที่ได้จากข้อ 5 มาทำการเปปไทด์ด้วยกรดอะซิติก จนกระทั่งได้สารละลายที่มีค่า pH ประมาณ 4.5

7. ทำการกรองสารละลายที่ได้อีกครั้งเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก

8. นำสารละลายจากข้อ 7 ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง

9. นำเจลนิเกิลไฮดรอกไซด์ที่ได้จากข้อ 8 ไปคัลไซน์ที่อุณหภูมิ 350, 550 และ 750°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

10.ทำการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วย XRD SEM และ BET

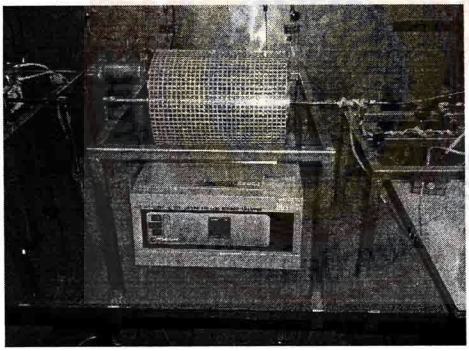
3.2.2 การสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

1. ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะเช่นเดียวกับข้อ 3.2.1 โดยนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มาเคลือบทับบนเยื่อแผ่นเซรามิกแบบท่อเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1 cm ความหนา 3 mm โดยการสปินนิง ที่ความเร็วรอบ 20 รอบต่อนาที โดยแบ่งระยะเวลาที่ใช้ในการเคลือบเป็น 1 2 และ 3 นาทีตามลำดับ

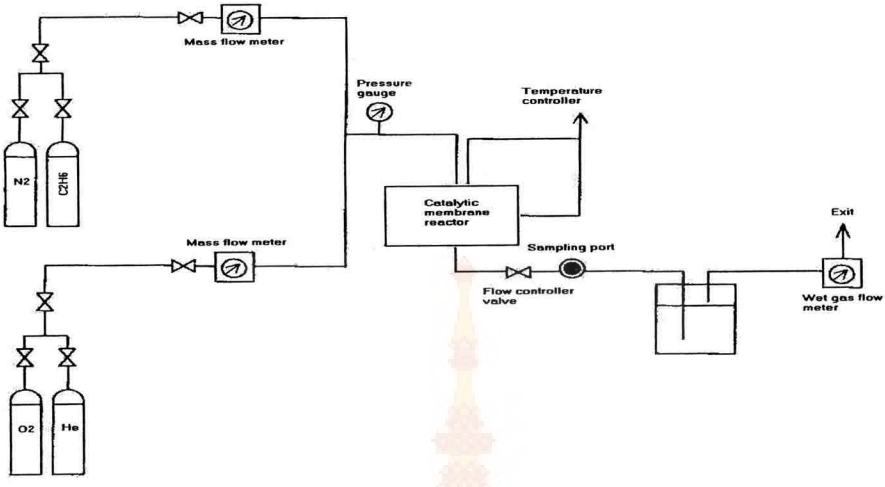
2. นำเยื่อแผ่นที่เคลือบทับด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไปคัลไซน์ที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3. นำมาใส่ในปฏิกรณ์ที่ประกอบอยู่ในชุดทดลองดังรูปที่ 3.1 และ3.2 โดยผ่านสารป้อนที่อัตราการไหลเข้า 50 mL/min ความดัน 10 atm พร้อมให้ความร้อนกับปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 300 °C

4. เก็บสารตัวอย่างที่ออกจากท่อปฏิกรณ์โดยใช้เข็ม แล้วฉีดเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี อ่านค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี นำไปเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อคำนวณหาปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นระหว่างทำปฏิกิริยา (แสดงในภาคผนวก ค)



รูปที่ 3.1 ส่วนหนึ่งของชุดอุปกรณ์สำหรับทดสอบปฏิกิริยาดึงไฮโดรเจน



รูปที่ 3.2 แผนผังการติดตั้งชุดอุปกรณ์สำหรับทดสอบปฏิกิริยา

3.2.3 การศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

1. เตรียมสารละลายนิเกิลไนเตรตความเข้มข้น 0.7 M ปริมาตร 20 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 mL

2. ค่อยๆเติมสารลดแรงตึงผิว (Tween 20/ Tween 80) ปริมาณ 3 mL ลงในข้อ 1 พร้อมทั้งกวนอย่างต่อเนื่อง

3. ค่อยๆเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายในข้อ 2 จนกระทั่งค่า pH ประมาณ 9

4. แยกตะกอนที่ได้จากข้อ 3 ออก พร้อมกับล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้งจนน้ำล้างตะกอนมีค่า pH ที่เป็นกลาง

5. นำตะกอนที่ได้จากข้อ 4 มาทำการเปปไทด์ด้วยกรดอะซิติคความเข้มข้น 2 M จนกระทั่งสารละลายมีค่า pH ประมาณ 4.5

6. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 5 มากรองอีกครั้งเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก

7. นำสารละลายที่ผ่านการกรองมาอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง

8. นำเจลที่ได้รับจากข้อ 7 ไปคัลไซน์ที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

9. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติทางกายภาพด้วยเทคนิค BET

บทที่4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในการศึกษาโครงงานนี้ได้แบ่งการศึกษาออกเป็น 3 ส่วนคือ ส่วนแรกเป็นการสังเคราะห์นิเกิลออกไซด์ด้วยวิธีโซล–เจล ส่วนที่สองเป็นการสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน และส่วนที่สามเป็นการศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

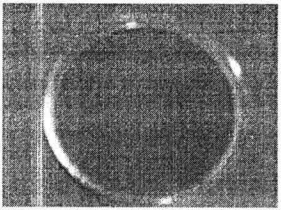
4.1 การสังเคราะห์นิเกิลออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล

การเตรียมโซลเริ่มจากการนำสารประกอบนิเกิลมาทำปฏิกิริยากับเบสได้เป็นนิเกิลออกไซด์ดังเช่นปฏิกิริยาข้างล่างนี้

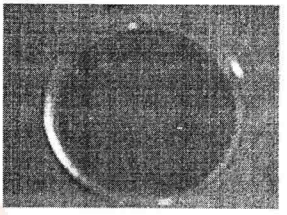
$$Ni(NO_3)_2\ (aq) + 2NaOH\ (aq) \longrightarrow Ni(OH)_2\ (s) + 2Na(NO_3) \qquad (4.1)$$

$$Ni(OH)_2\ (s) + \frac{1}{2}O_2\ (g) \longrightarrow NiO\ (s) + H_2O\ (g) \qquad (4.2)$$

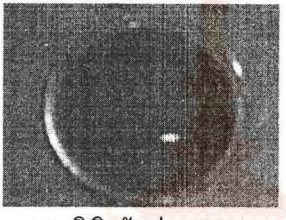
ลักษณะของโซลที่เกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าได้โซลที่มีสีเขียวหลังจากการอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ตัวทำละลายในโซลจะระเหยออกไปมีผลทำให้เกิดเป็นเจลนิเกิลไฮดรอกไซด์ดังแสดงในรูปที่ 4.2 หลังจากนั้นนำไปคัลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 350 550 และ 750°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นนิเกิลออกไซด์



(ก) นิเกิลไนเทรต 0.7 M

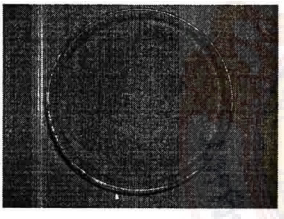


(ข) นิเกิลคลอไรด์ 0.7 M

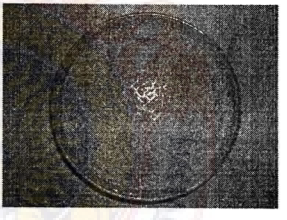


(ค) นิเกิลซัลเฟต 0.7 M

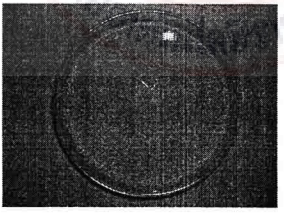
รูปที่ 4.1 ลักษณะของโซลจากการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M



(ก) นิเกิลไนเทรต 0.7 M



(ข) นิเกิลคลอไรด์ 0.7 M



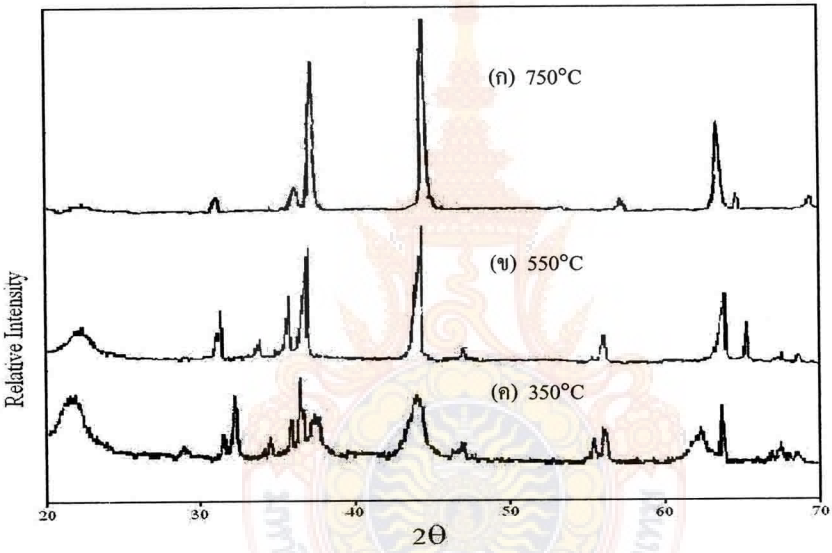
(ค) นิเกิลซัลเฟต 0.7 M

รูปที่ 4.2 ลักษณะของเจลจากการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

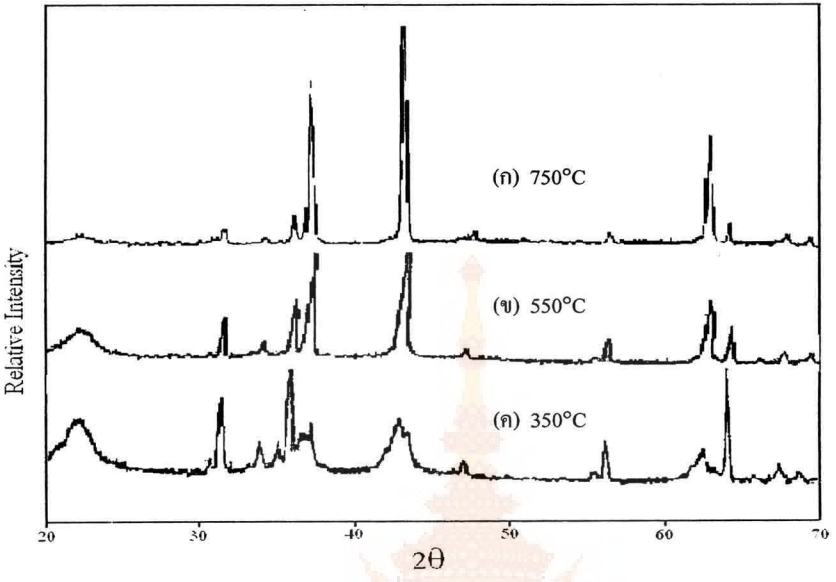
4.1.1 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของนิเกิลออกไซด์

4.1.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล โดยเครื่อง X-ray diffraction spectroscopy (XRD)

เอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชันเป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อหาโครงสร้างและปริมาณของผลึก โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์แสดงดังรูป 4.3-4.10

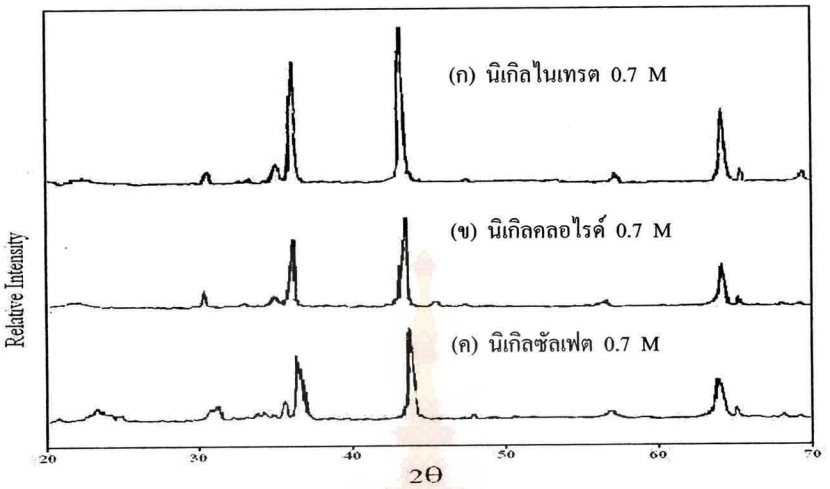


รูปที่ 4.3 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจาก นิเกิลไนเทรตเติม 0.7 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M โดยใช้อุณหภูมิคัลไซน์ต่างกัน

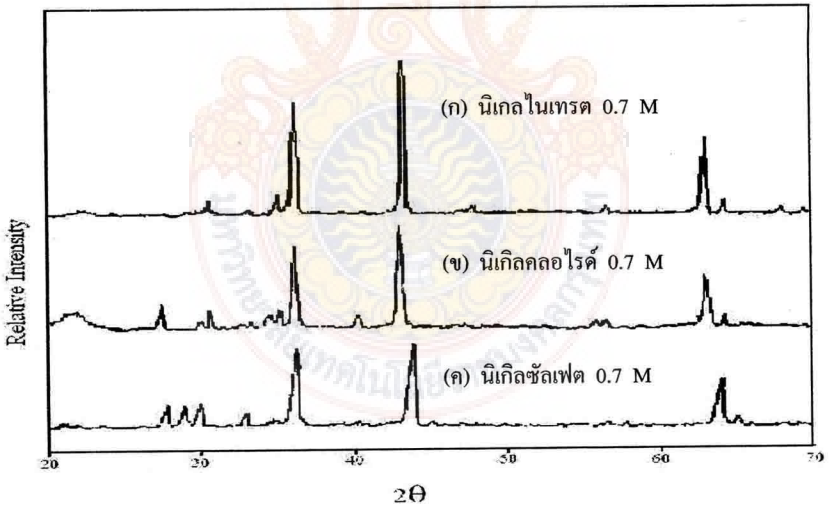


รูปที่ 4.4 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจาก นิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M โดยใช้อุณหภูมิคัลไซน์ต่างกัน

รูปที่ 4.3 และ 4.4 แสดงรูปแบบเอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD pattern) ของนิเกิลออกไซด์ จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิพบว่าเมื่อคัลไซน์ที่ 750°C พีคจะ มีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูงกว่าการคัลไซน์ที่ 550 และ 350°C เนื่องจากอุณหภูมิในการคัลไซน์มีผลต่อปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือการคัลไซน์ที่อุณหภูมิสูงสามารถไล่สิ่งแปลกปลอมที่อยู่ในโครงสร้างนิเกิลออกไซด์ได้ดีกว่าจึงทำให้ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่พบมีความบริสุทธิ์สูง

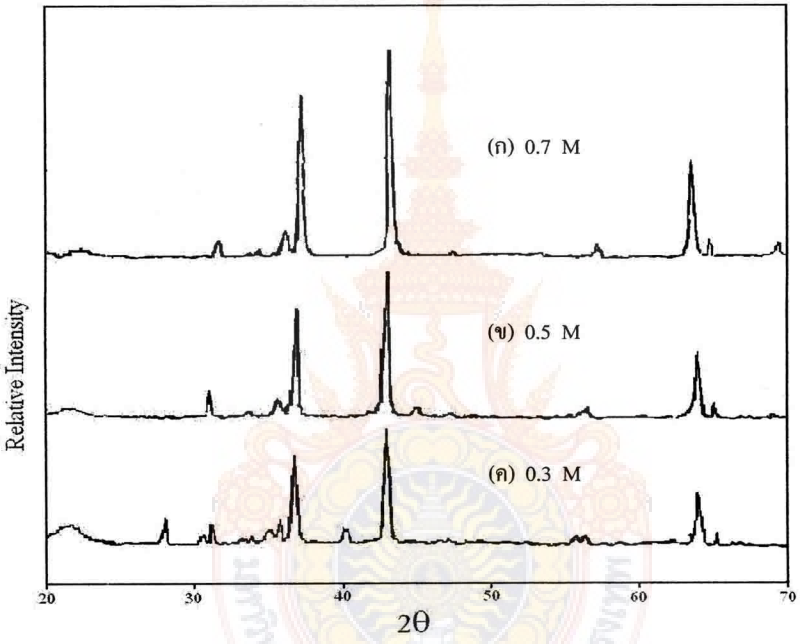


รูปที่ 4.5 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากสารตั้งต้นต่างชนิดกันเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C



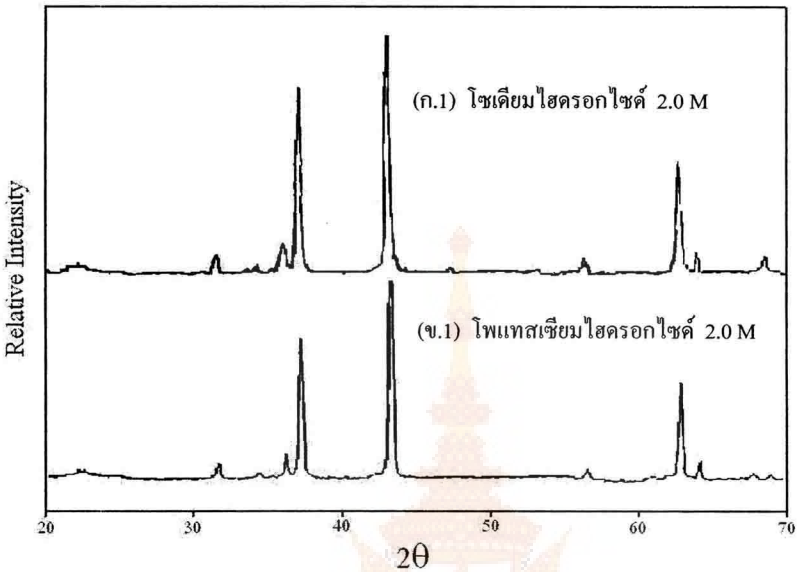
รูปที่ 4.6 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากสารตั้งต้นต่างชนิดกันเติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C

รูปที่ 4.5 และ 4.6 แสดงรูปแบบเอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD pattern) ของนิเกิลออกไซด์ จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลชนิดของสารประกอบนิเกิลพบว่าการเตรียมด้วยนิเกิลไนเทรตพีคจะมีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูงกว่าการเตรียมด้วยนิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟตเนื่องจากนิเกิลไนเทรตจะเกิดการสลายตัวได้ดีกว่านิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟต

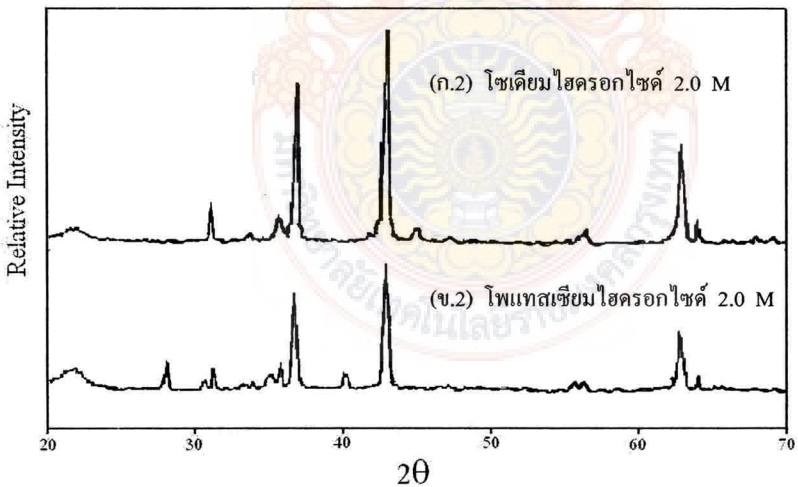


รูปที่ 4.7 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรตที่มีความเข้มข้นต่างกันเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C

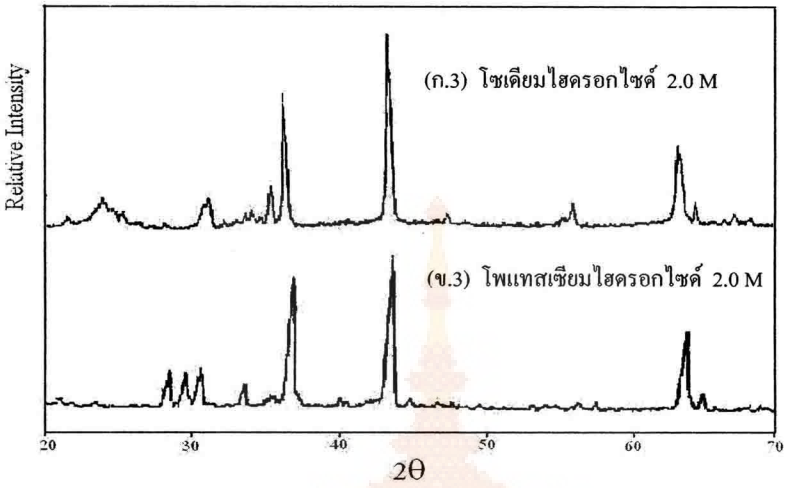
รูปที่ 4.7 แสดงรูปแบบเอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD pattern) ของนิเกิลออกไซด์จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นพบว่าการเตรียมที่ 0.7 M พีคจะมีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูงกว่าการเตรียมที่ 0.5 และ 0.3 M เนื่องจากปริมาณของ ของแข็งในคอลลอยด์มีผลต่อปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือเมื่อเพิ่มปริมาณของนิเกิล-ไฮดรอกไซด์ในคอลลอยด์พบว่าปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่พบมีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.8 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมเบสต่างกัน และคัลไซน์ที่ 750°C



รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากนิเกิลคลอไรด์ 0.7 M เติมเบสต่างกัน และคัลไซน์ที่ 750°C

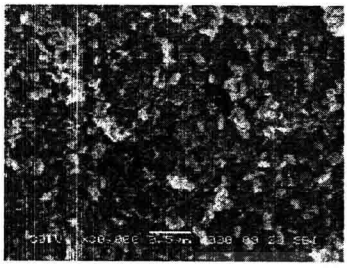


รูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ที่เตรียมจากนิเกิลซัลเฟต 0.7 M เติมเบสต่างกัน และคัลไซน์ที่ 750°C

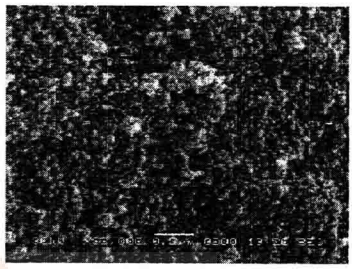
รูปที่ 4.8 4.9 และ 4.10 แสดงรูปแบบเอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD pattern) ของนิเกิลออกไซด์ จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลชนิดของเบสพบว่าเมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่า pH จนมีค่าเท่ากับ 9.0 พีคจะมีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูงกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

4.1.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้กล้องอิเลคตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope ;SEM)

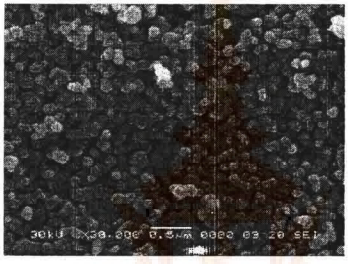
นิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย Scanning electron microscope (SEM) เพื่อดูลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของนิเกิลออกไซด์ โดยผลที่ได้แสดงดังรูป 4.11 ถึง 4.18



(ก) 350°C

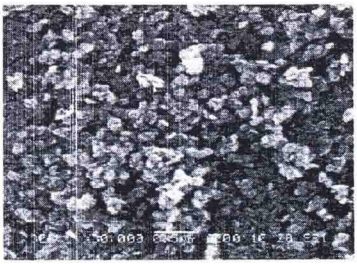


(ข) 550°C



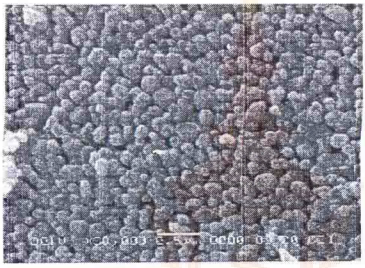
(ค) 750°C

รูปที่ 4.11 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M โดยใช้อุณหภูมิคัลไซน์ต่างกัน



(ก) 350°C

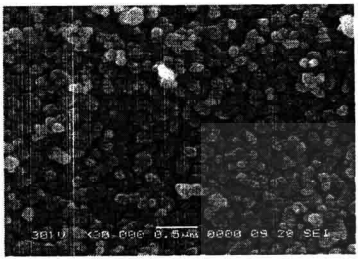
(ข) 550°C



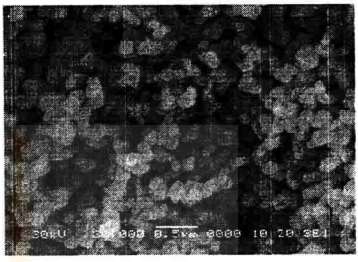
(ค) 750°C

รูปที่ 4.12 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M โดยใช้อุณหภูมิคัลไซน์ต่างกัน

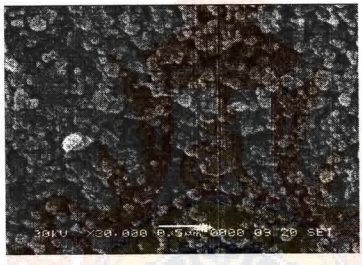
รูปที่ 4.11 และ 4.12 จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิพบว่าเมื่อคัลไซน์ที่ 750°C ผลึกมีความเป็นทรงกลมและมีขนาดใหญ่กว่าการคัลไซน์ที่ 550 และ 350°C เนื่องจากอุณหภูมิในการคัลไซน์มีผลต่อปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือ การคัลไซน์ที่อุณหภูมิสูงทำให้พลังงานอิสระบริเวณพื้นผิวลดลงจึงเกิดการชนกันที่ขอบเขตเกรนมากขึ้นจน หลอมตัวรวมเป็นเนื้อเดียวกัน



(ก) นิเกิลไนเทรต 0.7 M

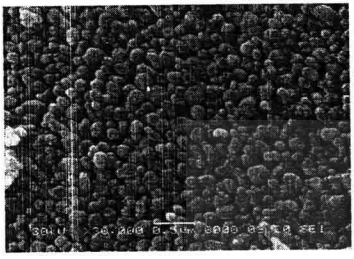


(ข) นิเกิลคลอไรด์ 0.7 M

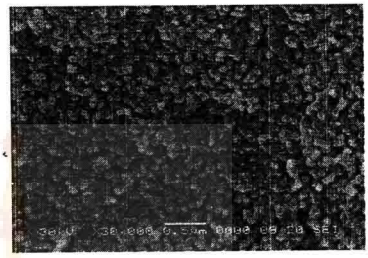


(ค) นิเกิลซัลเฟต 0.7 M

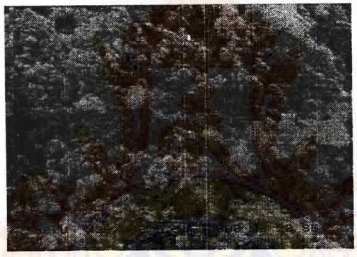
รูปที่ 4.13 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากสารตั้งต้นต่างกันเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C



(ก) นิเกิลไนเทรต 0.7 M



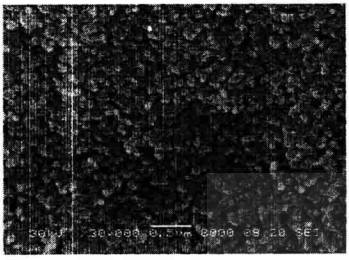
(ข) นิเกิลคลอไรด์ 0.7 M



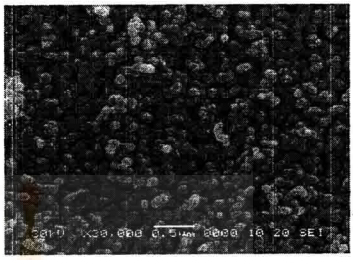
(ค) นิเกิลซัลเฟต 0.7 M

รูปที่ 4.14 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากสารตั้งต้นต่างกันเติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C

รูปที่ 4.13 และ 4.14 จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลชนิดของสารประกอบ นิเกิลพบว่าการเตรียมด้วยนิเกิลไนเทรตจะได้ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่มีความเป็นทรงกลมและมีการจัดเรียงตัวที่สม่ำเสมอมากกว่าการเตรียมด้วยนิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟต เนื่องจากนิเกิลไนเทรตมีการสลายตัวได้ดีกว่ากว่านิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟต



(ก) 03 M

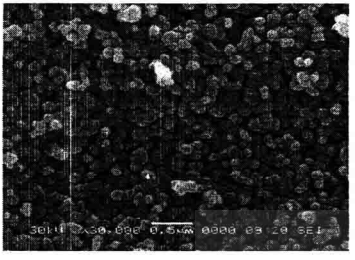


(ข) 0.5 M

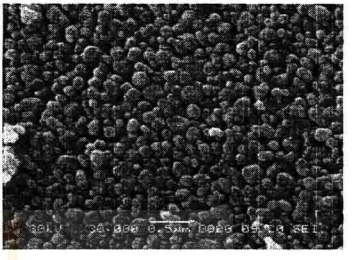
(ค) 0.7 M

รูปที่ 4.15 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรตที่ความเข้มข้นต่างกันเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และคัลไซน์ที่ 750°C

รูปที่ 4.15 จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นพบว่าการเตรียมที่ 0.7 M จะได้ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่มีความเป็นทรงกลมและมีขนาดใหญ่กว่าการเตรียมที่ 0.5 และ 0.3 M เนื่องจากปริมาณของของแข็งในคอลลอยด์มีผลต่อปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือเมื่อเพิ่มปริมาณของนิเกิลไฮดรอกไซด์ในคอลลอยด์พบว่าปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่พบมีค่าเพิ่มขึ้น

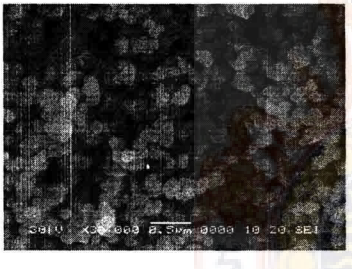


(ก.1) โซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

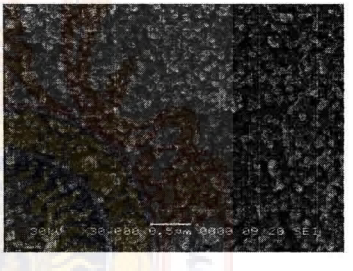


(ข.1) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

รูปที่ 4.16 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมเบสต่างกันและคัลไซน์ที่ 750°C

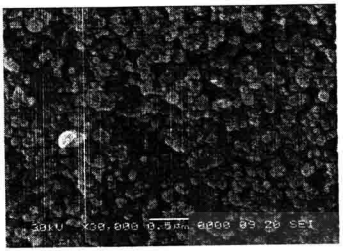


(ก.2) โซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

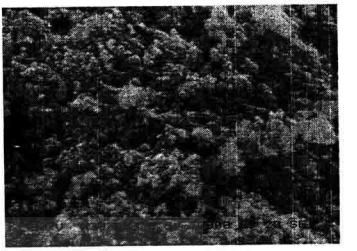


(ข.2) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

รูปที่ 4.17 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลคลอไรด์ 0.7 M เติมเบสต่างกันและคัลไซน์ที่ 750°C



(ก.3) โซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M



(ข.3) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M

รูปที่ 4.18 โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์ที่เตรียมจากนิเกิลซัลเฟต 0.7 M เติมเบสต่างกันและคัลไซน์ที่ 750°C

รูปที่ 4.16 4.17 และ 4.18 จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลชนิดของเบสพบว่าเมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่า pH จนมีค่าเท่ากับ 9.0 ผลึกที่ได้จะมีการกระจายตัวดีกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

4.1.1.3 การวิเคราะห์หาขนาดรูพรุนเฉลี่ยและพื้นที่ผิวของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย BET (Branuer-Emmett-Teller)

นิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย BET เพื่อหาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average Pore Diameter) ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของการวิเคราะห์ขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิว

ชนิดของสาร	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (nm)	พื้นที่ผิว (m^2/g)
0.7M $Ni(NO_3)_2$ / 2M NaOH/550°C	173.4	2.18
0.7M $Ni(NO_3)_2$ / 2M NaOH/Acetic/550°C	3.397	14.15

จากตารางที่ 4.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกในการสังเคราะห์ให้ขนาดรูพรุนที่เล็กกว่าพร้อมทั้งมีพื้นที่ผิวที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับสภาวะที่ไม่ได้ใช้กรดอะซิติกในการสังเคราะห์ ที่เป็นเช่นนี้เนื่องมาจากว่าการเติมกรดอะซิติกลงไปจะช่วยทำให้อนุภาคเกิดการเปปไทด์กันมากขึ้นเป็นผลทำให้ขนาดรูพรุนมีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัด

4.2 การสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

จากการทดสอบสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟินในชุดทดสอบที่ได้สร้างขึ้นเป็นดังแผนผังในรูปที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.2 ในการทดลองใช้เยื่อแผ่นเซรามิกที่มีการเคลือบทับด้วยนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะ $Ni(NO_3)_2$ / NaOH/Acetic/550°C ด้วยเทคนิคสปินนิงที่ความเร็วรอบ 20 รอบต่อนาที เป็นระยะเวลา 2 นาที ในการสังเคราะห์เอทิลีนจากสารป้อนอีเทนในปฏิกิริยาการดึงไฮโดรเจน (Dehydrogenation) พบว่าการให้ความร้อนกับปฏิกรณ์ที่อุณภูมิ 400°C ให้ร้อยละของเอทิลีนมากที่สุด เป็นผลมาจากการที่เพิ่มอุณหภูมิทำให้พลังงานจลน์ของก๊าซที่เป็นสารป้อน(อีเทน)มีมากขึ้น การผ่านผิวสัมผัสของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นเอทิลีนจึงถูกผลิตมากขึ้น

ตารางที่ 4.2 ค่าร้อยละผลได้ของสารผลิตภัณฑ์ (เอทิลีน) จากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 10 wt%Ni/Al_2O_3

ค่าที่ได้จากการเร่งปฏิกิริยา (%)	อุณหภูมิ (°C)		
	300	350	400
ค่าแปลงผันของก๊าซอีเทน	24.3	27.6	33.5
ค่าร้อยละผลได้ของสารผลิตภัณฑ์			
- เอทิลีน (C_2H_4)	12.6	15.5	19.0
- อะเซทิลีน (C_2H_2)	-	1.1	3.9

4.3 การศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

นิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารลดแรงตึงผิวเข้าร่วมในการสังเคราะห์ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET เพื่อหาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนเฉลี่ย ซึ่งผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.3 ในการทดลองส่วนนี้ได้ใช้สภาวะ $Ni(NO_3)_2$/NaOH/Acetic/Surfactant (Tween20 หรือ Tween80)/550°C เพื่อศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ปริมาณของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์ปริมาณเท่ากัน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่ใช้ Tween20 เข้าร่วมในการสังเคราะห์มีพื้นที่ผิวน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้Tween80 เข้าร่วมในการสังเคราะห์เนื่องจากโครงสร้างของTween20 มีความซับซ้อนและกิ่งก้านน้อยกว่าTween80 ทำให้มีพื้นที่

ให้โมเลกุลของนิเกิลยึดเกาะน้อยกว่าTween 80 (โครงสร้างโมเลกุลของ Tween20 และ Tween80 แสดงไว้ในบทที่ 2)

ตารางที่ 4.3 ชนิดของสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อขนาดรูพรุนเฉลี่ยและพื้นที่ผิวของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

ตัวอย่าง	ชนิดของสารลดแรงตึงผิว	ปริมาตรของสารลดแรงตึงผิว (mL)	pH	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (nm)	พื้นที่ผิว (m^2/g)
1	-	0	4.5	3.40	16.10
2	Tween 20	3	4.5	2.17	43.72
3	Tween 80	3	4.5	2.73	78.56

สำหรับตัวอย่างที่ 1 ไม่มีการใช้สารลดแรงตึงผิวเข้าร่วมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์พบว่าพื้นที่ผิวที่วิเคราะห์ได้มีค่าต่ำมากเพราะปราศจากแม่แบบที่ช่วยในการยึดเกาะกับโมเลกุลของนิเกิลนั่นเอง

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากงานวิจัยเรื่องการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินาสำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วน คือ การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล การสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน และการศึกษาผลของสารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งสามารถสรุปผลของงานวิจัยตามส่วนของการทดลองได้ดังนี้

5.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีโซล-เจล

5.1.1 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีโซล-เจล

จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิพบว่าเมื่อแคลไซน์ที่ 750°C พีคจะมีความเข้มและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูง ลักษณะผลึกที่ได้เป็นทรงกลมที่มีขนาดใหญ่กว่าการแคลไซน์ที่ 550 และ 350°C เนื่องจากอุณหภูมิในกา รคัลไซน์มีผลต่อปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือ การคัลไซน์ที่อุณหภูมิสูงทำให้พลังงานอิสระบริเวณพื้นผิวลดลงจึงเกิดการชนกันที่ขอบเขตเกรนมากขึ้นจนหลอมตัวรวมเป็นเนื้อเดียวกันและสามารถไล่สิ่งแปลกปลอมที่อยู่ในโครงสร้างนิเกิลออกไซด์ได้ดีกว่าจึงทำให้ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่พบมีความบริสุทธิ์สูง

5.1.2 ชนิดของสารประกอบนิเกิลที่มีต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

จากการทดลองในการศึกษาอิทธิพลชนิดของสารประกอบนิเกิลพบว่า การเตรียมด้วยนิเกิลไนเทรตพีคจะมีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูง และลักษณะผลึกเป็นทรงกลมที่มีการจัดเรียงตัวสม่ำเสมอมากกว่าการเตรียมด้วยนิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟต เนื่องจากนิเกิลไนเทรตจะเกิดการสลายตัวได้ดีกว่านิเกิลคลอไรด์และนิเกิลซัลเฟต

5.1.3 ผลของความเข้มข้นต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

การเตรียมที่ 0.7 M จะได้ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่มีความเป็นทรงกลมและมีขนาดใหญ่กว่าการเตรียมที่ 0.5 และ 0.3 M เนื่องจากปริมาณของของแข็งในคอลลอยด์มีผลต่อปริมาณ

ผลึกนิเกิลออกไซด์ที่เกิดขึ้นคือ เมื่อเพิ่มปริมาณของนิเกิลไฮดรอกไซด์ในคอลลอยด์พบว่าปริมาณผลึกนิเกิลออกไซด์ที่พบมีค่าเพิ่มขึ้น

5.1.4 การศึกษาชนิดของเบสต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการปรับค่า pH จนมีค่าเท่ากับ 9.0 พีคที่ได้จะมีความเข้มข้นและค่าความเป็นผลึกของนิเกิลออกไซด์สูงและผลึกที่ได้จะมีการกระจายตัวดีกว่าการใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

5.1.5 การศึกษาผลของการใช้กรดอะซิติกในการเปปไทด์

การใช้กรดอะซิติกช่วยในการเปปไทด์อนุภาคนิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล พบว่า การใช้กรกอะซิติกช่วยทำให้ขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเทียบกับตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้โดยปราศจากการใช้กรดอะซิติกในการเปปไทด์ เนื่องจากกรดอ่อนจะมีส่วนในการก่อให้เกิดการเชื่อมโยงภายในโมเลกุลของนิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั่นเอง นอกจากนั้นการเปปไทด์ของกรดอ่อนทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าเพิ่มสูงขึ้นด้วย

5.2 การสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

จากการทดสอบสังเคราะห์เอทิลีนโดยใช้สารป้อนหลักเป็นอีเทน พบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ส่งผลต่อการเกิดร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ สังเกตได้จากการเลือกใช้อุณหภูมิ 3 ค่าในการสังเคราะห์เอทิลีนคือ 300, 350 และ 400°C ที่อุณหภูมิ 400°C ค่าการแปลงผันของแก๊สอีเทนเป็นเอทิลีนมีเปอร์เซ็นต์สูงที่สุด ทำให้ได้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์สูงเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากว่าการใช้อุณหภูมิที่สูงทำให้แก๊สอีเทนซึ่งเป็นสารป้อนมีพลังงานจลน์ที่สูงพอ ทำให้ความถี่ในการเข้าชนกับตัวเร่งปฏิกิริยามีมากขึ้นจึงได้ผลิตภัณฑ์มากขึ้น

5.3 การศึกษาผลของการใช้สารลดแรงตึงผิวต่อสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

การเติมสารลดแรงตึงผิวส่งผลต่อพื้นที่ผิวของนิเกิลออกไซด์อย่างเห็นได้ชัด ในการทดลองใช้ Tween80 ซึ่งมีโครงสร้างของโมเลกุลที่สลับซับซ้อนมากกว่า Tween20 เข้าร่วมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ พบว่ามีผลทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเพิ่มสูงขึ้น ทำให้สรุปได้ว่าการเติมแม่แบบเข้าไปช่วยระหว่างการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาจะสามารถช่วยเพิ่มพื้นที่

ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยถ้าแม่แบบที่ใช้มีโครงสร้างที่สลับซับซ้อนก็มีความน่าจะเป็นที่ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์มีพื้นที่ผิวสูงขึ้นด้วย

5.4 ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการศึกษาเปรียบเทียบในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ตัวอื่นๆ ต่อไป
2. ควรศึกษาเปรียบเทียบการใช้กรดแก่และกรดอ่อนในการเปปไทด์
3. ศึกษาเพิ่มเติมโดยการใช้เบสชนิดอื่น
4. ควรทดสอบกับปฏิกิริยาอื่นที่ใช้โลหะออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารอ้างอิง

1. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2542, **เคมีทั่วไป เล่ม 2**, พิมพ์ครั้งที่ 7, สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลางกรณ์มหาวิทยาลัย, หน้า 168-206.
2. แม้น อมรสิทธิ์, อมร เพชรสม, 2539, **หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ**, ชวนพิมพ์, หน้า 424.
3. นายวิทยานิพนธ์ จิตตะนาคี, 2545, **การสังเคราะห์เยื่อแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันของอัลเคน**, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, หน้า 30-40.
4. คณะอนุกรรมการปรับปรุงหลักสูตรวิทยาศาสตร์สาขาเคมีตามโครงการปรับปรุงหลักสูตรวิทยาศาสตร์ระดับมหาวิทยาลัยของทบวงมหาวิทยาลัย, 2531, **เคมีเล่ม1**, พิมพ์ครั้งที่ 4, สำนักพิมพ์อักษรเจริญทัศน์, หน้า 214-215.
5. นายสุรางค์ อนุกูล, 2542, **ปฏิบัติการเคมีคุณภาพวิเคราะห์**, พิมพ์ครั้งที่ 4, สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลางกรณ์มหาวิทยาลัย, หน้า 58-59.
6. ณัฐพล ทรงประเสริฐ, 2536, **การผลิตเยื่อแผ่นเซรามิกส์โดยวิธีโซล-เจล เทคนิค**, วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี, หน้า 62.
7. นายปกรณ์ อุ่มอยู่, 2545, **การแยกก๊าซผสมระหว่างก๊าซไนโตรเจนโดยใช้เยื่อแผ่นเซรามิกส์ที่ผลิตจากวิธีโซล-เจล**, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, หน้า 17-20.
8. ประวิทย์ ตันจงนาวิน, 2540, **เคมีคะตะลิสต์**, แผนกเอกสารการพิมพ์, หน้า 1.
9. น.ส.เกศิณี สวงโท, น.ส.ภัทรนันท์ ชัยชะนะ, นายวสันต์ พาราทิพย์เจริญชัย, 2546, **การพัฒนาสารดูดความชื้นสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล**, ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี, หน้า 32.
10. รณยุทธ ทศภูไชย, อนัตตา อินโอสถ, อุ้มนุช บุญประดิษฐ์, 2547, **การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดเมโสพอร์จากเถ้าแกลบ**, ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี, 23-25
11. จิรสา กรงกรด, **สารลดแรงตึงผิว** [online], Available:http://www.dss.go.th/dssweb/surfactant.pdf [2006, January 20]
12. Ryoji Takanahashi and Eds., 2003, "Pore size control of mesoporous SnO_2 prepared by using stearic acid", **Journal of microporous and mesoporous materials** [Electronic], Vol. 59., pp. 123-131, Available : Science direct [2005 , June 16].

13. D. Huang, G.S. Luo, Y.J. Wang, 2005, "Using phosphoric acid as a catalyst to control the structures of mesoporous titanium dioxide materials", **Journal of microporous and mesoporous materials** [Electronic], Vol. 84., pp. 23-27, Available : Science direct [2005 , June 16].

ภาคผนวก

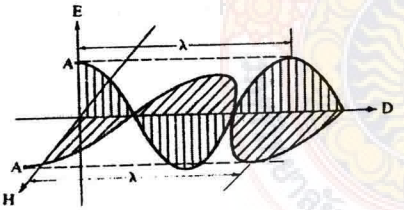
ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์โดยเอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโทรสโกปี (X-ray diffraction spectrocopy; XRD) [2]

เอกซ์-เรย์ดิฟแฟรกชันเป็นเทคนิคที่ใช้กันมากในการหาโครงสร้างของของแข็งที่เป็นผลึก (Crystalline solids) เป็นเทคนิคที่สามารถหาตำแหน่งอะตอมได้อย่างแม่นยำ เพราะฉะนั้นจึงสามารถหาความยาวพันธะและมุมของโมเลกุลภายในผลึกเดี่ยว (Singel crystall) ได้และยังเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่ไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive analytical technique) แต่ XRD ก็มีข้อจำกัดคือ จะให้ภาพโดยรวมของโครงสร้างเท่านั้น โดยปกติแล้วจะไม่สามารถบอกความบกพร่องของผลึกเฉพาะตำแหน่ง (Localized defects) หรือระบุตำแหน่งของตัวเติม (Dopant) ที่ปริมาณน้อยๆ ได้ ดังนั้นเราจึงจำเป็นต้องใช้เทคนิคอื่นประกอบ

ก.1 การเลี้ยวเบนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

แสงเป็นแบบหนึ่งของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) มีสมบัติที่เกี่ยวข้องกับการเป็นคลื่น เมื่อแสงมีการเคลื่อนที่ก็จะเกิดสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าที่เคลื่อนที่ ทั้งสองสนามอยู่ในแนวตั้งฉากซึ่งกันและกัน (รูปที่ ก.1)



D = ทิศทางการเคลื่อนที่ของคลื่น

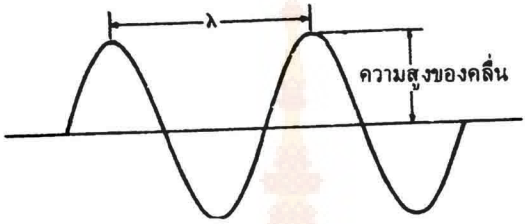
E = ทิศทางสนามไฟฟ้า

H = ทิศทางสนามแม่เหล็ก

รูปที่ ก.1 คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

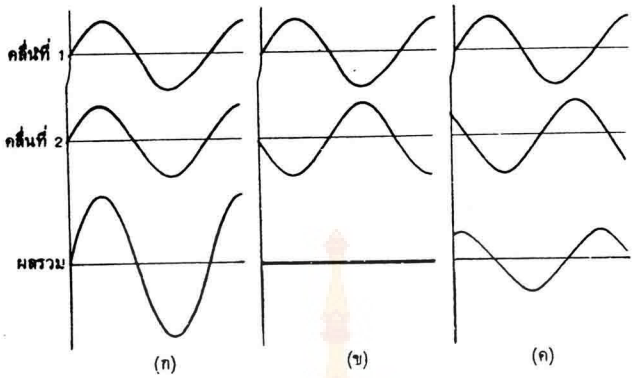
พิจารณารูปที่ ก.2 ซึ่งแสดงเฉพาะส่วนประกอบที่เป็นสนามไฟฟ้าของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจากฐานกลางถึงส่วนสูงสุดของคลื่นเรียกว่า ความสูงของคลื่น (wave ampitude) และระยะทางระหว่างส่วนสูงสุดของคลื่นเรียกว่า ความยาวคลื่น (wavelength ใช้สัญลักษณ์ λ) เมื่อคลื่นเคลื่อนที่ผ่านจุดๆ หนึ่งจำนวนคลื่นที่ผ่านจุดนั้นต่อวินาทีเรียกว่า ความถี่ของคลื่น (frequency ใช้สัญลักษณ์ ν) ซึ่งมีหน่วยเป็นรอบต่อวินาทีหรือ hertz (Hz) ความสัมพันธ์ระหว่างความถี่และความยาวคลื่น คือ $\lambda\nu = c$

เมื่อ c เป็นความเร็วของแสง ส่วนกลับของความยาวคลื่นเรียกว่า เลขคลื่น (wave number ใช้สัญลักษณ์ $\bar{\nu}$) ซึ่งเขียนความสัมพันธ์ทางคณิตศาสตร์ได้เป็น $\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda}$ และโดยทั่วไปมีหน่วยเป็น "ต่อเซนติเมตร" (cm^{-1}) หรืออีกนัยหนึ่งเป็นจำนวนคลื่นที่มีในความยาวหนึ่งเซนติเมตร



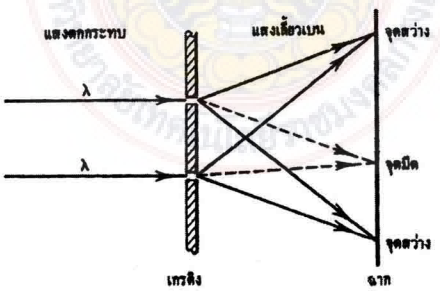
รูปที่ ก.2 ลักษณะของคลื่น

ถ้าคลื่นแสงสองคลื่นในตัวกลางเดียวกันมีส่วนสูงสุดและส่วนต่ำสุดของแต่ละคลื่นอยู่ในลักษณะที่เป็นอันเดียวกัน เรียกว่าคลื่นทั้งสองอยู่แบบ in phase และทั้งสองจะรวมกันเป็นคลื่นเดียวโดยมีความสูงของคลื่นเพิ่มขึ้น ซึ่งสังเกตได้จากการเพิ่มความเข้ม หรือมีความสว่างมากขึ้น ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นเป็นแบบเสริมกัน แต่ถ้าคลื่นสองคลื่นรวมกันในลักษณะที่ส่วนสูงสุดของคลื่นหนึ่งอยู่ตรงกับส่วนต่ำสุดของอีกคลื่นหนึ่งเรียกว่า out of phase ทั้งสองคลื่นจะทำลายกันซึ่งถ้าคลื่นทั้งสองมีความสูงเท่ากันก็จะทำลายกันหมด และไม่มีความสว่างเกิดขึ้น ปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็น แบบหักล้างกัน กรณีที่คลื่นทั้งสองไม่เป็น out of phase มากนักก็ยังมีการหักล้างกันเกิดขึ้นแต่ไม่ ทั้งหมด นั่นคือ จะมีการหักล้างกันบางส่วนและจะมีความสูงของคลื่นลดลง หรืออีกนัยหนึ่ง มีความเข้มหรือความสว่างน้อยลง ปรากฏการณ์ดังกล่าวจะเห็นได้จากรูปที่ ก.3



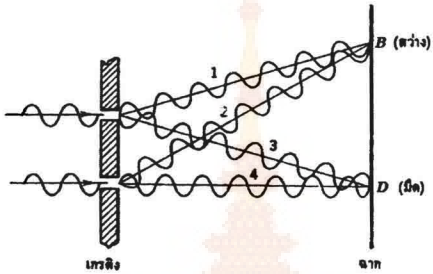
รูปที่ ก.3 การรวมกันของคลื่นที่เป็นแบบ (ก) เสริม (ข) หักล้าง และ (ค) หักล้างเป็นบางส่วน

อาศัยปรากฏการณ์ที่กล่าวมาแล้วทำให้เราเข้าใจถึงการเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) จากเกรติง (grating) วัตถุที่ใช้ที่ให้แสงผ่านหรือสะท้อนทำด้วยวัตถุทึบแสง แต่ยอมให้แสงผ่านหรือสะท้อนได้เป็นระยะทางเท่าๆ กันเรียก เกรติง เมื่อฉายแสงเอกรงค์ (แสงที่มีความยาวคลื่นเดียว monochromatic light) ไปยังเกรติง แสงที่ผ่าน (หรือสะท้อน) ก็จะกระจายไปตามทิศทางต่างๆ จากส่วนที่แสงตกแต่ละแห่ง ทิศทางของคลื่นแสงตามที่แสดงในรูปที่ ก.4 เป็นแบบเส้นตรง ความยาวและความถี่ของคลื่นแสงที่ถูกเลี้ยวเบนจะเท่ากับความยาวและความถี่ของคลื่นแสง ตกกระทบ (incident light) แสงที่เลี้ยวเบนจากสองแห่งจะตัดกันที่แห่งใดแห่งหนึ่ง หากวางฉากไว้ข้างหลังเกรติงจะเห็นส่วนที่สว่างเป็นจุดๆ บนฉาก



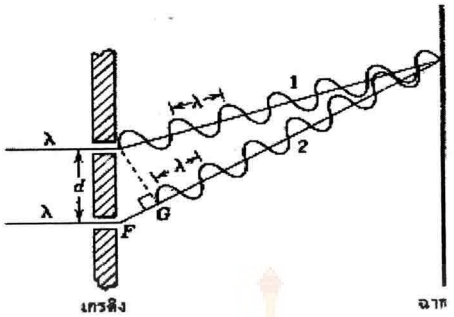
รูปที่ ก.4 การเลี้ยวเบนของแสงจากเกรติง

จุดสว่างเกิดจากคลื่นแสงที่เกิดจากการเลี้ยวเบนสองคลื่นมีการเสริมกัน นั่นคือคลื่นทั้งสองไปพบกันบนฉากแบบ in phase ส่วนพื้นที่มืดเกิดจากการหักล้างกันและคลื่นพบกันบนฉากแบบ out of phase การเกิดการเลี้ยวเบนดังกล่าวจะเห็นได้จากรูปที่ ก.5 และจะสังเกตเห็นว่าจุด B ที่สว่างเกิดจากการเสริมกันของคลื่น 1 และ 2 โดยพบกันบนฉากแบบ in phase ส่วนพื้นที่ D ซึ่งมืด เนื่องจากมีการพบกันของคลื่น 3 และ 4 บนฉากแบบ out of phase หรือแบบหักล้างกัน



รูปที่ ก.5 การเสริมกันและหักล้างกันของคลื่น เมื่อแสงมีการเลี้ยวเบน

การที่คลื่น 1 และ 2 พบกันบนฉากแบบ in phase หมายความว่าคลื่นทั้งสองเคลื่อนที่ไปด้วยระยะทางที่แตกต่างกันเท่ากับตัวเลขลงตัวคูณด้วยความยาวคลื่นพอดี หรืออีกนัยหนึ่งระยะจาก รูทั้งสองที่เกรติงถึงจุดที่พบกันแตกต่างกัน ถ้าหารระยะที่แตกต่างกันนี้ด้วยความยาวคลื่นจะได้เป็นเลขลงตัว ในรูปที่ ก.6 จะสังเกตเห็นว่าคลื่น 1 และ 2 เดินทางเป็นระยะต่างกันเท่ากับ FG ซึ่ง ทำให้เกิดแสงสว่างบนฉากได้พอดี ซึ่งกรณีดังกล่าวจะเป็นจริงต่อเมื่อระยะทาง FG เท่ากับตัวเลข ลงตัวคูณด้วยความยาวคลื่นของแสงตกกระทบ เพราะฉะนั้น กรณีที่คลื่นเป็นแบบเสริมกันก็จะได้ผลดังรูปที่ ก.6 (ไม่เป็นไปตามสัดส่วนที่แท้จริงเพราะต้องการให้เห็นรูปชัด ตามปกติในผลึกระยะจาก grating ถึงฉากจะยาวกว่าระยะระหว่างรูทั้งสองคือระยะ d ประมาณล้านเท่า จึงประมาณได้ว่ามุมที่จุด G เป็นมุมฉาก)



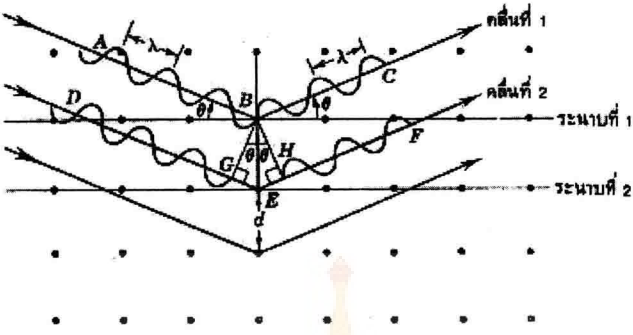
รูปที่ ก.6 การเคลื่อนที่ของคลื่นจากสองจุดของเกรติง ทำให้เกิดแสงสว่าง

ก.2 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากเหตุผลที่กล่าวแล้วในหัวข้อ ก.1 ทำให้นักฟิสิกส์ชาวเยอรมันชื่อ แมกซ์ ฟอน เลาเอ (Max von Laue) ได้ชี้แจกในปี ค.ศ. 1912 ให้เห็นว่า ระนาบที่บรรจุไอออนหรืออะตอมในผลึก มีลักษณะที่เป็นเกรติงได้ และเนื่องจากระยะทางระหว่างระนาบของผลึกมีความใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ทำให้ผลึกสามารถเกิดการเลี้ยวเบนอย่างเห็นได้ชัด เมื่อได้ทำการทดลองกับผลึกของโซเดียมคลอไรด์ ก็พบว่าการเลี้ยวเบนที่เห็นได้จากแผนฟิล์มเป็นจุดสว่างที่มีลักษณะสมมาตรรอบๆ จุดศูนย์กลาง และจากตำแหน่างต่างๆ ของจุดเหล่านั้น ฟอน เลาเอ สามารถคำนวณหาขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ในผลึกได้ด้วย

เนื่องจากการคำนวณจากรูปตามแบบของฟอร เลาเอ ค่อนข้างซับซ้อน ต่อมา นักวิทยาศาสตร์ชาวอังกฤษชื่อ วิลเลียม เฮนรี แบรกก์ (William Henry Bragg) และบุตรชายชื่อ วิลเลียม ลอเรนซ์แบรกก์ (William Lawrence Bragg) ได้ศึกษาเรื่องนี้อย่างจริงจัง และเห็นว่า การคำนวณหาขนาดอาจทำได้ในเทอมของการสะท้อนของแสงจากระนาบของอะตอม หรือไอออนในผลึก นั่นคือเมื่อฉายรังสีเอกซ์ไปยังผลึก บางส่วนของรังสีเอกซ์ก็สะท้อนออกไป บางส่วนก็ผ่านไปยังระนาบต่อๆ ไปและจะสะท้อนออกจากระนาบเหล่านั้น ถ้าคลื่นที่สะท้อนออกมาจากระนาบต่างๆ เป็นแบบ out of phase ก็จะหักล้างกัน แต่ถ้าคลื่นที่สะท้อนออกมาจากระนาบต่างๆ เป็นแบบ in phase ก็จะเกิดการเสริมกัน ซึ่งเป็นผลจากการเลี้ยวเบน

พิจารณาระนาบของอะตอมหรือไอออนตามรูปที่ ก.7 ที่มีระยะระหว่างระนาบเป็น d เมื่อฉายรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่น λ ไปยังระนาบของผลึกด้วยมุม θ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับอะตอมหรือไอออนที่อยู่ตามระนาบต่างๆ ก็จะสะท้อนออกมาด้วยมุม θ เช่นกัน ดังรูป ก.7



รูปที่ ก.7 การเกิดการเลี้ยวเบนจากอะตอมหรือไอออนในผลึก

ก่อนที่จะเกิดการสะท้อนแสง คลื่น AB และ DG ขนานกันและเป็นแบบ in phase เมื่อคลื่นมีการสะท้อน คลื่น BC และ HF จะต้องเป็นแบบ in phase จึงจะมีการเสริมกันหรือ เกิดการเลี้ยวเบนได้ แต่คลื่นที่สะท้อนจากระนาบที่ 2 เคลื่อนที่ไปไกลกว่าที่สะท้อนจากระนาบที่ 1 ตามรูปจะเห็นว่า AB = DG และ BC = HF ระยะทางของทั้งสองคลื่นมีความแตกต่างกันเป็น ระยะทาง GE + EH ซึ่งระยะทางนี้จะต้องเป็นตัวเลขคูณตัวคูณด้วยความยาวคลื่นซึ่งจะทำให้มีการเสริมกันและทำให้รังสีเอกซ์มีความเข้มเพิ่มขึ้น ซึ่งถือว่าเป็นภาวะที่จำเป็นที่จะทำให้เกิดการเลี้ยวเบน หรือ

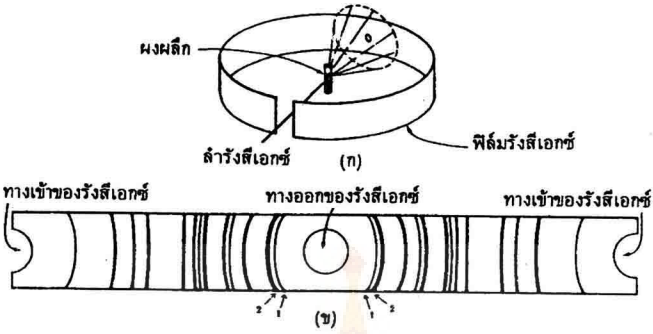
$$GE + EH = n\lambda \qquad n = 1,2,3,\ldots\ldots$$

แต่ตามรูป $GE = EH = d \sin\theta$

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

สมการที่ได้เรียกว่า สมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ซึ่งระบุว่าการเลี้ยวเบนจะเกิดขึ้นได้ ต่อเมื่อ n, λ , d และ θ มีความสัมพันธ์ดังปรากฏตามสมการนี้เท่ากัน n เป็นอันดับของการเลี้ยวเบนซึ่งเป็นตัวเลขที่ลงตัว เนื่องจาก sinθ มีค่าสูงสุดไม่เกินหนึ่ง เพราะฉะนั้น แต่ละครั้งของการทดลองซึ่งมีค่า λ และ d ที่แน่นอนก็อาจมีมุมตก θ ได้หลายๆ ค่าเป็นไปตาม n = 1,2,3,...จากสมการเหล่านี้จะเห็นว่าสำหรับ λ และ d มีค่าที่แน่นอนสำหรับผลึกหนึ่งๆ n จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อ sinθ มีค่ามากขึ้นหรือมุม θ โตขึ้น ซึ่งได้พบว่าเมื่อ n มีค่าสูงขึ้น รังสีที่สะท้อนจะมีความเข้มต่ำลงอย่าง รวดเร็ว

รูปที่ ก.8 แสดงถึงการทดลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากผงผลึก ในขั้นแรกผ่าน ลำรังสีเอกซ์คลื่นเดี่ยวเข้าไปในหลอดแก้วเล็กๆ ที่บรรจุผงผลึกที่จะทดลอง ผงผลึกถึงจะมีปริมาณเพียงเล็กน้อยแต่ประกอบด้วยผลึกเล็กๆ เป็นจำนวนมาก และอยู่ในลักษณะที่มีทิศทางต่างๆ กัน



รูปที่ ก.8 การเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากผงผลึก

(ก) การจัดตั้งการทดลอง

(ข) การเลี้ยวเบนจากผลึกของโซเดียมคลอไรด์ที่ปรากฏบนแผ่นฟิล์ม

เมื่อผลึกเล็กๆ เหล่านี้รับรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ จะมีระนาบจำนวนหนึ่งทำมุมได้พอเหมาะซึ่งเป็นไปตามสมการของแบรกก์ ส่วนระนาบอื่นๆ จะทำมุมให้พอเหมาะตามสมการแบรกก์อีกเหมือนกันผลที่ได้คือมีระนาบจำนวนหนึ่งซึ่งสามารถเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีออกมาได้ เนื่องจาก มีระนาบชนิดเดียวกันเป็นจำนวนมากและมีอยู่ทุกทิศทางทำให้เกิดอนุกรมทรงกรวยของรังสีตามที่แสดงไว้ในรูปที่ ก.8 (ก) เมื่อรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนนี้ตกกระทบกับแผ่นฟิล์มในกล้องทรงกระบอกทำให้เกิดเป็นชุดของเส้นต่าง ๆ รูปที่ ก.8 (ข) เป็นรูปของฟิล์มที่เป็นผลจากการเลี้ยวเบนจากผลึกของ NaCl ในกล้องทรงกระบอก เส้นต่างๆ ที่เกิดขึ้นนั้นสามารถจะวัดและคำนวณออกมาเป็นมุม θ ที่ปรากฏในสมการแบรกก์ได้ แต่ละเส้นที่ปรากฏในแผ่นฟิล์มเป็นผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีจากระนาบต่างๆ ที่มีอยู่ในผลึกนั้นๆ ถ้าเราทราบชนิดของระนาบที่ทำให้เกิดแต่ละเส้นบนฟิล์ม มุมที่เกิดขึ้นสามารถวัดได้จากเส้นเหล่านี้ และเมื่อทราบความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์และระบบของผลึก เราก็สามารถคำนวณหาความยาวตามขอบของหน่วยเซลล์ของผลึกนั้นๆ ได้

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์โดย Branuer-Emmett-Teller (BET) [2, 9]

การวิเคราะห์โดย Branuer-Emmett-Teller (BET) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาพื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average Pore Diameter) ของตัวเร่งปฏิกิริยา

ข.1 สมการของ Branuer-Emmett-Teller (BET)

ในปี 1983 Branuer-Emmett-Teller ได้ศึกษากลไกของการดูดซับต่อจาก Langmuir ในส่วนที่เกี่ยวกับการจัดเรียงโมเลกุลของสารดูดซับในชั้นที่สูงกว่า ทั้งนี้เพราะก่อนหน้านั้นเขาได้หลักฐานจากการทดลองที่ยืนยันได้แน่ชัดว่า การดูดซับจะไม่เกิดขึ้นเพียงชั้นเดียว แต่จะมีการดูดซับในชั้นที่สองและชั้นที่สูงกว่าติดตามมาด้วยเสมอ ตามแนวความคิดของ BET ถือว่าเมื่อระบบอยู่ในสมดุลที่ความดันย่อยใดๆ ในแต่ละฐานดูดซับบนพื้นผิวจะมีโมเลกุลของสารถูกดูดซับจำนวนหนึ่งกลั่นตัวอยู่บนฐานดูดซับแต่ละฐานมากน้อยต่างกันดังแสดงในรูปที่ ข.1 และ รูปที่ ข.2

รูปที่ ข.1 แบบจำลองการดูดซับโมเลกุลหลายชั้น

รูปที่ ข.2 The BET model for adsorption

เขาสมมติว่าจำนวนโมเลกุลที่ระเหยออกต่อวินาทีในชั้นใดชั้นหนึ่งจะเท่ากับจำนวนโมเลกุลที่กลั่นตัวต่อวินาทีในชั้นที่ถัดลงไป อธิบายได้โดยสมการ

$$q_e = \frac{BC_eQ^0}{(C_s - C_e)\left[1 + (B-1)\left(\frac{C_e}{C_s}\right)\right]} \qquad (ข.1)$$

เมื่อ q_e = ปริมาณของตัวถูกละลายที่ถูกดูดซับต่อหนึ่งหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับที่ความเข้มข้น C_s

Q^0 = ความเข้มข้นของสารดูดซับที่ถูกดูดซับต่อหนึ่งหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับ

C_s = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายที่อิ่มตัว

C_e = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายที่อิ่มตัว

B = ค่าคงที่

สามารถเขียนความสัมพันธ์เชิงเส้นได้

$$\frac{C_e}{(C_s - C_e)q_e} = \frac{1}{BQ^0} + \frac{(B-1)}{(BQ^0)}\left(\frac{C_e}{C_s}\right) \qquad (ข.2)$$

ข.2 ผลการวิเคราะห์จาก Branuer-Emmett-Teller (BET)

การวิเคราะห์ด้วย Branuer-Emmett-Teller (BET) เพื่อหาพื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของ ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์โดยวิเคราะห์จากสารตัวอย่างคือ

C 20 คือ นิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และแคลไซน์ ที่ 750°C

C 21 คือ นิเกิลไนเทรต 0.7 M เติมด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.0 M และแคลไซน์ ที่ 750°C

ผลการวิเคราะห์แสดงได้ดังนี้

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 20				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1393 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	12.0 hrs	Analysis Time	285.1 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 13:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_02.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET	2.179E+00	m²/g
Single Point BET	1.432E+00	m²/g
Langmuir Surface Area	1.911E+00	m²/g
BJH Method Cumulative Adsorption Surface Area	3.539E+00	m²/g
BJH Method Cumulative Desorption Surface Area	2.081E+00	m²/g
DH Method Cumulative Adsorption Surface Area	3.624E+00	m²/g
DH Method Cumulative Desorption Surface Area	2.100E+00	m²/g
t-Method External Surface Area	2.179E+00	m²/g
t-Method Micro Pore Surface Area	0.000E+00	m²/g
DR Method Micro Pore Area	1.062E+01	m²/g

PORE VOLUME DATA

Total Pore Volume for pores with Diameter less than 3572.7 Å at P/Po = 0.99461	9.446E-02	cc/g
BJH Method Cumulative Adsorption Pore Volume	9.880E-02	cc/g
BJH Method Cumulative Desorption Pore Volume	9.156E-02	cc/g
BJH Interpolated Cumulative Adsorption Pore Volume for pores in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter	9.880E-02	cc/g
BJH Interpolated Cumulative Desorption Pore Volume for pores in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter	9.156E-02	cc/g
DH Method Cumulative Adsorption Pore Volume	9.589E-02	cc/g
DH Method Cumulative Desorption Pore Volume	8.877E-02	cc/g
t-Method Micro Pore Volume	0.000E+00	cc/g
DR Method Micro Pore Volume	3.774E-03	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume	8.071E-04	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume	7.496E-04	cc/g

PORE SIZE DATA

Average Pore Diameter	1.734E+03	Å
BJH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)	8.937E+01	Å
BJH Method Desorption Pore Diameter (Mode)	1.885E+03	Å
DH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)	8.937E+01	Å
DH Method Desorption Pore Diameter (Mode)	1.885E+03	Å
DR Method Micro Pore Width	2.093E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode)	9.600E+00	Å
HK Method Pore Width (Mode)	1.792E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode)	3.147E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : ON
Effective Molecule Diameter (D) 3.5400 Å
Effective Cell Stem Inner Diameter (d) 4.0000 mm
Last Po Acquired 770.56 mm Hg
Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DH Moving Average Size : 1

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 20				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1393 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	12.0 hrs	Analysis Time	285.1 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 13:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_02.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

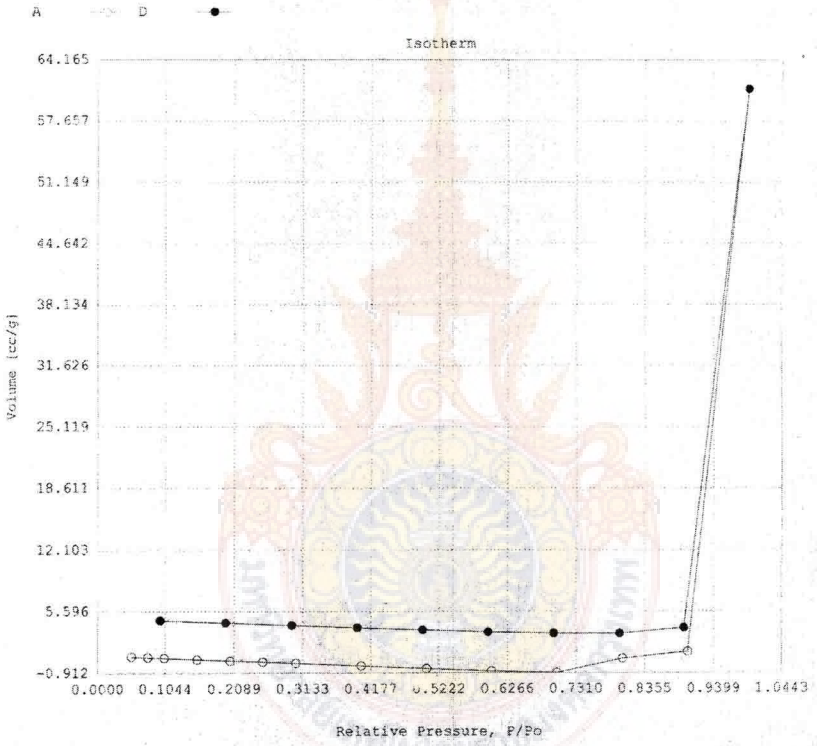
Isotherm

P/Po	Volume [cc/g] STP
5.2920e-02	0.7995
7.8135e-02	0.7342
1.0316e-01	0.6677
1.5334e-01	0.5250
2.0335e-01	0.3744
2.5312e-01	0.2491
3.0316e-01	0.1127
4.0325e-01	-0.1716
5.0332e-01	-0.4453
6.0284e-01	-0.7056
7.0240e-01	-0.9120
8.0223e-01	0.5957
9.0059e-01	1.3163
9.9461e-01	61.0658
8.9492e-01	3.8556
7.9759e-01	3.2407
6.9750e-01	3.2536
5.9734e-01	3.4056
4.9707e-01	3.6358
3.9684e-01	3.8692
2.9683e-01	4.1159
1.9654e-01	4.3813
9.6648e-02	4.6540

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 20				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1393 g				
Adsorbate	NITROGEN	**Outgas Temp**	250.0 °C	**Operator**	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	**Outgas Time**	12.0 hrs	**Analysis Time**	285.1 min
NonIdeality	6.580E-05	**P/Po Toler**	0	**End of Run**	01/25/2005 13:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	**Equil Time**	3	**File Name**	KTP_02.RAW
Station #	1	**Bath Temp.**	77.35	**PC SW Version**	1.27

Final data -- temperature compensated.



Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 20				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1393 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	12.0 hrs	Analysis Time	285.1 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 13:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_02.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

MULTIPOINT BET

P/Po	Volume [cc/g] STP	1/{W((Po/P)-1)}
5.2920e-02	0.7995	5.592E+01
7.8135e-02	0.7342	9.236E+01
1.0316e-01	0.6677	1.378E+02

Area = 2.179E+00 m²/g

Slope = 1.630E+03

Y - Intercept = -3.189E+01

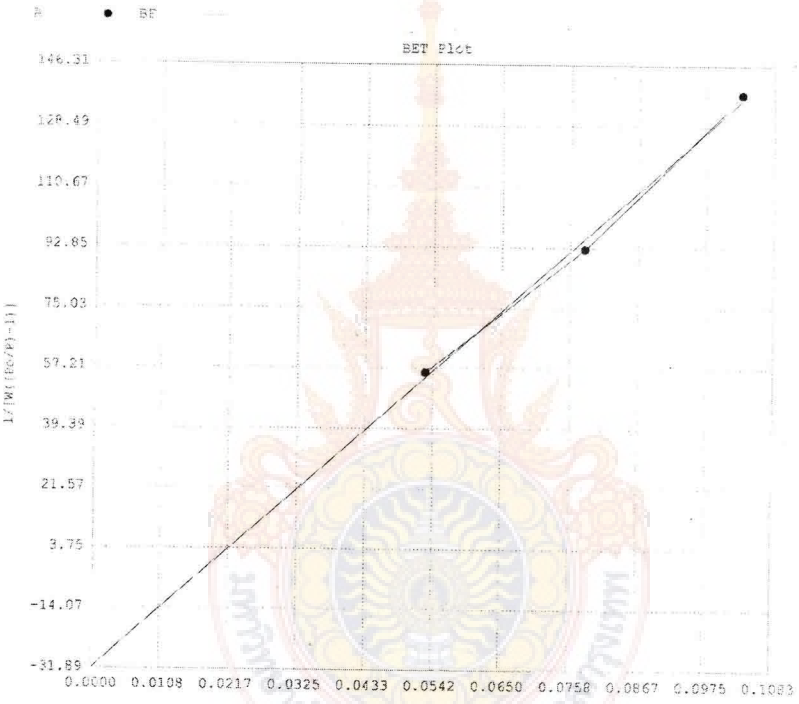
Correlation Coefficient = 0.997840

C = -5.011E+01

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 20				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1393 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	12.0 hrs	Analysis Time	285.1 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 13:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTI_02.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.



Area 2.18
(m²/g)

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 21				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1274 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	4.0 hrs	Analysis Time	281.3 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 00:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_01.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

AREA-VOLUME-PORE SIZE SUMMARY

SURFACE AREA DATA

Multipoint BET	1.097E+00	m²/g
Single Point BET	1.351E+00	m²/g
Langmuir Surface Area	1.198E+00	m²/g
BJH Method Cumulative Adsorption Surface Area	3.041E+01	m²/g
BJH Method Cumulative Desorption Surface Area	1.981E+00	m²/g
DH Method Cumulative Adsorption Surface Area	3.163E+01	m²/g
DH Method Cumulative Desorption Surface Area	1.993E+00	m²/g
t-Method External Surface Area	-1.410E+01	m²/g
t-Method Micro Pore Surface Area	1.520E+01	m²/g
DR Method Micro Pore Area	7.447E-01	m²/g

PORE VOLUME DATA

Total Pore Volume for pores with Diameter less than 4173.3 Å at P/Po = 0.99539	1.042E-01	cc/g
BJH Method Cumulative Adsorption Pore Volume	1.267E-01	cc/g
BJH Method Cumulative Desorption Pore Volume	1.084E-01	cc/g
BJH Interpolated Cumulative Adsorption Pore Volume for pores in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter	1.267E-01	cc/g
BJH Interpolated Cumulative Desorption Pore Volume for pores in the range of 5000.0 to 0.0 Å Diameter	1.084E-01	cc/g
DH Method Cumulative Adsorption Pore Volume	1.251E-01	cc/g
DH Method Cumulative Desorption Pore Volume	1.049E-01	cc/g
t-Method Micro Pore Volume	5.857E-03	cc/g
DR Method Micro Pore Volume	2.647E-04	cc/g
HK Method Cumulative Pore Volume	3.421E-05	cc/g
SF Method Cumulative Pore Volume	0.000E+00	cc/g

PORE SIZE DATA

Average Pore Diameter	3.797E+03	Å
BJH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)	4.695E+01	Å
BJH Method Desorption Pore Diameter (Mode)	2.188E+03	Å
DH Method Adsorption Pore Diameter (Mode)	4.695E+01	Å
DH Method Desorption Pore Diameter (Mode)	2.188E+03	Å
DR Method Micro Pore Width	2.113E+02	Å
DA Method Pore Diameter (Mode)	1.920E+01	Å
HK Method Pore Width (Mode)	1.838E+01	Å
SF Method Pore Diameter (Mode)	3.571E+01	Å

DATA REDUCTION PARAMETERS

Thermal Transpiration : ON
Effective Molecule Diameter (D) 3.5400 Å
Effective Cell Stem Inner Diameter (d) 4.0000 mm
Last Po Acquired 764.63 mm Hg
Additional Initialization Information Not Recorded.

BJH/DH Moving Average Size : 1

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 21				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1274 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	4.0 hrs	Analysis Time	281.3 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 00:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_01.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

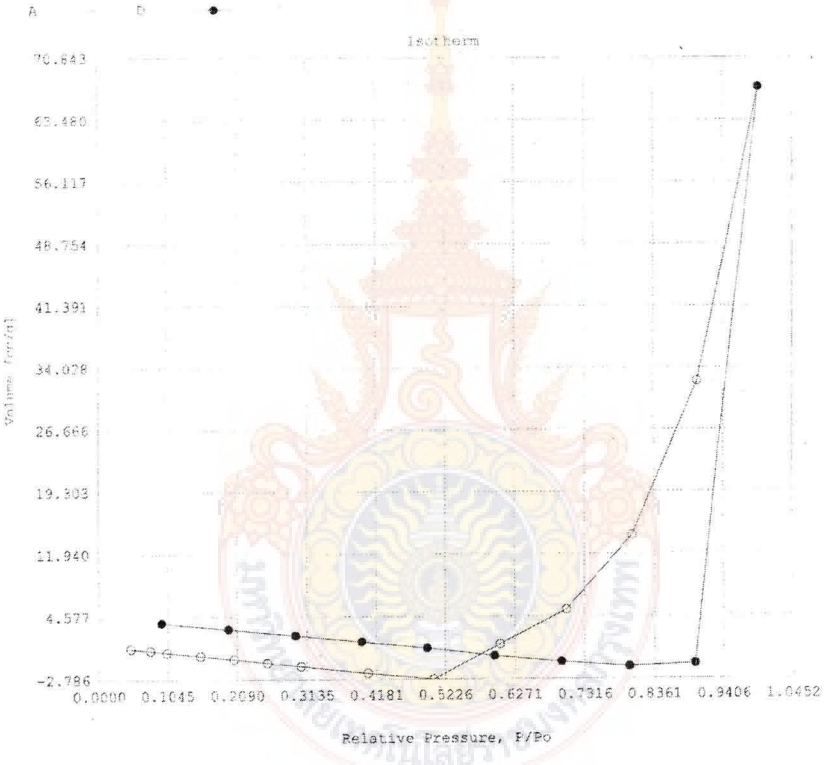
Isotherm

P/Po	Volume [cc/g] STP
4.9120e-02	0.8389
7.8844e-02	0.6014
1.0370e-01	0.4003
1.5448e-01	-0.0140
2.0442e-01	-0.4256
2.5436e-01	-0.8406
3.0436e-01	-1.2548
4.0564e-01	-2.0730
5.0543e-01	-2.7859
6.0516e-01	1.2844
7.0455e-01	5.3413
8.0309e-01	14.1042
9.0187e-01	32.3693
9.9539e-01	67.3366
8.9719e-01	-1.0460
7.9853e-01	-1.3571
6.9669e-01	-0.8041
5.9633e-01	-0.0742
4.9513e-01	0.8402
3.9615e-01	1.5959
2.9607e-01	2.3466
1.9595e-01	3.1134
9.5938e-02	3.8664

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 21				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1274 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	4.0 hrs	Analysis Time	281.3 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 00:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_01.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.



Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 21				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1274 g				
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Temp	250.0 °C	Operator	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	Outgas Time	4.0 hrs	Analysis Time	281.3 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	0	End of Run	01/25/2005 00:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	3	File Name	KTP_01.RAW
Station #	1	Bath Temp.	77.35	PC SW Version	1.27

Final data -- temperature compensated.

MULTIPOINT BET

P/Po	Volume [cc/g] STP	1/(W((Po/P)-1))
4.9120e-02	0.8389	4.927E+01
7.8844e-02	0.6014	1.139E+02
1.0370e-01	0.4003	2.313E+02

Area = 1.097E+00 m²/g

Slope = 3.297E+03

Y - Intercept = -1.231E+02

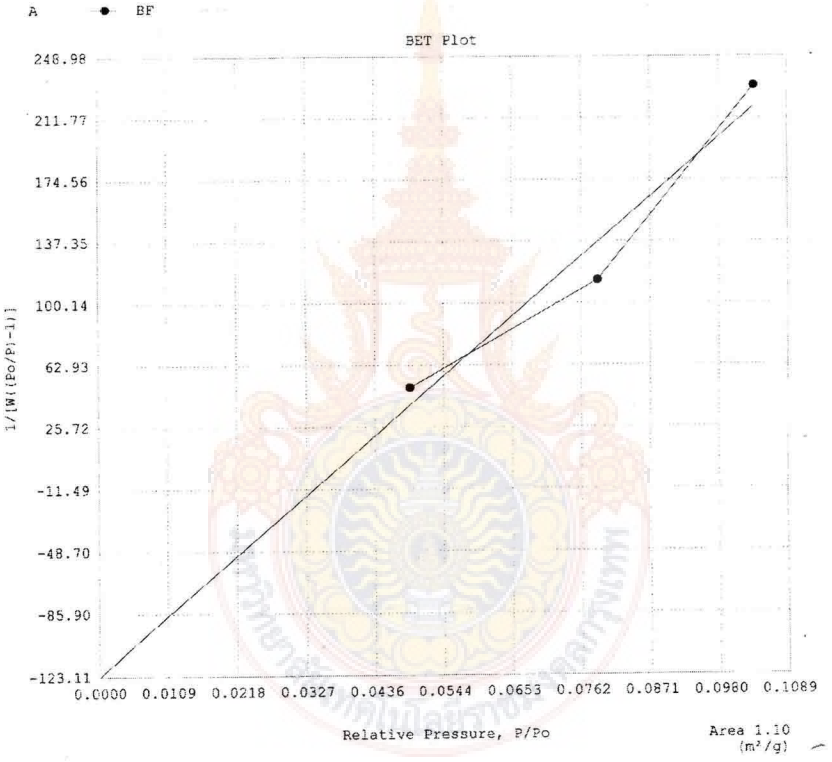
Correlation Coefficient = 0.976469

C = -2.578E+01

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.27

Sample ID	NiO , C 21				
Description	Thesis of Mr. KITTIPONG				
Comments					
Sample Weight	0.1274 g				
Adsorbate	NITROGEN	**Outgas Temp**	250.0 °C	**Operator**	OUNSA
Cross-Sec Area	16.2 Å²/molecule	**Outgas Time**	4.0 hrs	**Analysis Time**	281.3 min
NonIdeality	6.580E-05	**P/Po Toler**	0	**End of Run**	01/25/2005 00:51
Molecular Wt	28.0134 g/mol	**Equil Time**	3	**File Name**	KTP_01.RAW
Station #	1	**Bath Temp.**	77.35	**PC SW Version**	1.27

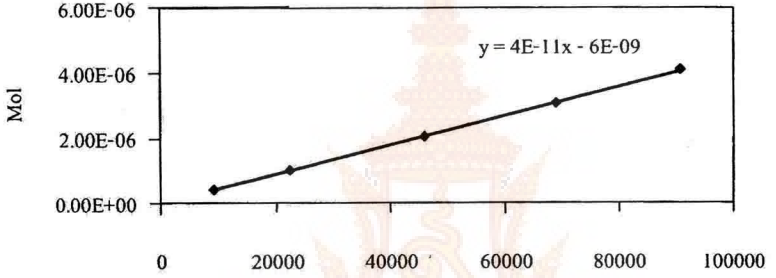
Final data -- temperature compensated.



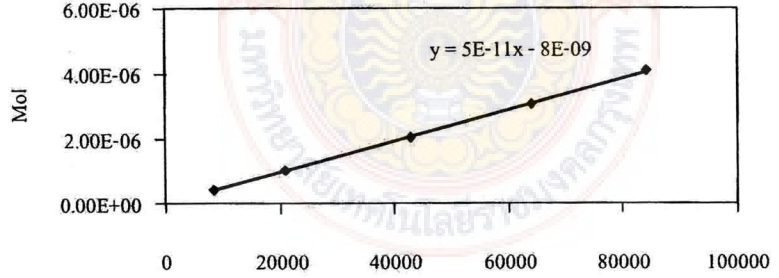
ภาคผนวก ค

กราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์การทดลอง

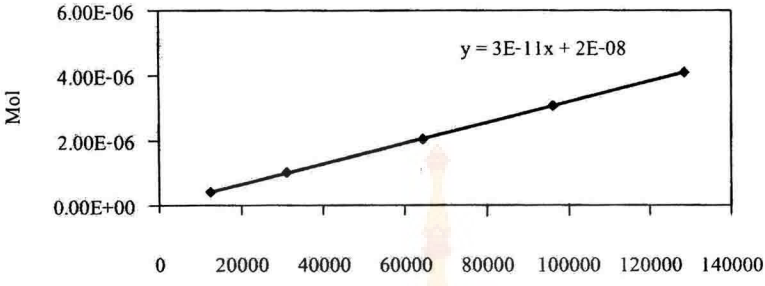
การทำกราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์เชิงปริมาณด้วยเครื่องแก๊ซโครมาโทกราฟีทำได้โดยฉีดสารมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนที่ทราบความเข้มข้นในปริมาตรต่างๆ คือ 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0, 2.0 และ 3.0 mL อ่านค่าพื้นที่ใต้พีคของสารมาตรฐานนั้นๆ จากโครมาโทแกรม นำค่าพื้นที่ใต้พีคและจำนวนโมลคาร์บอนไปหาความสัมพันธ์ทางคณิตศาสตร์ พบว่าทำนายปริมาณของผลิตภัณฑ์ (y) ได้เมื่อทราบค่าพื้นที่ใต้พีค (x) ของผลิตภัณฑ์ไฮโดรคาร์บอนนั้นๆ กราฟมาตรฐานของไฮโดรคาร์บอนแสดงในรูปที่ ง.1 ถึง ง.3



รูปที่ ค.1 กราฟมาตรฐานของอีเทน



รูปที่ ค.2 กราฟมาตรฐานของเอทิลีน



รูปที่ ค.3 กราฟมาตรฐานของอะเซทิลีน

ส่วน ค. ประวัติคณะผู้วิจัย

1. ชื่อ นางสาววราภรณ์ ธนะกุลรังสรรค์

MISS WARAPORN TANAKULRUNGSANK

2. เลขหมายประจำตัวประชาชน 3 1008 00092 33 7

3. ตำแหน่งปัจจุบัน ข้าราชการตำแหน่งผู้ช่วยศาสตราจารย์

4. หน่วยงานที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และ e-mail

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
2 ถนนนางลิ้นจี่ เขตสาทร กรุงเทพฯ 10120
โทรศัพท์ 0 2286 3991-5 ต่อ 1195, 1201, 1210
โทรสาร 0 2286 3991-5 ต่อ 1195
e-mail: warapornt@rmut.ac.th

5. ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	อักษรย่อปริญญาและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	วิชาเอก	ชื่อสถาบันการศึกษา	ประเทศ
2536	เอก	D. Eng. Doctor of Engineering	Catalyst Engineering	Catalyst Engineering	Kyoto University	ญี่ปุ่น
2530	โท	วศ.ม. วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต	วิศวกรรมเคมี	วิศวกรรมเคมี	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2521	ตรี	วท.บ. วิทยาศาสตรบัณฑิต	เคมีวิศวกรรม	เคมีวิศวกรรม	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย

6. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) ระบุสาขาวิชาการ

วิศวกรรมเคมี วิศวกรรมตัวเร่งปฏิกิริยา

7. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ โดยระบุสถานภาพในการทำวิจัยว่าเป็นผู้อำนวยการแผนงานวิจัย หัวหน้าโครงการวิจัย หรือผู้ร่วมวิจัยในแต่ละข้อเสนอการวิจัย

7.1 ผู้อำนวยการแผนงานวิจัย: ชื่อแผนงานวิจัย

–

7.2 หัวหน้าโครงการวิจัย: ชื่อโครงการวิจัย

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินา สำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน

การควบคุมโครงสร้างรูพรุนขนาดเมโซของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์

7.3 งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว : ชื่อผลงานวิจัย ปีที่พิมพ์ การเผยแพร่และแหล่งทุน (อาจมากกว่า 1 เรื่อง)

1. การสังเคราะห์เส้นใยซิลิกาด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง งบประมาณผลประโยชน์ ประจำปี 2548 ผู้ร่วมวิจัย
2. การผลิตถ่านกัมมันต์จากกากกาแฟโดยใช้ฟลูอิไดเซชันไอน้ำ งบประมาณผลประโยชน์ประจำปี 2548 ผู้ร่วมวิจัย
3. การสร้างอีบูลิโอมิเตอร์วัดปริมาณแอลกอฮอล์ความเข้มข้นสูง งบประมาณผลประโยชน์ประจำปี 2548 ผู้ร่วมวิจัย
4. กระถางต้นไม้จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร งบประมาณผลประโยชน์ประจำปี 2548 ผู้ร่วมวิจัย
5. การบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมสิ่งทอด้วยปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนีย การประชุมสัมมนาทางวิชาการ สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 21 ระหว่างวันที่ 28 – 30 มีนาคม 2548 ณ โรงแรมเชียงใหม่ภูคำ อำเภอเมือง จังหวัดเชียงใหม่ งบประมาณประจำปี 2546 (งบวัสดุฝึก) สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตเทคนิคกรุงเทพฯ
6. การปรับปรุงน้ำมันปาล์มดิบเป็นเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องยนต์ดีเซลหมุนช้า การประชุมสัมมนาทางวิชาการ สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 20 ระหว่างวันที่ 11 – 13 กุมภาพันธ์ 2547 ณ โรงแรมอมรินทร์ลากูน อำเภอเมือง จังหวัดพิษณุโลก งบประมาณประจำปี 2545 สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล
7. การผลิตถ่านอัดก้อนจากผงถ่านแอนทราไซต์และวัสดุเหลือทิ้งทางเกษตร การประชุมสัมมนาทางวิชาการ สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 20 ระหว่างวันที่ 11 – 13 กุมภาพันธ์ 2547 ณ โรงแรมอมรินทร์ลากูน อำเภอเมือง จังหวัดพิษณุโลก งบประมาณประจำปี 2545 (งบวัสดุฝึก) สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล วิทยาเขตเทคนิคกรุงเทพฯ
8. การศึกษาสมบัติการดูดซับของถ่านกัมมันต์. 2543 รายงานการประชุมสัมมนาทางวิชาการ สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 17. **3**, 740-752 โครงการวิจัยและพัฒนาหน้ากากป้องกันสารพิษทางทหาร งบประมาณประจำปี 2541 กองทัพอากาศ กระทรวงกลาโหม

9. The influence of base type on the characterization of a nickel oxide catalyst formed by a sol-gel technique, 2005, Proceeding of the International Conference on Recent Advances in Mechanical & Materials Engineering (ICRAMME 05), May 30-31, 2005, Kuala Lumpur, Malaysia, Paper No. 57.
10. Modification of Crude Palm Oil to Diesel Engine Fuel, 29th Congress on Science and Technology of Thailand, October 20-22, 2003, Khon Kean, Thailand, SI-3 งบประมาณประจำปี 2545 สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล
11. The effect of silica added on large surface area of nanocrystalline titania", Proceeding of the 10th International Ceramics Congress: Part B, Section D Sintering Science and Technology, Florence, Italy, July 2002, p.101-108 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
12. Phase transformation behavior of nanocrystalline χ-alumina powder obtained by thermal decomposition of AIP in inert organic solvent, 2004, *Journal of Materials Science* **39** (10): 2417-2421 ทุนกาญจนาภิเษก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
13. Synthesis of thermally stable micro spherical χ-alumina by thermal decomposition of aluminum isopropoxide in mineral oil, 2003, *Inorganic Chemistry Communication* **6:** 930-934 ทุนกาญจนาภิเษก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
14. The influence of Si-O-Zr bonds on the crystal-growth inhibition of zirconia prepared by the glycothermal method, 2003, *Journal of Material processing Technology* **136:** 186-189 ทุนกาญจนาภิเษก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
15. Critical nanoparticle size for thermal stability, 2003, *Journal of Materials Science Letters*, **22**: 1587-1589 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
16. Synthesis of thermally stable micro spherical chi-alumina by thermal decomposition of aluminum isopropoxide in mineral oil, 2003, *Inor. Chem. Comm.*, **6** 930-934, ทุนกาญจนาภิเษก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
17. Effect of crystallite size and calcination temperature on the thermal stability of single nanocrystalline chromium oxide: expressed by novel correlation, 2003, *Materials Research Innovation*, **7**, 118-123 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

18. New correlation for the effects of the crystallite size and calcination temperature on the single iron oxide nano-crystallites, 2003, *Crystal Growth & Design*, **2** (3), 215-210 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

19. Synthesis of large-surface area silica-modified zirconia by the glycothermal method, 2002, *Journal of Materials Science Letters,* **21** (18), 1461-1464 ทุนกาญจนาภิเษก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

20. Thermal Stability of Silica-Modified Titania Ultrafine Particles Synthesized by the Glycothermal Method, 2000, *Ceramic Transactions*, **115**, 643-654 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

21. One pot solvothermal synthesis of thermal stable, porous silica-modified alumina powders by supercritical removal of organic solvents, 2000, *Journal of Metals, Materials and Minerals,* **9** (2), 35-54 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

22. Effect of organic solvents on the thermal stability of porous silica-modified alumina powders prepared via one pot solvothermal synthesis, 2000 *Inorganic Chemistry Communication,* **3**, 671-676, 2000. ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

23. Synthesis of large-surface area silica-modified titania ultrafine particles by the glycothermal method, 2000, *J. Material Science Letters,* **19**, 1439-1443 ทุนเมธีวิจัยอาวุโส สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

24. Mechanism of Diesel Exhaust Gas Abatement by Synthetic Zeolite ZSM-5, 1998, *Journal of Metals, Materials and Minerals,* **7** (2), 32-38 ทุนวิจัยบัณฑิตศึกษา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

25. Selective Aromatization of Propane on Metallosilicate Catalysts , 1996, Journal of Science Faculty, Chiengmai University, **23** (2), 42-49 งบประมาณประจำปี 2537 สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล

26. Inui, T., K. Fujioka, Y. Fujii, T. Takeguchi, H. Nishiyama and W. Tanakulrungsank, "Highly Active Catalysts for Syngas Production to Methanol and More Valuable Hydrocarbons", *Study of Surface Science and Catalysis*, 1993. ผู้ร่วมวิจัย

27. Inui, T., K. Fujioka, W. Tanakulrungsank and T. Takeguchi, "Spillover Effect in Methane Reforming Reactions in Ni-based Composite Catalysts Modified with Precious Metals", *Study of Surface Science and Catalysis*, 1993. ผู้ร่วมวิจัย

28. Takeguchi, T., W. Tanakulrungsank and T. Inui, "Separation and/or Concentration of CO_2-N_2 Gaseous Mixture by Pressure-Swing Adsorption using Metal-incorporated Microporous Crystals with High Surface Area", *Gas Separation and Purification*, **7**, 3, 1993. ผู้วิจัย

29. Inui, T., S. Shibata and W. Tanakulrungsank, "Purification of O_2-N_2 Gaseous Mixture by Pressure-Swing Adsorption using Na-A Zeolites", *Gas Separation and Purification*, **6**, 185, 1992. ผู้ร่วมวิจัย

7.4 งานวิจัยที่กำลังทำ : ชื่อข้อเสนอการวิจัย แหล่งทุน และสถานภาพการทำวิจัย ว่าได้ทำการวิจัยลุล่วงแล้วประมาณเท่าใด

7.4.1 การควบคุมโครงสร้างรูพรุนขนาดเมโซของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณ ประจำปี 2549 หัวหน้าโครงการ 50%

7.4.2 การแยกโลหะหนักออกจากสารละลายด้วยถ่านกัมมันต์จากกะลามะพร้าว โดยใช้หอดูดซับแบบชั้นตรึง ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณประจำปี 2549 ผู้ร่วมวิจัยทำการวิจัยลุล่วงแล้ว 50%

7.4.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินาสำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณผลประโยชน์ ประจำปี 2548 หัวหน้าโครงการวิจัย ทำการวิจัยลุล่วงแล้ว 95%

ส่วน ค. ประวัติคณะผู้วิจัย

1. ชื่อ นายชัชวาลย์ สุขมั่น

MR. CHATCAWAN SOOKMAN

2. เลขหมายประจำตัวประชาชน 3 7302 00604 02 1

3. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์ระดับ 5

4. หน่วยงานที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และ e-mail

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
2 ถนนนางลิ้นจี่ เขตสาทร กรุงเทพฯ
โทรศัพท์ 0 2286 3991-5 ต่อ 1195, 1201, 1210
โทรสาร 0 2286 3991-5 ต่อ 1195
e-mail: csookman@yahoo.com

5. ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	อักษรย่อปริญญาและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	วิชาเอก	ชื่อสถาบันการศึกษา	ประเทศ
2543	โท	วศ.ม. วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต	วิศวกรรมเคมี	วิศวกรรมเคมี	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี	ไทย
2540	ตรี	วท.บ. วิทยาศาสตรบัณฑิต	เคมี	เคมี	มหาวิทยาลัยนเรศวร	ไทย

6. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) ระบุสาขาวิชาการ

เทคโนโลยีเยื่อแผ่น การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

7. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ โดยระบุสถานภาพในการทำวิจัยว่าเป็นผู้อำนวยการแผนงานวิจัย หัวหน้าโครงการวิจัย หรือผู้ร่วมวิจัยในแต่ละข้อเสนอการวิจัย

7.1 ผู้อำนวยการแผนงานวิจัย: ชื่อแผนงานวิจัย

7.2 หัวหน้าโครงการวิจัย: ชื่อโครงการวิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย: ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาการสะเทินน้ำเสียกรดด้วยเปลือกหอยในฟลูอิดไดซ์เบดแบบท่อสองชั้น

หัวหน้าโครงการวิจัย: ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาการสะเทินน้ำเสียกรดด้วยเปลือกไข่ในฟลูอิดไดซ์เบดแบบท่อสองชั้น

7.3 งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว: ชื่อผลงานวิจัย ปีที่พิมพ์ การเผยแพร่ และแหล่งทุน

1. ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาการสะเทินน้ำเสียกรดด้วยเปลือกหอยในฟลูอิดไดซ์เบดแบบท่อสองชั้น. 2547 รายงานการประชุมสัมมนาทางวิชาการสถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 20. ระหว่างวันที่ 11 – 13 กุมภาพันธ์ 2547 ณ โรงแรมอมรินทร์ลากูน อำเภอเมือง จังหวัดพิษณุโลก งบประมาณประจำปี 2546 สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล
2. ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาการสะเทินน้ำเสียกรดด้วยเปลือกไข่ในฟลูอิดไดซ์เบดแบบท่อสองชั้น. 2546 รายงานการประชุมสัมมนาทางวิชาการสถาบันเทคโนโลยีราชมงคล ครั้งที่ 19.
3. Modification of Crude Palm Oil Diesel Engine Fuel, 2546, 29th Congress on Science and Technology of Thailand. (งบประมาณปี 2546)
4. The Influence of Base Type on the Characterization of a Nickel Oxide Catalyst Formed by a Sol-Gel Technique, *Proceedings of the International conference on Recent Advances in Mechanical & Materials Engineering* , 30-31 May 2005
5. The Effict of Calcined Temperature on the Property of Nickel Oxide Catalyst Synthesized by Sol-Gel Method, *Proceeding of the 3rd EMSES International Symposium on Eco-Energy and Material Science and Engineering* , April 6-9 2005

7.4 งานวิจัยที่กำลังทำ : ชื่อข้อเสนอการวิจัย แหล่งทุน และสถานภาพการทำวิจัย ว่าได้ทำการวิจัยลุล่วงแล้วประมาณเท่าใด

7.4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจลเพื่อเคลือบบนเยื่อแผ่นอะลูมินาสำหรับสังเคราะห์สารประกอบโอเลฟิน (Synthesis of metal oxide catalysts by sol-gel method coated on alumina membrane for olefin synthesis) งบประมาณประจำปี 2548 ผู้ร่วมวิจัย เริ่มตั้งแต่ตุลาคม 2547 การวิจัยลุล่วงแล้ว 95%

7.4.2 การควบคุมโครงสร้างรูพรุนขนาดเมโซของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากงบประมาณประจำปี 2549 เริ่มตั้งแต่ตุลาคม 2548 การวิจัยลุล่วงแล้ว 50%