

2. วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Layered double hydroxides (LDH)

สังเคราะห์ Layered double hydroxides (LDH) ที่มีโลหะ Co ด้วยวิธี Alkali coprecipitation ดังนี้ ละลาย $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (40 มิลลิโมล) และ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (10 มิลลิโมล) (สัดส่วนโดยโมลของ $\text{Co}:\text{Al} = 4:1$) ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆหยดสารละลายนี้ลงใน Na_2CO_3 (80 มิลลิโมล) ในน้ำกลั่น 40 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง ปรับ pH ของสารละลายผสมให้เป็น 9-10 โดยหยดสารละลาย NaOH (3 โมลาร์) กวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 35 °ซ และ 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 65 °ซ ทำการกรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลายครั้ง จนน้ำที่ล้างเป็นกลาง อบตะกอนสาร CoAl-LDH ที่ได้ให้แห้งในตู้อบ 120 °ซ

สำหรับการสังเคราะห์ MnAl-LDH ทำวิธีเดียวกัน แต่ใช้ $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ แทน $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กรณี CoMnAl-LDH ใช้สารตั้งต้นเป็น $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ผสมกับ $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ได้แปรเปลี่ยนสัดส่วนโดยโมล Co หรือ Mn : Al ดังสรุปในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สัดส่วนของ $\text{M}^{2+}:\text{Al}$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์สาร LDH

สาร	สัดส่วนโดยโมล $\text{M}^{2+}:\text{Al}^{3+}$
CoAl -LDH	4:1
	3:1
	2:1
MnAl -LDH	4:1
	3:1
	2:1
CoMnAl -LDH	4:1:1
	3:1:1

2.2 การเผา Layered double hydroxides (LDH) ให้กลายเป็นโลหะออกไซด์

ทำการเผา LDH ที่สังเคราะห์ขึ้นข้างต้น ที่ 500°ซ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ metal oxides ดังนี้

CoAl-oxide

MnAl-oxide

CoMnAl-oxide

2.3 การตรวจวิเคราะห์ลักษณะของสาร

โดยใช้เครื่องมือและเทคนิคดังนี้

- ICP (inductively coupled plasma emission) หาปริมาณของโลหะ
- FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy) หาหมู่ฟังก์ชันของสาร
- TGA (Thermogravimetric analysis) หาอุณหภูมิที่สารสลายตัว
- XRD (X-ray diffraction) หาโครงสร้างของสาร
- BET หาพื้นที่ผิว ขนาดของช่อง และการกระจายขนาดช่อง
- TPR (temperature-programmed reduction) หาอุณหภูมิรีดักชันของสาร