

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

พลังงานเป็นปัจจัยที่สำคัญในการตอบสนองความต้องการขั้นพื้นฐานของมนุษย์และเป็นปัจจัยพื้นฐานการผลิตในภาคธุรกิจและอุตสาหกรรม พลังงานส่วนใหญ่ที่ใช้ในปัจจุบันคือ พลังงานที่มาจากซากดึกดำบรรพ์ซึ่งเป็นพลังงานที่ใช้แล้วหมดไปและยังก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ยังมีแนวโน้มความต้องการในการใช้เชื้อเพลิงในปริมาณที่สูงขึ้น มาก เนื่องจากการนำเชื้อเพลิงไปเปลี่ยนเป็นพลังงานและนำไปใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า ภาคการขนส่ง และภาค อุตสาหกรรม ด้วยอัตราการใช้เชื้อเพลิงของมนุษย์ที่เพิ่มปริมาณสูงขึ้น ส่งผลให้ปริมาณ เชื้อเพลิงสำรองในปัจจุบันที่มีอยู่ลดน้อยลง และมีการคาดการณ์ว่าจะถูกใช้หมดไปในอนาคต ทำให้ราคาเชื้อเพลิงมีแนวโน้ม สูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง จึงต้องมีการพัฒนาพลังงานทดแทนเพื่อใช้ในการดำเนินชีวิตประจำวัน ให้มีปริมาณที่ พอเพียง มีคุณภาพดี และราคาที่ เหมาะสม สอดคล้องกับความต้องการของผู้ใช้ เพื่อให้สามารถตอบสนองความต้องการขั้นพื้นฐานของมนุษย์และสามารถตอบสนองความต้องการใช้ในกิจกรรมการผลิตต่างๆ ได้อย่างเพียงพอ

ในปัจจุบันจึงมีการคิดค้นพลังงานทางเลือกใหม่หรือพลังงานทดแทน ที่สะอาดเพื่อนำมาใช้แทน พลังงานเดิมที่ใช้เชื้อเพลิงซากดึกดำบรรพ์โดยไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมอื่นๆ ขึ้นมา โดยพลังงานทดแทน ได้แก่ พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานลม พลังงานไฮโดรเจน และพลังงานชีวมวล ซึ่งพลังงานเหล่านี้สามารถใช้ในการผลิตเชื้อเพลิงในรูปแบบต่างๆ ได้ พบว่าพลังงานส่วนใหญ่ที่ใช้คือ ไฮโดรเจน มีเทน เมทานอล เอทานอล และเชื้อเพลิงชีวมวล โดยหนึ่งในนั้นคือ ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl Ether: DME) ซึ่งมีสูตรทางเคมี คือ C_2H_6O เป็นสารออกซิเจนเนตประเภทอีเทอร์ คุณสมบัติของไดเมทิลอีเทอร์ จะคล้ายคลึงกับก๊าซปิโตรเลียมเหลว (Liquefied Petroleum Gas: LPG) กล่าวคือมี จุดเดือด ณ ความดันบรรยากาศ ที่ -25 องศาเซลเซียส จึงสามารถทำให้อยู่ในรูป ของเหลวได้ง่าย เมื่อเกิดกระบวนการเผาไหม้ขึ้นจะ ไม่ปลดปล่อยก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) และปลดปล่อยก๊าซ ไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_x) ในปริมาณที่ต่ำมาก เมื่อเปรียบเทียบกับ น้ำมันเชื้อเพลิงในปัจจุบันซึ่งเป็นมลพิษทาง อากาศ นอกจากนี้ยังมีค่าซีเทน สูง อยู่ระหว่าง $55 - 60$ สามารถนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงทดแทนในเครื่องยนต์ดีเซลได้ ที่สำคัญไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายมนุษย์และ สลายตัวในชั้นบรรยากาศ ได้เร็ว จากประโยชน์และคุณสมบัติเด่นเหล่านี้ ไดเมทิลอีเทอร์จึงได้รับการยอมรับให้เป็น พลังงานทดแทนสำหรับอนาคต

การผลิตไดเมทิลอีเทอร์สามารถผลิตได้ 2 กระบวนการคือ กระบวนการสังเคราะห์โดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์ และกระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์โดยตรงจะใช้แก๊สสังเคราะห์เป็นสารตั้งต้น แก๊สสังเคราะห์จะเปลี่ยนเป็นเมทานอล ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน เช่น คอปเปอร์ซิงค์ออกไซด์ (Cu/ZnO) เป็นต้น จากนั้นเมทานอลจะเปลี่ยนไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ โดยขจัดน้ำออกด้วยปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน

ของเมทานอล โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับกรเปลี่ยนแก๊สสังเคราะห์ไปเป็นเมทานอลที่ใช้ในอุตสาหกรรมเคมีนั้น ส่วนใหญ่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดการค้ำ ตัวอย่างเช่น แกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) หรือ HZSM-5 ซึ่งมีความเป็นกรดสูง จึงไม่สามารถควบคุมผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้ อีกทั้งยังได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการไม่สูงนัก และในงานวิจัยเมื่อไม่นานมานี้ [1] พบว่าโลหะฟอสเฟตนั้นมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลได้ และยังมีความเป็นกรดที่ต่ำกว่า ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการมากขึ้น

ดังนั้นงานวิจัยนี้ จึงสนใจสังเคราะห์ ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิล ไพรออสเฟต เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากปฏิกิริยาการดีไฮเดรชันของเมทานอล

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไพรออสเฟต
2. ศึกษาลักษณะและสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไพรออสเฟต

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไพรออสเฟตด้วยวิธีการเผาสถานะของแข็ง โดยใช้

- แหล่งที่มาของคอปเปอร์ คือ คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ไฮดรอกไซด์ ($\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$)
- แหล่งที่มาของนิกเกิล คือ นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)
- แหล่งที่มาของฟอสเฟต คือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$)

2. ศึกษาเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟตโดยมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Cu : Ni ดังนี้

1 : 0, 0.8 : 0.2, 0.6 : 0.4, 0.5 : 0.5, 0.4 : 0.6, 0.6 : 0.8, 0 : 1

3. การตรวจสอบเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟตที่เตรียมได้ ดังนี้

- วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA)

- ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

- ตรวจสอบลักษณะผลึกและออสัณฐานของสาร โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

- ตรวจสอบสัณฐานและลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

1.4 แผนการดำเนินงาน

เดือน ขั้นตอน	2555							2556		
	ม.ย.	ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.
1. ศึกษาหาข้อมูล ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	←→									
2. ออกแบบการทดลองพร้อมจัดซื้ออุปกรณ์ และสารเคมี			←→							
3. ทำการสังเคราะห์สาร			←→							
4. ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคต่างๆ							←→			
5. วิเคราะห์ผลการทดลอง สรุปและรายงานผลการทดลอง									←→	

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ทราบสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

2. ได้ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับลักษณะและสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไดเมทิลอีเทอร์ (DME)

ไดเมทิลอีเทอร์ (Dimethyl Ether: DME) หรือ เมทอกซีมีเทน มีสูตร โมเลกุล คือ C_2H_6O เป็นสารออกซิเจนเนตปร ะเภทอีเทอร์ ที่สภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศจะมีสถานะเป็น แก๊สที่ไม่มีสีและติดไฟได้ง่าย สามารถทำให้อยู่ในรูปของเหลวได้ภายใต้ความดัน 6 บาร์ หรือ ที่อุณหภูมิ -25 องศาเซลเซียสที่ความดันบรรยากาศ ไดเมทิลอีเทอร์ มีคุณสมบัติคล้ายคลึงกับ

โพรเพนและบิวเทนซึ่งเป็น องค์ประกอบที่สำคัญของ แก๊สปิโตรเลียมเหลว (Liquefied Petroleum Gas: LPG) ดังแสดงในตารางที่ 2.1 เทคโนโลยีปัจจุบันจึงมีการนำ ไดเมทิลอีเทอร์มาใช้แทนแก๊สปิโตรเลียมเหลว โดยมีค่าความร้อน (Heating value) เท่ากับ 6,900 kcal/kg ซึ่งมีค่าต่ำกว่ามีเทน และโพรเพน แต่สูงกว่าเมทานอล และนอกจากนี้ยังพบว่าค่าซีเทนของไดเมทิลอีเทอร์มีค่าประมาณ 55-60 ซึ่งมีค่าสูงกว่าของน้ำมันดีเซล โดยที่ค่าซีเทนของน้ำมันดีเซล มีค่าประมาณ 40-50 ค่าซีเทนเป็นตัวบอกลักษณะในการจุดระเบิด ถ้าค่าซีเทนมากจะมีสามารถในการจุดระเบิดได้เร็ว ดังนั้นจึงสามารถใช้ไดเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงแทนน้ำมันดีเซลได้

การศึกษาผลกระทบด้านสิ่งแวดล้อม พบว่าไดเมทิลอีเทอร์ เป็นสารประกอบอินทรีย์ ระเหยง่าย (Volatile Organic Compound) แต่ไม่เป็นพิษ ไม่มีผลต่อการก่อมะเร็งและ ไม่ก่อให้เกิดการกลายพันธุ์ของสิ่งมีชีวิต มีครึ่งชีวิต ที่ ๕ ชั่วโมง การสลายตัวในชั้นบรรยากาศชั้น มาก เมื่อเทียบกับแก๊สอื่นๆที่ทำให้เกิดปรากฏการณ์เรือนกระจกและทำลายชั้นโอโซน เช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ หรือแก๊สมีเทน เป็นต้น การเผาไหม้ไดเมทิลอีเทอร์จะได้ผลิตภัณฑ์ที่สะอาด ปราศจากเขม่าและมีปริมาณแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ต่ำ เนื่องจากในโครงสร้างของโมเลกุลมีลักษณะเป็นพันธะเดี่ยว ซึ่งไม่มีพันธะระหว่างอะตอมคาร์บอน โดยมีอะตอมของออกซิเจนประกอบอยู่ระหว่างอะตอมคาร์บอนสองอะตอม ปริมาณออกซิเจนจึงเพียงพอที่จะทำให้เกิดการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ นอกจากนี้ยังเกิดแก๊สไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) ในปริมาณน้อย และไม่มีส่วนประกอบของกำมะถันจึงไม่ก่อให้เกิด แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) จึงไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

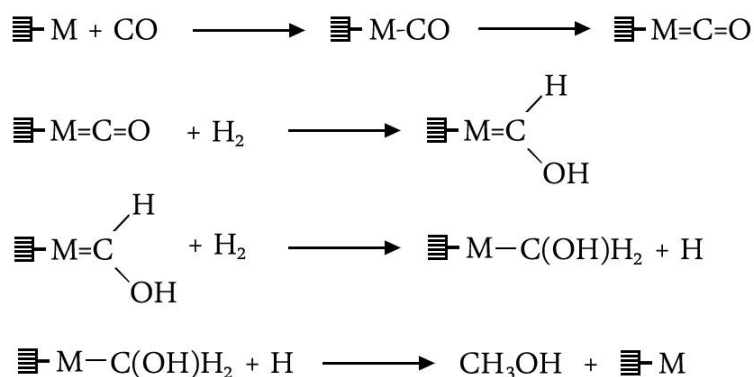
ด้วยเหตุนี้ ไดเมทิลอีเทอร์จึงเป็นพลังงานทางเลือกที่น่าสนใจ ทำให้การศึกษา ที่เกี่ยวข้องกับการใช้ไดเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงทดแทนเป็นไปได้ไปอย่างกว้างขวางมากยิ่งขึ้น

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเชื้อเพลิงของไดเมทิลอีเทอร์และเชื้อเพลิงชนิดต่างๆ [2-3]

Properties	DME	Propane	n-Butane	Methane	Methanol	Diesel
Chemical formular	CH_3OCH_3	C_3H_8	C_4H_{10}	CH_4	CH_3OH	-
Boiling point ($^{\circ}\text{C}$)	-25.1	-42.0	-0.5	-161.5	64.6	-93.2 to 96.9
Liquid Density (g/cm^3, 20°C)	0.67	0.49	0.57	-	0.79	0.84
Specific gravity (vs.air)	1.59	1.52	2.00	0.55	-	-
Vapor pressure (atm , 25°C)	6.1	9.3	2.4	246	-	-
Explosion limit (%)	3.4-17	2.1-9.4	1.9-8.4	5.15	5.5-36	0.6-6.5
Cetane number	55-60	5	10	0	5	40-50
Lower heating value (kcal/Nm^3)	14,200	21,800	28,300	8,600	-	-
Lower heating value (kcal/kg)	6,900	11,100	10,930	12,000	5,040	10,000

2.1.1 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์

การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์เกิดจากปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล (Dehydration of Methanol) ซึ่งเป็นแอลิฟาติกแอลกอฮอล์มีโครงสร้างคือ CH_3OH โดยที่เมทานอลสามารถผลิตได้จากการทำปฏิกิริยาของแก๊สสังเคราะห์ หรือก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์และ ก๊าซไฮโดรเจน ผ่านกระบวนการสังเคราะห์เมทานอลโดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาวีวิพันธ์ ซึ่งนิยมใช้โลหะคอปเปอร์-ซิงค์ ออกไซด์ แสดงดังภาพที่ 2.1

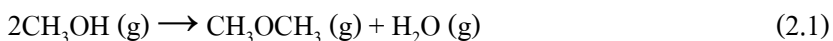


ภาพที่ 2.1 การสังเคราะห์เมทานอลจากแก๊สสังเคราะห์ที่มีโลหะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [4]

ปัจจุบันไดเมทิลอีเทอร์ สามารถผลิตได้จากรีฟอร์มมิงของก๊าซธรรมชาติ ถ่านหิน หรือชีวมวล โดย กระบวนการสังเคราะห์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 วิธีหลัก คือ การสังเคราะห์ทางอ้อมโดยผ่านกระบวนการดีไฮเดรชันของเมทานอล และการสังเคราะห์ทางตรงจากแก๊สสังเคราะห์

2.1.1.1 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ทางอ้อม

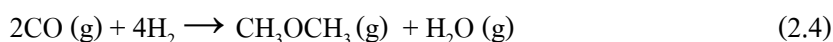
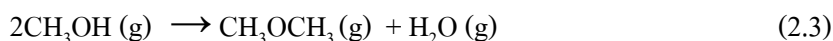
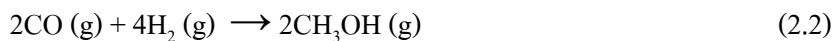
การสังเคราะห์วิธีนี้จะใช้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ และก๊าซไฮโดรเจน หรือแก๊สสังเคราะห์ที่ได้จากกระบวนการรีฟอร์มมิงของก๊าซธรรมชาติ นำมาทำปฏิกิริยาเพื่อผลิตเมทานอล โดยที่เมทานอล 2 โมเลกุลจะเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันได้ผลิตภัณฑ์เป็น ไดเมทิลอีเทอร์ และน้ำอย่างละ 1 โมเลกุล ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอลแสดงดังสมการที่ (2.1)



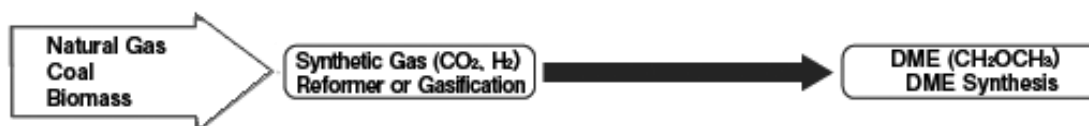
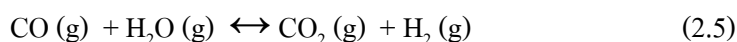
ภาพที่ 2.2 กระบวนการสังเคราะห์ DME ทางอ้อมโดยผ่านปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล [5]

2.1.1.2 การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ทางตรงจากแก๊สสังเคราะห์

กระบวนการผลิต ไดเมทิลอีเทอร์ แบบทางตรง มีข้อ ดีกว่ากระบวนการผลิต ไดเมทิลอีเทอร์ ทางอ้อม คือ ไม่จำเป็นต้องมีขั้นตอนของการสังเคราะห์เมทานอล ทำให้สามารถลดต้นทุน การผลิตลงได้ โดย ที่ การสังเคราะห์ ไดเมทิลอีเทอร์ จากแก๊สสังเคราะห์เกิดจากปฏิกิริยา ไฮโดรจิเนชัน (Hydrogenation) ร่วมกับปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration) บนตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ทำหน้าที่ 2 อย่าง (Bifunctional catalyst) โดยเริ่มจากปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของแก๊สสังเคราะห์เป็น เมทานอล ดังสมการที่ (2.2) จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยา ดีไฮเดรชัน ของเมทานอล ได้ผลิตภัณฑ์เป็น ไดเมทิลอีเทอร์ ดังสมการที่ (2.3) เมื่อรวมปฏิกิริยาแล้วจะได้ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ดังสมการที่ (2.4)



แต่ในการทำปฏิกิริยาอาจมีปฏิกิริยาวอเตอร์แก๊สชิฟ (Water-gas shift reaction) เกิดขึ้นซึ่งเป็น ปฏิกิริยาที่น้ำในระบบจะเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ ดังสมการที่ (2.5) ทำให้ ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์เปลี่ยนไปดังสมการที่ (2.6)



ภาพที่ 2.3 กระบวนการสังเคราะห์ DME ทางตรงจากแก๊สสังเคราะห์ [5]

2.1.2 การนำไคเมทิลอีเทอร์ไปใช้ประโยชน์ [6]

2.1.2.1 เชื้อเพลิงสำหรับกำเนิดพลังงานไฟฟ้า

ทั้งนี้เริ่มจากการนำแก๊สปีโตรเลียมเหลวมาใช้ในการผลิตพลังงานไฟฟ้า ซึ่ง แก๊สปีโตรเลียมเหลวมีคุณสมบัติในการลดการปล่อย แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ได้ ดังนั้นจึงมีความต้องการพลังงานจากเชื้อเพลิงประเภทนี้มากขึ้น แต่การพัฒนาการผลิตพลังงานไฟฟ้าที่ใช้ แก๊สปีโตรเลียมเหลวนั้นจำเป็นต้องใช้ระยะเวลาและต้นทุนการผลิตที่ค่อนข้างสูง ดังนั้นจึงเปลี่ยนมาเป็นการใช้ถ่านหินเป็นเชื้อเพลิงในโรงไฟฟ้า พลังงานความร้อนแทนแต่เกิดปัญหา คือ มีการปล่อย แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ออกสู่บรรยากาศมากเกินไป และมีเถ้าเกิดจากการเผาไหม้ถ่านหินด้วย ด้วยสาเหตุ นี้จึงมีการเปลี่ยนเป็นการนำถ่านหินไปทำปฏิกิริยา แก๊สซิฟิเคชันเพื่อทำเป็น แก๊สสังเคราะห์ก่อนนำไปผลิตเป็นไคเมทิลอีเทอร์ต่อไป ซึ่งการจากการใช้ไคเมทิลอีเทอร์เป็นพลังงานเชื้อเพลิง สามารถลดค่าใช้จ่ายในการผลิตพลังงานไฟฟ้าได้มากกว่า แก๊สปีโตรเลียมเหลวด้วย

นอกจากค่าใช้จ่ายการผลิตของไคเมทิลอีเทอร์จะต่ำกว่าแก๊สปีโตรเลียมเหลวแล้ว การปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ยังต่ำกว่าการใช้วิธีการเผาถ่านหินโดยตรงเพื่อเป็นพลังงาน เชื้อเพลิงอีกด้วย ซึ่งเปรียบเทียบการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สู่บรรยากาศของเชื้อเพลิงทั้ง 4 ชนิด คือ ถ่านหิน น้ำมัน แก๊สปีโตรเลียมเหลว และไคเมทิลอีเทอร์

2.1.2.2 เชื้อเพลิงสำหรับการขนส่ง

ไคเมทิลอีเทอร์สามารถใช้เป็นพลังงานเชื้อเพลิงทดแทนน้ำมันดีเซลได้ โดยค่าซีเทนของไคเมทิลอีเทอร์มีค่าประมาณ 55-60 ซึ่งมีค่ามากกว่าน้ำมันดีเซลที่มีค่าซีเทน ประมาณ 40-55 ดังนั้นถ้าหากใช้ไคเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงแทนจะสามารถเผาไหม้ได้ดีกว่าน้ำมันดีเซล นอกจากนี้ ไคเมทิลอีเธอร์ยังไม่มี ซัลเฟอร์เป็นส่วนประกอบ จึงไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม ในขณะที่เผาไหม้ เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณซัลเฟอร์ที่พบในน้ำมันดีเซลซึ่งมีปริมาณมากถึง 250 ส่วนในล้านส่วน

การใช้ไคเมทิลอีเทอร์เป็นเชื้อเพลิงสำหรับการขนส่งนั้นลดการเกิดไนโตรเจนออกไซด์อีกทั้งยังไม่เกิดซัลเฟอร์ไดออกไซด์และฝุ่น ดังนั้นจากประโยชน์ดังกล่าวได้มีการศึกษาและใช้จริงในการขนส่งของเครื่องยนต์ที่ใช้ น้ำมันดีเซลของบริษัท JFE ประเทศญี่ปุ่น พบว่า

- 1) ขณะที่เผาไหม้ไม่มีการปล่อยควันดำออกมา เนื่องจากโครงสร้างของไคเมทิลอีเทอร์ไม่มีพันธะระหว่างคาร์บอนกับคาร์บอน
- 2) การเดินเครื่องเงียบไม่มีเสียงรบกวน
- 3) ลดการปล่อยไนโตรเจนออกไซด์ ร้อยละ 20 ถึง 30

4) ลดระยะเวลาในการเผาไหม้และประสิทธิภาพของเครื่องยนต์เพิ่มมากขึ้น

2.1.2.3 เชื้อเพลิงที่ใช้ภายในบ้าน

เนื่องจากประเทศกำลังพัฒนาหลายประเทศยังมีการใช้ถ่านและไม้เป็นเชื้อเพลิงในการหุงต้มอยู่ ทำให้มีการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นจำนวนมาก ซึ่งเป็นมลภาวะทำให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อม ภายหลังจึงมีการพัฒนาใช้ แก๊สปิโตรเลียม เหลวแทน แต่ในปัจจุบันมีการศึกษาวิจัย พบว่าไดเมทิลอีเทอร์มีคุณสมบัติคล้ายคลึงกับ แก๊สปิโตรเลียมเหลว และสามารถทำให้เป็นของเหลวได้ง่ายกว่า เนื่องจากไดเมทิลอีเทอร์มีจุดเดือดที่สูงกว่า แก๊สปิโตรเลียมเหลว คือ -25 องศาเซลเซียส ส่วน แก๊สปิโตรเลียมเหลวมีจุดเดือดคือ -42 องศาเซลเซียส ทำให้ ไดเมทิลอีเทอร์ มีขั้นตอนการผลิตที่ง่าย และด้วยคุณสมบัติที่คล้ายคลึงกันจึงไม่มีความจำเป็นในการสร้างโรงงานการผลิตเฉพาะไดเมทิลอีเทอร์ เนื่องจากสามารถใช้โรงงานที่ผลิต แก๊สปิโตรเลียมเหลวได้โดยตรง นอกจากนี้ยังสามารถจัดเก็บและขนส่งได้ง่ายกว่าแก๊สปิโตรเลียมเหลวอีกด้วย

2.1.2.4 เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel Cell) ทำงานโดยเปลี่ยนพลังงานเคมีให้เป็นไฟฟ้าและความร้อนที่สามารถนำไปใช้ได้เลย โดยไม่มีการสันดาป จึงมีประสิทธิภาพมากในการลดไอเสีย หลักการของเซลล์เชื้อเพลิงคือปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างไฮโดรเจนและออกซิเจน แล้วให้กำเนิดไฟฟ้าและความร้อน

การผลิตเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับรถยนต์นั้นมักใช้มีเทน เมทานอล เอทานอล และ แก๊สโซลีน แต่ มีเทน เอทานอล และแก๊สโซลีน ต้องใช้ความร้อนสูงในการทำปฏิกิริยาเพื่อได้ค่าร้อยละการแปลงผันเป็นไฮโดรเจนสูง แต่สำหรับไดเมทิลอีเทอร์ สามารถผลิตแก๊สไฮโดรเจนได้ปริมาณมากแม้จะใช้อุณหภูมิในการผลิตต่ำ โดยมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับเมทานอล

2.2 การเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous Catalytic Reaction) [7]

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กันมากในอุตสาหกรรม คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ วิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalytic reaction) ซึ่งโดยทั่วไปมีลักษณะเป็นของแข็ง ใช้เร่งปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นเป็นของเหลวหรือแก๊ส เพราะตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็ง นั้นมีความแข็งแรงเชิงกล ทนทานต่อความดันและอุณหภูมิสูง สามารถแยกออกจากสารผลิตภัณฑ์และสารตั้งต้นได้ง่าย

2.2.1 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยามีวิวัฒนาการส่วนใหญ่ประกอบด้วย 2 องค์ประกอบหลัก คือ สารว่องไว (Active Component) เพื่อช่วยให้ทำปฏิกิริยา และตัวรองรับ (Support) หรือตัวพา (Carrier) ซึ่งมักเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสูง เพื่อให้ช่วยต่อการกระจายตัวของสารว่องไวต่อการทำปฏิกิริยามากขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยาบางตัวอาจมีองค์ประกอบที่ช่วยส่งเสริมการเร่งปฏิกิริยาให้ดีขึ้นเรียกว่าตัวสนับสนุนหรือโปรโมเตอร์ (Promoter) ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารที่ใส่ไปในปริมาณน้อยเพื่อเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเคมีหรือกายภาพของสารว่องไวหรือตัวรองรับ ซึ่งอาจเพิ่มความว่องไว (Activity) สัดส่วนการเลือกทำปฏิกิริยา และเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.2.2 สารว่องไว

สารว่องไวแบ่งออกเป็น 4 กลุ่มตามหน้าที่หลัก ดังรายละเอียดต่อไปนี้

2.2.2.1 โลหะ

มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาต่างๆ ได้แก่ ปฏิกิริยา ไฮโดรจิเนชัน ปฏิกิริยา ไฮโดรจิโนไลซิส และปฏิกิริยาออกซิเดชัน เช่น นิกเกิล แพลเลเดียม แพลทินัม คอปเปอร์ และซิลเวอร์ การที่โลหะเร่งปฏิกิริยา ไฮโดรจิเนชันได้ เป็นเพราะโมเลกุลของแก๊สไฮโดรเจนถูกดูดซับแบบแตกตัว บนโลหะเหล่านี้ได้และเกิดปฏิกิริยาได้ทันที พันธะที่เกิดขึ้นบนผิวหน้าไม่แข็งแรงมากเกินไป โมเลกุลของไฮโดรเจนจะแตกตัวได้ทันทีบนแพลเลเดียม นิกเกิล โคบอลต์ และ อีรอน แม้ว่าโลหะบางตัวสามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันได้เนื่องจากมีความสามารถในการดูดซับแก๊สออกซิเจน แต่โดยทั่วไปไม่สามารถนำโลหะบริสุทธิ์มาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันได้เนื่องจาก โลหะมักจะถูกเปลี่ยนรูปไปเป็นออกไซด์ที่มีความเสถียรสูงในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา มีเพียงโลหะโลหะหมู่ ทรานซิชันเท่านั้น ได้แก่ รูทีเนียม โรเดียม แพลเลเดียม ออสเมียม เอริเดียม แพลทินัม โกลด์ และซิลเวอร์ ที่มีความต้านทานการเกิดเป็นออกไซด์ได้ โดยแพลเลเดียมและแพลทินัมเป็นตัวที่สำคัญที่สุด

2.2.2.2 โลหะออกไซด์

โลหะออกไซด์ แบ่งเป็น 2 กลุ่ม คือ กลุ่มที่เร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันบางส่วน และปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ เช่น สารประกอบเชิงซ้อน โมลิบดีนัม และออกไซด์ของโลหะผสม ออกไซด์ประเภทนี้มีโครงสร้างเป็นแบบไอออนิกซึ่งมีจำนวนออกซิเจนไม่แน่นอน ซึ่งออกซิเจนเคลื่อนย้ายออกมาจากโครงสร้างผลึกได้ อีกกลุ่มคือ กลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยาที่เร่งปฏิกิริยาการดีไฮโดรเจนออก ได้แก่ Fe_2O_3 , ZnO และ $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยากลุ่มนี้ออกซิเจนสามารถจับอยู่กับโลหะอย่างแข็งแรงและจะต้องไม่ถูกรีดิวซ์ โดยไฮโดรเจน ณ อุณหภูมิที่ใช้ในภาวะของการเกิดปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันจะไม่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีสำหรับปฏิกิริยาการดีไฮโดรเจนออก

2.2.2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรด ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดสามารถเร่งปฏิกิริยาได้หลายชนิดมักประกอบด้วยธาตุ 2 ชนิดขึ้นไปเชื่อมต่อกันอย่างแข็งแรงด้วยอะตอมของออกซิเจน เช่น สารประกอบของ ซิลิกา-อะลูมินา สารประกอบซีโอไลต์ชนิดต่างๆ รวมถึงสารประกอบที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ของแข็งที่เป็นกรดมักเตรียม ได้จากการจับไอออนของธาตุแฮโลเจน ไว้ในโครงสร้างอะลูมินา ชนิดของกรดอาจเป็นแบบ กรดLewisหรือกรด Bronsted หรือทั้งสอง แบบรวมกัน ปฏิกิริยาที่เร่งด้วยกรดมักจะขึ้นกับความแรงและธรรมชาติของกรด แต่ไม่ขึ้นอยู่กับชนิดของอะตอมที่มีอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยามากนัก

2.2.2.4 โลหะและกรด

โลหะและกรด หรืออาจเรียกได้ ว่าเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำหน้าที่ 2 อย่าง (Bifunctional catalyst) ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทนี้ประกอบด้วยโลหะและองค์ประกอบที่เป็นกรดทั้งสอง องค์ประกอบต่างก็เร่งขั้นตอนในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาแต่อาจเร่งในขั้นตอนที่แตกต่างกัน

2.2.3 ตัวรองรับหรือตัวพา

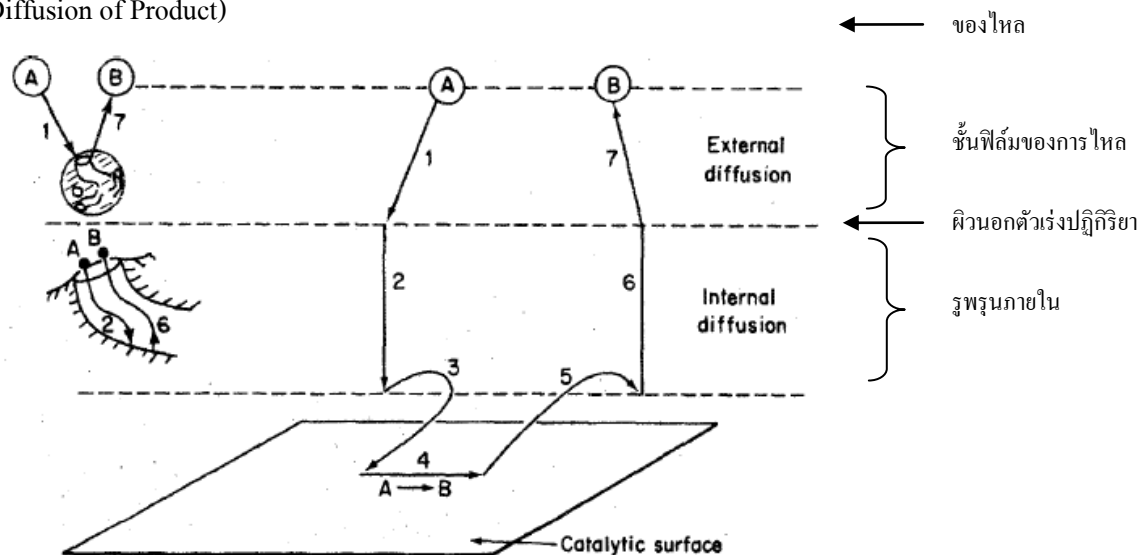
สมบัติที่สำคัญที่สุดของตัวรองรับหรือตัวพา คือ การมีพื้นที่ผิว ใหญ่สำหรับ สารกัมมันต์ บางครั้งอาจทำหน้าที่ในการเร่งปฏิกิริยาด้วย ตัวเร่งปฏิกิริยามีวิวิธพันธุ์ที่พบบ่อยจะเป็นแบบตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีหลายวัฏภาค (Multiphasic Catalyst) โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาจับอยู่บนตัวรองรับซึ่งมีพื้นที่ผิวสูง ตัวอย่างเช่น ซิลิกา อะลูมินา ถ่านกัมมันต์ ซีโอไลต์ และไทเทเนียม เป็นต้น

2.2.4 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาในปฏิกิริยามีวิวิธพันธุ์ [8]

กลไกของการถ่ายเทมวลสารซึ่งจะเข้าทำปฏิกิริยาบนผิวตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบไปด้วย 7 ขั้นตอน ได้แก่

- 1) สารตั้งต้นแพร่ผ่านชั้นฟิล์มไปยังผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา (External Diffusion)
- 2) สารตั้งต้นแพร่เข้าสู่ภายในรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (Internal Pore Diffusion)
- 3) การดูดซับ (Adsorption) ของสารตั้งต้นบนตำแหน่งที่จับกัมมันต์ (Active Site)
- 4) สารตั้งต้นทำปฏิกิริยาบนจุดกัมมันต์ (Surface Reaction)
- 5) การคายซับผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นออกจากจุดกัมมันต์ (Desorption of Product)
- 6) สารผลิตภัณฑ์แพร่ออกจากรูพรุนภายในไปยังผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา (Internal Pore Diffusion of Product)

7) สารผลิตภัณฑ์ แพร่ผ่านชั้นฟิล์มของไหลไปยังของไหลภายนอกตัวเร่งปฏิกิริยา (External Diffusion of Product)



ภาพที่ 2.4 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวិวิพันธ์ [8]

กระบวนการข้างต้นสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ ขั้นตอนการแพร่ ได้แก่ ขั้นตอนลำดับที่ 1, 2, 6 และ 7 ซึ่งเป็นกระบวนการทางกายภาพ และขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ ขั้นตอนลำดับที่ 3, 4 และ 5 ซึ่งเป็นกระบวนการทางเคมี จากการที่สารตั้งต้นจะต้องมีการแพร่จากภายนอกไปยังพื้นผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจะต้องอาศัยความแตกต่างระหว่างความเข้มข้นที่พื้นผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา และภายนอกชั้นฟิล์มของไหล หากอัตราการไหลของสารป้อนเข้าจะทำให้เกิดความต้านทานการแพร่ของสารตั้งต้นมาก สารตั้งต้นจะเคลื่อนที่ผ่านชั้นฟิล์มไปยังผิวภายนอกของตัวเร่งปฏิกิริยาได้น้อย

ในตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีรูพรุน สารตั้งต้นจะแพร่ผ่านเข้าไปในรูพรุนและในขณะเดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาไปพร้อมกับการแพร่ ถ้าสารนั้นมีโมเลกุลขนาดใหญ่ หรือรูพรุนมีขนาดเล็ก จะส่งผลให้สารตั้งต้นเคลื่อนที่ไปยังพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ยากขึ้น ซึ่งจะทำให้ความเข้มข้นของสารภายในรูพรุนนั้นน้อยกว่าความเข้มข้นของสารภายนอก นอกจากนี้ หากปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วจะทำให้ความเข้มข้นของสารภายในรูพรุนต่างจากภายนอกมากขึ้น การลดความต้านทานการแพร่ภายในรูพรุนสามารถทำได้โดยการลดขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ หรืออาจใช้การออกแบบรูปร่างของตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าช่วย เช่น ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นวงแหวนหรือผลึกเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสต่อปริมาตรของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น

2.3 โลหะฟอสเฟต

สารในกลุ่มโลหะฟอสเฟตสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ หลากหลาย เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยา สีเคลือบเซรามิก สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อน หรือปุ๋ย เป็นต้น โดยโลหะฟอสเฟตนั้นมีแหล่งที่มาสำคัญ 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ จะเรียกว่าแร่ ฟอสเฟต และเกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ขึ้นโดย หมู่ฟอสเฟตที่มักพบ เช่น Orthophosphate (PO_4^{3-}) Hydrogenphosphate (HPO_4^{2-}) Dihydrogenphosphate (H_2PO_4^-) Pyrophosphate ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) และ Cyclotetraphosphate ($\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) เป็นต้น สำหรับแร่ฟอสเฟตที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจะเกิดผ่านกลไกที่เร็วกว่า กระบวนการเฟอร์โรไลซิส (Ferrolysis Process) ด้วยสภาพความเป็นกรด-เบส ระยะเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสม โดยที่ตะกอนโลหะฟอสเฟตมีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อย ส่วนโลหะฟอสเฟตที่เกิดจากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการด้วยวิธีต่างๆ เป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตหมู่ที่ต้องการได้ โดยมีงานวิจัยสนใจสังเคราะห์โลหะฟอสเฟตรูปแบบต่างๆ

อย่างแพร่หลาย

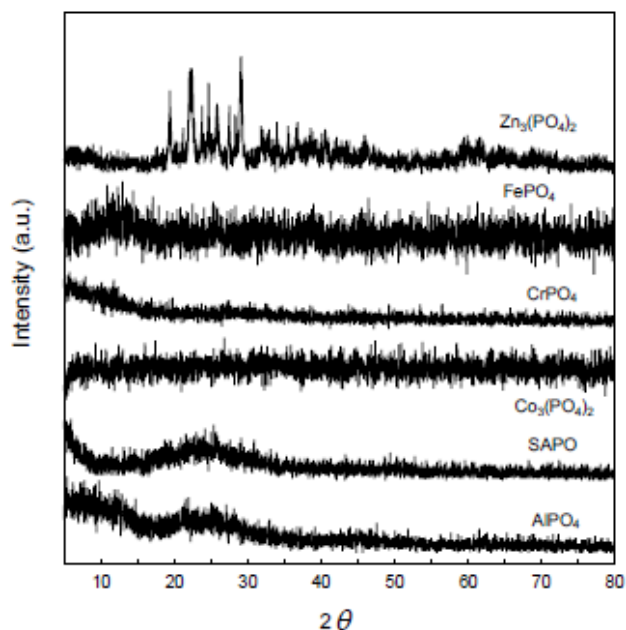
A. Bensalem และ G. Iyer (1995) [9] ได้ทำการสังเคราะห์แมกนีเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต ($\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78\text{H}_2\text{O}$) โดยทำการเตรียมตัวอย่างด้วยการทำปฏิกิริยาระหว่างแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ที่อุณหภูมิห้องโดยผสมสารทั้งสองในน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการปั่นกวาดตัวอย่างรวดเร็ว และปรับค่า pH ให้เท่ากับ 6 โดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) จะเกิดตะกอนขึ้น แล้วกรองผ่านเครื่องกรองลดความดัน จากนั้นล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า มีระบบผลึกเป็นแบบออร์ทอโรมบิก (Orthorhombic) มีแลตทิซพารามิเตอร์ $a = 9.295$ อังสตรอม $b = 8.038$ อังสตรอม และ $c = 10.482$ อังสตรอม

Krit Lertjiamratn และคณะ (2010) [10] ได้ศึกษาความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลเพื่อผลิตไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยา อะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน โดยผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรตและกรดฟอสฟอริก ปั่นกวาดพร้อมควบคุมอุณหภูมิที่ 0 องศาเซลเซียส และปรับค่า pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียให้ pH เท่ากับ 7 และนำสารที่ได้ นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อน แล้วล้างอีกครั้งด้วยโพรพานอล จากนั้นกรองตะกอนผ่านเครื่องกรองลดความดัน อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยงานวิจัยนี้มีการเปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต กับ

ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ทำ การ พรีทรีทเมนต์ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal Pretreatment) ด้วยไอน้ำเป็นเวลา 15 นาที ซึ่งเมื่อวิเคราะห์โครงสร้างของตัว เร่งปฏิกิริยาแล้วพบว่ามีหมู่ P-OH เกิดขึ้น และเกิดการเปลี่ยนแปลงของความเป็นกรดจากแบบลิวอิสไปเป็นแบบบรอนสเตดมากขึ้น เมื่อ ดำเนินการการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ทำ การ พรีทรีทเมนต์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของเมทานอลสูงขึ้น

และต่อมาปี 2011 มานิตย์ ดวงพิชญมาตร สุธานี เนรมิตตกพงศ์ และ อาทิตย์ เนรมิตตกพงศ์ [11] ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา โลหะฟอสเฟต ต่างๆ ได้แก่ อะลูมิเนียมฟอสเฟต โคบอลต์ ฟอสเฟต โครเมียมฟอสเฟต เฟอร์รัส (III) ฟอสเฟต ซิงค์ ฟอสเฟต และซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ซึ่งเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม เพื่อศึกษาการเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล เพื่อผลิตไดเมทิลอีเทอร์ โดยศึกษาผลของอุณหภูมิ ในการเร่งปฏิกิริยาและชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา ต่อค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของ เมทานอล และค่าร้อยละการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง การเติมซิลิกาลงใน ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ทำให้ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งพบว่าชนิดของโลหะ ของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต มีผลต่อ ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอล และความเสถียรของ ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมโดยกวนสารละลายโลหะไนเตรดกับ สารละลายกรด ฟอสฟอรัสที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส และปรับค่า pH ด้วย สารละลายแอมโมเนีย ได้สารที่เป็นเจล จากนั้น นำไปล้างด้วยน้ำกลั่น กรองเอาตะกอนไปอบอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมงแล้วเผาที่ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 2 ชั่วโมง จะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต แล้วนำไปวิเคราะห์ โครงสร้างผลึก ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย เทคนิค XRD พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธี ตกตะกอนร่วมนั้น มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออสตริททั้งหมดดังภาพที่ 2.5



ภาพที่ 2.5 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต [11]

เมื่อทดสอบการเกิดปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลเพื่อให้ได้ ไคเม ทิลอีเทอร์ที่อุณหภูมิใน 300 องศาเซลเซียส ต่อระยะเวลาของ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำปฏิกิริยาอยู่ในกระแสน้ำของเมทานอลเป็นเวลา 50 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตและตัวเร่งปฏิกิริยา ซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ให้ ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอลสูงตลอดการทดลอง โดยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต นั้นจะมีค่าสูงในช่วง 5 ชั่วโมงแรก เกิดจากความใหม่ของพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่หลังจากนั้น จะลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากการสะสมอะตอมของคาร์บอนบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา และมีแนวโน้มลดลงอย่างช้าๆ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต มีแนวโน้มของ ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอล ลดลงอย่างช้าๆและต่อเนื่องตลอดการทดลอง ซึ่งจะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต ทั้ง 2 ชนิดนี้ มีความเสถียรสูงต่อการทำปฏิกิริยาการเปลี่ยนจากเมทานอลเพื่อ ผลิตไคเมทิลอีเทอร์ เมื่อใช้เมทานอลเป็นสารตั้งต้น และนอกจากนี้ยังพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดให้ค่าการเลือกเกิดที่สูงตลอดการทดลอง

ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอล จะขึ้นอยู่กับ ชนิดของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตและความเป็นกรดของ ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชันเพื่อให้ได้ไคเมทิลอีเทอร์นั้น ต้องการความเป็นกรดแบบ บปานกลาง โดยพบว่า อะลูมิเนียมฟอสเฟตมีความเป็นกรดของพื้นผิว ที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาที่สุด และนอกจากนี้ยังพบว่าการเติมซิลิกาเข้าไปในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต ส่งผลให้ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต สูงขึ้นซึ่งมีผลต่อความเสถียรของ ตัวเร่งปฏิกิริยา ในระยะเวลาที่สั้นลงมีเพียงตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตเท่านั้นที่มีความเสถียรสูงและให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอลที่สูง ตลอดระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 50 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

พบว่าไดเมทิลอีเทอร์เป็นผลิตภัณฑ์หลัก และฟอร์มัลดีไฮด์เป็นผลิตภัณฑ์รอง ค่าการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตทุกชนิดให้ค่าที่สูงประมาณร้อยละ 90

2.4 เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียม ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต มีอยู่หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีมีขั้นตอนการเตรียมและข้อดีข้อเสียแตกต่างกันไป วิธีหลักๆที่นิยมใช้กันอยู่ในปัจจุบัน โดยมีรายละเอียดโดยสรุปดังต่อไปนี้

2.4.1 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน (Precipitation) [12]

การเตรียมจากการตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมี ประเภทปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative Analysis) แบบเป็ ยกและ นิยม ใช้ในการเตรียมสารประกอบ ของเกลืออนินทรีย์ต่างๆ

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายเกิดการแยกตัวออกมาจากสารละลาย โดยอาศัยการเติมสารที่ทำให้ตกตะกอน (Precipitant) ที่เหมาะสมอย่างช้าๆ ในปริมาณที่พอเหมาะ หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถในการละลายลงทำให้ระบบมีการตกตะกอนเกิดขึ้น ซึ่งการตกตะกอนจะประกอบด้วยกลไกสำคัญคือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) ของโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลาย โดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอมสามารถที่จะทำ ให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงได้อย่างสม่ำเสมอ และนอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกัน จะทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบขึ้นกับทิศทาง (Anisotropy)

การควบคุมการตกตะกอนนั้น สามารถทำได้ด้วยการควบคุมอัตราการผสมกับอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรที่สำคัญอื่นๆ อีก ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่า pH อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่ง เพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์ เทคนิคการตกตะกอนสามารถให้วัสดุผงที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดอนุภาคเล็ก

2.4.2 เทคนิคการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)

การเตรียมด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพ วเกลือของโลหะออกไซด์ หรือพวกโลหะต่างๆ โดยปกติจะใช้น้ำ ทำให้ อยู่ในรูปของ

สารละลายหรือสารแขวนลอย ให้ความร้อนที่ อุณหภูมิและความดันสูง ซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous Powder) นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก โดยทั่วไปจะมีขนาดประมาณ 10-12 นาโนเมตร มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูงและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลนี้จะมี ความแตกต่างจากเทคนิคการตกตะกอน คือ ต้องใช้อุณหภูมิและความดันสูงในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะใกล้เคียงกับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤติของน้ำ คือ 374 องศาเซลเซียส และความดัน ประมาณ 20 เมกะปาสกาล จึงต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดความดันไอน้ำ (Autoclave)

2.4.3 เทคนิคการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel)

การเตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล (Sol-gel) เป็นวิธีหนึ่งที่มีความนิยมนิยมมาก เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพในการเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล และนอกจากนี้ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น ตัวดูดซับ (Absorbents) แผ่นฟิล์มบาง (Thin Films) การเคลือบวัสดุ (Coating) และวัสดุชีวภาพ (Biomaterials) เป็นต้น ซึ่งการเตรียมผงด้วยเทคนิคโซล-เจล ประกอบไปด้วยขั้นตอนหลักดังต่อไปนี้

1) เตรียมโซลจากการผสมสารตั้งต้นขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่าง ๆ ในปริมาณที่เหมาะสมในของเหลว แล้วทำให้อนุภาค มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร (มีสภาพเป็นคอลลอยด์แบบเสถียร)

2) ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปล่อยทิ้งไว้ เป็นเวลานานหรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (Electrolyte) ที่เหมาะสมลงไป เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างพันธะที่เชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติ คล้ายคลึงกับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (Polymerization) จะเป็นกลไกที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกันไม่ให้เกิดการแยกออกไป กองอยู่อีกด้านใดด้านหนึ่งมากเกินไป ปกติด้วย ในการเกิดเจล (Gelation) จะอาศัยกลไกการสลายตัวด้วยน้ำ (Hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (Condensation) เป็นสำคัญ

3) ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในเจลออกไป (Dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่ง หรือหลุดแยกไปจากกันในระหว่างที่มีการทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกไปจากตัวเจลภายใต้สภาวะยิ่งยวด (Supercritical State) หรือภาวะวิกฤติมิติเกิน (Hypercritical State) นั้นแทบจะทำให้ไม่มีการหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัว ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยเจลที่แห้งแล้วให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

4) ทำการเคลือบชั้นเจลที่ปราศจากน้ำ ให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบ ตามต้องการ ผงที่เตรียมได้โดยวิธีโซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กละเอียดมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตรและมีพื้นที่ผิวมาก การเผาไหม้ให้เกิดการเกาะตัวจึงสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ

2.4.4 เทคนิคการเตรียมจากการเผาไหม้ของแข็ง (Solid State Combustion)

การเตรียม ด้วยวิธีการเผาไหม้ที่ สถานะของแข็ง เป็นวิธีการที่อาศัยการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารตั้งต้นที่สถานะเป็นของแข็งผสมกันอยู่ วิธีนี้สามารถเตรียมได้ โดยการนำสารตั้งต้นที่เป็นของแข็ง มาชั่งน้ำหนักให้ได้สัดส่วนตามต้องการ แล้วนำมาบดผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นให้ความร้อนเพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกัน แล้วเกิดเป็นชนิดใหม่ขึ้นมา กระบวนการดังกล่าวเรียกว่า การเผา (Calcination)

มีปัจจัยอยู่หลายประการที่มีอิทธิพลต่อการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ระหว่างอนุภาคผงของตัวทำปฏิกิริยา เช่น ธรรมชาติ ทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาและสารที่เกิดขึ้นใหม่ ขนาดของอนุภาค ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาค ความแตกต่างของอนุภาคในวัสดุผสม ความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุผสม สภาพของบรรยากาศ อุณหภูมิและระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา โดยทั่วไปแล้ว ถ้าใช้อนุภาคของวัสดุผงที่มีขนาดใหญ่ อัตราการเกิดปฏิกิริยาในวัสดุผสมก็จะลดลง เนื่องจากอนุภาคของวัสดุผงต้องเคลื่อนที่ด้วยระยะทางที่ไกลขึ้น นอกจากนี้คุณภาพของการผสมอนุภาค ของตัวทำปฏิกิริยาก็มีผลต่อระยะทางในการแพร่และจำนวนผิวที่อนุภาคสัมผัสกันด้วย

การเตรียมวัสดุผงจาก การเผาไหม้ ของแข็งมีค่าใช้จ่ายค่อนข้างน้อย แต่วัสดุผงที่เตรียมได้ มักจะมีปัญหาเรื่องการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน ขนาดใหญ่ (Agglomeration) ทำให้ต้องมีการบดย่อยลดขนาดอยู่เสมอ จึงมีโอกาส ทำให้วัสดุผงที่เตรียมได้มีสารแปลกปลอม (Contamination) ปะปนมาด้วย และเมื่อนำไปใช้อาจจะทำให้เกิดเฟสที่ไม่ต้องการเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์ได้

2.4.5 เทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) [13]

เป็น กระบวนการที่จะนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ตำแหน่ง แลตทิซภายในโครงสร้างสารโลหะฟอสเฟตทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ที่เรียกว่า ทวิโลหะฟอสเฟต (Binary Metal Phosphates) ซึ่งหลักการจะคล้ายกับวิธีตกตะกอนแบบธรรมดา คือ เตรียมสาร ละลายโลหะสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อจะทำให้เกิดตะกอน

การตกตะกอนร่วมแบ่งเป็น 3 แบบ คือ แบบแทนที่ในแลตทิซ ผลึก แบบดูดซับที่ผิว (Surface Adsorption) และแบบดูดซับสารอื่นไว้ในผลึก (Occlusion)

1) การตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก

เป็นการตกตะกอนร่วมที่เกิดขึ้นโดยตะกอนที่เกิดขึ้นมีสารปนเปื้อนเข้าไปอยู่ในแลตทิซผลึกของตะกอนโดยไม่ทำให้รูปร่างของผลึกเปลี่ยนไป การตกตะกอนร่วมแบบนี้ตะกอนและสารปนเปื้อนจะต้องมีสูตรโครงสร้างหรือโครงสร้างของผลึกเหมือนกัน ไอออนของสารประกอบชนิดหนึ่ง สามารถไปแทนที่ ไอออนของสารประกอบอีกชนิดหนึ่ง ที่อยู่ในโครงผลึกได้โดยไม่ทำให้รูปร่างของผลึกเปลี่ยนไปเราเรียกสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกเหมือนกันว่าไอโซมอร์ฟัส (Isomorphous) และเรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่าภาวะรูปร่างเหมือนกัน (Isomorphism) ในการแก้ไขปัญหการตกตะกอนร่วมแบบแทนที่ในแลตทิซผลึก สามารถทำได้โดยแยกไอออนที่เป็นสารปนเปื้อนออกไปก่อน หรือไม่ใช้สารละลายที่มีไอออนเหล่านี้

2) การตกตะกอนร่วมแบบดูดซับที่ผิว

การตกตะกอนร่วมแบบนี้ ที่ผิวของตะกอนจะมีชั้นดูดซับปฐมภูมิ ที่มีไอออนที่เป็นไอออนร่วมของตะกอนและไอออนที่ถูกดูดซับไว้ในชั้นที่สองหรือชั้นทุติยภูมิ จะเป็นแกนเตอร์ไอออนซึ่งสามารถรวมเป็นสารประกอบที่มีสภาพการละลายได้น้อยที่สุดกับไอออนในชั้นดูดซับปฐมภูมิ สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้จะมีปริมาณมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสิ่งต่อไปนี้คือ

2.1) พื้นที่ผิวของตะกอน สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอนจะมีมากถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวมาก และถ้าตะกอนมีพื้นที่ผิวน้อย สารปนเปื้อนจะถูกดูดซับไว้ได้น้อย สำหรับตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็กต่อจำนวนน้ำหนักของตะกอนเท่ากันดังนั้นตะกอนที่มีขนาดใหญ่จะดูดซับสารปนเปื้อนไว้ได้น้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็ก

2.2) ประจุของตะกอน ตะกอนที่มีประจุบวก สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแอนไอออนแต่ตะกอนจะมีประจุลบ สารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับเป็นแคตไอออน ทั้งนี้ตะกอนจะเลือกดูดซับไอออนที่ให้สารประกอบที่มีสภาพละลายต่ำได้

2.3) องค์การแตกตัวของ แลตทิซไอออนกับไอออนของสารปนเปื้อน ถ้ามีค่ามากจะทำให้เกิดการปนเปื้อนน้อย แต่ถ้ามีค่าน้อยจะทำให้เกิดการปนเปื้อนมาก

2.4) ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่าน้อย ปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าน้อย แต่ถ้าความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับมีค่ามากปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่ามากแต่เมื่อความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับถึงจุดๆหนึ่ง ปริมาณสารที่ถูกดูดซับไว้ด้วยตะกอนจะมีค่าคงตัว เพราะไม่มีพื้นที่ผิวในการดูดซับอีก

3) การตกตะกอนร่วมแบบจับสิ่งอื่นไว้ในผลึก

การตกตะกอนร่วมแบบนี้เกิดจากสารปนเปื้อนเข้าไปสอดแทรกภายในผลึกของตะกอนในกระบวนการตกตะกอนเนื่องจากข้างในผลึกมีโพรงมาก ผลึกโตเร็วเกินไปหรือตกตะกอนเร็วเกินไป การย่อยตะกอนจะช่วยให้สารปนเปื้อนหลุดออกมาได้บ้าง ส่วนการล้างตะกอนไม่สามารถกำจัดสิ่งปนเปื้อนออกได้ แต่การตกตะกอนซ้ำโดยการละลายตะกอนแล้วให้ตกตะกอนใหม่ซ้ำอีกครั้งหนึ่งจะทำให้ตะกอนมีความบริสุทธิ์มากขึ้น

2.4.6 เทคนิคการเตรียมจากคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Irradiation)

กระบวนการเตรียมโดยไมโครเวฟ เป็นกระบวนการที่ให้ความร้อนด้วยตัวมันเองที่เกิดขึ้น โดยผ่านการดูดซึมพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้า เนื่องจากสารจะดูดซึมพลังงานไมโครเวฟโดยตรง จึงทำให้ได้รับความร้อนอย่างสม่ำเสมอ รวดเร็ว ใช้อุณหภูมิต่ำกว่าที่จำเป็น โดยทั่วไปจะค่อนข้างใช้เวลาน้อย ในการสังเคราะห์ นอกจากนี้ยังไม่ซับซ้อน และประหยัดพลังงาน โดยได้มีการพัฒนาและนิยมนำมาใช้สำหรับซีโอไลต์ และวัสดุเซรามิกทั่วไป ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีที่นิยมใช้อื่นๆ จะเห็นได้ว่าวิธีนี้ใช้เวลาสั้นในการสังเคราะห์ ขนาดผลผลิตที่ได้มีขนาดเล็ก มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคแคบ ความบริสุทธิ์สูง และมีรูปร่างหลากหลาย

2.5 เทคนิคตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาเอกลักษณ์ของคอปเปอร์ไฟโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$) นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$) และคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$) โดยใช้เทคนิคต่างๆ ดังต่อไปนี้

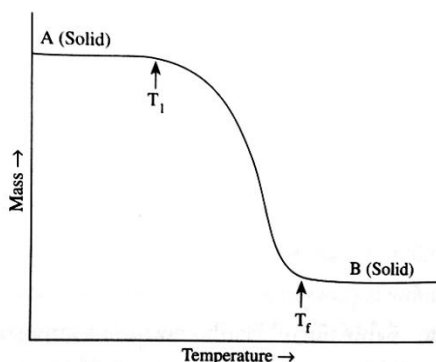
2.5.1 การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric Analysis, TGA) [8]

เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการวัดมวล (Mass) ของสารซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิหรือเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิในขณะที่สารได้รับความร้อนตามอุณหภูมิที่ตั้งโปรแกรมไว้ โดยที่ Thermogravimetry มีวิธีการทำด้วยกันอยู่ 3 วิธีคือ

- 1) ใช้ Isothermal Thermogravimetry วิธีการนี้ใช้วัด Sample mass เป็นฟังก์ชันกับเวลาที่อุณหภูมิคงที่
- 2) ใช้ Quasi-iso Thermal Thermogravimetry วิธีการนี้สารตัวอย่างจะถูกเผาจนได้มวลคงที่ในแต่ละชุดเมื่อใช้อุณหภูมิเพิ่มขึ้น

3) ใช้ Dynamic Thermogravimetry วิธีการนี้สารตัวอย่างจะถูกเผาในสิ่งแวดล้อมที่มีอุณหภูมิหลากหลายเมื่อใช้อัตราคงที่ที่ได้ศึกษามาก่อน ปกติจะใช้อัตราที่เป็นเส้นตรง (Linear Rate) โดยวิธีนี้เป็นวิธีที่นำไปประยุกต์อย่างกว้างขวางที่สุด

ลักษณะเฉพาะของขั้นตอนแรกของกราฟมวลที่ลดลงได้แสดงไว้ในภาพที่ 2.6 อุณหภูมิสองช่วงอาจจะถูกเลือกให้เป็นลักษณะเฉพาะของปฏิกิริยา Non-iso Thermal ในขั้นตอนแรกได้ให้ T_i เป็นอุณหภูมิเริ่มต้นหรืออุณหภูมิของการสลายตัวอย่างเป็นทางการ (Procedural Decomposition Temperature: PDT) ซึ่งให้คำนิยามได้ว่าเป็นอุณหภูมิที่ผลรวมของมวลที่เปลี่ยนไปมีค่ามากพอที่จะทำให้เครื่องมือสามารถตรวจวัดได้ และ T_f เป็นอุณหภูมิสุดท้ายที่ผลรวมของมวลที่เปลี่ยนแปลงไปมีค่าสูงสุดครั้งแรกซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาที่สิ้นสุดลง ที่อัตราการให้ความร้อนที่เป็นเส้นตรง T_f จะต้องสูงกว่า T_i และ $(T_f - T_i)$ เป็นอุณหภูมิที่อยู่ระหว่างเกิดปฏิกิริยา ดังนั้น A จะเสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า T_i และ B จะเสถียรที่อุณหภูมิสูงกว่า T_f



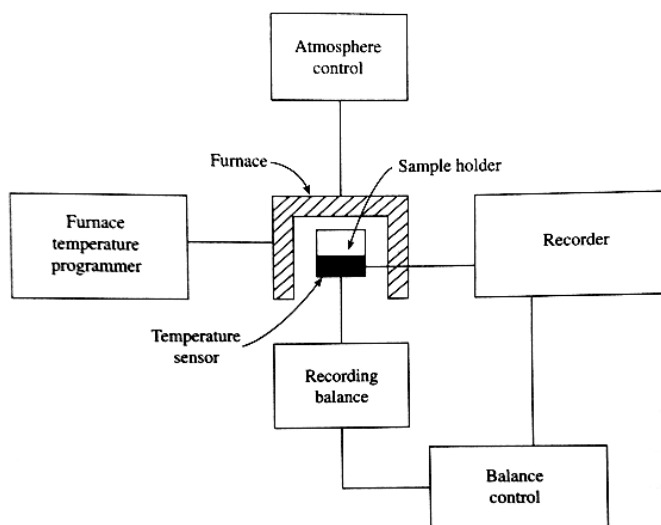
ภาพที่ 2.6 กราฟแสดงการสูญเสียน้ำหนักจากการเกิดปฏิกิริยาของสาร A เป็นสาร B [14]

เครื่องมือ Thermogravimetric ประกอบด้วยส่วนสำคัญและจำเป็น 3 อย่างคือ เครื่องชั่ง เตาเผา และ เครื่องที่ใช้ควบคุมระบบ แสดงในรูปที่ 2.7

1) เครื่องชั่ง จะต้องมีความไวต่อการเปลี่ยนแปลง (Sensitivity) สูงและเชื่อถือได้ ส่วนนี้จะอยู่ตรงกลางของเครื่อง Sensitivity ของเครื่องชั่งโดยทั่วไปจะต้องอยู่ในระดับ $1 \mu\text{g}$ และน้ำหนักสูงสุดที่รับได้คือ 1 กรัม

2) เตาเผา (Furnace) ช่วงอุณหภูมิของเตาเผานั้นขึ้นอยู่กับวัสดุที่ใช้สร้าง อุณหภูมิปกติสามารถใช้ได้ถึง 1000 องศาเซลเซียส

3) เครื่องที่ใช้ควบคุมระบบและการเก็บข้อมูล ซึ่งปัจจุบันนี้ PC ได้เข้าไปร่วมกับบริษัทผลิตเครื่องมือในทางการค้า เกือบทั้งหมด เช่น ควบคุมระบบ Heating และ Cooling การเก็บข้อมูล ตลอดจนคำนวณหาค่าการเปลี่ยนแปลงของมวลต่ออุณหภูมิ



ภาพที่ 2.7 แผนภาพของเครื่องมือ Thermogravimetric Analysis [14]

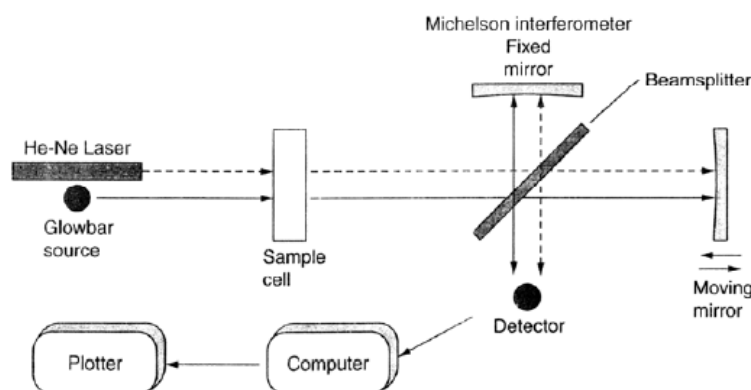
ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่อง ชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาเผาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด ซึ่งน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

2.5.2 การตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

FT-IR spectrometer (Fourier Transform Infrared Spectrometer) เป็นเครื่องมือที่พัฒนามาจากเครื่อง IR spectrometer ใช้ในการวิเคราะห์ โครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันของสาร โดยการวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Infrared Radiation) ซึ่งการดูดกลืนรังสี อินฟราเรด ของสาร ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงพลังงานในการสั่นของโมเลกุล

มีหลักการทำงานและการวิเคราะห์คือ รังสีอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิด (IR source) จะถูกฉายไปยัง Interferometer ซึ่งตัวที่นิยมใช้คือ Michelson Interferometer ประกอบไปด้วย ตัวแยกลำรังสี

(Beam Splitter) กระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ (Moving mirror) และกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ (Fixed Mirror) โดยกระจกทั้งสองตั้งฉากกัน ที่ตัวแยกลำรังสีแสง ลำรังสีครึ่งหนึ่งจะทะลุผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ ส่วนอีกครึ่งหนึ่งจะสะท้อนไปยังกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ จากนั้นลำรังสีก็จะสะท้อนจากกระจกกลับมาวมกันที่ตัวแยกลำรังสี เกิดการแทรกสอดขึ้น ลำรังสีจะผ่านไปยังตัวอย่าง และในที่สุดก็จะตกลงบนเครื่องตรวจวัด



ภาพที่ 2.8 ระบบ Michelson Interferometer ใน FT-IR สเปกโตรมิเตอร์ [15]

รังสีอินฟราเรด เป็นช่วงหนึ่งของสเปกตรัมของการแผ่ รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีเลขคลื่น (Wave Number) ประมาณ $12,800-10 \text{ cm}^{-1}$ หรือความยาวคลื่นจาก $0.78-1000 \text{ }\mu\text{m}$ โดยรังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง คือ

1) รังสีช่วงอินฟราเรดใกล้ (Near IR Region) มีช่วงเลขคลื่น $12,800-4000 \text{ cm}^{-1}$ เป็นช่วงที่อยู่ใกล้กับช่วงวิสิเบิล พบ ว่าแถบการดูดกลืน (Absorption Band) ที่ได้ค่อนข้างต่ำ มีประโยชน์ในการวิเคราะห์หาปริมาณของกลุ่มหมู่ฟังก์ชัน และศึกษาโครงสร้างโมเลกุล

2) รังสีช่วงอินฟราเรดกลาง (Middle IR region) มีช่วงเลขคลื่น $4000-200 \text{ cm}^{-1}$ โดยช่วงนี้แบ่งออกเป็น Group Frequency Region และ Finger Print Region โดยที่ Group Frequency Region มีเลขคลื่นอยู่ระหว่าง $4000-1300 \text{ cm}^{-1}$ สเปกตรัมที่ได้ในช่วงนี้ส่วนใหญ่ได้จากพวก หมู่ฟังก์ชัน แต่ไม่ให้โครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์ ส่วน Finger print region จะมีเลขคลื่นอยู่ระหว่าง $1300-200 \text{ cm}^{-1}$ สเปกตรัมที่ได้ส่วนใหญ่เกิดจากโครงสร้างของโมเลกุลที่สมบูรณ์ ดังนั้นสเปกตรัมที่ได้จึงค่อนข้างยุ่งยาก การวิเคราะห์จึงต้องใช้วิธีเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารที่ทราบโครงสร้างแล้ว

3) รั้งสีช่วงอินฟราเรดไกล (Far IR region) มีช่วงเลขคลื่น $200-10\text{ cm}^{-1}$ ช่วงนี้มักไม่ค่อยใช้ในการวิเคราะห์เนื่องจากสเปกตรัมมักเกิดจากการสั่นของโครงสร้างหรือเกิดการหมุนของโมเลกุล

ช่วงเลขคลื่นที่ใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์นั้น เป็น รั้งสีช่วงอินฟราเรดกลาง คือ $4000-400\text{ cm}^{-1}$ กระบวนการดูดกลืน รั้งสีอินฟราเรด โมเลกุลของสารจะดูดกลืน รั้งสีอินฟราเรดได้ต้องมีลักษณะ และสถานะที่เหมาะสม คือ รั้งสี นั้นจะต้องมีพลังงานพอเหมาะพอดี ที่จะทำให้เกิด ทรานซิชัน และต้องเกิดการคู่ควบ (Coupling) พอดีระหว่างสนามไฟฟ้าจากการแผ่รั้งสี กับสารนั้น เมื่อมีการดูดกลืนพลังงานแล้วจะทำให้เกิดโมเมนต์คู่ขั้ว (Dipole Moment) ของโมเลกุลนั้นเปลี่ยนไป

ดังนั้นเมื่อใช้รั้งสีอินฟราเรดผ่านเข้าไปในโมเลกุลของสาร แล้วเกิดปรากฏการณ์ทั้งสองอย่างข้างบนนี้ เรียกสารนั้นว่า IR Active ถ้าไม่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์คู่ขั้ว แสดงว่าสารนั้นเป็น IR Inactive ถือว่าไม่มีการดูดกลืนแสง IR ถ้ามีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์คู่ขั้ว มากจะได้ IR Absorption Peak สูง หากมีการเปลี่ยนแปลงน้อยจะได้ IR Absorption Peak ต่ำ

การเตรียมสารตัวอย่าง

กรณีสารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง

1) ใช้วิธีอัดและรีดให้เป็นแผ่นบางๆ ด้วยโลหะบนแผ่นโลหะเรียบ หรือแผ่นพลาสติก หรือ บนแผ่นโลหะที่ฉาบด้วยพอลิเมอร์ที่ทนความร้อน เทคนิคนี้เหมาะที่จะใช้กับสารตัวอย่างที่เป็นพลาสติก

2) เทคนิคมัลด์ (Mull Technique) เป็นวิธีการเตรียมสารโดยการบดสารใน มินอรัลออยล์ (Mineral Oil) หรือ นูจอล (Nujol) เตรียมได้โดยใช้สารตัวอย่างประมาณ 2-3 mg บดใน โกร่งอะเกต (Agate Mortar) จากนั้นหยดนูจอล ลงไป 1-2 หยด แล้วบดต่อจนเป็นเนื้อเดียวกัน นำสารตัวอย่างที่บดได้ใส่ลงบน โซเดียมคลอไรด์วินโดว์ แล้วนำอีกแผ่นมาประกบ โดยที่นูจอล จะไม่รับกวนสเปกตรัมที่ได้ เทคนิคนี้เรียกว่า สปลิต มัลด์ (Split Mull Technique) การเตรียมสารที่เป็นของแข็งมักมีปัญหาเกี่ยวกับการกระเจิงแสง จึงแก้ปัญหาโดยการบดสารตัวอย่างให้เป็นผงละเอียดและให้แขวนลอยในของเหลวที่มีดัชนีหักเหใกล้เคียงกับของแข็งเพื่อลดการกระเจิงแสง

3) วิธีการอัดเม็ด (KBr Pellet Method) วิธีนี้ให้ของแข็งแขวนลอยในเม็ดโพแทสเซียมโบรไมด์ เตรียมโดยใช้สารตัวอย่างประมาณ 2.0 mg ผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ใน โกร่งอะเกต บดให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน ตามปกติเทคนิคนี้ควรให้สารตัวอย่างเข้มข้นประมาณ 0.1-2 % แล้วนำไปอัดด้วยความดันสูงด้วยเครื่องไฮโดรลิก จะได้สารเป็นแผ่นใสโปร่งแสง

4) เทคนิคฟิล์ม (Film Technique) ทำได้โดยตัดวางตัวอย่างให้เป็นแผ่น บางๆ โดยใช้เครื่องตัดหรือหลอม สารตัวอย่างแล้วทิ้งให้แห้งจนได้เป็นแผ่นฟิล์ม

5) วิธีเตรียมสารตัวอย่างให้เป็นสารละลาย ใช้สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง โดยให้สารตัวอย่างละลายในตัวทำละลายที่ระเหยได้ง่าย แล้วนำสารละลายนั้นเทลงบนแผ่นกระจก หรือแผ่นพลาสติก ทิ้งให้ตัวทำละลายระเหยออกไปจนได้เป็นแผ่นฟิล์ม แล้วใช้มีดตัดแผ่นฟิล์ม

กรณีสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว

ตัวอย่างที่เป็นของเหลววิเคราะห์ได้ในสภาพของเหลวที่บริสุทธิ์โดยเตรียมใส่เซลล์ที่มีความหนาพอประมาณ ถ้าใช้ตัวทำละลายต้องเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว เพื่อป้องกันไม่ให้ตัวทำละลายดูดกลืน รังสีอินฟราเรด

กรณีสารตัวอย่างที่เป็นแก๊ส

ตัวอย่างที่เป็นแก๊สใส่ในเซลล์บรรจุแก๊สที่เป็นหลอดแก้วคล้ายท่อมีหน้าต่างทำด้วยโซเดียมคลอไรด์โพแทสเซียมโบรไมด์ หรือ แคลเซียมฟลูออไรด์

ข้อดีของการใช้เทคนิคฟูริเยร์ทรานสฟอร์ม คือ ช่วยให้การวิเคราะห์หรือการวัดสเปกตรัมของสารตัวอย่างทำได้เร็วกว่าเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ธรรมดาหลายเท่า เนื่องจากการวัดด้วยเครื่องธรรมดาจะเป็นแบบวัดทีละความถี่ ส่วน FT-IR Spectrometer จะวัดที่ความถี่ต่างๆอย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้ยังสามารถช่วยให้การวิเคราะห์ง่าย และสะดวกขึ้นด้วยการใช้คอมพิวเตอร์ควบคุมการทำงาน ส่วนข้อเสีย คือ เป็นเครื่องมือที่มีราคาแพง และต้องเสียค่าบำรุงรักษาสูง [16]

2.5.3 การตรวจสอบลักษณะผลึกและสัณฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) [17]

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง ซึ่งนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุเบื้องต้น ข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะประกอบด้วยข้อมูลของชุดค่า d-spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจจับได้ ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการคำนวณหา ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice Parameters) โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) อย่างคร่าวๆ ชนิดของเฟสที่ปรากฏ ขนาดของเกรน (Grain Size) และในบางกรณียังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ ลักษณะการจัดเรียงของส่วนประกอบของโครงสร้าง (Texture Analysis) ได้อีกด้วย

รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีค่าความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร เมื่อรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกิริยากับสสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง การดูดกลืนการกระเจิงแสงหรือการเลี้ยวเบน ซึ่งปรากฏเหล่านี้จะมีลักษณะเฉพาะ ที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิด เนื่องจาก

ของแข็งที่เป็นผลึกมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบ เมื่อรังสีเอ็กซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆด้วยมุมที่เหมาะสมทำให้เกิดพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้น

ความเข้ม (Intensity, I) ของรังสีเอ็กซ์ ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ (Current, i) ความต่างศักย์ (Voltage, V) และเลขอะตอมของธาตุที่เป็นเป้า (Z) ตัวแปรทั้งหมดมีความสัมพันธ์ตามสมการ

$$I = kiZV^2 \quad \text{เมื่อ } k \text{ เป็นค่าคงที่}$$

ส่วนความถี่ของรังสี เอ็กซ์ แบบเฉพาะจะเป็นฟังก์ชันกับเลขอะตอมตามกฎของ มอสลีย์ (Moseley 's Law)

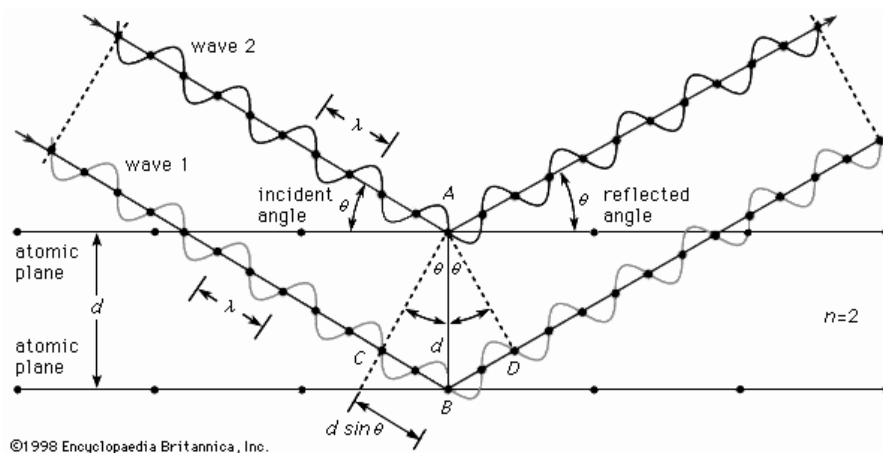
$$\nu = k(z-1)^2 \quad \text{เมื่อ } k \text{ เป็นค่าคงที่}$$

การเลี้ยวเบนของรังสี เอ็กซ์ แบ่งออกเป็นสองชนิดคือ สำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single Crystal X-ray Diffraction)

1) Powder X-ray Diffraction ซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้เนื่องจากการเกิดรังสีเอ็กซ์ Diffraction จะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุ สามารถบอกวิฤภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่ามีความเป็นผลึก หรืออสัณฐาน เทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา วิวิพันธ์ เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา รวมทั้งวิฤภาคของวัสดุได้

2) Single Crystal X-ray Diffraction หรือ X-ray Crystallography สามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะ มุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะ มุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้เนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ต้องเป็นผลึกเดี่ยว ดังนั้นขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิพันธ์นั้น

ขนาดความยาวคลื่นของรังสี เอ็กซ์ อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็ง ซึ่งทำให้รังสีเอ็กซ์สามารถเกิดการเลี้ยวเบนได้ดังแสดงในภาพที่ 2.9



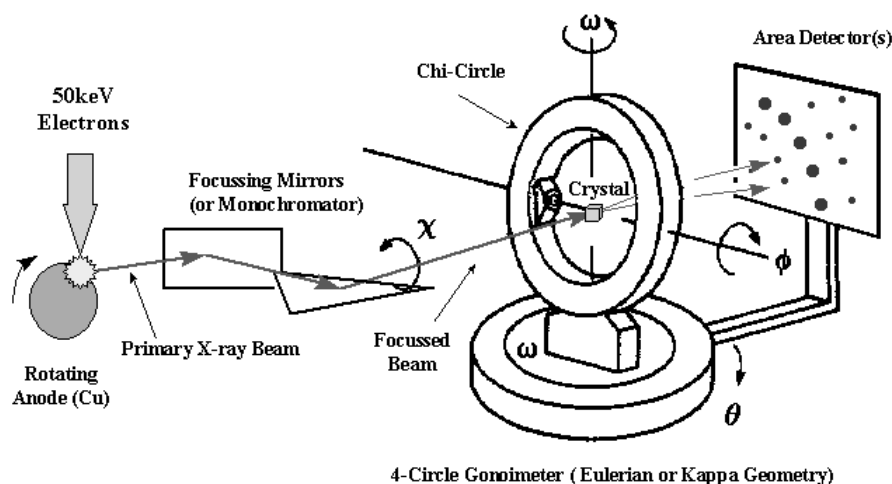
ภาพที่ 2.9 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี [18]

การเลี้ยวเบนประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรก คือ การกระเจิง (Scattering) ของรังสีตกกระทบซึ่งทำมุม θ กับผิวหน้าของของแข็ง มุมของรังสีกระเจิงจะเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ ซึ่งในแต่ละระนาบของโครงสร้างผลึกจะมีการกระเจิงของรังสี เอ็กซ์ ขั้นตอนที่สองคือ การเกิดการแทรกสอด (Interference) ของรังสีกระเจิงที่เกิดขึ้นจากระนาบต่างๆ ถ้า การแทรกสอดเป็นแบบเสริม (Constructive Interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นจากต่างระนาบตรงกัน จะทำให้รังสีกระเจิงมีค่าสูงของคลื่นเพิ่มขึ้น ซึ่งเมื่อนำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดสว่างใหญ่ขึ้น ถ้าการแทรกสอดเป็นแบบหักล้าง (Destructive Interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นต่างเฟสกัน รังสีกระเจิงจะมีค่าแอมพลิจูดลดลง เมื่อนำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดที่เล็กกว่าหรือไม่เห็นเลยถ้าเกิดการหักล้างอย่างสมบูรณ์ โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและมุมตกกระทบ สามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg' law) ดังสมการ $n\lambda = 2d\sin\theta$

โดย n คือ จำนวนเต็มที่เรียกว่าอันดับของการสะท้อน λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้ d คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึก และ θ คือมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

เครื่องมือที่ วัดการเลี้ยวเบนของรังสี เอ็กซ์ คือเครื่อง เอ็กซ์ เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer) โดยมีหลักการทำงานคือ เมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยังขั้วแคโทด ซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อน เพื่อให้ได้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอ ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมา จากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอนโนด ซึ่งเป็นโลหะที่น้ำหนัก ความร้อนได้ดี จึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมา เมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่นเข้าไปแทนที่ออร์บิทัลที่ว่าง แอนโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสี เอ็กซ์ และความร้อนจะต้องมีน้ำหล่อเย็น โดยทั่วไปรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นโดยปริมาณร้อยละ 1 ของพลังงานที่คายออกมาทั้งหมด รัง

สีเอ็กซ์ที่คายออกมาทั้งรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (Characteristic) ที่เป็น $K\alpha$ และ $K\beta$ จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการ กำจัดเอาฟิสิกของ $K\beta$ ออกไปเพื่อให้เหลือรังสีเอ็กซ์ที่มีการเลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัด (Detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีกระเจิงได้ ณ มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไป โดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer) แสดงดังภาพที่ 2.10



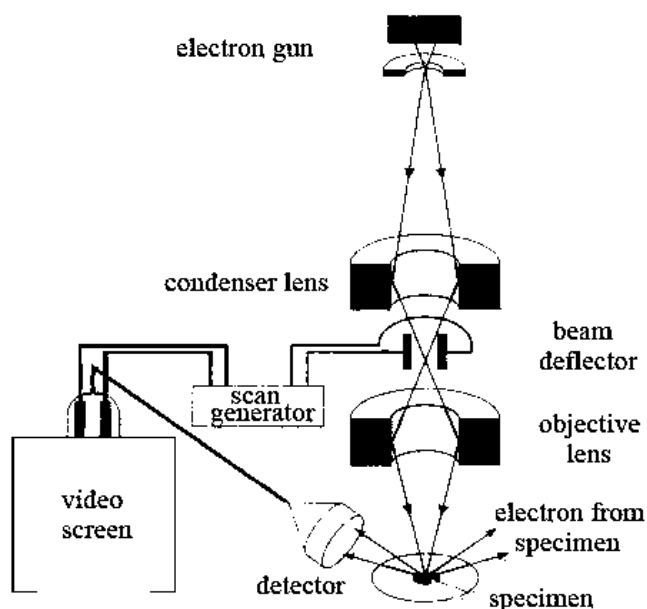
ภาพที่ 2.10 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer) [19]

2.5.4 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) [20]

Scanning Electron Microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM (เครื่อง SEM มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร) การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM ขนาดของตัวอย่าง ไม่จำเป็นต้อง บางเท่ากับ ตัวอย่างที่ต้องการตรวจวัด ด้วยเครื่อง TEM เนื่องจากไม่ได้ทำการตรวจวัดจากการที่ อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการตรวจวัด ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาพื้นฐานและรายละเอียดของ

ลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น



ภาพที่ 2.11 หลักการทำงานของเครื่อง SEM [20]

หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser Lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective Lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และ ถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอแสดงผลต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอได้

ข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM คือ ภาพโครงสร้างที่เห็นจากเครื่อง SEM จะเป็นภาพลักษณะ 3 มิติ ในขณะที่ภาพจากเครื่อง TEM จะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Fu และคณะ (2005) [21] ได้ศึกษาผลกระทบของความเป็นกรดบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ ในปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลในการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ พบว่า H-ZSM-5 และ Steam De-aluminated H-Y ซีโอไลต์ (SDY) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดแบบ บรอนสเตดสูง จะมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ในช่วงอุณหภูมิต่ำที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส มากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดแบบลิวอิส เช่น แกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) แต่เนื่องจากความเป็นกรดที่สูงของซีโอไลต์ทั้งสองชนิด ส่งผลให้เมทานอลเกิดเป็นไฮโดรคาร์บอนและโค้ก (Coke) โดยเริ่มเกิดโค้กขึ้นที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียสและเกิดมากที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส ซึ่งทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินานั้นจะให้ค่าการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์สูงเมื่ออุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศาเซลเซียส จึงได้มีการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาด้วยไทเทเนียมซัลเฟต ($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$) ทำให้สามารถเพิ่มจำนวนและความแรงของพื้นผิวความเป็นกรดแบบบรอนสเตด และเพิ่มความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชันได้นอกจากนี้ยังพบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมซัลเฟตบนแกมมาอะลูมินา ($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ในการเปลี่ยนเมทานอลไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ในช่วงอุณหภูมิ 240-320 องศาเซลเซียสจะไม่เกิดไฮโดรคาร์บอนและโค้กบนตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาให้มีความแรงแบบกรด บรอนสเตดอย่างเหมาะสมจะมีผลต่อค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของเมทานอล และเพิ่มค่าร้อยละการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ได้

ตัวเร่งปฏิกิริยา แกมมาอะลูมินานั้นได้ใช้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเคมี แต่มีข้อเสียคือเกิดการเสื่อมสภาพ จึงมีงานวิจัยที่ทำการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้น โดย Yaripour และคณะ (2005) [1] ได้ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีฤทธิ์เป็นกรด เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ผ่านปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ได้แก่ ซิลิกาไททานีย (Silica-Titania) อลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) แกมมาอะลูมินา ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) และแกมมาอะลูมินาที่ดัดแปลงด้วยฟอสฟอรัส เมื่อทำการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากเมทานอลในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ภายใต้อุณหภูมิและความดันบรรยากาศ และ GHSV 15600 h^{-1} พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของซิลิกาไททานียมีพื้นที่ผิวน้อยและความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกมมาอะลูมินา นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกมมาอะลูมินา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาที่ดัดแปลงด้วยฟอสฟอรัส ซึ่งอยู่ในรูปของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) จะให้ผลดีที่สุด คือมีค่าการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ร้อยละ 89.6 และไม่เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงอื่นๆ ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแกมมาอะลูมินาที่ดัดแปลงด้วยฟอสฟอรัส จึงได้รับความสนใจ

ต่อมา Kumar และคณะ (2006) [22] ได้ศึกษาความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ในปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอล โดยตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตเตรียมด้วยวิธีการ

ตกตะกอนร่วม และวิธีการฟุ้งเคลือบ โดยใช้อัตราส่วนของอะลูมิเนียมต่อฟอสฟอรัสเป็น 1:1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานทั้งหมด ส่วนการเตรียมโดยวิธีการฟุ้งเคลือบ ลักษณะโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับแหล่งของฟอสฟอรัสที่ใช้ เมื่อใช้กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เป็นแหล่งของฟอสฟอรัสจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน แต่การใช้แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้างแบบผลึก และเมื่อทำการทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะโครงสร้างแบบอสัณฐานจะมีความว่องไวสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้างแบบผลึก นอกจากนี้เมื่อใช้อุณหภูมิจนถึงช่วง 350 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจะมีความว่องไวมากขึ้น ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยวิธีการฟุ้งเคลือบจะมีความว่องไวลดลง เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากแบบอสัณฐานเป็นแบบผลึกขึ้น ในงานวิจัยนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความสามารถสูงที่สุดคือ ปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐานซึ่งให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของเมทานอลไปเป็น ไดเมทิลอีเทอร์สูง และมีร้อยละของค่าการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์เป็น 100 จากงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เพื่อเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของเมทานอลที่มีการใช้แหล่งฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพดี

Pongtanawat Khemthong และคณะ [23] ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ฟอสเฟตต่างๆ เพื่อใช้ในการเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน ของฟรุกโตสเพื่อผลิตไฮดรอกซีเมทิลเฟอรูโรล โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทำการสังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอน ได้เป็นคอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{CuHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) และจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 และ 900 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$) ในงานวิจัยนี้มีการเปรียบเทียบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของ คอปเปอร์ไฮโดรเจนฟอสเฟตโมโนไฮเดรต คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต และ กรดฟอสฟอริก จากการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟตมีประสิทธิภาพดีที่สุด มีค่าร้อยละการเปลี่ยนแปลงของฟรุกโตสเท่ากับ 94 และร้อยละผลิตภัณฑ์เท่ากับ 36 ดังนั้น คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟตจึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่น่าสนใจในการเร่งปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน

กฤษณ์และวัชรภรณ์ [24] ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตแบบอสัณฐานและตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตแบบอสัณฐานที่ถูกปรับปรุง ได้แก่ $(\text{Ni-Al})\text{PO}_4$, $(\text{Cr-Al})\text{PO}_4$, $(\text{Zn-Al})\text{PO}_4$ และ $(\text{Mn-Al})\text{PO}_4$ เพื่อศึกษาผลการผลิตไดเมทิลอีเทอร์ จาก เมทานอล ด้วยปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน ปฏิกิริยาเกิดขึ้นในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง นอกจากนี้ ได้มีการทดสอบค่าร้อยละการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ด้วยวิธีการเพิ่มอุณหภูมิที่ไล่ขึ้นตั้งแต่ 150 ถึง 425 องศาเซลเซียส จากการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดให้ค่าการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ที่สูง โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยา

(Ni-Al)PO₄ นั้นให้ค่าการเลี้ยวเบนของไดเมทิลอีเทอร์ประมาณ ร้อยละ 90 ในทุกชั้นอุณหภูมิ ดังนั้น นิกเกิลฟอสเฟตจึงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอีกชนิดที่น่าสนใจ

Onoda และคณะ [25] ได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลไฟโรฟอสเฟตขึ้น โดยวิธีการตกตะกอนเพื่อนำมาใช้เร่งปฏิกิริยาการสลายตัวของไตรฟลูออโรมีเทน โดยใช้สารตั้งต้นเป็นสารละลายนิกเกิลในเตรดและสารละลายโซเดียมไฟโรฟอสเฟต แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากผลจากวิเคราะห์ XRD พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ให้กราฟที่ตรงกับกราฟมาตรฐาน ทำให้สามารถยืนยันได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้เป็นนิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

Banjong Boonchom และ Naratip Vittayakorn (2010) [26] ได้ทำการสังเคราะห์คอปเปอร์ไอรอนไฟโรฟอสเฟตซึ่งเตรียมด้วยวิธีการ One Step-Thermal โดยใช้สารตั้งต้นเป็นคอปเปอร์คาร์บอเนตและเหล็กในอัตราส่วนโดยโมลเป็น 1:1 จากนั้นเติมกรดฟอสฟอริก 5 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเทาชมพู บดให้เป็นผงละเอียด แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนไม่พบฟอสเฟตไอออน (PO₄³⁻) จากนั้นล้างด้วยเมทานอลแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากผลการวิเคราะห์ FT-IR คอปเปอร์ไอรอนไฟโรฟอสเฟตจะให้สเปกตรัมที่คล้ายคลึงกับโลหะไฟโรฟอสเฟตที่ใช้โลหะชนิดเดียว (Single Metal Pyrophosphates) M₂P₂O₇ (M=Mn, Ni, Co และ Fe) โดยที่ไฟโรฟอสเฟตไอออน (P₂O₇⁴⁻) จะมีโหมดการสั่นอยู่ในช่วง 370-1400 cm⁻¹ และการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Line Broadening พบว่า คอปเปอร์ไอรอนไฟโรฟอสเฟตที่ได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 16-34 นาโนเมตร

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ($\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$) (Extra Pure grade ,Loba Chemie)
2. นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (Analytical grade, UNILAB)
3. ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) (Analytical grade, Loba Chemie)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องชั่งความละเอียด 2 ตำแหน่ง รุ่น TR-602 บริษัท Denver Instrument
2. โกร่งบดสาร (Mortar)
3. โถดูดความชื้น (Desiccator)
4. เตาเผา (Furnace) บริษัท Chavachote
5. เครื่องอัดเม็ดสารตัวอย่าง
6. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท PerkinElmer
7. เครื่องตรวจวัดตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) รุ่น FT-IR Spectrum GX บริษัท PerkinElmer
8. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer , XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AG
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น LEO 1455 VP บริษัท LEO

3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์

1. ใช้คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้น
2. ใช้ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตเป็นแหล่งฟอสเฟต

3. ชั่งคิ้วปริการบอนด์ไฮดรอกไซด์ 2.68 กรัม และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต 3.20 กรัม แล้วผสมกัน
4. บดคิ้วปริการบอนด์ไฮดรอกไซด์ และ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตในโถรงบดสารเป็นเวลา 45 นาที
5. นำของแข็งที่บดได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

1. ใช้นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต เป็นสารตั้งต้น
2. ใช้ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตเป็นแหล่งฟอสเฟต
3. ชั่งนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต 3.05 กรัม และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต 3.20 กรัม แล้วผสมกัน
4. บदनิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตในโถรงบดสารเป็นเวลา 45 นาที
5. นำของแข็งที่บดได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

1. ใช้คิ้วปริการบอนด์ไฮดรอกไซด์ และ นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต เป็นสารตั้งต้น
2. ใช้ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตเป็นแหล่งฟอสเฟต
3. ชั่งคิ้วปริการบอนด์ไฮดรอกไซด์ นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ตามสัดส่วนโมลต่างๆ ดังตารางที่ 4.2 แล้วผสมกัน
4. บดคิ้วปริการบอนด์ไฮดรอกไซด์ นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต และไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตในโถรงบดสารเป็นเวลา 45 นาที
5. นำของแข็งที่บดได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ตาราง ที่ 4.2 ตารางแสดงน้ำหนักสาร (กรัม) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์ ตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์นิกเกิลไฮโดรฟอสเฟตที่สัดส่วนโมลต่างๆ

	$\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$	$\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
$\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$	2.15	0.61	3.20
$\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$	1.61	1.22	3.20
$\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$	1.34	1.53	3.20
$\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$	1.07	1.83	3.20
$\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$	0.54	2.44	3.20

3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์

3.4.1 วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธี

เทอร์โมกราวิเมตริก (TGA)

วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของ สาร ต่อการ เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยใช้การวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวและความละเอียดสูง ในสภาวะแวดล้อมที่กำหนด วิเคราะห์ การสูญเสียน้ำหนัก รวมไปถึงวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของเฟสตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งแสดงผลเป็นกราฟการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิ

3.4.2 ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิค

อินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

วิเคราะห์โครงสร้างของสารอาศัยการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดแตกต่างกันโดยช่วง Wave Number $4000 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุลนอกจากนั้นยังเป็นช่วง Finger Print Region ซึ่งมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัว

3.4.3 ตรวจสอบลักษณะผลึกและออสัณฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อาศัยการเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่าง ที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวัฏภาค องค์ประกอบของสารตัวอย่าง

3.4.4 ตรวจสอบสัณฐานและลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

ชนิดส่องกราด (SEM)

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM อาศัยลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดจากการให้ความร้อนที่ขั้วแคโทด ยิ่งไปยังพื้นที่ผิววัตถุ เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนไปกระตุ้นให้วัตถุเกิดพลังงานมากขึ้น วัตถุจะคายพลังงานมากขึ้น ซึ่งวัตถุคายพลังงานออกมาในลักษณะลำแสงอิเล็กตรอน Back Scatter Electron

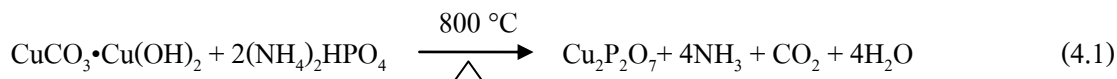
บทที่ 4

ผลการการวิจัย

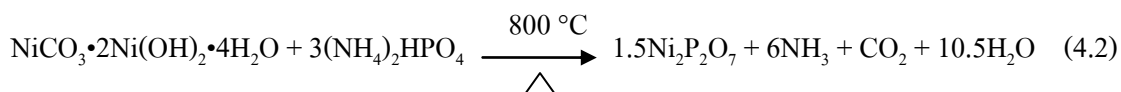
งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟต (CuNiP_2O_7) โดยวิธีการเผาไหม้ของแข็ง (Solid State Combustion) ในบทนี้นำเสนอผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา รวมถึงผลการสังเคราะห์คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต และนิกเกิลไพโรฟอสเฟตด้วย ซึ่งสารที่สังเคราะห์ได้จะถูก วิเคราะห์เอกลักษณ์ต่างๆ ได้แก่ วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric Analysis, TGA) ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) ตรวจสอบลักษณะผลึกและอสัณฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD) และตรวจสอบสัณฐานและลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) โดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์ (Synthesis Results)

การสังเคราะห์ คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ใช้สารตั้งต้นที่เป็นแหล่งของคอปเปอร์คือ คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ส่วนแหล่งของฟอสเฟตคือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง ดังสมการ



การสังเคราะห์ นิกเกิลไพโรฟอสเฟต ใช้สารตั้งต้นที่เป็นแหล่งของ นิกเกิลคือ นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ส่วนแหล่งของฟอสเฟตคือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง ดังสมการ



การสังเคราะห์คอปเปอร์นิเกิลไฟโรฟอสเฟต ใช้สารตั้งต้นที่เป็นแหล่งของคอปเปอร์คือ คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ แหล่งของนิเกิลคือ นิเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต และ แหล่งของฟอสเฟตคือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงตามสมการที่ (4.1) และ (4.2) ใช้สัดส่วนโดยโมลของคอปเปอร์และนิเกิลแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงสัดส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ต่อนิเกิลที่ใช้เป็นสารตั้งต้น

Cu	Ni
1	0
0.8	0.2
0.6	0.4
0.5	0.5
0.4	0.6
0.2	0.8
0	1

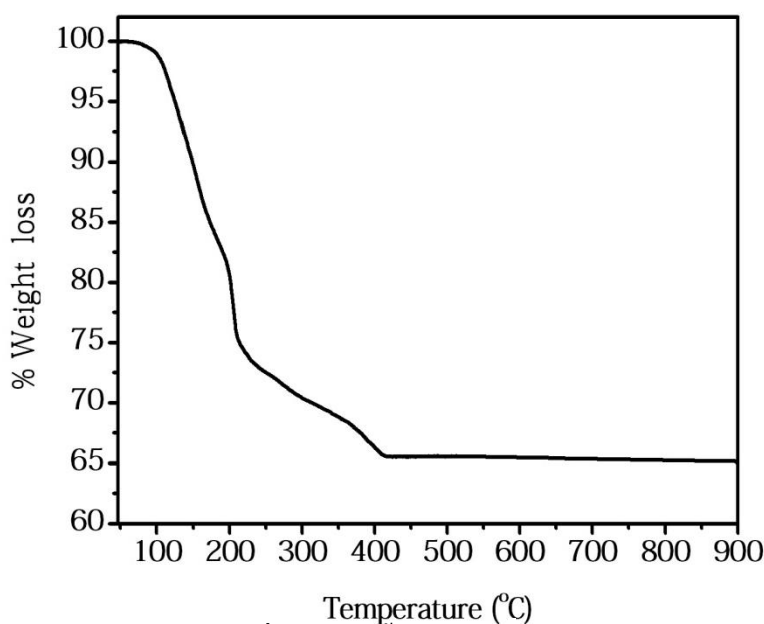
ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงปริมาณและร้อยละผลผลิต (%yield) ของคอปเปอร์นิเกิลไฟโรฟอสเฟตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีการเผาไหม้ของแข็ง

ผลิตภัณฑ์	น้ำหนักทางทฤษฎี (กรัม)	น้ำหนักจริง (กรัม)	ร้อยละผลผลิต
$\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	3.65	3.31	90.68
$\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$	3.63	3.45	95.00
$\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$	3.60	3.42	94.95
$\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$	3.59	3.49	97.21
$\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$	3.58	3.50	97.76
$\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$	3.55	3.36	94.65
$\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$	3.53	3.28	92.92

4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Charateristic Materials and Identification Method)

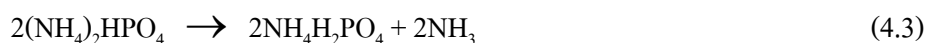
4.2.1 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA)

การ วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA) ทำให้ทราบ การสูญเสียน้ำหนัก และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง โดยข้อมูลดังกล่าวนำมา ใช้กำหนดอุณหภูมิในการเผาของ สารผสมระหว่าง คิวปรีคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ กับ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โธฟอสเฟต และสารผสมระหว่าง นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต กับ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โธฟอสเฟต จากผลการทดลองพบว่า



ภาพที่ 4.12 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ในการสังเคราะห์ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

จากภาพที่ 4.12 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักทั้งหมด 4 ช่วง ช่วงที่ 1 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 50-160 °C คิดเป็นร้อยละ 12.65 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โธฟอสเฟต ดังสมการ [27]



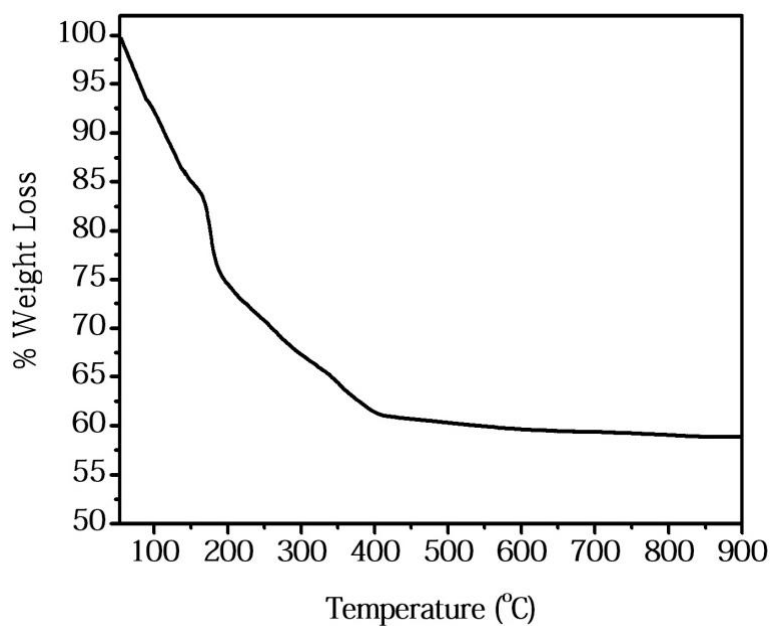
ช่วงที่ 2 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 160-205 °C คิดเป็นร้อยละ 9.28 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ดังสมการ [28]



ช่วงที่ 3 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 205-340 °C ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดฟอสฟอริกกับคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้มาจากสมการที่ (4.4) และ (4.5) ตามลำดับ โดยการสูญเสียน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 8.93 ดังสมการ [29]

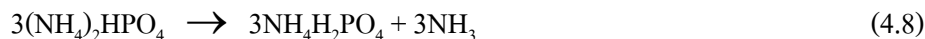


ช่วงที่ 4 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 340-900 °C คิดเป็นร้อยละ 4.13 ซึ่งเกิด คอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ดังสมการ [23]

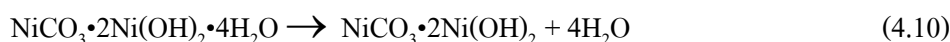


ภาพที่ 4.13 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ในการสังเคราะห์ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$

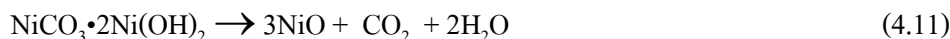
จากภาพที่ 4.13 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักทั้งหมด 5 ช่วง ช่วงที่ 1 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 50-140 °C คิดเป็นร้อยละ 13.84 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต ดังสมการที่ (4.8) และ (4.9) [27]



ช่วงที่ 2 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 140-185 °C คิดเป็นร้อยละ 9.61 ซึ่งเกิดจากการ Dehydration ของนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ดังสมการ [30]



ช่วงที่ 3 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 185-320 °C คิดเป็นร้อยละ 10.33 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ดังสมการ [30]



ช่วงที่ 4 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 340-400 °C ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยากันของ กรดฟอสฟอริกกับนิกเกิลออกไซด์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้มาจากสมการที่ (4.9) และ (4.11) ตามลำดับ โดยการสูญเสียน้ำหนักคิดเป็นร้อยละ 4.85 ดังสมการ [31]



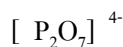
ช่วงที่ 5 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 400-900 °C คิดเป็นร้อยละ 2.52 ซึ่งเกิดนิกเกิลไพโรฟอสเฟต ดังสมการ [32]



4.2.2 ผลการตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

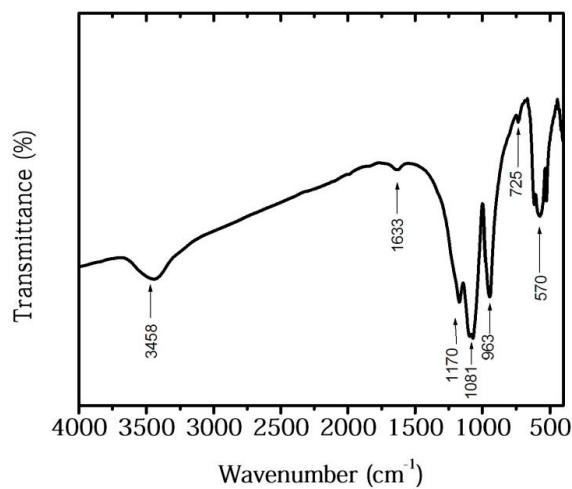
ผลการบันทึกสเปกตรัมของ FT-IR แสดงดังภาพที่ 4.14 สำหรับสารคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต ซึ่งใช้สารตั้งต้นเป็น คิวบิกคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ และแหล่งของฟอสเฟตคือไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โทฟอสเฟต และภาพที่ 4.15 สำหรับสารนิกเกิลไพโรฟอสเฟต ใช้สารตั้งต้นเป็น นิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต และแหล่งของฟอสเฟตคือ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต โดยรูปแบบการสั่น

ของหมู่ไพโรฟอสเฟต

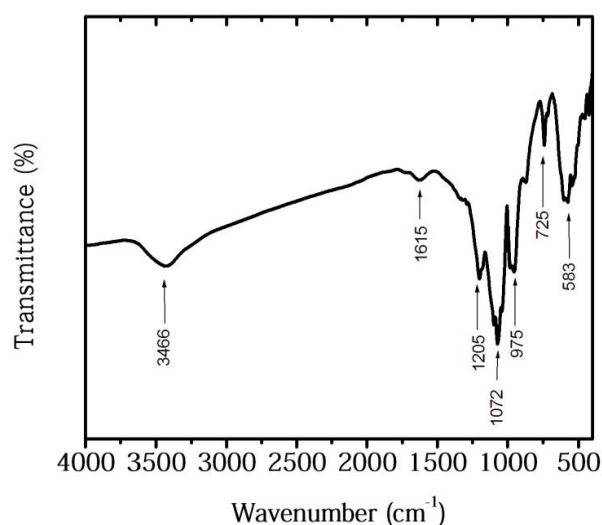


จะแสดงรูปแบบ

การสั่นของ P=O stretching ในช่วง $1140-1320\text{ cm}^{-1}$ ส่วนรูปแบบการสั่นของ P-O stretching จะปรากฏในช่วง $730-1260\text{ cm}^{-1}$ โดยประกอบไปด้วยช่วงการสั่นของ $V_s(POP)$, $V_{as}(POP)$ และ $V(PO_3)$ มีเลขคลื่นในช่วง $730-790\text{ cm}^{-1}$, $940-980\text{ cm}^{-1}$ และ $1025-1260\text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ โดยที่รูปแบบการสั่นของ P-O bending จะปรากฏในช่วง $490-600\text{ cm}^{-1}$ เป็นช่วงการสั่นของ $\delta(PO_3)$ นอกจากนี้รูปแบบการสั่นของ O-H stretching จะปรากฏในช่วง $3200-3600\text{ cm}^{-1}$ และรูปแบบการสั่นของ O-H bending จะปรากฏในช่วง $1600-1740\text{ cm}^{-1}$



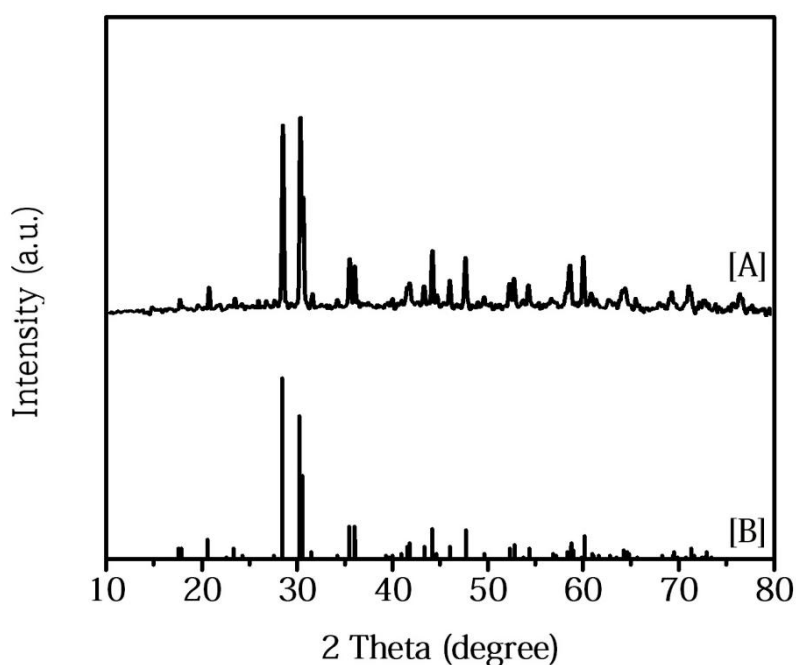
ภาพที่ 4.14 สเปกตรัม FT-IR ของ $Cu_2P_2O_7$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็ง
จาก $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$ และ $(NH_4)_2HPO_4$



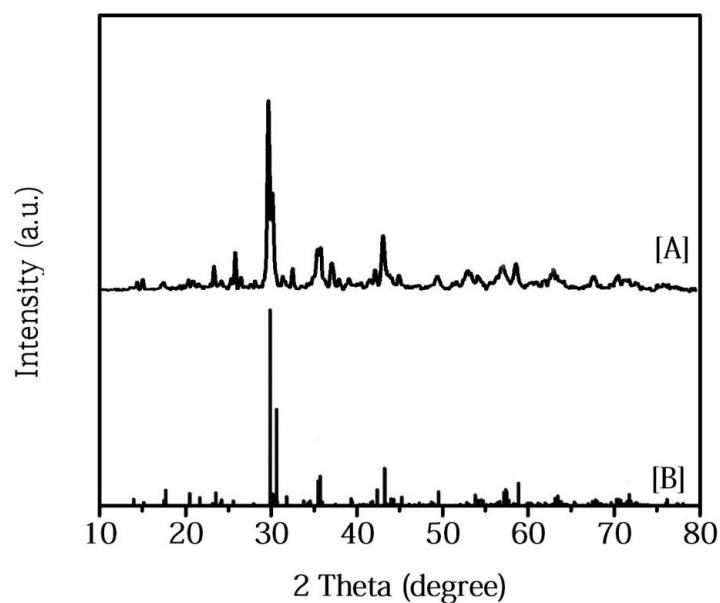
ภาพที่ 4.15 สเปกตรัม FT-IR ของสาร $Ni_2P_2O_7$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็ง
จาก $NiCO_3 \cdot 2Ni(OH)_2 \cdot 4H_2O$ และ $(NH_4)_2HPO_4$

4.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะผลึกและอณูฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

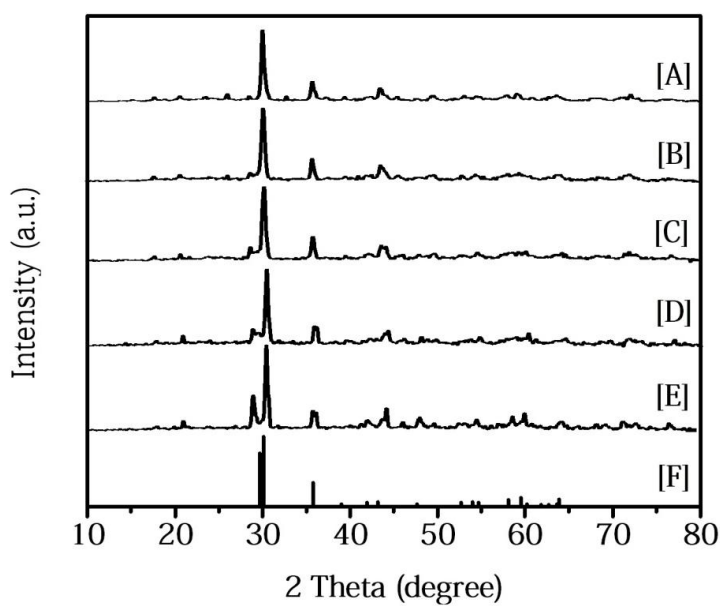
ตรวจสอบลักษณะผลึกและอณูฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer) เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ ได้มาวิเคราะห์เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน พบว่ามีพีคปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียง กับตำแหน่งของกราฟมาตรฐาน ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ CuNiP_2O_7 ทำให้ยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์ $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$ ได้



ภาพที่ 4.16 กราฟแสดงการวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอณูฐานโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน PDF#21-0299



ภาพที่ 4.17 กราฟแสดงการวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสันฐานโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน PDF#74-1604



ภาพที่ 4.18 กราฟแสดงการวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสันฐานโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของ $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$ เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน PDF#48-0562 โดยที่ [A]; $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$, [B]; $\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$, [C]; $\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$, [D]; $\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$, [E]; $\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$

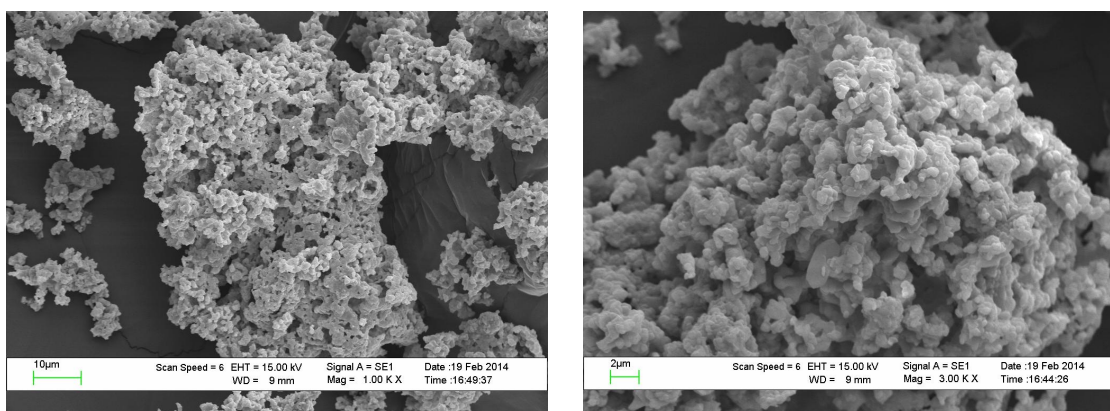
ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์นิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟต ที่ได้จากสารตั้งต้น $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$, $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และแหล่งฟอสเฟตจาก $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ จะมีความเป็นผลึก สูง จากนั้น นำผลที่ได้มา คำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์และคำนวณหาขนาดผลึก ผลการคำนวณแสดงดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงผลการคำนวณแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดผลึกของ $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$

Compounds	Systems	a (nm)	b (nm)	c (nm)	β (deg.)	Average Crystallite Size (nm)
$\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#21-0299	6.8800	8.1100	9.1600	109.5400	
	This work	6.8707	8.1052	9.1498	109.5758	41.37±8.29
	DIF This work-PDF	0.0093	0.0048	0.0102	0.0358	
$\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#48-0562	8.5650	8.2550	8.7150	132.3100	
	This work	7.8780	8.1140	8.8759	127.2903	38.08±7.82
	DIF This work-PDF	0.6870	0.1410	0.1609	5.0207	
$\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#48-0562	8.5650	8.2550	8.7150	132.3100	
	This work	8.0679	8.1803	8.2948	128.7732	36.53±6.69
	DIF This work-PDF	0.4971	0.0747	0.4202	3.5369	
$\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#48-0562	8.5650	8.2550	8.7150	132.3100	
	This work	8.5915	8.0597	9.0115	130.0332	35.83±10.65
	DIF This work-PDF	0.0265	0.1953	0.2965	2.2768	
$\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#48-0562	8.5650	8.2550	8.7150	132.3100	
	This work	10.0496	8.3300	10.2984	134.6170	33.07±15.95
	DIF This work-PDF	1.4846	0.0750	1.5834	2.3070	
$\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#48-0562	8.5650	8.2550	8.7150	132.3100	
	This work	8.8352	8.5300	8.8072	133.2538	31.53±7.20
	DIF This work-PDF	0.2702	0.2750	0.0922	0.9438	
$\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$	PDF#74-1604	13.0900	8.2750	8.9740	104.9400	
	This work	13.1423	8.2530	9.0453	109.7072	30.80±10.75
	DIF This work-PDF	0.0523	0.0220	0.0713	4.7672	

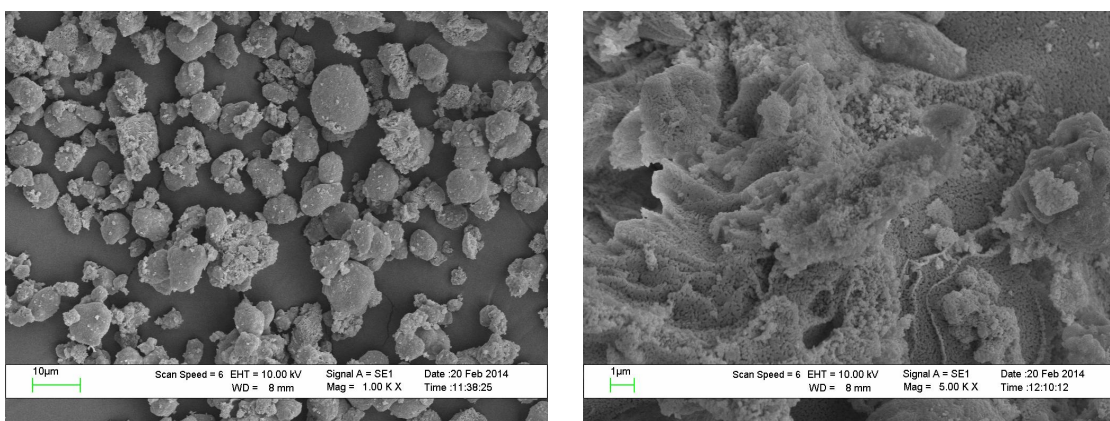
4.2.4 ผลการตรวจสอบลักษณะพื้นฐานและลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบ พบว่าพื้นผิวของสารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะดังต่อไปนี้



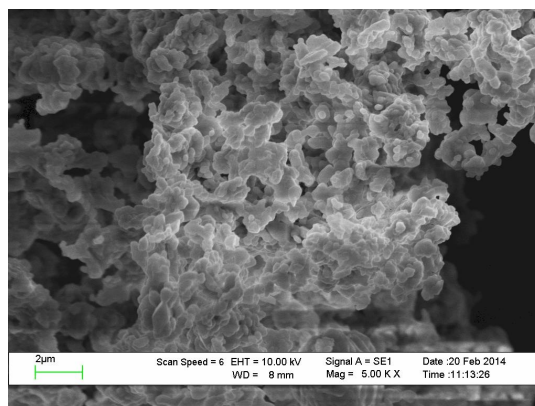
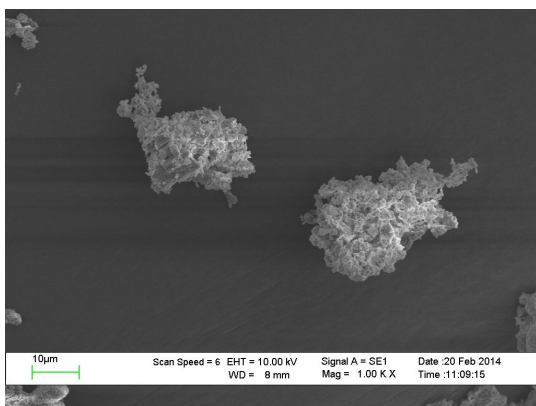
ภาพที่ 4.19 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

จากภาพที่ 4.19 ลักษณะพื้นผิวของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กจับตัวกันเป็นกลุ่มขนาดใหญ่

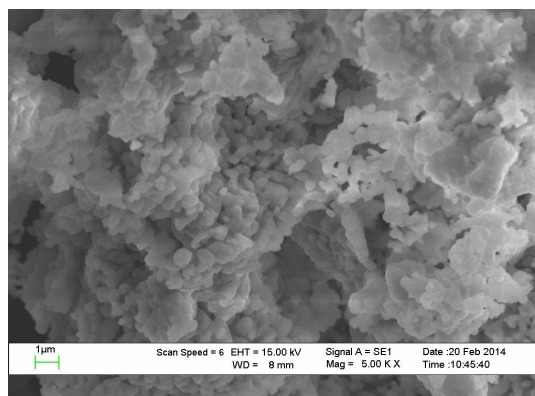
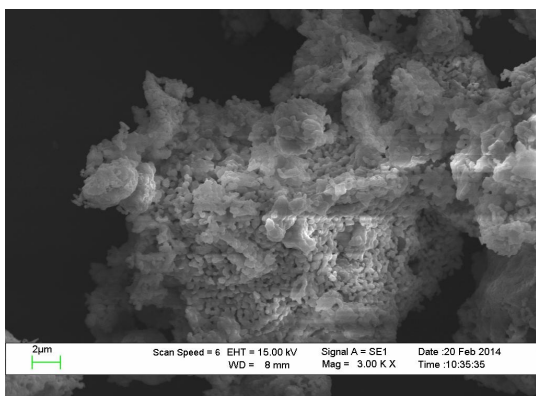


ภาพที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$

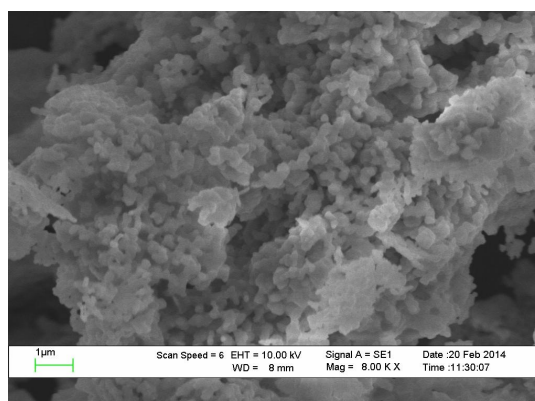
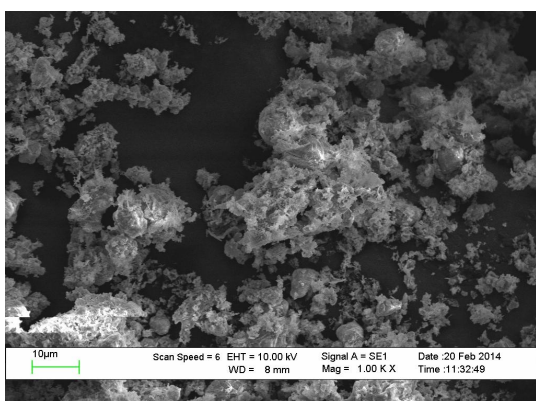
จากภาพที่ 4.20 ลักษณะพื้นผิวของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กมากเกาะกลุ่มกันเป็นแผ่น



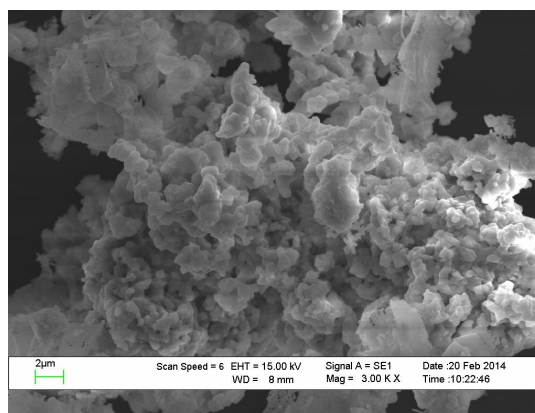
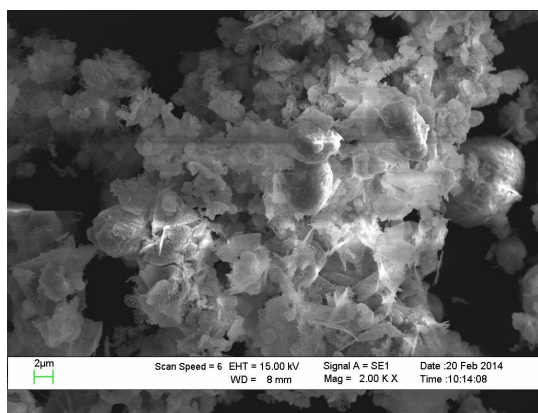
ภาพที่ 4.21 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$



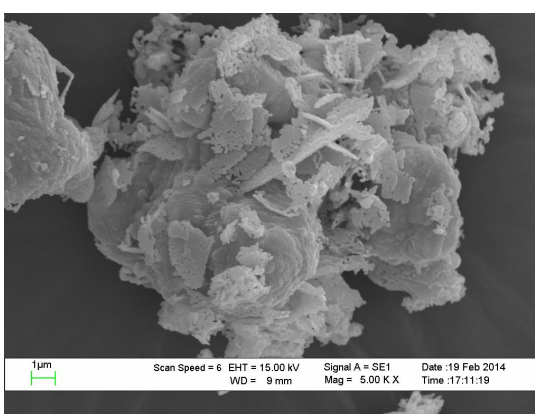
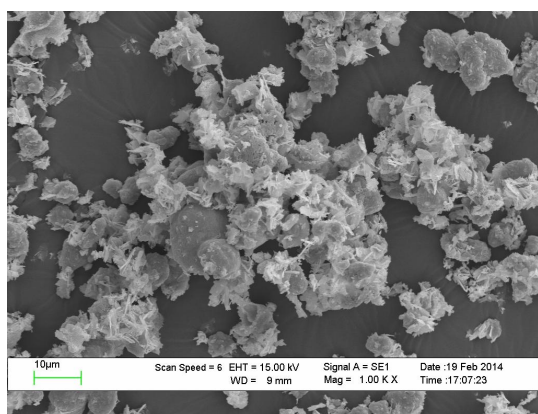
ภาพที่ 4.22 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$



ภาพที่ 4.23 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$



ภาพที่ 4.24 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$



ภาพที่ 4.25 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$

จากภาพที่ 4.21-4.25 พบว่าอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กที่จับตัวกันเป็นแผ่นของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เกาะอยู่บนอนุภาคทรงกลมขนาดใหญ่ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ โดยมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นตามสัดส่วนโดยโมลของนิกเกิลที่สูงขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ (Synthesis Results)

จากการสังเคราะห์ ตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟต โดยใช้ สารตั้งต้นที่เป็นแหล่งของคอปเปอร์ คือ คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ($\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$) แหล่งของนิกเกิลคือนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และใช้แหล่งฟอสเฟตจากไดแอมโมเนียมไฮโดรเจน ออร์โท ฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) นำมาบดผสมเข้าด้วยกันตามสัดส่วนโมลต่างๆ ที่ทำการศึกษา จากนั้นนำสารที่บดได้ทั้งหมดไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้สารตั้งต้นเปลี่ยนเป็น $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$ จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่างๆ

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic Materials and Identification Method)

5.2.1 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA)

วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร ระหว่าง คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ กับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต และนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรตกับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต โดยอาศัยสมบัติทางความร้อน พบว่า คิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ กับ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต มีการสูญเสียน้ำหนักทั้งหมด 4 ช่วง โดยที่ ช่วงที่ 1 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 50-160 °C คิดเป็นร้อยละ 12.65 ช่วงที่ 2 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 160-205 °C คิดเป็นร้อยละ 9.28 เกิดจากการสลายตัวของคิวปริคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ช่วงที่ 3 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 205-340 °C เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดฟอสฟอริกกับคอปเปอร์ออกไซด์ คิดเป็นร้อยละ 8.93 และ ช่วงที่ 4 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 340-900 °C คิดเป็นร้อยละ 4.13 ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดคอปเปอร์ไพโรฟอสเฟต

ส่วนนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต กับไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักทั้งหมด 5 ช่วง โดยที่ ช่วงที่ 1 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 50-140 °C คิดเป็นร้อยละ 13.84 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต ช่วงที่ 2 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 140-185 °C คิดเป็นร้อยละ 9.61 ซึ่งเกิดจากการ Dehydration ของนิกเกิล

คาร์บอนเตตระไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ช่วงที่ 3 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 185-320 °C คิดเป็นร้อยละ 10.33 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ นิกเกิลคาร์บอนเตตระไฮดรอกไซด์เตตระไฮเดรต ช่วงที่ 4 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง

340-400 °C คิดเป็นร้อยละ 4.85 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยากันของกรดฟอสฟอริกกับนิกเกิลออกไซด์ และช่วงที่ 5 มีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิระหว่าง 400-900 °C คิดเป็นร้อยละ 2.52 ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดนิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

จากการวิเคราะห์ที่ได้พบว่าอุณหภูมิ 800 °C คืออุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์คอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟต

5.2.2 ผลการตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

จากการทดลองพบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ มีแถบการสั่นของหมู่ไฟโรฟอสเฟต $[P_2O_7]^{4-}$ แสดงรูปแบบการสั่นของ P=O stretching ในช่วง $1140-1320\text{ cm}^{-1}$ ส่วนรูปแบบการสั่นของ P-O stretching จะปรากฏในช่วง $730-1260\text{ cm}^{-1}$ โดยประกอบไปด้วยช่วงการสั่นของ $V_s(POP)$, $V_{as}(POP)$ และ $V(PO_3)$ มีเลขคลื่นในช่วง $730-790\text{ cm}^{-1}$, $940-980\text{ cm}^{-1}$ และ $1025-1260\text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ โดยที่รูปแบบการสั่นของ P-O bending จะปรากฏในช่วง $490-600\text{ cm}^{-1}$ เป็นช่วงการสั่นของ $\delta(PO_3)$ นอกจากนี้รูปแบบการสั่นของ O-H stretching จะปรากฏในช่วง $3200-3600\text{ cm}^{-1}$ และรูปแบบการสั่นของ O-H bending จะปรากฏในช่วง $1600-1740\text{ cm}^{-1}$

5.2.3 ผลการตรวจสอบลักษณะผลึกและออสัณฐานของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานและออสัณฐานโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบพื้นผิวของสารตัวอย่างที่มูแตกต่างกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้ นำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน พบว่าฟิสิก XRD ที่ได้ปรากฏตำแหน่งเดียวกับ ฟิสิกมาตรฐาน ของ $Cu_2P_2O_7$, $Ni_2P_2O_7$ และ $CuNiP_2O_7$ ทำให้ยืนยันได้ว่าสามารถสังเคราะห์สาร ประกอบคอปเปอร์นิกเกิลไฟโรฟอสเฟตได้ โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยามีดังนี้ คือ $Cu_2P_2O_7$, $Cu_{0.8}Ni_{0.2}P_2O_7$, $Cu_{0.6}Ni_{0.4}P_2O_7$, $Cu_{0.5}Ni_{0.5}P_2O_7$, $Cu_{0.4}Ni_{0.6}P_2O_7$, $Cu_{0.2}Ni_{0.8}P_2O_7$, $Ni_2P_2O_7$ ทั้งหมดมีความเป็นผลึกสูง และสามารถคำนวณขนาดผลึกได้ เท่ากับ 41.37 ± 8.29 , 38.08 ± 7.82 , 36.53 ± 6.69 , 35.83 ± 10.65 , 33.07 ± 15.95 , 31.53 ± 7.20 และ 30.80 ± 10.75 นาโนเมตร ตามลำดับ

จากตัวเร่งปฏิกิริยาโคอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟตที่สังเคราะห์ $\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$ จะให้พีค XRD ใกล้เคียงกับพิกมาตรฐานของ CuNiP_2O_7 มากที่สุด และมีแลตทิซพารามิเตอร์ ใกล้เคียงกับค่ามาตรฐานมากที่สุดเช่นกัน

5.2.4 ผลการ ตรวจสอบสัณฐานและลักษณะพื้นผิวของสารในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

จากผลการวิเคราะห์ พบว่าลักษณะพื้นผิวของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ มีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กจับตัวกันเป็นกลุ่ม ขนาดใหญ่ ส่วนลักษณะพื้นผิวของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ จะเป็นอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กเกาะกันเป็นแผ่น สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$ และ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$ พบว่า ลักษณะพื้นผิว มีอนุภาคทรงกลม ขนาดเล็กที่จับตัวกันเป็นแผ่นของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เกาะอยู่บนอนุภาคทรงกลมขนาดใหญ่ของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ โดยมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นตามสัดส่วนโดยโมลของนิกเกิลที่สูงขึ้น

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาการ สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟตด้วยวิธีต่างๆ เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้จากงานวิจัยนี้
2. เปรียบเทียบค่าใช้จ่ายในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟตด้วยวิธีต่างๆ เพื่อนำมาเป็นข้อมูลในการพิจารณาไปใช้ผลจริง
3. ทำการสังเคราะห์โคเมทลีโอเทอร์โดยใช้โคอปเปอร์นิกเกิลไพโรฟอสเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อศึกษาความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละสัดส่วนโดยโมล

เอกสารอ้างอิง

- [1] Yaripour, F., Baghaei, F., Schmidt, I., & Perregaard, F. “Synthesis of dimethyl ether from methanol over aluminium phosphate and silica–titania catalysts.” *Catalysis Communications*, (6), (2005), 542–549.
- [2] Ohno, Y., Shikada, T., Ogawa, T., Ono, M., & Mizuguchi, M. “New clean fuel from coal- dimethyl ether.” [online]. Available: http://web.anl.gov/PCS/acsfuel/preprint%20archive/Files/42_2_SAN%20FRANCISCO_04-97_0705.pdf
- [3] Ogawa, T., Inoue, N., Shikada, T., Inokoshi, O., & Ohno, Y. “Direct dimethyl ether (DME) synthesis from natural gas.” , *Studies in Surface Science and Catalysis*, (147), (2004), 379-384.
- [4] Matar, S., & Hatch, L.F. “Chemistry of petrochemical processes.” , 2nd ed. Houston: Gulf Publishing Company, (2000).
- [5] [online]. Available: http://www.dmeforum.jp/about/process_e.html
- [6] นิพนธ์ สิงห์ศักดิ์. “ปฏิกิริยาการจัดน้ำของเมทานอลเพื่อได้ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต.” ปรินญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. (2551).
- [7] จตุพร วิทยาคูณ และนุรักษ์ กฤษดานุรักษ์. “การเร่งปฏิกิริยา พื้นฐานและการประยุกต์.” กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์. (2547).
- [8] Fogler, H. S. “Elements of chemical reaction engineering.” 3rd ed. (n.p.): Prentice Hall Professional Technical Reference. (2004).
- [9] Bensalem, A., & Iyer, G. “Ambient pressure and temperature synthesis of new layered magnesium phosphate: $\text{MgHPO}_4 \cdot 0.78\text{H}_2\text{O}$ ”. *Journal of Solid State Chemistry*, (114), (1995), 598-600.
- [10] Lertjiamratna, K., Prasertdama, P., Arai, M., Panpranot, J. “Modification of acid properties and catalytic properties of AlPO_4 by hydrothermal pretreatment for methanol dehydration to dimethyl ether.” *Applied Catalysis A: General*, (378) , (2010), 119-123.

- [11] มานิตย์ ดวงเพ็ญมาตร, สุชาลินี เนรมิตตกพงศ์ และอาทิตย์ เนรมิตตกพงศ์. “การเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต.” การประชุมวิชาการ นานาชาติวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 21, อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา, พฤศจิกายน, (2554).
- [12] ไพรัช ทองละเอียด. “การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุชีวภาพเชิงประกอบไฮดรอกซีแอปาทิต-อะลูมินาด้วยอนุภาคเซอร์โคเนีย.” ปรินญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. ประเทศไทย. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี, (2553).
- [13] อนงค์ ศรีโสภา. เคมีวิเคราะห์. [online]. Available: http://science.psu.ac.th/pdf/teaching/Analyze_chem9.pdf
- [14] แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ. “หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ: Principles and Techniques of Instrumental Analysis Part II.” กรุงเทพมหานคร: ชวนพิมพ์, (2553).
- [15] [online]. Available: <http://e-book.ram.edu/e-book/c/CM328/CM328-10.pdf>
- [16] แม้น อมรสิทธิ์ และอมร เพชรสม. “หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ: Principles and Techniques of Instrumental Analysis.” กรุงเทพมหานคร, (2534).
- [17] บัญชา ธนบุญสมบัติ. “การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดีฟเฟรกชัน.” สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยีญี่ปุ่น, (2544).
- [18] Department of interior. 2001. “X-ray diffraction primer” [Online]. Available: <http://www.pubs.usgs.gov/of/2001/0f01-041/html/deos/xrpd.html>.
- [19] University of Cambridge, England “X-ray crystallography” [Online]. Available: <http://www.bloggang.com/viewblog.php?id=timestonenjoy&date=11-02-20068&group=1&gblog=1=22>.
- [20] [Online]. Available: <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/218-scanning-eletron-microscopysem-.html>
- [21] Fua, Y., Honga, T., Chena, J., Auroux, A., & Shena, J. “Surface acidity and the dehydration of methanol to dimethyl ether.” *Thermochimica Acta*, (434), (2005), 22–26.
- [22] Kumar, V.S., et al, “Nature and mode of addition of phosphate precursor in the

synthesis of aluminum phosphate and its influence on methanol dehydration to dimethyl ether.” *Catalysis Communications*, (7), (2006), 745–751.

- [23] Khemthong, P., Daorattanachai, P., Laosiripojana, N., & Faungnawakij, K. “Copper phosphate nanostructures catalyze dehydration of fructose to 5-hydroxymethylfurfural.” *Catalysis Communications*, (29), (2012), 96-100.
- [24] กฤษณ์ เลิศเจียมรัตน์ และ วัชรภรณ์ หัตถกิจนิกร. การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จาก เมทานอลบนตัวเร่งปฏิกิริยา Me-Al-P. ปรินูญานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีวิศวกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง, (2549).
- [25] Onoda, H., Ohta, T., & Kojima, K. “Mechanochemical reforming of nickel pyrophosphate.” *Materials Chemistry and Physics*, (98), (2006), 363–367.
- [26] Banjong Boonchom and Naratip Vittayakorn. “Synthesis and ferromagnetic property of new binary copper iron pyrophosphate CuFeP_2O_7 .” *Materials Letters*, (64), (2010), 275–277.
- [27] Abba, H., Musa, H., Kogo, A. A., & Salisu A. A. “Studies on the effects of ammonium phosphates on the flammability properties of poly (vinyl alcohol) films.” *Nigerian Journal of Basic and Applied Science*, 20(2), (2012), 173-176.
- [28] House, J.E. “Inorganic Chemistry” Canada: Academic Press, (2010)
- [29] Zhuo, Y., Liu, X., Pan, C., & Yang, D. “Copper-phosphate bonded high strength fiber composite material ”Department of Materials Engineering and Applied Chemistry National University of Defense Technology Changsha, Hunan, China.
- [30] Henmi, H., Mori, M., Hirayama, T., Mizutani, N., & Kato, M. “Influence of the self-generated and controlled atmosphere on the thermal decomposition of basic nickel carbonate, $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ” *Thermochimica Acta*, (104), (1986), 101–109.
- [31] Gollinger, M., & Kowalski, Z. “Environmental and economic assessment of feed

phosphate technology modernization”, *Polish Journal of Environmental Studies*, (8), (1999), 67-72.

- [32] Onoda, H., & Sakumura, T. “Synthesis and pigmental properties of nickel phosphates by the substitution with tetravalent cerium cation” *Materials Sciences and Applications*, (2), (2011), 1578-1583.

ภาคผนวก

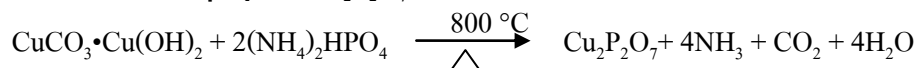
ตารางที่ ก.1 ตารางแสดงน้ำหนักสาร (กรัม) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารต่างๆ

	$\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$	$\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
$\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$	2.68	0.00	3.20
$\text{Cu}_{0.8}\text{Ni}_{0.2}\text{P}_2\text{O}_7$	2.15	0.61	3.20
$\text{Cu}_{0.6}\text{Ni}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$	1.61	1.22	3.20
$\text{Cu}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{P}_2\text{O}_7$	1.34	1.53	3.20
$\text{Cu}_{0.4}\text{Ni}_{0.6}\text{P}_2\text{O}_7$	1.07	1.83	3.20
$\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$	0.54	2.44	3.20
$\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$	0.00	3.05	3.20

ตารางที่ ก.2 ตารางแสดงสัดส่วนโดยโมลของคอปเปอร์และนิกเกิล ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารต่างๆ

Cu	Ni
1	0
0.8	0.2
0.6	0.4
0.5	0.5
0.4	0.6
0.2	0.8
0	1

การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$



จากสมการ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ 1 โมล จะได้ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 1 โมล

ซึ่งเท่ากับ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ 221.32 กรัม จะได้ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 301.04 กรัม

จากตารางที่ ก.1 ใช้ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ 2.68 กรัม สามารถคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีได้ดังนี้

$$\text{โมล } \text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2 = \text{โมล } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$$

$$\frac{\text{g } \text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2}{\text{Mw } \text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2} = \frac{\text{g } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{Mw } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}$$

$$\frac{2.68}{221.32} = \frac{\text{g } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{301.04}$$

$$\text{g } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 = 3.65$$

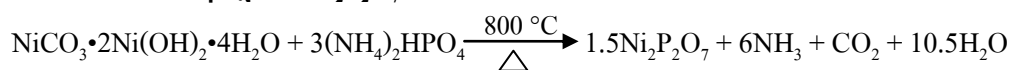
ดังนั้น การใช้ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ 2.68 กรัม จะทำให้เกิด $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ทางทฤษฎี 3.65 กรัม

การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$

$$\begin{aligned} \text{จาก \%yield} &= \frac{\text{g } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 (\text{การทดลอง})}{\text{g } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 (\text{ทฤษฎี})} \times 100\% \\ &= \frac{3.31}{3.65} \times 100\% \\ &= 90.68\% \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่าร้อยละผลผลิตของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เท่ากับ 90.68

การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$



จากสมการ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 1 โมล จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 1.5 โมล

และ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.67 โมล จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 1 โมล

ซึ่ง

เท่ากับ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 251.97 กรัม จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 291.32 กรัม

จากตารางที่ ก.1 ใช้ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 3.05 กรัม สามารถคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎี

ได้

ดังนี้

$$\frac{0.67 \text{ โมล } \text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\frac{\text{g NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{Mw NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times 0.67}} = \frac{1 \text{ โมล } \text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{Mw Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}}$$

$$\frac{3.05}{251.97} = \frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{291.32}$$

$$\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7 = 3.53$$

ดังนั้น การใช้ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 3.05 กรัมจะทำให้เกิด $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ทางทฤษฎี 3.53 กรัม

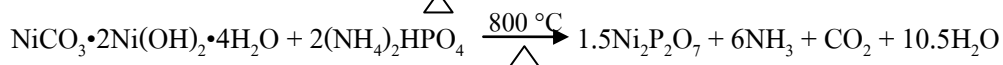
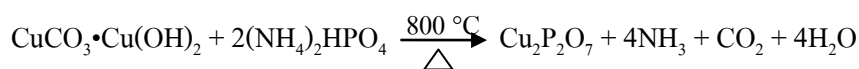
การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$

$$\begin{aligned} \text{จาก \%yield} &= \frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7 (\text{การทดลอง})}{\frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7 (\text{ทฤษฎี})}{3.53} \times 100\%} \\ &= \frac{3.28}{3.53} \times 100\% \\ &= 92.92\% \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่าร้อยละผลผลิตของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เท่ากับ 92.92

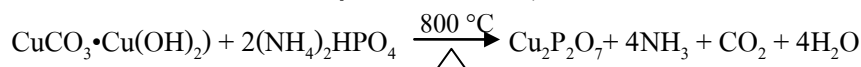
การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$

โดยการคำนวณของสาร $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$ แบ่งเป็นการคำนวณของสาร x โมลของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ และ 1-x โมล ของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ใช้ 2 สมการดังนี้ ตามลำดับ



ตัวอย่างการคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$

ก. การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 0.2 โมล



จากสมการ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ 1 โมล จะได้ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 1 โมล

และ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ 0.2 โมล จะได้ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 0.2 โมล

ซึ่งเท่ากับ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ 44.26 กรัม จะได้ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 60.21 กรัม

จากตารางที่ ก.1 ใช้ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ 0.54 กรัม สามารถคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีได้ดังนี้

$$\text{โมล } (\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2) = \text{โมล } \text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$$

$$\frac{\text{g CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2}{\text{Mw CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2} = \frac{\text{g Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{Mw Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}$$

$$\frac{0.54}{44.26} = \frac{\text{g Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{60.21}$$

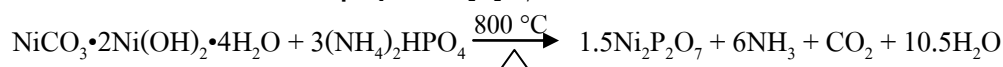
$$\text{g Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 = 0.73$$

จะได้ การใช้ $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu(OH)}_2$ 0.54 กรัม จะทำให้เกิด $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ทางทฤษฎี 0.73 กรัม

คำนวณ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นโมลได้จาก

$$\begin{aligned} n &= \frac{\text{g Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{Mw Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7} \\ &= \frac{0.73}{301.04} \\ &= 0.00242 \quad \text{โมล} \end{aligned}$$

ข. การคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 0.8 โมล



หารด้วย 1.5 ทั้งสมการจะได้



จากสมการ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 1 โมล จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 1.5 โมล

และ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.536 โมล จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 0.8 โมล

ซึ่ง

เท่ากับ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 201.57 กรัม จะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 233.06 กรัม

จากตารางที่ ก.1 ใช้ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 2.44 กรัม สามารถคำนวณน้ำหนักทางทฤษฎี

ได้

ดังนี้

$$\frac{0.536 \text{ โมล NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{g NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} = \frac{0.8 \text{ โมล Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}$$

$$\frac{\text{Mw NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times 0.536}{2.44} = \frac{\text{Mw Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7 \times 0.8}{233.06}$$

$$\frac{2.44}{201.57} = \frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{233.06}$$

$$\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7 = 2.82$$

จะได้ การใช้ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 2.44 กรัม จะทำให้เกิด $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ทางทฤษฎี 2.82 กรัม

ดังนั้น จะได้น้ำหนักทางทฤษฎีของ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$ คือ $0.73 + 2.82 = 3.55$ กรัม

คำนวณ $\text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ เป็นโมลได้จาก

$$\begin{aligned} n &= \frac{\text{g Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7}{\text{Mw Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7} \\ &= \frac{2.83}{291.32} \end{aligned}$$

$$= 0.00971 \quad \text{โมล}$$

ซึ่งจะได้ สัดส่วนโดยโมลของ $\text{Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7 : \text{Ni}_2\text{P}_2\text{O}_7$ (Cu : Ni) เป็น 0.00242 : 0.00971

หรือ 0.2 : 0.8

ตัวอย่างการคำนวณหาร้อยละผลผลิตของ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$

$$\begin{aligned} \text{จาก \%yield} &= \frac{\text{g Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7 \text{ (การทดลอง)}}{\text{g Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7 \text{ (ทฤษฎี)}} \times 100\% \\ &= \frac{3.36}{3.55} \times 100\% \\ &= 94.65\% \end{aligned}$$

ดังนั้น ค่าร้อยละผลผลิตของ $\text{Cu}_{0.2}\text{Ni}_{0.8}\text{P}_2\text{O}_7$ เท่ากับ 94.65

หมายเหตุ : น้ำหนักทางทฤษฎีและร้อยละผลผลิตของ $\text{Cu}_x\text{Ni}_{1-x}\text{P}_2\text{O}_7$ ที่มีสัดส่วนโดยโมลระหว่างคอปเปอร์กับนิกเกิลสัดส่วนอื่นๆที่แสดงในตารางที่ ก.2 สามารถคำนวณได้โดยวิธีเดียวกันดังที่ได้กล่าวไปข้างต้น

ข้อมูลประวัติผู้วิจัย

ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นาย มนตรี ทองคำ

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ คร.

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วทด.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2009
วทม.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	1999
วทบ.	เคมีอุตสาหกรรม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล กรุงเทพ	1997

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) Methanol synthesis, Dimethyl Ether synthesis, Reaction and catalytic engineering

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

- Reviewer (2011),**”การผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมโพแทสเซียม ซิงค์ บนตัวรองรับเมโซพอร์ซิซิลิกา ”, วารสารวิจัยพลังงาน, ปีที่ 9 เล่มที่ 2(2555), สถาบันวิจัยพลังงาน, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- Reviewer (2009),**”การออกแบบโครงสร้างการควบคุมแบบแผนทึ่ไว้สำหรับกระบวนการอัลคิลเลชัน”, โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
- Reviewer (2009),**”การออกแบบโครงสร้างการควบคุมสำหรับกระบวนการฟินอลไฮโดรจีเนชันเป็นไซโคลเฮกซาโนน”, โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
- Researcher (2007-2008)** Department of Applied Chemistry, *University of Toyama* Toyama, Japan
- Teaching Assistance (2006-2007)** Chulalongkorn University
- Assistant Researcher (1999-2001)** Chulalongkorn University

การเสนอผลงานวิชาการ

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

- 1 **M. Thongkam**, G. Yang, T. Vitidsant and N. Tsubaki. “Novel three-component zeolite capsule catalyst for direct synthesis of isoparaffin”, *Journal of the Japan Petroleum Institute* **52(4)**: 216-219 (2009).
- 2 B. Boonchom, **M. Thongkam**, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. “A simple route to synthesize new binary cobalt iron cyclotetraphosphate $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ using aqueous and acetone media”, *Journal of Alloys and Compound*, **486**:689-692(2009).
- 3 B. Boonchom, **M. Thongkam**, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. “Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature”, *Materials Research Bulletin*, **44**:2206-2210(2009).
- 4 Banjong Boonchom, Chanaiporn Danvirutai and **Montree Thongkam**. “Non-isothermal decomposition kinetics of synthetic serrabrancaite ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) precursor in N_2 atmosphere”, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **99**:357–362(2010).
- 5 Banjong Boonchom and **Montree Thongkam**. “Kinetics and thermodynamics of the formation of $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ ”, *Journal of Chemical & Engineering Data.*, **55**: 211–216(2010).
- 6 Banjong Boonchom, **Montree Thongkam**, Naratip Vittayakorn and Samart Kongtaweelert. “Synthesis $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4$ obtained by thermal transformation of $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ ”, *Inorganic Chemistry Communications*.
- 7 Guohui Yang, **Montree Thongkam**, Tharapong Vitidsant, Yoshiharu Yoneyama, Yisheng Tan, Noritatsu Tsubaki. “A double-shell capsule catalysts with core-shell-like structure for one-step exactly controlled synthesis of dimethyl ether from CO_2 containing syngas”, *Catalysis Today*, **171**: 229-235(2011).

บทความทางวิชาการ

1. บทความเรื่อง “พลังงานทางเลือกแห่งอนาคต : ไบโเมทิลเอเทอร์ (ดีเอ็มอี)” วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 18 ฉบับที่ 38 กรกฎาคม-ธันวาคม 2552 หน้า 64-70

ผลงานที่นำเสนอในการประชุม

1. **M. Thongkam**, B. Boonchom, T. Vitidsant, N. Tsubaki. “Catalytic Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether from Synthesis Gas overCr/ZnO Capsules Catalysts” The 2nd Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering, Phuket, Thailand (2010).
2. **M. Thongkam**, B. Boonchom, T. Vitidsant. “Synthesis and characterization of binary copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 24th International Symposium on Chemical Engineering December 2-4, 2011, Hyundai Hotel, Gyeong-ju, Korea
3. **M. Thongkam**, P. Suksomkit, S. Thongkam, B. Boonchom. “Synthesis and characterization of magnesium (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Center, Okinawa, Japan.
4. S. Thongkam, S. Promratana, **M. Thongkam**, B. Boonchom. “Preparation and characterization of copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate” The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Center, Okinawa, Japan.

ประวัติส่วนตัว

ชื่อ-สกุล นาย บรรจง บุญชม

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
ปร.ด.	เคมี (เคมีเชิงฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2551
วทม..	เคมี (เคมีเชิงฟิสิกส์)	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2546
วทบ.	เคมี	มหาวิทยาลัยขอนแก่น	2542

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) Nanotechnology..... และ..... Non-isothermal decomposition kinetics and thermodynamics, Vibrational spectroscopy, Thermal analysis method

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว

International Journal

1. Danvirutai C, **Boonchom B**, Youngme S. Nanocrystalline manganese dihydrogen phosphate dihydrate $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its decomposition product ($\text{Mn}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) obtained by simple precipitation route. J. Alloys Compd. 2008;457:75-80. มี impact factor 2.135
(Corresponding author: Danvirutai)
2. **Boonchom B**, Danvirutai C. The thermal decomposition kinetics of $\text{FePO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ precursor to synthesize spherical nanoparticles FePO_4 . Ind. Eng. Chem. Res. 2007;46(26): 9071-9076.
มี impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
3. **Boonchom B**, Danvirutai C, Youngme S. A rapid co-precipitation and non-isothermal decomposition kinetics of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Co}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Solid State Sciences. 2008;10: 129-136. มี impact factor 1.675 (Corresponding author: Danvirutai and Boonchom)
4. **Boonchom B**, Youngme S, Srithanratana T, Danvirutai C. Synthesis of AlPO_4 and Kinetics of thermal decomposition of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -H4 precursor. J. Therm. Anal. Calorim. 2008; 91: 511-516.
มี impact factor 1.587 (Corresponding author: Danvirutai)

5. Maensiri S, Masingboon C, **Boonchom B**, Seraphin S. A simple route to synthesize nickel ferrite (NiFe_2O_4) nanoparticles using egg white. Scripta Materialia. 2007;56:797-80. J impact factor 2.949
(Corresponding author: Maensiri)
6. **Boonchom B**, Maensiri S, Danvirutai C. Soft solution synthesis, non-isothermal decomposition kinetics and characterization of manganese dihydrogen phosphate dihydrate $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its thermal transformation products. Mater. Chem. Physics. 2008;109: 404-410.
 J impact factor 2.015 (Corresponding author: Danvirutai)
7. **Boonchom B**, Danvirutai C. Rapid coprecipitation and nonisothermal Decomposition kinetics of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$. Ind. Eng. Chem. Res. 2008; 47(9): 2941-2947.
 J impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
8. **Boonchom B**, Danvirutai C. A simple route to synthesize manganese hydrogen phosphate monohydrate $\text{MnHPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ rod-like microparticles J. Optoelec. Adv. Mater. 2008;10: 492-499.
 J impact factor 0.433 (Corresponding author: Boonchom)
9. Noisong P, Danvirutai C, Srithanratana T, **Boonchom B**. Synthesis, characterization and non-isothermal decomposition kinetics of manganese hypophosphite monohydrate. Solid State Sciences. 2008;10:1598-1604. J impact factor 1.675 (Corresponding author: Danvirutai)
10. **Boonchom B**, Danvirutai C. Synthesis of MnNiP_2O_7 by nonisothermal decomposition kinetics of a new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ precursor obtained from a rapid coprecipitation at ambient temperature. Ind. Eng. Chem. Res. 2008;47(9): 2941-2947. J impact factor 1.758
(Corresponding author: Danvirutai)
11. **Boonchom B**. Kinetics and Thermodynamic Properties of the Thermal Decomposition of Manganese Dihydrogenphosphate Dihydrate. J. Chem. Eng. Data. 2008;53(7):1533-1538.
 J impact factor 1.695 (Corresponding author: Boonchom)
12. **Boonchom B**, Maensiri S, Youngme S, Danvirutai C. A simple synthesis and room temperature magnetic properties of new binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained from a rapid co-precipitation at ambient temperature. Solid State Sciences. 2009;11(2): 485-490. J impact factor 1.675
(Corresponding author: Danvirutai)
13. **Boonchom B**, Maensiri S, Youngme S, Danvirutai C. Simple synthesis, magnetic properties and non-isothermal decomposition kinetics of $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Ind. Eng. Chem. Res.

- 2008;47:7642-7647. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.758 (Corresponding author: Danvirutai)
14. Noisong P, Danvirutai C, **Boonchom B**. Thermodynamic and kinetic properties of the formation of $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ by thermal decomposition of $\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. J. Chem. Eng. Data. 2009;54(3): 871-875. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.695 (Corresponding author: Danvirutai)
 15. **Boonchom B**. Synthesis of $\text{Co}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ porous structure and non- isothermal decomposition kinetics of $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ precursor in air atmosphere. J. Optoelec. Biomed.Mater.2009;1:103-114. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 0.000 (Corresponding author: Boonchom)
 16. **Boonchom B**, Danvirutai C. The morphology and thermal behaviour of calcium dihydrogen phosphate Monohydrate ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) obtained by a rapid at precipitation route ambient temperature in different media J. Optoelec.Biomed.Mater. 2009;1:115-123. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 0.000 (Corresponding author: Boonchom)
 17. **Boonchom B**, Danvirutai C. Study of the Dehydration of $\text{Co}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.J. Chem. Eng. Data. 2009;54(4): 1225-1230. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.695 (Corresponding author: Boonchom)
 18. **Boonchom B**. Parallelogram-like microparticles of calcium dihydrogen phosphate monohydrate ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) obtained by a rapid precipitation route in aqueous and acetone media J. Alloys Compd, 2009;482(1-2):199-202. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 2.135 (Corresponding author: Boonchom)
 20. **Boonchom B**, Phuvongpha N. Synthesis of new binary cobalt iron pyrophosphate CoFeP_2O_7 . Mater. Lett. 2009;63(20): 1709-1711. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.940 (Corresponding author: Boonchom)
 21. **Boonchom B**, Danvirutai C, Thongkam M. Non-isothermal decomposition kinetics of synthetic serrabrancaite ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) precursor in N_2 atmosphere. J.Therm. Anal.Calorim. 2010;99(1):357-362. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 22. **Boonchom B**, Kongtaweelert S. Study of kinetics and thermodynamics of the dehydration reaction of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. J.Therm. Anal.Calorim. 2010;99(2):531-538. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 23. **Boonchom B**, Danvirutai C. Kinetics and thermodynamics of thermal decomposition of synthetic $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. J.Therm. Anal.Calorim. 2009;98(3): 771-777. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.587 (Corresponding author: Boonchom)
 24. **Boonchom B**. Kinetics and thermodynamics studies of $\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ by Non-isothermal decomposition data. J.Therm. Anal.Calorim. 2009;98(3): 863-871. $\hat{\mathbb{I}}$ impact factor 1.587

(Corresponding author: Boonchom)

25. **Boonchom B**, Danvirutai C. Rapid synthesis, kinetics and thermodynamics of binary $\text{Mn}_{0.5}\text{Ca}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. J. Therm. Anal. Calorim. 2009;98(3):717-723. ISI impact factor 1.587

(Corresponding author: Boonchom)

26. **Boonchom B**, Maensiri S. Non-isothermal decomposition kinetics of NiFe_2O_4 nanoparticles synthesized using egg white solution route. J. Therm. Anal. Calor. 2009;97(3):879-884.

ISI impact factor 1.587 (Corresponding author: Maensiri)

27. **Boonchom B**, Thongkam M, Vittayakorn N, Kongtaweelert S. A simple route to synthesize new binary cobalt iron cyclotetraphosphate, $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ synthesized by aqueous and acetone media. J. Alloys Compd. 2009;486(1-2):689-692. ISI impact factor 2.135

(Corresponding author: Boonchom)

28. **Boonchom B**, Baitahe R. Synthesis and characterization of nanocrystalline manganese pyrophosphate $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Mater. Lett. 2009;63(26):2218 ISI impact factor 1.940

(Corresponding author: Boonchom)

29. **Boonchom B**, Thongkam M, Vittayakorn N, Kongtaweelert S. Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature. Mater. Res. Bull. 2009;44(12):2206-2210.

ISI impact factor 1.879 (Corresponding author: Boonchom)

30. Vittayakorn N, Charoonsuk P, Kasiansin P, Wirunchit S, **Boonchom B**. Dielectric properties and phase transitions behaviors in $(1-x)\text{PbZrO}_3$ - $x\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ ceramics. J. Apply Physics. 2009;106:064104. ISI impact factor 2.072 (Corresponding author: Vittayakorn)

31. **Boonchom B**, Thongkam M. Kinetics and thermodynamics of the formation of $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ J. Chem. Eng. Data. 2010;55 (1):211–216. ISI impact factor 1.695

(Corresponding author: Boonchom)

32. **Boonchom B**, Vittayakorn N. One-step thermal synthesis of binary manganese iron cyclotetraphosphate $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$. J. Mater. Sci. 2010;45 (6): 1459-1463. ISI impact factor 1.471

(Corresponding author: Boonchom)

33. **Boonchom B**. Kinetics and thermal transformation of $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ to $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$. Int. J. Thermophys. 2010;31(2):416-429. ISI impact factor 0.688

(Corresponding author: Boonchom)

34. Chaiyo N, **Boonchom B**, Vittayakorn N. Solid-state reaction synthesis of sodium niobate (NaNbO_3) powder at low temperature. J. Mater. Sci. 2010;45(6):1443-1447. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.471

(Corresponding author: Vittayakorn)

35. **Boonchom B**, Baitahe R, Kongtaweelert S, Vittayakorn N. Kinetics and thermodynamics of zinc phosphate hydrate synthesized by a simple route in aqueous and acetone media. Ind. Eng. Chem. Res. 2010;49(8): 3571-3576. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.758 (Corresponding author: Boonchom)

36. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Floral-like microarchitectures of cobalt iron cyclotetraphosphate obtained by solid state synthesis. Powder Technol. 2010;198(1): 25-28. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.745

(Corresponding author: Boonchom)

37. **Boonchom B**, Puttawong S. Thermodynamics and kinetics of the dehydration reaction of $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Physica B : Condensed Matter. 2010;45(9): 2350-2355. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.056

(Corresponding author: Boonchom)

38. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Synthesis and ferromagnetic property of new binary copper iron pyrophosphate CuFeP_2O_7 . Mater. Lett. 2010;64(3):275-277. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.940

(Corresponding author: Boonchom)

39. Charoonsuk P, Wirunchit S, Muanghlua R, Niemcharoen S, **Boonchom B**, Vittayakorn N. The phase evolution with temperature in 0.9PbZrO_3 - $0.06\text{Pb}(\text{Mg}_{1/2}\text{W}_{1/2})\text{O}_3$ antiferroelectric ceramic. J. Alloys. Compd. 2010;506:313-316. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)

40. **Boonchom B**, Baitahe R, Joungmunkong Z, Vittayakorn N. Grass blade-like microparticle $\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ prepared by a simple precipitation at room temperature. Powder Technol. 2010;203:310-314. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.745 (Corresponding author: Boonchom)

41. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Dehydration behavior of synthetic $\text{Al}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{PO}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$. J. Chem. Eng. Data. 2010;55:3307-3311. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.695

(Corresponding author: Boonchom)

42. Sukkha U, Muanghlua R, Niemcharoen S, **Boonchom B**, Vittayakorn N. Antiferroelectric–ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: crystal studies, microstructure, thermal and electrical properties. Applied Physics A. 2010;100:551-559. $\hat{\mathbb{N}}$ impact factor 1.595 (Corresponding author: Vittayakorn)

43. **Boonchom, B**, Danvirutai, C, Vittayakorn, N. A simple synthesis and characterization of binary $\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its final decomposition product $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$. Solid State Sciences, 2010; 13(1):77-81.44. (Corresponding author: Boonchom)
44. Chaiyo, N, Muanghlua, R, Niemcharoen, S, **Boonchom, B**, Vittayakorn, N. Synthesis of potassium niobate (KNbO_3) nano-powder by a modified solid-state reaction. J. Mater. Sciences. 2011; 46(6): 1585-1590. $\hat{\mathbb{J}}$ impact factor 1.471 (Corresponding author: Vittayakorn)
- 45 Vittayakorn, N., **Boonchom, B**. Effect of BiAlO_3 modification on the stability of antiferroelectric phase in PbZrO_3 ceramics prepared by conventional solid state reaction. J. Alloys and Compounds.2011; 509(5): 2445-2449. $\hat{\mathbb{J}}$ impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)
46. Chaiyo, N., Muanghlua, R., Niemcharoen, S., **Boonchom, B**., Vittayakorn, N. Solution combustion synthesis and characterization of lead-free piezoelectric sodium niobate (NaNbO_3) powders. J. Alloys and Compounds. 2011; 509(5): 2304-2310. $\hat{\mathbb{J}}$ impact factor 2.135 (Corresponding author: Vittayakorn)
47. Muanghlua R, Niemcharoen S, Sutapun, M. **Boonchom B**, Vittayakorn N. Phase transition behaviour and electrical properties of lead-free($\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}$) NbO_3 - LiNbO_3 - LiSbO_3 piezoelectric ceramics. Current Applied Physics (doi:10.1016/j.cap.2010.08.015) $\hat{\mathbb{J}}$ impact factor 1.586 (Corresponding author: Vittayakorn)
48. **Boonchom, B**., Vittayakorn, N. Soft synthesis route and characterization of superparamagnetic $\text{Mn}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and its decomposed product. Ind. Eng. Chem. .Res. (DOI:10.1021/ie101424z) $\hat{\mathbb{J}}$ impact factor 1.758 (Corresponding author: Boonchom)

National Conferences

1. **Banjong Boonchom**, Sujittra Youngme and Chanaiporn Danvirutai.Synthesis, Vibrational Spectroscopy and Non-Isothermal Kinetic Decomposition of $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. 18 Jan 2008,Oral presented at Postgraduate KKU Conference 2007. Khon Kaen.
2. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujittra Youngme, Non- isothermal dehydration kinetics of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -H4 in air, The PERCH-CIC Congress. Jhom Tien Resort Pattaya, Chonburi 12-15 May 2007.

3. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme, Chanaiporn Danvirutai, Vibrational spectroscopic study of $\text{AlPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ by deuterium isotopic dilution technique. Poster presented at the 32nd Congress on Science and Technology of Thailand, C4_0258, 196 Oct. (2006).
4. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme, Chanaiporn Danvirutai, FTIR and FT-Raman Spectroscopic Study of Manganese Phosphate Hydrate by Deuterated Isotope Dilution and some Thermal Properties. Poster presented at the 31st Congress on Science and Technology of Thailand, Oct. (2005).
5. **Banjong Boonchom**, Sujitra Youngme and Chanaiporn Danvirutai, FTIR and FT-Raman Spectroscopic Study of Manganese Phosphate Hydrate by Deuterated Isotope Dilution and some Thermal Properties. Poster presented at the 31st Congress on Science and Technology of Thailand, C0248, 187 20-22 Oct 2005.
6. Chanaiporn Danvirutai, Paiboon Danvirutai, and **Banjong Boonchom**, Physico-Chemical Characterization of Sato Loong Pang by Vibrational Spectroscopy (STT-29). 29th Congress on Science and Technology of Thailand. 20-22 Oct 2003.
7. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{FePO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ and Deuterated Analogues, (STT-29). 29th Congress on Science and Technology of Thailand 20-22 Oct. 2003.
8. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in $\text{MnHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ and Deuterated analogues, p.64, The Second PERCH Annual Science Conference. Jhom Toeing Resort Pattaya, Chonburi. 12-15 May 2003.
9. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in Same M (III) Phosphate Hydrates. (STT-28). p.81. 28th Congress on Science and Technology of Thailand, Bangkok. 22-25 Oct. 2002.
10. **Banjong Boonchom**, Chanaiporn Danvirutai, and Sujitra Youngme. Vibrational Spectroscopic Study of Hydrogen Bonding Interactions and Correlation Field Splitting in Some Metal (III) Phosphate Hydrates :Part I Manganese Phosphate Monohydrate ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Serrabrancaite): Preparation and

Vibrational . Spectra, p.209 The First PERCH Annual Science Conference.Garden Sea View Report
Pattaya, Chonburi. 12-15 May 2002.

International Conferences

5. Nopsiri Chaiyo, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “A modified solid-state reaction synthesis and characterization of sodium niobate (NaNbO_3) powders ” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
6. Usa Sukkha, Wanwimon Banlue, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “Antiferroelectric-ferroelectric phase transition in lead zinc niobate modified lead zirconate ceramics: Crystal studies, Raman spectroscopy, Thermal expansion and electrical properties” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA
7. Manoon Sutapun, Rangson Muanghlua, Surasak Niemcharoen, **Banjong Boonchom** and Naratip Vittayakorn “Phase transition and dielectric properties of lead – free ($\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3 - \text{LiNbO}_3 - \text{LiSbO}_3$) piezoelectric ceramics” The 3rd International Symposium on Functional Materials (*ISFM2009*) 15-18 June 2009, Jinju, KOREA

ผลงานวิชาการอื่นๆ (เช่น Proceeding ตำรา ฯลฯ)

1. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ วารสารชื่อ The Arabian Journal for Science and Engineering.
2. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Chemistry and Engineering Data “
3. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Thermal Analysis and Calorimetry “
8. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Materials Science and Engineering B “
9. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Material Science”
10. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Solid State Science”
11. ได้รับเชิญเป็น Reviewer ของ “Journal of Alloy and compounds”
12. ได้รับเชิญเป็นอาจารย์พี่เลี้ยง ประจำศูนย์คินทรเดชาฯ เพื่อตรวจสอบข้อสอบเคมีในการสอบแข่งขันเคมีโอลิมปิก ระดับประเทศ ครั้งที่ 5 ณ ม.นเรศวร 6-10 พ.ค. 2552
13. ได้รับเชิญวิทยากรบรรยายพิเศษ ในโครงการ “พัฒนาความรู้การเขียนบทความทางวิชาการ ” ณ สาขาวิชาเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี วิทยาเขตขอนแก่น วันจันทร์ที่ 24 พฤษภาคม 2553
- 14.บทความวิชาการ บรรจง บุญชม. ไซโคลเตตระฟอสเฟตสำหรับการเคลือบเซรามิก

วารสารวิชาการ วิทยาศาสตร์ ลาดกระบัง

11. บทความวิชาการ **บรรจง บุญชม**. การศึกษาจลนพลศาสตร์การสลายตัวของความร้อนแบบนอนไอโซเทอร์มอล วารสารวิชาการวิทยาศาสตร์ มข. 38 (3) 325-337 (2553)

ประสบการณ์ด้านการสอน

สอนวิชา เคมีทั่วไป, เคมีวิเคราะห์ ปฏิบัติการเคมีทั่วไป ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ ,
เคมีเชิงฟิสิกส์, ปฏิบัติการเคมีเชิงฟิสิกส์, เคมีอินทรีย์, ปฏิบัติการเคมีอินทรีย์
เป็นเวลา 2 ปี คือ ปี 2547-2548 และ 2551-2552

งานวิจัยที่กำลังทำ

Preparation, Characterization, Thermodynamics and Non-isothermal Decomposition
Kinetics of Metal Phosphates,

ทุนวิจัยและรางวัลที่เคยได้รับ

1. ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษาและสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย 2552
2. รางวัลวิจัยที่เคยได้รับ (ด้านวิชาการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่เกี่ยวกับงานวิจัย)
รางวัลนักวิทยาศาสตร์รุ่นใหม่ ปี 2553 ของมูลนิธิส่งเสริมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีใน พระบรมราชูปถัมภ์
3. โล่ประกาศเกียรติคุณบุคคลที่ได้ทำชื่อเสียงให้แก่สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปี 2553