

บทที่ 4

ผลการทดลอง และวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส และศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคดังกล่าว เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์

การทดลองจะศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1, 1:2 และ 2:1 ความถี่ของคลื่นอัลตราโซนิกประมาณ 1.7 เมกกะเฮิร์ตซ์

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส

4.1.1.1 การศึกษาหาธาตุองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX

จากการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส (ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 49:51) โดยใช้เครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (EDX) จากตารางที่ 4.1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์อยู่ในช่วง 50-53 และอัตราส่วนโดยน้ำหนักของซิงก์ออกไซด์อยู่ในช่วง 47-50 และเมื่อพิจารณาอัตราส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 68:32

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX

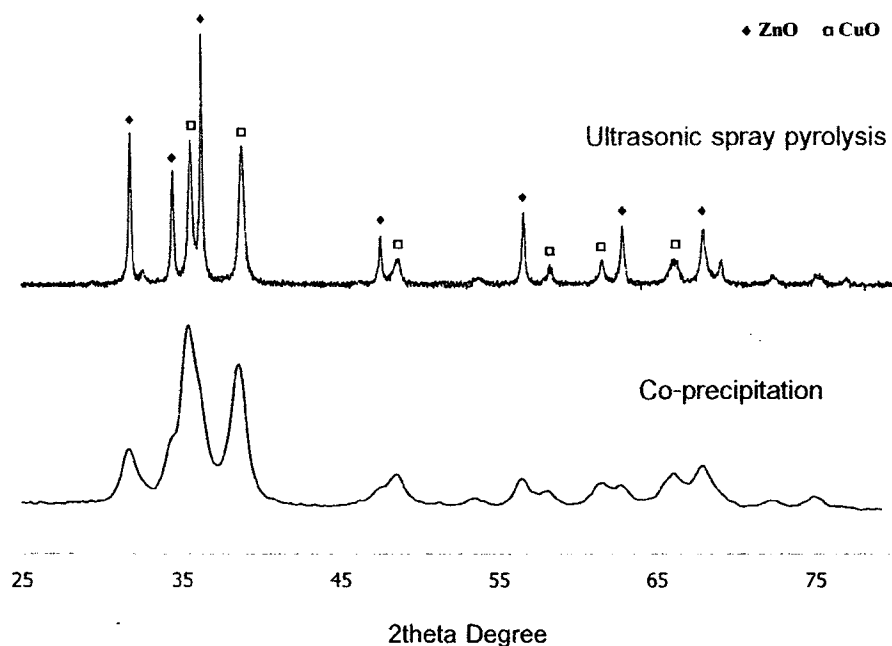
ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (°C)	ร้อยละโดยน้ำหนัก	
		CuO (49%)**	ZnO (51%)**
1:1 Cu : Zn	65*	68.72	32.18
	500	50.27	49.73
	600	52.19	47.81
	700	52.63	47.37

* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม
** อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา = 49:51

จากการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสจะพบว่าการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสให้ค่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่ใกล้เคียงกับอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์จริงมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม แต่การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยทั้งสองวิธีนั้นจะพบว่าให้ค่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีเฉพาะคอปเปอร์ ซิงก์ และออกซิเจนเท่านั้น ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับการตรวจสอบตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนบนรังสีเอกซ์ โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ที่พบเฉพาะฟิสิกของคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์

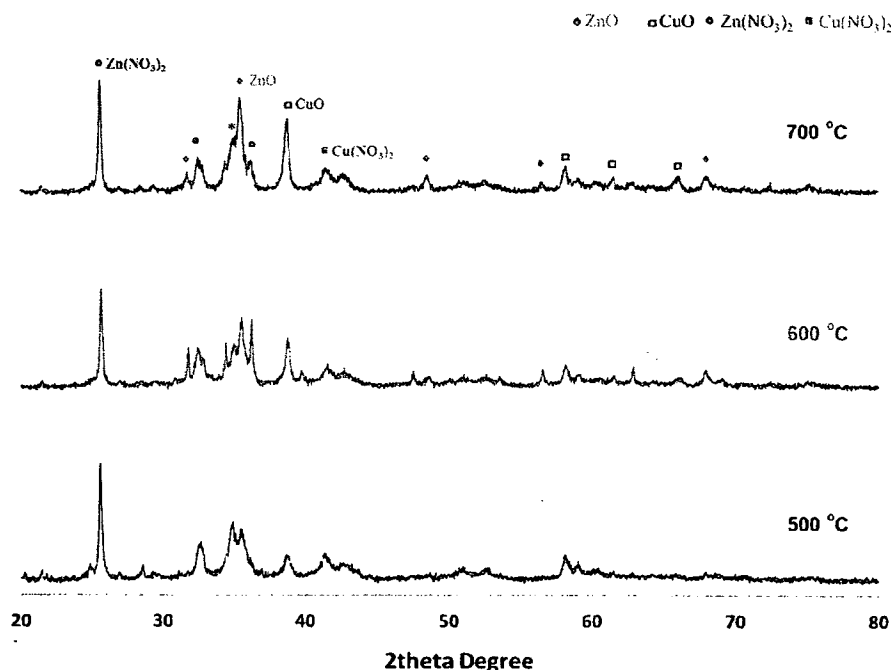
4.1.1.2 การศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

การศึกษาโครงสร้างผลึกขององค์ประกอบต่างๆ ในตัวเร่งปฏิกิริยาถือเป็นตัวแปรหรือปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อความว่องไวหรือความสามารถในการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสเมื่อผ่านขั้นตอนการเผาแล้วได้ถูกนำมาทดสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากรูปที่ 4.1 แสดงโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้จากทั้งสองวิธีมีองค์ประกอบหลักที่เหมือนกัน คือพบฟิสิกของคอปเปอร์ออกไซด์และซิงก์ออกไซด์ในตำแหน่งเดียวกัน ซึ่งพบฟิสิกที่แสดงผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 35.6°, 38.8° 49.0° 58.0° 61.4° และ 65.8° ส่วนฟิสิกที่แสดงถึงซิงก์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 32.5°, 34.5°, 36.5°, 47.5° 56.5°, 63.0° และ 68.0°



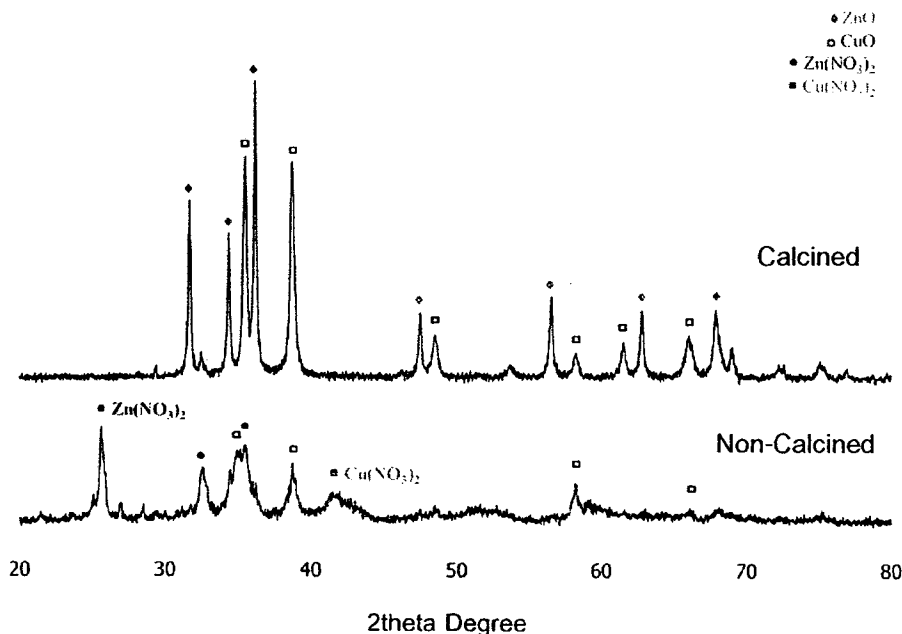
รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 เมาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)

จากรูปที่ 4.1 จะสังเกตเห็นว่าพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีความคมชัดของพีคต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส ทั้งนี้เนื่องจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซินั้น ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นไม่มีการเปลี่ยนแปลง ในขณะที่การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีตกตะกอนร่วมความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นจะลดลง เพราะเป็นการการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากการเจือจางสารละลายกรด (คอปเปอร์ไนเตรตและซิงก์ไนเตรต) และสารละลายเบส (โซเดียมคาร์บอเนต) ที่ทำปฏิกิริยาร่วมกัน ในน้ำปราศจากไอออนจึงทำให้ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นลดลง ทำให้นาณดผลึกมีขนาดเล็กลง [22] การกระจายตัวของผลึกเพิ่มขึ้น ทำให้การกระจายของแสงที่ตกกระทบบนตัวเร่งปฏิกิริยาลดลงทำให้พีคมีความคมชัดต่ำ



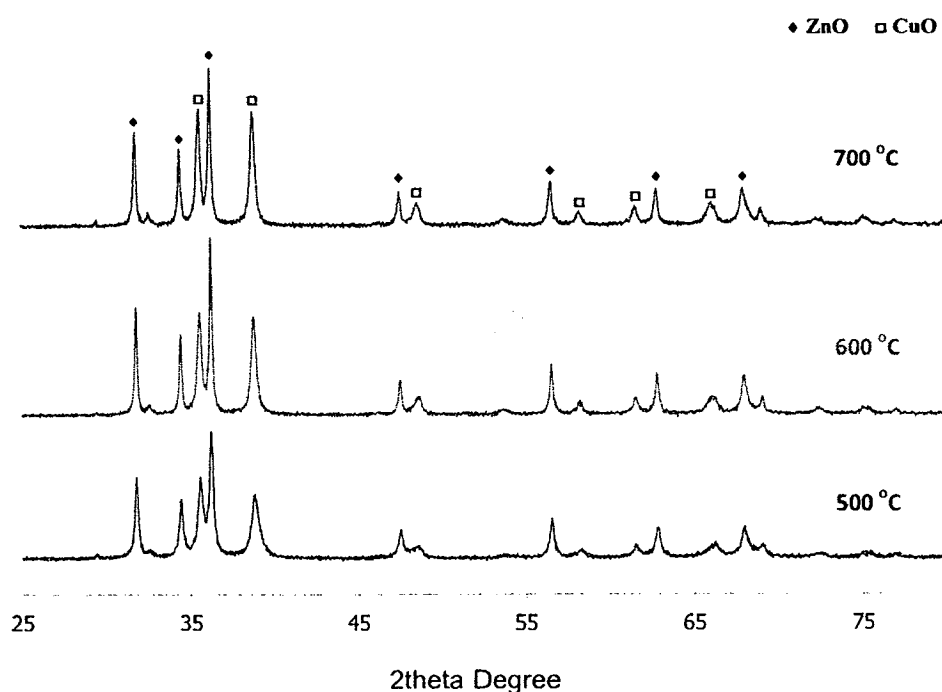
รูปที่ 4.2 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยไม่ผ่านการเผา (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1)

จากรูปที่ 4.2 แสดงโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้พบพีคของคอปเปอร์(II)ไฮดรอกไซด์ และซิงก์(II)ไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นพีคของสารตั้งต้นมีความคมชัดลดลง และเกิดพีคของคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ชัดเจนขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้เกิดสลายตัวทางความร้อนของสารตั้งต้นได้เพิ่มขึ้น แต่อาจจะไม่เพียงพอ ทั้งนี้ อาจเนื่องจากละอองสารตั้งต้นมีเวลาในการสลายตัวภายในเครื่องปฏิกรณ์สั้นจึงทำให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนได้ไม่สมบูรณ์ จึงทำให้พบพีคของสารตั้งต้นในผลการวิเคราะห์



รูปที่ 4.3 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมงกับไม่เผา (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1)

จากการศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่ไม่ผ่านการเผาจะพบฟีดของสารตั้งต้น จึงนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคดังกล่าวมาเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่ไม่ได้ผ่านการเผาและผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.3 พบว่าเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้นำไปเผา ฟีดของสารตั้งต้นทั้งสองจะหายไป ทั้งนี้เนื่องจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยเทคนิค อัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซินั้นละอองของสารตั้งต้นมีช่วงเวลาในการสลายตัวภายในเครื่องปฏิกรณ์สั้นจึงเกิดการสลายตัวทางความร้อนได้ไม่สมบูรณ์ จึงต้องนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้นำมาเผาก่อนนำไปใช้ในการทดสอบความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 4.4 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ = 1:1 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)

เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากรูปที่ 4.4 จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้พบพีคของคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ในตำแหน่งเดียวกัน และพบเพียงแคพีคของคอปเปอร์ออกไซด์และซิงก์ออกไซด์เท่านั้น ไม่มีสารตั้งต้นหลงเหลือ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM/EDX ที่พบองค์ประกอบของธาตุคอปเปอร์ ซิงก์ และออกซิเจนเท่านั้น

ตารางที่ 4.2 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (°C)	ขนาดผลึก (nm)	
		CuO	ZnO
1:1 Cu : Zn	65*	10.4	20.8
	500	17.83	36.18
	600	25.9	45.62
	700	28.19	43.92

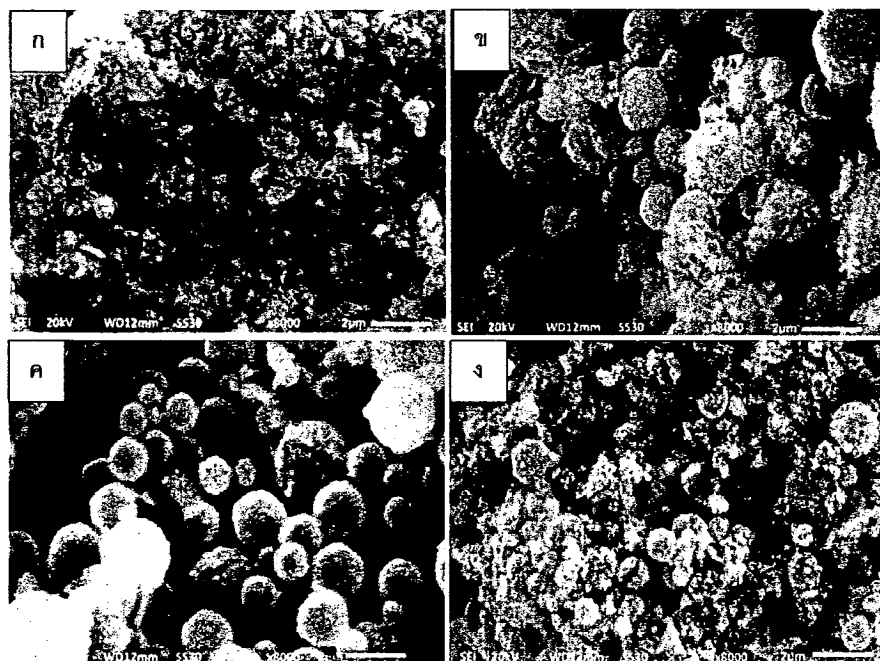
* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

จากตารางที่ 4.2 แสดงขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ด้วยเทคนิค XRD สามารถคิดขนาดผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ได้จากสมการ Scherrer โดยขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์จะคิดจากพีคของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ชัดเจน ที่สุดที่ค่า 2θ เท่ากับ 38.9 และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์จะคิดจากพีคของซิงก์ออกไซด์ที่ชัดเจน ที่สุดที่ค่า 2θ เท่ากับ 36.5 ซึ่งขนาดผลึกที่คิดได้นี้จะเป็นค่าโดยเฉลี่ยของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ในตัวเร่งปฏิกิริยาเท่านั้น พบว่าขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจะมีขนาดผลึกเป็น 10.4 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์เป็น 20.8 นาโนเมตร ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิส ขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์อยู่ในช่วง 17-29 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์อยู่ในช่วง 36-46 นาโนเมตร จากการเปรียบเทียบขนาดของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจะมีขนาดของผลึกเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิส

เมื่อพิจารณาอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เป็น 17.83, 25.29 และ 28.19 นาโนเมตรตามลำดับ และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์เป็น 36.18, 45.62 และ 43.92 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งพบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์และซิงก์ออกไซด์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น นอกจากนั้นแล้วอีกสิ่งหนึ่งที่สังเกตได้นั้นคือตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้นั้นมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยของซิงก์ออกไซด์ใหญ่กว่าคอปเปอร์ออกไซด์ทั้งหมด จึงอาจกล่าวได้ว่าการอยู่ร่วมกันของโลหะสองชนิดนี้น่าจะเป็นการกระจายตัวของโลหะคอปเปอร์ออกไซด์บนตัวรองรับซิงก์ออกไซด์ รวมถึงยังสามารถยืนยันหน้าที่ของตัวรองรับซิงก์ออกไซด์ที่ดีซึ่งทำให้ขนาดของโลหะว่องไวคอปเปอร์มีขนาดที่ค่อนข้างเล็กได้ด้วย

4.1.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

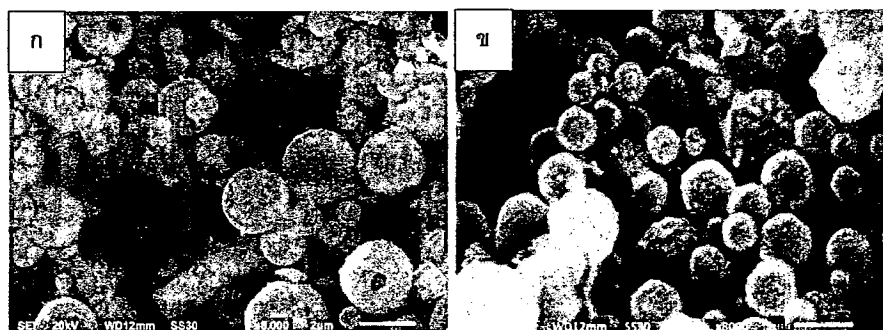
จากการศึกษาสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ กำลังขยาย 8,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 4.5 (ก-ง) จากการเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะคล้ายทรงกลมที่มีขนาดเล็กเกาะตัวรวมกันเป็นกลุ่มก้อน ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส สัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะโดยทั่วไปเป็นทรงกลม [14,21] ที่มีทั้งขนาดเล็กใหญ่ปะปนกัน และมีอนุภาคบางส่วนเกาะรวมกันเป็นกลุ่มก้อนซึ่งมีลักษณะสัณฐานวิทยาล้ายกับวิธีตกตะกอนร่วม เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส สารละลายจะอยู่ในรูปของละอองขนาดเล็ก ซึ่งละอองสารละลายที่เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์มีส่วนที่ทำปฏิกิริยากันสมบูรณ์และไม่สมบูรณ์ โดยส่วนที่ทำปฏิกิริยากันสมบูรณ์จะเกิดการตกตะกอนขณะที่อยู่ในภาวะที่ยังเป็นละออง และส่วนที่ไม่สมบูรณ์อาจจะเกิดจากละอองของสารละลายเกิดการรวมตัวกลับมาเป็นหยดของสารละลายอีกครั้ง [19] แล้วเกิดการตกตะกอนในเฟสของของเหลวคล้ายกับวิธีตกตะกอนร่วม ทำให้เห็นสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยามีบางส่วนที่เกาะกลุ่มกันเป็นกลุ่มก้อน



รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM (x8000) แสดงสัญญาณวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) (ก) วิธีตกตะกอนร่วม (ข) อัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ค) อัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และ (ง) อัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

จากภาพถ่ายไมโครกราฟรูปที่ 4.5 (ข-ง) พบว่าอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสมีผลต่อสัญญาณวิทยาและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์จากอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (รูปที่ 4.5 (ข)) เป็นอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (รูปที่ 4.5 (ค)) จะเห็นว่ารูปร่างอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีลักษณะเป็นทรงกลมมากขึ้น ขนาดของอนุภาคเล็กลง และพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีความเรียบเพิ่มขึ้น เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสสารละลายที่ได้จะอยู่ในรูปของละอองสารขนาดเล็ก เมื่อผ่านเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ที่มีการให้ความร้อน ทำให้เกิดการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของอนุภาค อนุภาคเกิดการสลายตัวเกิดเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลม [14] แต่ที่อุณหภูมิต่ำละอองสารที่เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เกิดการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของอนุภาคเกิดการสลายตัวของละอองสารตั้งต้นไม่สมบูรณ์ทำให้ละอองสารรวมตัวกันเป็นหยดของสารละลาย ทำให้อนุภาคที่ได้มีขนาดใหญ่ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (รูปที่ 4.5 (ง)) จะพบว่าพื้นผิวของอนุภาคบางส่วนเกิดการแตก และมีการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน ทั้งนี้เนื่องจากละอองของสารตั้งต้นที่เข้าสู่

เครื่องปฏิกรณ์เมื่อได้รับความร้อนสูงเกิดไป เกิดการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของละอองสารอย่างรวดเร็วจึงทำให้อนุภาคบางส่วนเกิดการก่อรูปเร็วเกินไปจนเกิดการแตกของพื้นผิว [14]



รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM (x8000) แสดงสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (ก) ไม่เผา และ (ข) เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (อัตราส่วนโดยมวลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1)

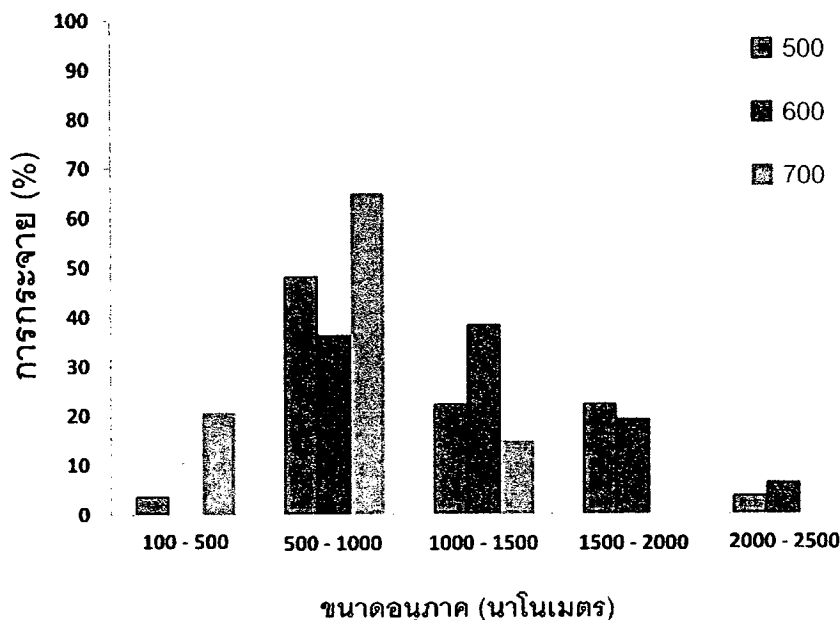
จากภาพถ่ายไมโครกราฟรูปที่ 4.6 (ก-ข) เป็นการเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่ไม่ผ่านการเผา (รูปที่ 4.6 (ก)) กับเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (รูปที่ 4.6 (ข)) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ผ่านการเผามีรูปร่างอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นทรงกลมโดยส่วนใหญ่ และมีลักษณะแบบแท่ง มีพื้นผิวที่เรียบเนียน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสนั้นสารละลายจะอยู่ในรูปของละอองขนาดเล็ก มีส่วนที่ทำปฏิกิริยากันสมบูรณ์และไม่สมบูรณ์ โดยส่วนที่ทำปฏิกิริยากันสมบูรณ์จะเกิดการตกตะกอนขณะที่อยู่ในภาวะที่ยังเป็นละออง และส่วนที่ไม่สมบูรณ์อาจจะเกิดจากละอองของสารละลายเกิดการรวมตัวกลับมาเป็นหยดของสารละลายอีกครั้งแล้วเกิดการตกตะกอนในเฟสของของเหลวคล้ายกับวิธีการตกตะกอนร่วม ทำให้เห็นสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นแบบแท่ง และเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ไปเผาจะพบตัวเร่งปฏิกิริยามีรูปร่างเป็นทรงกลมเพิ่มขึ้น แต่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีความเรียบเนียนน้อยลง ทั้งนี้ต้องทำการศึกษาในส่วนของอุณหภูมิและเวลาในการเผาเพิ่มเติมในงานวิจัยต่อไป

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยา (ไมโครเมตร)
1:1 Cu : Zn	65*	0.981
	500	1.631
	600	1.426
	700	1.067

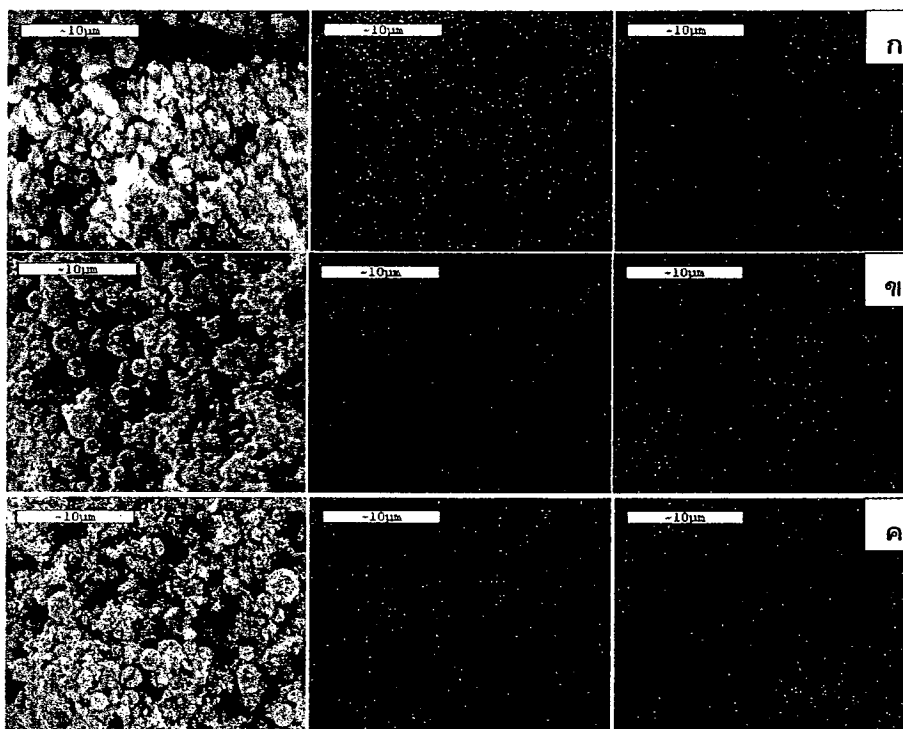
* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

จากตารางที่ 4.3 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสโดยใช้โปรแกรมเซมาฟอร์ (Semafore) ในการหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.981 ไมโครเมตร ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 1.0 - 1.7 ไมโครเมตร จากการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาต่อขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิส เนื่องจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีตกตะกอนร่วมความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นจะลดลง ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้จึงมีขนาดเล็ก [22] เมื่อพิจารณาอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสมีขนาดอนุภาคประมาณ 1.6 ไมโครเมตร อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสมีขนาดอนุภาคประมาณ 1.4 ไมโครเมตร และอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสมีขนาดอนุภาคประมาณ 1.1 ไมโครเมตร นั่นคือเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสเพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.7 การกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)

เมื่อพิจารณาการกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกส์เพอร์โฟไรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ แสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่าการกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีการกระจายของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 100 – 2500 นาโนเมตร โดยอนุภาคมีขนาดเล็กที่สุดคือ 292 นาโนเมตรที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และอนุภาคที่มีขนาดใหญ่คือ 2520 นาโนเมตรที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นการกระจายของขนาดอนุภาคมีการกระจายอยู่ในช่วง 500-1000 นาโนเมตรเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (x8000) เทคนิค SEM/EDX mapping แสดงการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์เทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ (อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)
(ก) อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ข) อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และ (ค) อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

จากการวิเคราะห์การกระจายตัวธาตุองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเทคนิค SEM/EDX mapping จากรูปที่ 4.8 แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีการกระจายตัวได้ดี

4.1.1.4 การหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการศึกษาพื้นที่ผิว (Surface area) ปริมาตรของรูพรุน (Pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average pore size) โดยอาศัยเทคนิคการดูดซับของแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 4.4 การทดสอบคุณลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว BET (ตารางเมตร/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร/กรัม)	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (นาโนเมตร)
1:1 Cu : Zn	65*	55.92	0.51	36.03
	500	2.63	0.005	8.51
	600	26.87	0.071	15.05
	700	9.94	0.038	12.07

* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

จากตารางที่ 4.4 แสดงถึงพื้นที่ผิว (Surface area), ปริมาตรของรูพรุน (Pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average pore size) ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 55.92 ตารางเมตร/กรัม ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสมีพื้นที่ผิวอยู่ในช่วง 2-26 ตารางเมตร/กรัม จากการเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีพื้นที่ผิวมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส เนื่องจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีตกตะกอน ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส จึงส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส

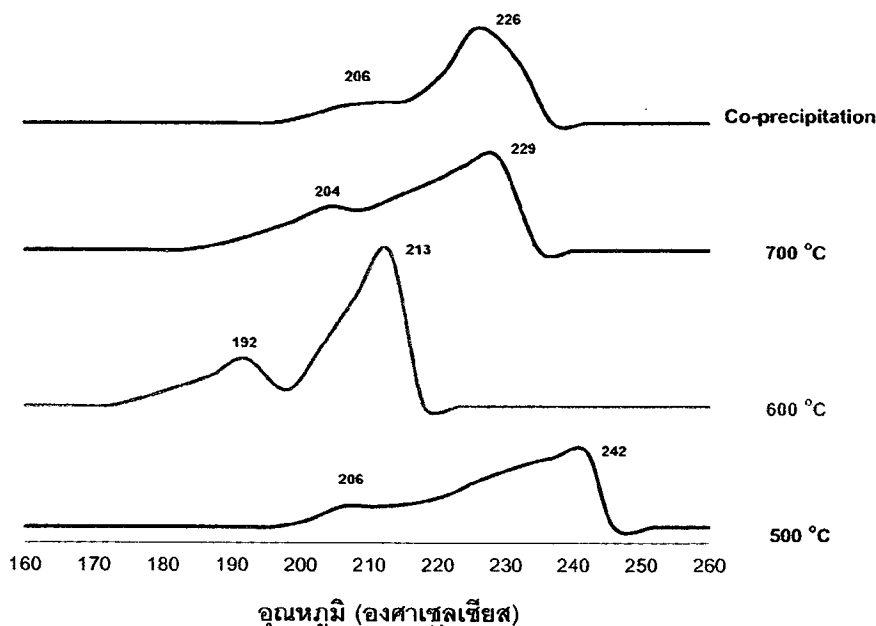
จากการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ จากตารางที่ 4.4 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวมากที่สุดคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสที่มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 26.87 ตารางเมตร/กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวน้อยที่สุดคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสที่มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 2.63 ตารางเมตร/กรัม เมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น พื้นที่ผิวมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง ละอองสารของสารละลายได้รับการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของอนุภาคเกิดการสลายตัวในขณะที่เกิดฟองขนาดเล็ก [14] ทำให้ขนาดของอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กกว่าที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งที่อุณหภูมิต่ำ การสลายตัวของละอองสารตั้งต้นเกิดได้ไม่สมบูรณ์ทำให้ละอองสารเกิดการรวมตัวกันเป็นหยดของ

สารละลาย ทำให้ขนาดของอนุภาคมีขนาดใหญ่ ซึ่งสังเกตได้จากผลการศึกษาด้วยเทคนิค SEM เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลง จึงส่งผลให้มีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น

4.1.1.5 การเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

การทดสอบความสามารถในการรีดิวซ์หรือความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำการทดสอบการเกิดรีดักชันทดสอบได้ด้วยเทคนิคการรีดักชันแก๊สไฮโดรเจนตามอุณหภูมิหรือเทคนิค Temperature Programmed Reduction (TPR) ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์มีช่วงอุณหภูมิในการรีดักชันอยู่ในช่วง 150-240 [27] ซึ่งจากรูปที่ 4.9 จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ มีพีคของการรีดักชันอยู่ในช่วงดังกล่าว โดยมีพีคของการเกิดรีดักชันเกิดขึ้นแบ่งเป็น 2 ช่วงอุณหภูมิ คือในช่วงอุณหภูมิต่ำประมาณ 180 - 200 องศาเซลเซียส และในช่วงอุณหภูมิสูงคือประมาณ 215 - 230 องศาเซลเซียส ซึ่งการรีดักชันในช่วงอุณหภูมิต่ำนั้นเกิดจากการรีดักชันของคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีอนุภาคเล็กและมีการกระจายตัวได้ดี ส่วนการรีดักชันที่อุณหภูมิสูงเกิดจากการรีดักชันของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ ในการเกิดการรีดักชันไฮโดรเจนของคอปเปอร์ออกไซด์นั้นแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน คือในขั้นตอนแรกเป็นความสามารถในการรีดักชันไฮโดรเจนเพื่อเป็น Cu^{2+} เป็น Cu^+ และในขั้นตอนที่สองเป็นการรีดักชันไฮโดรเจนเพื่อเปลี่ยน Cu^+ เป็น Cu^0 ซึ่งโลหะคอปเปอร์ที่อยู่ในรูปของ Cu^0 ถือเป็นภาวะที่เหมาะสมที่มีความว่องไวที่สุดในการเกิดปฏิกิริยา ดังสมการ 4.1





รูปที่ 4.9 การเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาโคปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ (อัตราส่วนโดยโมลของโคปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

จากรูปที่ 4.9 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะเกิดการรีดักชันอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 190 - 240 องศาเซลเซียส โดยตัวเร่งปฏิกิริยาโคปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมจะเกิดการรีดักชันในช่วงอุณหภูมิที่ 206-226 องศาเซลเซียส ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาโคปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ มีช่วงอุณหภูมิในการรีดักชันอยู่ในช่วงอุณหภูมิที่ 192 - 242 องศาเซลเซียส จากการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสจะมีช่วงอุณหภูมิในการรีดักชันที่ต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม ทั้งนี้เนื่องจากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีตกตะกอนร่วมมีขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาเล็กกว่าและมีการจับกลุ่มเป็นก้อน ซึ่งส่งผลให้เกิดการรีดักชันได้ยากและเกิดในช่วงอุณหภูมิที่สูง

เมื่อทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะพบว่า เมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจะทำให้ความสามารถในการรีดักชันลดลง นั่นคือช่วงอุณหภูมิในการรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มลดลง สังเกตได้จากรูปที่ 4.9 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสมีช่วงอุณหภูมิในการรีดักชันต่ำที่สุดคืออยู่ในช่วง 192 - 213 องศาเซลเซียส เนื่องจากผลของการศึกษาด้วยเทคนิค BET พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวมากทำให้เกิดการรีดักชันที่อุณหภูมิต่ำ ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส

เกิดการรีดักชันในช่วงใกล้เคียงกัน คืออยู่ในช่วงอุณหภูมิ 206 – 242 องศาเซลเซียส ทั้งนี้ถึงแม้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส จะมีลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่แตกต่างจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสนั้นคือมีรูปร่างของอนุภาคเป็นทรงกลม แต่ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดต่างกัน ซึ่งจากการศึกษาด้วยเทคนิค BET พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวน้อย และพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาบางส่วนมีการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนเนื่องจากการสลายตัวทางความร้อนที่ไม่สมบูรณ์ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบว่ามีพื้นผิวของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาบางส่วนแตก เนื่องจากการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของอนุภาคเร็วเกินไป และมีอนุภาคบางส่วนจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน จึงทำให้เกิดการรีดักชันได้ยากและเกิดที่อุณหภูมิสูง

ตารางที่ 4.5 ร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละการเกิดการเกิดรีดักชัน
1:1 Cu : Zn	65*	50.38
	500	64.18
	600	74.51
	700	69.72

* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

จากตารางที่ 4.5 แสดงค่าร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันเท่ากับร้อยละ 50.38 และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันอยู่ในช่วงร้อยละ 64 – 74 เมื่อทำการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ต่อร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาจะพบว่าร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสจะให้ค่าที่สูงกว่าการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจะมีขนาดของอนุภาคที่เล็ก และมีการจับเป็นกลุ่มก้อน ทำให้เกิดการรีดักชันได้ยากจึงส่งผลทำให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันต่ำ

เมื่อพิจารณาร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะพบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันที่ไม่แตกต่างกันมาก โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่

อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสจะให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันสูงที่สุดคือร้อยละ 74.51 และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันเท่ากับร้อยละ 64.18 และ 69.72 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวมาก อนุภาคกระจายตัวได้ดีจึงทำให้เกิดการเกิดรีดักชันได้สูง แต่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวน้อย และบางส่วนมีการจับกลุ่มเป็นก้อน และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พื้นที่ผิวน้อย มีอนุภาคบางส่วนจับกลุ่มกันเป็นก้อน จึงทำให้เกิดการรีดักชันได้ยากและเกิดที่อุณหภูมิสูง จึงส่งผลทำให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันต่ำ

4.1.2 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไฟโรไลซิส

4.1.2.1 การศึกษาหาองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) โดยใช้เครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (EDX) จากตารางที่ 4.6 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 (อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 49:51) มีร้อยละโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ประมาณ 53:48 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:2 มีร้อยละโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ประมาณ 40:61 และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 2:1 มีร้อยละโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ประมาณ 68:32

ตารางที่ 4.6 องค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX

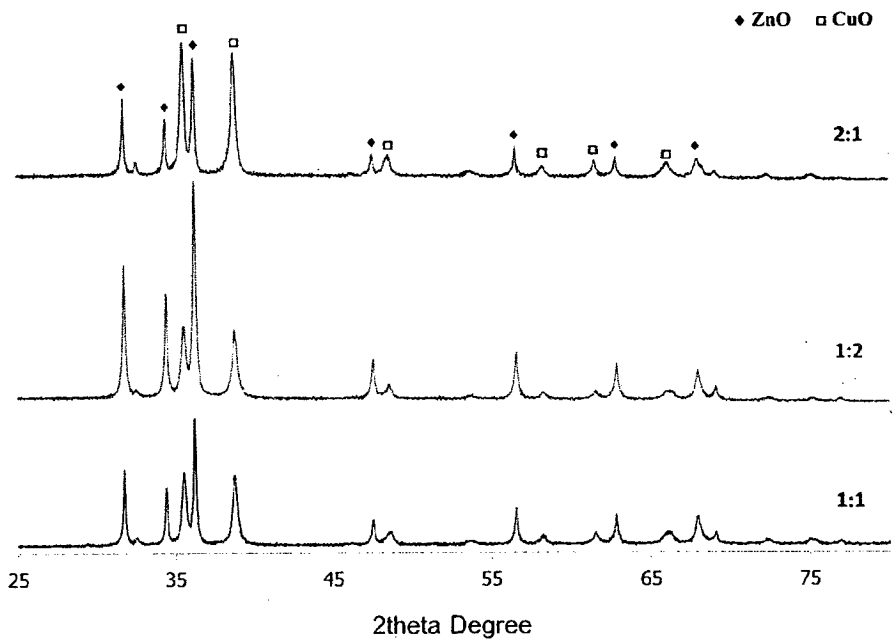
อัตราส่วนโดยโมล CuO : ZnO	อุณหภูมิ (°C)	ร้อยละโดยน้ำหนัก	
		CuO (49%)*	ZnO (51%)*
1:1	600	52.19	47.81
1:2	600	39.86	61.14
2:1	600	67.79	32.21

* อัตราส่วนโดยน้ำหนักของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา = 49:51

จากการวิเคราะห์พบว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสให้ค่าที่ใกล้เคียงกับอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลองจริง ซึ่งพบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีเฉพาะคอปเปอร์ ซิงก์ และออกซิเจนเท่านั้น ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับการตรวจสอบตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD ที่พบเฉพาะฟีดของคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์

4.1.2.2 การศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

จากการศึกษาโครงร่างผลึกขององค์ประกอบต่างๆ ในตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) เมื่อผ่านขั้นตอนการเผาแล้วมาทดสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากรูปที่ 4.8 แสดงโครงร่างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีองค์ประกอบหลักที่เหมือนกัน คือพบฟีดของคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ในตำแหน่งเดียวกัน โดยพบฟีดที่แสดงโครงร่างผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 35.6°, 38.8° 49.0° 58.0° 61.4° และ 65.8° และฟีดที่แสดงโครงร่างผลึกของซิงก์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 32.5°, 34.5°, 36.5°, 47.5° 56.5°, 63.0° และ 68.0°



รูปที่ 4.10 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)

จากรูปที่ 4.10 จะพบว่าพีคของโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน ความคมชัดของพีคที่ได้จะต่างกัน โดยเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มขึ้นพีคของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 35.6° และ 38.8° มีความคมชัดเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกันเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นพีคของผลึกของซิงก์ออกไซด์ที่ 2θ เท่ากับ 32.5° และ 36.5° มีความคมชัดเพิ่มขึ้น เนื่องจากสัดส่วนของสารตั้งต้นที่เพิ่มขึ้นอาจส่งผลให้โอกาสที่การกระจายของแสงที่ตกกระทบบนตัวเร่งปฏิกิริยานั้นเพิ่มมากขึ้นจึงทำให้พีคแสดงความคมชัดสูงขึ้น [25]

ตารางที่ 4.7 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

อัตราส่วนโดยโมล Cu : Zn	อุณหภูมิ (°C)	ขนาดผลึก (nm)	
		CuO	ZnO
1:1	600	25.90	45.62
1:2	600	27.15	46.10
2:1	600	28.14	50.51

จากตารางที่ 4.7 แสดงขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 มีขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 25.90 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 45.62 นาโนเมตร เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสัดส่วนของซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น มีขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 27.15 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 46.10 นาโนเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มขึ้น มีขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 28.14 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 50.51 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อพิจารณาตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน จะพบว่าขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์ หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นนั้น ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากสัดส่วนของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น นั่นคือปริมาณของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น จึงทำให้ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเพิ่มขึ้น และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเหมือนกัน จึงทำให้ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นนั้นเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย นอกจากนั้นจะสังเกตเห็นค่าขนาดผลึกเฉลี่ยของซิงก์ออกไซด์ใหญ่กว่าคอปเปอร์ออกไซด์ทั้งหมด จึงสามารถยืนยันหน้าที่ของตัวรองรับซิงก์ออกไซด์ที่ดีซึ่งทำให้ขนาดของโลหะว่องไวคอปเปอร์มีขนาดที่ค่อนข้างเล็กได้ด้วย[25]

4.1.2.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) กำลังขยาย 8,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 4.11 (ก-ค) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีสัณฐานวิทยาที่คล้ายกัน นั่นคืออนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยามีรูปร่างส่วนใหญ่เป็นทรงกลม ที่มีขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีความเรียบ และมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดี เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสสารละลายที่ได้จะอยู่ในรูปของละอองสารขนาดเล็ก เมื่อผ่านเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ที่มีการให้ความร้อน ทำให้เกิดการถ่ายโอนความร้อนเข้าสู่ศูนย์กลางของอนุภาค อนุภาคเกิดการสลายตัวเกิดเป็นอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีผิวเรียบ [14] เมื่อทำการเปรียบเทียบผลของอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่ต่างกัน ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสต่อสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น นั่นคือสัดส่วนของสารตั้งต้นคือคอปเปอร์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาไม่มี

การเปลี่ยนแปลง อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีขนาดของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ มีอนุภาคนาขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน



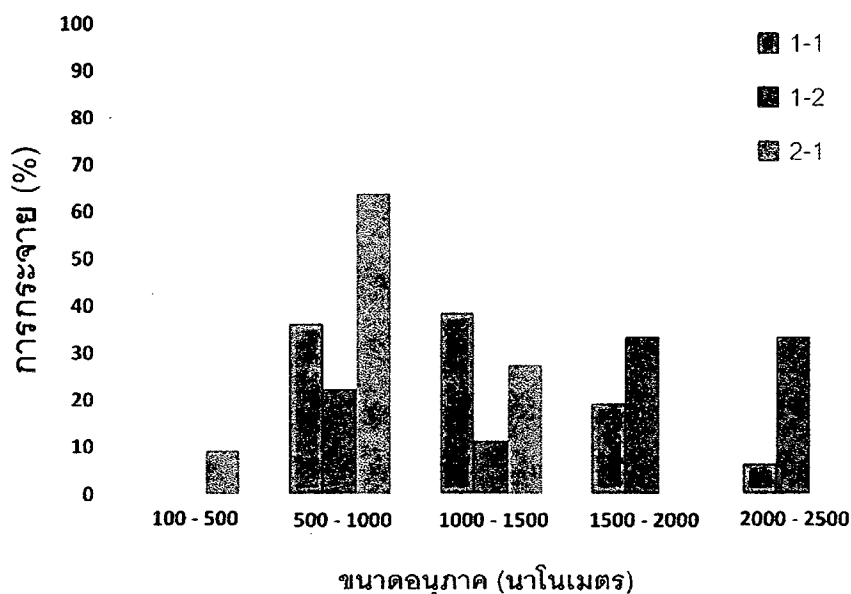
รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM (x8000) แสดงสัญญาณวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน . (อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) (ก) 1:1 (ข) 1:2 และ (ค) 2:1

จากตารางที่ 4.8 ที่แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสโดยใช้โปรแกรมเซมาฟอว์ (Semafore) ในการหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 มีขนาดอนุภาคประมาณ 1.4 ไมโครเมตร ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:2 มีขนาดอนุภาคประมาณ 2 ไมโครเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 2:1 มีขนาดอนุภาคประมาณ 1.5 ไมโครเมตร

ตารางที่ 4.8 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยา (ไมโครเมตร)
1 : 1	600	1.426
1 : 2	600	2.033
2 : 1	600	1.507

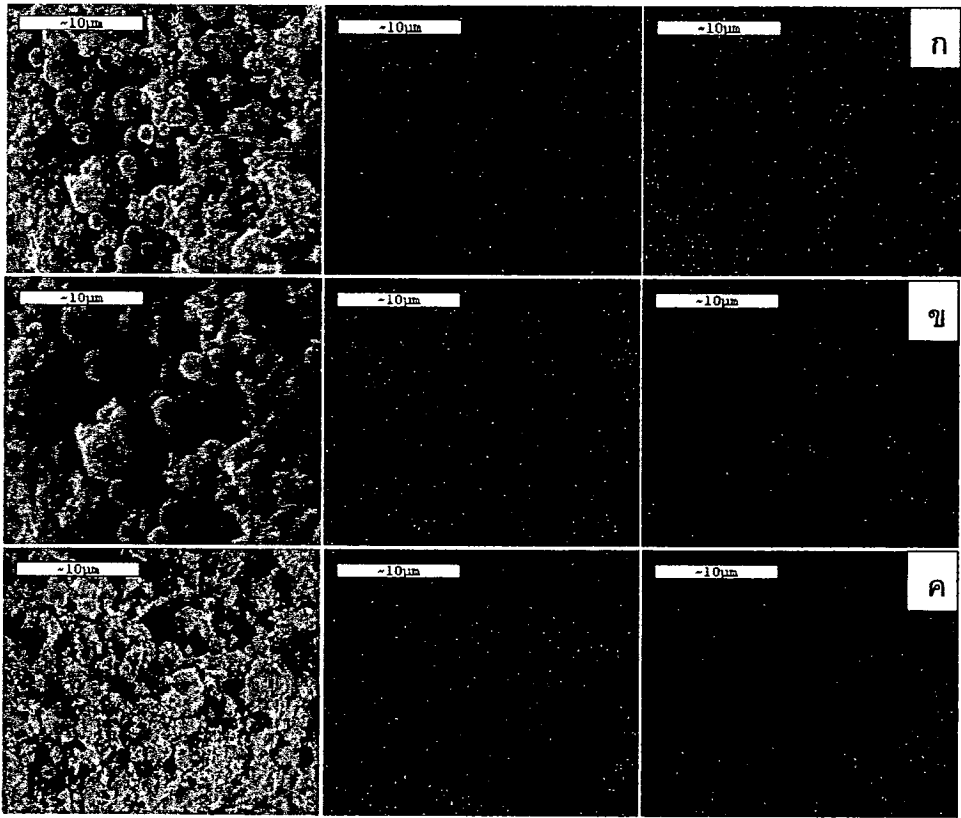
เมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้นจะมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เนื่องจากอะตอมของซิงก์มีขนาดใหญ่กว่าอะตอมของคอปเปอร์ เมื่อปริมาณเพิ่มมากขึ้น อาจส่งผลให้ขนาดของอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส อนุภาคของซิงก์ออกไซด์บางส่วนมีการสลายตัวทางความร้อนไม่สมบูรณ์ [23] จึงทำสารละลายเกิดการรวมตัวกันเป็นหยดทำให้ขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ในส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มขึ้นพบว่าขนาดของอนุภาคมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มปริมาณสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์ไม่ส่งผลต่อขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 4.12 การกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง)

เมื่อพิจารณาการกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่าการกระจายของขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีการกระจายของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 100 – 2500 นาโนเมตร โดยอนุภาคมีขนาดเล็กที่สุดคือ 455 นาโนเมตรที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 2:1 และอนุภาคที่มีขนาดใหญ่คือ 2340 นาโนเมตรที่

อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:2 เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มขึ้น การกระจายของขนาดอนุภาคมีการกระจายอยู่ในช่วง 500-1000 นาโนเมตรเพิ่มขึ้น และขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลง และเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น การกระจายของขนาดอนุภาคมีการกระจายอยู่ในช่วง 1500-2500 นาโนเมตรเพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคมีขนาดเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM/EDX mapping (x8000) แสดงการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) (ก) 1:1 (ข) 1:2 และ (ค) 2:1

จากการวิเคราะห์การกระจายตัวธาตุองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) ด้วยเทคนิค SEM/EDX mapping จากรูปที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไพโรไลซิสที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีการกระจายตัวที่ดี

4.1.2.4 การหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาถือเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการศึกษาพื้นที่ผิว (Surface area) ปริมาตรของรูพรุน (Pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average pore size) โดยอาศัยเทคนิคการดูดซับของแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ 4.9 การทดสอบคุณลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

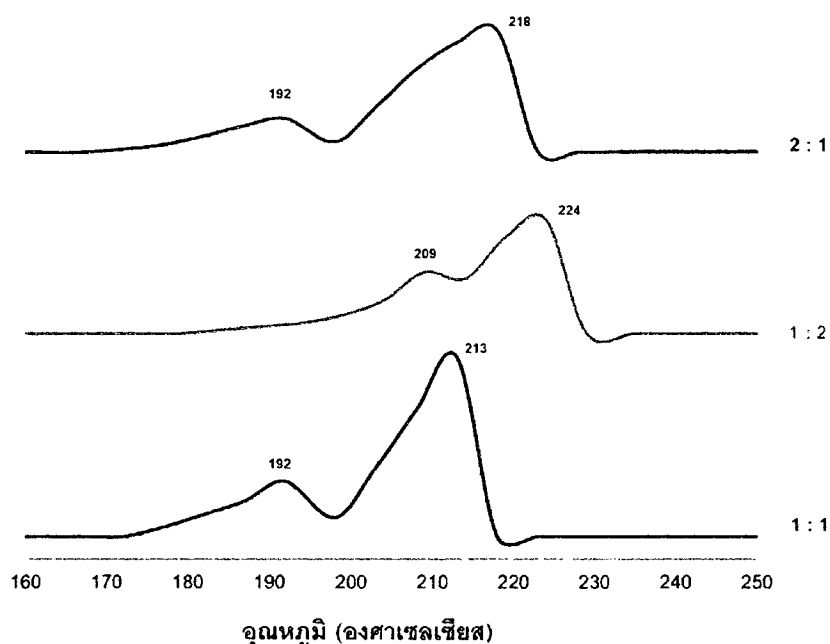
ตัวเร่งปฏิกิริยา CuO : ZnO	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว BET (ตารางเมตร/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร/กรัม)	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (นาโนเมตร)
1 : 1	600	26.87	0.081	12.07
1 : 2	600	15.45	0.062	15.58
2 : 1	600	12.31	0.034	11.05

จากตารางที่ 4.9 แสดงถึงพื้นที่ผิว (Surface area), ปริมาตรของรูพรุน (Pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average pore size) ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 มีพื้นที่ผิว 26.87 ตารางเมตร/กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:2 มีพื้นที่ผิว 15.45 ตารางเมตร/กรัม และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 2:1 มีพื้นที่ผิว 12.31 ตารางเมตร/กรัม

จากการเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวมากที่สุดคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป คือมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง เนื่องจากอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้เมื่อมีอัตราส่วนโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไปมีขนาดเพิ่มขึ้น จากการศึกษาด้วยเทคนิค SEM จึงทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวลดลง

4.1.2.5 การเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

การทดสอบความสามารถในการรีดิวซ์หรือความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ ยังคงได้รับการทดสอบด้วยเทคนิค Temperature Programmed Reduction (TPR) แสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) มีพีคของการเกิดรีดักชันในช่วงอุณหภูมิ 192 - 224 องศาเซลเซียส คือในช่วงอุณหภูมิต่ำประมาณ 180 - 200 องศาเซลเซียส และในช่วงอุณหภูมิสูงคือประมาณ 215 - 230 องศาเซลเซียส ซึ่งการรีดักชันในช่วงอุณหภูมิต่ำนั้นเกิดจากการรีดักชันของคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีอนุภาคเล็กและมีการกระจายตัวได้ดี ส่วนการรีดักชันที่อุณหภูมิสูงเกิดจากการรีดักชันของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ ในการเกิดการรีดักชันไฮโดรเจนของคอปเปอร์ออกไซด์นั้นแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน คือในขั้นตอนแรกเป็นความสามารถในการรีดักชันไฮโดรเจนเพื่อเปลี่ยน Cu^{2+} เป็น Cu^+ และในขั้นตอนที่สองเป็นการรีดักชันไฮโดรเจนเพื่อเปลี่ยน Cu^+ เป็น Cu^0 ซึ่งโลหะคอปเปอร์ที่อยู่ในรูปของ Cu^0 ถือเป็นภาวะที่เหมาะสมที่มีความว่องไวที่สุดในการเกิดปฏิกิริยา



รูปที่ 4.14 การเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสและเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

จากการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:1 พบว่าช่วงอุณหภูมิในการเกิดรีดักชันต่ำที่สุด เนื่องจากขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวมาก จึงส่งผลทำให้เกิดการรีดักชันได้ง่ายและเกิดที่อุณหภูมิต่ำ และเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป ช่วงอุณหภูมิในการเกิดรีดักชันที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิที่ไม่แตกต่างกัน เนื่องจากการศึกษาด้วยเทคนิค BET พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวที่ไม่แตกต่างกันมาก จึงส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีช่วงอุณหภูมิในการเกิดรีดักชันใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4.10 ร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TPR

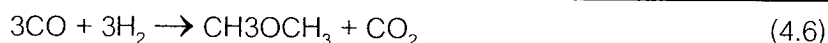
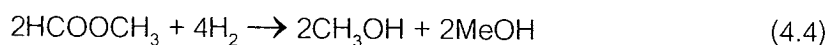
ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ (°C)	ร้อยละการเกิดรีดักชัน
1 : 1	600	74.51
1 : 2	600	52.27
2 : 1	600	65.68

จากตารางที่ 4.10 แสดงค่าร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่เท่ากันคือ 1:1 ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันเท่ากับ 74.51 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากับ 1:2 ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันเท่ากับ 52.27 และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เป็น 2:1 ให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันเท่ากับ 65.68

เมื่อพิจารณาร้อยละการเกิดรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่เท่ากันคือที่ 1:1 จะให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันมากที่สุด เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป โดยมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันมีค่าลดลง เนื่องจากขนาดผลึกตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเพิ่มขึ้น พื้นที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาน้อย ทำให้การเกิดรีดักชันได้ยากและเกิดที่อุณหภูมิสูง จึงส่งผลให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันต่ำ

4.2 การทดสอบความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา

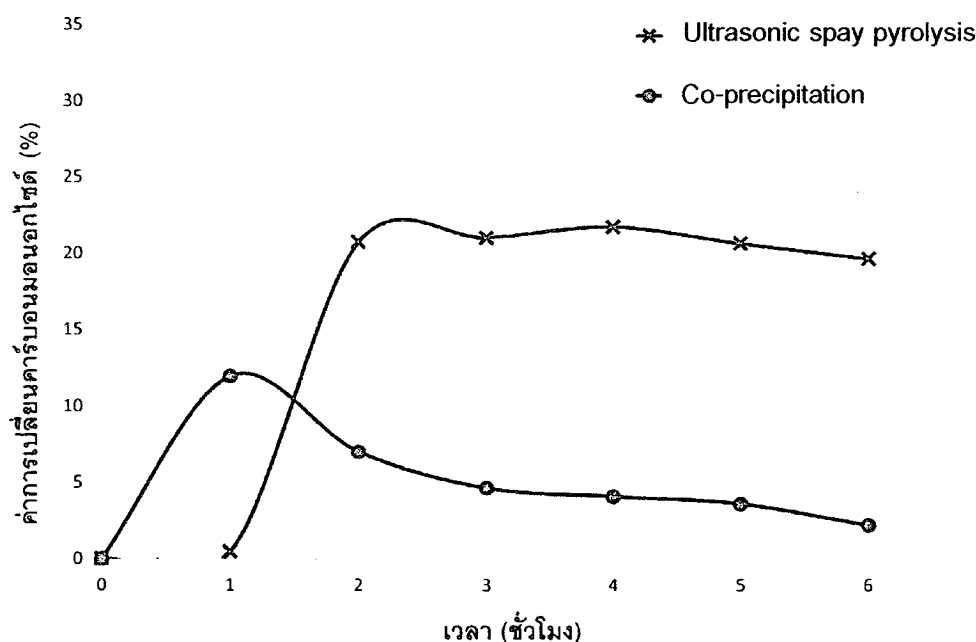
การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์โดยปกติสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาดิไฮเดรชันของเมทานอลที่อุณหภูมิและความดันสูง เป็นภาวะที่เสี่ยงต่อการเกิดอันตรายได้โดยง่าย ดังนั้นจึงทำการศึกษาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ที่อุณหภูมิต่ำลงและสังเคราะห์จากแก๊สสังเคราะห์โดยตรงซึ่งถือเป็นการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ในขั้นตอนเดียว การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์โดยตรงนั้นจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์และซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ทำงานร่วมกันเพื่อเร่งให้เกิดปฏิกิริยาหลัก 2 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอลซึ่งเป็นบทบาทของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ และการเกิดปฏิกิริยาดิไฮเดรชันของเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ซึ่งเป็นบทบาทของตัวเร่งปฏิกิริยากรดหรือซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 โดยขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังสมการ



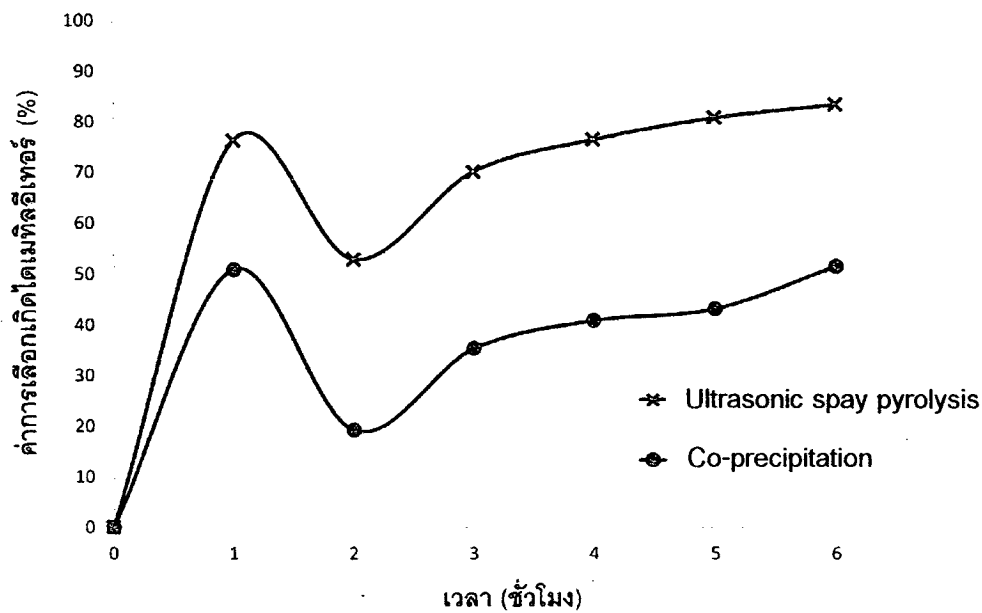
การสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์โดยตรงนั้นจะมีปฏิกิริยาหลักแบ่งออกเป็น 2 ส่วน โดยแบ่งตามหน้าที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองชนิดที่ผสมกันอยู่ โดยในส่วนแรกเป็นส่วนของการผลิตเมทานอล (สมการที่ 4.2 – 4.4) และในส่วนหลังเป็นการใช้เมทานอลในการเกิดปฏิกิริยาเป็นไดเมทิลอีเทอร์ (สมการที่ 4.5) ซึ่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาในทั้ง 2 ส่วนนั้นจะพบว่าปฏิกิริยาในส่วนของการเกิดเป็นเมทานอลนั้นมีหลายขั้นตอนจึงเกิดความยุ่งยากและทำให้อัตราการผลิตนั้นเกิดขึ้นได้ช้ากว่าปฏิกิริยาในส่วนของการดิไฮเดรชันของเมทานอลไปเป็นเกิดไดเมทิลอีเทอร์ซึ่งจะเกิดขึ้นได้รวดเร็วกว่าเพราะเป็นปฏิกิริยาในขั้นตอนเดียว ดังนั้นจึงอาจกล่าวได้ว่าปฏิกิริยาในส่วนของการสังเคราะห์เมทานอลนั้นถือเป็นขั้นควบคุมปฏิกิริยาโดยรวม จากสมการต่างๆ จะพบว่า สมการ 4.3 เป็นการเกิดปฏิกิริยาเอสเตอริฟิเคชันของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นเอสเตอร์ เอสเตอร์ดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันกลายเป็นเมทานอลดังสมการ 4.4 และเกิดปฏิกิริยาการดึงน้ำออกของเมทานอลได้ผลิตภัณฑ์เป็นไดเมทิลอีเทอร์ดังสมการ 4.5 ในที่สุด โดยตลอดเวลาของการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ นั้นจะมีปฏิกิริยาออกเตอร์แก๊สซิฟดังสมการ 4.2 เกิดร่วมอยู่ด้วย ซึ่งโมเลกุลของน้ำจะทำปฏิกิริยากับแก๊สสังเคราะห์เกิดเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และแก๊สไฮโดรเจนที่สามารถกลับไปทำปฏิกิริยาใหม่

4.2.1 ศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส

จากการศึกษาค่าร้อยละของการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์และซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ สำหรับสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ ($\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$) ความดัน 40 บาร์ และอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.15 แสดงค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงตั้งแต่ชั่วโมงที่ 2 และให้ค่าที่ค่อนข้างคงที่เมื่อ 3 ชั่วโมงผ่านไป และสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์มีค่าสูงตั้งแต่ชั่วโมงที่ 2 เช่นกัน และมีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อเวลาผ่านไป จากกราฟจะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสจะให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

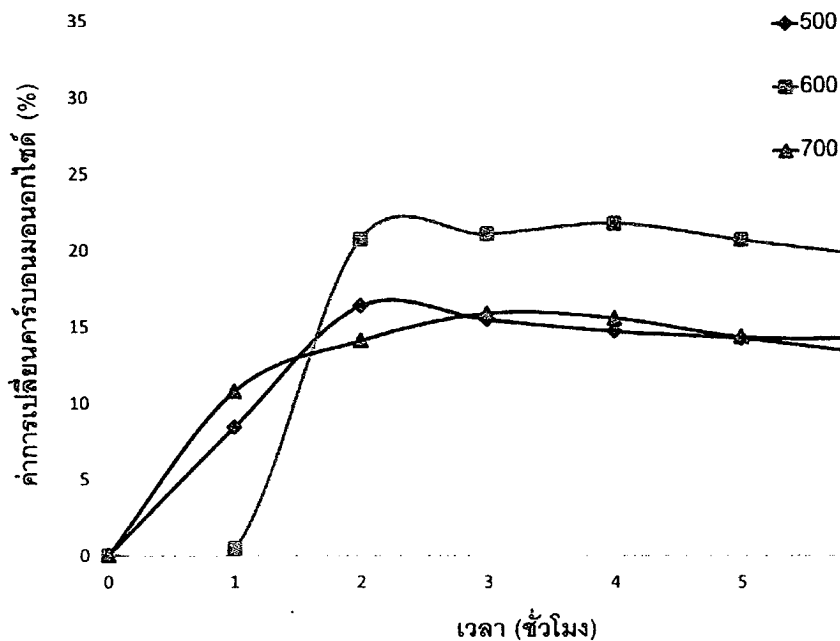


รูปที่ 4.15 ผลของวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ต่อค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลายเมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก)



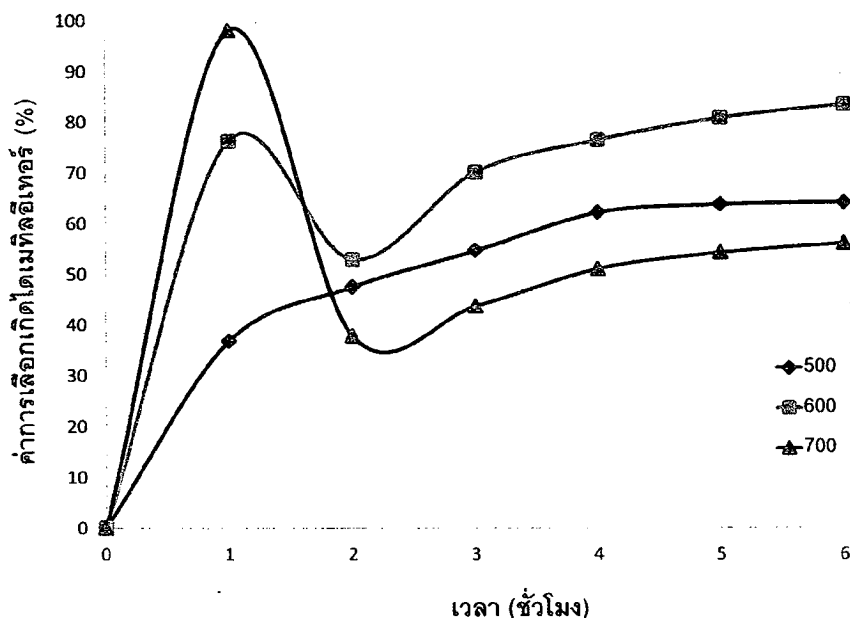
รูปที่ 4.16 ผลของวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ต่อค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลาย เมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก)

จากรูปที่ 4.16 แสดงค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส พบว่าค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาจากทั้งสองวิธีมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาเป็นไปในทางเดียวกัน ซึ่งสังเกตเห็นว่าชั่วโมงแรกของการทำปฏิกิริยาค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์เพิ่มขึ้นสูงมาก และลดต่ำลงที่ชั่วโมงที่ 2 หลังจากชั่วโมงที่ 2 ค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้เนื่องจากในช่วงแรกของการทำปฏิกิริยาจะมีการเพิ่มความดันของแก๊สสังเคราะห์ในเครื่องปฏิกรณ์จากความดันบรรยากาศถึงความดัน 40 บาร์ ในระหว่างที่เพิ่มความดันในเครื่องปฏิกรณ์ แก๊สสังเคราะห์จะทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ที่สะสมอยู่ภายในเครื่องปฏิกรณ์ ทำให้ชั่วโมงแรกของการเกิดปฏิกิริยามีค่าร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์สูง และเมื่อเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสจะให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม



รูปที่ 4.17 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสต่อค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลายเมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1)

จากรูปที่ 4.17 แสดงค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปย์ไฟโรไลซิสให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงตั้งแต่ชั่วโมงที่ 2 และให้ค่าที่ค่อนข้างคงที่เมื่อ 3 ชั่วโมงผ่านไป เมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนไดออกไซด์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.18 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสต่อค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยา คอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลายเมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก)

จากรูปที่ 4.18 แสดงค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ในชั่วโมงแรกของการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นสูง และลดลงที่ชั่วโมงที่ 2 หลังจากชั่วโมงที่ 2 ผ่านไป ค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาไปในแนวทางเดียวกัน และเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง ซึ่งเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.11 ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์และค่าการเลือกเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ณ ชั่วโมงที่ 3

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา (°C)	ค่าร้อยละการเปลี่ยน CO (%)	ค่าการเลือกเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ (%)		
			DME	CO ₂	CH ₃ OH
Cu/ZnO /HZSM-5	65*	4.64	35.23	9.55	55.21
	500	15.41	54.54	25.92	19.53
	600	21.01	69.99	16.94	13.06
	700	15.82	43.58	32.30	24.12

* ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

จากตารางที่ 4.11 แสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์และค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและและเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากับ 4.64 และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์อยู่ในช่วงร้อยละ 15.41 – 21.01

จากการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาจะเห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส ซึ่งจากการศึกษาการเกิดรีดักชันด้วยเทคนิค TPR พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมเกิดการรีดักชันได้ในช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่า และให้ค่าร้อยละการรีดักชันของตัวเร่งปฏิกิริยาดำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส นั้นแสดงให้เห็นว่า CuO ถูกเปลี่ยนไปเป็น Cu⁰ ได้น้อยกว่า ซึ่ง Cu⁰ เป็นภาวะที่ว่องไวและพร้อมเร่งปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทานอลเกิดขึ้นได้น้อย ทำให้อัตราการสังเคราะห์เมทานอลเกิดช้ากว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน เมื่อมีปริมาณเมทานอลต่ำ ปฏิกิริยาไม่สามารถดำเนินไปข้างหน้าได้ จึงทำให้ค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ลดลงตามไปด้วย [22] ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิส

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากตารางที่ 4.11 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์มากที่สุดคือร้อยละ 21.01 ทั้งนี้จากการศึกษาพื้นที่ผิวของอนุภาคด้วยเทคนิค BET พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวสูงที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาการเกิดรีดักชันด้วยเทคนิค

TPR ที่พบว่าเกิดการรีดักชันได้ที่อุณหภูมิต่ำและให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันได้สูง นั้นแสดงให้เห็นว่า CuO ถูกเปลี่ยนไปเป็น Cu^0 ได้อย่างที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจึงมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ใกล้เคียงกันคือร้อยละ 15.41 และ 15.82 ตามลำดับ ซึ่งค่าที่ได้ให้ค่าที่ไม่ต่างกันมาก แต่น้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เนื่องจากการศึกษาด้วยเทคนิค BET ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวน้อย และจากการศึกษาการรีดักชันด้วยเทคนิค TPR พบตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการรีดักชันในช่วงอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกันและให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันไม่ต่างกัน ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์จึงให้ค่าที่ไม่แตกต่างกันมาก แต่ให้ค่าที่น้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

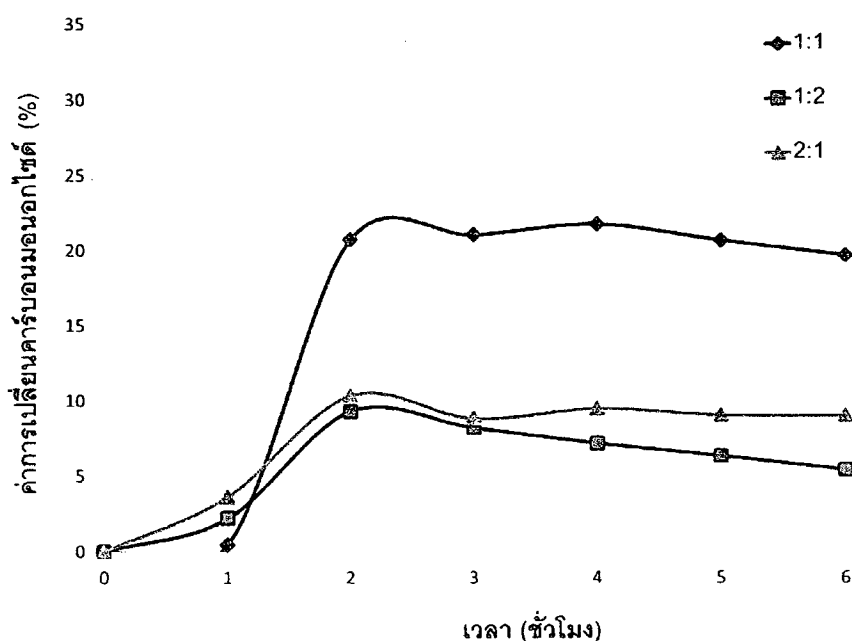
สำหรับค่าร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยา จากตารางที่ 4.11 ค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมเท่ากับ 35.23 สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ ให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์อยู่ในช่วง 43.58 – 69.99 ซึ่งพบว่าค่าร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมให้ค่าที่ต่ำกว่าเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส ทั้งนี้เนื่องจากค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสให้ค่าที่สูงกว่า ส่งผลทำให้ปฏิกิริยาการเกิดดีไฮเดรชันเป็นไดเมทิลอีเทอร์ได้มากกว่า จึงทำให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากตารางที่ 4.11 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์สูงที่สุดคือร้อยละ 69.99 และเมื่ออุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียสให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์เท่ากับร้อยละ 54.54 และ 43.58 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูง ส่งผลทำให้ปฏิกิริยาการเกิดดีไฮเดรชันเป็นไดเมทิลอีเทอร์ได้มากกว่า จึงทำให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส

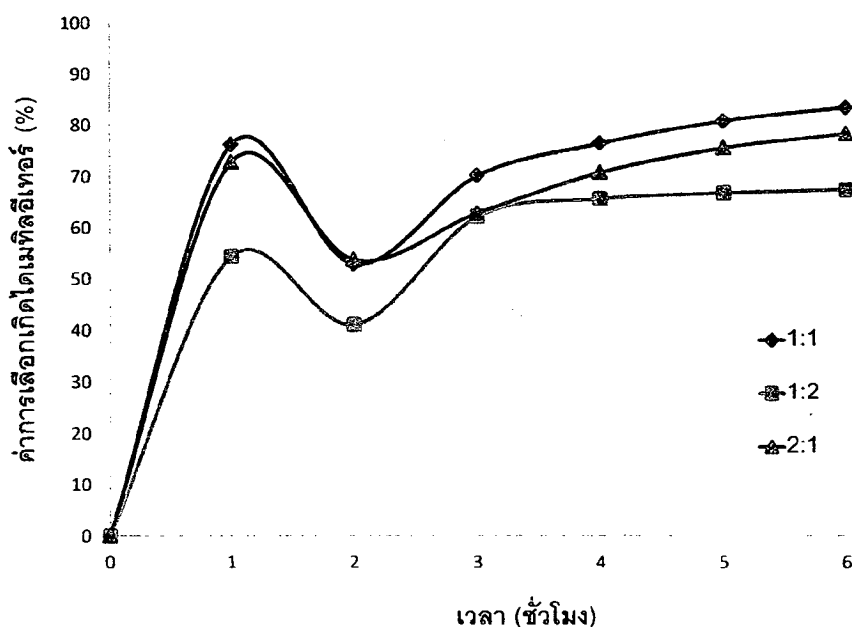
4.2.2 ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส

จากการศึกษาค่าร้อยละของการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์และซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) สำหรับสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์จากแก๊สสังเคราะห์ ($\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$) ความดัน 40 บาร์ และ

อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.19 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างๆ ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงตั้งแต่ชั่วโมงที่ 2 และให้ค่าที่ค่อนข้างคงที่เมื่อ 3 ชั่วโมงผ่านไป จากรูปจะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสเมื่อมีอัตราส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป คือมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น จะให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ลดลง



รูปที่ 4.19 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิสต่อค่าร้อยละของการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลาย เมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก)



รูปที่ 4.20 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิสต่อคาร์บอนิล การเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 (อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 40 บาร์ แก๊สสังเคราะห์ $\text{CO}/\text{H}_2/\text{Ar} = 48/48/4$ ตัวทำละลาย เมทานอล 40 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ HZSM-5 เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก)

จากรูปที่ 4.20 แสดงคาร์บอนิลของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างๆ (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าคาร์บอนิลของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ในชั่วโมงแรกของการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นสูง และลดลงที่ชั่วโมงที่ 2 หลังจากชั่วโมงที่ 2 ผ่านไป คาร์บอนิลของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาไปในแนวทางเดียวกัน และเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาผ่านไป 4 ชั่วโมง ซึ่งเมื่ออัตราส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป คือมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น จะให้คาร์บอนิลของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ลดลง

ตารางที่ 4.12 ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์และค่าการเลือกเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์/ซิงก์ออกไซด์-ซีโอไลต์ชนิด HZSM-5 ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่างกัน (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) ณ ชั่วโมงที่ 3

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราส่วนโดยโมล Cu : Zn	ค่าร้อยละการเปลี่ยน CO (%)	ค่าการเลือกเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ (%)		
			DME	CO ₂	CH ₃ OH
Cu/ZnO /HZSM-5	1 : 1	21.01	69.99	16.94	13.06
	1 : 2	8.19	62.05	17.56	20.38
	2 : 1	8.80	62.74	25.84	11.42

จากตารางที่ 4.12 แสดงค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์และค่าการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่าง ๆ (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ที่เท่ากันคือ 1:1 ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์มากที่สุดคือร้อยละ 21.01 เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป คือมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์จะมีค่าลดลง เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากัน ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็ก พื้นที่ผิวมาก และจากการศึกษาการเกิดรีดักชันด้วยเทคนิค TPR พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการรีดักชันได้ง่าย ในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำ และให้ค่าร้อยละการเกิดรีดักชันสูง นั้นแสดงให้เห็นว่า CuO ถูกเปลี่ยนไปเป็น Cu⁰ ได้มาก ทำให้มีส่วนว่างไวต่อการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น จึงส่งผลทำให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูง

สำหรับค่าร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์ต่าง ๆ (อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 600 องศาเซลเซียส) จากตารางที่ 4.12 พบว่าค่าร้อยละของการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เท่ากันให้ค่าร้อยละการเลือกเกิดไดเมทิลอีเทอร์สูงที่สุดคือร้อยละ 69.99 เมื่ออัตราส่วนโดยโมลของคอปเปอร์ออกไซด์ต่อซิงก์ออกไซด์เปลี่ยนไป คือมีสัดส่วนของคอปเปอร์ออกไซด์หรือซิงก์ออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการเปลี่ยนของคาร์บอนมอนอกไซด์จะมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ขึ้นอยู่กับซีโอไลต์ HZSM-5 ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาทุกอัตราส่วนใช้ซีโอไลต์ชนิดเดียวกันในปริมาณที่เท่ากัน ดังนั้นค่าร้อยละการเลือกเกิดเป็นไดเมทิลอีเทอร์จึงให้ค่าที่ไม่แตกต่างกันมาก