

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์

1. Muffle furnace รุ่น 6000, Thermolyne
2. เครื่องบดพีชแห้ง รุ่น SM 100, F Kurt Retsch GmbH & Co.
3. ตู้อบ (hot air oven), Memmert
4. Stirrer
5. Heating magnetic stirrer
6. Incubator รุ่น IN-601, Gemmy Industrial Corp.
7. pH meter รุ่น 220 ผลิตโดยบริษัท Metler
8. เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่ง รุ่น LIBOR.AGE-220, Shimadzu
9. กระดาษกรอง Whatman No. 1
10. เครื่องแก้วพื้นฐาน
11. ชุดกลั่น
12. Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) รุ่น MAGNA-IR, Nicolet
13. Gas chromatograph (GC) รุ่น HP 6890, Hewlett Packard
14. Gas chromatograph (GC) รุ่น GC-14A, SHIMADZU
15. High performance liquid chromatograph (HPLC) รุ่น HP1100, Hewlett Packard
16. Scanning electron microscope (SEM) รุ่น LEO 1455VP, EDAX
17. Transmission electron microscope (TEM) รุ่น JEM-2010, JEOL
18. X-ray diffractometer (XRD) รุ่น D5005, BRUKER
19. X-ray fluorescence spectrometer (XRF) ชนิด EDS รุ่น ED2000, OXFORD
20. Quantachrome Autosorb 1 MP, Quantachrome Corporation

3.1.2 สารเคมี

1. แกลบ จากโรงสีข้าวหนอง จังหวัดนครศรีธรรมราช
2. Hydrochloric acid, MERCK (AR grade)
3. Sodium silicate, QA Panreac (Lab grade)
4. Hexadecyltrimethylammonium bromide, Fluka Chemika (Lab grade)
5. Sodium hydroxide, วิทยาศาสตร์ จำกัด (Commercial grade)
6. 28.0-30.0% Ammonium hydroxide, JT Baker (AR grade)
7. Acetic acid (glacial), JT Baker (AR grade)
8. Sodium aluminate anhydrous, Riedel-de Haen (AR grade)

9. Salicylic acid, APS Ajex Finechem (Lab grade)
10. Phenol, Fisher Scientific (AR grade)
11. Acetone, พี.เอ็ส. ซายน์ เคมีคอล ประเทศไทย (Commercial grade)
12. Phenyl salicylate, Fluka Chemika (Lab grade)
13. Nickel(II) nitrate, Asia Pacific Specialty Chemicals Limited (Lab grade)
14. Ethanol, MERCK (AR grade)
15. Isopropanol, MERCK (AR grade)
16. Aluminum nitrate, Asia Pacific Specialty Chemicals Limited (AR grade)
17. Hydrogen peroxide, MERCK (AR grade)
18. *tert*- butyl hydrogen peroxide (TBHP), MERCK (AR grade)
19. Methylcyclohexane, Fluka Chemika (AR grade)
20. Ethylbenzene, Fluka Chemika (AR grade)
21. Xylene, Labscan (AR grade)
22. Toluene, Merck (AR grade)
23. Hexane, Fisher Scientific (ACS grade)
24. 99.99 % Gas Hydrogen, TIG
25. 99.99% Oxygen gas, TIG
26. กระจกอะลูมิเนียม

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 การเตรียมซิลิกาจากแกลบ

นำแกลบข้าวแห้งจากโรงสีมาลดขนาดโดยการบดด้วยเครื่องบด แล้วล้างแกลบบดด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water, DI) เพื่อกำจัดสิ่งสกปรก จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 °C นำแกลบที่แห้งแล้วมารีฟลักซ์กับ 3 M HCl ที่อุณหภูมิ 100-105 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากรีฟลักซ์นำผงแกลบมาล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออนจนไม่มีความเป็นกรด แล้วอบให้แห้งที่ 110 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำผงแกลบแห้งที่เตรียมได้บรรจุในงานเซรามิกชนิด porcelain แล้วนำไปเผาใน muffle furnace เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 500, 600, 650, 700, 750 และ 800 °C บันทึกลักษณะซิลิกาที่ได้จากการเผาและคำนวณหาร้อยละน้ำหนักที่หายไปจากการเผา (Loss on ignition)

$$\% \text{ LOI} = \frac{\text{น้ำหนักหลังเผา}}{\text{น้ำหนักก่อนเผา}} \times 100\%$$

นำซิลิกาที่เตรียมได้มาทดสอบการละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2.5 M โดยนำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 20 mL มาให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 100 °C

แล้วเติมซิลิกาที่เตรียมได้จำนวน 3 g ลงไป ทำการกวนสารละลายอย่างรวดเร็วจนซิลิกาละลายจนถึงจุดอิ่มตัว

3.2.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41

3.2.2.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตและ Hexadecyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)

นำซิลิกาจากแกลบมาเตรียมเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกตเข้มข้น 1.25 M โดยละลายซิลิกาที่ได้จากแกลบจำนวน 3 g ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2.5 M ปริมาตร 20 mL นำไปให้ความร้อนพร้อมกวนสารผสมอย่างรวดเร็วจนซิลิกาละลายหมดได้เป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกต จากนั้นเตรียมสารละลายที่มีตัวต้นแบบซึ่งงานวิจัยนี้เลือกใช้ CTAB โดยละลาย CTAB จำนวน 2.68 g ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 108.6 mL แล้วเติม 28.0-30.0% NH_3 ปริมาตร 14 mL กวนผสมให้เข้ากันเป็นเวลา 5 นาที เติมสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่เตรียมไว้ลงไปอย่างช้าๆ ในสารละลาย CTAB แล้วกวนให้เข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.2.2.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการบ่ม MCM-41

เตรียมสารผสมของสารละลายโซเดียมซิลิเกตและสารละลาย CTAB ตามข้อ 3.2.2.1 อีกจำนวน 4 ชุดเพื่อศึกษาสภาวะการบ่มโดยการปรับ pH ของสารละลายด้วยสารละลายกรดอะซิติกให้มีค่าประมาณ 9-10 แล้วนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C ในเครื่อง Incubator เป็นเวลาต่างๆ คือ 1, 2, 3 และ 4 วันตามลำดับ (โดยนำสารละลายออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วปรับ pH ทุกๆ 24 ชั่วโมง) จากนั้นนำตะกอนขาวมากรองและอบตะกอนที่ได้ให้แห้ง เผาตะกอนที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง วิเคราะห์ MCM-41 ที่เตรียมได้ด้วย XRD, FTIR, BET surface area และ SEM

3.2.2.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสมในการบ่ม MCM-41

เตรียมสารผสมของสารละลายโซเดียมซิลิเกตและสารละลาย CTAB ตามข้อ 3.2.2.1 อีกจำนวน 4 ชุดแล้วปรับ pH ด้วยสารละลายกรดอะซิติกให้เป็น 9, 10, 11 และ 12 ตามลำดับ จากนั้นนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C ในเครื่อง Incubator เป็นเวลา 3 วัน (โดยนำสารละลายออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วปรับ pH ทุกๆ 24 ชั่วโมง) กรองตะกอนขาวและอบตะกอนที่ได้ให้แห้ง เผาตะกอนที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง วิเคราะห์ MCM-41 ที่เตรียมได้ด้วย XRD, FTIR, BET surface area และ SEM

3.2.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา Al-MCM-41 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

เตรียมสารผสมระหว่าง CTAB และโซเดียมซิลิเกต เช่นเดียวกับข้อ 3.2.2.1 จากนั้นเติม sodium aluminate จำนวน 0.187 g เพื่อเตรียมให้ได้อัตราส่วนระหว่างซิลิกอนต่ออะลูมิเนียม (Si/Al) โดยน้ำหนักเท่ากับ 50 แล้วกวนต่อไปอีก 1 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำสารที่เตรียมได้มาปรับ pH ด้วยสารละลายกรดอะซิติกให้เท่ากับ 9 จากนั้นนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 100 °C ในเครื่อง Incubator เป็นเวลา 3 วัน (โดยนำสารละลายออกมาทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วปรับ pH ทุกๆ 24 ชั่วโมง) กรองและอบ

ตะกอนที่ได้ให้แห้ง เผาตะกอนที่ได้ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง วิเคราะห์ Al-MCM-41 ด้วย XRD, FTIR, SEM, BET surface area และ XRF

3.2.4 การสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินา

3.2.4.1 การสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินาด้วยวิธี microemulsion templating (Zhang et al., 2004)

ละลาย CTAB 4.37 g ในน้ำ 59 mL เดิมเอทานอล 5.60 mL พร้อมกวนให้เข้ากันที่อุณหภูมิห้อง เดิมโทลูอีน 4.40 g หรือ 37.40 mmol กวนให้เข้ากันที่อุณหภูมิห้องอีกครั้ง เดิมสารละลายอะลูมินเนียมไนเตรด 18.00 g กวนให้เข้ากันที่อุณหภูมิห้อง เดิมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 20 mL ลงไปช้าๆ เพื่อปรับ pH ให้ได้เท่ากับ 9 กวนด้วยเครื่องกวนให้เข้ากัน ปิดด้วยกระจกนาฬิกา เป็นเวลา 48 ชั่วโมง อบสารละลายหนักให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เผาผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ได้ในสภาวะที่มีอากาศที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 °C.min⁻¹ วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์อะลูมินาที่ได้ด้วย FTIR, XRD และ SEM

3.2.4.2 การเตรียมมีโซพอร์สอะลูมินาจากกระป๋องอะลูมิเนียม

นำกระป๋องอะลูมิเนียมมาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ซึ่งน้ำหนักให้ได้ประมาณ 3.000 กรัม นำมาละลายด้วยสารละลายเบสแก่โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 3.0 M ปริมาตร 40 mL ในบีกเกอร์โดยการให้ความร้อนจนกระทั่งโลหะละลายหมด กรองสารละลายด้วยสำลี นำสารละลายที่ได้มาเติมสารละลายกรดไนตริกจนเริ่มเกิดเป็นเจลสีขาว ควบคุม pH ให้ได้ประมาณ 9 จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปใส่ใน incubator บ่มที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดเจลของอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์อย่างสมบูรณ์ นำเจลที่ได้มากำจัดโพแทสเซียมไอออน (K⁺) ด้วยการล้างเจลด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วกรอง ทำการล้างหลายๆ ครั้ง ตั้งเจลทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนแห้ง จากนั้นนำเจลไปเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำผลิตภัณฑ์ไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพด้วยเครื่อง FTIR, XRD และ SEM

นอกจากนี้ได้สังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินาโดยใช้ aluminium isopropoxide (Al(C₃H₇O)₃) ที่ได้จากการนำเศษกระป๋องอะลูมิเนียม เช่น กระป๋องน้ำอัดลมและเบียร์ ไปเผาในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 600-900 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสีและวัสดุเคลือบ นำเศษอะลูมิเนียม (aluminium scrap) ที่ได้หลังการเผาทำปฏิกิริยากับ isopropyl alcohol (C₃H₇OH) ปริมาตร 3 mL โดยมี mercury iodide (HgI₂) จำนวน 10⁻³ mol เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใน reaction kettle โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70-82 °C ภายใต้การรีฟลักซ์ในบรรยากาศของไนโตรเจน เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Yoo et al., 2007) แล้วกลั่นผลิตภัณฑ์โดยการลดความดันที่อุณหภูมิ 140 °C ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนตรวจสอบผลิตภัณฑ์ aluminium isopropoxide (AIP) ที่สังเคราะห์ได้ด้วย FTIR จากนั้นนำ AIP ที่สังเคราะห์ได้มาสังเคราะห์มีโซพอร์สอะลูมินาด้วยเทคนิคโซล-เจล

เตรียมมีโซพอร์สอะลูมินาโดยการละลาย AIP ที่สังเคราะห์ได้ จำนวน 1.0 mol ใน 2-propanol จำนวน 10.0 mol และกวนสารละลายอย่างต่อเนื่องในบีกเกอร์ จากนั้นเติม acetic acid 0.02

mol และน้ำ 4.0 mol อย่างช้าๆ จนเกิด hydroxide gel ของอะลูมิเนียม บ่มที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 24 และ 48 ชั่วโมง กรองแยกตะกอนและล้างด้วย 2-propanol อบตะกอนจนแห้งที่อุณหภูมิ 80 °C ในระบบสุญญากาศเป็นเวลา 12 ชั่วโมง นำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.2.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนมีโซพอร์สอะลูมินา

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มเช่นเดียวกับวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiO บน MCM-41 เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีนิกเกิล 1-5 wt% นำผลิตภัณฑ์ที่มีนิกเกิล 1-5 wt % บนมีโซพอร์สอะลูมินาไปวิเคราะห์ด้วย FTIR, XRD, SEM และ TEM และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปปรับสภาพความเป็นกรดของผิวหน้า (Wang *et al.*, 2009) โดยแช่ตัวเร่งปฏิกิริยาในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 M เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 °C วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วย FTIR, XRD, และ SEM

3.2.6 การศึกษาสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยา

3.2.6.1 การเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของโทลูอิน

การเร่งปฏิกิริยาการเพิ่มไฮโดรเจนหรือไฮโดรจีเนชันของโทลูอินโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ โดยการนำตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 g และสารละลายโทลูอิน (ตัวทำละลายคือ เฮกเซน) ความเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10 mL ใส่ลงในขวดสามคอขนาด 100 mL ให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 140 °C เป็นเวลา 1-3 ชั่วโมง ภายใต้การรีฟลักซ์ (ดังรูป 3.1) พร้อมผ่านแก๊สไฮโดรเจน (ประมาณ 20 bubbles.min⁻¹) เก็บผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC



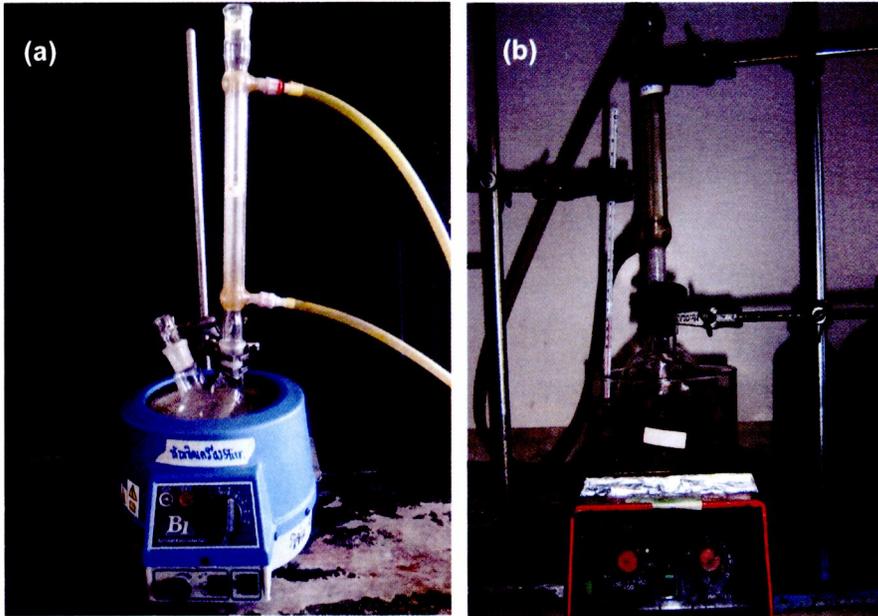
รูปที่ 3.1 การจัดเครื่องมือในการทดสอบสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยาการเพิ่มไฮโดรเจนแก๊สโทลูอิน

3.2.6.2 การออกซิเดชันโทลูอิน

สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Al₂O₃ ได้มีการนำไปทดสอบการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันโทลูอินเพิ่มเติม โดยชั่ง NiO/Al₂O₃ 0.300 g และโทลูอินปริมาตร 50 mL ใส่ในขวดก้นกลมที่มีสามคอ

ขนาด 100 mL พร้อมกับผ่านแก๊สออกซิเจน 0.3 L min^{-1} ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ $140 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ภายใต้การรีฟลักซ์ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง GC

นอกจากนี้ยังได้ทดสอบการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอินโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดส์ดังสภาวะต่อไปนี้ นำตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ จำนวน 50 mg โทลูอิน 5.7 mmol และ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 11.1 mmol จากนั้นเติมอะคริโลไนไตรล์ลงไป 10 mL ลงในขวดก้นกลม 3 คอ ทำปฏิกิริยาภายใต้การรีฟลักซ์และปั่นกวาน ที่อุณหภูมิ $30\text{-}70 \text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (ดังรูป 3.2a) เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง GC



รูปที่ 3.2 การจัดเครื่องมือการทดสอบ (a) การเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันโทลูอิน (b) การสังเคราะห์ฟีนิลซาลิไซเลท

3.2.6.3 การเร่งปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดซาลิไซลิกและฟีนอล

ทดสอบการเร่งปฏิกิริยาสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41 และ Al-MCM-41 ที่เตรียมได้ สำหรับการเร่งปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟีนิลซาลิไซเลทจากกรดซาลิไซลิกและฟีนอล โดยการผสมฟีนอล 14.12 g และกรดซาลิไซลิก 13.81 g ในขวดก้นกลม ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $150\text{-}160 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ภายใต้การรีฟลักซ์ แล้วเติมตัวเร่งปฏิกิริยา MCM-41 หรือ Al-MCM-41 จำนวน 0.05-0.10 g ปั่นกวานเป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ดังรูป 3.2b) วิเคราะห์สารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง GC

3.2.7 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวด้วยเครื่อง FTIR

นำสารตัวอย่างและผง KBr อบที่อุณหภูมิ $120 \text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น จากนั้นนำ KBr ประมาณ 100-200 mg และสารตัวอย่างประมาณ 1 mg บดผสมกันแล้วนำไปอัด นำเข้าเครื่องอัดไฮโดรลิกให้ได้แผ่นตัวอย่างที่บางโปร่งใสแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR

3.2.8 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอกซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการของ Bragg เทคนิคนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบอนินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติ รวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ใช้สมบัติการเลี้ยวเบนรังสีของโครงสร้างผลึกซึ่งเป็นไปตามสมการของ Bragg

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

โดยที่ $n = 1, 2, 3, \dots$, λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและ θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก

เมื่อนำสารตัวอย่างวางในเครื่อง diffractometer แล้วฉายด้วยรังสีเอกซ์ รังสีที่เกิดการเลี้ยวเบนจะถูกบันทึกลงในคอมพิวเตอร์เพื่อรวบรวมข้อมูลและค่าตัวแปรต่างๆ เช่น ตำแหน่ง θ เทียบกับความเข้มของรังสีเอกซ์ ด้วยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทำให้เราได้ทราบถึงข้อมูลของวัสดุที่ต้องการศึกษาทั้งทางด้านกายภาพและเคมี

3.2.9 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง SEM

ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ต้องเป็นตัวอย่างที่แห้งและนำไฟฟ้า ถ้าตัวอย่างไม่นำไฟฟ้าต้องนำมาเคลือบทอง ซึ่งการเคลือบจะช่วยลดการสะสมของประจุ (Charge-up) และเพิ่มปริมาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ โดยทั่วไปมักใช้ทองคำเป็นโลหะเคลือบ โดยใช้เทคนิคการสปัตเตอร์ (Sputtering) ซึ่งทำในระบบสุญญากาศ ที่บรรจุด้วยแก๊สเฉื่อย โดยมีทองคำเป็นแคโทด หรือเป้า ผิวหน้าตัวอย่างจะถูกเคลือบบางๆ ด้วยทองคำ มีความหนาประมาณ 7.5-30 nm แล้วจึงนำแผ่นตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM โดยการนำตัวอย่างที่เคลือบด้วยทองคำ เข้าสู่เครื่อง SEM แล้วดูตาจากออกก่อนนำตัวอย่างไปวาง ซึ่งจะ เป็นตำแหน่งที่จะยิงอิเล็กตรอน การทำงานของ SEM เริ่มจากการผ่านลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่มีขนาดแคบไปบนผิวหน้าตัวอย่างแล้ววัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ หรืออิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับเทียบกับตำแหน่งของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ตำแหน่งของตัวอย่างจะทำให้เกิดคอนทราสต์ (Contrast) คือส่วนของผิวหน้าที่หันไปทางตัวตรวจวัด จะสว่างกว่าส่วนของผิวหน้าที่อยู่ตรงข้ามกับตัวตรวจวัด อิเล็กตรอนทุติยภูมิที่ออกมาจากส่วนของผิวหน้ามักจะมีพลังงานต่ำ (ประมาณ 5-50 eV) อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับจากส่วนที่ ลึกจากผิวหน้า จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะผิวหน้าและลักษณะของตัวอย่าง เนื่องจากธาตุหนักจะทำให้เกิดการกระเจิงได้ดีกว่า จึงปรากฏเป็นภาพที่สว่างกว่า



3.2.10 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยกล้อง TEM

สารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ไม่จำเป็นต้องนำไฟฟ้า แต่จะใช้ตัวนำไฟฟ้าเป็นตะแกรงทองแดงขนาดเล็ก (Copper grid) เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 mm สำหรับยึดหรือกระจายสารตัวอย่างที่มีความบาง เครื่อง TEM ใช้ลำอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของตัวอย่างเช่นเดียวกัน แต่หัววัดของเครื่อง TEM จะบันทึกอิเล็กตรอนที่ส่องผ่านสารตัวอย่าง โดยภาพถ่ายจากเครื่อง TEM จะมีลักษณะคอนทราสต์เนื่องมาจากการดูดกลืนอิเล็กตรอนที่ต่างกันของธาตุในสารตัวอย่าง นอกจากข้อมูลทางสัณฐานวิทยาแล้วยังสามารถแสดงข้อมูลทางโครงสร้างผลึกหรือแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ของสารตัวอย่างที่มีความเป็นผลึกได้ สำหรับการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM ทำได้โดยการผสมสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยกับเอทานอล ทำให้กระจายตัวดีด้วยเครื่องอัลตราโซนิก แล้วหยดของผสมลงบนตะแกรงทองแดง เมื่อสารตัวอย่างแห้งดีแล้ว นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM

3.2.11 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวบีอีที (BET surface area) และขนาดรูพรุน

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของสารตัวอย่างที่มีความพรุนทำได้โดยการอาศัยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิวหรือรูพรุนด้วยแก๊สไนโตรเจนหรือแก๊สที่มีขนาดเล็ก เช่น อาร์กอน โดยใช้ประโยชน์จากไอโซเทิร์มของการดูดซับทางกายภาพ หรือวิธี Brunauer-Emmett-Teller (BET) ที่อุณหภูมิของแก๊สซึ่งควบแน่นเป็นของเหลว โดยจะหาจำนวนโมเลกุลที่ใช้เพื่อเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว แล้วนำไปคำนวณหาพื้นที่ผิวได้จากสมการบีอีที ดังสมการที่ 3.1 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ความดันย่อยต่างๆ และปริมาตรที่ถูกดูดซับแล้วเกิดเป็นการดูดซับชั้นเดียว (จตุพร และ นุรักษ์, 2547)

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)P}{V_m C P_0} \quad (3.1)$$

- เมื่อ P คือ ความดันย่อยของแก๊สไนโตรเจน
 P_0 คือ ความดันไออิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน ณ อุณหภูมิที่ศึกษา
 V คือ ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ความดัน P
 V_m คือ ปริมาตรที่ถูกดูดซับที่ทำให้เกิดเป็นการปกคลุมชั้นเดียว
 C คือ ค่าคงที่

3.2.12 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่อง GC

เตรียมสารละลายมาตรฐานโทลูอีน และวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการศึกษาสมรรถนะการเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชัน โดยใช้สภาวะในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส (GC-14A, Shimadzu) อุณหภูมิ Injection port 200 °C, N_2 flowrate (Carrier gas) 1.0 mL.min⁻¹, อุณหภูมิ FID (Flame ionization detector) 200 °C, อุณหภูมิ Column oven 150 °C, Shimadzu CBP-1, 325 °C Max, ความดัน Fuel H_2 60 kPa, ความดัน Air 50 kPa และ injection volume 1 μ L

สภาวะในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอีน วิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส (HP 6890 series) ใช้คอลัมน์ HP-1 อุณหภูมิของ injector 240 °C อุณหภูมิ FID 260 °C สภาวะของ oven เป็นดังนี้ เพิ่มอุณหภูมิจาก 50 °C ถึง 60 °C ด้วยอัตรา 1.5 °C.min⁻¹ และเพิ่มอุณหภูมิจาก 60 °C ไปถึง 127 °C ด้วยอัตรา 5 °C.min⁻¹ และปริมาตรสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละครั้งเท่ากับ 1 µL นอกจากนี้ได้วิเคราะห์ยืนยันผลิตภัณฑ์ดังกล่าวที่เกิดขึ้นโดยใช้เครื่อง gas chromatograph-mass spectrometer (GC-MS, 5890 series II Plus, 5972 MSD, Hewlett Packard, USA) ซึ่งมีสภาวะการวิเคราะห์ดังนี้ GC: inlet temp. 240 °C, splitless @ 1 min, oven temp. 50 °C, ramp to 60 °C at 1.5 °C.min⁻¹, ramp to 127 °C at 5 °C.min⁻¹, hold for 20 min, column HP-1MS สภาวะของ MS: ionization mode เป็น electron ionization, acquisition mode คือ scan, 25-500 amu, solvent delay time 10.0 min, transferline temp. 260 °C

ตรวจสอบกรดเบนโซอิกที่อาจจะเกิดขึ้นเมื่อเร่งปฏิกิริยาด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องวิเคราะห์โครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HP1100) ที่สภาวะการวิเคราะห์ดังนี้ ใช้คอลัมน์ RP-Licrospher[®] สารละลายที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) คือ 30% methanol ใน 50 mM potassium phosphate buffer (pH 4) อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ (Flow rate) เท่ากับ 1 mL.min⁻¹ เครื่องตรวจวัดสัญญาณคือ diode array detector ที่ความยาวคลื่น 245 nm สำหรับปริมาตรสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละครั้งเท่ากับ 20 µL

สำหรับสภาวะในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดซาลิไซลิกและฟีนอล วิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊ส (HP 6890 series) ดังนี้ อุณหภูมิ Injection port 250 °C, He flowrate (Carrier gas) 70.8 mL.min⁻¹, อุณหภูมิ FID (Flame ionization detector) 300 °C, สภาวะของ oven เป็นดังนี้ เพิ่มอุณหภูมิจาก 60 ถึง 150 °C ด้วยอัตรา 10 °C.min⁻¹ เพิ่มอุณหภูมิจาก 150 ไปถึง 250 °C ด้วยอัตรา 4 °C.min⁻¹ และเพิ่มอุณหภูมิจาก 250 ไปถึง 300 °C ด้วยอัตรา 10 °C.min⁻¹ ใช้คอลัมน์ Shimadzu CBP-5, 320 °C, ความดัน Fuel H₂ 30 mL.min⁻¹, ความดัน Air 300 mL.min⁻¹, injection volume 2 µL