

การเตรียมโคมบอดด์บนเส้นใยนาโนซิลิกา-อะลูมินาโดยอิเล็กโทรสปินนิงสำหรับการสังเคราะห์
ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

นางสาวนรรฎฐวรรณ ถกลเกียรติกุล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2555
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

PREPARATION OF Co/SiO₂-Al₂O₃ NANOFIBER BY ELECTROSPINNING FOR FISCHER-
TROPSCH SYNTHESIS

Miss Natthawan Takonkiattikun

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2012
Copyright of Chulalongkorn University

นรกรรมวรรณ ถกเถียงรติกุล : การเตรียมตัวโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาโดยอิเล็กโทรสปินนิงสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปซ์ (PREPARATION OF Co/SiO₂-Al₂O₃ NANOFIBER BY ELECTROSPINNING FOR FISCHER-TROPSCH SYNTHESIS) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ.ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ, 85 หน้า.

ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปซ์เตรียมจากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงและวิธีการเคลือบ โดยเตรียมเส้นใยที่อะลูมินาแตกต่างกันคือร้อยละ 1,2,3,4 และ 5 โดยน้ำหนักของอะลูมินา ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาคือ ขนาดหัวเข็มเท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร, ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ ระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฉากรับเท่ากับ 15 เซนติเมตร โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณอะลูมินา สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาเตรียมจากการเคลือบสารละลายโคบอลต์ในเตรตที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน ได้แก่ ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนักแล้วเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค SEM/EDS, TEM, BET, XRD และTPR เปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนซิลิกาแบบรูพรุน ผลการทดลองพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยถูกวิธีได้ง่ายกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปซ์ พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูง และค่าการเลือกเกิดมีเทนต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนเกิดวอเตอร์แก๊สชิฟต์สูง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเส้นใย Co/SiO₂-2Al₂O₃ ให้ค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงสุดเท่ากับ 56.37 และร้อยละการเลือกเกิดมีเทนเท่ากับ 95.04 สำหรับค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน พบว่า ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณโคบอลต์เพิ่มขึ้น

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ปลายมือชื่อ นิสิต..... 9

ปีการศึกษา 2555..... ปลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก..... 0

5372267823 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORDS : cobalt catalyst /electrospinning/ silica-aluminafiber / Fischer-Tropsch

NATTHAWAN TAKONKIATTIKUN: PREPARATION OF $\text{Co/SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$
 NANOFIBER BY ELECTROSPINNING FOR FISCHER-TROPSCH SYNTHESIS.
 ADVISOR: ASST.PROF. PRASERT REUBROYCHAROEN, Ph.D.,85 pp.

$\text{Co/SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ fiber catalysts for Fischer-Tropsch synthesis were prepared by electrospinning techniques and impregnation method. The fibers were prepared by varying 1, 2, 3, 4 and 5% by weight of alumina. The optimum condition for prepared $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ fiber, needle size of 0.40 mm, applied voltage of 15 kV and tip-to-collector distance (TCD) of 15 cm. The average diameter of fiber increased with increasing alumina content. For $\text{Co/SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ fiber catalysts were prepared by impregnating a solution of cobalt nitrate at different metal loading (10, 15, and 20%wt) followed by calcined at 400 °C and characterized by SEM/EDS, TEM, BET, XRD, and TPR compared with the porous Co/SiO_2 catalyst. The results showed that the fiber catalysts could be reduced easier than the porous catalyst. The catalyst performance test for Fischer-Tropsch synthesis showed that the porous catalyst were higher CO conversion and lower CH_4 selectivity than the fiber catalyst because the porous catalyst high water gas shift. The $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ fiber catalyst exhibited the highest of CO conversion of 56.37% with CH_4 selectivity of 95.04%. For CO conversion of the fiber catalyst at different cobalt content showed that CO conversion increased with increasing cobalt content.

□

Field of Study : Petrochemistry and Polymer Science Student's Signature.....e

Academic Year : 2012..... Advisor's Signature.....f

กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำ และช่วยเหลือให้งานวิจัยครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี รวมทั้งคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาปิโตรเคมีและเคมีเทคนิค ที่ได้ให้คำแนะนำ และความช่วยเหลือ

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรธม ประศาสน์สารกิจ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร. วิมลรัตน์ ตระการพุกฤษ์และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ไชยยันต์ ไชยยะ ที่ได้กรุณารับเป็นกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์และให้คำแนะนำ แก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น ซึ่งผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณมา ณ ที่นี้

ขอขอบคุณศูนย์ทุนเรียนดีวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทย ที่ให้การสนับสนุนด้านทุนการศึกษาและการเงินในการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ นางสาวกัญฐนา คล้ายแก้ว นิสิตปริญญาเอก สาขาเคมีเทคนิค ที่ให้คำปรึกษาและแนะนำทุกเรื่องอันเป็นประโยชน์ในการดำเนินโครงการ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ บุคลากรภาควิชาปิโตรเคมีและภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกตลอดการทำกรวิจัย

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือคำแนะนำ และให้กำลังใจ ทำให้การทำงานวิจัยลุล่วงไปได้ด้วยดี
สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณบิดา-มารดา และทุกคนในครอบครัวที่ให้กำลังใจ เข้าใจ ให้ความช่วยเหลือ และให้การสนับสนุนมาจนสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญรูป.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	3
2.1.1 ภาวะทั่วไปในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	3
2.1.2 วิธีปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	4
2.1.3 การควบคุมการเลือกเกิดในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	4
2.1.3.1 อุณหภูมิ.....	5
2.1.3.2 แก๊สองค์ประกอบ ความดันย่อย และความดันย่อย.....	5
2.1.3.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	5
2.1.3.3.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์.....	6
2.1.3.4 ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา.....	6
2.1.3.4.1 ตัวรองรับซิลิกา.....	6
2.1.3.4.2 ตัวรองรับอะลูมินา.....	6

	หน้า
2.2.1 กระบวนการโซล-เจลของซิลิกอนแอลคอกไซด์.....	8
2.3 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	9
2.3.1 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง.....	10
2.3.1.1 ปัจจัยจากสารละลายพอลิเมอร์.....	10
2.3.1.1.1 ความหนืด.....	11
2.3.1.1.2 แรงตึงผิว.....	11
2.3.1.2 ปัจจัยภายในกระบวนการ.....	12
2.3.1.2.1 ความต่างศักย์.....	12
2.3.1.2.2 อัตราป้อน.....	13
2.3.1.2.3 อุณหภูมิ.....	14
2.3.1.2.4 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม.....	14
2.3.1.2.5 ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับ.....	15
2.3.1.3 ปัจจัยภายนอก.....	16
2.3.1.3.1 ความชื้น.....	16
2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	18
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	20
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	20
3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	20
3.1.2 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยา.....	20
3.1.3 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดสอบปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	21
3.2 สารเคมี.....	21
3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	22
3.3.1 การเตรียมสารละลายโซล-เจล.....	22
3.3.2 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	22
3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา.....	23
3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเส้นใย.....	24
3.3.4.1 Scanning Electron Microscopy (SEM).....	24

	หน้า
3.3.4.2 Transmission Electron Microscopy (TEM).....	24
3.3.4.4 Temperature Programmed Reduction (TPR).....	24
3.3.4.5 X-ray diffraction (XRD).....	25
3.4 วิธีการทดสอบปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทออปซ์.....	26
3.5 ตัวแปรที่ใช้ในการทดสอบปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทออปซ์.....	27
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล.....	28
4.1 การศึกษาสมบัติของเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา.....	28
4.1.1 การศึกษาผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มที่มีผลต่อ ขนาดของ เส้นใย.....	28
4.1.2 การศึกษาผลของร้อยละของอะลูมินาที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย	32
4.1.3 การศึกษาผลของความต่างศักย์ที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย.....	35
4.1.4 การศึกษาผลของระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับที่มีผลต่อ ขนาดของเส้นใย.....	39
4.2 การศึกษาเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	43
4.2.1 การศึกษาปริมาณโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาด้วยเทคนิค SEM	43
4.2.2 การศึกษาลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย เทคนิค TEM.....	47
4.2.3 การศึกษาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค BET.....	49
4.2.4 การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD.....	50
4.2.5 การศึกษาผลของตัวรองรับที่มีต่อการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา โคบอลต์.....	54
4.3 การศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา สำหรับกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทออปซ์.....	57

	หน้า
4.3.1 การศึกษาผลของตัวรองรับต่อประสิทธิภาพของตัวเร่ง ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	58
4.3.2 การศึกษาผลของปริมาณโคบอลต์ต่อประสิทธิภาพของตัวเร่ง ปฏิกิริยา.....	61
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....	63
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	63
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	64
รายการอ้างอิง.....	65
ภาคผนวก	68
ภาคผนวก ก.....	69
ภาคผนวก ข.....	75
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	85

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	ข้อดีและข้อเสียของวิธีโซลเจล.....	9
3.1	ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี.....	27
4.1	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ขนาดเข็มแตกต่างกัน 0.25 มิลลิเมตร และ 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร.....	33
4.2	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ค่าความต่างศักย์แตกต่างความต่างศักย์ 10, 15 และ 20 กิโลโวลต์ ขนาดเข็ม 0.40 มิลลิเมตร และ TCD 15 เซนติเมตร.....	37
4.3	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD ต่างกัน คือ 10 เซนติเมตร, 15 เซนติเมตร และ 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร.....	41
4.4	ร้อยละโดยน้ำหนักอะลูมินาและโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่ได้จากการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค SEM/EDS.....	46
4.5	พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับมีรูพรุนและตัวรองรับแบบเส้นใย.....	50
4.6	ขนาดผลึกของโคบอลต์เตตระออกไซด์และโคบอลต์ออกไซด์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย.....	52
4.7	ร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใย.....	55
4.8	ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใยในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส	60
4.9	ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{H}_2/\text{CO} = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ).....	62

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.2	การเปลี่ยนแปลงสถานะจากโซลเป็นเจล.....	7
2.3	แผนภาพของกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิง.....	10
2.4	(ก) ความหนืดสูง, โมเลกุลตัวทำละลายเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของพอลิเมอร์ (ข) ความหนืดต่ำ, โมเลกุลตัวทำละลายมีแนวโน้มรวมตัวภายใต้การกระทำของแรงตึงผิว.....	12
2.5	เส้นใยพอลิคาร์โพรแลคโตน (ก) เกิดเม็ดปืดในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิงเมื่อให้ความต่างศักย์ 6 กิโลโวลต์ (ข) เส้นใยที่ปราศจากเม็ดปืดเมื่อให้ความต่างศักย์ 22 กิโลโวลต์.....	13
2.6	เส้นใยพอลิคาร์โพรแลคโตนมีขนาดเม็ดปืดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราป้อน (ก) 0.5 มิลลิลิตร/ชั่วโมง (ข) 2 มิลลิลิตร/ชั่วโมง.....	14
2.7	เส้นใยในลอน 6,6 (ก) ระยะทาง 2 ซม. (ข) ระยะทาง 0.5 ซม.....	15
2.8	ภาพ FESEM ของเส้นใยพอลิซัลโฟน/เตตระไฮโดรฟูเรนเมื่อความชื้นเปลี่ยนแปลง (ก) น้อยกว่าร้อยละ 25 (ข) ร้อยละ 31-38 (ค) ร้อยละ 40-45 (ง) ร้อยละ 50-59 และ (จ) ร้อยละ 60-72.....	17
3.1	การติดตั้งเครื่องมือในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิง.....	23
3.2	แผนภาพแสดงโปรแกรมอุณหภูมิการรีดิวซ์.....	25
3.3	แผนภาพแสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในกระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์.....	26
4.1	ภาพ SEM ลักษณะเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก โดยใช้ขนาดเข็มที่แตกต่างกัน (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร เมื่อค่าความต่างศักย์เท่ากับ 15 กิโลโวลต์ และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร.....	29
4.2	แบบจำลองลักษณะหยดของสารละลายที่ปลายหัวเข็มขนาด (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร.....	30
4.3	การกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย SiO ₂ -2Al ₂ O ₃ โดยใช้ขนาดหัวเข็มแตกต่างกัน (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร.....	31

รูปที่		หน้า
4.5	ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน (ก) 10 กิโลโวลต์, (ข) 15 กิโลโวลต์ และ (ค) 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตรและ TCD 15 เซนติเมตร.....	36
4.6	การกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่าง (ก) 10 กิโลโวลต์, (ข) 15 กิโลโวลต์ (ค) 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตรและ TCD 15 เซนติเมตร.....	38
4.7	ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD ต่างกัน (ก) 10 เซนติเมตร, (ข) 15 เซนติเมตร และ (ค) 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร.....	40
4.8	กระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD ต่างกัน คือ 10, 15 และ 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร.....	42
4.9	ภาพ SEM ลักษณะเส้นใยซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยร้อยละโดยน้ำหนักของโคบอลต์แตกต่างกัน (ก) ร้อยละ 10 (ข) 15 และ (ค) 20 โดยน้ำหนัก	44
4.10	ภาพ SEM/EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก บนเส้นใยซิลิกา.....	45
4.11	ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) $\text{Co/SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$ (ข) $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ (ค) $\text{Co/SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$ (ง) $\text{Co/SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ (จ) $\text{Co/SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$	48
4.12	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) Co/SiO_2 (porous), (ข) Co/SiO_2 , (ค) $\text{Co/SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$, (ง) $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$, (จ) $\text{Co/SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$, (ข) $\text{Co/SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ (ฉ) $\text{Co/SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$	51
4.13	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) $10\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$, (ข) $15\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ และ (ค) $20\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$	52
4.14	ลักษณะการวิดิวิชั่นของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) Co/SiO_2 (porous), (ข) Co/SiO_2 , (ค) $\text{Co/SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$, (ง) $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$, (จ) $\text{Co/SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$, (ข) $\text{Co/SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ (ฉ) $\text{Co/SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$	54

รูปที่		หน้า
4.16	เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใยในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $H_2/CO = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ).....	58
4.17	เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับ $SiO_2-2Al_2O_3$ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $H_2/CO = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ).....	61
ช-1	การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยด้วยโปรแกรม SemAfore.....	75
ช-2	โครมาโทแกรมแสดงผลิตภัณฑ์.....	75

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันความต้องการใช้พลังงานเพิ่มขึ้นอย่างมาก โดยแหล่งพลังงานส่วนใหญ่ได้มาจากแหล่งเชื้อเพลิงฟอสซิลซึ่งเป็นแหล่งพลังงานที่มีอยู่อย่างจำกัดและคาดการณ์ว่าจะหมดไปในอนาคตอันใกล้ ซึ่งส่งผลกระทบต่อประเทศ มีหลายหน่วยงานจึงได้มีการส่งเสริมเกี่ยวกับการแสวงหาแหล่งพลังงานทดแทนที่ผลิตได้เองภายในประเทศ ในรูปแบบอื่นเพื่อนำมาเป็นพลังงานทดแทน เช่น ไบโอดีเซล เซลล์เชื้อเพลิง และเชื้อเพลิงจากแก๊สสังเคราะห์ หรือน้ำมันสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ (Fischer-Tropsch synthesis) โดยปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์นี้มีสารตั้งต้นเป็นแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น มีเทน, โพรเพน และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนคาร์บอนตั้งแต่ 5 คาร์บอน อีกทั้งเชื้อเพลิงที่ได้จากแก๊สสังเคราะห์ยังเป็นเชื้อเพลิงที่สะอาดเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม แต่ในกระบวนการนี้จำเป็นต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมด้วย โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทั่วไปประกอบด้วยสองส่วนที่สำคัญคือ โลหะที่ว่องไว (Active site) และตัวรองรับ (support) โลหะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับซิลิกา เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูง มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูง มีค่าการเลือกเกิดสารประกอบไฮโดรคาร์บอนตั้งแต่ 5 คาร์บอนสูง และเกิดปฏิกิริยาวอเตอร์แก๊สชิฟต์ต่ำ [1] แต่อย่างไรก็ตามซิลิกามีปัญหาในการยึดจับระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ต่ำ อะลูมินาเป็นตัวรองรับที่สามารถในการยึดจับกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดี [2] ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงนำเอาตัวรองรับอะลูมินาเจือลงบนซิลิกาสำหรับรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา และเพื่อเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสให้เหมาะแก่การนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา งานวิจัยนี้จึงได้นำเทคนิคการขึ้นรูปแบบอิเล็กโทรสปินนิง (electrospinning) ร่วมกับซิล-เจล มาสังเคราะห์ตัวรองรับให้เป็นเส้นใยให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับต่ำกว่าไมโครเมตรถึงนาโนเมตร

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.2.1 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง
- 1.2.2 ผลิตเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาสำหรับนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา
- 1.2.3 ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปช์

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเพื่อสังเคราะห์เส้นใยซิลิกา-อะลูมินาที่มีขนาดเล็ก และมีสมบัติที่ดี
- 1.3.2 สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา และนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ
- 1.3.3 นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปทดสอบประสิทธิภาพในการกระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.2 เทคนิคที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง
- 1.4.3 ทราบปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะของเส้นใยนาโน
- 1.4.3 แนวทางในการผลิตตัวเร่งปฏิกิริยาเส้นใยนาโนที่มีสมรรถนะสูง

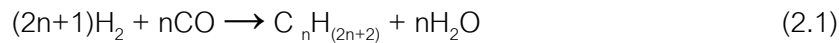
บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์

กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์ [3] เป็นกระบวนการสังเคราะห์เชื้อเพลิงที่สะอาด โดยเปลี่ยนแก๊สผสมระหว่างไฮโดรเจน และคาร์บอนมอนอกไซด์ หรือเรียกว่าแก๊สสังเคราะห์ (syngas) ให้อยู่ในรูปของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ซึ่งแก๊สสังเคราะห์อาจได้จากถ่านหิน ชีวมวล หรือแก๊สธรรมชาติ และกระบวนการนี้ต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยา

กระบวนการทางเคมี



ปฏิกิริยาออกเตอรแก๊สซิฟต์



ปฏิกิริยาผลิตภัณฑ์แก๊สสังเคราะห์



2.1.1 ภาวะทั่วไปในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์ มักจะดำเนินการในช่วงอุณหภูมิ 150-300°C เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้นและอัตราการเปลี่ยนแปลงสูงขึ้น แต่จะมีแนวโน้มที่จะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นมีเทน เป็นผลให้อุณหภูมิที่ใช้ในการดำเนินการอยู่ในช่วงอุณหภูมิต่ำ ส่วนการเพิ่มความดันนำไปสู่อัตราการเปลี่ยนแปลงที่สูงขึ้นและมีแนวโน้มที่จะเกิดผลิตภัณฑ์เป็นแอลเคนไฮยาว โดยทั่วไปมักใช้ความดันตั้งแต่ 1-10 บรรยากาศ

อัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ขึ้นอยู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ และแหล่งที่มาของแก๊สสังเคราะห์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการนี้ คือ โคบอลต์มีอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่เหมาะสมเป็น 1.8-2.1 แต่เมื่อใช้แก๊สสังเคราะห์ที่ได้จากถ่านหินหรือชีวมวลจะได้ในอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์น้อยกว่า 1

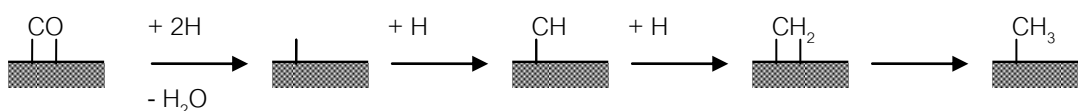
2.1.2 วิธีปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

การสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ คือปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน [4] ซึ่งมอนอเมอร์ถูกผลิตจากสารตั้งต้นที่เป็นแก๊สไฮโดรเจน และคาร์บอนมอนอกไซด์ ดังนั้นวิธีปฏิกิริยาแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน

1. การเกิดสายโซ่เริ่มต้น (generation of the chain initiator)
2. การเติบโตของสายโซ่ (chain growth or propagation)
3. การหลุดออกจากตัวดูดซับ (chain growth termination or desorption)

กลไกการเกิดแอลคิล

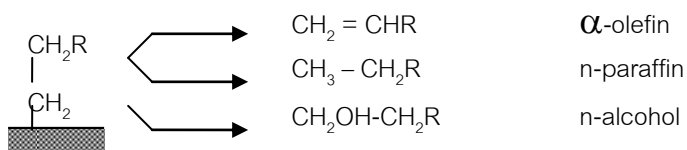
Initiation:



Propagation:



Desorption:



ภาพที่ 2.1 กลไกการเกิดแอลคิลในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ [4]

2.1.3 การควบคุมการเลือกเกิดในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

การควบคุมการเลือกเกิดผลิตภัณฑ์สามารถควบคุมโดยใช้ปัจจัยเดียวกับปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อค่าแอลฟา (ความสามารถในการเกิดสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน) [4] ปัจจัยหลัก คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา, โลหะที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, องค์ประกอบแก๊สโดยเฉพาะอย่างยิ่งความดันย่อยของแก๊สที่สัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาภายในเครื่องปฏิกรณ์

2.1.3.1 อุณหภูมิ

การเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ทำให้จำนวนผลิตภัณฑ์ไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนคาร์บอนสูงลดลง เนื่องจากการออกจากตัวดูดซับ (desorption) ของพื้นผิวเป็นขั้นตอนสุดท้ายในการทำปฏิกิริยา และการออกจากตัวดูดซับเป็นกระบวนการดูดซับความร้อน ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิไปเพิ่มอัตราการแพร่ออก ส่งผลให้มวลโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ที่ต่ำลง ในทางเทอร์โมไดนามิกการเกิดมีเทนเกิดได้ดีกว่าผลิตภัณฑ์ที่มีมวลโมเลกุลสูงในทุกอุณหภูมิของการฟิสเซอร์-ทรอปซ์

2.1.3.2 แก๊สองค์ประกอบ, ความดันย่อย และความดันรวม

ปริมาณมอนอเมอร์มีมากยิ่งมีความสามารถในการเกิดสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน 2 ขั้นตอนหลักที่นำไปสู่การเกิด chain termination คือการหลุดออกจากตัวดูดซับของสายโซ่เป็นผลิตภัณฑ์แอลคีน และไฮโดรจีนชั้นของสายโซ่เป็นผลิตภัณฑ์แอลเคน ยิ่งความดันย่อยของคาร์บอนมอนอกไซด์ต่ำ พื้นผิวที่ถูกควบคุมโดยมอนอเมอร์ยิ่งน้อย ดังนั้นการหลุดออกจากตัวดูดซับจึงเกิดได้ดี ยิ่งความดันย่อยของไฮโดรเจนมีมาก ยิ่งเพิ่มความสามารถในการเกิด chain termination โดยการไฮโดรจีเนชัน ทั้งหมดอาจให้เหตุผลได้ว่ายิ่งอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์มาก ยิ่งเพิ่มความสามารถในการเกิด chain termination และยิ่งเกิดมีเทนได้ดี แต่เกิดไฮโดรคาร์บอนมวลโมเลกุลต่ำ

2.1.3.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา

คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับลักษณะการใช้เร่งของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต้องมีค่าความว่องไว (Activity) ที่สูง มีความเสถียร (Stability) ที่ดี และมีค่าการเลือก (Selectivity) ที่ได้จากก๊าซผลิตภัณฑ์ที่ต้องการมีค่าสูงตัวเร่งสำหรับปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์มีความหลากหลายมาก แต่ที่พบมากที่สุดเป็นโลหะทรานซิชัน ได้แก่ โคบอลต์ เหล็ก รูทีเนียม และนิกเกิล ซึ่งนิกเกิลเกิดมีเทนมากในภาวะความดันต่ำ และที่ความดันสูงเกิดการรวมตัวเป็นไฮระเฮนิกเกิลคาร์บอนิล ทำให้นิกเกิลหายไปจากเครื่องปฏิกรณ์ ดังนั้นนิกเกิลจึงไม่เป็นที่นิยม สำหรับรูทีเนียมมีราคาสูง ในความเป็นจริงเมื่อประยุกต์ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมต้องใช้ปริมาณมาก จึงเหลือโลหะสองตัวที่เหมาะสม คือ เหล็ก และโคบอลต์ [5]

2.1.3.3.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์

โคบอลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้สำหรับปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์นี้ เนื่องจากเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสูง ให้สารไฮโดรคาร์บอนที่เป็นโซ่ตรงยาว เกิดปฏิกิริยาออกเตอรแก๊สซิฟข้างเคียงต่ำและมีราคาถูก การทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีประสิทธิภาพสูงจะต้องมีตัวรองรับเพื่อช่วยในการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวรองรับที่มีการนำมาศึกษากันอย่างกว้างขวางเพื่อนำมาใช้ รองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ ได้แก่ ซิลิกา อะลูมินา ไทเทเนีย และซี โอไลต์ [2] ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์จะขึ้นอยู่กับพื้นที่ของโลหะโคบอลต์ โคบอลต์จะมีการกระจายตัวสูงเมื่อตัวรองรับมีพื้นที่ผิวมาก แต่ตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวมากโดยทั่วไปจะมีรูพรุนขนาดเล็ก ส่งผลให้ ประสิทธิภาพการแพร่ภายในของสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์ต่ำ และอัตราการเกิดปฏิกิริยาถูกควบคุมโดยรูพรุนที่มีขนาดเล็ก [6]

2.1.3.4 ตัวรองรับ

ตัวรองรับ คือ ออกไซด์หรือคาร์บอนของโลหะที่มีปริมาณรูพรุน และพื้นที่ผิวสูง สำหรับหน้าที่หลักของตัวรองรับ คือ เพิ่มการกระจายให้กับตัวเร่งปฏิกิริยา และทำให้มีความแข็งแรงเชิงกลมากขึ้น โดยตัวรองรับต้องมีความเสถียรที่ดีภายใต้สภาวะที่ใช้ในการทดลอง และต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น อย่างไรก็ตามจะมีปฏิกิริยาระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยากับตัวรองรับเกิดขึ้นทั้งทางกายภาพและทางเคมี ซึ่งจะมีผลต่อพฤติกรรมของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นตัวรองรับที่เลือกใช้ในตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีผลต่อความว่องไวและความเสถียรของตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งอาจจะต้องพิจารณาพื้นที่ผิวของตัวรองรับและความเป็นกรดเบสของตัวรองรับที่จะมีผลโดยตรงต่อความว่องไวและความเสถียรของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวรองรับที่มีการนำมาศึกษากันอย่างกว้างขวางเพื่อนำมาใช้ ตัวรองรับหลักที่ใช้รองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ ได้แก่ ซิลิกา อะลูมินา ไทเทเนีย และซี โอไลต์ [2]

2.1.3.4.1 ตัวรองรับซิลิกา

ตัวรองรับซิลิกาเป็นตัวรองรับทั่วไปที่ใช้สำหรับรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ เนื่องจากเป็นตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวสูง มีความเสถียร และมีความสามารถในการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาได้ง่ายเนื่องจากการยึดจับระหว่างตัวรองรับซิลิกากับตัวเร่งปฏิกิริยาน้อย [7]

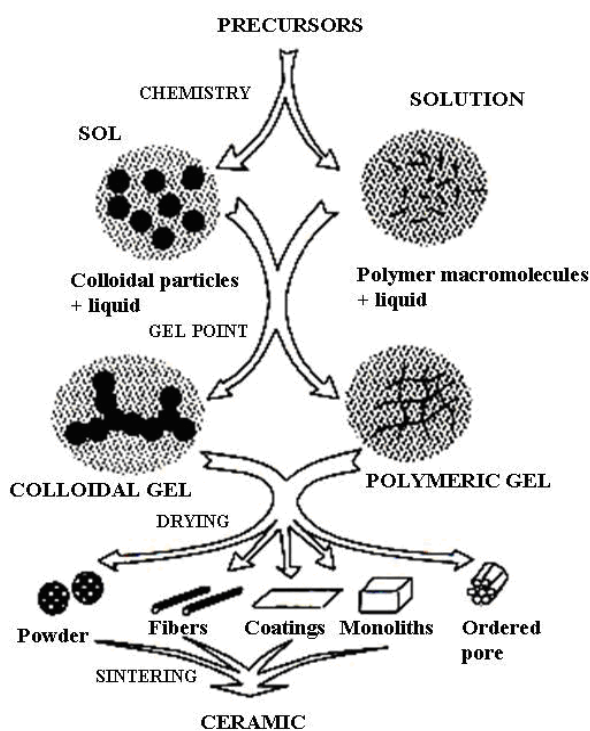
2.1.3.4.2 ตัวรองรับอะลูมินา

เป็นตัวรองรับทั่วไปที่ใช้สำหรับรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ เช่นเดียวกับซิลิกา โดยตัวรองรับอะลูมินามีสมบัติ คือ มีพื้นที่ผิวสูง

และมีความสามารถในการยึดจับกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าซิลิกาจึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวสูงกว่าซิลิกา แต่ข้อเสียของการยึดจับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ได้ดีจะทำให้เกิดสารประกอบโคบอลต์อะลูมิเนียม ซึ่งทำให้ความสามารถในการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง [7]

2.2 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel)

กระบวนการผลิตโดยวิธีโซล-เจล [8,9] เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” ดังภาพที่ 2.2



ภาพที่ 2.2 การเปลี่ยนแปลงสถานะจากโซลเป็นเจล [10]

เทคนิคโซล-เจล เป็นกระบวนการหนึ่งที่มีการนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง เนื่องจากสามารถปรับเปลี่ยนรูปทรงของตัววัสดุได้ตามต้องการ นอกจากนี้ยังมีคุณสมบัติเด่นคือเป็นเทคนิคในการผลิตเส้นใยซิลิกาที่มีคุณภาพ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิจัยอื่นๆ ได้ ผลิตภัณฑ์ประเภทซิลิกเกตเจล (เจลที่มีโครงสร้างพื้นฐานเป็น SiO_2) ถูกนำมาใช้ในเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันพอลิเมอไรเซชันของซิลิกอนแอลคอกไซด์ ซึ่งมีสูตรทั่วไป

คือ $\text{Si}(\text{OR})_4$ โดยส่วนใหญ่แล้วหมู่ R คือ เมทิลหรือเอทิล ซึ่งสารตั้งต้นที่นิยมใช้มีชื่อและตัวอย่าง ดังนี้

$\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$ tetramethoxysilane TMOS

$\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ tetraethoxysilane TEOS

TEOS (tetraethoxysilane) เป็นหนึ่งในสารประกอบที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์เจล เนื่องจากจากสาร TEOS สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ (Hydrolysis) ได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งปฏิกิริยาที่สมบูรณ์จะขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำ แอลกอฮอล์ และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้

2.2.1 กระบวนการโซล-เจลของซิลิกอนแอลคอกไซด์

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซลเจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส วอเตอร์คอนเดนเซชัน และแอลกอฮอล์คอนเดนเซชัน และมีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ ค่าความเป็นกรด-ด่าง ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างที่ต่างกัน

ขั้นตอนแรกของการทำโซลเจล คือการผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซลเจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะแอลคอกไซด์ (Metal Alkoxide) เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate, TEOS) และอะลูมิเนียมไนเตรท (Aluminium nitrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$) จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ดังสมการ [11]

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส



ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน : วอเตอร์คอนเดนเซชัน



ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน : แอลกอฮอล์คอนเดนเซชัน



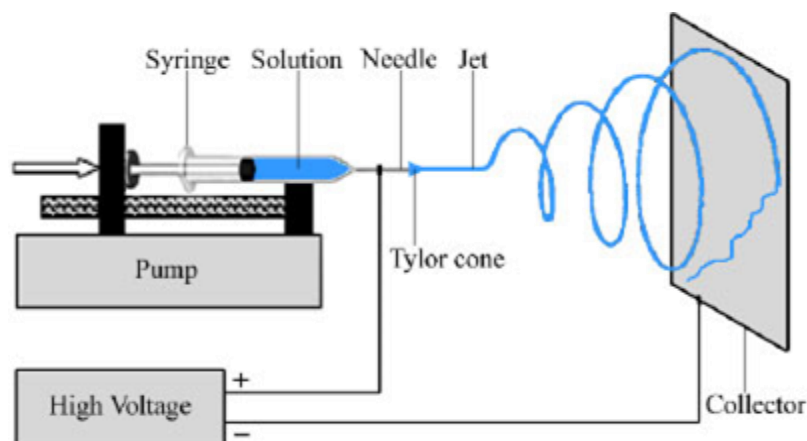
สารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยากอนเดนเซชันต่อไปจนกลายเป็น โครงร่างตาข่ายของซิลิกาและอะลูมินา (Silica Alumina Network) อยู่ในสภาวะที่เรียกว่า “เจล” จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่า ปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน

ตารางที่ 2.1 ข้อดีและข้อเสียของวิธีโซลเจล

ข้อดี	ข้อเสีย
1. โครงสร้างเป็นเอกพันธ์ (homogeneity)	1. สารเคมีราคาสูง
2. ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง	2. เกิดช่องว่างขนาดเล็กในโครงสร้าง
3. ทำงานที่อุณหภูมิต่ำ - ประหยัดพลังงาน - ไม่เกิดปฏิกิริยาข้างเคียง	3. ใช้เวลานาน
4. ได้ของแข็งเป็นอสัณฐาน	
6. ได้เจลที่มีคุณสมบัติจำเพาะ	

2.3 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง (Electrospinning)

เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นเทคนิค [13,14] ที่ใช้ประจุไฟฟ้าในการผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ให้มีขนาดตั้งแต่นาโนเมตรจนถึงไมโครเมตร ทำให้ได้เส้นใยที่มีลักษณะเฉพาะ อาทิ มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง (specific surface area) อัตราส่วนยาวต่อกว้างสูง (aspect ratio) และความพรุนตัวสูง (porosity) ทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ (optoelectronic) เทคโนโลยีเซ็นเซอร์ (sensor technology) การเปลี่ยนอัตราการเกิดปฏิกิริยา (catalysis) การกรอง และการแพทย์ เป็นต้น เครื่องอิเล็กโทรสปินนิงประกอบด้วย หลอดฉีดยาสำหรับบรรจุสารละลายพอลิเมอร์กับแหล่งจ่ายไฟแรงดันสูง (10-50 กิโลโวลต์) และแผ่นเก็บที่เชื่อมต่อกับสายดิน



ภาพที่ 2.3 แผนภาพของกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์พินนิง [12]

หลักการเกิดเส้นใย

เริ่มจากการให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่สารละลายพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนทำให้หยดของพอลิเมอร์ที่บริเวณปลายช่องเปิดของหลอดบรรจุ ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลม เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเป็นลักษณะทรงกรวย ทั้งนี้ เป็นผลเนื่องมาจากการผลัดกันของประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้น เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าขึ้นไปอีกส่วนยอดโคนจะมีการสะสมของประจุเพิ่มมากขึ้นทำให้แรงผลัดกันของประจุที่เพิ่มขึ้นนี้มากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ ทำให้เกิดกระแสพอลิเมอร์พุ่งออกมาและจะพุ่งไปยังอุปกรณ์รองรับ แนวทางเคลื่อนที่ของกระแสพอลิเมอร์นี้ จะเป็นเส้นตรงในช่วงแรก โดยระยะเป็นเส้นตรงนี้จะขึ้นกับค่าอัตราส่วนระหว่างศักย์ไฟฟ้าต่อระยะทางจาก ปลายช่องเปิดถึงอุปกรณ์รองรับหลักการเกิดเส้นใย โดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้านี้แบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอนด้วยกัน ได้แก่

1. ขั้นตอนการเกิดกระแสพอลิเมอร์
2. ขั้นตอนการยืดตัวของกระแสพอลิเมอร์ในระหว่างที่เคลื่อนตัวจากปลายช่องเปิดไปยังฉากรับ
3. ขั้นตอนการแข็งตัวของกระแสพอลิเมอร์เป็นเส้นใย

2.3.1 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์พินนิง

2.3.1.1 ปัจจัยจากสารละลายพอลิเมอร์

สมบัติของสารละลายพอลิเมอร์มีอิทธิพลอย่างมากในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์พินนิง และมีผลต่อลักษณะเส้นใย แรงตึงผิวเป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้เกิดเม็ดปิดในระหว่างการยืด ความหนืดของ

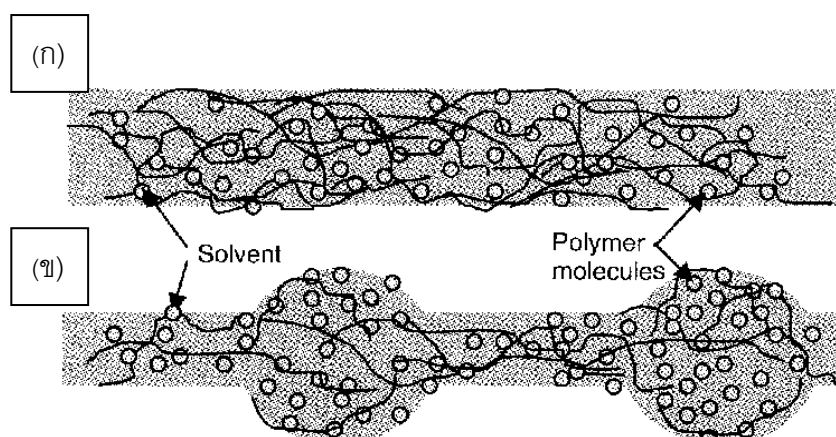
สารละลาย และสมบัติทางไฟฟ้าเป็นตัวกำหนดการขยายลำของเหลวให้ยาวขึ้น สิ่งเหล่านี้กลับมีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย

2.3.1.1.1 ความหนืด

ความหนืดของสารละลายมีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งและลักษณะเส้นใย โดยทั่วไปความหนืดของสารละลายมีความสัมพันธ์กับการขยายตัวของสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์ภายในสารละลาย เมื่อความหนืดของสารละลายต่ำเกินไป อิเล็กทรอนิกส์เปอร์อาจเกิดขึ้น และอนุภาคพอลิเมอร์เกิดการรวมตัวแทนที่การเกิดเส้นใย ที่ความหนืดต่ำสายโซ่พอลิเมอร์เกิดการเชื่อมโยงกันน้อย มีความเป็นไปได้ที่จะเกิดเม็ดปิดแทนการเกิดเส้นใยที่มีพื้นผิวเรียบ ดังนั้นปัจจัยที่มีผลกระทบต่อความหนืดของสารละลายจะมีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง และเส้นใยด้วย

2.3.1.1.2 แรงตึงผิว

การเริ่มต้นในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งต้องการสารละลายที่มีประจุ และแรงที่เกิดขึ้นต้องมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายนั้น อย่างไรก็ตามลำของเหลว (jet) ที่เดินทางไปยังฉากรับ แรงตึงผิวอาจเป็นสาเหตุให้เกิดเม็ดปิดในลำของเหลว แรงตึงผิวมีผลกระทบในการลดพื้นที่ผิวต่อหนึ่งหน่วยมวลของของเหลว ในกรณีที่มีความเข้มข้นของโมเลกุลของตัวทำละลายอิสระ (free solvent molecules) สูงเกินไป โมเลกุลตัวทำละลายเกิดการรวมตัวกลายเป็นรูปทรงกลม ความหนืดสูงกว่าจะหมายถึงว่าเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลของตัวทำละลายและพอลิเมอร์ ดังนั้นเมื่อสารละลายถูกยืดออกภายใต้อิทธิพลของประจุ โมเลกุลของตัวทำละลายจะมีแนวโน้มแยกออกจากโมเลกุลของพอลิเมอร์ การลดมีแนวโน้มการรวมตัวกันของโมเลกุลตัวทำละลายภายใต้อิทธิพลของแรงตึงผิวแสดงดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 (ก) ความหนืดสูง, โมเลกุลตัวทำละลายเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของพอลิเมอร์
(ข) ความหนืดต่ำ, โมเลกุลตัวทำละลายมีแนวโน้มรวมตัวภายใต้การกระทำของแรงตึงผิว [13]

สารละลายส่วนใหญ่มีแนวโน้มความหนืด และแรงตึงผิวไปในทางเดียวกัน สารที่ใช้เป็นตัวทำละลาย เช่น เอทานอลมีแรงตึงผิวต่ำ ดังนั้นสามารถเติมเพื่อให้เกิดเส้นใยที่มีลักษณะเรียบ อีกวิธีที่ช่วยลดแรงตึงผิวคือการเติมสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ลงในสารละลาย การเติมสารลดแรงตึงผิวพบว่าให้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอ

2.3.1.2 ปัจจัยภายในกระบวนการ

ตัวแปรอื่นๆ ที่สำคัญที่มีผลต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ ปัจจัยภายนอกที่มีอิทธิพลต่อลำของเหลว รวมทั้งแหล่งกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง (High voltage), อัตราการป้อน, คุณสมบัติของสารละลาย, เส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม และระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฉากรับ (distance between the needle tip and collector, TCD) ตัวแปรเหล่านี้มีผลกระทบต่อลักษณะเส้นใยอย่างแน่นอน ถึงแม้ว่าจะมีผลกระทบน้อยกว่าตัวแปรของสารละลายก็ตาม

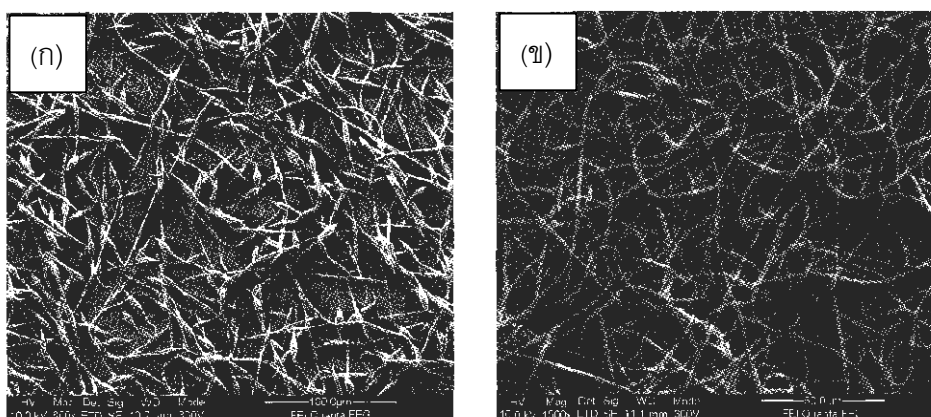
2.3.1.2.1 ความต่างศักย์

สิ่งสำคัญในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ การให้แรงทางไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์สูงแก่สารละลาย ความต่างศักย์จะเหนี่ยวนำให้เกิดประจุในสารละลาย และรวมเข้ากับสนามไฟฟ้าภายนอกกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเริ่มเกิดขึ้นเมื่อแรงทางไฟฟ้าที่เกิดในสารละลายมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย โดยปกติไม่ว่าความต่างศักย์จะเป็นบวกหรือลบที่มีค่ามากกว่า 6 กิโลโวลต์ สามารถทำให้หยดสารละลายที่ปลายเข็มเปลี่ยนรูปร่างเป็นรูปทรงกรวย (Taylor Cone) ในระหว่างการเกิดลำของเหลว ซึ่งขึ้นอยู่กับอัตราการป้อนสารละลาย ความต่าง

ศักย์สูงจำเป็นมากในการเกิด Taylor Cone ที่เสถียร โดยแรงคูลอมบ์ (columbic repulsive force) ในลำของเหลวจะยึดสารละลายออก ถ้าเพิ่มความต่างศักย์จำนวนประจุก็เพิ่มขึ้น เป็นสาเหตุให้ลำของเหลวมีความแข็งแรงมากขึ้น และปริมาตรของสารละลายที่ถูกดึงออกจากปลายเข็มจึงมีปริมาตรเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน สิ่งนี้อาจเป็นผลให้ Taylor Cone มีความเสถียรน้อยลง

ทั้งความต่างศักย์ที่ให้และสนามไฟฟ้ามีอิทธิพลต่อการยึด และความแรงของลำของเหลว ซึ่งจะส่งผลต่อลักษณะเส้นใยที่ได้ โดยส่วนใหญ่แล้วการเพิ่มความต่างศักย์จะทำให้สารละลายยึดออกได้ดี และเป็นผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยลดลง นอกจากนี้ตัวทำละลายเกิดการระเหยอย่างรวดเร็ว เส้นใยที่ได้จึงแห้ง ปัจจัยอื่นที่อาจมีอิทธิพลกับเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยคือเวลาในการยึดลำของเหลว ถ้าความต่างศักย์ที่ให้มีความต่ำความแรงของลำของเหลวจะลดลง และสนามไฟฟ้ามีค่าอ่อนลง อาจไปเพิ่มเวลาในการยึดลำของเหลวซึ่งก่อให้เกิดลักษณะเส้นใยที่ดี

แต่ถ้าให้ความต่างศักย์สูงเกินไปพบว่าเกิดเม็ดปิดบนเส้นใย โดยมีรายงานกล่าวว่ารูปร่างของเม็ดปิดเปลี่ยนจาก spindle-like เป็น spherical-like เมื่อความต่างศักย์เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังเป็นผลให้ความหนาแน่นของเม็ดปิดเพิ่มขึ้น จนกระทั่งเม็ดปิดรวมตัวกันจนเกิดเส้นใยที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางหนาขึ้นแสดงดังภาพที่ 2.5 ดังนั้นการเพิ่มระยะทางในการยึดลำของเหลว พร้อมกับการเพิ่มความต่างศักย์อาจทำให้เกิดเม็ดปิดน้อยลง

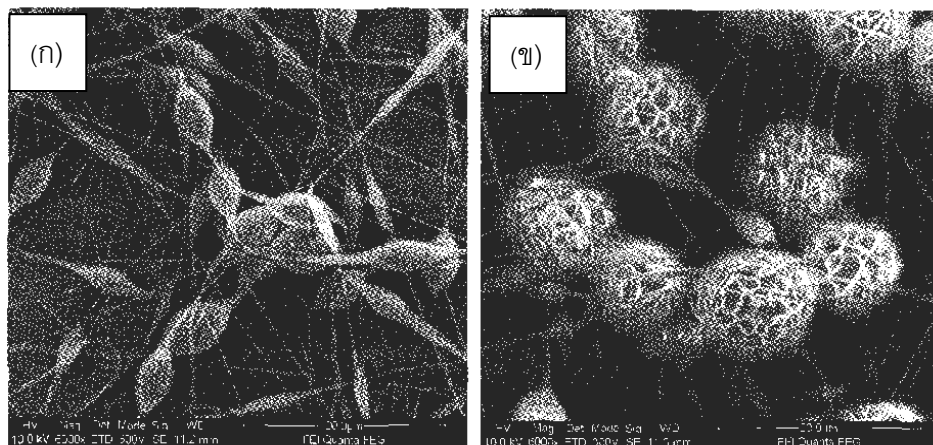


ภาพที่ 2.5 เส้นใยพอลิคาร์โบรเล็กโทน (ก) เกิดเม็ดปิดในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเมื่อให้ความต่างศักย์ 6 กิโลโวลต์ (ข) เส้นใยที่ปราศจากเม็ดปิดเมื่อให้ความต่างศักย์ 22 กิโลโวลต์ [13]

2.3.1.2.2 อัตราป้อน

อัตราป้อนเป็นตัวกำหนดปริมาณสารละลายในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง สำหรับความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบต้องสอดคล้องกับอัตราป้อนเพื่อทำให้ Taylor cone เกิดความ

เสถียร เมื่ออัตราป้อนเพิ่มขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย และขนาดเม็ดปิดเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกันแสดงดังภาพที่ 2.6 ถ้าอัตราป้อนมีอัตราเท่าเดิมเมื่อสารละลายถูกดึงออกไปใน กระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง จำเป็นต้องมีการเพิ่มประจุให้สอดคล้องเมื่ออัตราป้อนเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 2.6 เส้นใยพอลีเอpsilon-คลอไรโพรแล็กโทนมีขนาดเม็ดปิดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราป้อน (ก) 0.5 มิลลิลิตร/ชั่วโมง (ข) 2 มิลลิลิตร/ชั่วโมง [13]

เนื่องจากปริมาตรสารละลายที่ถูกดึงจากปลายเข็มเพิ่มขึ้น ถ้าของเหลวใช้เวลามากขึ้นในการระเหยตัวทำละลาย เป็นผลให้ตัวทำละลายที่เกาะบนเส้นใยมีเวลาไม่เพียงพอในการระเหย ดังนั้นตัวทำละลายที่เหลืออาจเป็นสาเหตุให้เส้นใยรวมตัวกันเป็นโครงร่างตาข่าย แต่ถ้าอัตราป้อนลดลงตัวทำละลายจะมีเวลามากพอสำหรับการระเหย

2.3.1.2.3 อุณหภูมิ

อุณหภูมิของสารละลายมีผลต่อการเพิ่มอัตราการระเหย และลดความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ เมื่ออิเล็กโทรสปินนิงพอลิยูรีเทนที่อุณหภูมิสูง เส้นใยที่ผลิตได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางสม่ำเสมอ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงอาจเป็นสาเหตุให้ความหนืดของสารละลายลดลง และพอลิเมอร์สามารถละลายในตัวทำละลายได้ดี เมื่อความหนืดของสารละลายน้อยลง แรงคูลอมบ์มีอิทธิพลต่อการยึด ส่งผลให้เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง เมื่อความเร็วของโมเลกุลพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นเป็นสาเหตุให้อุณหภูมิสูงขึ้น จึงทำให้แรงคูลอมบ์ยึดสารละลายได้ไกล

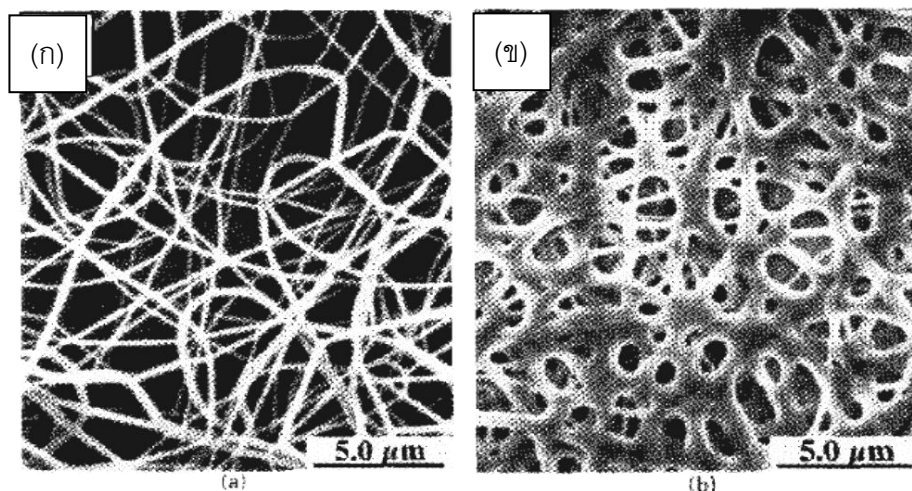
2.3.1.2.4 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม

เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มมีผลต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงอย่างแน่นอน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเล็กลงพบว่าลดการอุดตันได้ดีเท่ากับจำนวนเม็ดปิดที่

เกิดขึ้นบนเส้นใย การลดการอุดตันอาจเป็นสาเหตุให้สารละลายสัมผัสกับบรรยากาศน้อยลงในระหว่างกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง การลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มยังเป็นเหตุให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยลดลง เมื่อขนาดหยดของสารละลายที่ปลายเข็มมีขนาดเล็กลง แรงตึงผิวของหยดสารละลายเพิ่มขึ้นที่ความตึงผิวเดียวกัน แรงคูลอมบ์ต้องมีมากพอในการเกิดลำของเหลว และเป็นผลให้ความเร็วของลำของเหลวลดลง ดังนั้นสารละลายจึงมีเวลามากขึ้นในการยึดเป็นเส้นใยก่อนที่จะตกลงบนฉากรับ อย่างไรก็ตามถ้าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มเล็กเกินไป หยดสารละลายอาจไม่สามารถถูกดึงออกมาที่ปลายเข็มได้เลย

2.3.1.2.5 ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับ

ในหลายๆ กรณีผลของเวลาในการยึดลำของเหลวมีความสำคัญเท่ากับความเร็วของสนามไฟฟ้าที่มีต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงและมีผลต่อเส้นใย การเปลี่ยนระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับจะมีผลโดยตรงกับเวลาในการยึดลำของเหลวและความเร็วของสนามไฟฟ้า เนื่องจากการเกิดเส้นใยต้องอาศัยเวลาในการระเหยตัวทำละลาย เมื่อระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับลดลง ลำของเหลวจะมีระยะการเดินทางสั้นลงก่อนที่จะถึงแผ่นรองรับ นอกจากนี้ความเร็วของสนามไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นในขณะเดียวกัน ส่งผลให้ความเร็วของลำของเหลวที่ไปตกลงบนแผ่นรองรับเพิ่มขึ้น ดังนั้นเวลาในการระเหยตัวทำละลายอาจมีไม่มากพอเมื่อเส้นใยตกลงบนแผ่นรองรับ ถ้าระยะทางน้อยเกินไปจะเหลือตัวทำละลายมากเกินไป อาจเป็นสาเหตุให้เส้นใยรวมตัวกัน แล้วเกิดเชื่อมระหว่างเส้นใย เกิดพันธะระหว่างเส้นใยและภายในเส้นใย แสดงดังภาพที่ 2.7



ภาพที่ 2.7 เส้นใยไนลอน 6,6 (ก) ระยะทาง 2 ซม. (ข) ระยะทาง 0.5 ซม. [13]

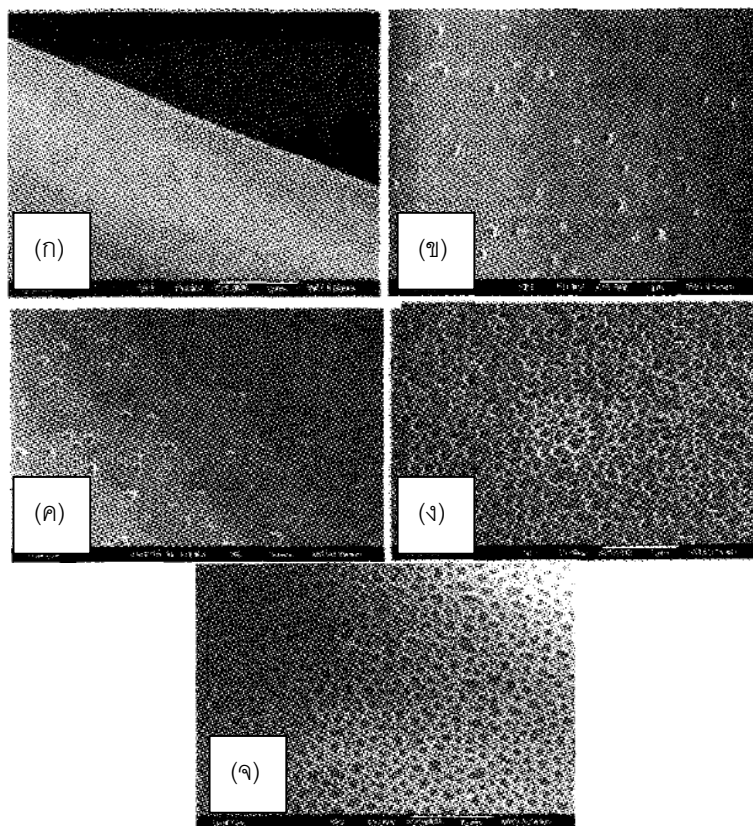
การเปลี่ยนระยะทางอาจเป็น หรือไม่เป็นปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อลักษณะของเส้นใย อาจขึ้นอยู่กับสมบัติอื่น เช่น สมบัติของสารละลาย เป็นต้น เนื่องจากในบางกรณีการเปลี่ยนระยะทางไม่มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย อย่างไรก็ตามเมื่อบีบอัดสังเกตเห็นได้เมื่อระยะทางสั้นเกินไป การเกิดเมื่อบีบอัดอาจเป็นผลจากการเพิ่มความแรงไฟฟ้าระหว่างปลายเชื่อมกับฉากรับ การลดระยะทางก็ให้ผลเช่นเดียวกับการเพิ่มความแรงไฟฟ้า ในกรณีอื่นการเพิ่มระยะทางเป็นผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยลดลง ซึ่งระยะทางที่ยาวขึ้นหมายถึงว่ามีระยะเวลาในการยืดสารละลายก่อนที่จะตกลงบนแผ่นรองรับ แต่มีบางกรณีที่เพิ่มระยะทางแล้วทำให้ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยเพิ่มขึ้น เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าลดลงเป็นผลให้เส้นใยยืดตัวได้น้อยลง เมื่อเพิ่มระยะทางมากเกินไปเส้นใยไม่สามารถไปตกลงบนแผ่นรองรับได้เลย ดังนั้นควรให้แรงทางไฟฟ้าที่เหมาะสมกับการยืดสารละลาย

2.3.1.3 ปัจจัยภายนอก

ผลของสิ่งแวดล้อมที่มีต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเป็นปัจจัยที่ยังคงพิสูจน์ได้ยาก ความสัมพันธ์ระหว่างสิ่งแวดล้อมและสารละลายพอลิเมอร์อาจมีผลต่อลักษณะเส้นใย โดยพบว่าความชื้นเป็นสาเหตุของการเกิดรูพรุนบนพื้นผิวเส้นใย ถึงแม้ว่าในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง สนามไฟฟ้ามีอิทธิพลมาก แต่ถ้าเปลี่ยนสภาพแวดล้อมจะมีผลต่อกระบวนการนี้เช่นกัน

2.3.1.3.1 ความชื้น

ความชื้นมีอิทธิพลต่อสารละลายพอลิเมอร์ในระหว่างการสปินนิง เมื่อความชื้นสูงทำให้น้ำกลั่นตัว (condenses) บนผิวหน้าของเส้นใยเมื่อเกิดการสปินนิงภายใต้ความดันบรรยากาศ เป็นผลให้พอลิเมอร์ละลายในตัวทำละลาย และเกิดรูพรุนบนพื้นผิวเส้นใย ซึ่งขนาดรูพรุนเพิ่มเมื่อความชื้นเพิ่มขึ้นแสดงดังภาพที่ 2.8 ความลึกของรูพรุนเป็นไปในทางเดียวกันคือ ถ้าความชื้นเพิ่มความลึกเพิ่มเช่นเดียวกัน นอกจากนี้ความชื้นเป็นตัวกำหนดอัตราการระเหยของตัวทำละลายที่อยู่ในสารละลาย เมื่อความชื้นต่ำตัวไอระเหยตัวทำละลายระเหยอย่างรวดเร็ว การระเหยตัวทำละลายอาจเร็วกว่าการดึงสารละลายจากปลายเข็ม เป็นผลให้กระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเกิดขึ้นภายใน 2-3 นาทีก่อนที่ปลายเข็มถูกอุดตันด้วยการแข็งตัวของสารละลาย



ภาพที่ 2.8 ภาพ FESEM ของเส้นใยพอลิซัลโฟน/เตตระไฮโดรฟูเรนเมื่อความชื้นเปลี่ยนแปลง (ก) น้อยกว่าร้อยละ 25 (ข) ร้อยละ 31-38 (ค) ร้อยละ 40-45 (ง) ร้อยละ 50-59 และ (จ) ร้อยละ 60-72 [13]

2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Hyeonjae และคณะ [15] ศึกษาการเตรียมแพลทินัมบนเส้นใยไททาเนียมไดออกไซด์ (Pt/TiO₂) ด้วยกระบวนการโซล-เจลและอิเล็กโทรสปินนิง นำไปใช้เป็นตัวเร่งสำหรับปฏิกิริยาออกเตอรแก๊สซิฟต์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยวิธีนี้ มีความว่องไวมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบปกติ 5-7 เท่า และยังมีพื้นที่ผิวมากกว่าด้วย

Lin และคณะ [16] ศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างพอลิไวนิลบิวไทรอล (poly vinylbutyral) กับซิลิกาโดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง จากการศึกษาพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยผสมร้อยละ 15 มีขนาด 100 ถึง 200 นาโนเมตร และขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของพอลิเมอร์ ในขณะที่เม็ดปิดลดน้อยลง

Ahmad และคณะ [17] เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่รองรับด้วยอะลูมินาและท่อนาโนคาร์บอน สำหรับกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปซ์ พบว่าท่อนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวและการกระจายตัวของกลุ่มโคบอลต์สูงกว่าอะลูมินา ส่วนช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการรีดิวซ์โคบอลต์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอนต่ำกว่าอะลูมินา และให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าอะลูมินา 40% และ 85% ตามลำดับ

Sung และคณะ [18] ศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างซิลิกา และไททาเนียมโดยกระบวนการโซล-เจล และอิเล็กโทรสปินนิง เพื่อปรับปรุงตัวรองรับให้อยู่ในระดับนาโน หรือการเพิ่มพื้นที่ผิวให้ตัวรองรับ จากการตรวจสอบลักษณะของเส้นใยพบว่าอัตราส่วนระหว่างซิลิกาและไททาเนียม 0.8: 0.2 ให้เส้นใยมีขนาดเล็กและมีลักษณะเรียบตลอดทั้งเส้น สำหรับการกระจายตัวเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยผสมมีค่าต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร

Dechen และคณะ [19] ศึกษาผลของขนาดรูพรุนของซิลิกาสำหรับตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ในกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปซ์ จากการศึกษาพบว่าตัวรองรับที่มีขนาดรูพรุนเล็ก มีพื้นที่ผิวและการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าตัวรองรับที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ และพบว่าตัวรองรับที่มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 6-10 นาโนเมตรเป็นขนาดที่เหมาะสมในการรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์

Y. Zhang และคณะ [2] ศึกษาผลของการเจืออะลูมินาลงบน Co/SiO₂ โดยศึกษาที่อะลูมินาร้อยละ 5, 10 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยามีการกระจายตัวสูง โดย Co/SiO₂ มีร้อยละการกระจายตัวเท่ากับ 5.2 และ Co/SiO₂-Al₂O₃ มีร้อยละการกระจายตัวระหว่าง 7.0 ถึง 7.8 และร้อยละการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มขึ้น เนื่องจาก Al₂O₃ ช่วยในการยึดจับกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดี สำหรับร้อยละการเปลี่ยน

คาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Co/SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ มีค่าระหว่าง 61 ถึง 66 และร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา Co/SiO_2 มีค่าเท่ากับ 45 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Co/SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณอะลูมินาที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณของอะลูมินา ส่งผลให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย

Gary และคณะ [20] ศึกษาผลกระทบต่อการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับที่ต่างกันสามชนิด คือ อะลูมินา ซิลิกา และไททานีเย นอกจากนี้ยังศึกษาว่าการเติมตัวโปรโมเตอร์ (promoter) เพื่อใช้ในกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปซ์ จากผลการทดลองพบว่าตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวมากที่สุดคือ ซิลิกา รองลงมาคือ ไททานีเย และอะลูมินาตามลำดับ และตัวรองรับที่มีผลต่อการรีดิวซ์มากที่สุดคือ อะลูมินา ตามด้วยไททานีเย และซิลิกาตามลำดับ

A.F. Lotusa และคณะ [21] ศึกษาการเตรียมเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ผสมกับพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP) ด้วยกระบวนการโซล-เจลและนำสารละลายโซลมาสังเคราะห์เส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง พบว่าเส้นใยที่เผาที่อุณหภูมิ 973 K จะประกอบด้วย เฟสอานาเทส TiO_2 และ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ซึ่งมีความหนาเฉลี่ยประมาณ 150-400 นาโนเมตร

Sukamon และคณะ [7] ศึกษาการเติมไททานีเยมที่ร้อยละ 2, 5, และ 10 โดยน้ำหนัก บนตัวเร่งปฏิกิริยา Co/SiO_2 สำหรับกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปซ์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมด้วยวิธีเอ็บซุ่ม จากการวิเคราะห์สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า เมื่อปริมาณไททานีเยมเพิ่มขึ้นการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เพิ่มขึ้น เนื่องจากไททานีเยมมีสมบัติยึดจับกับโคบอลต์จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีประสิทธิภาพในการเร่งกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปซ์สูง

Bae และคณะ [22] ศึกษาการเตรียมโคบอลต์ที่รองรับด้วยออกไซด์อะลูมินาฟอสเฟต (Co/AlPO_4) สำหรับกระบวนการฟิสเชอร์-ทรอปซ์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมด้วยวิธีเอ็บซุ่ม ได้แก่ โคบอลต์ไนเตรท, โคบอลต์แอสซีเตท และโคบอลต์คลอไรด์ จากการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้นโคบอลต์ไนเตรท ให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์และค่าการเลือกเกิด C_8^+ สูงกว่าโคบอลต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้นโคบอลต์แอสซีเตท และโคบอลต์คลอไรด์

บทที่ 3

สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

1. บีเปต ขนาด 5 และ 10 มิลลิลิตร
2. บีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. ขวดน้ำกลั่น
4. ไซ้ขัดกระดาษ
5. แท่งแก้ว
6. เทอร์โมมิเตอร์
7. หลอดหยด
8. เครื่องกวนแม่เหล็ก
9. อ่างควบคุมอุณหภูมิ
10. เครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง
11. เครื่อง Syringe pump
12. หลอดฉีดยาขนาด 3 มิลลิลิตร
13. เข็มฉีดยา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.4 มิลลิเมตร
14. คาปิลลารี เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร
15. แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาด 20×20 เซนติเมตร
16. อะลูมิเนียมฟอยล์
17. ตู้อบ
18. โถดูดความชื้น

3.1.2 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยา

1. Scanning electron microscope (SEM)
2. Energy dispersive spectroscopy (EDS)
3. Transmission electron microscope (TEM)
4. BET surface area (BET)
5. X-ray diffractometer (XRD)

6. Temperature programmed reduction (TPR)

3.1.3 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดสอบปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์

1. เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed bed reactor)
2. เตาเผาแบบท่อ (Tube furnace)
3. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)
4. เครื่องควบคุมอัตราการไหลโดยมวล (Mass flow controller)
5. เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple)
6. แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph, GC, Shimadzu GC-2014)

3.2 สารเคมี

1. เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) 98.0% ของบริษัท Sigma-Aldrich
2. อะลูมิเนียมไนเตรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3$) ของบริษัท Univar
3. เอทานอล (Ethanol) 99.5% ของบริษัท Mallinckrodt
4. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) 37.0% ของบริษัท CARLO ERBA
5. น้ำกลั่น (Distillated water)
6. กรดไนตริก (Nitric acid) 70% ของบริษัท Sigma-Aldrich
7. โคบอลต์ไนเตรต (Cobalt(II)nitrate) ของบริษัท Univar
8. กลีเซอรอล (Glycerol) 99.5% ของบริษัท Univar
9. แก๊สฮีเลียม (Helium gas) 99.99% ของบริษัท Praxair
10. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas) 99.99% ของบริษัท Praxair
11. แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas) 99.99% ของบริษัท Praxair
12. แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ 20% มีเทน 20% ไฮโดรเจน 20% และฮีเลียม ของบริษัท TIG
13. แก๊สอีเทน 1% คาร์บอนไดออกไซด์ 1% เอทิลีน 1% มีเทน 1% คาร์บอนมอนอกไซด์ 1% ไฮโดรเจน 1% และไนโตรเจน ของบริษัท TIG
14. แก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (H_2/CO) 2:1 ของบริษัท TIG

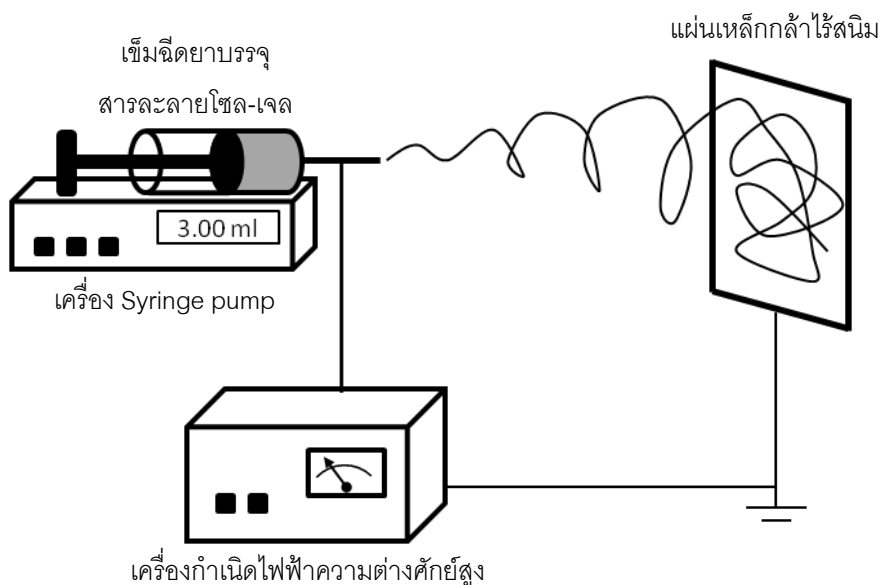
3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารละลายซิล-เจลตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเส้นใยอะลูมินาซิลิก ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$)

1. เตรียมสารละลายซิลเจลโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่าง TEOS : H_2O : EtOH : HCl เท่ากับ 1 : 2 : 2 : 0.01
2. โดยนำ TEOS ผสมกับน้ำกลั่นตามอัตราส่วนที่กำหนดกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 5 นาที
3. หยดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ตามอัตราส่วนที่กำหนดแล้วกวนต่อไปเป็นเวลา 5 นาที
4. เติมนิเอทานอล (EtOH) ตามอัตราส่วนที่กำหนดแล้วกวนต่อไปเป็นเวลา 5 นาที นำสารละลายที่ได้กวนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยควบคุมให้อุณหภูมิอยู่ที่ $50 \pm 5^\circ\text{C}$ แล้วกวนด้วยความเร็ว 310 รอบต่อนาที หยดสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรทร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนักของอะลูมินาจากการเตรียมสารละลายซิล-เจลโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่าง $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$: EtOH : H_2O : HCl เท่ากับ 1 : 20 : 7 : 7 พร้อมกวนเป็นเวลา 30 นาที
5. นำสารละลายที่ได้ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องสังเกตให้ได้ความหนืดที่เหมาะสมแล้วจึงทำการเก็บในหลอดบรรจุสาร

3.3.2 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

1. ติดตั้งเครื่องมือดังรูปที่ 3.1 ซึ่งประกอบด้วยเครื่องมือหลัก 4 ส่วน คือ
 1. เครื่อง Syringe pump
 2. เครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง
 3. แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม
2. เข็มฉีดยาบรรจุสารละลายซิล-เจลปรับภาวะ โดยเปลี่ยนตัวแปร 4 ตัวแปรดังนี้
 - ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในหัวเข็ม 0.25 และ 0.40 มิลลิเมตร
 - ระยะทางระหว่างปลายเข็มกับฉากรับ (TCD) เท่ากับ 10 15 และ 20 เซนติเมตร
 - ความต่างศักย์สูง เท่ากับ 10 15 และ 20 กิโลโวลต์
 - ปริมาณของอะลูมินา (Al_2O_3) ที่ร้อยละ 1, 2, 3, 4 และ 5 โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 3.1 การติดตั้งเครื่องมือในกระบวนการอิเล็กโทรสปีนนิ่ง

3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา

1. ชั่งเส้นใยที่เตรียมได้น้ำหนัก 0.2 กรัม จากนั้นทำการคำนวณปริมาณโคบอลต์ที่ จะต้องใช้เคลือบบนตัวรองรับเส้นใยที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 ตามลำดับ
2. นำเส้นใยไปแช่ลงในสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 2 M ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เป็นเวลา 10 นาที เพื่อปรับปรุงผิวหน้าของตัวรองรับ จากนั้นล้างด้วยน้ำ กัดแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสจนแห้ง
3. ชั่งสารละลายโคบอลต์ในเตรตตามที่คำนวณ แล้วนำมาละลายน้ำ 10 มิลลิลิตรและ เติม กลีเซอรอล 2 มิลลิลิตร เพื่อช่วยให้ตัวรองรับยึดจับกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดี
4. นำสารละลายที่ได้มาทาเคลือบลงบนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา จากนั้นอบให้แห้งที่ อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส แล้วทำขั้นตอนนี้ซ้ำจนสารละลายโคบอลต์ในเตรต หมด
5. นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
6. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. เก็บตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาในโถดูดความชื้น

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเส้นใย (Catalyst characterization)

3.3.4.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย จะใช้เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) รุ่น JOEL model JSM-6480LV สำหรับการตรวจสอบปริมาณโคบอลต์ที่ถูกเคลือบบนเส้นใยซิลิกาถูกตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM/EDS

3.3.4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM)

การตรวจสอบการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาไฟเบอร์ โดยใช้เครื่อง Transmission electron microscopy (TEM) รุ่น T20

3.3.4.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว (BET surface area)

BET surface area และการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption) ที่อุณหภูมิ 60 เคลวิน ถูกใช้เพื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวซิลิกา ด้วยเครื่อง BET รุ่น Micromeritics ASAP 2020

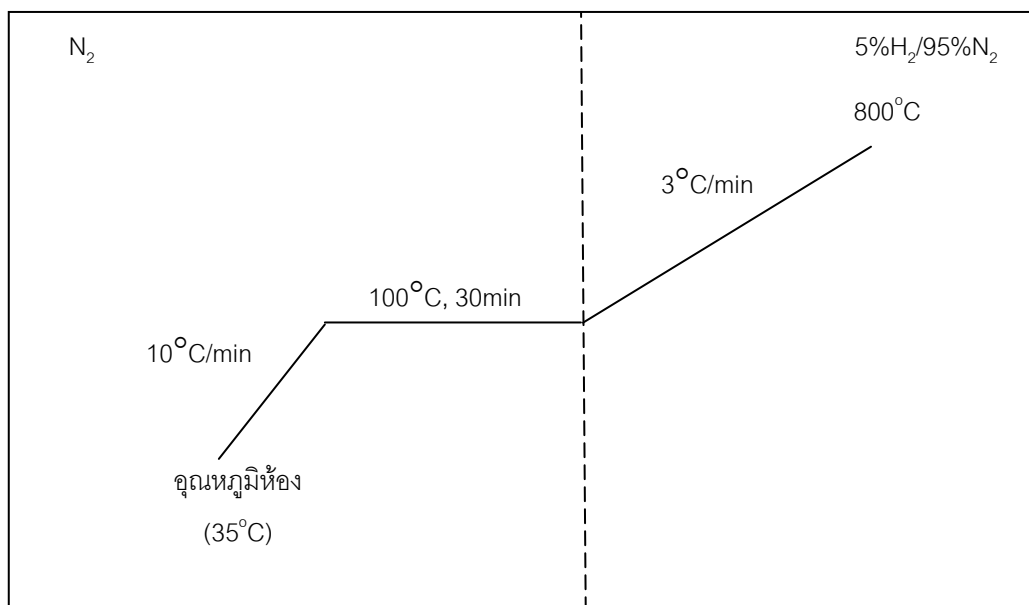
3.3.4.4 การเกิดรีดักชันตามอุณหภูมิ (Temperature Programmed Reduction, TPR)

TPR ใช้สำหรับหาพฤติกรรมการรีดิวซ์ (reduction) และความสามารถในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัมในการตรวจสอบ ช่วงอุณหภูมิการทดสอบแบ่งเป็นสองช่วง ช่วงที่หนึ่งจาก 35 ถึง 100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการคงที่ไว้เป็นเวลา 30 นาที พร้อมทั้งเปิดแก๊สไนโตรเจนเพื่อกำจัดความชื้นและสิ่งปนเปื้อน ช่วงที่สองจาก 100 ถึง 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 3 องศาเซลเซียส/นาที แก๊สที่ใช้ในการรีดิวซ์คือแก๊สไฮโดรเจนร้อยละ 5 ในแก๊สไนโตรเจน มีอัตราการไหล 30 มิลลิลิตร/นาที ซึ่งแสดงดังภาพที่ 3.2

ดังนี้

การคำนวณค่าร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์สามารถคำนวณได้

$$\text{ค่าร้อยละการรีดิวซ์ (\%)} = \frac{\text{โมลของไฮโดรเจนที่ใช้ (จากการวัด)}}{\text{โมลของไฮโดรเจนที่ใช้ (จากการคำนวณ)}} \times 100$$

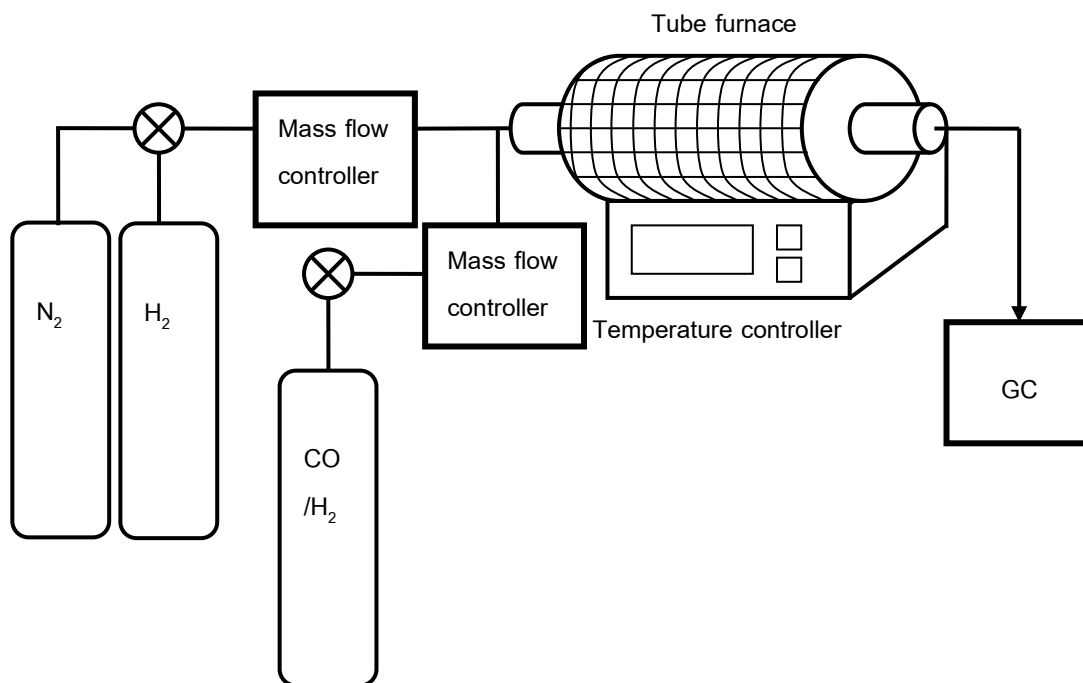


ภาพที่ 3.2 แผนภาพแสดงโปรแกรมอุณหภูมิการรีดิวซ์

3.3.4.5 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

XRD แสดงการหาวัฏภาคผลึกของเส้นใยซิลิกา และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน ซึ่งการตรวจสอบใช้เครื่องมือรุ่น Bruker AXS model D8 Advance ใช้รังสี $\text{Cu-K}\alpha$ ซึ่งมีความยาวคลื่น 1.5406 อังสตรอม สเปกตรัมที่ 2θ ในช่วง 10 ถึง 80 องศา

3.4 วิธีการทดสอบปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์



ภาพที่ 3.3 แผนภาพแสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในระบบการฟิสเซอร์-ทรอปซ์

การทดลอง

1. บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับเส้นใย 0.2 กรัมลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งโดยบรรจุให้อยู่ตรงกลางของเครื่องปฏิกรณ์
2. ตั้งค่าเครื่องกำเนิดความร้อนให้มีอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สำหรับรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแก๊สไฮโดรเจน WHSV (weight hourly space velocity) 150 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้ความดันบรรยากาศ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. หลังจากนั้นไล่แก๊สไฮโดรเจนด้วยแก๊สไนโตรเจน WHSV 100 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 10 นาที
4. ตั้งค่าเครื่องกำเนิดความร้อนสำหรับการทดสอบปฏิกิริยา (ทดสอบที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส)
5. ป้อนแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ในอัตราส่วน 2:1 WHSV 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา
6. หลังจาก 10 นาทีแก๊สผลิตภัณฑ์จะถูกตรวจวัดแบบต่อเนื่องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ซึ่งมีภาวะดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

แก๊สพา	แก๊สฮีเลียม 99.999%
ชนิดคอลัมน์	Unibead C
อุณหภูมิการฉีด	120 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิกอลัมน์	โปรแกรมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 4 นาที 180 องศาเซลเซียส (20 องศาเซลเซียส/นาที) 180 องศาเซลเซียส 6 นาที
อุณหภูมิระบบตรวจวัด	180 องศาเซลเซียส
ระบบตรวจวัด	ระบบวัดสภาพนำความร้อน (TCD)

3.5 ตัวแปรที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์

1. ชนิดตัวรองรับ (แบบเส้นใย และแบบมีรูพรุน)
2. รั้อยละโดยน้ำหนักของโคบอลต์ที่ถูกเคลือบบนเส้นใย (รั้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก)

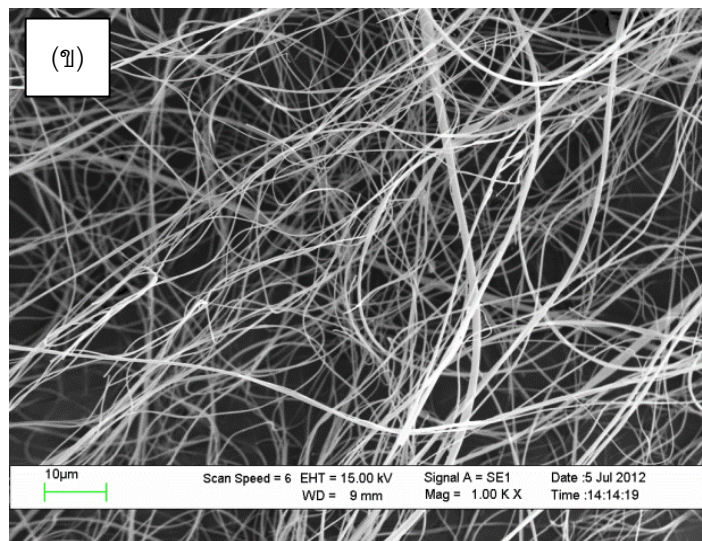
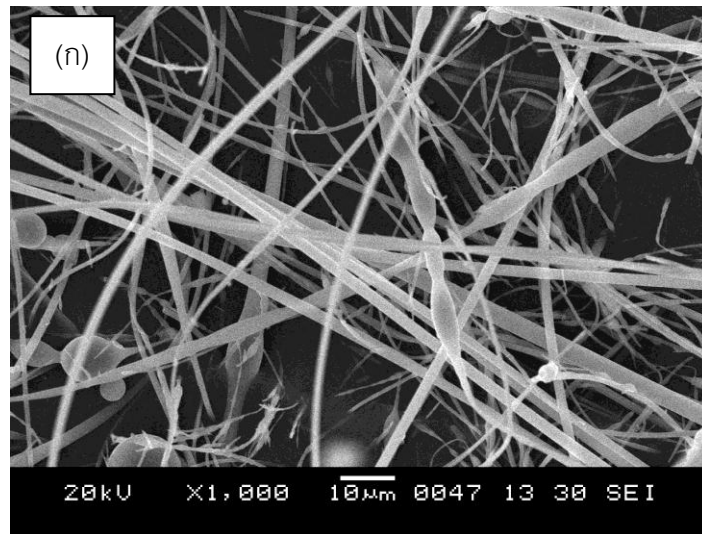
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

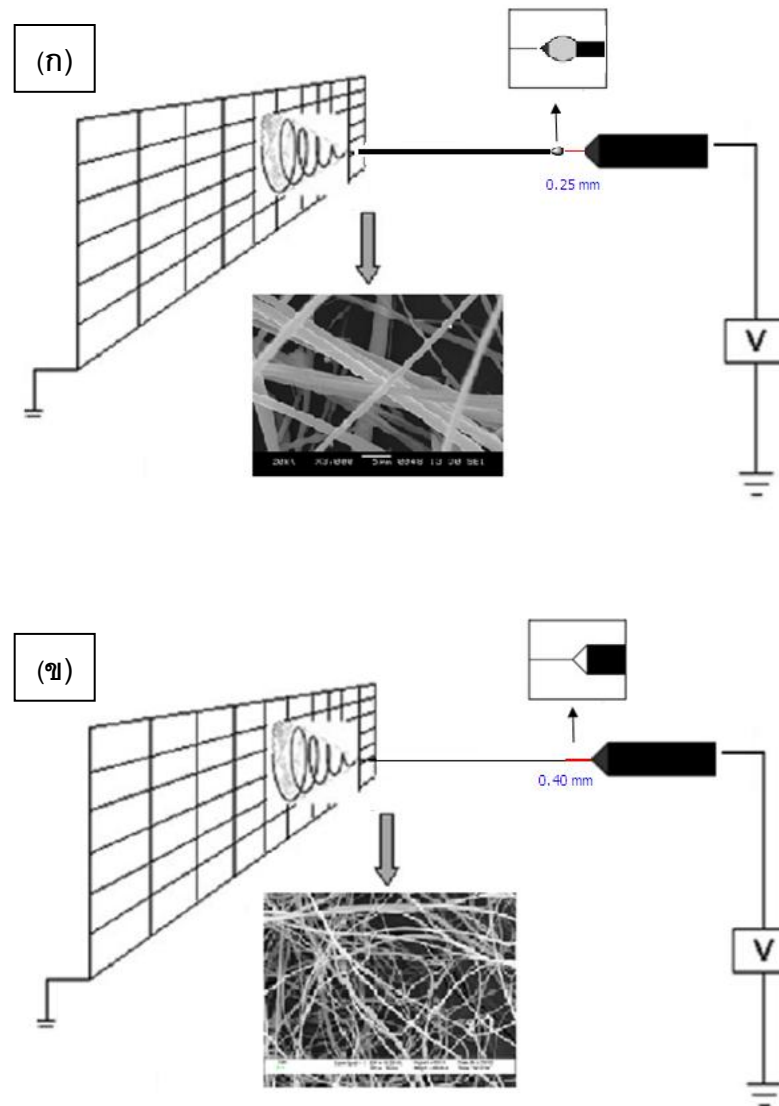
4.1. การศึกษาสมบัติของเส้นใยซิลิกา-อะลูมินา

4.1.1 การศึกษาผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย

รูปที่ 4.1 แสดงภาพ SEM ของเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ($\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$) เตรียมจากขนาดหัวเข็ม 0.25 และ 0.40 มิลลิเมตร ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ (Tip-to-collector distance, TCD) 15 เซนติเมตร และค่าความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ จากการศึกษาพบว่าเส้นใยทั้งสองมีลักษณะแตกต่างกัน โดยรูปที่ 4.1(ก) แสดงเส้นใยที่เตรียมได้จากขนาดหัวเข็ม 0.25 มิลลิเมตร พบว่าขนาดของเส้นใยมีขนาดไม่สม่ำเสมอ มีขนาดเล็กและใหญ่ปะปนกัน รวมทั้งมีปัด (Bead) เกิดขึ้น ในขณะที่รูป 4.1 (ข) แสดงเส้นใยที่เตรียมได้จากขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร พบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กและค่อนข้างสม่ำเสมอ โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังตารางที่ 4.1 และพบว่าขนาดหัวเข็ม 0.25 มิลลิเมตร ให้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 1368 นาโนเมตร และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร ให้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 430 นาโนเมตร นอกจากนี้ในการเตรียมเส้นใยพบว่าเมื่อใช้ขนาดหัวเข็ม 0.25 มิลลิเมตร สามารถเตรียมเส้นใยได้ร้อยละผลผลิตเท่ากับ 52 โดยน้ำหนัก และขนาดหัวเข็มเท่ากับ 0.40 มิลลิเมตร สามารถเตรียมเส้นใยได้ร้อยละผลผลิตเท่ากับ 82 จากการทดลองจะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มขนาดหัวเข็มทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยลดลง เนื่องจากขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มที่เล็กเกินไปทำให้หยดของสารละลายไม่สามารถไหลออกที่ปลายเข็มได้สะดวก ส่งผลให้สารละลายเกาะเป็นกลุ่มหยดอยู่ที่ปลายเข็มจึงเกิดการอุดตันภายในเข็มง่ายจึงทำให้ได้เส้นใยขนาดใหญ่ แสดงดังรูปที่ 4.2 ซึ่งเป็นแบบจำลองลักษณะหยดของสารละลายบริเวณปลายหัวเข็มขนาด 0.25 และ 0.40 มิลลิเมตร หัวเข็มที่มีขนาดเล็กเกินไปส่งผลให้หยดของสารละลายเคลื่อนที่ออกจากปลายเข็มได้ยากทำให้หยดของสารละลายรวมตัวกันเป็นกลุ่มหยดขนาดใหญ่ และมีความหนืดไม่เหมาะสมต่อการขึ้นรูปเป็นเส้นใย เป็นสาเหตุทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดใหญ่และเตรียมได้ในปริมาณน้อย [24]

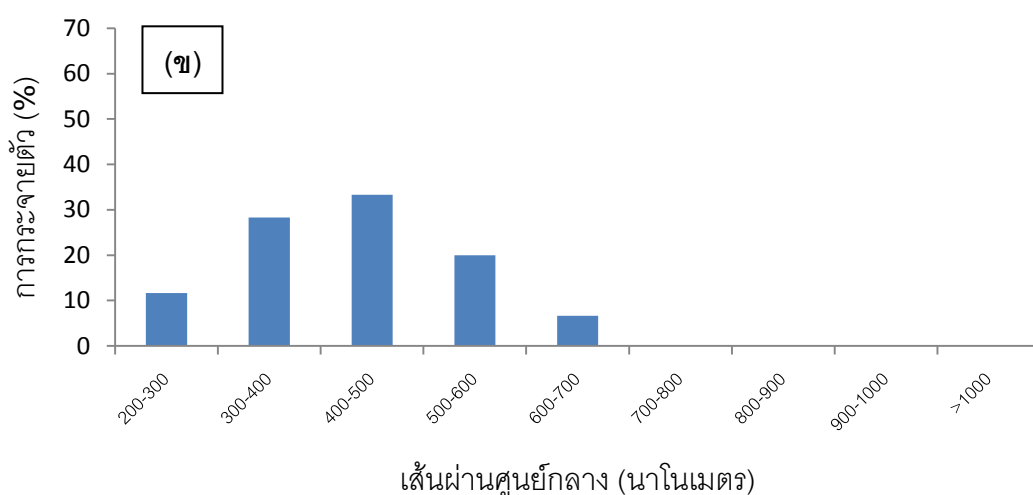
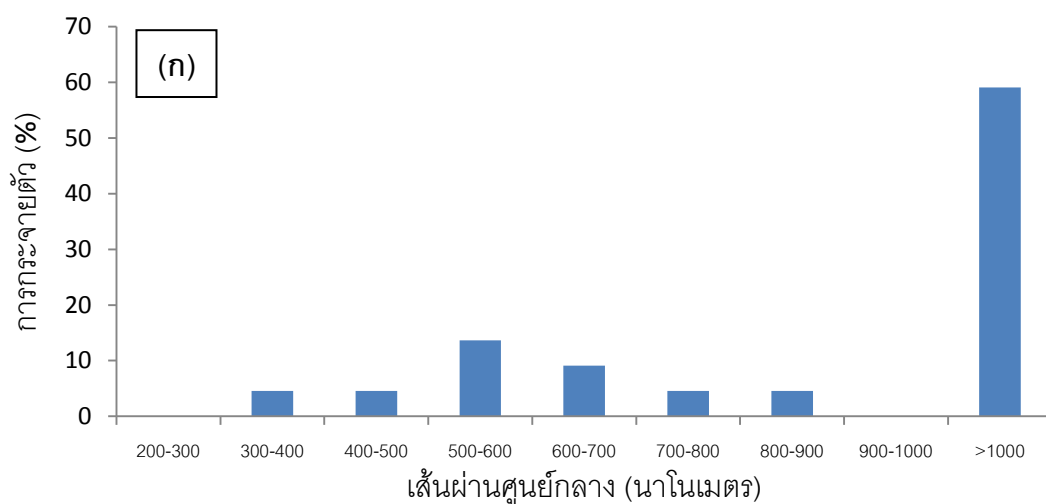


รูปที่ 4.1 ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ขนาดหัวเข็มที่แตกต่างกัน (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร



รูปที่ 4.2 แบบจำลองลักษณะหยดของสารละลายที่ปลายหัวเข็มขนาด (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร

สำหรับการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยสามารถหาได้จากการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม SEMAfore โดยรูปที่ 4.3 แสดงการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ เตรียมจากขนาดหัวเข็ม 0.25 และ 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร พบว่าขนาดหัวเข็ม 0.25 มิลลิเมตร มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยไม่สม่ำเสมอและมากสุดในช่วงมากกว่า 1000 นาโนเมตร ในขณะที่ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ มีรูปภาพเป็นการกระจายตัวแบบปกติและมีการกระจายตัวมากสุดในช่วง 400-500 นาโนเมตร ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าขนาดหัวเข็ม 0.4 มิลลิเมตร เป็นขนาดที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$



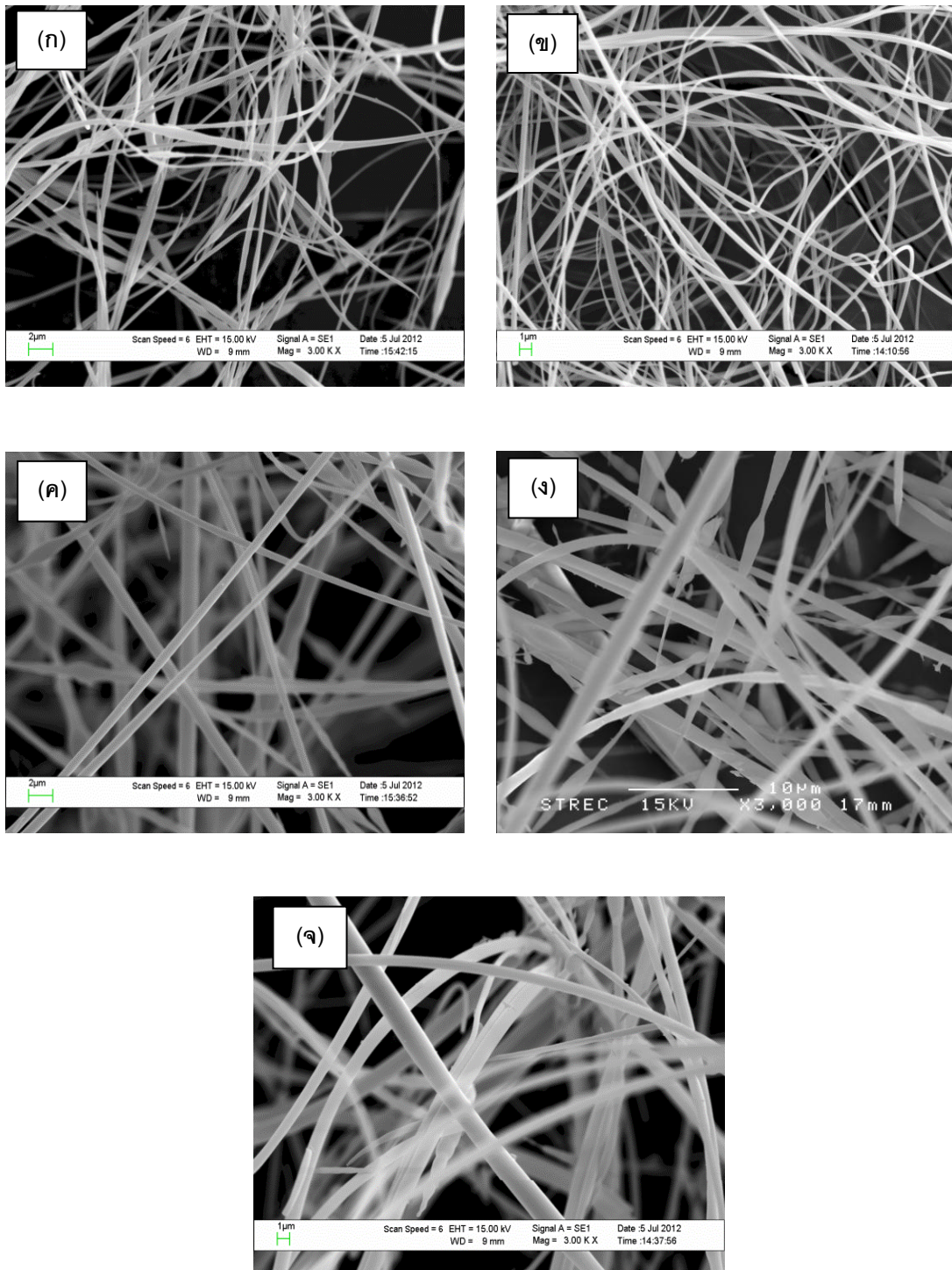
รูปที่ 4.3 การกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ขนาดหัวเข็มแตกต่างกัน (ก) 0.25 มิลลิเมตร และ (ข) 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร

4.1.2 การศึกษาผลของร้อยละของอะลูมินาที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย

รูปที่ 4.4 แสดงภาพ SEM ของเส้นใยซิลิกาที่มีปริมาณอะลูมินาร้อยละ 1, 2, 3, 4 และ 5 โดยน้ำหนัก เตรียมจากขนาดเข็ม 0.40 มิลลิเมตร, TCD 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ จากการศึกษาลักษณะของเส้นใย พบว่า เส้นใยมีลักษณะแตกต่างกันเมื่อมีปริมาณอะลูมินาแตกต่างกัน โดยรูปที่ 4.4 (ก) และ (ข) เส้นใย $\text{SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$ และ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงเส้นใยที่มีขนาดเล็ก มีความต่อเนื่องและสม่ำเสมอ ในขณะที่เส้นใย $\text{SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$, $\text{SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ $\text{SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังรูปที่ 4.4 (ค), (ง) และ (จ) ขนาดของเส้นใยไม่สม่ำเสมอ ทั้งที่มีขนาดใหญ่และขนาดเล็ก และเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$ และ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ พบว่าเส้นใยมีขนาดใหญ่กว่าอย่างเห็นได้ชัด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยแสดงดังตารางที่ 4.1 จากตารางพบว่า เส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยในช่วง 420-680 นาโนเมตร โดยเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กสุดเท่ากับ 420 นาโนเมตร และเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยใหญ่สุดเท่ากับ 618 นาโนเมตร จากการเปรียบเทียบผลของอะลูมินาที่มีต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยซิลิกา พบว่าร้อยละอะลูมินาส่งผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย เมื่อเพิ่มปริมาณของอะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากปริมาณของอะลูมินามีผลต่อความหนืดของสารละลาย จากการสังเกตการทดลองพบว่าการเพิ่มอะลูมินาจะทำให้สารละลายเปลี่ยนเป็นจากโซลเป็นเจลได้เร็วขึ้น จากทฤษฎีความเข้มข้นของสารละลายมีผลต่อความหนืดและแรงตึงผิวของสารละลายโซล-เจล ถ้าสารละลายมีความเข้มข้นต่ำเกินไป โมเลกุลตัวทำละลายมีแนวโน้มรวมตัวภายใต้การกระทำของแรงตึงผิว แต่ถ้าสารละลายมีความเข้มข้นสูงเกินไป สารละลายจะมีความหนืดสูงทำให้ไม่สามารถยืดตัวออกเป็นเส้นใยได้ ทำให้ขึ้นรูปได้เส้นใยที่มีขนาดไม่สม่ำเสมอและมีขนาดใหญ่ นอกจากนี้โดยทั่วไปในกระบวนการเปลี่ยนจากโซลเป็นเจลใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และในกรณีนี้อะลูมินาเตรียมจากอะลิเนียมไนเตรดซึ่งมีสมบัติเป็นกรดอ่อน จึงทำให้สามารถเร่งระยะเวลาการเปลี่ยนโซลไปเป็นเจลได้เร็วส่งผลให้สารละลายมีเวลาในการจัดตัวหรือเชื่อมต่อการเป็นพอลิเมอร์ของเส้นใยลดลง [25,29]

ตารางที่ 4.1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ขนาดเข็มแตกต่างกัน 0.25 มิลลิเมตร และ 0.40 มิลลิเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และ TCD 15 เซนติเมตร

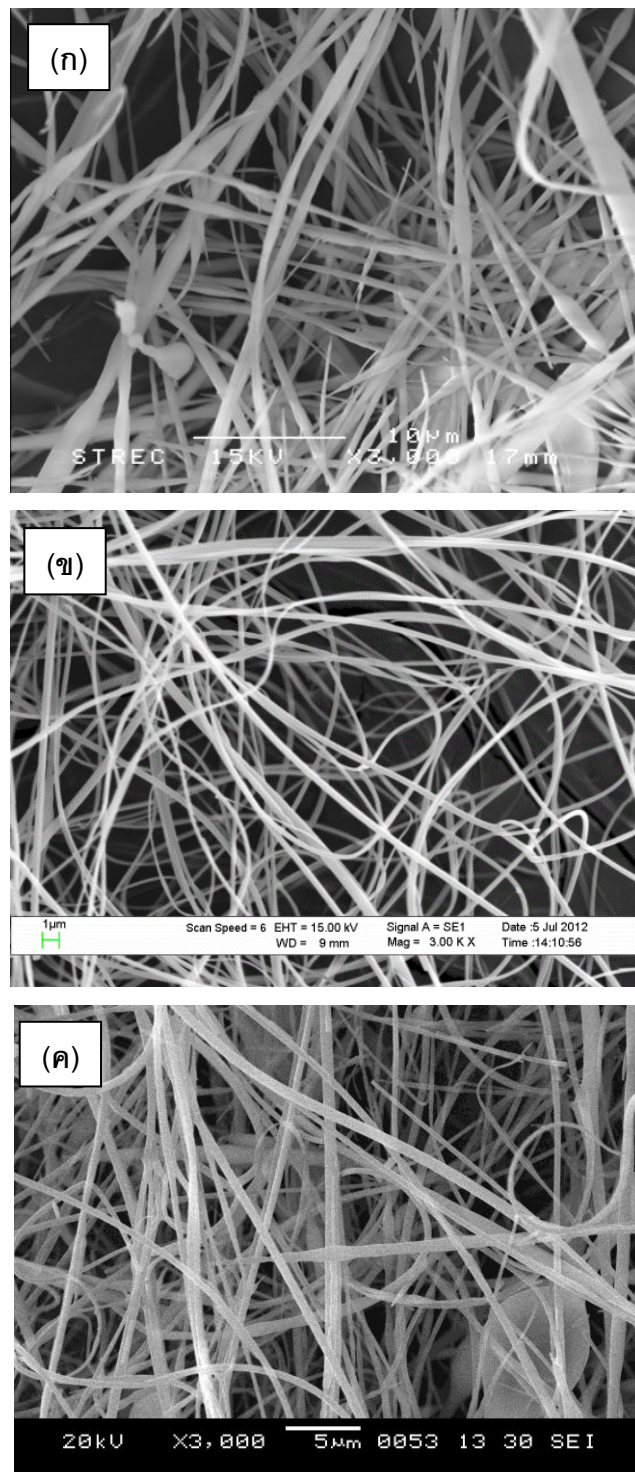
ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ขนาดหัวเข็ม (มิลลิเมตร)	TCD (เซนติเมตร)	ความต่าง ศักย์ (กิโลโวลต์)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (นาโนเมตร)
1	0.25	15	15	1448
	0.4	15	15	420
2	0.25	15	15	1043
	0.4	15	15	430
3	0.25	15	15	1589
	0.4	15	15	591
4	0.25	15	15	1945
	0.4	15	15	598
5	0.25	15	15	1961
	0.4	15	15	618



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย (ก) SiO₂-1Al₂O₃, (ข) SiO₂-2Al₂O₃, (ค) SiO₂-3Al₂O₃, (ง) SiO₂-4Al₂O₃ และ (จ) SiO₂-5Al₂O₃ ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตรและ TCD 15 เซนติเมตร

4.1.3 การศึกษาผลของความต่างศักย์ที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย

รูปที่ 4.5 ภาพ SEM แสดงลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ที่ความต่างศักย์แตกต่างกัน คือ 10, 15 และ 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร และ TCD 15 เซนติเมตร จากการศึกษาพบว่า ลักษณะของเส้นใยทั้งสามมีลักษณะแตกต่างกัน โดยรูปที่ 4.5 (ก) และ (ค) เส้นใยที่เตรียมได้จากความต่างศักย์เท่ากับ 10 และ 20 กิโลโวลต์ พบว่าเส้นใยมีขนาดไม่สม่ำเสมอ มีขนาดเล็กและขนาดใหญ่ปะปนกัน รวมทั้งมีบิดเกิดขึ้น ในขณะที่รูปที่ 4.5 (ข) เส้นใยที่เตรียมจากความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ แสดงเส้นใยที่มีขนาดเล็กและมีขนาดสม่ำเสมอ สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังตารางที่ 4.2 พบว่า ความต่างศักย์ 10 กิโลโวลต์ ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเท่ากับ 467 นาโนเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเท่ากับ 430 นาโนเมตร และความต่างศักย์เท่ากับ 20 กิโลโวลต์ ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเท่ากับ 457 นาโนเมตร จากการเปรียบเทียบพบว่าเส้นใยที่เตรียมจากความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใย ที่ความต่างศักย์ 10 และ 20 กิโลโวลต์ เนื่องจากว่าการเพิ่มความต่างศักย์ จะเพิ่มประจุในหยดสารละลาย เป็นสาเหตุให้ลำของเหลวมีความหนาแน่นประจุมากขึ้นจึงทำให้มีความเร่งมากขึ้น และปริมาณของสารละลายจะถูกดึงจากปลายเข็มมากขึ้น ส่งผลให้เส้นใยมีขนาดเล็กลงและมีความเสถียร แต่ความต่างศักย์ที่สูงเกินไปจะทำให้ลำของเหลวมีความเร่งมากขึ้น และปริมาณของสารละลายที่ถูกดึงออกจากปลายเข็มจึงมีปริมาณเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน สิ่งนี้อาจเป็นผลให้หยดของสารละลายรูปร่างทรงกรวย (Taylor Cone) มีความเสถียรน้อยลงเป็นผลให้ความหนาแน่นของเม็ดบิดเพิ่มขึ้น จนกระทั่งเม็ดบิดรวมตัวกันจนเกิดเส้นใยที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางหนาขึ้น



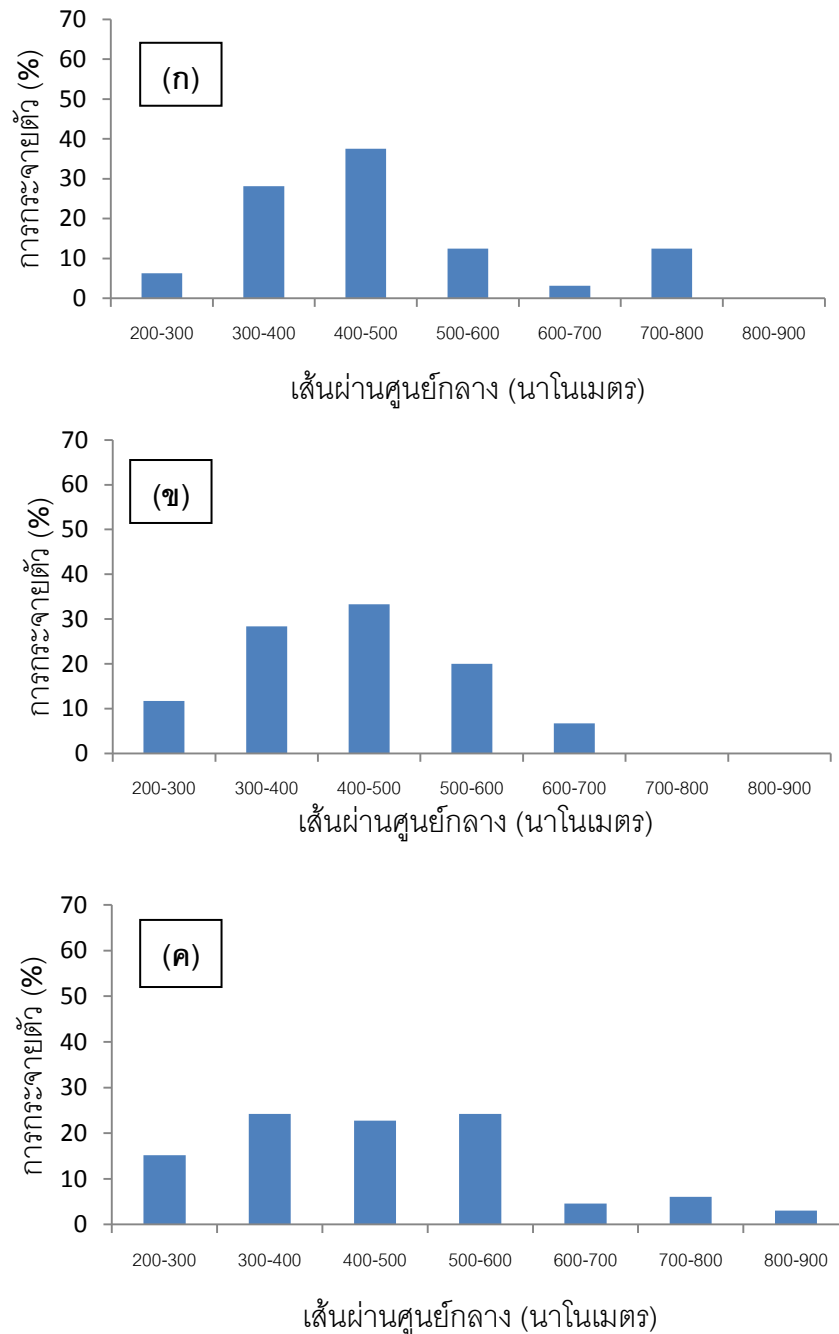
รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน (ก) 10 กิโลโวลต์, (ข) 15 กิโลโวลต์ และ (ค) 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตรและ TCD 15 เซนติเมตร

ตารางที่ 4.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ค่าความต่างศักย์แตกต่างความต่างศักย์ 10, 15 และ 20 กิโลโวลต์ ขนาดเข็ม 0.40 มิลลิเมตรและ TCD 15 เซนติเมตร

ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ขนาดหัวเข็ม (มิลลิเมตร)	TCD (เซนติเมตร)	ความต่างศักย์ (กิโลโวลต์)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (นาโนเมตร)
1	0.4	15	10	630
	0.4	15	15	420
	0.4	15	20	357
2	0.4	15	10	467
	0.4	15	15	430
	0.4	15	20	453
3	0.4	15	10	758
	0.4	15	15	591
	0.4	15	20	681
4	0.4	15	10	715
	0.4	15	15	598
	0.4	15	20	618
5	0.4	15	10	705
	0.4	15	15	618
	0.4	15	20	690

เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน คือ 10, 15 และ 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร และ TCD 15 เซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่าความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ มีรูปกราฟเป็นการกระจายตัวแบบปกติและมีการกระจายตัวมากที่สุดในช่วง 400-500 นาโนเมตร สำหรับความต่างศักย์ 10 กิโลโวลต์ มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยไม่สม่ำเสมอ โดยเฉพาะในช่วง 600-800 นาโนเมตร เนื่องจากความต่างศักย์น้อย ส่งผลให้ลำของเหลวมีความเร่งน้อยและสารละลายถูกดึงจากปลายเข็มได้น้อย ทำให้มีปัดเกิดขึ้น และที่ความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์ มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่าน

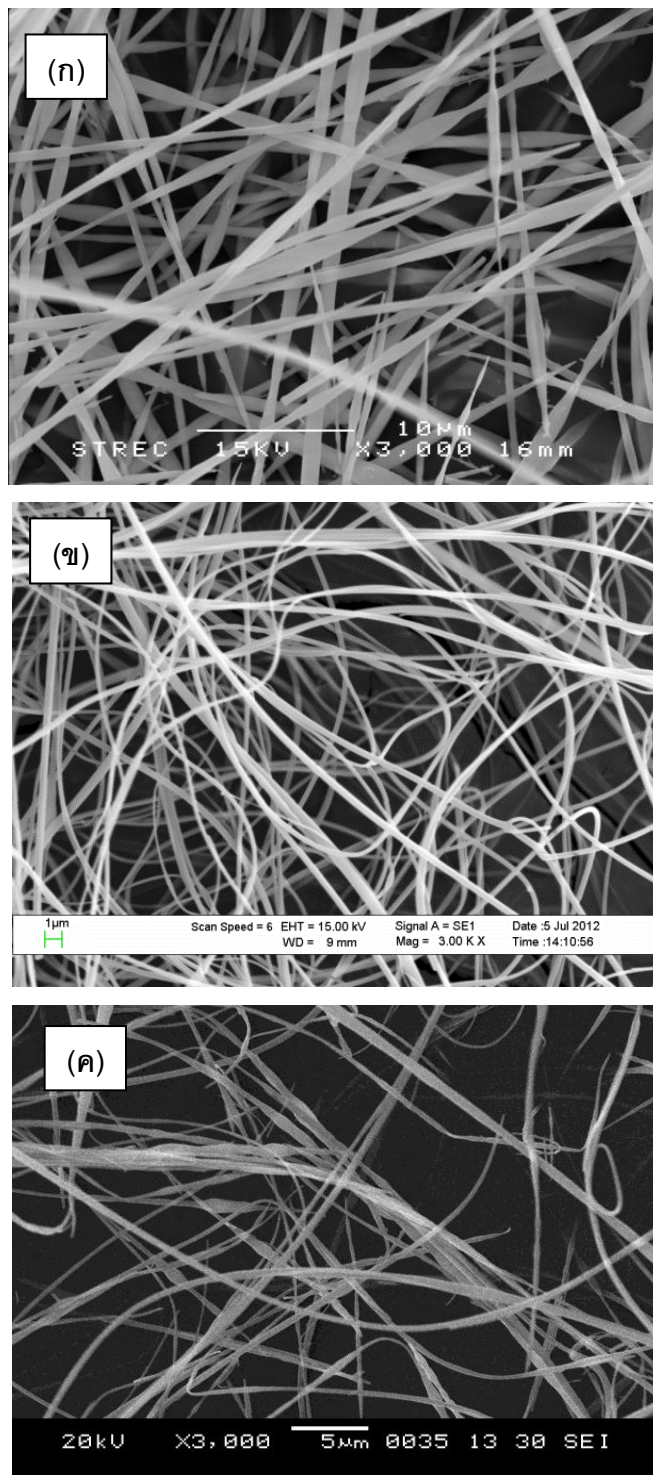
ศูนย์กลางเส้นใย 2 ช่วง คือช่วง 300-600 นาโนเมตร และช่วง 700-800 นาโนเมตร ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ เป็นความต่างศักย์ที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 4.6 การกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน (ก) 10 กิโลโวลต์, (ข) 15 กิโลโวลต์ (ค) 20 กิโลโวลต์ ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร และ TCD 15 เซนติเมตร

4.1.4 การศึกษาผลของระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย

รูปที่ 4.7 ภาพ SEM แสดงลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD แตกต่างกัน คือ 10 เซนติเมตร, 15 เซนติเมตร และ 20 เซนติเมตร ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร และความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ จากการศึกษาพบว่าลักษณะของเส้นใยทั้งสามมีลักษณะที่แตกต่างกัน โดยเส้นใยที่เตรียมได้จาก TCD 10 เซนติเมตร และ TCD 20 เซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 4.7 (ก) และ (ค) พบว่าขนาดของเส้นใยมีขนาดไม่สม่ำเสมอ รูปที่ 4.7 (ข) เส้นใยที่เตรียมได้จาก TCD 15 เซนติเมตร พบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กและมีขนาดสม่ำเสมอ สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยแสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่า TCD 10 เซนติเมตร ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยเท่ากับ 660 นาโนเมตร TCD 15 เซนติเมตร ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยเท่ากับ 430 นาโนเมตร และ TCD 20 เซนติเมตร ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 452 นาโนเมตร จากการศึกษาพบว่าเมื่อลด TCD จาก 15 เซนติเมตร เป็น 10 เซนติเมตร ทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากการลด TCD จะทำให้ลำของเหลวมีระยะการเดินทางสั้นลงก่อนที่จะถึงแผ่นรองรับ นอกจากนี้ความแรงของสนามไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นพร้อมกันด้วย ส่งผลให้ความแรงของลำของเหลวที่ไปตกลงบนแผ่นรองรับเพิ่มขึ้น ดังนั้นเวลาในการระเหยตัวทำละลายอาจมีไม่มากพอเมื่อเส้นใยตกลงบนแผ่นรองรับ ถ้าระยะทางน้อยเกินไปจะเหลือตัวทำละลายมากเกินไปพอ อาจเป็นสาเหตุให้เส้นใยรวมตัวกัน แล้วเกิดเชื่อมระหว่างเส้นใย เกิดพันธะระหว่างเส้นใยและภายในเส้นใย และเมื่อเพิ่ม TCD จาก 15 เป็น 20 เซนติเมตร พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น ในกรณีนี้เกิดจากระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับมีระยะมากเกินไป ในขณะที่แรงส่งทางไฟฟ้าหรือความต่างศักย์มีค่าเท่าเดิมแต่ระยะทางกลับเพิ่มขึ้น ทำให้ความแรงที่จะส่งให้สารละลายยึดตัวออกมีน้อย จึงส่งผลให้สารละลายไม่สามารถยึดตัวของเหลวได้เต็มที่ หรือลำของเหลวที่ยึดออกไม่สามารถตกลงบนฉากรับได้ และมีการศึกษามาแล้วว่า TCD และความต่างศักย์เป็นปัจจัยที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย ซึ่งทั้งสองปัจจัยนี้มีความสอดคล้องกัน ดังนั้นเมื่อเพิ่ม TCD ควรเพิ่มความต่างศักย์ด้วย เพื่อทำให้เกิดภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการอิเล็กโตรสปินนิง [26]



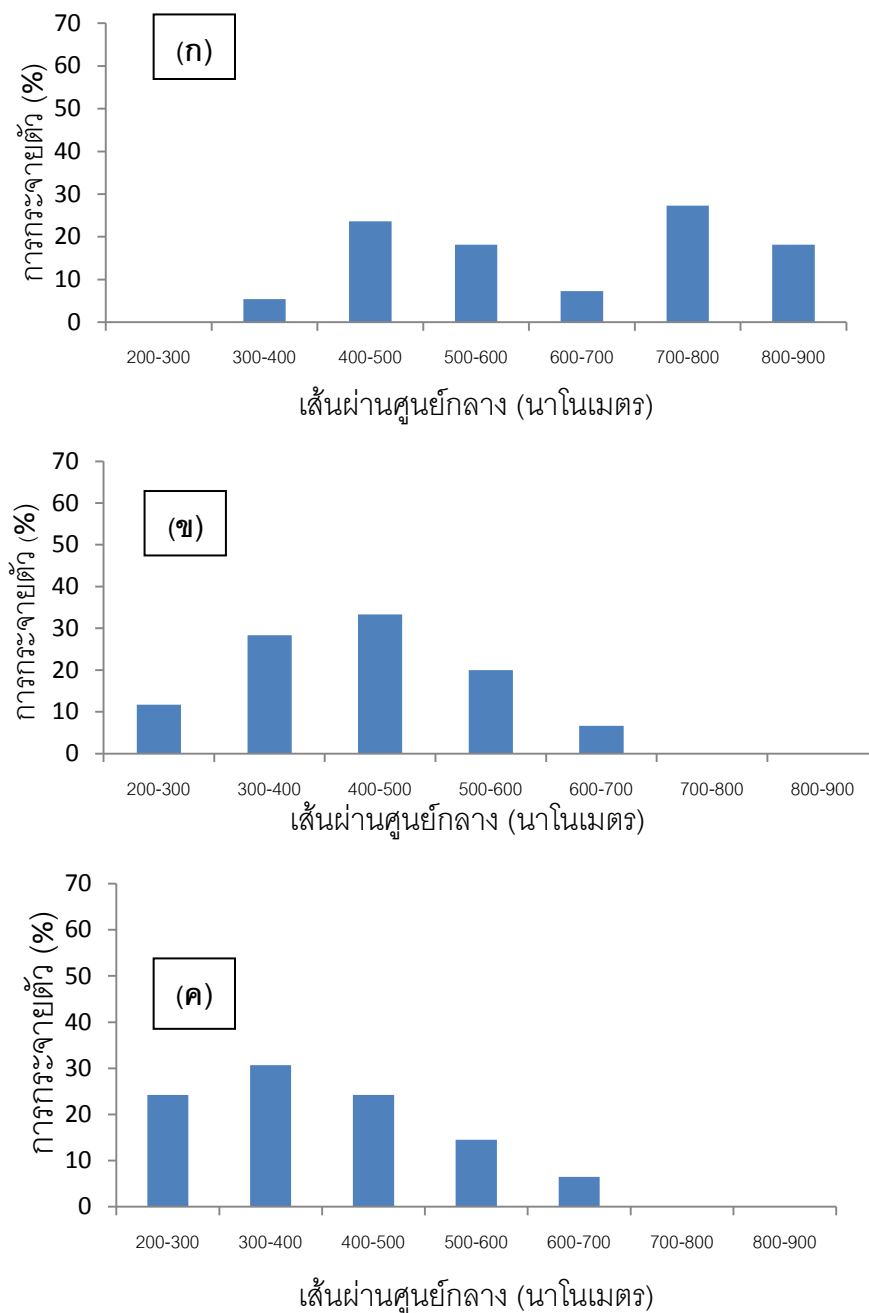
รูปที่ 4.7 ภาพ SEM ลักษณะเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD แตกต่างกัน (ก) 10 เซนติเมตร, (ข) 15 เซนติเมตร และ (ค) 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร

ตารางที่ 4.3 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD แตกต่างกัน คือ 10 เซนติเมตร, 15 เซนติเมตร และ 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร

ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ขนาดหัวเข็ม (มิลลิเมตร)	TCD (เซนติเมตร)	ความต่างศักย์ (กิโลโวลต์)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (นาโนเมตร)
1	0.4	10	15	605
	0.4	15	15	420
	0.4	20	15	417
2	0.4	10	15	660
	0.4	15	15	444
	0.4	20	15	452
3	0.4	10	15	671
	0.4	15	15	591
	0.4	20	15	676
4	0.4	10	15	713
	0.4	15	15	598
	0.4	20	15	800
5	0.4	10	15	720
	0.4	15	15	618
	0.4	20	15	750

เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD แตกต่างกัน 10 เซนติเมตร, 15 เซนติเมตร และ 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 เซนติเมตร และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่า TCD 15 เซนติเมตร มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ มีรูปกราฟเป็นการกระจายตัวแบบปกติและมีการกระจายตัวมากที่สุดในช่วง 400-500 นาโนเมตร สำหรับ TCD 10 เซนติเมตร มีการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางไม่สม่ำเสมอและมากสุดในช่วง 700-800 นาโนเมตร เนื่องจากลำของเหลวมีระยะการเดินทางสั้นเกินทำให้ระยะเวลาในการระเหยตัวทำละลายมีไม่เพียงพอ จึงทำให้ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดใหญ่และ TCD 20 เซนติเมตร มีการกระจายตัวของขนาด

เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยกว้างและค่อนข้างสม่ำเสมอ เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยมากที่สุดในช่วง 300-400 นาโนเมตร จากการศึกษาพบว่าการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยมีขนาดสม่ำเสมอเมื่อใช้ TCD 15 และ 20 เซนติเมตร แต่ TCD 15 เซนติเมตร ให้กราฟการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยเป็นแบบปกติ ดังนั้น TCD 15 เซนติเมตร เป็นภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$



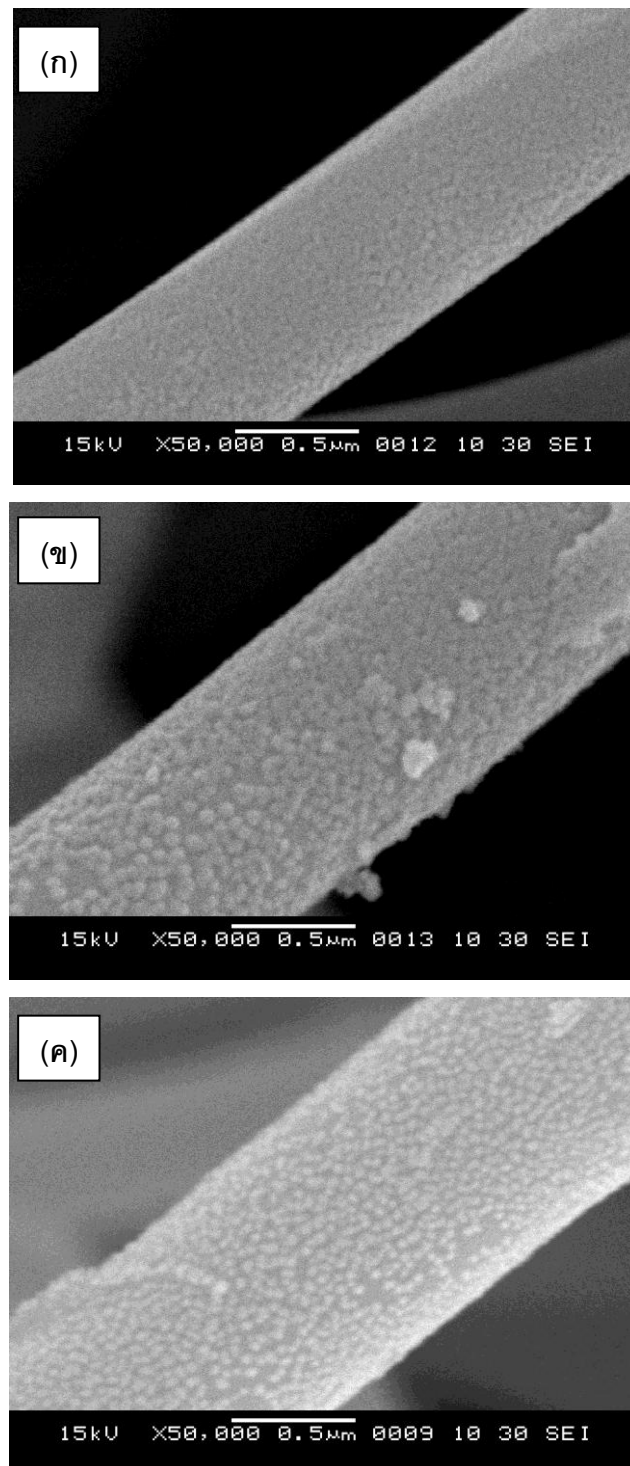
รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ TCD ต่างกัน คือ 10, 15 และ 20 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร

จากผลการศึกษาข้างต้นสามารถสรุปได้ว่า ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ คือที่ขนาดหัวเข็ม 0.40 มิลลิเมตร TCD 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และจะใช้เป็นภาวะมาตรฐานในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ เพื่อนำไปใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์และนำไปใช้ทดสอบประสิทธิภาพในกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ต่อไป

4.2 การศึกษาเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา

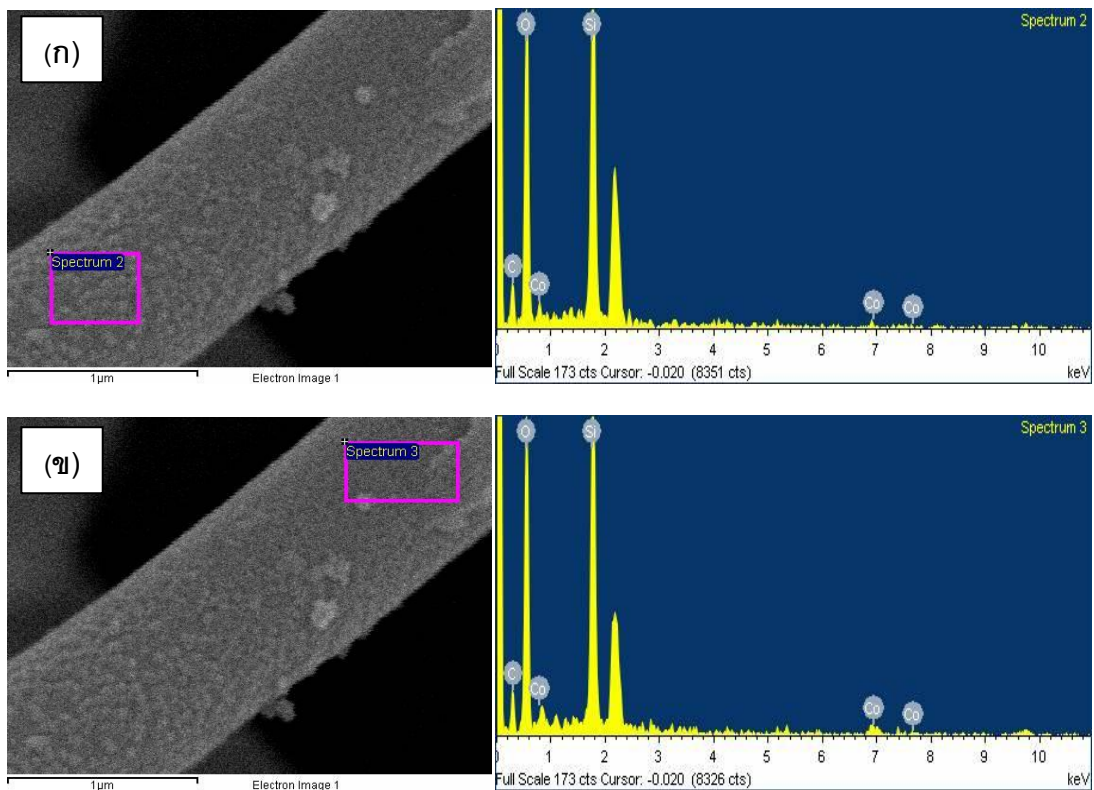
4.2.1 การศึกษาผลของปริมาณโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาด้วยเทคนิค SEM

รูปที่ 4.9 แสดงภาพ SEM กำลังขยาย 50,000 เท่า ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนักของโคบอลต์และถูกเตรียมด้วยวิธีการเคลือบ (impregnation method) เมื่อเติมโคบอลต์ลงบนเส้นใยพบว่ามีกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์บนพื้นผิวของเส้นใย ซึ่งแสดงถึงความขรุขระของเส้นใยอย่างชัดเจน โดยรูปที่ 4.9 (ก) โคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก พบว่ามีกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์บนพื้นผิวของเส้นใย โดยมีขนาดของกลุ่มอนุภาคโคบอลต์ขนาดเล็ก ขนาดใกล้เคียงกันและมีกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบนเส้นใย สำหรับขนาดกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์สามารถหาได้จากการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม SEMAfore มีค่าประมาณ 36.52 นาโนเมตร ที่โคบอลต์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก พบว่ามีกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์บนพื้นผิวของเส้นใยและขนาดกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์ที่ได้จากการวิเคราะห์มีค่าประมาณ 75.00 นาโนเมตร แต่มีความสม่ำเสมอของกลุ่มอนุภาคโคบอลต์น้อยกว่าโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และโคบอลต์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก พบว่ามีกลุ่มอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์กระจายตัวอยู่บนผิวเส้นใยจำนวนมากและมีลักษณะรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน โดยมีขนาดของกลุ่มอนุภาคโคบอลต์ขนาดประมาณ 40 นาโนเมตร จากการเปรียบเทียบพบว่า ขนาดของกลุ่มอนุภาคโคบอลต์ที่ปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวบนผิวของเส้นใยสม่ำเสมอ เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์ขนาดกลุ่มอนุภาคของโคบอลต์บนผิวเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น และการกระจายมีแนวโน้มที่ไม่สม่ำเสมออาจมีสาเหตุมาจากพื้นที่ผิวของเส้นใยน้อย ดังนั้นการเพิ่มปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 15 และ 20 จึงทำให้เกิดการรวมตัวของอนุภาคของโคบอลต์เป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ ทั้งนี้บริเวณที่ไม่ปรากฏอนุภาคของโคบอลต์บนผิวของเส้นใยหรือบริเวณพื้นที่ว่างระหว่างอนุภาคโคบอลต์เป็นบริเวณที่มีโคบอลต์เคลือบอยู่บนผิวของเส้นใย ซึ่งจะไม่สามารถพบได้ด้วยเทคนิค SEM แต่สามารถพบได้จากเทคนิค SEM/EDS และ TEM



รูปที่ 4.9 ภาพ SEM ลักษณะเส้นใยซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยร้อยละโดยน้ำหนักของโคบอลต์แตกต่างกัน (ก) ร้อยละ 10 (ข) 15 และ (ค) 20 โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.10 แสดงภาพ SEM/EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก บนเส้นใยซิลิกา รูปที่ 4.10 (ก) ตำแหน่งของจุดอยู่บริเวณช่องว่างระหว่างโคบอลต์พบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยธาตุ โคบอลต์, ซิลิกอน และออกซิเจน ซึ่งร้อยละโคบอลต์ที่พบบริเวณดังกล่าวเท่ากับ 2.46 โดยน้ำหนัก และรูปที่ 4.10 (ข) ตำแหน่งของจุดอยู่บริเวณกลุ่มอนุภาคโคบอลต์พบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยธาตุโคบอลต์, ซิลิกอน และออกซิเจน ซึ่งร้อยละโคบอลต์ที่พบบริเวณดังกล่าวเท่ากับ 4.98 โดยน้ำหนัก และผลดังกล่าวยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา และกลุ่มอนุภาคที่เคลือบอยู่บนผิวของเส้นใยซิลิกาทั้งหมด เป็นกลุ่มอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์



รูปที่ 4.10 ภาพ SEM/EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก บนเส้นใยซิลิกา

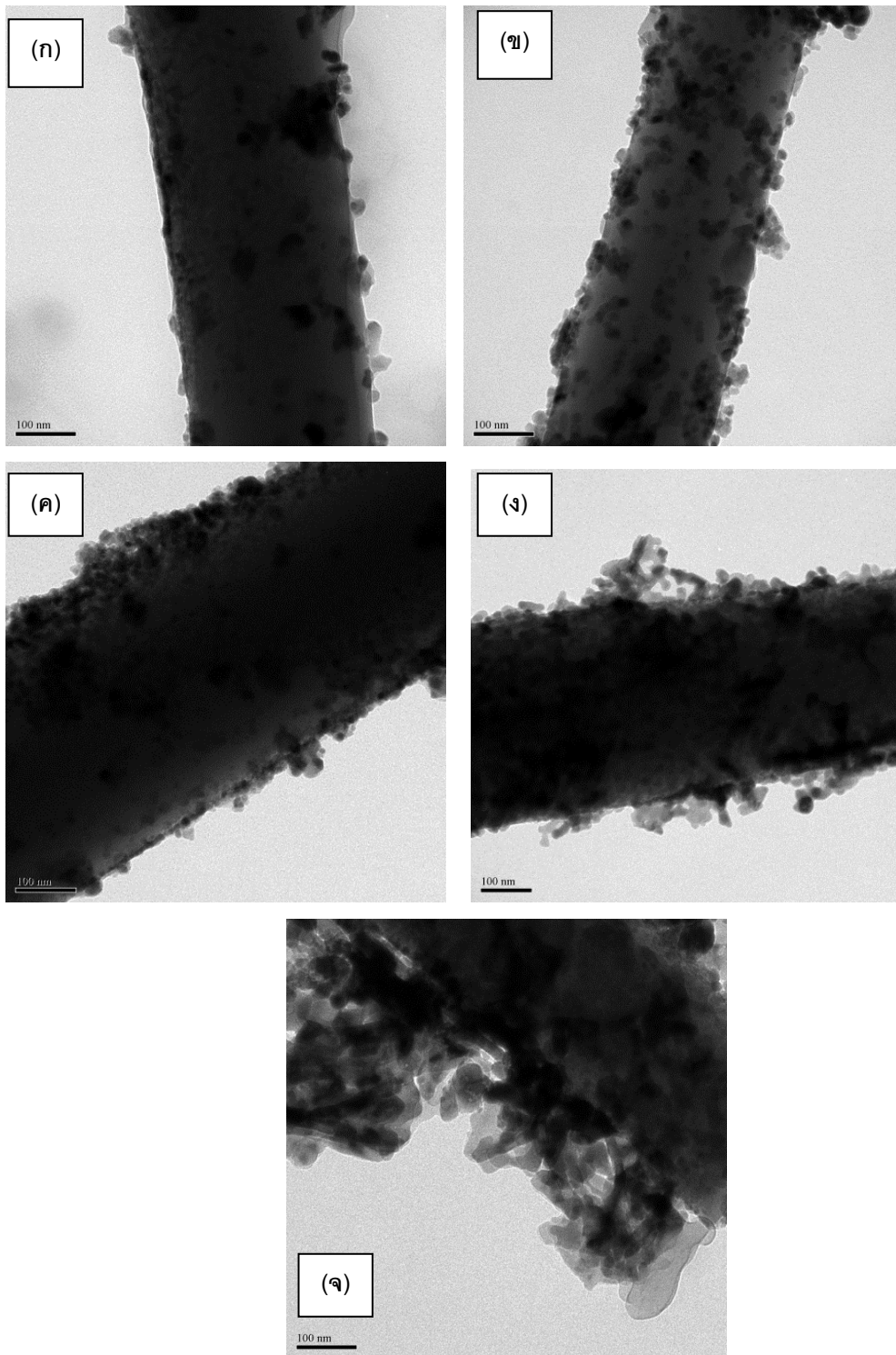
ผลจากการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค SEM/EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ที่ปริมาณของอะลูมินาร้อยละ 1, 2, 3, 4 และ 5 โดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 4.4 จากการวิเคราะห์ตัวปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ จะพบอะลูมินามีค่าระหว่างร้อยละ 0.53 ถึง 1.36 โดยน้ำหนัก เนื่องจากอะลูมินาอาจรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันกับซิลิกาเกิดเป็นองค์ประกอบระหว่าง $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ทำให้บริเวณผิวของเส้นใยมีปริมาณอะลูมินาน้อยลง [18] ดังนั้นปริมาณอะลูมินาที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM/EDS ซึ่งเป็นภาควิเคราะห์ที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าน้อย สำหรับปริมาณโคบอลต์ที่ได้จากการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าปริมาณโคบอลต์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกา และเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ อยู่ในช่วงร้อยละ 7.67 ถึง 11.11 จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่า ตัวรองรับเส้นใยซิลิกา พบร้อยละของโคบอลต์น้อยกว่าตัวรองรับเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ นอกจากนี้ร้อยละของโคบอลต์บนตัวรองรับเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณอะลูมินา เนื่องจากอะลูมินามีคุณสมบัติในการยึดจับโคบอลต์ได้ดีกว่าซิลิกา [2]

ตารางที่ 4.4 ร้อยละโดยน้ำหนักอะลูมินาและโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่ได้จากการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค SEM/EDS

ตัวเร่งปฏิกิริยา	EDS	
	ปริมาณอะลูมินา (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณโคบอลต์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
Co/SiO ₂	0	7.67
Co/SiO ₂ -1Al ₂ O ₃	0.53	9.58
Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	0.85	9.40
Co/SiO ₂ -3Al ₂ O ₃	1.05	9.82
Co/SiO ₂ - 4Al ₂ O ₃	1.21	10.59
Co/SiO ₂ -5Al ₂ O ₃	1.36	11.11

4.2.2 การศึกษาลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค TEM

รูปที่ 4.11 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM เพื่อศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บนเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ที่อะลูมินาร้อยละ 1, 2, 3, 4 และ 5 โดยน้ำหนัก ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Co/SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังรูปที่ 4.11 (ก) พบว่ามีตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนพื้นผิวของเส้นใยในลักษณะของการเคลือบบนผิวของเส้นใย ขนาดของผลึกมีขนาดเล็กและขนาดใหญ่ปะปนกัน รูปที่ 4.11 (ข) ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่เคลือบบนผิวของเส้นใยมีการกระจายตัวสม่ำเสมอและขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์มีขนาดใกล้เคียงกัน รูปที่ 4.11 (ค), (ง) และ (จ) ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Co/SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$, $\text{Co/SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ $\text{Co/SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์เกาะตัวหนาบนเส้นใย ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยามีทั้งผลึกขนาดเล็กและขนาดใหญ่ปะปนกัน จากการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ มีการกระจายตัวสม่ำเสมอและมีขนาดใกล้เคียงกัน เมื่อเพิ่มปริมาณของอะลูมินา โคบอลต์มีแนวโน้มกระจายตัวไม่สม่ำเสมอและเกาะตัวหนาบนเส้นใย เนื่องจากเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่มีพื้นที่ผิวน้อย



รูปที่ 4.11 ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) $\text{Co/SiO}_2 - 1\text{Al}_2\text{O}_3$ (ข) $\text{Co/SiO}_2 - 2\text{Al}_2\text{O}_3$ (ค) $\text{Co/SiO}_2 - 3\text{Al}_2\text{O}_3$ (ง) $\text{Co/SiO}_2 - 4\text{Al}_2\text{O}_3$ และ (จ) $\text{Co/SiO}_2 - 5\text{Al}_2\text{O}_3$

4.2.3 การศึกษาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค BET

ตารางที่ 4.5 แสดงพื้นที่ผิวของตัวรองรับแบบเส้นใย ที่ได้จากการคำนวณ พบว่าเมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มขึ้นพื้นที่ผิวของเส้นใยลดลง เนื่องจากเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่ขึ้นจึงทำให้พื้นที่ผิวต่อมวลน้อยลง ส่วนพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใยที่ได้จากเทคนิค BET แสดงดังตารางที่ 4.5 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 247.00 ตร.ม./กรัม ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยมีพื้นที่ผิวระหว่าง 8.75 ถึง 16.22 ตร.ม./กรัม เมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีพื้นที่ผิวสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย เนื่องจากการมีรูพรุนของตัวรองรับจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา และเมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับแบบเส้นใยที่มีอะลูมินาแตกต่างกัน พบว่าการเพิ่มร้อยละอะลูมินาส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์เพียงเล็กน้อย

ตารางที่ 4.5 พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับมีรูพรุนและตัวรองรับแบบเส้นใย

ตัวเร่งปฏิกิริยา	พื้นที่ผิวจากการคำนวณ* เฉพาะเส้นใย ซิลิกา (ตร.ม./กรัม)	พื้นที่ผิว (ตร.ม./กรัม)	ปริมาตร รูพรุน (ลบ.ซม./กรัม)	ขนาดรูพรุน (นาโนเมตร)
Co/SiO ₂ (porous)	N/A	247.00	1.074	17.38
Co/SiO ₂	4.39	13.36	0.039	11.86
Co/SiO ₂ -1Al ₂ O ₃	4.53	9.22	0.029	12.70
Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	4.43	16.22	0.027	6.85
Co/SiO ₂ -3Al ₂ O ₃	3.22	8.75	0.017	8.18
Co/SiO ₂ - 4Al ₂ O ₃	3.18	10.93	0.041	15.07
Co/SiO ₂ -5Al ₂ O ₃	3.02	9.24	0.026	11.63

* การคำนวณเฉพาะพื้นที่ผิวของเส้นใยซิลิกา

ความหนาแน่นของ SiO₂ = 2.1 กรัม/ลบ.ซม. = 2.1 × 10⁶ กรัม/ลบ.ม.

พื้นที่ผิวจำเพาะ = พื้นที่/กรัม = พื้นที่/ (ความหนาแน่น × ปริมาตร)

$$= (2\pi r \times \text{ความยาว}) / (\text{ความหนาแน่น} \times \pi r^2 \times \text{ความยาว})$$

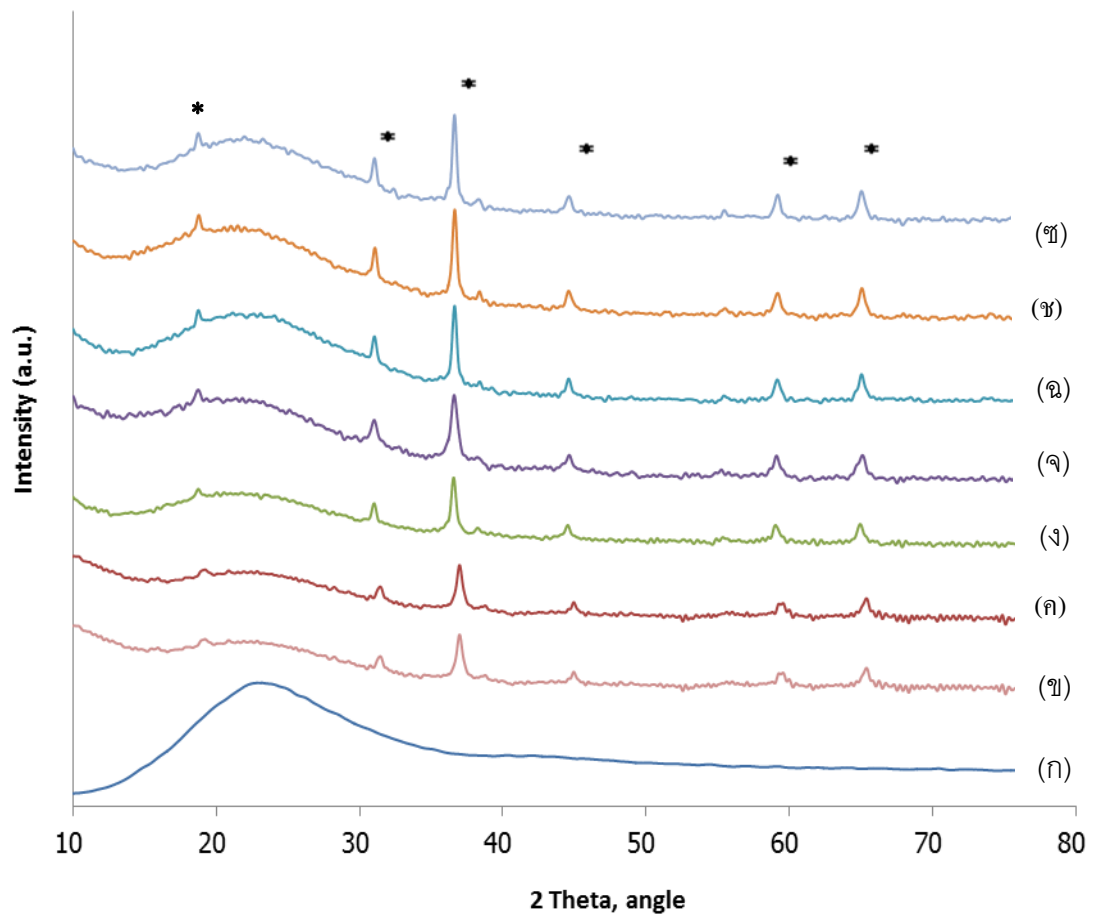
$$= 2/\text{ความหนาแน่น} \times \text{รัศมี}$$

4.2.4 การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD

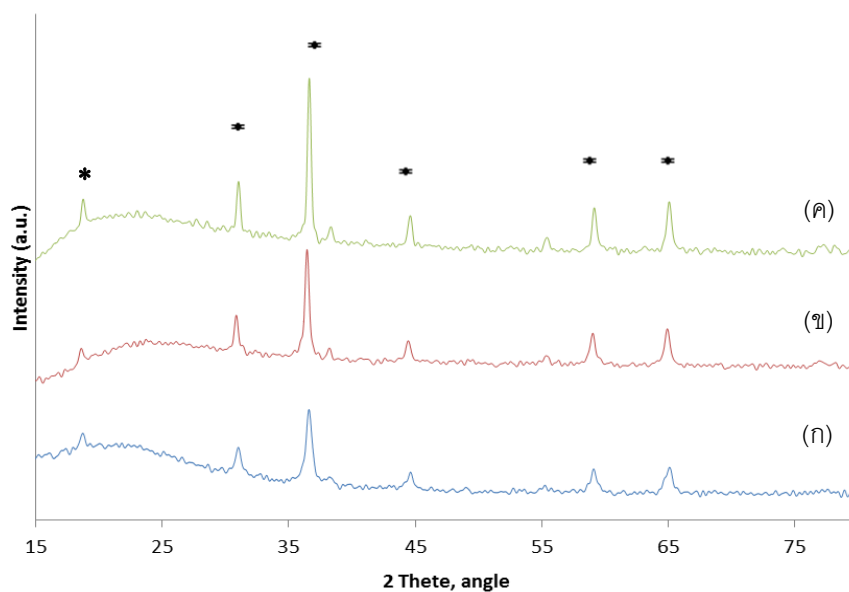
รูปที่ 4.12 แสดงโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับที่แตกต่างกันจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD โดยรูปที่ 4.12 (ก) แสดงโครงสร้างผลึกของเส้นใยซิลิกาพบว่าพีคมีลักษณะเป็นพีคฐานกว้าง(board peak) ที่ 2θ เท่ากับ 25° เนื่องจากซิลิกอนออกไซด์เป็นอสัณฐาน (amorphous state) สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย แสดงดังรูป 4.12 (ข) ถึง (จ) พบว่าที่ 2θ เท่ากับ 18° 31° 37° 45° 59° และ 65° เป็นพีคของ Co₃O₄ [27] สำหรับโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย SiO₂-Al₂O₃ พบว่าไม่ปรากฏพีคของอะลูมินาเนื่องจากอะลูมินาเป็นอสัณฐานเช่นเดียวกับซิลิกา เมื่อเปรียบเทียบความเข้มพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10 โดย

น้ำหนัก บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ พบว่าความเข้มพีคของ Co_3O_4 มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อ ร้อยละอะลูมินาเพิ่มขึ้น

รูปที่ 4.13 แสดงโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดย น้ำหนักบนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งสามปรากฏพีคของ Co_3O_4 ที่ 2θ ตำแหน่งเดียวกัน เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพีคของตัวเร่ง ปฏิกิริยาทั้งสาม พบว่าเมื่อร้อยละโคบอลต์เพิ่มขึ้นความเข้มพีคโคบอลต์เตตระออกไซด์มีแนวโน้ม สูงขึ้น



รูปที่ 4.12 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา [$*$ = Co_3O_4] (ก) Co/SiO_2 (porous), (ข) Co/SiO_2 , (ค) $\text{Co/SiO}_2\text{-1Al}_2\text{O}_3$, (ง) $\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$, (จ) $\text{Co/SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3$, (ฉ) $\text{Co/SiO}_2\text{-4Al}_2\text{O}_3$ และ (ฉ) $\text{Co/SiO}_2\text{-5Al}_2\text{O}_3$



รูปที่ 4.13 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา [* = Co_3O_4] (ก) $10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$, (ข) $15\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$ และ (ค) $20\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$

ตารางที่ 4.6 ขนาดผลึกของโคบอลต์เตตระออกไซด์และโคบอลต์ออกไซด์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย

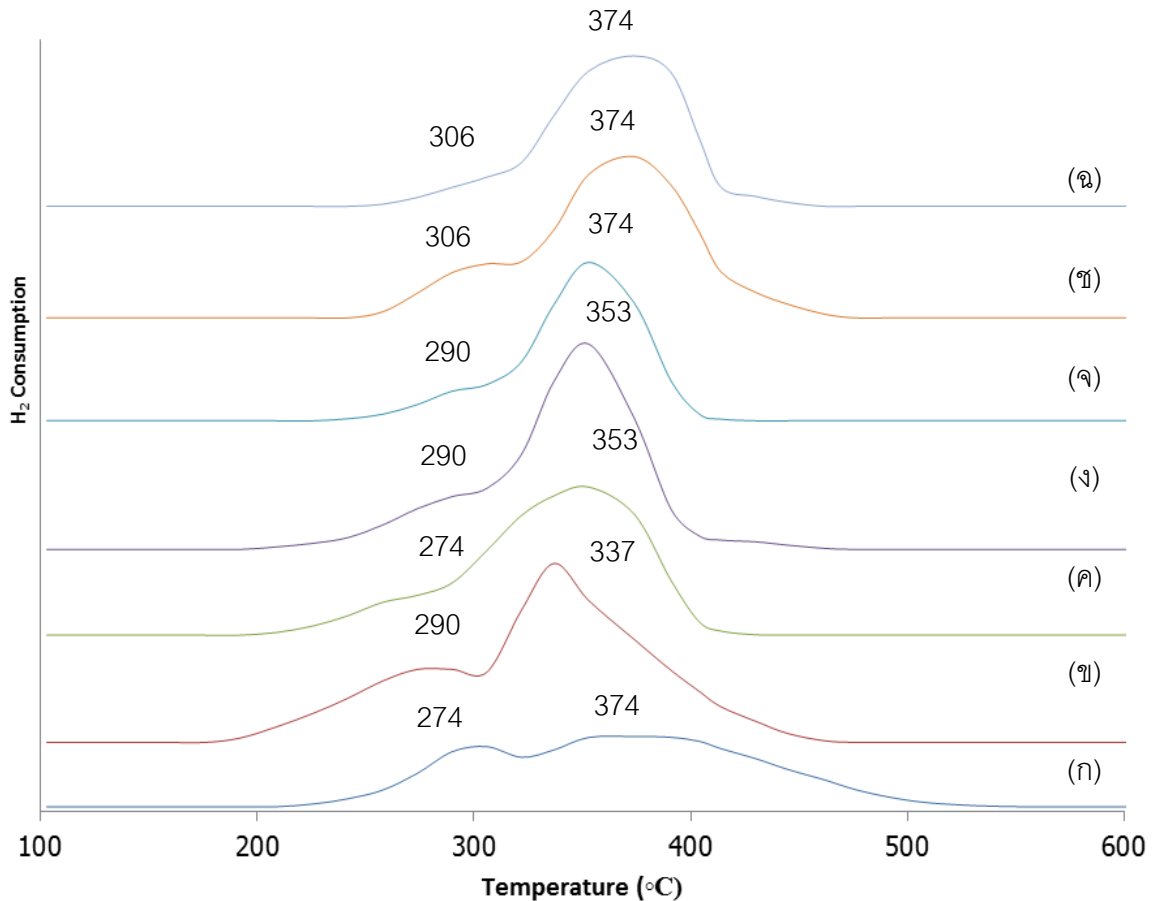
ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	ขนาดผลึกของ Co_3O_4 (นาโนเมตร)	ขนาดผลึกของ Co^* (นาโนเมตร)
$10\text{Co}/\text{SiO}_2$ (porous)	16.80	12.60
$10\text{Co}/\text{SiO}_2$	17.44	13.08
$10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}1\text{Al}_2\text{O}_3$	23.70	17.77
$10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$	16.41	12.30
$15\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$	23.93	17.88
$20\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$	26.53	19.89
$10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}3\text{Al}_2\text{O}_3$	26.86	20.14
$10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3$	25.01	18.75
$10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}5\text{Al}_2\text{O}_3$	27.29	20.46

* $d(\text{Co}^0) = 0.75 \cdot d(\text{Co}_3\text{O}_4)$ [28]

ตารางที่ 4.6 แสดงขนาดผลึกโคบอลต์เตตระออกไซด์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน มีขนาดผลึก Co_3O_4 เท่ากับ 16.80 นาโนเมตร ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใย SiO_2 มีขนาดผลึก Co_3O_4 เท่ากับ 17.44 นาโนเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยาบนโคบอลต์ตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดผลึก Co_3O_4 ระหว่าง 16.41 ถึง 27.29 นาโนเมตร โดยขนาดผลึก Co_3O_4 บนตัวรองรับ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเท่ากับ 16.41 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดเล็กสุด เนื่องจากเหตุผลสองประการ คือ เส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก และมีอะลูมินาเป็นองค์ประกอบ โดยอะลูมินามีคุณสมบัติยึดจับกับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ได้ดีกว่าซิลิกาทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์กระจายตัวบนตัวรองรับได้ดี ส่งผลให้ขนาดผลึก Co_3O_4 ลดลง

เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็น 15 และ 20 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังตารางที่ 4.6 พบว่าโคบอลต์ร้อยละ 15 ขนาดผลึก Co_3O_4 เท่ากับ 23.93 และ โคบอลต์ร้อยละ 20 ขนาดผลึก Co_3O_4 เท่ากับ 26.53 นาโนเมตร จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็น 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ผลึก Co_3O_4 มีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากการเพิ่มปริมาณโคบอลต์ส่งผลทำให้เกิดการรวมตัวเป็นผลึกที่มีขนาดใหญ่ และผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลที่ได้จาก SEM [19]

4.2.5 การศึกษาผลของตัวรองรับที่มีต่อการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์



รูปที่ 4.14 ลักษณะการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา (ก) Co/SiO₂ (porous), (ข) Co/SiO₂, (ค) Co/SiO₂-1Al₂O₃, (ง) Co/SiO₂-2Al₂O₃, (จ) Co/SiO₂-3Al₂O₃, (ฉ) Co/SiO₂-4Al₂O₃ และ (ฉ) Co/SiO₂-5Al₂O₃

รูปที่ 4.14 แสดงช่วงอุณหภูมิในการของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 บนตัวรองรับที่แตกต่างกัน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ปรากฏพีคที่เกิดจากการรีดิวซ์ 2 ช่วง โดยช่วงแรกเกิดที่อุณหภูมิต่ำเป็นการรีดิวซ์โคบอลต์เตตระออกไซด์ไปเป็นโคบอลต์ออกไซด์ (Co₃O₄ → CoO) และช่วงที่สองเกิดที่อุณหภูมิเป็นการรีดิวซ์โคบอลต์ออกไซด์ไปเป็นโลหะโคบอลต์ (CoO → Co⁰) ซึ่งโลหะโคบอลต์ที่อยู่ในรูป Co⁰ ถือเป็นภาวะที่ว่องไวที่สุดและพร้อมที่จะทำปฏิกิริยา[2] สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน แสดงในรูปที่ 4.14(ก) มีช่วงอุณหภูมิในการรีดิวซ์สองช่วงคือที่อุณหภูมิ 274 และ 337 องศาเซลเซียส รูปที่ 4.14(ข) ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัว

รองรับแบบเส้นใยซิลิกา พบว่ามีอุณหภูมิในการรีดิวซ์สองช่วงเช่นเดียวกัน คืออุณหภูมิ 274 และ 337 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีช่วงอุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย ซึ่งการรีดิวซ์เกิดได้สมบูรณ์ที่อุณหภูมิสูงถึง 500 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.7 ร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใย

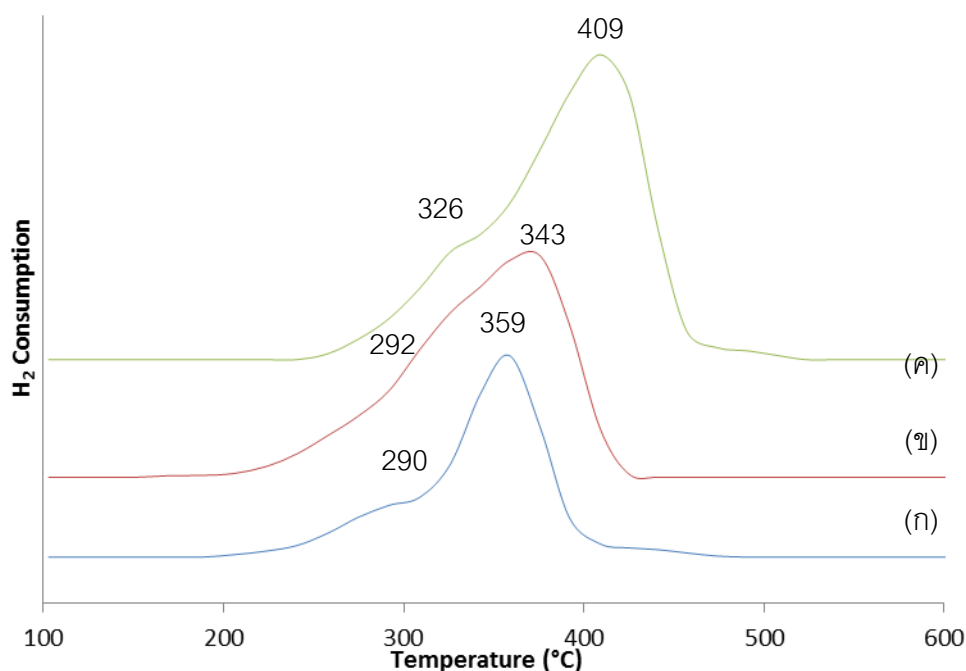
ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการรีดิวซ์ (°C)		ร้อยละการรีดิวซ์
	พีคที่ 1	พีคที่ 2	
10Co/SiO ₂ (porous)	290	374	54.92
10Co/SiO ₂	274	337	77.54
10Co/SiO ₂ -1Al ₂ O ₃	274	353	72.01
10Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	290	353	71.63
15Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	292	343	71.31
20Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	326	409	76.65
10Co/SiO ₂ -3Al ₂ O ₃	290	353	63.83
10Co/SiO ₂ - 4Al ₂ O ₃	306	374	58.21
10Co/SiO ₂ -5Al ₂ O ₃	306	374	57.71

ร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและตัวรองรับแบบเส้นใย แสดงในตารางที่ 4.7 พบว่าร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนเท่ากับ 54.92 ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกามีร้อยละการรีดิวซ์เท่ากับ 77.54 และตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย SiO₂-Al₂O₃ มีร้อยละการรีดิวซ์ในช่วง 57.71 ถึง 72.01 จากการเปรียบเทียบร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบทั้งสองแบบพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับมีรูพรุนให้ร้อยละการรีดิวซ์ต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย เนื่องจากเนื่องจากตัวรองรับแบบมีรูพรุนดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยาไว้สองแบบ คือดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยาไว้ที่บริเวณผิวและภายในรูพรุนของตัวรองรับ ซึ่งการ

รีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่อยู่ภายในรูปรีดิวซ์ได้ยากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่บริเวณผิวส่งผลให้มีร้อยละการรีดิวซ์น้อย [17,19] เมื่อเปรียบเทียบร้อยละการรีดิวซ์ของตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาและเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาให้ร้อยละการรีดิวซ์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ เนื่องจากอะลูมินามีสมบัติยึดจับกับโคบอลต์ได้ดีกว่าซิลิกา ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ ถูกรีดิวซ์ได้ยากจึงส่งผลให้ร้อยละการรีดิวซ์น้อย

เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็น 15 และ 20 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังตารางที่ 4.7 พบว่าปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ให้ร้อยละการรีดิวซ์เท่ากับ 71.63 โคบอลต์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ให้ร้อยละการรีดิวซ์เท่ากับ 71.31 และโคบอลต์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ให้ร้อยละการรีดิวซ์เท่ากับ 76.65 จากการเปรียบเทียบร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าการเพิ่มปริมาณของโคบอลต์ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงร้อยละการรีดิวซ์เพียงเล็กน้อย

เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็น 15 และ 20 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงดังรูปที่ 4.15 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ปรากฏพีคที่เกิดจากการรีดักชัน 2 ตำแหน่งเช่นเดียวกัน โดยช่วงอุณหภูมิในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $10\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ คือ 290 และ 353 องศาเซลเซียส รูปที่ 4.15 (ข) อุณหภูมิในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $15\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ คือ 292 และ 343 และรูปที่ 4.15 (ค) อุณหภูมิในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $20\text{Co/SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ คือ 326 และ 409 องศาเซลเซียส จากการศึกษาความสามารถในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีช่วงอุณหภูมิในการรีดิวซ์สูงขึ้น เนื่องจากปริมาณโคบอลต์มากขึ้นอนุภาคเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนที่ขนาดใหญ่ ส่งผลให้ช่วงอุณหภูมิในการรีดิวซ์สูง [29]



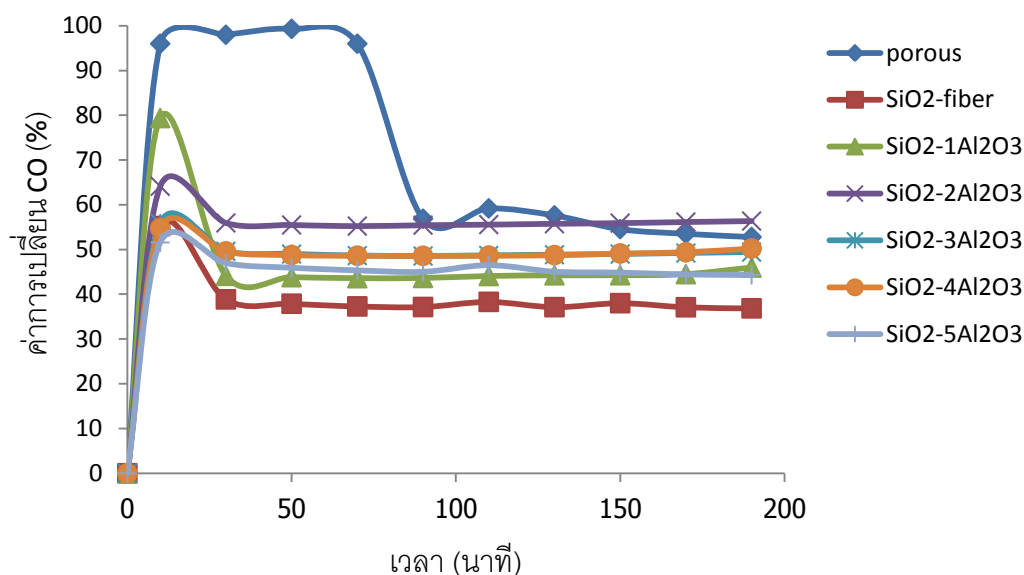
รูปที่ 4.15 ลักษณะการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้ปริมาณของโคบอลต์แตกต่างกัน (ก) ร้อยละ 10 (ข) ร้อยละ 15 และ (ค) ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

4.3 การศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาสำหรับกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

4.3.1 การศึกษาผลของตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใยต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใยในกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ เพื่อเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์และการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส เมื่อพิจารณาร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ แสดงในรูปที่ 4.16 พบว่าในช่วงเวลาเริ่มต้นของปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากับ 100 เมื่อเวลาผ่านไป 90 นาที ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ลดลงเท่ากับ 50 และเริ่มเข้าสู่สมดุล ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที โดยตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ให้ร้อยละการเปลี่ยน

คาร์บอนมอนนอกไซด์สูงที่สุดและตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับแบบเส้นใยให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ต่ำที่สุด



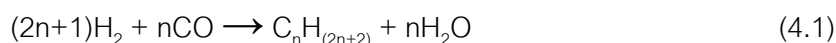
รูปที่ 4.16 เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักบนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใย ในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV 75 มิลลิลิตร/นาทีกกรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $H_2/CO = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ)

ตารางที่ 4.8 แสดงร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใยที่โคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ร้อยละ 52.80 สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ในช่วงร้อยละ 36.85 ถึง 56.37 โดยตัวเร่งปฏิกิริยา $10Co/SiO_2-2Al_2O_3$ ให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงที่สุดเท่ากับ 56.37 จากการเปรียบเทียบพบว่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีแนวโน้มสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย เนื่องจากตัวรองรับแบบรูพรุนมีพื้นที่ผิวสูง จึงทำให้โอกาสในการสัมผัสกันระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยากับสารตั้งต้นมีมากกว่าตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวน้อย และสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา $10Co/SiO_2-2Al_2O_3$ ให้ร้อยละการ

เปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงสุด เนื่องจากขนาดผลึกของ Co_3O_4 บนตัวรองรับ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ มีขนาดเล็กทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารตั้งต้นมาก

สำหรับร้อยละการเลือกเกิดมีเทน แสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าร้อยละการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนเท่ากับ 85.63 และร้อยละการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยมีค่าประมาณ 93.60 ถึง 95.74

กระบวนการทางเคมีของปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปซ์



ปฏิกิริยาวอเตอร์แก๊สชิฟต์



จากการศึกษาพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน จากสมการที่ 4.1 เป็นสมการแสดงปฏิกิริยาการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปซ์ ปฏิกิริยาดังกล่าวให้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นประกอบไปด้วยสารประกอบไฮโดรคาร์บอนและน้ำ ซึ่งตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีความสามารถในการดูดซับน้ำไว้ภายในรูพรุนและโมเลกุลของน้ำที่ถูกดูดซับดังกล่าวสามารถทำปฏิกิริยากับคาร์บอนมอนอกไซด์หรือเกิดวอเตอร์แก๊สชิฟต์ ดังสมการที่ 4.2 แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดเกาะอยู่บนพื้นผิวภายนอกของตัวรองรับจึงทำให้มีโอกาสในการดูดซับน้ำไว้น้อย ดังนั้นค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุนจึงน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย ขณะที่ค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่ปริมาณของอะลูมินาแตกต่างกัน พบว่า ค่าการเลือกเกิดมีเทนมีแนวโน้มใกล้เคียงกัน

สำหรับร้อยละการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ แสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าร้อยละการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนเท่ากับ 12.55 และร้อยละการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยมีค่าประมาณ 2.12 ถึง 4.05

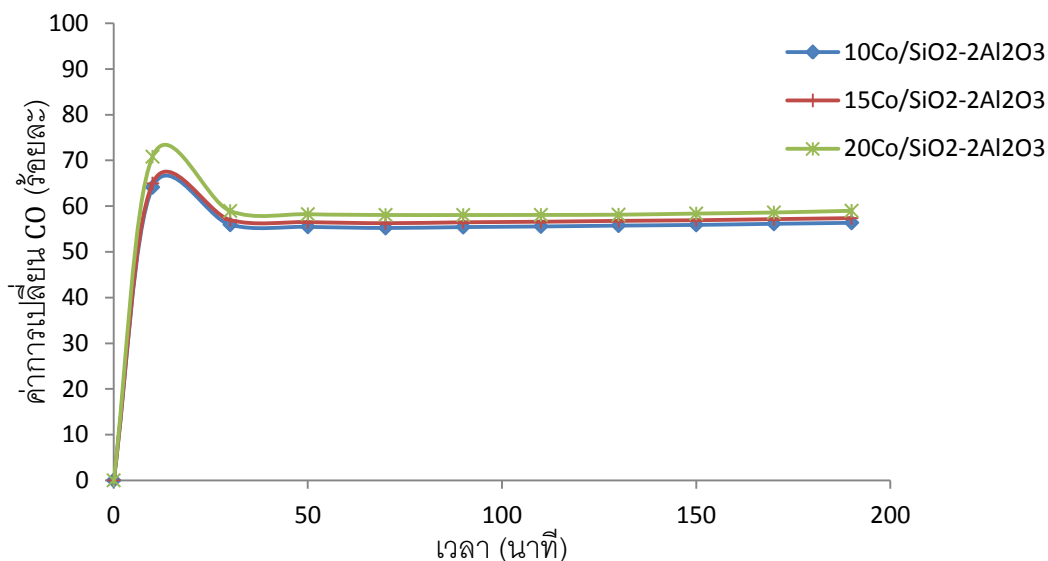
เมื่อเปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุนและแบบเส้นใยพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยให้ค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุน เนื่องตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุนเกิดวอเตอร์แก๊สชิฟต์ได้มาก

เมื่อเปรียบเทียบผลการศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ของงานวิจัยนี้กับงานวิจัยของ Zhang และคณะ ที่ศึกษาผลของการเติมอะลูมินาบนตัวเร่งปฏิกิริยา $10\text{Co}/\text{SiO}_2$ แบบมีรูพรุน สำหรับกระบวนการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ โดยใช้ อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส พบว่าที่อะลูมินาร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ให้อัตราการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากับ 61 เมื่อเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับ $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ แบบรูพรุนและแบบเส้นใยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย ผลดังกล่าวนี้ยืนยันได้ว่าตัวรองรับแบบรูพรุนมีพื้นที่ผิวสูงจึงให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าตัวรองรับแบบเส้นใย สำหรับค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์, ค่าการเลือกเกิดมีเทนและค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยา $10\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ แบบรูพรุนที่มีปริมาณอะลูมินาแตกต่างกัน ร้อยละ 5, 10 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าอัตราการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์, การเลือกเกิดมีเทนและการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์มีแนวโน้มใกล้เคียงกันเมื่อปริมาณอะลูมินาแตกต่างกัน และผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลที่ได้จากการศึกษาผลของปริมาณอะลูมินาของงานวิจัยนี้

ตารางที่ 4.8 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใยในปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{H}_2/\text{CO} = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ)

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ค่าการเปลี่ยน CO (ร้อยละ)	ค่าการเลือกเกิด (ร้อยละ)		
		CH_4	CO_2	C_2H_4
Co/SiO_2 (porous)	52.80	85.63	12.55	1.82
Co/SiO_2	36.85	95.17	2.84	1.99
$\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}1\text{Al}_2\text{O}_3$	45.96	94.91	2.61	2.48
$\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}2\text{Al}_2\text{O}_3$	56.37	95.04	2.73	2.23
$\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}3\text{Al}_2\text{O}_3$	49.41	95.74	2.12	2.15
$\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}4\text{Al}_2\text{O}_3$	50.21	93.99	3.38	2.63
$\text{Co}/\text{SiO}_2\text{-}5\text{Al}_2\text{O}_3$	44.29	93.60	4.05	2.35

รูปที่ 4.17 แสดงค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ที่มีปริมาณโลหะโคบอลต์แตกต่างกัน ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่า เมื่อปริมาณโคบอลต์เพิ่มขึ้นจากโคบอลต์ร้อยละ 10 เป็นร้อยละ 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย



รูปที่ 4.17 เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนักของโคบอลต์ โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับ $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{H}_2/\text{CO} = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ)

4.3.2 การศึกษาผลของปริมาณโคบอลต์ต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

สำหรับร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ แสดงในตารางที่ 4.9 พบว่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เท่ากับ 56.37 ขณะที่ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก เท่ากับ 57.59 และร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก เท่ากับ 59.62 จากการเปรียบเทียบร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน พบว่าเมื่อเปรียบเทียบร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่มีปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 10 และ 15 พบว่าเมื่อ

เพิ่มปริมาณโคบอลต์ทำให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองมีร้อยละการรีดชันใกล้เคียง แต่เมื่อเปรียบเทียบร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่ปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 10 และ 20 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็น 20 ส่งผลให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยามีแหล่งกัมมันต์ (active site) ที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีความสามารถในการรีดิวซ์ได้สูง ดังนั้นจึงเร่งปฏิกิริยาได้ดี

ตารางที่ 4.9 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก บนตัวรองรับแบบเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส (WHSV 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{H}_2/\text{CO} = 2$, ความดัน 1 บรรยากาศ)

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ค่าการเปลี่ยน CO (ร้อยละ)	ค่าการเลือกเกิด (ร้อยละ)		
		CH_4	CO_2	C_2H_4
10Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	56.37	95.04	2.73	2.23
15Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	57.59	95.07	2.22	2.08
20Co/SiO ₂ -2Al ₂ O ₃	59.62	96.08	2.30	1.62

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การเตรียมเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาด้วยเทคนิคโซล-เจล และอิเล็กโทรสปินนิง ได้เส้นใยซิลิกาอะลูมินาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยในช่วง 400-600 นาโนเมตร โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณอะลูมินาเพิ่มขึ้น ปริมาณอะลูมินาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ให้เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเล็กที่สุด และปริมาณอะลูมินาร้อยละ 5 โดยน้ำหนักให้เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยสูงที่สุด ซึ่งมีภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมดังนี้ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม 0.40 มิลลิเมตร, ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ เส้นใยที่ได้นำมาเคลือบโคบอลต์เพื่อเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อศึกษาเอกลักษณ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก มีการกระจายตัวที่ดี ตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยซิลิกา นอกจากนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยสามารถรีดิวซ์ได้ง่ายกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน เนื่องจากพื้นที่ผิวดักรองรับมีน้อยกว่าการกระจายตัวจึงเกิดได้ไม่ดี ทำให้เกิดอนุภาคนาขนาดใหญ่ซึ่งง่ายต่อการรีดิวซ์ จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาทดสอบการสังเคราะห์ฟิสิกเซอร์-ทรอปซ์ โดยเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน และแบบเส้นใย ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีพื้นที่ผิวในการกระจายตัวโคบอลต์สูง แต่ให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย และเมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยซิลิกาที่มีปริมาณอะลูมินาแตกต่างกัน พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาเส้นใยที่มีอะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ให้ร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนไดออกไซด์สูงที่สุดเท่ากับ 56.37 สำหรับค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยมีแนวโน้มใกล้เคียงกัน การศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ที่ร้อยละ 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าการเพิ่มปริมาณของโคบอลต์ส่งผลให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยามีร้อยละการรีดักชันใกล้เคียงกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

ควรหาวิธีพัฒนาการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ เพื่อให้ได้เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กในระดับนาโนเมตร โดยการเปลี่ยนสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อะลูมินาจากสารประกอบอะลูมิเนียมไนเตรตเป็นสารประกอบแอลคอกไซด์ ตัวอย่างเช่น $\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ หรือสารประกอบโบอิมิซ มีสูตรโมเลกุลคือ $\text{AlOOH}\cdot n\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งสารประกอบดังกล่าวมีโครงที่สามารถเชื่อมต่อกันเป็นพอลิเมอร์ได้ง่ายกว่าอะลูมิเนียมไนเตรต นอกจากนี้ศึกษาตัวแปรอื่นๆ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์ เช่น การเพิ่มความดันให้มากกว่า 1 บรรยากาศ เพื่อช่วยให้โมเลกุลของสารตั้งต้นสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาได้มากขึ้น

รายการอ้างอิง

- [1] Iglesia, E. Design synthesis and use of cobalt-based Fischer-Tropsch synthesis catalyst. Applied catalysis A: General. 161(1997): 59-78.
- [2] Zhang, Y., Nagaori, S., Hinchiranan, S., and Tsubaki, N. Promotional effects of Al_2O_3 modification to Co/SiO_2 catalyst for Fischer-Tropsch synthesis. Energy Fuels. 20(2006): 417-421
- [3] Wikipedia. 2010. Fischer-Tropsch Process. [Online]. Reference : http://en.wikipedia.org/wiki/Fischer-Tropsch_process. [2010, August 18].
- [4] Steynberg, A.P., and Dry, M.E. Fischer-Tropsch Technology. 152. United Kingdom. Elsevier. 2004.
- [5] Barbara, E., Suzanne, L., Patrick, C., and Alain, K. Preparation and Characterization of Fischer-Tropsch active Co/SiO_2 catalysts. Applied Catalysis A: General. 186(1999): 145-168.
- [6] Shinoda, M., Zhang, Y., Yoneyama, Y., Hasegawa, K., and Tsubaki, N., New bimodal pore catalysts for Fischer-Tropsch synthesis. Fuel Processing Tech. 86(2004): 73-85.
- [7] Sukamon, H., Yi, Z., Satosh, N., Tharapong, V., and Noritatsu, T. TiO_2 promoted Co/SiO_2 catalyst for Fischer-Tropsch synthesis. Fuel Processing Technology. 9(2008): 455-459
- [8] จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. 2550. กระบวนการโซล-เจล. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา : <http://www.dpim.go.th/ppr/title.php?tid=000001106028718>. [2553, 18 สิงหาคม].
- [9] เอกพงศ์ มุสิกะเจริญ. 2550. การสังเคราะห์เส้นใยซิลิกาโดยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา : <http://www.clinictech.most.go.th>. [2553, 18 สิงหาคม].
- [10] Lisa, C. K. Sol-gel technology for thin films, fibers, performs, electronics and Specialty shapes. New Jersey: Noyes Publications.,1998.

- [11] Song, K. C. Preparation of mullite fibers from aluminum isopropoxide-aluminum nitrate-tetraethylorthosilicate solutions by sol-gel method. Materials Letters. 35(1998): 290-296.
- [12] Ziabari, M., Mottaghitalab, V., and Haghi, A.K. Application of direct tracking method for measuring electrospun nanofiber diameter. Brazilian Journal of Chemical Engineering. 26(2009): 53-62.
- [13] Seeram, Ramakrishna, et.al. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. Singapore. World Scientific Publishing Co. Pte. 2005.
- [14] Andradý, A.L. Science and Technology of Polymer of Nanofibers. New Jersey. John Wiley & Sons., 2008.
- [15] Kim, H., and Choi, Y. Preparation of Pt-loaded TiO₂ nanofibers by electrospinning and their application for WGS reactions. Applied Catalysis A: General. 352(2009): 265-270.
- [16] Jer Chen, L., and Der Liao, J. Synthesis and characterization of PVB/silica nanofibers by electrospinning process. Polymer. 50(2009): 3516-3521.
- [17] Tavasoli, A., and Malek, R. M. Fischer-Tropsch synthesis over cobalt catalyst supported on carbon nanotubes in a slurry reactor. Applied Catalyst A: General. 345(2008): 134-142.
- [18] Lee, S.W., Kim, Y.U., and Choi, S.S. Preparation of SiO₂/TiO₂ composite fibers by sol-gel reaction and electrospinning. Materials Letters. 61(2007): 889-893.
- [19] Song, D., and Li, J. Effect of catalyst pore size on the catalytic performance of silica supported cobalt Fischer-Tropsch catalysts. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical. 247(2006): 206-212.
- [20] Jacobs, G., Das, T.K., and Zhang, Y. Fischer-Tropsch synthesis. Support: loading, and promoter effects on the reducibility of cobalt catalysts. Applied catalysis A: General. 233(2002): 263-281.

- [21] Lotusa, A.F., and Feaverb, R.K. Characterization of $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ composite fibers formed by electrospinning a sol-gel and polymer mixture. Materials Science and Engineering B. 167(2010): 55-59.
- [22] Bae, J., Kim, S.M., Kang, S.H., Chary, K.V.R., Lee, Y.j., Kim, H.J., and Jun, K. W. Effect of support and cobalt precursors on the Co/AlPO_4 catalyst Fischer-Tropsch synthesis. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical. 311(2009): 7-16.
- [23] Sakka, S. Handbook of Sol-Gel Science and Technology. 1. New York. KUWER ACADEMIC PUBLISHER. 2002.
- [24] Storsæter, S., Borg, Ø., Blekkan, E.A., Tøtdal, B., and Holmen, A. Fischer-Tropsch synthesis over Re-promoted Co supported on Al_2O_3 , SiO_2 and TiO_2 : Effect of water. Catalysis Today. 100(2005): 343-347.
- [25] Travis, J.S., and Horst, A. Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering. Biomaterials. 29(2008): 1989-2006.
- [26] Kim, Y.U. Effect of electrospinning parameters on polyacrylonitrile nanofiber diameter: An investigation by response surface methodology. Materials and Design. 29(2008): 34-44.
- [27] Khodakov, A.Y., Lynch, J., and Bazin, D. Reducibility of Cobalt Species in Silica-Supported Fischer-Tropsch Catalysts. Journal of Catalysis. 168(1997): 16-25.
- [28] Logdberg, S., and Boutonnet, M. Effect of water on the space-time yield of different supported cobalt catalysts during Fischer-Tropsch synthesis. Applied Catalysis A: General. 393(2011): 109-121.
- [29] Giovanni, B., Claudia, C., and Maria, T. TPR/TPO characterization of cobalt-silicon mixed oxide nanocomposites prepared by sol-gel. Thermochemica Acta. 471(2008): 51-54.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณ

การคำนวณการเตรียมตัวเร่งร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินา ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยการเตรียมสารละลายไฮล-เจล และการเคลือบ

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมสารละลายไฮล-เจล

- สารละลายซิลิกา

มวลโมเลกุลซิลิกา (SiO_2) = 60.09 กรัม/โมล

มวลโมเลกุล TEOS = 208.33 กรัม/โมล

TEOS 1 โมล = ซิลิกา 1 โมล

ตั้งสมมติฐาน มีซิลิกา 4.73 กรัม

ดังนั้น น้ำหนัก TEOS = $(208.33 \times 4.73)/60.09$ = 16.42 กรัม

= $16.42/208.33$ = 0.0788 โมล

อัตราส่วนโมลของ TEOS: เอทานอล: น้ำ: กรดไฮโดรคลอริก = 1:2:2:0.01

TEOS = 0.0788 โมล

ดังนั้น TEOS: เอทานอล: น้ำ: กรดไฮโดรคลอริก = 0.0788:0.1576:0.1576:0.078

	มวลโมเลกุล(กรัม/โมล)	ความหนาแน่น(กรัม/ลบ.ซม.)
เอทานอล	46.07	0.789
น้ำ	18	1
กรดไฮโดรคลอริก	36.46	1.18
TEOS (ความบริสุทธิ์ = ร้อยละ 98)	208.33	0.93

เอทานอล 0.1576 โมล = $(0.1576 \times 46.07)/0.789$ = 9.33 มิลลิลิตร

น้ำ 0.1576 โมล = $(0.1576 \times 18)/1$ = 2.84 มิลลิลิตร

กรดไฮโดรคลอริก 0.078 โมล = $(0.078 \times 36.46)/1.18$ = 0.284 มิลลิลิตร

จาก โมล = $(10 \times \text{ความหนาแน่น} \times \text{ความบริสุทธิ์} \times \text{ปริมาตร}) / (1000 \times \text{มวลโมเลกุล})$

ดังนั้น TEOS 0.0788 โมล = $(10 \times 0.93 \times 98 \times \text{ปริมาตร}) / (1000 \times 208.33)$

ปริมาตร TEOS = 18.01 มิลลิลิตร

- สารละลายอะลูมินา

การคำนวณการเตรียมสารละลายอะลูมินาร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของซิลิกา

$$\text{จะใช้ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al}_2\text{O}_3) = (4.73 \times 2) / (100 - 1) = 0.07505 \text{ กรัม}$$

- อะลูมิเนียมออกไซด์	101.963 กรัม	มีอะลูมินา	53.9815 กรัม
อะลูมิเนียมออกไซด์	0.07505 กรัม	มีอะลูมินา	0.0397 กรัม
- อะลูมินา	26.9815 กรัม	ใช้อะลูมิเนียมไนเตรต (Al(NO ₃) ₂)	375.18 กรัม
อะลูมินา	0.0397 กรัม	ใช้อะลูมิเนียมไนเตรต (Al(NO ₃) ₂)	0.5525 กรัม

$$\text{ดังนั้นใช้อะลูมิเนียมไนเตรต (Al(NO}_3)_2) = (0.5525) / (375.18) = 1.4726 \times 10^{-3} \text{ โมล}$$

$$\text{อัตราส่วนโมลของ อะลูมิเนียมไนเตรต:เอทานอล:น้ำ:กรดไฮโดรคลอริก} = 1:20:7:7$$

$$\text{มวลโมเลกุล(กรัม/โมล) ความหนาแน่น(กรัม/ลบ.ซม.)}$$

$$\text{เอทานอล} \quad 46.07 \quad 0.789$$

$$\text{น้ำ} \quad 18 \quad 1$$

$$\text{กรดไฮโดรคลอริก} \quad 36.46 \quad 1.18$$

$$\text{เอทานอล } 0.02944 \text{ โมล} = (0.02944)(46.07) / 0.789 = 1.72 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$\text{น้ำ } 0.0103 \text{ โมล} = (0.0103)(18) / 1 = 0.1854 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$\text{กรดไฮโดรคลอริก } 0.0103 \text{ โมล} = (0.0103)(36.46) / 1.18 = 0.31825 \text{ มิลลิลิตร}$$

- คำนวณร้อยละผลผลิต

การคำนวณร้อยละผลผลิตจากการเตรียมเส้นซิลิกา-อะลูมินา น้ำหนัก 4.73 กรัม

$$\text{น้ำหนักซิลิกา-อะลูมินาจากการคำนวณ} = 4.73 \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักเส้นใยซิลิกา-อะลูมินาจากการทดลอง} = 3.87 \text{ กรัม}$$

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = (3.87 \times 100) / 4.73$$

$$= 82$$

$$\text{จะใช้ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al}_2\text{O}_3) = (4.73 \times 2) / (100 - 1) = 0.07505 \text{ กรัม}$$

ขั้นตอนที่ 2 การเคลือบโคบอลต์บนเส้นใย

การเตรียมตัวเร่งร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใยซิลิกา 0.1 กรัม

ถ้า SiO_2 90 กรัม มี Co 10 กรัม

ดังนั้น SiO_2 0.1 กรัม มี Co $(10 \times 0.1)/90 = 0.01$ กรัม

มวลโมเลกุล Co = 58.93 กรัม/โมล

มวลโมเลกุล $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 291.03$ กรัม/โมล

ต้องการ Co 58.93 กรัม ต้องชั่ง $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 291.03 กรัม

ถ้าต้องการ Co 0.01 กรัม ต้องชั่ง $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $(291.03 \times 0.01)/58.93 = 0.0494$ กรัม

การคำนวณการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการเคลือบแบบเปียก (wet impregnation)

ปริมาตรรูพรุน (pore volume) ของซิลิกาเจล = 1.12 มิลลิลิตร/กรัม

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ในซิลิกาเจล 5 กรัม

ซิลิกาเจล 90 กรัม ปริมาณโคบอลต์เท่ากับ 10 กรัม

ซิลิกาเจล 5 กรัม ปริมาณโคบอลต์เท่ากับ $(10 \times 5)/90 = 0.556$ กรัม

ต้องการ Co 58.93 กรัม ต้องชั่ง $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 291.03 กรัม

ถ้าต้องการ Co 0.556 กรัม ต้องชั่ง $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $(291.03 \times 0.556)/58.93 = 2.7458$ กรัม

จากซิลิกามีปริมาตรรูพรุน = 1.12 มิลลิลิตร/กรัม

ต้องการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 5 กรัม ปริมาตรสารละลาย = $1.12 \times 5 = 5.6$ มิลลิลิตร

การคำนวณพื้นที่ผิวจำเพาะของเส้นใยซิลิกา

เส้นใยซิลิกาผลิตจากขนาดเส้น 0.40 มม. ระยะทาง 15 ซม. ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย = 430 นาโนเมตร ดังนั้น รัศมี = 216.5 นาโนเมตร

ความหนาแน่นของ $\text{SiO}_2 = 2.1$ กรัม/ลบ.ซม. = 2.1×10^6 กรัม/ลบ.ม.

พื้นที่ผิวจำเพาะ = $\frac{\text{พื้นที่}}{\text{กรัม}} = \frac{\text{พื้นที่}}{(\text{ความหนาแน่น} \times \text{ปริมาตร})}$

$$= \frac{(2\pi r \times \text{ความยาว})}{(\text{ความหนาแน่น} \times \pi r^2 \times \text{ความยาว})}$$

$$= \frac{2}{\text{ความหนาแน่น} \times \text{รัศมี}}$$

$$= \frac{2}{(2.1 \times 10^6 \times 216.5 \times 10^{-9})} = 4.39 \text{ ตารางเมตร/กรัม}$$

การคำนวณร้อยละการรีดิวซ์

อัตราการไหลของ $H_2 = 30$ มิลลิลิตร/นาที จากแก๊ส ร้อยละ 5 H_2 ใน N_2

ดังนั้น อัตราการไหลของ $H_2 = 0.05 \times 30 = 1.5$ มิลลิลิตร H_2 /นาที

จาก $n = Pv/RT$

$P =$ ความดัน (บรรยากาศ)

$v =$ ปริมาตร (มล./นาที)

$R = 82.057$ บรรยากาศ·ลบ.ซม./โมล·เคลวิน

$T =$ อุณหภูมิ (เคลวิน)

$$\begin{aligned} \text{โมลของ } H_2 &= (1 \times 1.5)/(82.057 \times 298) \\ &= 0.00006134 \text{ โมล } H_2 / \text{นาที} \end{aligned}$$

พื้นที่ (Area) ของ H_2 ก่อนรีดิวซ์ = 89444.58 พื้นที่/นาที = 0.00006134 โมล H_2 /นาที

พื้นที่ของ H_2 ที่ใช้รีดิวซ์ = 111569.63 พื้นที่/นาที

$$= (111569.63 \times 0.00006134) / 89444.58$$

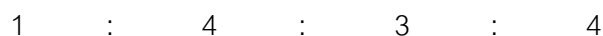
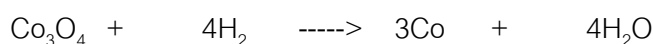
$$= 0.00007651 \text{ โมล} = \text{โมล } H_2 \text{ (ใช้จริง)}$$

ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนซิลิกาแบบมีรูพรุน = 0.1 กรัม

มวลโมเลกุล $Co = 58.93$ กรัม/โมล

โคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก 0.1 กรัม = $0.1 \times 10/100 = 0.01$ กรัม

$$= 0.01/58.93 = 0.00017 \text{ โมล}$$



0.00017



$$0.0000566 : 0.000226 : 0.00017 : 0.000226$$

โมล H_2 (ใช้ตามทฤษฎี) = 0.000226 โมล

ร้อยละการรีดิวซ์(Reduction degree) = (โมล H_2 ใช้จริง/โมล H_2 ใช้ตามทฤษฎี) $\times 100$

$$= (0.00007651/0.000226) \times 100$$

$$= \text{ร้อยละ } 33.85$$

การคำนวณค่าในปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของคาร์บอน มอนนอกไซด์

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใย $\text{SiO}_2 - 1\text{Al}_2\text{O}_3$		
น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา(W)	0.2 กรัม		
อุณหภูมิ(T)	298 เคลวิน		
ความดัน(P)	1 บรรยากาศ		
ค่าคงที่(R)	0.0820513 บรรยากาศ.ลิตร/โมล.เคลวิน		
ปริมาตรเข้า(Vin)	0.015 ลิตร/นาที		
โมลเข้าของ syn gas ($n_{in, \text{syn gas}}$)	$= (1 \times 0.010) / (0.0820513 \times 298)$ $= 0.000409 \text{ โมล/นาที หรือ } 0.024538 \text{ โมล/ชั่วโมง}$		
โมลเข้าของไฮโดรเจน ($n_{in, \text{Hydrogen}}$)	$= (1 \times 0.005) / (0.0820513 \times 298)$ $= 0.000204 \text{ โมล/นาที หรือ } 0.012269 \text{ โมล/ชั่วโมง}$		
โมลเข้า (n_{in})	$= (1 \times 0.015) / (0.0820513 \times 298)$ $= 0.000613 \text{ โมล/นาที หรือ } 0.036808 \text{ โมล/ชั่วโมง}$		
W/F (g.h/mol)	$= (0.2 / 0.036808) = 5.433618$		
องค์ประกอบสารตั้งต้น	ร้อยละ	โมล	
ไฮโดรเจน	65	$= (65 \times 0.000613) / 100$	= 0.000196
คาร์บอนมอนนอกไซด์	32	$= (32 \times 0.000613) / 100$	= 0.000399
อาร์กอน	3	$= (3 \times 0.000613) / 100$	= 1.84×10^{-5}
ปริมาตรออก(Vout)	0.015 ลิตร/นาที		
โมลออก (n_{out})	$= (1 \times 0.015) / (0.0820513 \times 298) = 0.000613$		
โมล/นาที			
พื้นที่แก๊สสังเคราะห์ก่อนทำปฏิกิริยา			

ครั้งที่	พื้นที่			
	H ₂	Ar	CO	CO/Ar
1	53295.4	636797.1	2135525	3.3535
2	56420.3	473219.3	2107684	4.4539
ค่าเฉลี่ย	45567	499244.1	2088233	4.1962

โมลของ CO_{in} = $((20 \times 2088233) / 4502350) =$ ร้อยละ 7.60

$$= ((7.60/100) \times 0.015)/(298 \times 0.0820513) = 4.66 \times 10^{-5} \text{ โมล/นาทีก}$$

นาทีกที่ 20 พื้นที่หลังจากทำปฏิกิริยา

H2	Ar	CO	CH4	CO2	C2H4	CO/Ar
29270.1	2108618	1712466	89286.4	2325.1	2705.5	0.8121

$$\begin{aligned} \text{ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์} &= ((4.1962 - 0.8121) / 4.1962) \times 100 \\ &= \text{ร้อยละ } 79.38 \end{aligned}$$

STD	CH4	CO	CO2	C2H4
ร้อยละ	20	20	1	1
ครั้งที่ 1	51612	4502350	49440.8	71748.8
ครั้งที่ 2	51612	4502350	74300	66114
ค่าเฉลี่ย	51612	4502350	61870.4	68931.4

ดังนั้น

$$\begin{aligned} \text{โมลของ CO}_{\text{out}} &= ((0.8121 \times 2108618) \times 20) / 4502350 = \text{ร้อยละ } 7.60 \\ &= ((7.60/100) \times 0.015)/(298 \times 0.0820513) = 4.66 \times 10^{-5} \text{ โมล/นาทีก} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{โมลของ CH}_4 &= (89286.4 \times 20) / 51612 = \text{ร้อยละ } 34.59 \\ &= ((34.59/100) \times 0.015)/(298 \times 0.0820513) = 2.12 \times 10^{-4} \text{ โมล/นาทีก} \end{aligned}$$

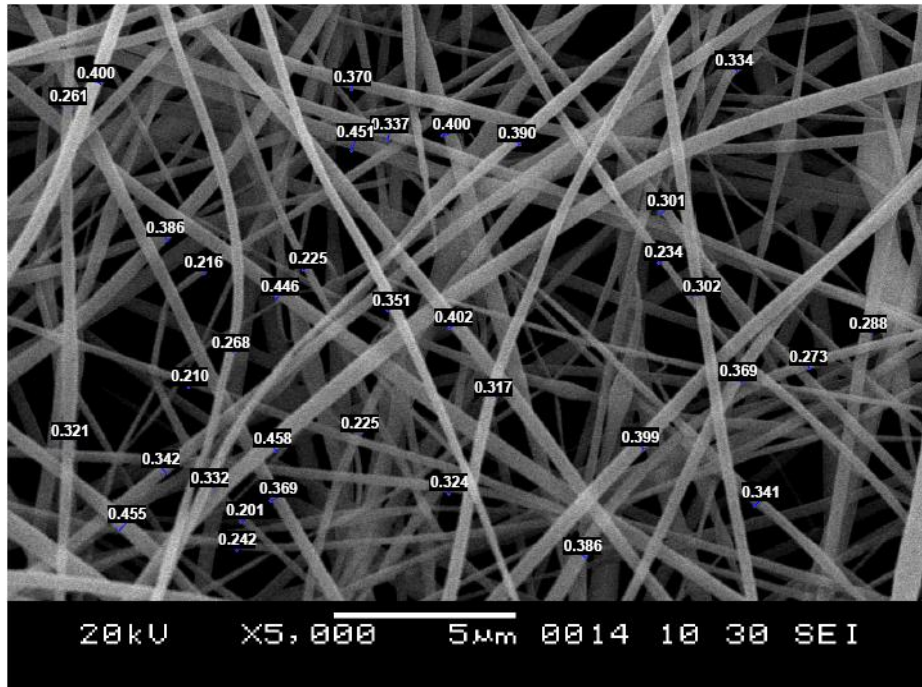
$$\begin{aligned} \text{โมลของ CO}_2 &= (2325.1 \times 1.00) / 61870.4 = \text{ร้อยละ } 0.752 \\ &= ((0.752/100) \times 0.015)/(298 \times 0.0820513) = 4.61 \times 10^{-6} \text{ โมล/นาทีก} \end{aligned}$$

ค่าการเลือกเกิด (selectivity)

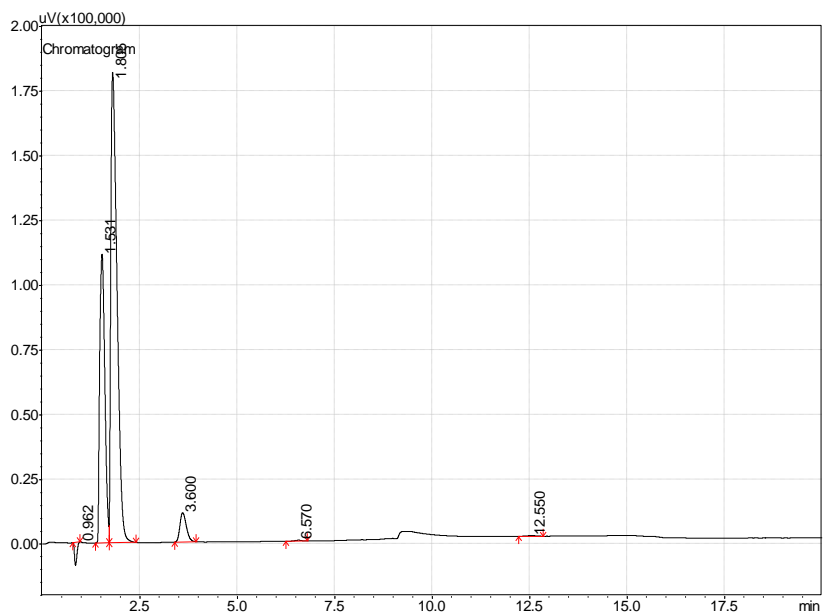
$$\text{CH}_4 = (2.12 \times 10^{-4}) / ((2.12 \times 10^{-4}) + 4.61 \times 10^{-6}) \times 100 = \text{ร้อยละ } 97.87$$

$$\text{CO}_2 = (4.61 \times 10^{-6}) / ((2.12 \times 10^{-4}) + 4.61 \times 10^{-6}) \times 100 = \text{ร้อยละ } 2.12$$

ภาคผนวก ข



รูปที่ ข-1 การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยด้วยโปรแกรม SemAfore



รูปที่ ข-2 ภาพสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

ตารางที่ ข-1 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูปท่อน คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส

WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		5424.9	7413.2	7413.2	10427	37394.7	30634.1	25476.7	35299.2	37217.6	38727.8
Ar		3496821.7	2022794.9	2022794.9	1921488.1	1030816.4	1008118.5	974355.8	960360.6	949176.1	938258.4
CO	4502350.1	0	61438.8	61438.8	63874.9	1979678	1832072.2	1838671.4	1943838	1964667.7	1972524.4
CH ₄	51612	460559.7	2016352.3	2016352.3	1837875.4	165579.3	426334.6	346506	300359.8	275381.5	254311.3
CO ₂	61870.4	0	214440.8	214440.8	339610	5509	221157.5	148511.8	75178.2	55683.4	42877

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000000	0.0000000	0.0000000	0.0000000	0.0000014	0.0000013	0.0000014	0.0000015	0.0000015	0.0000015
	CH ₄	5.6928E-05	2.4923E-04	2.4923E-04	2.2717E-04	2.0467E-05	5.2698E-05	4.2830E-05	3.7126E-05	3.4039E-05	3.1435E-05
	CO ₂	0.0000E+00	2.1261E-05	2.1261E-05	3.3671E-05	5.4620E-07	2.1927E-05	1.4724E-05	7.4536E-06	5.5208E-06	4.2511E-06
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		100.00	99.21	99.21	99.14	50.14	52.81	51.00	47.45	46.26	45.41
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	100.00	92.14	92.14	87.09	95.56	69.65	69.91	81.41	83.01	85.37
	CO ₂	0.00	7.86	7.86	12.91	2.55	28.98	24.03	16.34	13.46	11.54

ตารางที่ ข-2 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส

WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		41064.2	-50458.1	-50190.4	-47489.1	40527	37841.6	40448.9	40382	40399.3	40465.5
Ar		1121354.2	889732.9	879106.4	877000.9	876156.5	915502.6	879294.7	881442.5	874284.6	875626.6
CO	4094750.9	1859166.7	2015446.6	2023177.1	2037604.6	2040195.3	2093030.1	2048666.2	2024432.3	2037680	2048700.6
CH ₄	48343	171238.5	198131.6	197079.2	194746.7	194653.8	217231.9	195834.2	196884.1	196457.5	197533.1
CO ₂	59535.65	5037.7	5478.9	7697.4	8067.9	9165.6	6072.9	7047.6	8387.4	8879.8	9179.5

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000016	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000022	0.0000023
	CH ₄	2.2598E-05	2.6146E-05	2.6008E-05	2.5700E-05	2.5688E-05	2.8667E-05	2.5843E-05	2.5982E-05	2.5926E-05	2.6067E-05
	CO ₂	5.1906E-07	5.6452E-07	7.9310E-07	8.3127E-07	9.4437E-07	6.2572E-07	7.2615E-07	8.6419E-07	9.1492E-07	9.4580E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		48.69	29.90	28.78	28.10	27.94	29.25	27.90	28.93	27.88	27.60
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	96.64	96.05	94.78	94.80	94.91	95.73	95.16	94.85	94.66	94.10
	CO ₂	2.22	2.07	2.89	3.07	3.49	2.09	2.67	3.15	3.34	3.41

ตารางที่ ข-3 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		29270.1	41782.8	41074.2	40705	39963.1	39954.8	39973.7	40178	40255.4	39451.8
Ar		2108618	926386.4	925485.8	926331.7	925697.3	929425.3	931222	933668.5	933550.4	952869.8
CO	4502350.1	1712466.2	2038506.7	2047612.9	2057851.9	2054486.5	2047161.2	2044911.7	2049987.3	2040492.5	2027230
CH ₄	51612	89286.4	123022	125045.3	128562.6	131594.5	136534.1	139250.1	142123.2	145080.6	145954.9
CO ₂	61870.4	2325.1	3757.6	3939.7	4663	4621.6	4652.9	5557.6	5200.8	5337.9	5215.5

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000006	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000015
	CH ₄	1.1036E-05	1.5206E-05	1.5456E-05	1.5891E-05	1.6266E-05	1.6877E-05	1.7212E-05	1.7567E-05	1.7933E-05	1.8041E-05
	CO ₂	2.3053E-07	3.7255E-07	3.9061E-07	4.6232E-07	4.5821E-07	4.6132E-07	5.5102E-07	5.1564E-07	5.2923E-07	5.1710E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		79.38	44.13	43.82	43.60	43.65	44.08	44.24	44.25	44.50	45.98
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	95.90	95.03	94.71	94.12	94.33	95.18	94.41	95.58	95.02	94.79
	CO ₂	2.00	2.33	2.39	2.74	2.66	2.60	3.02	2.81	2.80	2.72

ตารางที่ ข-4 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		39385.2	41075	40851.7	40260.3	40035.7	39748.9	39702.9	40667.9	39453.3	38927.8
Ar		1179497	1018134.3	1015345.8	1016179.4	1017465.8	1019980	1024518.3	1025282.4	1028985.9	1033113.7
CO	4502350.1	1884197.8	1997880.7	2013039.1	2025861.1	2019268.1	2018547.2	2018564.8	2013551.5	2009763.8	2007417.5
CH ₄	51612	86104	103222.7	111438.8	118338	125195.4	129192.9	162238.5	142576	149677.1	151064.3
CO ₂	61870.4	4777.5	3177.4	3588.5	3440.8	4328.3	4849.7	3252.6	6313.6	5226.1	5895.2

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000010	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013	0.0000013
	CH ₄	1.0643E-05	1.2759E-05	1.3775E-05	1.4627E-05	1.5475E-05	1.5969E-05	2.0054E-05	1.7623E-05	1.8501E-05	1.8673E-05
	CO ₂	4.7367E-07	3.1503E-07	3.5579E-07	3.4114E-07	4.2913E-07	4.8083E-07	3.2248E-07	6.2597E-07	5.1815E-07	5.8449E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		64.13	55.94	55.49	55.24	55.44	55.57	55.76	55.91	56.15	56.37
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	94.81	95.23	94.76	95.60	94.39	94.93	95.44	94.22	95.34	95.67
	CO ₂	4.22	2.35	2.45	2.23	2.62	2.86	1.53	3.35	2.67	2.99

ตารางที่ ข-5 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		37489.5	38273	38208.9	38006.8	37674.6	37841.6	37915.4	37729.6	37525.7	41041.9
Ar		1025920.3	924646.8	919484.4	914282.2	913032.9	915502.6	915514.1	916779.6	917669	886586.1
CO	4409302	2018817.6	2075158.3	2088573.1	2091484.9	2092335.8	2093030.1	2086583.8	2083297.7	2076015.5	1997767
CH ₄	44026.2	215216.2	214097.4	212217.6	212535.9	214337.4	217231.9	221440.9	224531.7	227158.9	197940.3
CO ₂	53915	1630.8	7489.4	7762	5283.6	5732.5	6072.9	6420.2	6650.8	6999	6746.5

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000013	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015	0.0000015
	CH ₄	3.1186E-05	3.1024E-05	3.0751E-05	3.0797E-05	3.1058E-05	3.1478E-05	3.2088E-05	3.2536E-05	3.2916E-05	2.8682E-05
	CO ₂	1.8555E-07	8.5211E-07	8.8313E-07	6.0115E-07	6.5222E-07	6.9095E-07	7.3046E-07	7.5670E-07	7.9632E-07	7.6759E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		55.82	49.61	49.00	48.64	48.55	48.67	48.83	48.98	49.21	49.41
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	98.09	95.00	94.94	95.71	95.78	95.66	95.76	95.55	95.47	95.39
	CO ₂	0.58	2.61	2.73	1.87	2.01	2.10	2.18	2.22	2.31	2.55

ตารางที่ ข-6 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		41280.1	40399.8	40587	40760	40587.2	40491.5	40523.6	40261.7	39977.9	39404.4
Ar		982971	906118.7	904136.8	908182.3	910057.1	910184.2	912939.8	916291.9	918108.5	932174.2
CO	52556	1980391	2034712	2063112	2078404.1	2083456.9	2082083.3	2084051.6	2076067	2068816.4	2066107.4
CH ₄	74197.8	157559.4	188776.5	191939.6	195921.3	200135.7	203742.8	207998.9	212074.4	216218.4	218090.2
CO ₂	62389.65	3251.3	6284.1	6805.4	7258.8	7488.2	7663.8	5480.2	5949.5	6404.3	6482.1

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0001124	0.0001253	0.0001273	0.0001277	0.0001277	0.0001276	0.0001273	0.0001264	0.0001257	0.0001236
	CH ₄	1.3547E-05	1.6231E-05	1.6503E-05	1.6845E-05	1.7208E-05	1.7518E-05	1.7884E-05	1.8234E-05	1.8591E-05	1.8752E-05
	CO ₂	3.1967E-07	6.1786E-07	6.6911E-07	7.1369E-07	7.3625E-07	7.5351E-07	5.3882E-07	5.8496E-07	6.2968E-07	6.3733E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		54.77	49.58	48.77	48.62	48.60	48.64	48.75	49.13	49.41	50.24
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	96.22	93.81	93.53	93.47	92.90	92.75	94.51	94.30	94.22	94.20
	CO ₂	2.27	3.57	3.79	3.96	3.97	3.99	2.85	3.03	3.19	3.20

ตารางที่ ข-7 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		41214	40739	40680.9	40779.5	42939.4	41212.3	40941.9	40758.8	40732	40859.9
Ar		1015793.3	948856.9	941646.7	938391.4	913956.3	944272	933449.2	922247.3	927085.1	926971.1
CO	4502350.1	1937555.8	1982622.5	2006146.1	2020374.9	1979825.7	1990591.7	2021048	2003841.7	2029915.7	2033846.4
CH ₄	51612	107234.2	138591.4	133456	128526.3	89630.3	144384.8	117805.1	121352.5	116436.8	114482.4
CO ₂	63697.05	6486.3	7876.6	7292.1	6426.8	1138.9	4308.6	7940.1	14095.7	6596.6	6527.8

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000014	0.0000015	0.0000015	0.0000016	0.0000016	0.0000015	0.0000016	0.0000016	0.0000016	0.0000016
	CH ₄	1.3255E-05	1.7131E-05	1.6496E-05	1.5887E-05	1.1079E-05	1.7847E-05	1.4561E-05	1.5000E-05	1.4392E-05	1.4151E-05
	CO ₂	6.2465E-07	7.5854E-07	7.0225E-07	6.1892E-07	1.0968E-07	4.1493E-07	7.6466E-07	1.3575E-06	6.3527E-07	6.2865E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		51.57	46.95	45.91	45.33	45.00	46.48	45.03	44.83	44.41	44.29
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	93.48	92.83	93.22	94.11	97.90	96.80	91.70	88.46	93.76	93.78
	CO ₂	4.41	4.11	3.97	3.67	0.97	2.25	4.82	8.01	4.14	4.17

ตารางที่ ข-8 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 15 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		40845.2	44978.2	43930.4	43342.2	42852.7	42499.3	42039.1	41851.1	41470	41215.3
Ar		1237737.6	1028367.6	1186204.1	1077517	1377341.7	1258773.4	1202247.5	1329280.8	927503.7	1353963.9
CO	4502350.1	1982153.5	2253500.1	2235898.1	2486402.9	2376153.5	2099367.2	2308403.2	2393156.1	1245622.1	2248259.9
CH ₄	51612	147611.1	159692.8	157685.9	162861.9	168766.3	174897.3	180305.3	186378.8	2138720.4	197162.4
CO ₂	61870.4	3535.7	4175.1	5085.3	5215.5	5718.8	6442.4	6635	6940.3	6959.7	7507.8

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000010	0.0000014	0.0000012	0.0000015	0.0000011	0.0000011	0.0000013	0.0000012	0.0000009	0.0000011
	CH ₄	1.8246E-05	1.9739E-05	1.9491E-05	2.0131E-05	2.0861E-05	2.1618E-05	2.2287E-05	2.3038E-05	2.6436E-04	2.4371E-05
	CO ₂	3.5055E-07	4.1395E-07	5.0419E-07	5.1710E-07	5.6700E-07	6.3874E-07	6.5784E-07	6.8810E-07	6.9003E-07	7.4437E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		64.04	50.80	57.68	48.19	61.27	62.55	56.89	59.58	69.85	62.72
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	96.92	97.25	95.47	95.50	95.35	95.21	95.23	95.15	99.53	95.17
	CO ₂	1.86	2.04	2.47	2.45	2.59	2.81	2.81	2.84	0.26	2.91

ตารางที่ ข-9 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยซิลิกาที่อะลูมินาร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก

อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส WHSV = 75 มิลลิลิตร/นาที่/กรัมตัวเร่งปฏิกิริยา

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 20 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 1 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
H ₂		40845.2	44978.2	43930.4	43342.2	42852.7	42499.3	42039.1	41851.1	41470	41215.3
Ar		1237737.6	1028367.6	1186204.1	1077517	1377341.7	1258773.4	1202247.5	1329280.8	927503.7	1353963.9
CO	4502350.1	1982153.5	2253500.1	2235898.1	2486402.9	2376153.5	2099367.2	2308403.2	2393156.1	1245622.1	2248259.9
CH ₄	51612	147611.1	159692.8	157685.9	162861.9	168766.3	174897.3	180305.3	186378.8	2138720.4	197162.4
CO ₂	61870.4	3535.7	4175.1	5085.3	5215.5	5718.8	6442.4	6635	6940.3	6959.7	7507.8

นาที่		10	30	50	70	90	110	130	150	170	190
โมล	CO	0.0000010	0.0000014	0.0000012	0.0000015	0.0000011	0.0000011	0.0000013	0.0000012	0.0000009	0.0000011
	CH ₄	1.8246E-05	1.9739E-05	1.9491E-05	2.0131E-05	2.0861E-05	2.1618E-05	2.2287E-05	2.3038E-05	2.6436E-04	2.4371E-05
	CO ₂	3.5055E-07	4.1395E-07	5.0419E-07	5.1710E-07	5.6700E-07	6.3874E-07	6.5784E-07	6.8810E-07	6.9003E-07	7.4437E-07
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		64.04	50.80	57.68	48.19	61.27	62.55	56.89	59.58	69.85	62.72
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	96.92	97.25	95.47	95.50	95.35	95.21	95.23	95.15	99.53	95.17
	CO ₂	1.86	2.04	2.47	2.45	2.59	2.81	2.81	2.84	0.26	2.91

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวนรรฎฐวรรณ ถกตเกียรติกุล เกิดเมื่อวันที่ 17 พฤษภาคม พ.ศ.2531 ที่จังหวัดมุกดาหาร สำเร็จการศึกษาปริญญาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ในปี พ.ศ.2552 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรระดับปริญญา มหาบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย กำลังจะจบการศึกษาระดับปริญญาโทในปีการศึกษา 2555

ประสบการณ์นำเสนอผลงาน

นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ หัวข้อ “Co/SiO₂ Nanofiber as a CO Hydrogenation Catalyst” ในงาน The 24th International Symposium on Chemical Engineering จัดขึ้นโดย Kyushu Sangyo University and Kyushu Branch, The Society of Chemical Engineers วันที่ 2-4 ธันวาคม พ.ศ. 2554 ที่เมืองคยองจู ประเทศเกาหลีใต้