

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาโดยเทคนิคโซล-เจลและอิเล็กโทรสปินนิงสำหรับ
การสังเคราะห์ฟิลเซอร์-ทอพอซ์



นางสาวศิริวรรณ แสงประชุม

ศูนย์วิทยทรัพยากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF SILICA FIBER SUPPORTED COBALT CATALYST BY SOL-GEL AND
ELECTROSPINNING TECHNIQUE FOR FISCHER-TROPSCH



Miss Siriwan Sangprachum

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2009

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาโดยเทคนิคโซล-เจลและอิเล็กโทรสปินนิงสำหรับการสังเคราะห์ฟอสเฟต-เทอร์อปซ์

โดย

นางสาว ศิริวรรณ แสงประทุม

สาขาวิชา

เคมีเทคนิค

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

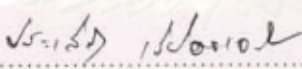
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นักศึกษานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. ธราพงษ์ วิจิตตานนท์)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นพิตา นิยุชีระนันท์)


..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(อาจารย์ ดร. ชนาธิป สามารถ)

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศิววรรณ แสงประทุม : การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาโดยเทคนิคโซล-เจลและอิเล็กโทรสปินนิงสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ (PREPARATION OF SILICA FIBER SUPPORTED COBALT CATALYST BY SOL-GEL AND ELECTRO-SPINNING TECHNIQUE FOR FISCHER-TROPSCH) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผศ.ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ , 80 หน้า.

ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ถูกเตรียมเป็น 2 ขั้นตอน คือ อิเล็กโทรสปินนิง และ การเคลือบ ขั้นตอนที่หนึ่งเส้นใยซิลิกาถูกเตรียมโดยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงด้วยภาวะที่เหมาะสม คือ ระยะทางระหว่างปลายเข็มและจาก 15 เซนติเมตร, ความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์ และขนาดเข็ม 0.4 มิลลิเมตร เส้นใยที่เตรียมได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 690 นาโนเมตร ซึ่งถูกวิเคราะห์ด้วย SEM การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาถูกเตรียมโดยการเคลือบสารละลายโคบอลต์แอซีเตทที่มีความเข้มข้นของโลหะแตกต่างกัน ได้แก่ ร้อยละ 5, 10 และ 20 โดยน้ำหนัก แล้วตามด้วยการอบ และการเผา ขั้นตอนสุดท้ายตัวเร่งปฏิกิริยาถูกตรวจสอบลักษณะโดย XRD, TPR, BET, TEM และ SEM/EDS และเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรุกรุน เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาทดสอบการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ โดยศึกษาตัวแปรของการทดลองที่เกี่ยวข้อง 3 ตัวแปร ได้แก่ อุณหภูมิ ตัวรองรับ และปริมาณโคบอลต์ ในการสังเคราะห์ใช้ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 240 260 และ 280 องศาเซลเซียสพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 280 องศาเซลเซียส ทำให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนสูงถึงร้อยละ 61.79 เมื่อศึกษาผลของตัวรองรับ ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรุกรุนมีค่ามากกว่า แต่ในทางกลับกันค่าการเปลี่ยนมีเทน และคาร์บอนมอนอกไซด์มีค่าต่ำกว่า ปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 5 10 และ 20 ถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส การเพิ่มปริมาณโคบอลต์ทำให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนสูงขึ้น เนื่องจากปริมาณโคบอลต์ที่ถูกรีดิวซ์มีปริมาณเพิ่มขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา.....เคมีเทคนิค..... ลายมือชื่อนิสิต.....
 สาขาวิชา.....เคมีเทคนิค..... ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....
 ปีการศึกษา.....2552.....

5072489523 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORDS : catalysts / sol-gel / electrospinning / fiber / Fischer-Tropsch

Siriwan Sangprachum : PREPARATION OF SILICA FIBER SUPPORTED
COBALT CATALYST BY SOL-GEL AND ELECTROSPINNING TECHNIQUE
FOR FISCHER-TROPSCH. THESIS ADVISOR : Asst.Prof. Prasert
Reubroycharoen, Ph.D. 80 pp.

Co/SiO₂ fiber catalysts were prepared by a sol-gel and electrospinning technique with impregnation method. Firstly, SiO₂ fibers were prepared at the optimum condition, tip-to-collector (TCD) of 15 cm., applied voltage of 20 kV and needle size of 0.4 mm. The prepared fibers exhibited the smallest diameter of 690 nm analyzed and measured by SEM. Then, Co/SiO₂ fiber catalysts were prepared by impregnating a solution of cobalt acetate at different metal loading such as 5, 10 and 20%wt, following by drying and calcination. Finally, the nanofiber catalysts were characterized by XRD, temperature-programmed reduction (TPR), BET, TEM and SEM/EDS and comparing to the conventional porous catalysts. The obtained catalysts were tested in Fischer-Tropsch synthesis. The three parameters were observed such as temperature, support (porous and fiber) and cobalt content. The operated temperature in Fischer-Tropsch synthesis were 240 260 and 280°C. The most value of %selectivity CH₄ was 280°C. when supports were studied the results revealed that porous catalyst has %conversion more than fiber catalyst. Percent loading of cobalt were studied such as 5 10 and 20 indicated the higher %wt of cobalt the higher %selectivity CH₄ and CO₂.

Department : Chemical Technology

Student's Signature *Siriwan Sangprachum*

Field of Study : Chemical Technology

Advisor's Signature *P. Reubroycharoen*

Academic Year : 2009

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ ที่ให้คำปรึกษา, ช่วยแก้ไขปัญหา และให้ความรู้ในการทำวิทยานิพนธ์ ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิทิตสานต์, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นพิตา หิญาธีระนันท์ และ อาจารย์ ดร.ชนาธิป สามารถ ที่มาเป็นประธาน และกรรมการในการสอบ เพื่อให้คำแนะนำ และชี้ให้เห็นข้อผิดพลาดในการทำวิทยานิพนธ์ และขอขอบคุณช่างเทคนิคภาควิชาเคมีเทคนิค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ช่วยเหลือด้านเครื่องมือ และซ่อมแซมเครื่องมือที่ชำรุด

ขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียมปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูงที่ให้การสนับสนุนด้านการเงินในการทำวิทยานิพนธ์



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
1.5 วิธีการดำเนินงาน.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 กระบวนการโซล-เจล.....	4
2.1.1 กระบวนการโซล-เจลของซิลิกอนอัลคอกไซด์.....	5
2.1.2 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิส.....	7
2.1.3 ปฏิกริยากอนเดนเซชัน.....	10
2.2 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	11
2.2.1 ปัจจัยจากสารละลายพอลิเมอร์.....	13
2.2.1.1 ความหนืด.....	13
2.2.1.2 แรงตึงผิว.....	13
2.2.2 ปัจจัยภายในกระบวนการ.....	14
2.2.2.1 ความต่างศักย์.....	14
2.2.2.2 อัตราป้อน.....	16

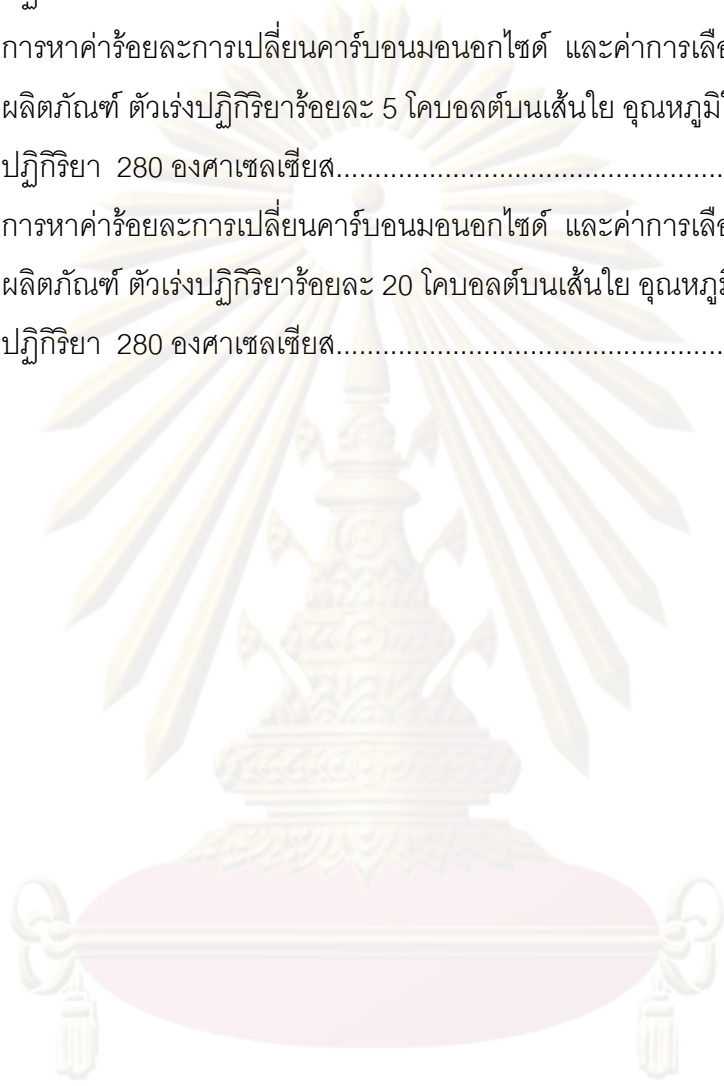
บทที่	ช หน้า
2.2.2.3 คุณสมบัติ.....	16
2.2.2.4 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม.....	17
2.2.2.5 ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับ.....	17
2.2.3 ปัจจัยภายนอก.....	18
2.2.3.1 ความชื้น.....	19
2.3 กระบวนการพืซเซอร์-ทรอปซ์.....	20
2.3.1 ภาวะทั่วไปในการสังเคราะห์พืซเซอร์-ทรอปซ์.....	20
2.3.2 วิธีปฏิกิริยาในการสังเคราะห์พืซเซอร์-ทรอปซ์.....	20
2.3.3 การควบคุมการเลือกเกิดในการสังเคราะห์พืซเซอร์-ทรอปซ์.....	21
2.3.3.1 คุณสมบัติ.....	21
2.3.3.2 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	22
2.3.3.3 แก๊สองค์ประกอบ ความดันย่อย และความดันรวม.....	22
2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	25
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	25
3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	25
3.1.2 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยา.....	26
3.1.3 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดสอบปฏิกิริยาพืซเซอร์-ทรอปซ์.....	26
3.2 สารเคมี.....	26
3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	27
3.3.1 การเตรียมสารละลายซิล-เจล.....	27
3.3.2 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	27
3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา.....	28
3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเส้นใย.....	28
3.3.4.1 BET surface area.....	28
3.3.4.2 Scanning Electron Microscopy.....	29
3.3.4.3 Temperature Programmed Reduction.....	29
3.3.4.4 X-ray Diffraction.....	30

บทที่	หน้า
3.4 วิธีการทดสอบปฏิกิริยาฟิชเชอร์-ทรอปซ์.....	30
3.5 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาฟิชเชอร์-ทรอปซ์.....	31
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ข้อมูล.....	32
4.1 การตรวจสอบลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	32
4.1.1 ผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม.....	32
4.1.2 ผลของระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ.....	34
4.1.3 ผลของความต่างศักย์.....	36
4.1.4 ผลของอุณหภูมิในการเผา.....	39
4.1.5 พื้นที่ผิวของตัวรองรับแบบรูพรุน และแบบเส้นใย.....	41
4.1.6 ผลของปริมาณโคบอลต์ที่เคลือบบนเส้นใยซิลิกา.....	43
4.1.7 ลักษณะผลิตภัณฑ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา.....	46
4.1.8 ผลของตัวรองรับที่มีต่อการรีดิวซ์.....	47
4.1.9 ผลของปริมาณโคบอลต์ที่มีต่อการรีดิวซ์.....	48
4.2 การสังเคราะห์ฟิชเชอร์-ทรอปซ์.....	49
4.2.1 ผลของตัวรองรับ.....	49
4.2.2 ผลของอุณหภูมิ.....	54
4.2.3 ผลของปริมาณโคบอลต์.....	56
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....	59
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	59
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	60
รายการอ้างอิง.....	61
ภาคผนวก	64
ภาคผนวก ก.....	65
ภาคผนวก ข.....	71
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	80

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	เปรียบเทียบราคาของโลหะในการสังเคราะห์พีชเซอร์-ทรอปซ์.....	22
3.1	ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ.....	31
4.1	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยโดยเปลี่ยนแปลงพารามิเตอร์ 3 พารามิเตอร์ คือ ขนาดเข็ม ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ และความต่างศักย์.....	39
4.2	การเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวรองรับที่มีรูพรุนกับตัวรองรับแบบเส้น.....	41
4.3	ร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์ออกไซด์บนซิลิกาออกไซด์.....	45
4.4	ร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์ออกไซด์บนซิลิกาออกไซด์.....	49
4.5	ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใยในปฏิกิริยาพีชเซอร์-ทรอปซ์ ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	51
4.6	ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยในการสังเคราะห์พีชเซอร์ -ทรอปซ์ เมื่อเปลี่ยนปริมาณโคบอลต์.....	57
ข-1	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส.....	72
ข-2	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 260 องศาเซลเซียส.....	73
ข-3	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 240 องศาเซลเซียส.....	74
ข-4	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส.....	75
ข-5	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 260 องศาเซลเซียส.....	76

ข-6	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 240 องศาเซลเซียส.....	77
ข-7	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส.....	78
ข-8	การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 20 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส.....	79



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	การเปลี่ยนแปลงสถานะจากโซลเป็นเจล.....	4
2.2	พฤติกรรมของการเกิดพอลิเมอร์ของอนุภาคซิลิกาในสารละลายน้ำ (A) ในสารละลายกรดหรือมีการเติมเกลือ อนุภาครวมกลุ่มกันเป็นโครงข่าย 3 มิติ และเกิดเป็นเจล (B) ในสารละลายเบสอนุภาคขนาดใหญ่เกิดขึ้นและจำนวนอนุภาคลดลง.....	7
2.3ก	กลไกการเกิดเบสคะตะไลซีไฮโดรไลซิสของไซเลนเอสเทอร์.....	8
2.3ข	กลไกการเกิดไฮโดรเนียมคะตะไลซีไฮโดรไลซิสของไซเลนเอสเทอร์.....	8
2.4	กลไกการเกิดไฮโดรไลซิสของ TEOS ที่เกิดการกลับด้านของโมเลกุลในโครงสร้าง Tetrahedron ของซิลิกอน.....	9
2.5	กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS ที่ไม่เกิดการกลับด้านของโมเลกุลในโครงสร้าง Tetrahedron ของซิลิกอน.....	10
2.6	ไดอะแกรมของกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ปืนนิ่ง.....	12
2.7	(A) ความหนืดสูง, โมเลกุลตัวทำละลายเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของพอลิเมอร์ (B) ความหนืดต่ำ, โมเลกุลตัวทำละลายมีแนวโน้มรวมตัวภายใต้การกระทำของแรงตึงผิว.....	14
2.8	เส้นใยพอลิคาร์โพรแลคโตน (A) เกิดเม็ดปิดในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ปืนนิ่งเมื่อให้ความต่างศักย์ 6 กิโลโวลต์ (B) เส้นใยที่ปราศจากเม็ดปิดเมื่อให้ความต่างศักย์ 22 กิโลโวลต์.....	15
2.9	เส้นใยพอลิคาร์โพรแลคโตนมีขนาดเม็ดปิดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราป้อน (a) 0.5 มิลลิลิตร/ชั่วโมง (b) 2 มิลลิลิตร/ชั่วโมง.....	16
2.10	เส้นใยไนลอน 6,6 (a) ระยะทาง 2 ซม. (b) ระยะทาง 0.5 ซม.....	18
2.11	ภาพ FESEM ของเส้นใยพอลิซิลิโคน/เตตระไฮโดรฟูเรนเมื่อความชื้นเปลี่ยนแปลง (a) น้อยกว่าร้อยละ 25 (b) ร้อยละ 31-38 (c) ร้อยละ 40-45 (d) ร้อยละ 50-59 (e) ร้อยละ 60-72.....	19
2.12	กลไกการเกิดแอลคิลในการสังเคราะห์พีซีเซอร์-ทรอปซ์.....	21
3.1	การติดตั้งเครื่องมือในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ปืนนิ่ง.....	27
3.2	แผนภาพแสดงโปรแกรมอุณหภูมิการรีดิวซ์.....	29

		๓
3.3	แผนภาพแสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในกระบวนการฟิชเชอร์-ทรอปซ์.....	30
4.1	ลักษณะเส้นไอโซธิกาโดยใช้ขนาดเข็มที่แตกต่างกัน (ก) 0.6 (ข) 0.4 และ (ค) 0.1 มิลลิเมตร เมื่อค่าความต่างศักย์ เท่ากับ 15 กิโลโวลต์ และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร.....	33
4.2	ลักษณะเส้นไอโซธิกาโดยใช้ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากแตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 25 เซนติเมตร เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ ความต่างศักย์ เท่ากับ 15 กิโลโวลต์.....	35
4.3	ลักษณะเส้นไอโซธิกาโดยใช้ความต่างศักย์ที่แตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 25 เซนติเมตร เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร.....	37
4.4	การกระจายตัวขนาดเส้นไอโซธิกาโดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 25 กิโลโวลต์ เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร.....	38
4.5	ลักษณะเส้นไอโซธิกาหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 300 (ข) 400 และ (ค) 500 องศาเซลเซียส.....	40
4.6	ไนโตรเจน adsorption isotherm ของตัวรองรับแบบเส้นไอโซธิกา.....	42
4.7	ไนโตรเจน adsorption isotherm ของตัวรองรับแบบมีรูพรุน.....	42
4.8	ลักษณะเส้นไอโซธิกาจากภาพ SEM ที่ถูกเคลือบด้วยร้อยละโดยน้ำหนักของ โคบอลต์แตกต่างกัน (ก) ร้อยละ 5 (ข) ร้อยละ 10 และ (ค) ร้อยละ 20.....	44
4.9	ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นไอโซธิกา.....	45
4.10	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ (ก) เส้นไอโซธิกา (ข) ร้อยละ 10 โคบอลต์/ซีลีกา แบบมีรูพรุน (ค) ร้อยละ 5 โคบอลต์/เส้นไอโซธิกา (ง) ร้อยละ 10 โคบอลต์/เส้น ไอโซธิกา (จ) ร้อยละ 20 โคบอลต์/เส้นไอโซธิกา.....	46
4.11	ลักษณะการรีดิวซ์ของ (ก) ร้อยละ 10 โคบอลต์/ซีลีกาแบบมีรูพรุน (ข) ร้อยละ 10 โคบอลต์/เส้นไอโซธิกา.....	47
4.12	ลักษณะการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นไอโซธิกาโดยมีปริมาณ โคบอลต์ที่ต่างกัน (ก) ร้อยละ 5 (ข) ร้อยละ 10 (ค) ร้อยละ 20.....	48
4.13	เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนแปลงคาร์บอนนอกไซต์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัว รองรับแบบมีรูพรุน และเส้นไอโซธิกาที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศา เซลเซียส	50

.....	๗	
4.14	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศาเซลเซียส.....	52
4.15	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศาเซลเซียส.....	53
4.16	เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส.....	54
4.17	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส.....	55
4.18	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส.....	55
4.19	เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส.....	56
4.20	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส.....	56
4.21	เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส.....	57
ข-1	การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยด้วยโปรแกรม SemAfore.....	71

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันความต้องการใช้พลังงานเพิ่มขึ้นอย่างมาก ทำให้แหล่งพลังงานที่สำคัญอย่างเชื้อเพลิงฟอสซิล ได้แก่ น้ำมัน ก๊าซธรรมชาติ และถ่านหินลดลงอย่างรวดเร็ว ทั้งยังส่งผลให้ราคาน้ำมันเพิ่มขึ้นด้วย ดังนั้นนักวิทยาศาสตร์จึงคิดค้นการผลิตเชื้อเพลิงในรูปแบบอื่นเพื่อนำมาเป็นพลังงานทดแทน เช่น ไบโอดีเซล เซลล์เชื้อเพลิง และเชื้อเพลิงจากแก๊สสังเคราะห์ หรือเรียกว่า การสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ (Fischer-Tropsch synthesis) ซึ่งการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการนี้มีสารตั้งต้นเป็นแก๊สคาร์บอนนอกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น มีเทน (CH_4) โพรเพน (C_3H_8) และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนคาร์บอนตั้งแต่ 5 อะตอม อีกทั้งเชื้อเพลิงที่ได้จากแก๊สสังเคราะห์ยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเป็นเชื้อเพลิงที่สะอาด แต่ในกระบวนการนี้จำเป็นต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมด้วย โดยทั่วไปตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยสองส่วนที่สำคัญคือ โลหะที่ว่องไว (Active site) และตัวรองรับ (Support) โลหะที่ว่องไวที่ใช้ส่วนใหญ่ คือ โคบอลต์ เหล็ก รูทีเนียม แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีสำหรับการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์คือโคบอลต์เพราะมีความว่องไว และค่าการเลือกเกิด (selectivity) สูง เกิดปฏิกิริยาออกเตอร์แก๊สซิฟิเคชันต่ำ [1] และมีราคาไม่สูงมากนัก ส่วนตัวรองรับก็มีความสำคัญต่อการกระจายตัวของโลหะ ยิ่งตัวรองรับมีพื้นที่ผิวมากก็ยิ่งทำให้โลหะกระจายตัวได้ดี ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ตัวรองรับที่นิยมใช้คือซิลิกา เพราะมีความเฉื่อย (inertness) จึงไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตั้งต้น สามารถทนความร้อนได้ดี โดยทั่วไปตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในปัจจุบันมักมีลักษณะตัวรองรับเป็นรูพรุน ซึ่งยังมีปัญหาการอุดตันในรูพรุนเนื่องจากการควบแน่นของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาขาดความว่องไว (deactivated catalyst) และเกิดความดันตกคร่อม (pressure drop) เพื่อแก้ปัญหาเหล่านี้จึงได้นำเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง (Electrospinning) ร่วมกับโซล-เจล มาสังเคราะห์ตัวรองรับชนิดใหม่ที่มีลักษณะเป็นเส้นใย [2] และพัฒนาให้เส้นใยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับต่ำกว่าไมโครเมตรถึงนาโนเมตร ซึ่งจะส่งผลให้ตัวรองรับมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากขึ้นและเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเส้นใยที่ได้จะมีความแข็งแรง ทนความร้อนได้ดี และง่ายต่อการเตรียม

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาการเตรียมเส้นใยซิลิกาด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง
2. ผลิตเส้นใยซิลิกาเพื่อนำมาใช้เป็นตัวรองรับในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา
3. ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการฟิสิกส์-ทรอปซ์

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเพื่อสังเคราะห์เส้นใยที่มีขนาดเล็ก และมีสมบัติที่ดี
2. สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา และนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ
3. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปทดสอบประสิทธิภาพในการกระบวนการฟิสิกส์-ทรอปซ์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้างเป็นเส้นใยสำหรับการสังเคราะห์ฟิสิกส์-ทรอปซ์

1.5 วิธีดำเนินการวิจัย

1. ค้นคว้าทฤษฎีและการทดลองต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง
2. จัดหาอุปกรณ์ เครื่องมือการทดลอง และสารเคมี
3. เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ออกไซด์บนเส้นใยซิลิกาด้วยกระบวนการโซล-เจล และกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง

โดยมีอัตราส่วนดังนี้ ethanol:TEOS:H₂O:HCl เท่ากับ 1 : 2 : 2 : 0.01

- ร้อยละโคบอลต์ที่จะเคลือบลงบนตัวรองรับร้อยละ 5 10 และ 20
- ระยะทางในการฉีดยเส้นใยเป็น 15 20 และ 25 เซนติเมตร
- อุณหภูมิในการเผาเป็น 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส

4. ตรวจสอบลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

- พื้นที่ผิว (BET surface area)
- ขนาดของเส้นใย (Scanning electron microscope and SemAfore)
- อุณหภูมิในการรีดิวซ์ (Temperature programmed reduction)
- การเกิดผลึกเตตระโคบอลต์ออกไซด์ (X-ray diffraction)
- การกระจายตัวของอนุภาคโลหะ (Transmission electron microscopy)

5. ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันคาร์บอนมอนนอกไซด์ในเครื่องปฏิกรณ์เบดนิ่งที่อุณหภูมิ 240 ถึง 280 องศาเซลเซียส

6. วิเคราะห์และเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด

7. รวบรวมและวิเคราะห์ผลการทดลอง



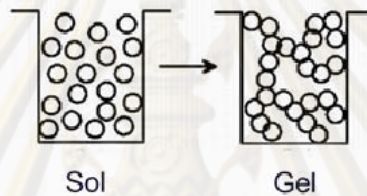
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

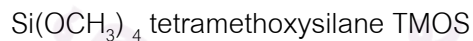
2.1 กระบวนการโซล-เจล (sol-gel)

กระบวนการผลิตโดยวิธีโซล-เจล [3, 4] เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิก และแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไป กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นของแข็งที่เรียกว่า “เจล” ดังภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 การเปลี่ยนแปลงสถานะจากโซลเป็นเจล [5]

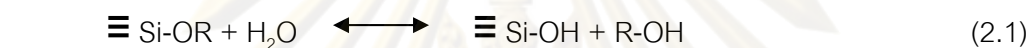
เทคนิคโซล-เจล เป็นกระบวนการหนึ่งที่มีการนำมาใช้ประโยชน์ อย่างกว้างขวาง เนื่องจากสามารถปรับเปลี่ยน รูปทรงของตัววัสดุได้ตามต้องการ นอกจากนี้ยังมีคุณสมบัติเด่นคือ เป็นเทคนิคในการผลิตเส้นใยซิลิกาที่มีคุณภาพ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิจัยอื่นๆ ได้ ผลิตภัณฑ์ประเภทซิลิเกตเจล (เจลที่มีโครงสร้างพื้นฐานเป็น SiO) ถูกนำมาใช้ในเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันพอลิเมอร์ไรเซชันของซิลิกอนอัลคอกไซด์ ซึ่งมีสูตรทั่วไปคือ $\text{Si}(\text{OR})_4$ โดยส่วนใหญ่แล้วหมู่อ R คือ เมทิล หรือเอทิล ซึ่งสารตั้งต้นที่นิยมใช้มีชื่อ และตัวอย่างดังนี้



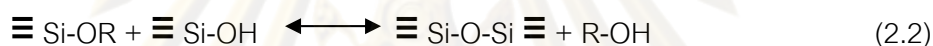
TEOS (tetraethyl ortho silicate) เป็นหนึ่งในสารประกอบที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์เจล เนื่องจากจากสาร TEOS สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ (Hydrolysis) ได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งปฏิกิริยาที่สมบูรณ์จะขึ้นอยู่กับ ปริมาณน้ำ แอลกอฮอล์ และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้

2.1.1 กระบวนการโซล-เจลของซิลิกอนอัลคอกไซด์

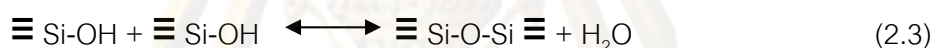
กระบวนการโซล-เจลของซิลิกอนอัลคอกไซด์ [6,7,8] เกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสตามด้วยปฏิกิริยาคอนเดนเซชันโพลิเมอร์ไรเซชันของซิลิกอนอัลคอกไซด์ (Si-O-R) และมีกรดเกลือ (mineral acid เช่น HCl) หรือเบส (เช่น NH₃) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจากหมู่ฟังก์ชัน (หมู่อัลคอกไซด์ (-OR) และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) เนื่องจากน้ำและแอลคอกซิเลนไม่ละลายเข้าด้วยกัน จึงต้องมีตัวทำละลายที่ทำให้สารทั้งสองรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน เช่น แอลกอฮอล์ แต่อย่างไรก็ตามเจลสามารถเตรียมจากซิลิกอนแอลคอกไซด์-วอเตอร์ (siliconalkoxyde-water) โดยปราศจากการเติมตัวทำละลาย เนื่องจากในปฏิกิริยาเกิดแอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการโซล-เจล [8] ร่วมกับปฏิกิริยาย้อนกลับ มีดังนี้



ปฏิกิริยาคอนเดนเซชันที่ผลิตแอลกอฮอล์



ปฏิกิริยาคอนเดนเซชันที่ผลิตน้ำ

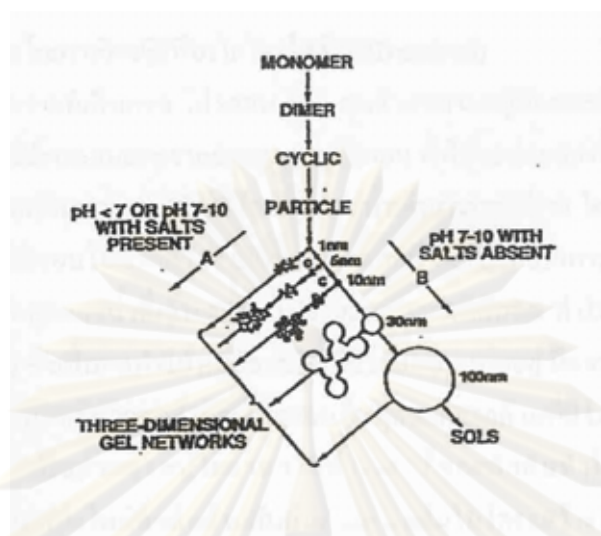


ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (สมการที่ 2.1) เกิดจากการแทนที่หมู่อัลคอกไซด์ (-OR) ด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ตามด้วยปฏิกิริยาคอนเดนเซชันซึ่งเกิดจากการรวมหมู่ซิลานอล (-Si-OH) เพื่อสร้างพันธะซิลิโเซน (-Si-O-Si) เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียง (by product) เป็นแอลกอฮอล์ (R-OH) (สมการที่ 2.2) หรือน้ำ (สมการที่ 2.3) ซึ่งในสภาวะโดยทั่วไป การเริ่มต้นของปฏิกิริยาคอนเดนเซชันจะเกิดขึ้นก่อนปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเสร็จสมบูรณ์เนื่องจากน้ำ และซิลิกอนอัลคอกไซด์ไม่ละลายเข้ากันจึงนิยมใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายร่วม แต่อย่างไรก็ตามเจลสามารถเตรียมได้จากการผสมของซิลิกอนอัลคอกไซด์ และน้ำโดยไม่ต้องอาศัยตัวทำละลายร่วมเพราะแอลกอฮอล์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่เกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมีปริมาณเพียงพอที่จะทำให้สารตั้งต้นทั้งสองละลายเข้ากันได้ ลำดับของการเกิดปฏิกิริยาเหล่านี้รวมทั้งการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับได้ในระบบที่มีและไม่มีแอลกอฮอล์จะมีผลต่อลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นซึ่งจะกล่าวต่อไป

ในกระบวนการโซล-เจลผลิตภัณฑ์เบื้องต้นคือโซล เมื่อปล่อยให้ทิ้งไว้โซลจะค่อยๆ เกิดพันธะเชื่อมต่อกันเป็นเจลซึ่งจะเป็นผลิตภัณฑ์สุดท้าย โซลจะสามารถเกิดได้ 2 ลักษณะคือ พาร์ติคิวเลทโซล (particulate sols) โดยทั่วไปเมื่อโซลมีขนาดมากกว่า 5 nm และพอลิเมอร์โซล (polymeric sols) ในกรณีที่โซลมีขนาดน้อยกว่า 1 nm ทำให้เจลที่เกิดตามมาแบ่งออกเป็น 2

ลักษณะเช่นเดียวกัน คือ พาร์ติคิวเลทเจล (particulate gels) และพอลิเมอร์เจล (polymeric gels) โดยที่พาร์ติคิวเลทเจล หมายถึง มวลลักษณะยึดหยุ่นได้เกิดจากอนุภาคซิลเชื่อมโยงกันอย่างแรงที่ผิว (surface force) เช่น แรงแวนเดอร์-วาลส์ เกิดเป็นโครงสร้าง (network) ขึ้น ส่วน พอลิเมอร์เจล หมายถึงมวลลักษณะยึดหยุ่นได้ซึ่งเกิดจากการเชื่อมโยงซิลด้วยพันธะโควาเลนต์

การเกิดเจลทั้งสองลักษณะสามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้ ในกรณีของพาร์ติคิวเลทเจลสามารถอธิบายได้โดยอาศัยภาพที่ 2.2 ซึ่ง Engelhardt และคณะ (1977) และ Iler (1979) พบว่าระบบที่มีน้ำปริมาณมากเกินพอและไม่ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายร่วม ลักษณะของเจลที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายน้ำ กล่าวคือ ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างต่ำกว่า 7 อนุภาคที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กมาเกาะด้วยแรงแวนเดอร์-วาลส์ ลักษณะเช่นนี้สามารถเกิดขึ้นในระบบที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างสูงขึ้น (ค่าความเป็นกรด-ด่างในช่วง 7-10) เมื่อมีเกลืออยู่ในระบบเนื่องจากเกลือทำหน้าที่ลดแรงผลักระหว่างอนุภาค ทำให้อนุภาคเกาะตัวกันเป็นโครงข่ายเจลได้ง่ายขึ้น ส่วนในระบบที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างอยู่ในช่วง 7-10 และไม่มีเกลือ อนุภาคจะโตขึ้นมากเป็นซิลที่เสถียรซึ่งจะไม่สามารถเกาะตัวเป็นเจลได้ สำหรับกลไกการเกิดเจลในกรณีของพาร์ติคิวเลทเจล ปฏิกิริยาคอนเดนเซชันเกิดในทางที่จะได้พันธะซิลโอเซนมากที่สุด และเหลือกลุ่มไฮดรอกซิล (-OH) น้อยที่สุดอยู่ที่ปลายของโมเลกุล ดังนั้นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาคอนเดนเซชันเกิดขึ้นอย่างเป็นลำดับโดยเริ่มจากโมโนเมอร์ ไตรเมอร์ที่เป็นเส้นตรง ไตรเมอร์ที่เป็นวง เตตระเมอร์ที่เป็นวง จนกระทั่งได้วงของพอลิเมอร์ที่ใหญ่ขึ้น จนเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้นนั่นเอง (ภาพที่ 2.2B) จะเห็นได้ว่าการเกิดอนุภาคในลักษณะนี้จะต้องอาศัยปัจจัย 2 ประการ คือ การแตกตัวของวงพอลิเมอร์ (depolymerization ซึ่งเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับของสมการที่ 2.2 หรือ 2.3) และการเติมโมโนเมอร์เข้าสู่วงพอลิเมอร์พบว่าการเพิ่มขนาดอนุภาคจะหยุดเมื่อความแตกต่างระหว่างความสามารถในการละลายของอนุภาค (การสลายพันธะของซิลโอเซน) ที่เล็กที่สุดและอนุภาคที่ใหญ่ที่สุดเพียง 2-3 ส่วนในล้านส่วน (2-3 ppm) เท่านั้น จากนั้นแต่ละอนุภาคซึ่งมีลักษณะเป็นคอลลอยด์อยู่ในของเหลวเกิดแรงดึงดูดซึ่งกันและกันด้วยแรงแวนเดอร์-วาลส์เกาะกันเป็นโซ่ของอนุภาค จนกระทั่งเกิดเป็นโครงข่ายซึ่งแผ่ขยายในตัวกลางที่เป็นของเหลวมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจนมีลักษณะเป็นเจล การเพิ่มขนาดของอนุภาคและการเกาะกลุ่มของอนุภาคสามารถที่จะเกิดขึ้นพร้อมกันได้ขึ้นอยู่กับภาวะที่ใช้ในการทดลอง



ภาพที่ 2.2 พฤติกรรมการเกิดพอลิเมอร์ของอนุภาคซิลิกาในสารละลายน้ำ (A) ในสารละลายกรด หรือมีการเติมเกลือ อนุภาครวมกลุ่มกันเป็นโครงข่าย 3 มิติ และเกิดเป็นเจล (B) ในสารละลายเบส อนุภาคขนาดใหญ่เกิดขึ้นและจำนวนอนุภาคลดลง

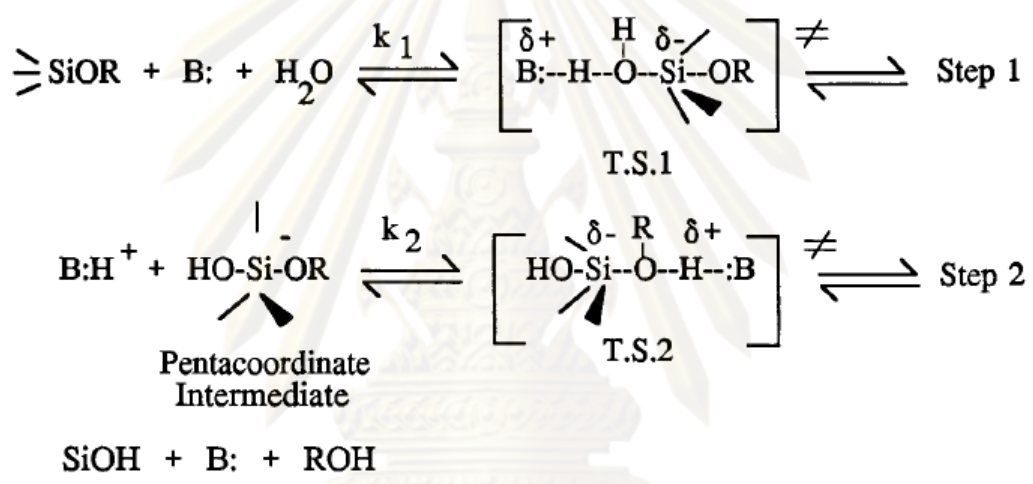
ส่วนในกรณีของพอลิเมอร์เจล จากกระบวนการไฮล-เจลที่สภาพความเป็นกรด-ด่างต่ำ (ค่าความเป็นกรด-ด่างน้อยกว่า 7) โดยเฉพาะในระบบสารละลายแอลกอฮอล์-น้ำ อัตราการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับของปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน (สมการที่ 2.2 และ 2.3) จะต่ำกว่าในระบบสารละลายน้ำภายใต้สภาวะเหล่านี้ Iler (1979) เสนอว่า การแตกวงพอลิเมอร์เกิดขึ้นน้อยที่สุด ปฏิกิริยาคอนเดนเซชันจะเป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับไม่ได้ เพราะพันธะไฮโดรเจนไม่สามารถถูกไฮโดรไลต์ กระบวนการคอนเดนเซชันจะคล้ายคลึงกับการเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของโมโนเมอร์ของสารอินทรีย์เป็นสายโซ่ ทำให้เจลเกิดขึ้นในลักษณะโครงข่ายโมเลกุลพอลิเมอร์สามมิติ จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นได้ว่าโครงสร้าง และสมบัติของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการไฮล-เจลของซิลิกอนอัลคอกไซด์จะขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาที่สำคัญหลายปฏิกิริยา ซึ่งคือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน และปฏิกิริยาย้อนกลับของปฏิกิริยาทั้งสอง ซึ่งกล่าวถึงรายละเอียดในหัวข้อต่อไป

2.1.2 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

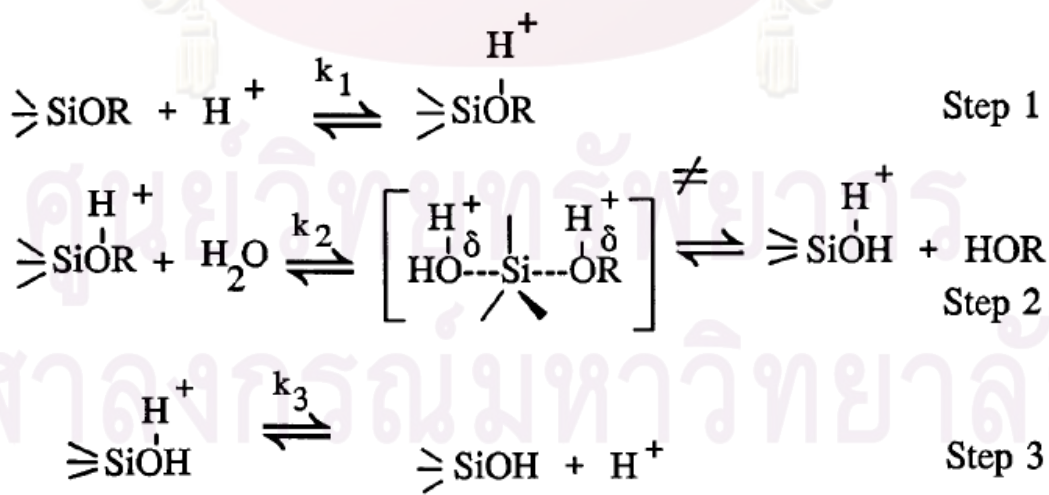
ในกระบวนการไฮลเจล มีปฏิกิริยาสำคัญ 2 ปฏิกิริยาซึ่งมีผลทำให้เกิดสารละลายไฮลและเกิดเจล โดยปฏิกิริยาที่สำคัญทั้ง 2 คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น ดังที่ได้กล่าวมาแล้ว เนื่องจากน้ำและแอลกอฮอล์ไม่ละลายเข้าด้วยกัน จึงต้องมีตัวทำละลายที่ทำให้สารทั้งสองรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน เช่น แอลกอฮอล์ แต่อย่างไรก็ตามเจลสามารถเตรียมจาก

ซิลิกอนแอลคอกไซด์-วอเตอร์ (siliconalkoxyde-water) โดยปราศจากการเติมตัวทำละลาย เนื่องจากในปฏิกิริยาเกิดแอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์ กรดหรือเบสอาจถูกนำมาใช้ ทั้งสองกรณี ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นโดยนิวคลีโอฟิลิก (nucleophilic) ของไฮโดรเจนที่มีอยู่ในน้ำ กับอะตอมซิลิกอน กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสถูกศึกษาโดย Osterholz และ Pohl ซึ่งใช้แอลคิลไตรแอลคอกซิเลนแทน เตะระแอลคอกซิเลน กลไกของสารประกอบทั้งสองชนิดแสดงดังภาพที่ 2.3ก และ 2.3ข กระบวนการเบสคะตะไลซ์ไฮโดรไลซิสมีทั้งหมด 2 ขั้นตอน



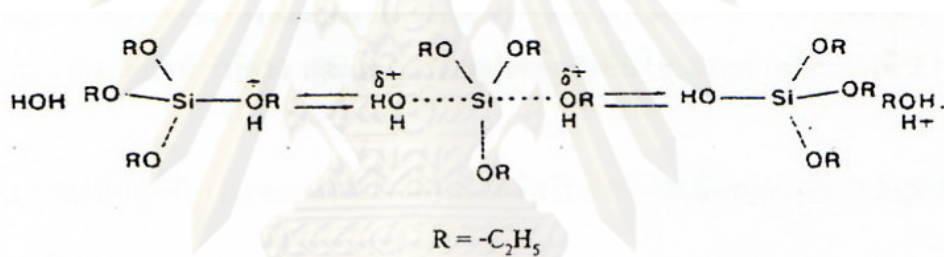
ภาพที่ 2.3ก กลไกการเกิดเบสคะตะไลซ์ไฮโดรไลซิสของไฮเลนเอสเทอร์ [8]



ภาพที่ 2.3ข กลไกการเกิดไฮโดรเนียมคะตะไลซ์ไฮโดรไลซิสของไฮเลนเอสเทอร์ [8]

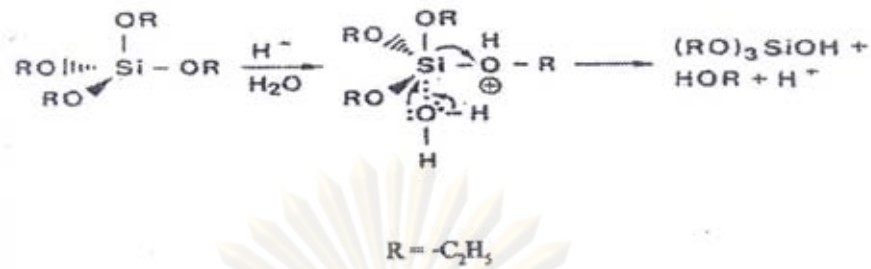
กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

ในสภาวะที่เป็นกรด โปรตอน (H^+) จะเข้าเกาะหมู่แอลคอกซีของ TEOS ($-OC_2H_5$) และเกิดการถ่ายเทอิเล็กตรอนออกจากอะตอมของซิลิกอน ทำให้อะตอมของซิลิกอนไม่เสถียร และชอบที่จะรับอิเล็กตรอนเข้ามาทดแทนทำให้โมเลกุลของน้ำเข้ามาเกาะได้ง่าย โดยโมเลกุลของน้ำเข้ามาเกาะที่อะตอมของซิลิกอนในด้านตรงข้ามกับหมู่แอลคอกซีที่มีโปรตอนเกาะอยู่ และเกิดการถ่ายเทอิเล็กตรอนจากโมเลกุลของน้ำที่เข้ามาเกาะไปยังอะตอมของซิลิกอน ทำให้โมเลกุลของน้ำกลายเป็นประจุบวกอ่อน ๆ ซึ่งเป็นผลทำให้หมู่แอลคอกซีที่มีโปรตอนเกาะอยู่ มีความเป็นประจุบวกลดลง และหลุดออกกลายเป็นแอลกอฮอล์ และโปรตอนก็หลุดออกจากด้านที่มีโมเลกุลน้ำเกาะอยู่ พร้อมกันนั้นผลของความเข้มข้นของหมู่ไฮดรอกไซด์ (OH^-) ก็จะมีผลทำให้เกิดพันธะของหมู่แอลคอกซีทั้ง 3 หมู่อยู่ในตำแหน่งที่กลับด้านกันกับตำแหน่งเดิมในโครงสร้าง Tetrahedron ของโมเลกุลซิลิกอนโดยขั้นตอนต่าง ๆ เกิดขึ้นดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 กลไกการเกิดไฮโดรไลซิสของ TEOS ที่เกิดการกลับด้านของโมเลกุลในโครงสร้าง Tetrahedron ของซิลิกอน [6]

นอกจากนี้ยังมีผู้เสนอกลไกการเกิดไฮโดรไลซิสอีกแบบหนึ่งที่โครงสร้างของผลิตภัณฑ์ไม่กลับกับโครงสร้างเดิมซึ่งเกิดขึ้นดังภาพที่ 2.5 โดยโปรตอนอีก และโมเลกุลของน้ำจะเข้าเกาะกับโมเลกุลของ TEOS พร้อม ๆ กัน จากนั้นจะเกิดการดึงอิเล็กตรอนจากอะตอมของออกซิเจนของน้ำมาที่ตำแหน่งของหมู่แอลคอกซีที่มีโปรตอนเกาะอยู่ ทำให้เสถียรกลายเป็นแอลกอฮอล์ และหลุดออกจากโมเลกุล TEOS พร้อม ๆ กันนั้นโปรตอนก็หลุดออกจากโมเลกุลของน้ำที่เกาะอยู่กับซิลิกอน



ภาพที่ 2.5 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS ที่ไม่เกิดการกลับด้านของโมเลกุลในโครงสร้าง Tetrahedron ของซิลิกอน [6]

2.1.3 ปฏิกิริยาcondensation (Condensation)

พอลิเมอร์ไรเซชันเพื่อสร้างพันธะซิลิโคนเกิดขึ้นได้ทั้งจากปฏิกิริยาcondensation ของแอลกอฮอล์ (สมการที่ 2.2) และสมการcondensation ของน้ำ (สมการที่ 2.3) ผลิตภัณฑ์จากcondensation สามารถเกิดขึ้นได้ทั้งในลักษณะที่เป็นพาทิกิวเลทเจลและพอลิเมอร์ริคเจล นอกจากนี้ยังสามารถเกิดเป็นอนุภาคคอลลอยด์ที่เสถียรที่ไม่สามารถเกิดเป็นเจลได้ ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเหล่านี้จะขึ้นอยู่กับภาวะที่ใช้ในการทดลองดังได้กล่าวไว้ข้างต้น ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์แบบควบแน่นสามารถเกิดขึ้นได้อย่างต่อเนื่อง โครงข่ายโมเลกุลจึงมีขนาดใหญ่ขึ้นเรื่อยๆ เช่นเดียวกับการเกิดพอลิเมอร์ทั่วไป ลักษณะโครงข่ายของซิลิโคนได้หลายลักษณะขึ้นอยู่กับภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ สามารถแบ่งตามลักษณะโครงข่ายที่เกิดขึ้นได้ดังนี้

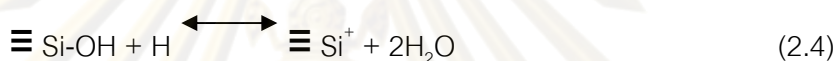
1. การเกิดแบบโครงข่ายอนุภาค (particle networks) เจลที่ได้จากโครงข่ายอนุภาคลักษณะนี้将有ความหนาแน่นต่ำและมีความไม่สม่ำเสมอ ซึ่งเกิดจากการเกาะตัวกันของกลุ่มก้อนและสามารถเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กได้
2. การเกิดเป็นโครงข่ายกลุ่มก้อน (aggregate network) เจลที่ได้จากโครงข่ายอนุภาค ลักษณะนี้将有ความหนาแน่นสูงและมีความไม่สม่ำเสมอ เกิดจากการเกาะตัวของกลุ่มก้อนอนุภาคขนาดเล็กมาเกาะตัวกันอย่างรวดเร็วกลายเป็นโครงข่ายที่แข็งแรงในที่สุด
3. การเกิดเป็นโครงข่ายพอลิเมอร์ (polymer networks) เจลที่ได้将有ความหนาแน่นสูงและมีการสม่ำเสมอเกิดจากกระบวนการเชื่อมขวางของพอลิเมอร์

กลไกการเกิดปฏิกิริยาcondensation

โดยทั่วไปแล้วปฏิกิริยาcondensationจะเป็นไปตามสมการ (2.2) และ (2.3) และจากการที่มีผู้ศึกษาเพิ่มเติมจึงทำให้ทราบถึงผลของ Acid-catalyzed และ Base-catalyzed ในปฏิกิริยาcondensation และกลไกการเกิดปฏิกิริยาcondensationในสภาวะที่เป็น acid-catalyzed และ base-catalyzed ซึ่งมีกลไกต่างๆ ดังนี้

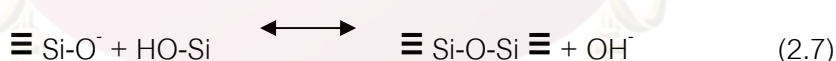
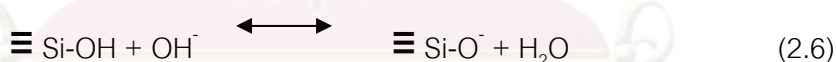
Acid-catalyzed condensation

ในระบบ Aqueous silicate จะสังเกตได้ว่า gel time จะมีค่าลดลงเมื่อ pH ต่ำกว่าจุด isoelectric ของ silicate ซึ่งมีค่าเท่ากับ 2 จึงทำให้มีผู้เสนอว่ากลไกของ acid-catalyzed condensation นั้นเกี่ยวข้องกับกลไก protonated silanol จะทำให้ silicon มีความเป็น electrophilic มากขึ้นและไวต่อการทำปฏิกิริยาต่อไป ดังแสดงในสมการ



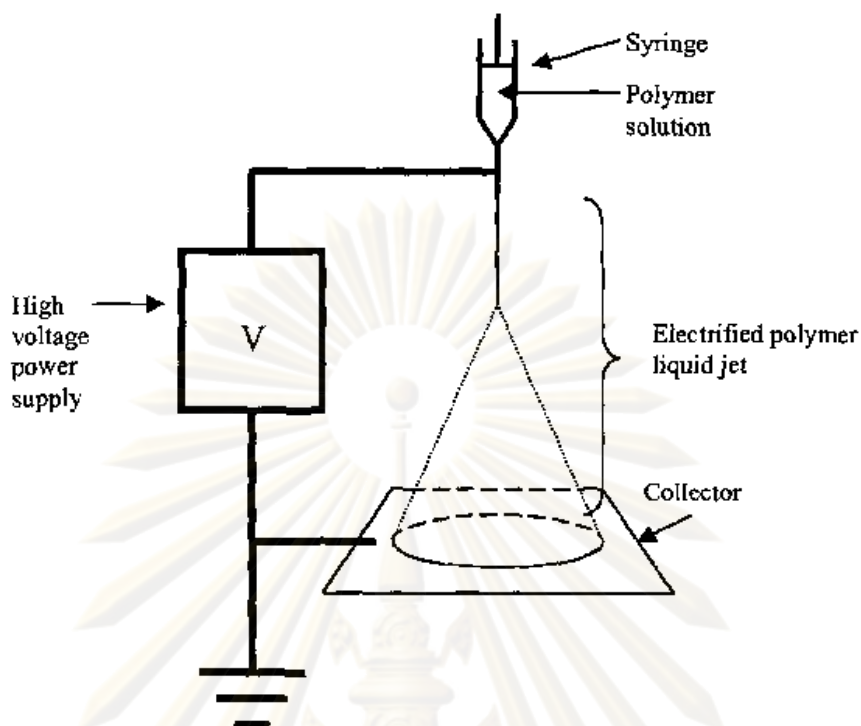
Based-catalyzed condensation

กลไกปฏิกิริยาcondensationในระบบ Aqueous silicate แบบ Based-catalyzed ที่ได้รับการยอมรับอย่างกว้างขวางนั้นเกี่ยวข้องกับกลไก nucleophilic deprotonated silanol ทำปฏิกิริยากับ neutral silicate โดยปฏิกิริยานี้จะเกิดเมื่อค่า pH สูงกว่าจุด isoelectric ของ silica



2.2 เทคนิคอิเล็กทรอนิกส์

เทคนิคอิเล็กทรอนิกส์เป็นเทคนิค [9, 10] ที่ใช้ประจุไฟฟ้าในการผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ให้มีขนาดตั้งแต่นาโนเมตรจนถึงไมโครเมตร ทำให้ได้เส้นใยที่มีลักษณะเฉพาะ อาทิ มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง (specific surface area) อัตราส่วนยาวต่อกว้างสูง (aspect ratio) และความพรุนตัวสูง (porosity) ทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ (optoelectronic) เทคโนโลยีเซ็นเซอร์ (sensor technology) การเปลี่ยนอัตราการเกิดปฏิกิริยา (catalysis) การกรอง และการแพทย์ เป็นต้น เครื่องอิเล็กทรอนิกส์ประกอบด้วย หลอดฉีดยาสำหรับบรรจุสารละลายพอลิเมอร์ กับแหล่งจ่ายไฟแรงดันสูง (10-50 กิโลโวลต์) และแผ่นเก็บที่เชื่อมต่อกับสายดิน



ภาพที่ 2.6 ไดอะแกรมของกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง

หลักการเกิดเส้นใย

เริ่มจากการให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่สารละลายพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนทำให้หยดของพอลิเมอร์ที่บริเวณปลายช่องเปิดของหลอดบรรจุ ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลม เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเป็นลักษณะทรงกรวย ทั้งนี้ เป็นผลเนื่องมาจากการผลักรันของประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้น เมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าขึ้นไปอีกส่วนยอดโค้นจะมีการสะสมของประจุเพิ่มมากขึ้นทำให้แรงผลักรันของประจุที่เพิ่มขึ้นนี้มากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ ทำให้เกิดกระแสพอลิเมอร์พุ่งออกมาและจะพุ่งไปยังอุปกรณ์รองรับ โดยแนวทางเคลื่อนที่ของกระแสพอลิเมอร์นี้ จะเป็นเส้นตรงในช่วงแรก โดยระยะเป็นเส้นตรงนี้จะขึ้นกับค่าอัตราส่วนระหว่างศักย์ไฟฟ้าต่อระยะทางจาก ปลายช่องเปิดถึงอุปกรณ์รองรับหลักการเกิดเส้นใย โดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้านี้แบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอนด้วยกัน ได้แก่

1. ขั้นตอนการเกิดกระแสพอลิเมอร์
2. ขั้นตอนการยืดตัวของกระแสพอลิเมอร์ในระหว่างที่เคลื่อนตัวจากปลายช่องเปิดไปยังฉากรับ
3. ขั้นตอนการแข็งตัวของกระแสพอลิเมอร์เป็นเส้นใย

2.2.1 ปัจจัยจากสารละลายพอลิเมอร์

สมบัติของสารละลายพอลิเมอร์มีอิทธิพลอย่างมากในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นนิง และมีผลต่อลักษณะเส้นใย แรงตึงผิวเป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้เกิดเม็ดปิดในระหว่าง การยัด ความหนืดของสารละลาย และสมบัติทางไฟฟ้าเป็นตัวกำหนดการขยายลำของเหลวให้ ยาวขึ้น สิ่งเหล่านี้ก็กลับมีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย

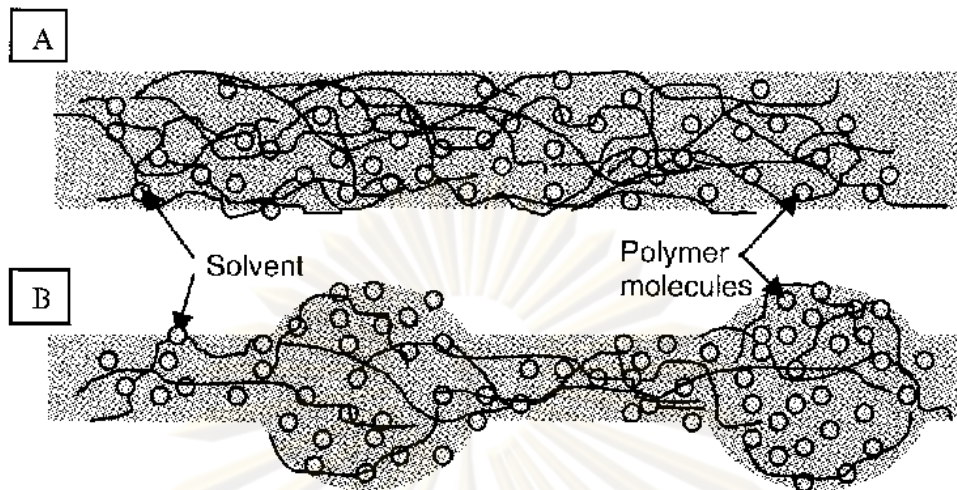
2.2.1.1. ความหนืด

ความหนืดของสารละลายมีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นนิง และลักษณะ เส้นใย โดยทั่วไปความหนืดของสารละลายมีความสัมพันธ์กับการขยายตัวของสายโซ่โมเลกุล พอลิเมอร์ภายในสารละลาย เมื่อความหนืดของสารละลายต่ำเกินไป อิเล็กทรอนิกส์เปอร์อาจเกิดขึ้น และอนุภาคพอลิเมอร์เกิดการรวมตัวแทนที่การเกิดเส้นใย ที่ความหนืดต่ำสายโซ่พอลิเมอร์เกิดการ เชื่อมโยงกันน้อย มีความเป็นไปได้ที่จะเกิดเม็ดปิดแทนการเกิดเส้นใยที่มีพื้นผิวเรียบ ดังนั้นปัจจัยที่ มีผลกระทบต่อความหนืดของสารละลายจะมีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นนิง และเส้นใยด้วย

2.2.1.2. แรงตึงผิว

การเริ่มต้นในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นนิงต้องการสารละลายที่มีมีประจุ และ ประจุที่เกิดขึ้นต้องมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายนั้น อย่างไรก็ตามลำของเหลว (jet) ที่ เดินทางไปยังฉากรับ แรงตึงผิวอาจเป็นสาเหตุให้เกิดเม็ดปิดในลำของเหลว แรงตึงผิวมีผลกระทบ ในการลดพื้นที่ผิวต่อหนึ่งหน่วยมวลของของเหลว ในกรณีที่มีความเข้มข้นของโมเลกุลของ ตัวทำละลายอิสระ (free solvent molecules) สูงเกินไป โมเลกุลตัวทำละลายเกิดการรวมตัว กลายเป็นรูปทรงกลม ความหนืดสูงกว่าจะหมายถึงว่าเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลของ ตัวทำละลาย และพอลิเมอร์ ดังนั้นเมื่อสารละลายถูกยืดออกภายใต้อิทธิพลของประจุ โมเลกุล ของตัวทำละลายจะมีแนวโน้มแยกออกจากโมเลกุลของพอลิเมอร์ การลดแนวโน้มการรวมตัวกัน ของโมเลกุลตัวทำละลายภายใต้อิทธิพลของแรงตึงผิวแสดงดังภาพที่ 2.7

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 2.7 (A) ความหนืดสูง, โมเลกุลตัวทำละลายเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของพอลิเมอร์ (B) ความหนืดต่ำ, โมเลกุลตัวทำละลายมีแนวโน้มรวมตัวภายใต้การกระทำของแรงตึงผิว [10]

ตัวทำละลาย เช่น เอทานอลมีแรงตึงผิวต่ำ ดังนั้นมันสามารถเติมเพื่อให้เกิดเส้นใยที่มีลักษณะเรียบ อีกวิธีที่ช่วยลดแรงตึงผิวคือการเติมสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ลงในสารละลาย การเติมสารลดแรงตึงผิวพบว่าให้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอ

2.2.2. ปัจจัยภายในกระบวนการ

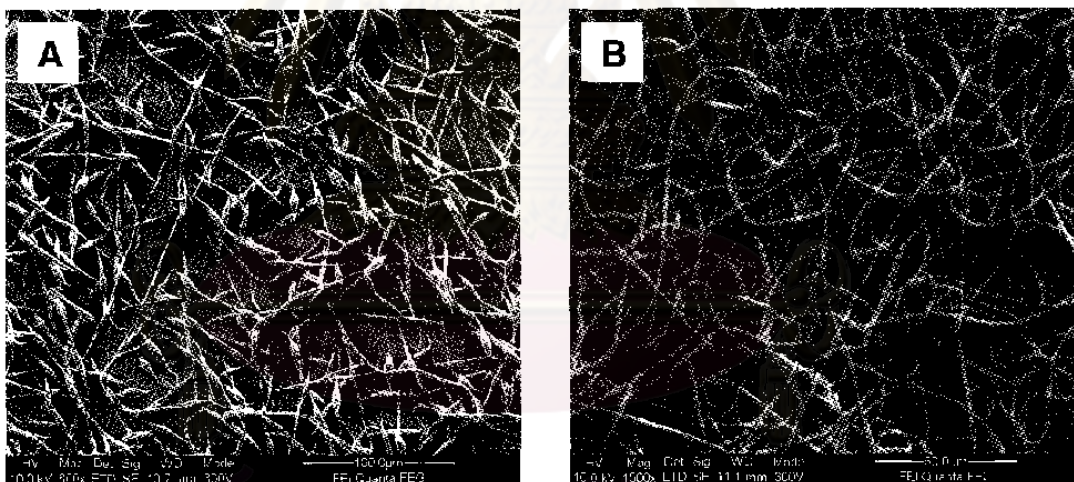
ตัวแปรอื่นๆที่สำคัญที่มีผลต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ ปัจจัยภายนอกที่มีอิทธิพลต่อลำของเหลวในกระบวนการ รวมทั้งแหล่งกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง (High voltage) อัตราการป้อน, คุณสมบัติของสารละลาย, เส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม และระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฉากรับ (distance between the needle tip and collector,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

2.2.2.1. ความต่างศักย์

สิ่งสำคัญในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ การให้แรงทางไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์สูงแก่สารละลาย ความต่างศักย์จะเหนี่ยวนำให้เกิดประจุในสารละลาย และรวมเข้ากับสนามไฟฟ้าภายนอกกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเริ่มเกิดขึ้นเมื่อแรงทางไฟฟ้าที่เกิดในสารละลายมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย โดยปกติไม่ว่าความต่างศักย์จะเป็นบวกหรือลบที่มีค่า

มากกว่า 6 กิโลโวลต์ สามารถทำให้หยดสารละลายที่ปลายเข็มเปลี่ยนรูปร่างเป็นรูปทรงกรวย (Taylor Cone) ในระหว่างการเกิดลำของเหลว ซึ่งขึ้นอยู่กับอัตราการป้อนสารละลาย ความต่างศักย์สูงจำเป็นมากในการเกิด Taylor Cone ที่เสถียร โดยแรงคูลอมบ์ (coulombic repulsive force) ในลำของเหลวจะยึดสารละลายออก ถ้าเพิ่มความต่างศักย์จำนวนประจุก็เพิ่มขึ้น เป็นสาเหตุให้ลำของเหลวมีความแข็งแรงมากขึ้น และปริมาตรของสารละลายที่ถูกดึงออกจากปลายเข็มจึงมีปริมาตรเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน สิ่งนี้อาจเป็นผลให้ Taylor Cone มีความเสถียรน้อยลง

ทั้งความต่างศักย์ที่ให้อาจมีอิทธิพลต่อการยึด และความแข็งแรงของลำของเหลว ซึ่งจะส่งผลต่อลักษณะเส้นใยที่ได้ โดยส่วนใหญ่แล้วการเพิ่มความต่างศักย์จะทำให้สารละลายยึดออกได้ดี และเป็นผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยลดลง นอกจากนี้ตัวทำละลายเกิดการระเหยอย่างรวดเร็ว เส้นใยที่ได้จึงแห้ง ปัจจัยอื่นที่อาจมีอิทธิพลกับเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยคือเวลาในการยึดลำของเหลว ถ้าความต่างศักย์ที่ให้มีค่าต่ำความแข็งแรงของลำของเหลวจะลดลง และสนามไฟฟ้ามีค่าอ่อนลง อาจไปเพิ่มเวลาในการยึดลำของเหลว ซึ่งก่อให้เกิดลักษณะเส้นใยที่ดี



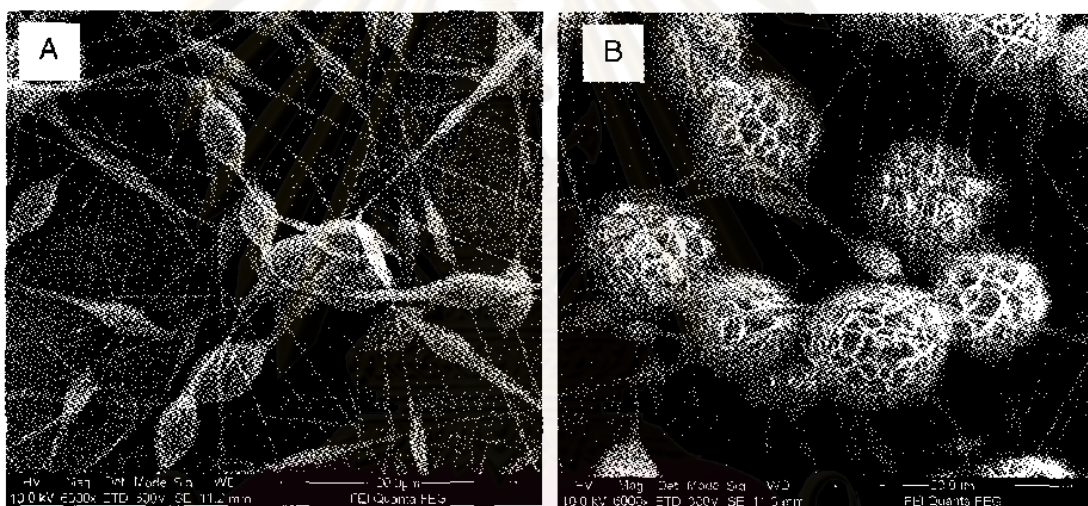
ภาพที่ 2.8 เส้นใยพอลิคาร์โพรแลคโตน (A) เกิดเม็ดปิดในกระบวนการอิเล็กโตรสปินนิงเมื่อให้ความต่างศักย์ 6 กิโลโวลต์ (B) เส้นใยที่ปราศจากเม็ดปิดเมื่อให้ความต่างศักย์ 22 กิโลโวลต์ [10]

แต่ถ้าให้ความต่างศักย์สูงเกินไปพบว่าเกิดเม็ดปิดบนเส้นใย โดยมีรายงานกล่าวว่ารูปร่างของเม็ดปิดเปลี่ยนจาก spindle-like เป็น spherical-like เมื่อความต่างศักย์เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังเป็นผลให้ความหนาแน่นของเม็ดปิดเพิ่มขึ้น จนกระทั่งเม็ดปิดรวมตัวกันจนเกิดเส้นใย

ที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางหนาขึ้นแสดงดังภาพที่ 2.8 ดังนั้นการเพิ่มระยะทางในการยึด
ลำของเหลว พร้อมกับการเพิ่มความต่างศักย์อาจทำให้เกิดเม็ดปิดน้อยลง

2.2.2.2. อัตราป้อน

อัตราป้อนเป็นตัวกำหนดปริมาณสารละลายในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง
สำหรับความต่างศักย์ที่ให้แกระบบต้องสอดคล้องกับอัตราป้อนเพื่อให้ Taylor cone เกิด
ความเสถียร เมื่ออัตราป้อนเพิ่มขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย และขนาดเม็ดปิดเพิ่มขึ้น
เช่นเดียวกันแสดงดังภาพที่ 2.9 ถ้าอัตราป้อนมีอัตราเท่าเดิมเมื่อสารละลายถูกดึงออกไปใน
กระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง จำเป็นต้องมีการเพิ่มประจุให้สอดคล้องเมื่ออัตราป้อนเพิ่มขึ้น



ภาพที่ 2.9 เส้นใยพอลิเอpsilon-แคลคโตนมีขนาดเม็ดปิดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราป้อน (a) 0.5 มิลลิลิตร
/ชั่วโมง (b) 2 มิลลิลิตร/ชั่วโมง [10]

เนื่องจากปริมาณสารละลายที่ถูกดึงจากปลายเข็มเพิ่มขึ้น ลำของเหลวใช้เวลา
มากขึ้นในการระเหยตัวทำละลาย เป็นผลให้ตัวทำละลายที่เกาะบนเส้นใยมีเวลาไม่เพียงพอใน
การระเหย ดังนั้นตัวทำละลายที่เหลืออาจเป็นสาเหตุให้เส้นใยรวมตัวกันเป็นโครงร่างตาข่าย แต่ถ้า
อัตราป้อนลดลงตัวทำละลายจะมีเวลามากพอสำหรับการระเหย

2.2.2.3. อุณหภูมิ

อุณหภูมิของสารละลายมีผลต่อการเพิ่มอัตราการระเหย และลดความหนืดของ
สารละลายพอลิเมอร์ เมื่อพอลิยูรีเทนถูกอิเล็กโทรสปินนิงที่อุณหภูมิสูง เส้นใยที่ผลิตได้มีเส้นผ่าน

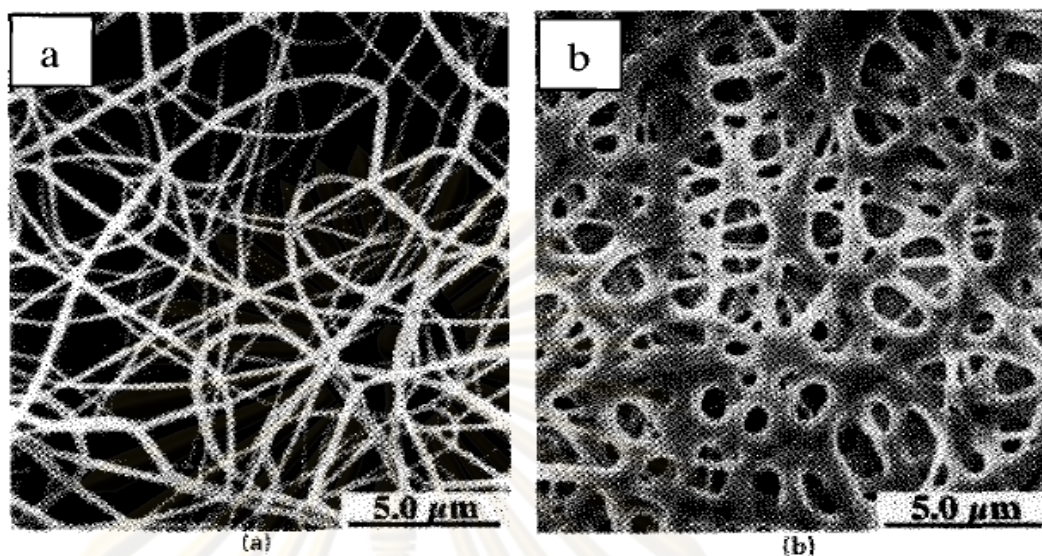
ศูนย์กลางสม่ำเสมอ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงอาจเป็นสาเหตุให้ความหนืดของสารละลายลดลง และพอลิเมอร์สามารถละลายในตัวทำละลายได้ดี เมื่อความหนืดของสารละลายน้อยลง แรงคูลอมบ์มีอิทธิพลต่อการยึด ส่งผลให้เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง เมื่อความเร็วของโมเลกุลพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นเป็นสาเหตุให้อุณหภูมิสูงขึ้น จึงทำให้แรงคูลอมบ์ยึดสารละลายได้ไกล

2.2.2.4. ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม

เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มมีผลต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป้อนน้ำอย่างแน่นอน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเล็กกว่าลดการอุดตันได้ดีเท่ากับจำนวนเม็ดเปิดที่เกิดขึ้นบนเส้นใย การลดการอุดตันอาจเป็นสาเหตุให้สารละลายสัมผัสกับบรรยากาศน้อยลงในระหว่างกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป้อนน้ำ การลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มยังเป็นเหตุให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยลดลง เมื่อขนาดหยดของสารละลายที่ปลายเข็มมีขนาดเล็กลงแรงตึงผิวของหยดสารละลายเพิ่มขึ้นที่ความต่างศักย์เดียวกัน แรงคูลอมบ์ต้องมีมากพอในการเกิดลำของเหลว และเป็นผลให้ความเร็วของลำของเหลวลดลง ดังนั้นสารละลายจึงมีเวลามากขึ้นในการยึดเป็นเส้นใยก่อนที่จะตกลงบนฉากรับ อย่างไรก็ตามถ้าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มเล็กเกินไป หยดสารละลายอาจไม่สามารถถูกดึงออกมาที่ปลายเข็มได้เลย

2.2.2.5. ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับ

ในหลายๆกรณีผลของเวลาในการยึดลำของเหลวมีความสำคัญเท่ากับความแรงของสนามไฟฟ้าที่มีต่อกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป้อนน้ำ และมีผลต่อเส้นใย การเปลี่ยนระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับจะมีผลโดยตรงกับเวลาในการยึดลำของเหลว และความแรงของสนามไฟฟ้า เนื่องจากการเกิดเส้นใยต้องอาศัยเวลาในการระเหยตัวทำละลาย เมื่อระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับลดลง ลำของเหลวจะมีระยะการเดินทางสั้นลงก่อนที่จะถึงแผ่นรองรับ นอกจากนี้ความแรงของสนามไฟฟ้าจะลดลงในขณะเดียวกัน ส่งผลให้ความเร็วของลำของเหลวที่ไปตกลงบนแผ่นรองรับเพิ่มขึ้น ดังนั้นเวลาในการระเหยตัวทำละลายอาจมีไม่มากพอเมื่อเส้นใยตกลงบนแผ่นรองรับ ถ้าระยะทางน้อยเกินไปจะเหลือตัวทำละลายมากเกินไป อาจเป็นสาเหตุให้เส้นใยรวมตัวกัน แล้วเกิดเชื่อมระหว่างเส้นใย เกิดพันธะระหว่างเส้นใย และภายในเส้นใยแสดงดังภาพที่ 2.10



ภาพที่ 2.10 เส้นใยไนลอน 6,6 (a) ระยะทาง 2 ซม. (b) ระยะทาง 0.5 ซม. [10]

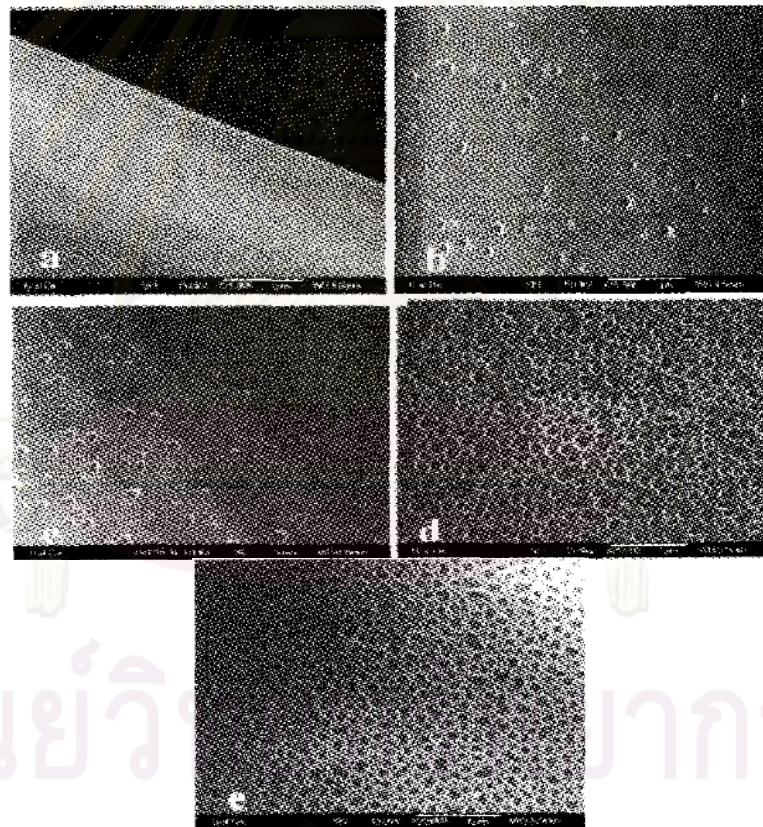
การเปลี่ยนระยะทางอาจเป็น หรือไม่เป็นปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อลักษณะของเส้นใย อาจขึ้นอยู่กับสมบัติอื่น เช่น สมบัติของสารละลาย เป็นต้น เนื่องจากในบางกรณีการเปลี่ยนระยะทางไม่มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย อย่างไรก็ตามเมื่อบีบอัดสังเกตเห็นได้เมื่อระยะทางสั้นเกินไป การเกิดเมื่อบีบอัดอาจเป็นผลจากการเพิ่มความแรงไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มกับฉากรับ การลดระยะทางก็ให้ผลเช่นเดียวกับการเพิ่มความแรงไฟฟ้า ในกรณีอื่นการเพิ่มระยะทางเป็นผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยลดลง ซึ่งระยะทางที่ยาวขึ้นหมายถึงว่ามีระยะเวลาในการยัดสารละลายก่อนที่จะตกลงบนแผ่นรองรับ แต่มีบางกรณีที่เพิ่มระยะทางแล้วทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยเพิ่มขึ้น เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าลดลงเป็นผลให้เส้นใยยืดตัวได้น้อยลง เมื่อเพิ่มระยะทางมากเกินไปเส้นใยไม่สามารถไปตกลงบนแผ่นรองรับได้เลย ดังนั้นควรให้แรงทางไฟฟ้าที่เหมาะสมกับการยัดสารละลาย

2.2.3. ปัจจัยภายนอก

ผลของสิ่งแวดล้อมที่มีต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงเป็นปัจจัยที่ยังคงพิสูจน์ได้ยาก ความสัมพันธ์ระหว่างสิ่งแวดล้อมและสารละลายพอลิเมอร์อาจมีผลต่อลักษณะเส้นใย โดยพบว่าความชื้นเป็นสาเหตุของการเกิดรูพรุนบนพื้นผิวเส้นใย ถึงแม้ว่าในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงสนามไฟฟ้ามีอิทธิพลมาก แต่ถ้าเปลี่ยนสภาพแวดล้อมจะมีผลต่อกระบวนการนี้เช่นกัน

2.2.3.1. ความชื้น

ความชื้นมีอิทธิพลต่อสารละลายพอลิเมอร์ในระหว่างการสปินนิ่ง เมื่อความชื้นสูงทำให้น้ำกลั่นตัว (condenses) บนผิวหน้าของเส้นใยเมื่อเกิดการสปินนิ่งภายใต้ความดันบรรยากาศ เป็นผลให้พอลิเมอร์ละลายในตัวทำละลาย และเกิดรูพรุนบนพื้นผิวเส้นใย ซึ่งขนาดรูพรุนเพิ่มเมื่อความชื้นเพิ่มขึ้นแสดงดังภาพที่ 2.11 ความลึกของรูพรุนเป็นไปในทางเดียวกันคือถ้าความชื้นเพิ่มความลึกเพิ่มเช่นเดียวกัน นอกจากนี้ความชื้นเป็นตัวกำหนดอัตราการระเหยของตัวทำละลายที่อยู่ในสารละลาย เมื่อความชื้นต่ำตัวไอระเหยตัวทำละลายระเหยอย่างรวดเร็ว การระเหยตัวทำละลายอาจเร็วกว่าการดึงสารละลายจากปลายเข็ม เป็นผลให้กระบวนการอิเล็กโตรสปินนิ่งเกิดขึ้นภายใน 2-3 นาทีก่อนที่ปลายเข็มถูกอุดตันด้วยการแข็งตัวของสารละลาย

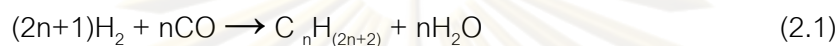


ภาพที่ 2.11 ภาพ FESEM ของเส้นใยพอลิซัลโฟน/เตตระไฮโดรฟูเรนเมื่อความชื้นเปลี่ยนแปลง (a) น้อยกว่าร้อยละ 25 (b) ร้อยละ 31-38 (c) ร้อยละ 40-45 (d) ร้อยละ 50-59 และ (e) ร้อยละ 60-72 [10]

2.3. กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์

กระบวนการฟิสเซอร์-ทรอปซ์ [11] เป็นกระบวนการสังเคราะห์เชื้อเพลิงที่สะอาด โดยเปลี่ยนแก๊สผสมระหว่างไฮโดรเจน และคาร์บอนมอนอกไซด์ หรือเรียกว่าแก๊สสังเคราะห์ (syngas) ให้อยู่ในรูปของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ซึ่งแก๊สสังเคราะห์อาจได้จากถ่านหิน ชีวมวล หรือแก๊สธรรมชาติ และกระบวนการนี้ต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยา

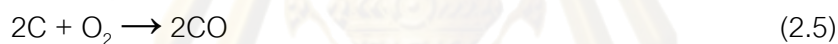
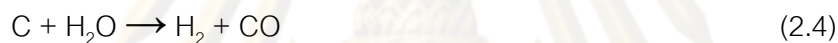
กระบวนการทางเคมี



ปฏิกิริยาอวเตอรแก๊สซิป



ปฏิกิริยาผลิตแก๊สสังเคราะห์



2.3.1 ภาวะทั่วไปในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

1. ช่วงอุณหภูมิ 150-300°C
2. ช่วงความดันประมาณ 10 บรรยากาศ
3. อัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ขึ้นอยู่กับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้และแหล่งที่มาของแก๊สสังเคราะห์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่พบในกระบวนการนี้ คือ โคบอลต์มีอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่เหมาะสมเป็น 1.8-2.1 และเมื่อนำแก๊สสังเคราะห์ที่ได้จากถ่านหินหรือชีวมวลจะใช้ในอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์น้อยกว่า 1

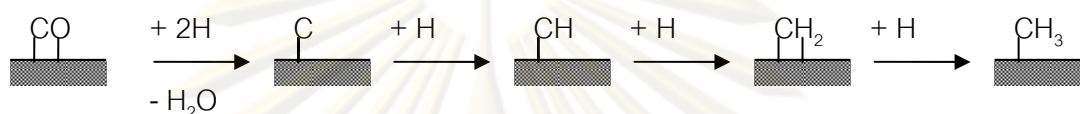
2.3.2 วิธีปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

การสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ คือปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน[12] ซึ่งมอนอเมอร์ถูกผลิตจากสารตั้งต้นที่เป็นแก๊สไฮโดรเจน และคาร์บอนมอนอกไซด์ ดังนั้นวิธีปฏิกิริยาแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน

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

กลไกการเกิดแอลคิล

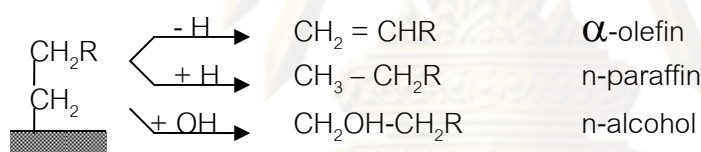
Initiation:



Propagation:



Desorption:



ภาพที่ 2.12 กลไกการเกิดแอลคิลในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

2.3.3 การควบคุมการเลือกเกิดในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

การควบคุมการเลือกเกิดผลิตภัณฑ์สามารถควบคุมโดยใช้ปัจจัยเดียวกับปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อค่าแอลฟา(ความสามารถในการเกิดสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน) [12] ปัจจัยหลัก คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา, โลหะที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, องค์ประกอบแก๊ส โดยเฉพาะอย่างยิ่งความดันย่อยของแก๊สที่มาสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาภายในเครื่องปฏิกรณ์

2.3.3.1 อุณหภูมิ

การเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจำนวนผลิตภัณฑ์ไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนคาร์บอนสูงลดลง การหลุดออกจากตัวดูดซับ(desorption) ของพื้นผิวเป็นขั้นตอนสุดท้ายในการทำปฏิกิริยา และเนื่องจากการหลุดออกจากตัวดูดซับเป็นกระบวนการดูดซับความร้อน ดังนั้นการเพิ่ม

อุณหภูมิไปเพิ่มอัตราการแพร่ออก ส่งผลให้มวลโมเลกุลของผลิตภัณฑ์ต่ำลง ในทางเทอร์โมไดนามิกการเกิดมีเทนเกิดได้ดีกว่าผลิตภัณฑ์ที่มีมวลโมเลกุลสูงในทุกอุณหภูมิของการฟิสเซอร์-ทอปซ์

2.3.3.2 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา

มีเพียงโลหะ 4 ชนิด ได้แก่ เหล็ก, นิกเกิล, โคบอลต์ และรูทีเนียม ที่่องไวในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทอปซ์ ราคาเทียบเคียงของโลหะทั้ง 4 ชนิด แสดงดังตารางที่ 2.1 สังเกตได้ว่าวัสดุที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กมีราคาถูกที่สุด ในขณะที่นิกเกิลเกิดมีเทนมากในภาวะความดันต่ำ และที่ความดันสูงเกิดการรวมตัวเป็นไอระเหยนิกเกิลคาร์บอนิล ทำให้นิกเกิลหายไปจากเครื่องปฏิกรณ์ ดังนั้นนิกเกิลจึงไม่เป็นที่นิยม สำหรับรูทีเนียมมีราคาสูงในความเป็นจริงเมื่อประยุกต์ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมต้องใช้จำนวนมาก จึงเหลือโลหะสองตัวที่เหมาะสม คือ เหล็ก และ โคบอลต์

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบราคาของโลหะในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทอปซ์

เหล็ก	1
นิกเกิล	250
โคบอลต์	1000
รูทีเนียม	48000

1 Fe as scrap metal

เพราะว่าโคบอลต์มีราคาสูงเช่นกัน ตัวรองรับจึงมีส่วนสำคัญในการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์ นอกจากนี้ยังเกิดปฏิกิริยาออกเตอ์แก๊สซีพต้า เมื่อสารตั้งต้นคือก๊าซธรรมชาติ ดังนั้นจึงไม่มีผลิตภัณฑ์ที่เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และผลิตภัณฑ์ไฮโดรคาร์บอนจากตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ส่วนใหญ่คือ พาราฟิน ในทางตรงกันข้ามกับตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กมีผลิตภัณฑ์เป็นโอเลฟิน

2.3.3.3 แก๊สองค์ประกอบ, ความดันย่อย และความดันรวม

ยิ่งขอบเขตมอนอเมอร์มีมากยิ่งมีความสามารถในการเกิดสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน 2 ชั้น ตอนหลักที่นำไปสู่การเกิด chain termination คือการหลุดออกจากตัวดูดซับของสายโซ่เป็นผลิตภัณฑ์แอลคีน และไฮโดรจิเนชันของสายโซ่เป็นผลิตภัณฑ์แอลเคน ยิ่งความดันย่อยของ

คาร์บอนมอนนอกไซด์ต่ำ พื้นที่ผิวที่ถูกควบคุมโดยมอนอเมอร์ยิ่งน้อย ดังนั้นการหลุดออกจากตัวดูดซับจึงเกิดได้ดี ยิ่งความดันย่อยของไฮโดรเจนมีมาก ยิ่งเพิ่มความสามารถในการเกิด chain termination โดยการไฮโดรจีเนชัน ทั้งหมดอาจให้เหตุผลได้ว่ายิ่งอัตราส่วนระหว่างแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์มาก ยิ่งเพิ่มความสามารถในการเกิด chain termination และยังเกิดมีเทนได้ดี แต่เกิดไฮโดรคาร์บอนมวลโมเลกุลต่ำ

2.4 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Changlu และคณะ [13] ศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (poly vinyl alcohol) กับซิลิกาโดยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง จากการศึกษาพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยผสมเท่ากับ 200 ถึง 400 นาโนเมตร นอกจากนี้ยังพบว่าความเป็นผลึกของพอลิเมอร์จะลดลงจนกระทั่งเป็นอสัณฐานเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของซิลิกา ส่วนการเชื่อมต่อเป็นโครงร่างตาข่ายลดลง หรืออาจจะไม่ปรากฏให้เห็นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของซิลิกา นอกจากนี้ยังทำให้เกิดเม็ดปิดบนเส้นใยอีกด้วย

Ahmad และคณะ [14] ทำการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์โดยนำท่อนาโนคาร์บอนเป็นตัวรองรับ และเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับอะลูมินา เพื่อเปรียบเทียบผลของการรีดิวซ์ และผลที่ได้จากกระบวนการฟิชเชอร์-โทรปช์ เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวพบว่าท่อนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวสูงกว่าอะลูมินา จึงส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวสูงตามไปด้วย ส่วนอุณหภูมิที่ใช้ในการรีดิวซ์โคบอลต์ออกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอนต่ำลง มีการกระจายตัวของกลุ่มโคบอลต์ได้ดี และให้ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์สูงขึ้น เมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับอะลูมินา

Sung และคณะ [15] ศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างซิลิกา และไททานเนียม โดยกระบวนการโซล-เจล (sol-gel) และอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) เพื่อปรับปรุงตัวรองรับให้อยู่ในระดับนาโน หรือการเพิ่มพื้นที่ผิวให้ตัวรองรับ จากการศึกษาตรวจสอบลักษณะของเส้นใยพบว่าอัตราส่วนระหว่างซิลิกาและไททานเนียมคือ 0.8 : 0.2 เนื่องจากเส้นใยมีขนาดเล็ก และมีลักษณะเรียบตลอดทั้งเส้นทั้งก่อน และหลังการเผา (calcined) สำหรับการกระจายตัวเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยผสมมีค่าต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร

Pham-Huu และคณะ [16] ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของพันธะคู่คาร์บอนที่เร่งปฏิกิริยาโดยพลาสมา-เดียมบนตัวรองรับเส้นใยคาร์บอนขนาด 50 นาโนเมตรที่เตรียมโดยวิธีการเตรียมแบบเปียกพอดี (Incipient wetness impregnation) พบว่าสามารถเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันของพันธะคู่คาร์บอนตำแหน่งแอลฟาและเบต้า ได้ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มีข้อจำกัดในการถ่ายโอนมวลสารต่ำ นอกจากนี้ยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความว่องไวและมีค่าการเลือกเกิดสูงอีกด้วย

Gary และคณะ [17] ศึกษาผลกระทบต่อการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับที่แตกต่างกันสามชนิด คือ อะลูมินา ซิลิกา และไททาเนียม นอกจากนี้ยังศึกษาว่าการเติมตัวโปรโมเตอร์ (promoter) ลงบนตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสามชนิดมีผลต่อการรีดิวซ์อย่างไร เพื่อใช้ในกระบวนการฟิชเชอร์-ทรอปช์ จากผลการทดลองพบว่าตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวมากที่สุดคือ ซิลิกา รองลงมาคือ ไททาเนียม และอะลูมินาตามลำดับ และตัวรองรับที่มีผลต่อการรีดิวซ์มากที่สุดคือ อะลูมินา ตามด้วยไททาเนียม และซิลิกาตามลำดับ สำหรับการเติมตัวโปรโมเตอร์จะทำให้ทั้งร้อยละการรีดิวซ์ และร้อยละการกระจายตัวของโลหะเพิ่มสูงขึ้น

Dechen และคณะ [18] ศึกษาผลกระทบต่อขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับซิลิกาสำหรับกระบวนการฟิชเชอร์-ทรอปช์ จากผลการทดลองพบว่าเมื่อตัวรองรับมีขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้นทำให้คุณสมบัติที่ใช้ในการรีดิวซ์ต่ำลง แต่ถ้ารูพรุนมีขนาดเล็กเกินไปจะทำให้โลหะโคบอลต์ไม่ถูกรีดิวซ์เลย และขนาดรูพรุนที่เพิ่มขึ้นทำให้ผลผลิตโคบอลต์ออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้น และค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้น และค่าการเลือกเกิดสารประกอบไฮโดรคาร์บอนตั้งแต่คาร์บอน 5 ขึ้นไปมีแนวโน้มเช่นเดียวกัน ส่วนค่าการเลือกเกิดมีเทนมีแนวโน้มในทางตรงกันข้าม

Bunherd และคณะ [19] ศึกษาพฤติกรรมเกี่ยวกับการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับผสมระหว่างซิลิกา กับไททาเนียมสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรจีเนชันคาร์บอนมอนอกไซด์ สังเกตได้ว่ามีการกระจายตัวของโคบอลต์ออกไซด์สูงเมื่อเติมไททาเนียลงไป แต่ผลของออกไซด์ที่กระจายตัวเป็นลักษณะแผ่นมีน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาออกไซด์บริสุทธิ์ อาจเป็นผลสืบเนื่องมาจากซิลิกามีพื้นที่ผิวมากกว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของไททาเนียจะเพิ่มคุณสมบัติในการรีดิวซ์ เนื่องจากไททาเนียมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโคบอลต์ออกไซด์ที่แข็งแรง และการเพิ่มไททาเนียทำให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนลดลง

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ปิเปต (Pipett) ขนาด 5 และ 10 มิลลิลิตร
2. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. ขวดน้ำกลั่น (Inject bottle)
4. ช้อนตักสาร (Spoon)
5. แท่งแก้ว (Stirring rod)
6. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
7. หลอดหยด (Dropper)
8. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
9. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Water bath)
10. เครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง (High voltage)
11. Syringe pump
12. หลอดฉีดยาขนาด 3 มิลลิลิตร
13. เข็มฉีดยา (Needle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.6 0.4 และ 0.1 มิลลิเมตร
14. แผ่นสแตนเลส (Stainless steel) ขนาด 20 × 20 เซนติเมตร
15. อะลูมิเนียมฟอยด์ (Aluminium foil)
16. ตู้อบ (Oven)
17. โถดูดความชื้น (Dessicator)

3.1.2 เครื่องมือสำหรับการตรวจสอบลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยา

1. BET (Micromeritics ASAP 2020)
2. Scanning electron microscope (SEM, JOEL model JSM-6480LV)
3. Energy dispersive spectroscope (EDS)
4. X-ray diffractometer (XRD, Philips model X'Pert)
5. Temperature programmed reduction (TPR)
6. Transmission electron microscope (TEM)

3.1.3 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดสอบปฏิกิริยาฟิชเชอร์-ทรอปซ์

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

3.2 สารเคมี

1. เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) 98.0% ของบริษัท Fluka
2. เอทานอล (ethanol) 99.8% ของบริษัท Analar Nor Mapur
3. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) 37.0% ของบริษัท CARLO ERBA
4. น้ำกลั่น (Distillated water)
5. โคบอลต์แอสีเตท (Cobalt acetate) ของบริษัท Fluka
6. กลีเซอรอล (Glycerol) 99.5% ของบริษัท Univar
7. ตัวกรองรับซิลิกา 5-10 mesh ของบริษัท Fuji Silysia
8. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas) 99.99% ของบริษัท Praxair
9. แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas) 99.99% ของบริษัท Praxair
10. แก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (H_2/CO) 2:1 ของบริษัท TIG

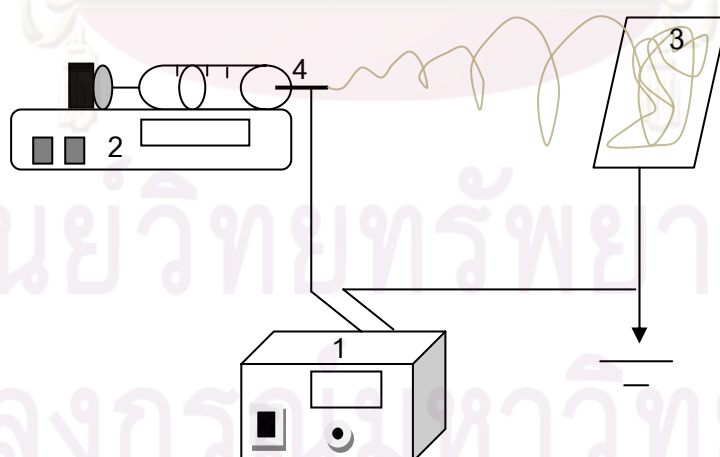
3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

3.3.1 การเตรียมสารละลายโซล-เจล

1. นำ TEOS 28.5 มิลลิลิตรผสมกับน้ำกลั่น 4.5 มิลลิลิตร แล้วกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 5 นาที
2. เติมกรดไฮโดรคลอริก 0.01 มิลลิลิตร แล้วกวนเป็นเวลา 5 นาที
3. เติมเอทานอล 14.6 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปกวนต่อเป็นเวลา 5 นาที
4. นำสารละลายที่ได้กวนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ พร้อมทั้งกวน โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ระหว่าง 50 ถึง 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที
5. เมื่อครบเวลาแล้ว นำสารละลายไปตั้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 นาที แล้วเก็บสารละลายที่ได้ลงในหลอดฉีดยา

3.3.2 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

1. ติดตั้งเครื่องมือดังรูปที่ 3.1 ซึ่งประกอบด้วยเครื่องมือหลัก 4 ส่วน คือ
 1. เครื่อง syringe pump
 2. เครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์สูง
 3. แผ่นสแตนเลส
 4. เข็มฉีดยา



ภาพที่ 3.1 การติดตั้งเครื่องมือในระบบการอิเล็กโตรสปินนิง

2. ปรับสภาวะ โดยเปลี่ยนพารามิเตอร์ 3 พารามิเตอร์ดังนี้
 - ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในหัวเข็ม 0.1 0.4 และ 0.6 มิลลิเมตร
 - ระยะทางระหว่างปลายเข็มกับฉากรับ (TCD) เท่ากับ 15 20 และ 25 เซนติเมตร
 - ความต่างศักย์สูง เท่ากับ 15 20 และ 25 กิโลโวลต์
3. เก็บเส้นใยที่ได้ไว้บนอะลูมิเนียมฟอยด์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที
4. นำเส้นใยไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา

1. นำเส้นใยไปชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาปริมาณซิลิกา และนำไปคำนวณหาปริมาณซิลิกาที่มีอยู่ในเส้นใย จากนั้นทำการคำนวณปริมาณโคบอลต์ที่ต้องใช้เคลือบบนตัวรองรับเส้นใยที่ร้อยละ 5, 10 และ 20 ตามลำดับ
2. นำ TEOS ละลายในเอทานอล แล้วนำไปเคลือบบนเส้นใยซิลิกาที่ชั่งมา และนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 นาที
3. ชั่งสารละลายโคบอลต์แอซิเตทตามที่คำนวณ
4. นำโคบอลต์แอซิเตทมาละลายน้ำ ตามด้วยการเติมกลีเซอรอล 1 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วกวนให้เข้ากัน
5. นำสารละลายที่ได้มาเคลือบลงบนเส้นใยซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วย TEOS แล้ว
6. นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
8. เก็บตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาในโถดูดความชื้น

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะเส้นใย (Catalyst characterization)

3.3.4.1 BET surface area

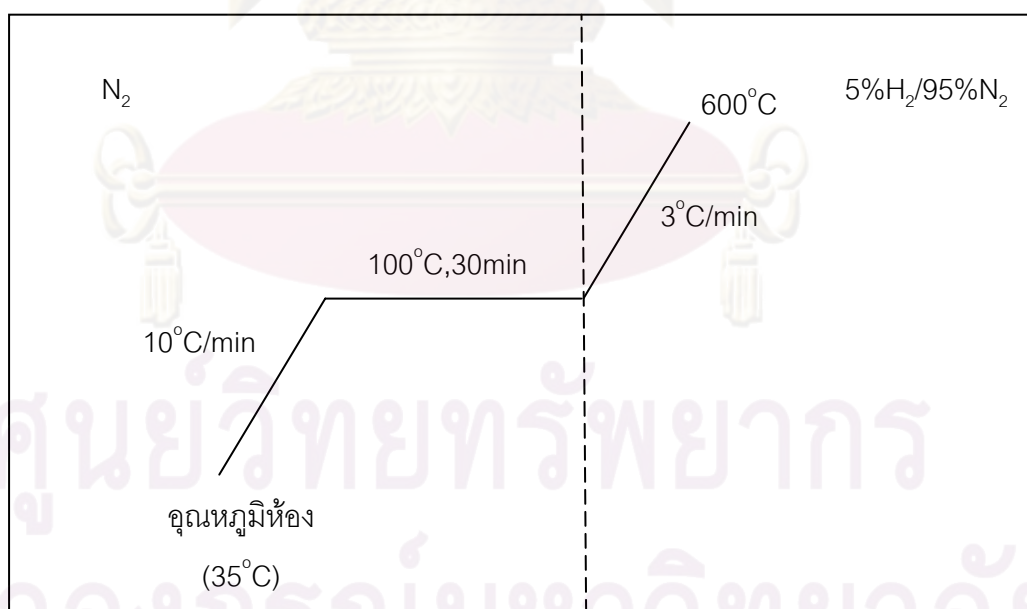
BET surface area และการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2 adsorption) ที่อุณหภูมิ 60 เคลวิน ถูกใช้เพื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวเส้นใยซิลิกา ด้วยเครื่อง BET รุ่น Micromeritics ASAP 2020

3.3.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

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

3.3.4.3 Temperature Programmed Reduction (TPR)

TPR ใช้สำหรับหาพฤติกรรมการรีดิวซ์ (reduction) และความสามารถในการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัมถูกใช้ตรวจสอบ ช่วงอุณหภูมิการทดสอบแบ่งเป็นสองช่วง ช่วงที่หนึ่งจาก 35 ถึง 100 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียส/นาที เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการคงที่ไว้เป็นเวลา 30 นาที พร้อมทั้งเปิดแก๊สไนโตรเจนเพื่อกำจัดความชื้นและสิ่งปนเปื้อน ช่วงที่สองจาก 100 ถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็ว 3 องศาเซลเซียส/นาที แก๊สที่ใช้ในการรีดิวซ์คือแก๊สไฮโดรเจนร้อยละ 5 ในแก๊สไนโตรเจน มีอัตราการไหล 30 มิลลิลิตร/นาที ซึ่งแสดงดังภาพที่ 3.2

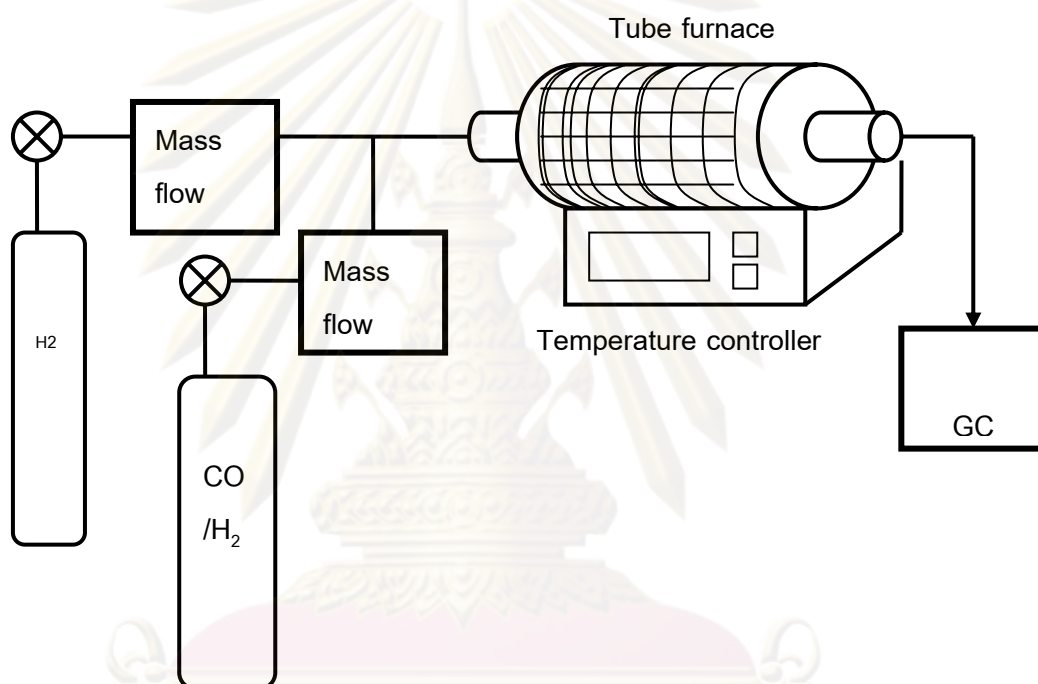


ภาพที่ 3.2 แผนภาพแสดงโปรแกรมอุณหภูมิการรีดิวซ์

3.3.4.4 X-ray diffraction (XRD)

XRD แสดงการหาวัฏภาคผลึกของเส้นใยซิลิกา และตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณโคบอลต์แตกต่างกัน ซึ่งการตรวจสอบใช้เครื่องมือรุ่น Philips model X'Pert X-ray diffractometer ใช้รังสี $\text{CuK}\alpha$ ซึ่งมีความยาวคลื่น 1.542 นาโนเมตร สเปกตรัมที่ 2θ ในช่วง 20 ถึง 70 องศา

3.4 วิธีการทดสอบปฏิกิริยาฟิชเชอร์-ทรอปช์



ภาพที่ 3.3 แผนภาพแสดงการติดตั้งอุปกรณ์ในกระบวนการฟิชเชอร์-ทรอปช์

การทดลอง

1. บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับเส้นใย 0.2 กรัมลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งโดยบรรจุให้อยู่ตรงกลางของเครื่องปฏิกรณ์
2. ตั้งค่าเครื่องกำเนิดความร้อนให้มีอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส สำหรับรีดิวิซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแก๊สไฮโดรเจน ที่อัตราการไหล 30 มิลลิลิตร/นาที ภายใต้ความดันบรรยากาศ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3. หลังจากนั้นไล่แก๊สไฮโดรเจนด้วยแก๊สไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิลิตร/นาที เป็นเวลา 10 นาที
4. ตั้งค่าเครื่องกำเนิดความร้อนสำหรับการทดสอบปฏิกิริยา (ทดสอบที่อุณหภูมิ 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส)
5. ป้อนแก๊สไฮโดรเจน/แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ในอัตราส่วน 2:1 ด้วยอัตราการไหล 15 มิลลิลิตร/นาที
6. หลังจาก 10 นาทีแก๊สผลิตภัณฑ์จะถูกตรวจวัดแบบต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ ซึ่งมีภาวะดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ

แก๊สพา	แก๊สฮีเลียม 99.999%
ชนิดคอลัมน์	Unibead C
อุณหภูมิการฉีด	120 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิคอลัมน์	โปรแกรมอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 3 นาที 180 องศาเซลเซียส (20 องศาเซลเซียส/นาที) 180 องศาเซลเซียส 7 นาที
อุณหภูมิระบบตรวจวัด	200 องศาเซลเซียส
ระบบตรวจวัด	ระบบวัดสภาพการนำความร้อน (TCD)

3.5 พารามิเตอร์ที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์

1. ชนิดตัวรองรับ
2. อุณหภูมิในการดำเนินการ (240 260 และ 280 องศาเซลเซียส)
3. ร้อยละโดยน้ำหนักของโคบอลต์ที่ถูกเคลือบบนเส้นใย (ร้อยละ 5 10 และ 20)

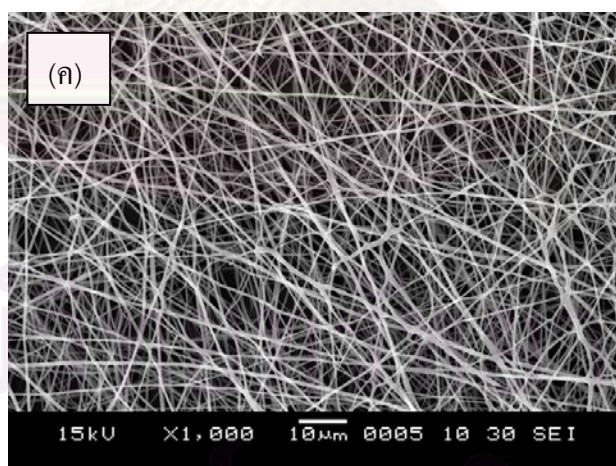
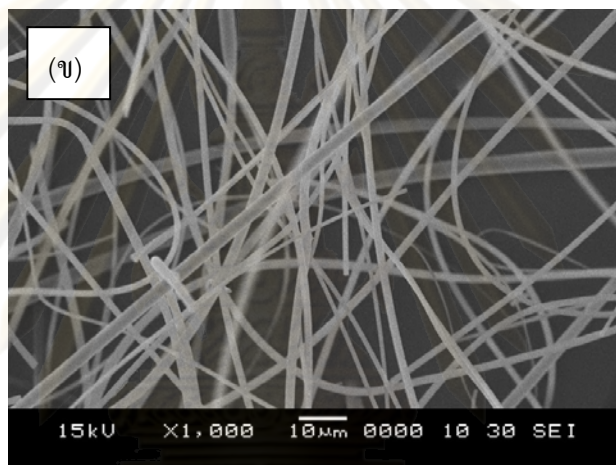
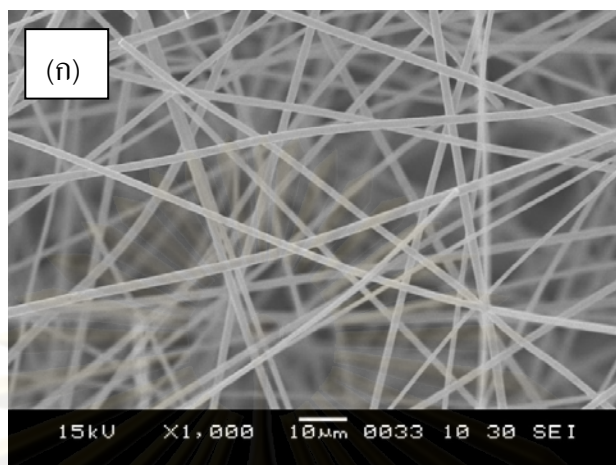
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 ผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม

จากภาพที่ 4.1 แสดงภาพ SEM ของเส้นใยที่ได้จากขนาดเข็ม 0.6 0.4 และ 0.1 มิลลิเมตร โดยกำหนดให้ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ (Tip-to-collector distance, TCD) และค่าความต่างศักย์คงที่เท่ากับ 15 เซนติเมตร และ 15 กิโลโวลต์ ตามลำดับ จากการตรวจสอบลักษณะเส้นใยพบว่าเส้นใยมีลักษณะเรียบ มีความสม่ำเสมอเหมือนกัน แต่มีความแตกต่างที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยทั้งหมดหลังจากเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงได้แสดงดังตารางที่ 4.1 เมื่อลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มลดลงจาก 0.6 เป็น 0.4 และ 0.1 มิลลิเมตร ทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยลดลงจาก 1.59 ไมครอนเป็น 1.31 ไมครอน และ 0.62 ไมครอน ตามลำดับ จากการทดลองจะเห็นได้ว่าเมื่อลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มมีผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยลดลง เพราะว่าการลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มจะทำให้ขนาดหยด (droplet) ของสารละลายที่ปลายเข็มมีขนาดลดลง ฉะนั้นแรงดึงดูดของหยดสารละลายจะเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าความต่างศักย์เท่าเดิม จึงส่งผลให้เกิดแรงคูลอมบ์ (columbic force) ที่ดีในการยึดลำของเหลว นั้นหมายความว่าความแรงของลำของเหลวลดลง แต่เวลาในการยึดลำของเหลวเพิ่มมากขึ้นก่อนที่เส้นใยจะตกลงบนฉากรับ [10] สำหรับในกรณีที่ใช้ขนาดเข็ม 0.1 มิลลิเมตรจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเล็กที่สุด แต่ปริมาณเส้นใยที่ได้น้อยกว่าการใช้ขนาดเข็ม 0.4 และ 0.6 มิลลิเมตร เนื่องจากว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็มเล็กเกินไปทำให้หยดของสารละลายไม่สามารถไหลออกที่ปลายเข็มได้สะดวก ส่งผลให้เกิดการอุดตันภายในเข็มง่ายขึ้นจากนี้ระยะเวลาในการเกิดเป็นโซล-เจลจะเกิดขึ้นในช่วงระยะเวลาหนึ่ง จึงทำให้สารละลายโซล-เจลแข็งตัวไม่สามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยได้ ปริมาณเส้นใยจึงน้อย แต่เมื่อเปรียบเทียบปริมาณเส้นใยที่ได้จากการใช้ขนาดเข็ม 0.4 และ 0.6 มิลลิเมตร จะได้ปริมาณเส้นใยใกล้เคียงกัน แต่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยของขนาดเข็ม 0.4 มิลลิเมตรมีขนาดเล็กกว่า ดังนั้นขนาดเข็มที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ 0.4 มิลลิเมตร หากเส้นผ่าศูนย์กลางภายในเข็มเล็กเกินไปอาจจะทำให้หยดของสารละลายไม่สามารถไหลออกมาแม้กระทั่งที่ปลายเข็มได้

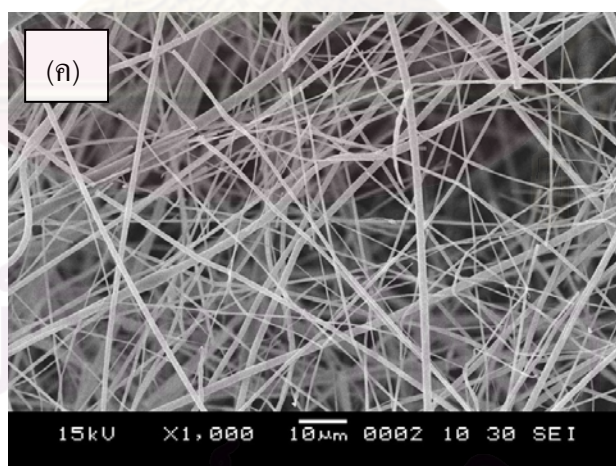
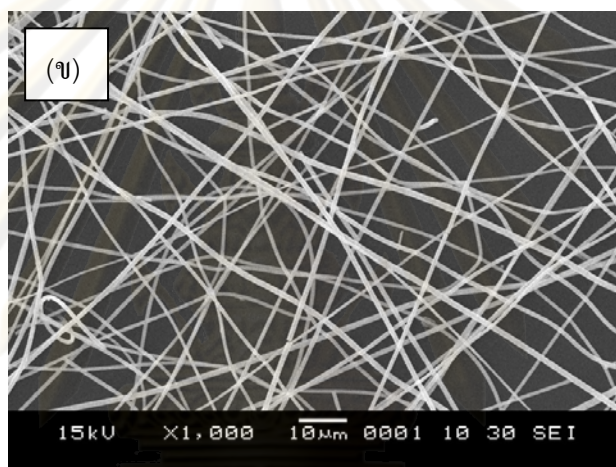
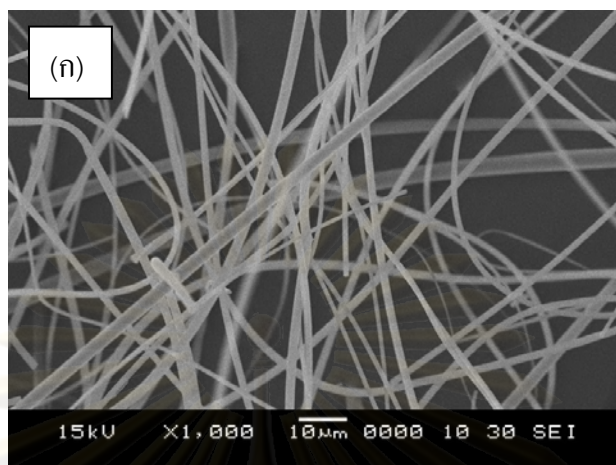


ภาพที่ 4.1 ลักษณะเส้นใยซิลิกาโดยใช้ขนาดเส้นที่แตกต่างกัน (ก) 0.6 (ข) 0.4 และ (ค) 0.1 มิลลิเมตร เมื่อค่าความต่างศักย์ เท่ากับ 15 กิโลโวลต์ และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร

4.1.2 ผลของระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ

ภาพที่ 4.2 แสดงลักษณะเส้นใยจากเครื่อง SEM โดยใช้ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับแตกต่างกัน คือ 15 20 และ 25 เซนติเมตรโดยกำหนดให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม และค่าความต่างศักย์คงที่เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ 15 กิโลโวลต์ ตามลำดับ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยทั้งหมดหลังจากเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงได้แสดงดังตารางที่ 4.1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเท่ากับ 1.31 0.80 และ 0.83 ไมครอนตามลำดับจากภาพพบว่าเส้นใยทั้งสามอยู่ในระดับไมครอน เมื่อเพิ่มระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับจาก 15 เป็น 20 เซนติเมตร ทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยมีขนาดเล็กลง เนื่องจากการเพิ่มระยะทางทำให้สารละลายมีเวลาในการยึดล้าของเหลวเพิ่มขึ้นก่อนที่เส้นใยจะไปตกลงบนฉากรับ และมีเวลามากพอในการระเหยตัวทำละลาย (solvent) จึงกล่าวได้ว่าการเพิ่มระยะทางเป็นผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยลดลง

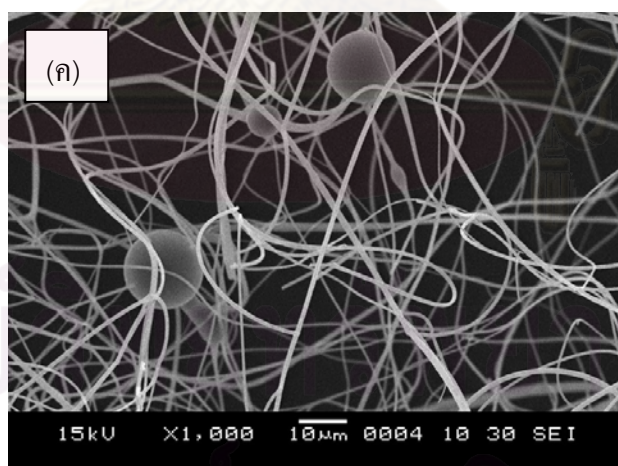
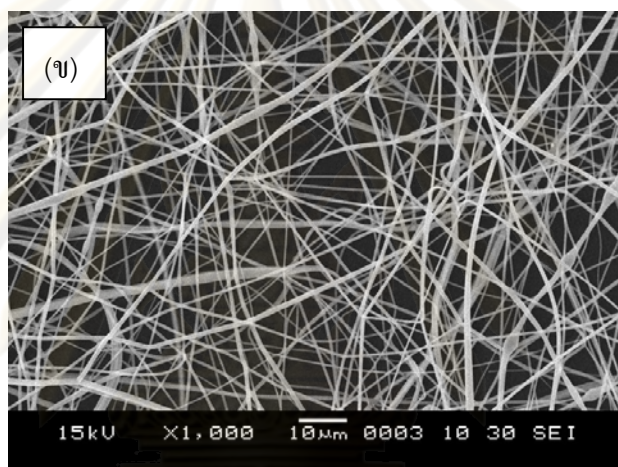
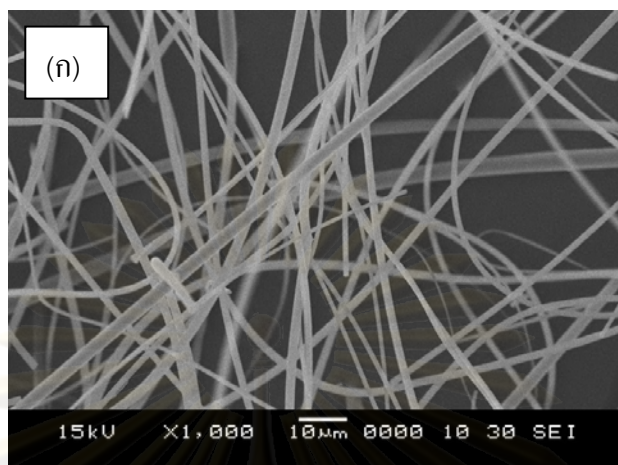
แต่เมื่อเพิ่มระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับจาก 20 เป็น 25 เซนติเมตร เส้นใยกลับมีขนาดใหญ่ขึ้น และขนาดเส้นใยไม่มีความสม่ำเสมอ ซึ่งมีทั้งขนาดเล็ก และขนาดใหญ่ เมื่อเปรียบเทียบกับที่ระยะทาง 15 และ 20 เซนติเมตรจะมีความสม่ำเสมอมากกว่า ในกรณีนี้เกิดจากระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับมีระยะมากเกินไป ในขณะที่แรงส่งทางไฟฟ้าหรือความต่างศักย์มีค่าเท่าเดิมแต่ระยะทางกลับเพิ่มขึ้น ทำให้ความแรงที่จะส่งให้สารละลายยึดตัวออกมีน้อย จึงส่งผลให้สารละลายไม่สามารถยึดล้าของเหลวได้เต็มที่ หรือล้าของเหลวที่ยึดออกไม่สามารถตกลงบนฉากรับ จะเห็นได้ว่าระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับและความต่างศักย์เป็นปัจจัยที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใย และมีความสอดคล้องกัน ดังนั้นเมื่อเพิ่มระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ ควรเพิ่มความต่างศักย์ เพื่อทำให้เกิดภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์ป็นนิง[20]



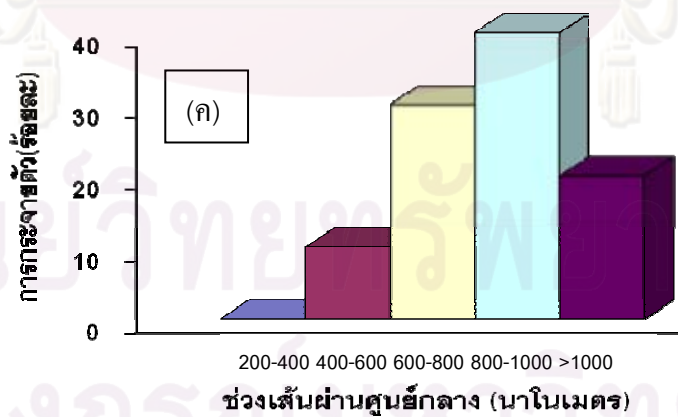
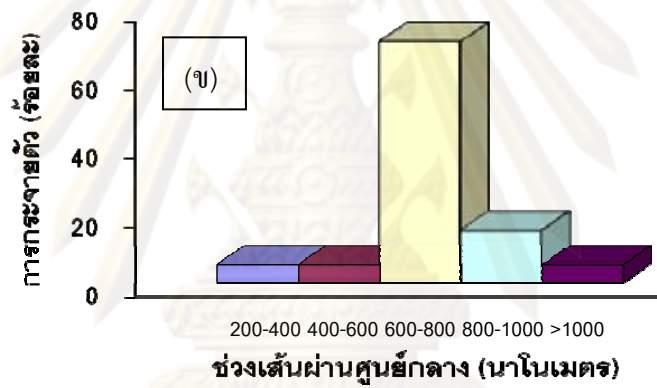
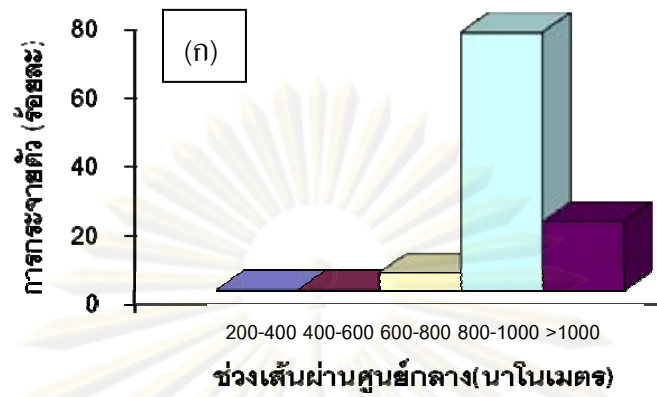
ภาพที่ 4.2 ลักษณะเส้นใยซิลิกาโดยใช้ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับแตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ(ค) 25 เซนติเมตร เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และความต่างศักย์ เท่ากับ 15 กิโลโวลต์

4.1.3 ผลของความต่างศักย์

ภาพที่ 4.3 แสดงลักษณะเส้นใยจาก SEM โดยใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน คือ 15 20 และ 25 กิโลโวลต์โดยกำหนดให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม และระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับคงที่เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ 15 เซนติเมตร ตามลำดับ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเท่ากับ 1.31 0.69 และ 0.87 ไมครอน ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 4.1 เมื่อเพิ่มความต่างศักย์จาก 15 เป็น 20 กิโลโวลต์ พบว่าเส้นใยยังคงมีความเรียบ แต่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเล็กลง[21] เพราะว่าการเพิ่มความต่างศักย์จะไปเพิ่มประจุในหยดสารละลาย เป็นสาเหตุให้ลำของเหลวมีความหนาแน่นประจุมากขึ้นจึงทำให้มีความเร่งมากขึ้น และปริมาตรของสารละลายจะถูกดึงจากปลายเข็มมีมากขึ้น ส่งผลเส้นใยมีขนาดเล็กลงและมีความเสถียร แต่เมื่อเพิ่มความต่างศักย์จาก 20 เป็น 25 กิโลโวลต์ เส้นใยมีความหยابและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยใหญ่ขึ้น[22] เนื่องจากว่าความต่างศักย์ที่มีค่าสูงเกินไปเป็นสาเหตุให้เส้นใยเกิดเม็ดปิด (bead formation) [23] ลักษณะการเกิดเม็ดปิดอาจเกิดได้ 2 กรณี กรณีที่หนึ่งเส้นใยที่ถูกยืดออกให้เส้นใยไปตกลงบนฉากด้วยแรงทางไฟฟ้าที่มากเกินไปสามารถถูกดึงย้อนกลับเมื่อเกิดแรงดึงทั้งสองด้านลำของเหลวจึงรวมตัวกันกลายเป็นเม็ดปิด สำหรับกรณีที่สองหยดสารละลายมีการรวมตัวของประจุมากจึงมีความเร่งที่จะส่งให้หยดของสารละลายทั้งหมดไปตกลงบนฉากรับ สำหรับภาวะที่เหมาะสมต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ ขนาดเข็ม 0.4 มิลลิเมตร ระยะห่างจากปลายเข็มถึงฉากรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์ นอกจากนี้ความต่างศักย์ยังส่งผลต่อการกระจายตัวขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใย แสดงดังภาพที่ 4.4 จากกราฟพบว่าการใช้ความต่างศักย์ 15 และ 20 กิโลโวลต์ให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยที่มีความสม่ำเสมอในช่วง 800-1000 และ 600-800 นาโนเมตร ภาพที่ 4.4 ก และ ข เนื่องจากความต่างศักย์ที่ใช้ยังเป็นแรงทางไฟฟ้าที่ทำให้ลำของเหลวมีความเสถียร เส้นใยที่ได้จึงมีขนาดใกล้เคียงกัน เมื่อใช้ความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์ ภาพที่ 4.4 ค ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเส้นใยไม่มีความสม่ำเสมอ[24] จากที่กล่าวมาข้างต้นการใช้ความต่างศักย์สูงเกินไปทำให้ลำของเหลวไม่มีความเสถียร อีกทั้งยังเกิดเม็ดปิด ขนาดเส้นใยที่ได้จึงมีทั้งขนาดเล็ก และขนาดใหญ่ ดังนั้นภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม 0.4 มิลลิเมตร ระยะห่างจากปลายเข็มถึงฉากรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์



ภาพที่ 4.3 ลักษณะเส้นใยซิลิกาโดยใช้ความต่างศักย์ที่แตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 25 เซนติเมตร เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร



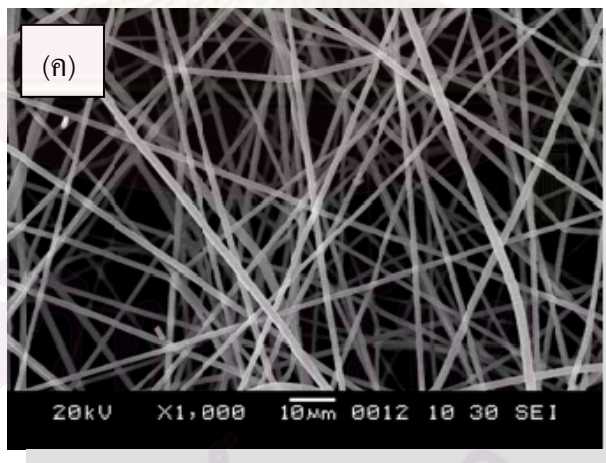
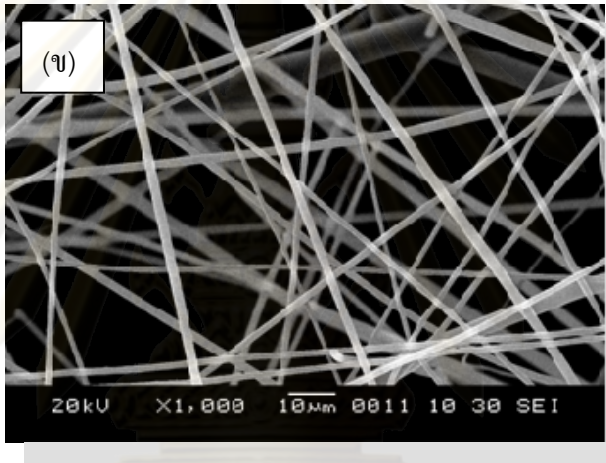
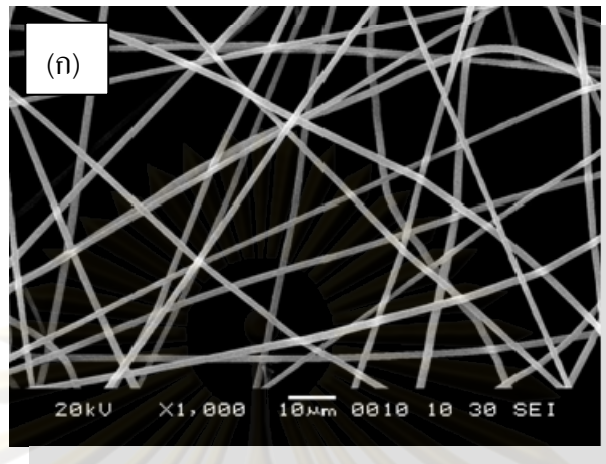
ภาพที่ 4.4 การกระจายตัวขนาดเส้นใย เมื่อใช้ความต่างศักย์แตกต่างกัน (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 25 กิโลโวลต์ เมื่อขนาดเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร และ TCD เท่ากับ 15 เซนติเมตร

ตารางที่ 4.1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยโดยเปลี่ยนตัวแปรการทดลอง 3 ตัวแปร คือ ขนาดเข็ม ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ และความต่างศักย์

พารามิเตอร์	ขนาดเข็ม (มม)	TCD (ซม)	ความต่างศักย์ (กิโลโวลต์)	ขนาดเส้นผ่าน- ศูนย์กลางเฉลี่ย (ไมครอน)	ปริมาณเส้นใยที่ ฉีดได้(หลังเผา) (กรัม)
ขนาดเข็ม	0.6	15	15	1.59	2.8 – 3.0
	0.4	15	15	1.31	2.5 -2.8
	0.1	15	15	0.62	0.50
TCD	0.4	15	15	1.31	2.5 -2.8
	0.4	20	15	0.80	2.3 – 2.6
	0.4	25	15	0.83	2.3 – 2.6
ความต่างศักย์	0.4	15	15	1.31	2.5 – 2.8
	0.4	15	20	0.69	2.4 – 2.8
	0.4	15	25	0.87	2.3 – 2.5

4.1.4 ผลของอุณหภูมิในการเผา(calcination)

ภาพที่ 4.5 แสดงผลของอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อเส้นใยด้วยเครื่อง SEM โดยเส้นใยที่นำมาตรวจสอบมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 1.59 ไมครอน ผลจากการเผาเส้นใยที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียสไม่ทำให้ลักษณะเส้นใยเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม เส้นใยยังคงมีสภาพผิวเรียบ ไม่มีการรวมตัวกันเป็นก้อน และหลังจากการเผาไม่ทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเปลี่ยนแปลง ในงานวิจัยนี้เลือกอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสในการเผาเพื่อทำให้พันธะมีความแข็งแรงขึ้น



ภาพที่ 4.5 ลักษณะเส้นใยซิลิกาหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ (ก) 300 (ข) 400 และ (ค) 500 องศาเซลเซียส

4.1.5 พื้นที่ผิวของตัวรองรับแบบรูพรุน และตัวรองรับแบบเส้นใย

ตารางที่ 4.2 การเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวรองรับที่มีรูพรุนกับตัวรองรับแบบเส้นใย

BET	ตัวรองรับแบบมีรูพรุน	ตัวรองรับแบบเส้นใย*
พื้นที่ผิว (ตร.ม./กรัม)	237.36	2.76
ปริมาตรรูพรุน (ลบ.ซม./กรัม)	1.01	N/A
ขนาดรูพรุน (นาโนเมตร)	1.69	N/A

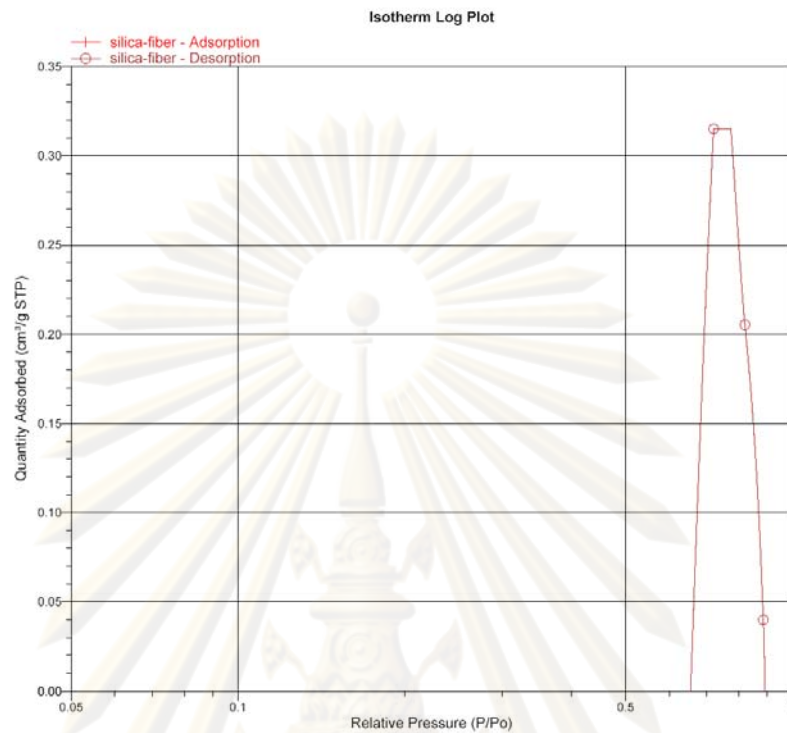
* การคำนวณ

พื้นที่ผิว = ความหนาแน่นของ SiO_2 \times รัศมีเส้นใย

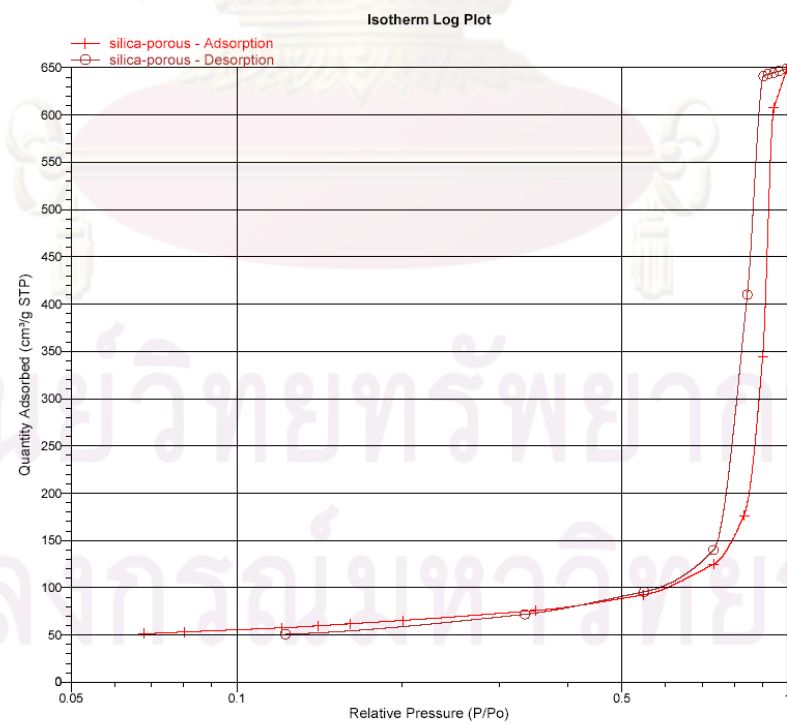
รัศมีเส้นใย เท่ากับ 0.69 ไมครอน

ตารางที่ 4.2 แสดงการเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวรองรับที่มีรูพรุนกับตัวรองรับแบบเส้นใย พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของตัวรองรับแบบมีรูพรุนถูกตรวจสอบด้วยเครื่อง BET ส่วนตัวรองรับแบบเส้นใยไม่สามารถตรวจสอบด้วยเครื่องประเภทเดียวกัน เนื่องจากตัวรองรับแบบเส้นใยไม่มีรูพรุน แต่สามารถหาพื้นที่ผิวด้วยการคำนวณ เมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของตัวรองรับทั้งสองแบบพบว่าตัวรองรับแบบมีรูพรุนมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 236.37 ตร.ม./กรัม ส่วนตัวรองรับแบบเส้นใยมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 2.76 ตร.ม./กรัม ซึ่งเส้นใยได้ถูกเตรียมจากขนาดเข็ม 0.4 มิลลิเมตร ระยะห่างจากปลายเข็มถึงฉากรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์

นอกจากนี้ยังแสดงไนโตรเจน adsorption isotherm ของตัวรองรับทั้งสองแบบในภาพที่ 4.6 และ 4.7 จากภาพที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าตัวรองรับไม่เกิด hysteresis loop ซึ่งแสดงว่าตัวรองรับแบบเส้นใยไม่มีรูพรุน แต่ในกรณีของตัวรองรับแบบมีรูพรุนในรูปที่ 4.7 เกิด hysteresis loop จากแคปิลลารีคอนเดนเซชัน (capillary condensation) ของการถูกดูดซับในรูพรุนของตัวรองรับ ซิลิกาทั้งแบบโมโนเลเยอร์ และมัลติเลเยอร์



ภาพที่ 4.6 ไนโตรเจน adsorption isotherm ของตัวรองรับแบบเส้นใย

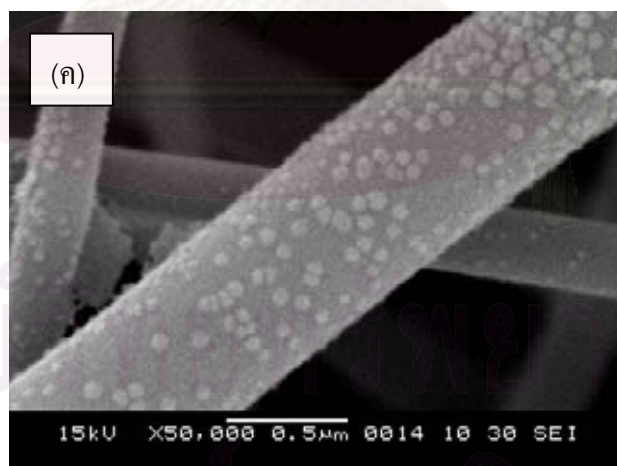
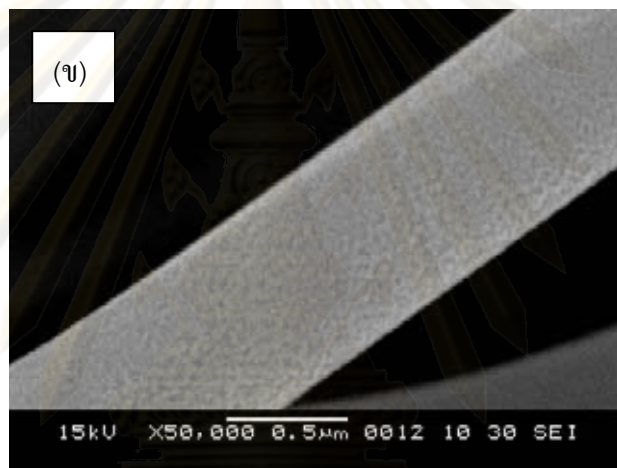
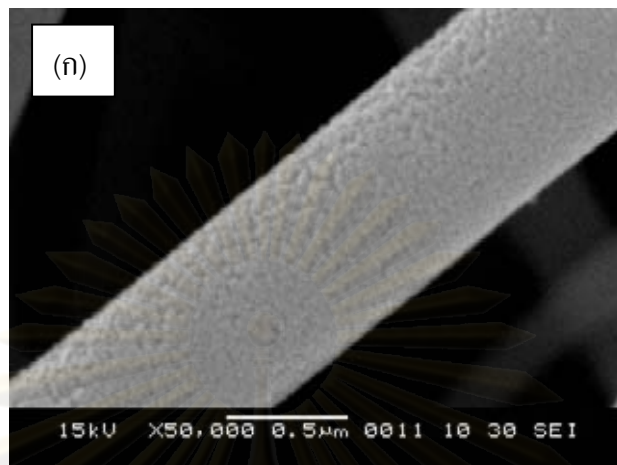


ภาพที่ 4.7 ไนโตรเจน adsorption isotherm ของตัวรองรับแบบมรูพรุน

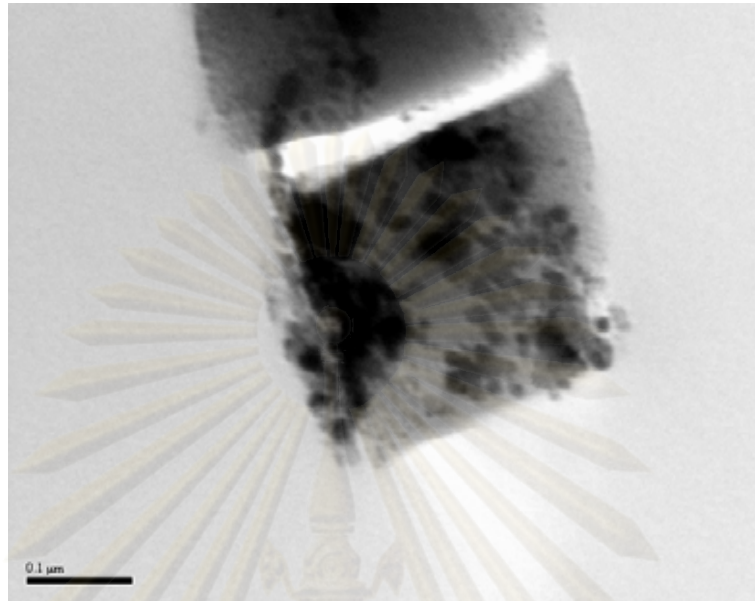
4.1.6 ผลของปริมาณโคบอลต์ที่เคลือบบนเส้นใยซิลิกา

ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่มีร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์แตกต่างกันถูกเตรียมด้วยวิธีการเคลือบ (impregnation method) เส้นใยซิลิกาที่นำมาเป็นตัวรองรับได้จากภาวะอิเล็กโทรสปินนิ่งที่เหมาะสม คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม 0.4 มิลลิเมตร ระยะทางจากปลายเข็มถึงฉากรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นำวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ที่มีกำลังขยาย 50,000 เท่า แสดงดังภาพที่ 4.8(ก) (ข) และ (ค) จากภาพพบว่าเมื่อเคลือบโคบอลต์ลงบนเส้นใยซิลิกา ลักษณะพื้นผิวเส้นใยมีความขรุขระเพิ่มขึ้น เนื่องจากอนุภาคโคบอลต์ได้กระจายตัวอยู่บนเส้นใย การเปลี่ยนร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์ที่เคลือบบนเส้นใยจากร้อยละ 5 เป็น 10 ความขรุขระที่เกิดขึ้นไม่แตกต่างกันมากนัก แต่จะเห็นชัดเจนเมื่อเปลี่ยนร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์เป็นร้อยละ 20 เพราะว่าพื้นผิวเส้นใยซิลิกาอยู่ในระดับไมครอนจึงไม่สามารถรองรับการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์ได้ ดังนั้นอนุภาคโคบอลต์จึงเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น และลักษณะการเคลือบโลหะโคบอลต์บนเส้นใยอาจมีลักษณะเป็นแบบหลายชั้น (multilayer)

เมื่อตรวจสอบลักษณะการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา แสดงดังภาพที่ 4.9 พบว่าการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์มีทั้งอนุภาคโคบอลต์ที่มีขนาดเล็ก (small cluster size) โดยในภาพแสดงลักษณะเป็นจุดสีเทา และอนุภาคโคบอลต์ที่มีขนาดใหญ่ (large cluster size) ซึ่งอนุภาคที่เกิดการรวมตัวกันมีอนุภาคขนาดใหญ่จะมีลักษณะเป็นสีดำ เมื่อเกิดการรวมตัวกันจึงทำให้โคบอลต์ไม่สามารถเคลือบอยู่บนเส้นใยซิลิกาได้เต็มพื้นผิวของเส้นใยทั้งหมด ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าโลหะโคบอลต์สามารถเคลือบอยู่บนเส้นใยได้ โดยมีขนาดอนุภาคโคบอลต์แตกต่างกันขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของโคบอลต์



ภาพที่ 4.8 ลักษณะเส้นใยซิลิกาจากภาพ SEM ที่ถูกเคลือบด้วยร้อยละโดยน้ำหนักของโคบอลต์แตกต่างกัน (ก) ร้อยละ 5 (ข) ร้อยละ 10 และ (ค) ร้อยละ 20



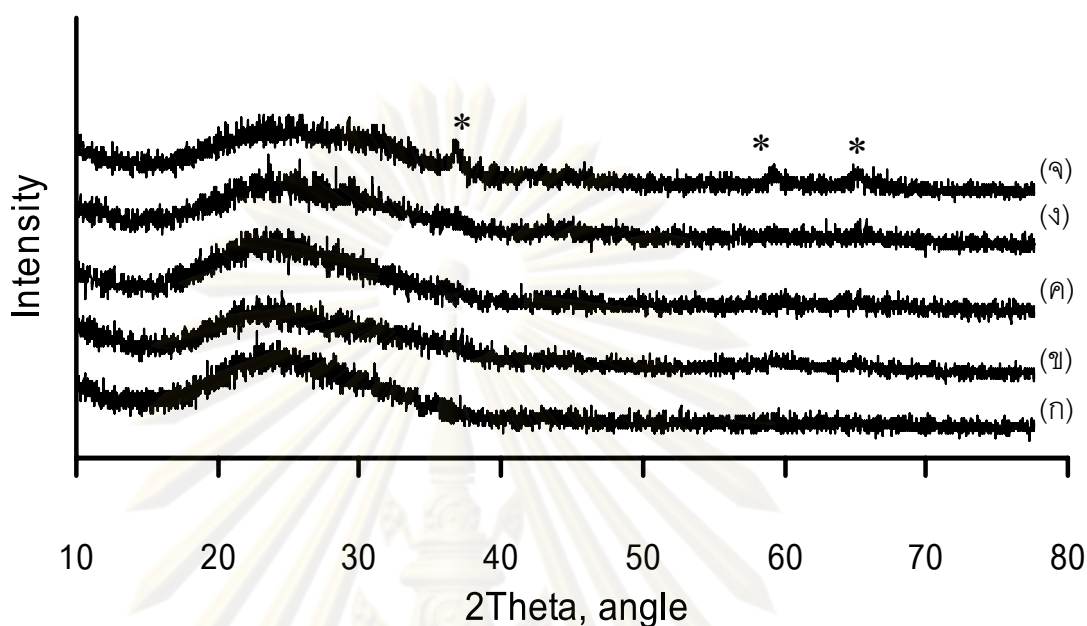
ภาพที่ 4.9 ภาพ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา

เพื่อยืนยันว่าปริมาณโคบอลต์ที่เคลือบบนเส้นใยซิลิกาที่ได้จากการคำนวณมีความถูกต้องจึงวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบธาตุด้วยเครื่อง SEM/EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่ปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 5 10 และ 20 โดยน้ำหนัก เมื่อเคลือบโคบอลต์ลงบนเส้นใยร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณโคบอลต์ออกไซด์บนเส้นใยซิลิกาออกไซด์ เท่ากับ ร้อยละ 4.59 และ 7.00 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์เป็นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ปริมาณโคบอลต์ออกไซด์บนเส้นใยซิลิกาออกไซด์เท่ากับร้อยละ 10 ซึ่งมีค่าน้อยกว่าการคำนวณ เนื่องจากพื้นที่ผิวเส้นใยซิลิกาอยู่ในระดับไมครอน จึงมีพื้นที่รองรับอนุภาคโคบอลต์ไม่เพียงพอ และเป็นสาเหตุให้อนุภาคโคบอลต์รวมตัวกันเป็นก้อนดังภาพที่ 4.8(ค)

ตารางที่ 4.3 ร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์ออกไซด์บนซิลิกาออกไซด์

ปริมาณโคบอลต์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณโคบอลต์ออกไซด์บนซิลิกาออกไซด์ (CoO/SiO ₂)
5	4.59
10	7.00
20	13.37

4.1.6 ลักษณะผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกา

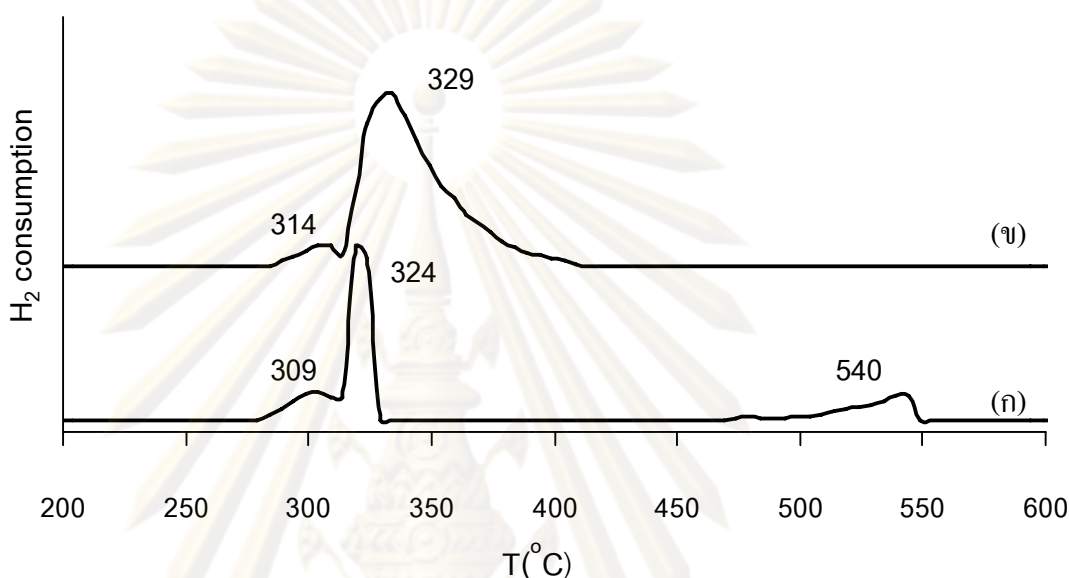


ภาพที่ 4.10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (ก) เส้นใยซิลิกา (ข) ร้อยละ 10 โคบอลต์/ซิลิกาแบบ รูปพูน (ค) ร้อยละ 5 โคบอลต์/เส้นใยซิลิกา (ง) ร้อยละ 10 โคบอลต์/เส้นใยซิลิกา (จ) ร้อยละ 20 โคบอลต์/เส้นใยซิลิกา

โครงสร้างผลึกของเส้นใยซิลิกาหลังการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาหลังการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ถูกตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD แสดงดังภาพที่ 4.10 ลักษณะพีคของเส้นใยซิลิกาเป็นพีคที่มีลักษณะกว้าง (broad peak) ปรากฏขึ้นที่ 2θ เท่ากับ 25 ภาพที่ 4.10(ก) กล่าวได้ว่าซิลิกาออกไซด์อยู่ในสถานะอสัณฐาน (amorphous state) สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาหลังการเผาจะได้โลหะที่อยู่ในรูปเตตระโคบอลต์ออกไซด์ (Co_3O_4) ซึ่งปรากฏขึ้นที่ 2θ เท่ากับ 36 59 และ 65 เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพีคของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสาม ภาพที่ 4.10 (ค) (ง) และ (จ) พบว่าความเข้มของพีคเพิ่มเมื่อวัฏภาค (phase) เตตระโคบอลต์ออกไซด์มีมาก หรือตัวเร่งปฏิกิริยามีปริมาณโคบอลต์เพิ่มขึ้นนั่นเอง การที่ไม่พบพีคในตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโคบอลต์ร้อยละ 5 และ 10 เพราะว่าอนุภาคโคบอลต์กระจายตัวได้ดีเมื่อใช้โคบอลต์ แอซีเตท (Cobalt acetate) เป็นสารตั้งต้น [25] แต่จะเห็นได้ชัดเมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์เป็น ร้อยละ 20 เนื่องจากอนุภาคโคบอลต์เกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ส่วนกรณีของตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับแบบมีรูปพูน และแบบเส้นใย แต่มีปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเท่ากับ ภาพที่ 4.10 (ข)

และ(ง)ตามลำดับ ไม่พบฟีกของเตตระโคบอลต์ออกไซด์ (Co_3O_4) ในตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองแบบ แสดงว่าผลของการกระจายตัวอนุภาคโคบอลต์มีผลมากกว่าตัวรองรับ

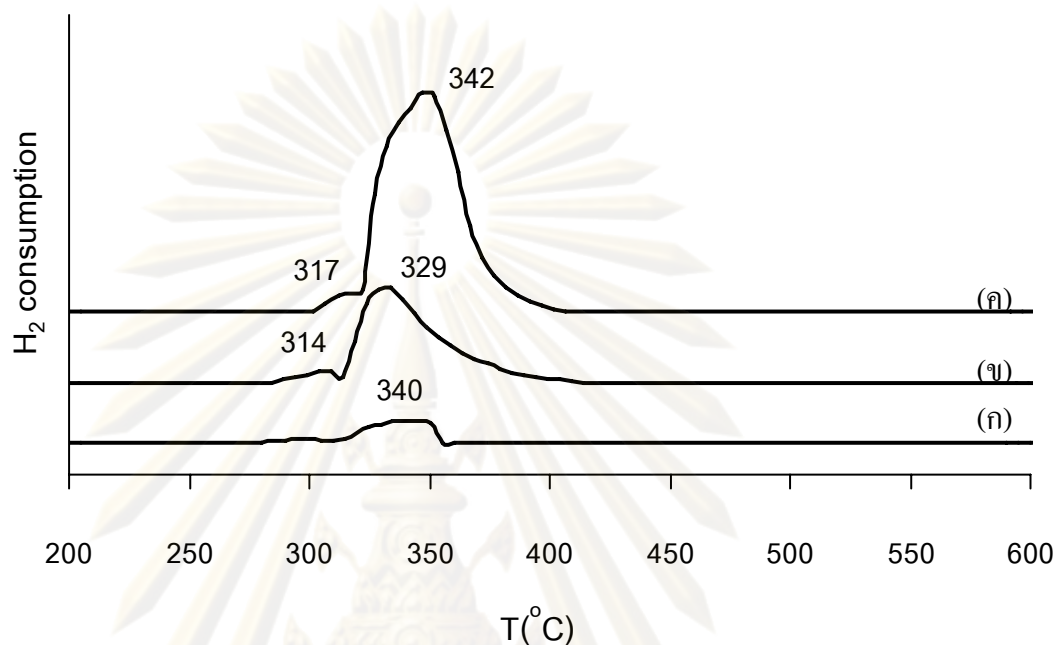
4.1.8 ผลของตัวรองรับที่มีต่อการรีดิวซ์



ภาพที่ 4.11 ลักษณะการรีดิวซ์ของ (ก) ร้อยละ 10 โคบอลต์/ซิลิกาแบบมีรูพรุน (ข) ร้อยละ 10 โคบอลต์/เส้นใยซิลิกา

ภาพที่ 4.11 แสดงสเปกตรัม TPR ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับที่แตกต่างกัน ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน ภาพที่ 4.11 (ก) ปรากฏพีค 3 พีค ในการรีดิวซ์ คือ 309 324 และ 540 องศาเซลเซียส ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย ภาพที่ 4.11 (ข) ปรากฏ 2 พีค คือ 314 และ 329 องศาเซลเซียส พีคแรกเป็นการรีดิวซ์เตตระโคบอลต์ออกไซด์เป็นโคบอลต์ออกไซด์ (CoO) และพีคที่สองเป็นการรีดิวซ์โคบอลต์ออกไซด์เป็นโลหะโคบอลต์ สำหรับพีคที่สามของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุนเป็นการรีดิวซ์ของโคบอลต์ซิลิเกต เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิการรีดิวซ์พบว่าสองพีคแรกมีอุณหภูมิใกล้เคียงกัน แต่ร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยมีค่ามากกว่า คือร้อยละ 13.54 ดังตารางที่ 4.4 ส่วนกรณีในตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุนเกิดการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากโคบอลต์เกิดแรงยึดเหนี่ยว (interaction) กับซิลิกา จึงทำให้ยากต่อการรีดิวซ์

4.1.9 ผลของปริมาณโคบอลต์ที่มีต่อการรีดิวซ์



ภาพที่ 4.12 ลักษณะการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาโดยมีปริมาณโคบอลต์ที่ต่างกัน (ก) ร้อยละ 5 (ข) ร้อยละ 10 (ค) ร้อยละ 20

ตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาที่มีปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 5 ปรากฏพีคการรีดิวซ์ หนึ่งพีคที่อุณหภูมิ 340 องศาเซลเซียส ภาพที่ 4.11 (ก) เมื่อเพิ่มปริมาณโคบอลต์เป็นร้อยละ 10 ปรากฏพีคการรีดิวซ์สองพีคที่อุณหภูมิ 314 และ 329 องศาเซลเซียส ภาพที่ 4.11 (ข) จะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 5 ใช้อุณหภูมิสูงในการรีดิวซ์ เนื่องจากอนุภาคโลหะมีการกระจายตัวที่ดี กลุ่มโคบอลต์ (cluster) จึงมีขนาดเล็กฉะนั้นการรีดิวซ์เกิดได้ยากกว่า [26] เมื่อปริมาณโคบอลต์เป็นร้อยละ 20 ปรากฏพีคการรีดิวซ์สองพีคเช่นกัน ที่อุณหภูมิ 317 และ 342 องศาเซลเซียส ภาพที่ 4.11 (ค) อย่างไรก็ตามร้อยละการรีดิวซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5, 10 และ 20 โคบอลต์ มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น คือ ร้อยละ 2.46, 13.54 และ 31.22 ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 4.4 ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโลหะโคบอลต์ จะทำให้ร้อยละการรีดิวซ์เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.4 ร้อยละโดยน้ำหนักโคบอลต์ออกไซด์บนซิลิกาออกไซด์

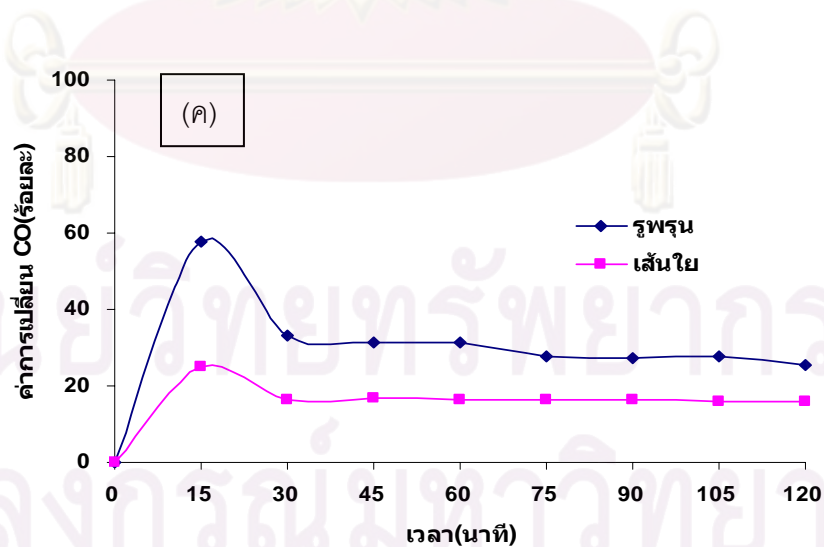
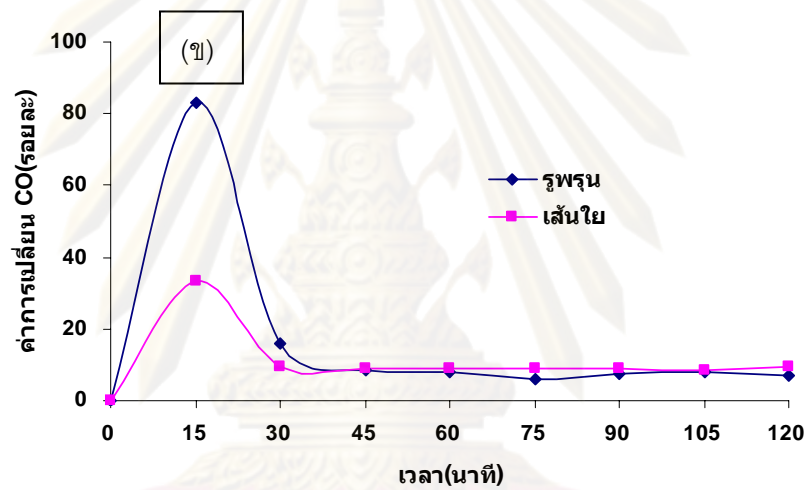
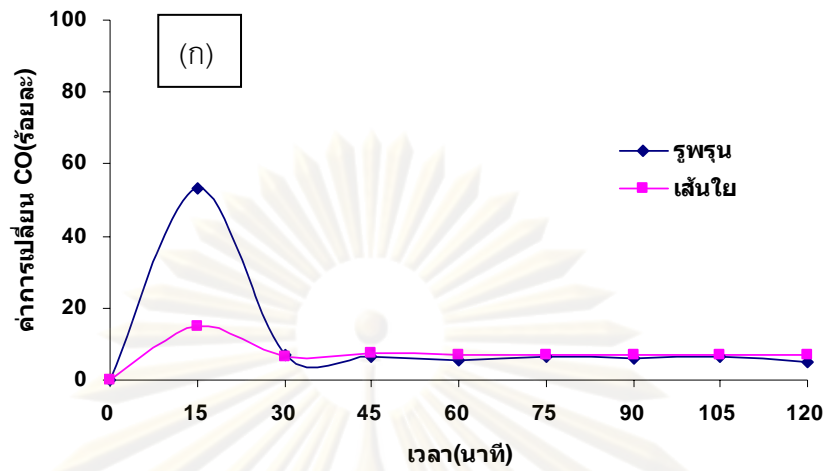
ปริมาณโคบอลต์ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ร้อยละการรีดิวซ์ (%Reduction of degree)
5	2.46
10	13.54
20	31.22
10(รูพรุน)	5.97

4.2 การสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์

4.2.1 ผลของตัวรองรับ

ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน และแบบเส้นใย ถูกนำมาทดสอบในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์เพื่อเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองแบบมีปริมาณโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา คือ 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ภาพที่ 4.13 (ก) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงต่ำกว่าร้อยละ 1.92 ที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส ภาพที่ 4.13 (ข) ก็เช่นเดียวกันค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนต่ำกว่าร้อยละ 3.6 แสดงค่าดังตารางที่ 4.5 แต่ความแตกต่างที่เกิดขึ้นมีน้อยมาก

จะเห็นได้ชัดเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 280 องศาเซลเซียส ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับแบบรูพรุนมีค่ามากกว่า เพราะพื้นที่ผิวของรูพรุนมีค่ามากกว่าจึงมีพื้นที่ในการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์ ทำให้โคบอลต์สัมผัสกับคาร์บอนมอนอกไซด์มากขึ้น และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาประเภทดูดความร้อน ดังนั้นโมเลกุลของแก๊สที่เข้าไปทำปฏิกิริยาภายในรูพรุนสามารถแพร่ออกจากรูพรุนได้เร็วขึ้นเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

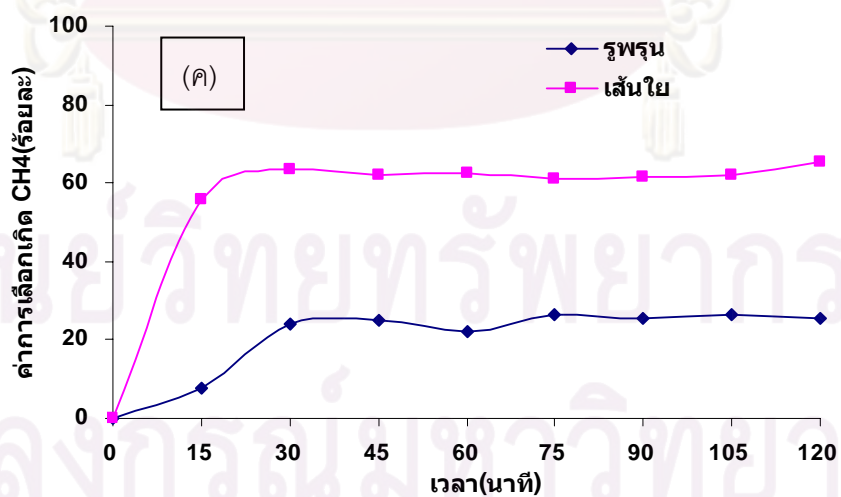
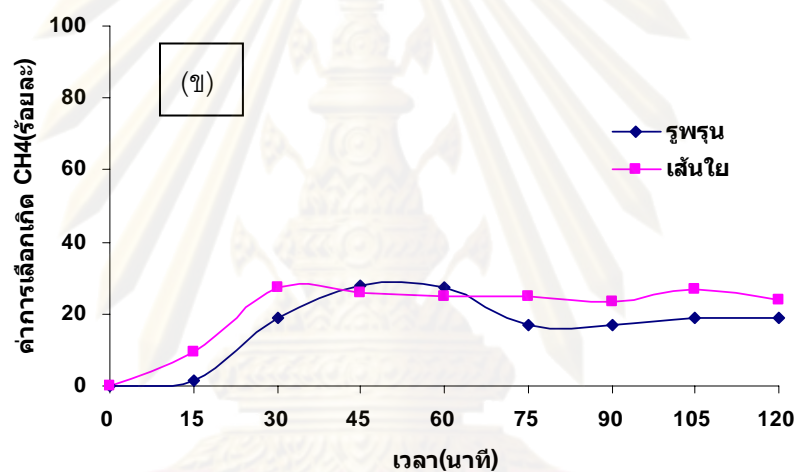
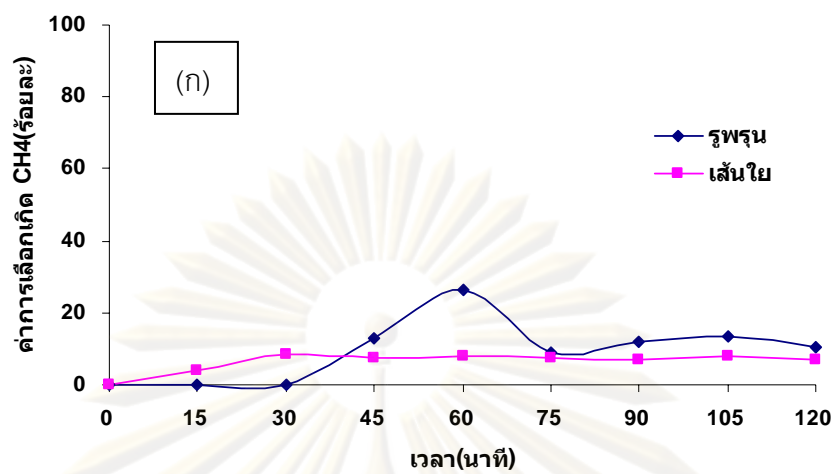


ภาพที่ 4.13 เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนแปลงคาร์บอนมอนอกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศาเซลเซียส

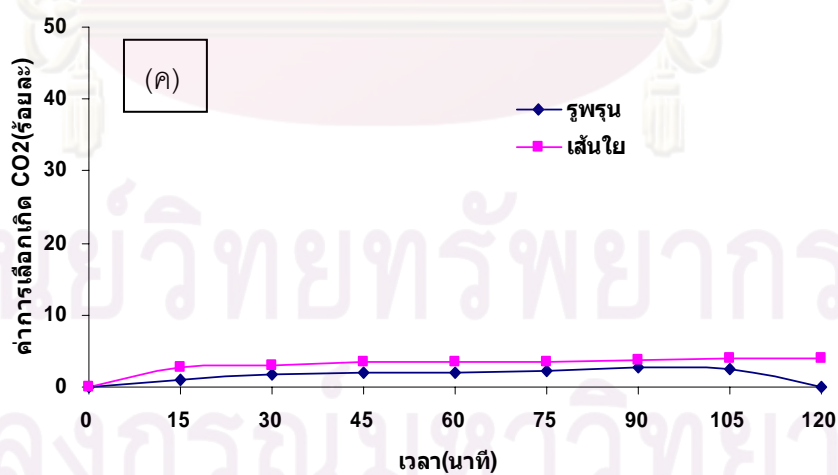
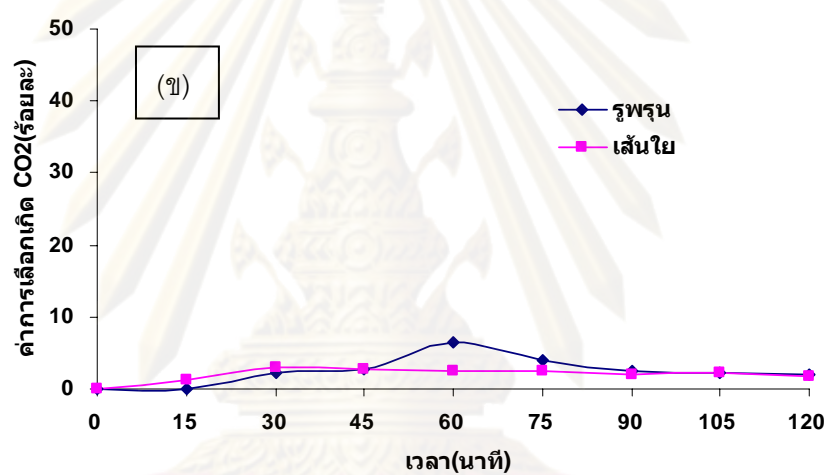
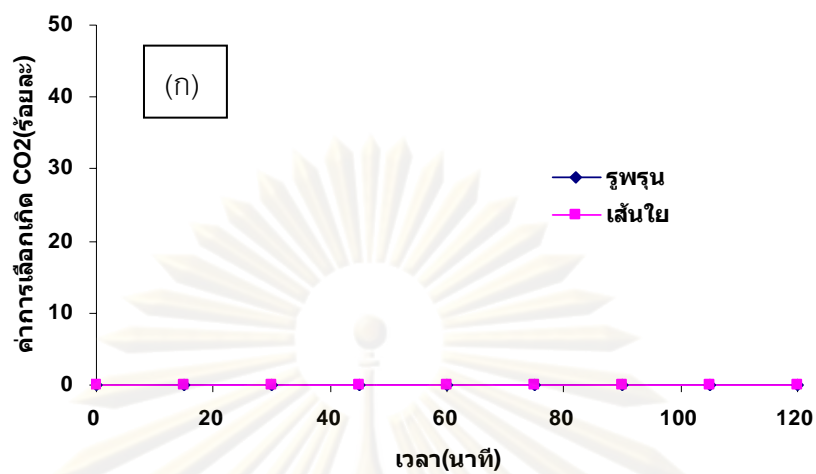
ตารางที่ 4.5 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และแบบเส้นใย ในปฏิกิริยาฟิสเชอร์-ทรอปช์ ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	ค่าการเปลี่ยน CO (ร้อยละ)		ค่าการเลือกเกิด CH ₄ (ร้อยละ)		ค่าการเลือกเกิด CO ₂ (ร้อยละ)	
	รูพรุน	เส้นใย	รูพรุน	เส้นใย	รูพรุน	เส้นใย
240	6.05	7.97	10.47	7.07	0.00	0.00
260	8.70	12.03	18.35	23.28	2.81	2.23
280	29.20	17.37	22.85	61.79	2.01	3.47

สำหรับค่าการเลือกเกิดของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองแบบ โดยอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 240 องศาเซลเซียสพบว่าค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีค่าสูงกว่าเล็กน้อย เมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 260 และ 280 องศาเซลเซียส ค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยมีค่าสูงกว่า โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส ค่าการเลือกเกิดแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ฟิสเชอร์-ทรอปช์ จะส่งผลให้เกิดมีเทนเป็นผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น สาเหตุที่ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยมีค่าการเลือกเกิดมีเทนมากกว่า เพราะแหล่งกัมมันต์ทั้งหมดเกาะอยู่บนพื้นผิวภายนอกของตัวรองรับ การเกิดปฏิกิริยาไม่ต้องอาศัยการแพร่เข้าของสารตั้งต้น และการแพร่ออกของผลิตภัณฑ์เหมือนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุน ดังนั้นปฏิกิริยาจึงเกิดได้ง่าย และรวดเร็ว



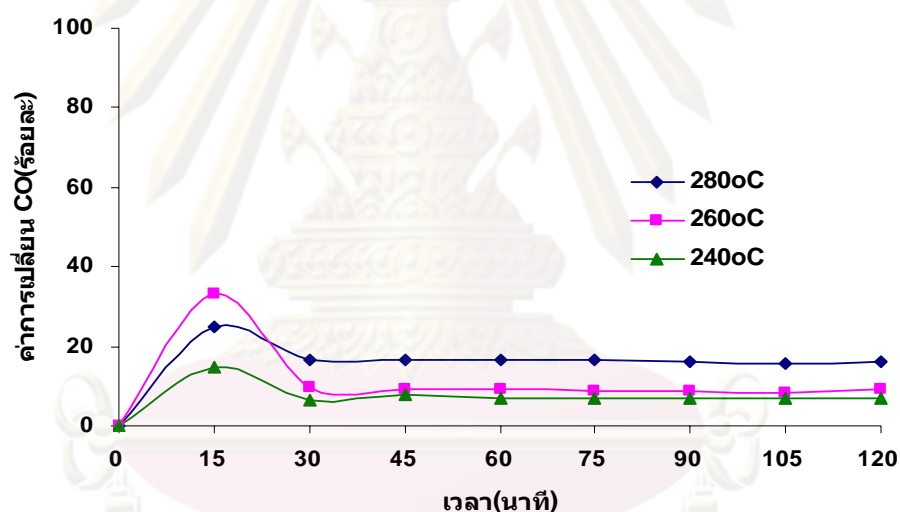
ภาพที่ 4.14 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.15 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบมีรูพรุน และเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 240 (ข) 260 และ (ค) 280 องศาเซลเซียส

ในเกิดปฏิกิริยาฟิสเซอร์-ทรอปซ์มักเกิดปฏิกิริยาวอเตอร์แก๊สซิฟร่วมด้วย โดยมีแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ พบว่าที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ไม่เกิดคาร์บอนมอนอกไซด์ เนื่องจากอุณหภูมิต่ำ การดำเนินไปข้างหน้าของปฏิกิริยาเกิดขึ้นน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 260 และ 280 องศาเซลเซียส ค่าการเลือกเกิดคาร์บอนมอนอกไซด์สูงขึ้น ส่วนหนึ่งเป็นเพราะการเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ทำให้เกิดน้ำมาก ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาวอเตอร์แก๊ส-ซิฟมากตามไปด้วย สำหรับความแตกต่างของตัวรองรับนั้น เหตุผลคล้ายกับค่าการเลือกเกิดมีเทนเพราะว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย และรวดเร็ว ปฏิกิริยาจึงดำเนินไปข้างหน้าได้ดี

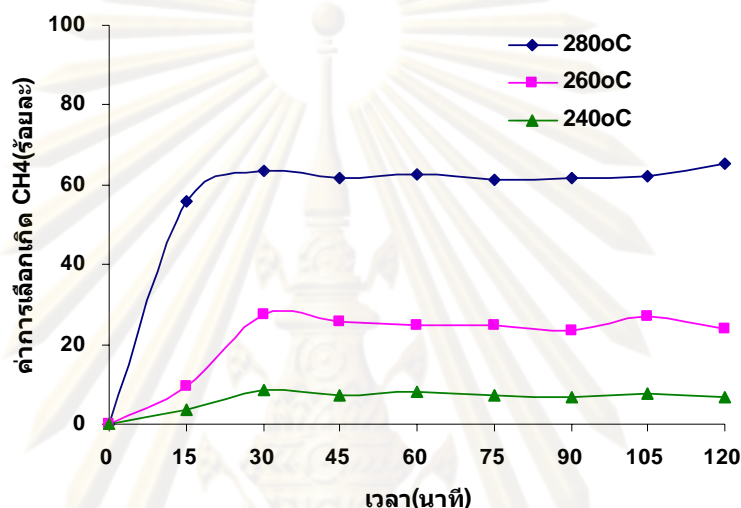
4.2.2 ผลของอุณหภูมิ



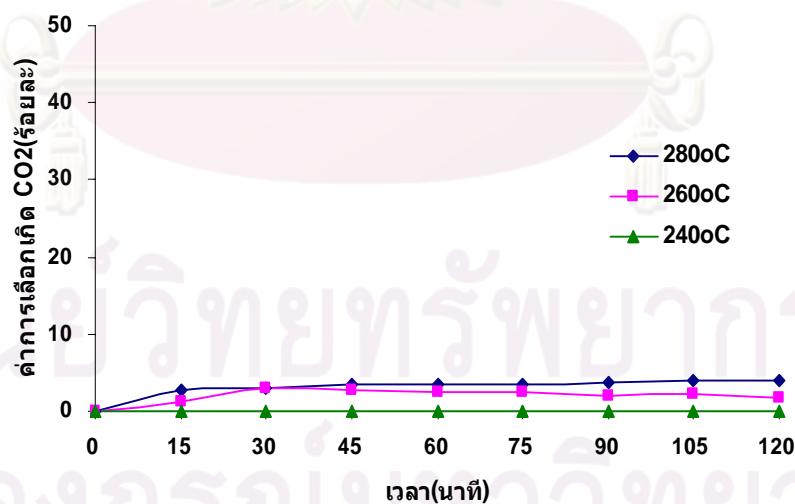
ภาพที่ 4.16 เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส

การสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์อุณหภูมิมีผลต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยา เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใยชนิดิกามาทดสอบการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ที่อุณหภูมิ 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่ม ภาพที่ 4.16 โดยมีค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากับร้อยละ 7.97 12.03 และ 17.37 ตามลำดับ สำหรับค่าการเลือกเกิดมีเทน และคาร์บอนไดออกไซด์เป็นไปในทางเดียวกับค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์ ภาพที่ 4.17 และ 4.18 โดยค่าการเลือกเกิดมีเทนเท่ากับ 7.07 23.28 และ 61.79 ส่วนค่าการเลือกเกิดคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากับร้อยละ

2.23 และ 3.47 ซึ่งที่อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียสไม่เกิดคาร์บอนไดออกไซด์ ค่าการเปลี่ยนแปลงคาร์บอนออกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์ทั้งสองเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้น เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาประกอบด้วยการดูดซับ(adsorption) และการหลุดออกจากตัวดูดซับ(desorption) และการเติมไฮโดรเจน(hydrogenation) และปฏิกิริยาในช่วงการหลุดออกจากตัวดูดซับเป็นแบบคายความร้อนเมื่ออุณหภูมิสูง ปฏิกิริยาช่วงนั้นเกิดขึ้นได้ดี[12]

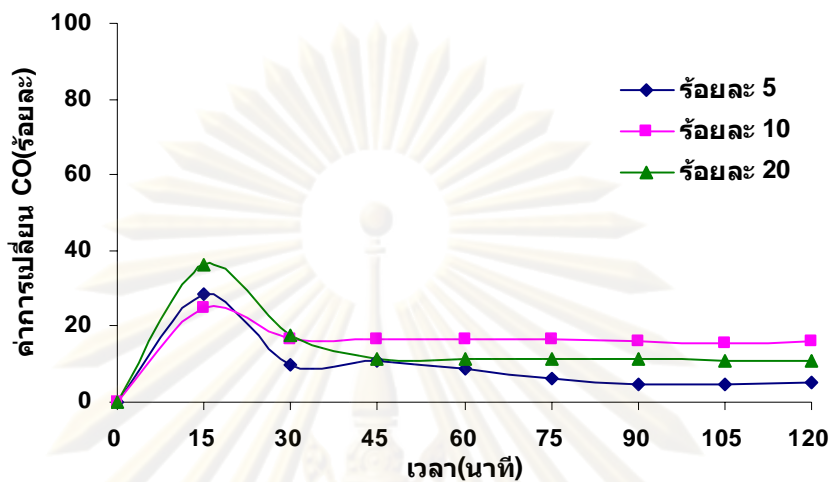


ภาพที่ 4.17 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใย โดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส

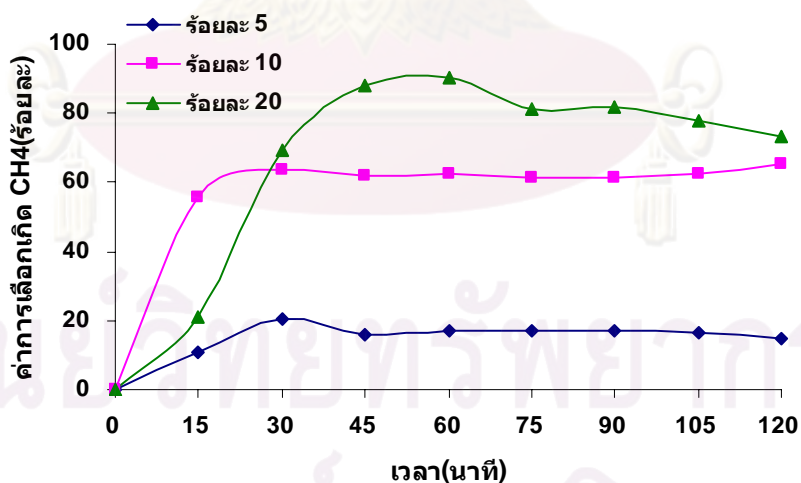


ภาพที่ 4.18 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ของร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 240 260 และ 280 องศาเซลเซียส

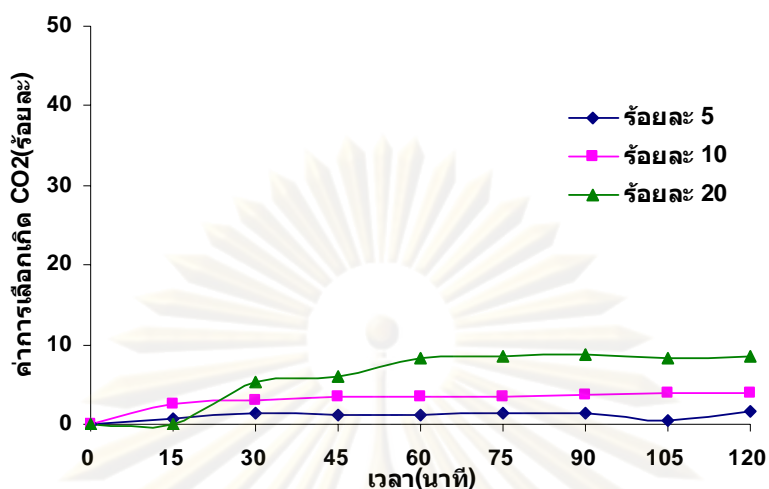
4.2.3 ผลของปริมาณโคบอลต์



ภาพที่ 4.19 เปรียบเทียบค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.20 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.21 เปรียบเทียบค่าการเลือกเกิดคาร์บอนมอนนอกไซด์ของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 10 และ 20 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบเส้นใยโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส

ปริมาณโลหะในตัวเร่งปฏิกิริยามีความสำคัญเช่นกัน นั้นหมายถึงแหล่งกัมมันต์ (active site) ที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา เมื่อทดสอบการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์โดยเพิ่มปริมาณโคบอลต์บนเส้นใยซิลิกาเป็นร้อยละ 5 10 และ 20 ใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 280 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อเพิ่มร้อยละโคบอลต์จากร้อยละ 5 เป็นร้อยละ 10 ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์สูงขึ้น ภาพที่ 4.19 แต่การเพิ่มโคบอลต์จากร้อยละ 10 เป็นร้อยละ 20 ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ลดลงจากร้อยละ 17.37 เป็นร้อยละ 13.49 ตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์บนเส้นใยในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์ -ทรอปซ์ เมื่อเปลี่ยนปริมาณโคบอลต์

ปริมาณโคบอลต์ (ร้อยละ)	ค่าการเปลี่ยน CO (ร้อยละ)	ค่าการเลือกเกิด (ร้อยละ)	
		CH ₄	CO ₂
5	8.70	14.52	1.02
10	17.37	61.79	3.47
20	13.49	64.82	5.98

สำหรับค่าการเลือกเกิดมีเทน เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อร้อยละโคบอลต์เพิ่มขึ้น เป็นร้อยละ 10 ภาพที่ 4.20 แต่ร้อยละ 10 และ 20 โคบอลต์มีค่าการเลือกเกิดมีเทนเพียงร้อยละ 3.03 ส่วนค่าการเลือกเกิดคาร์บอนมอนนอกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่อร้อยละโคบอลต์เพิ่ม ซึ่งค่าการเลือกเกิดมีค่าเท่ากับร้อยละ 1.02 3.47 และ 5.98 ตามลำดับ ผลิตรกัณฑ์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มร้อยละโคบอลต์ เป็นผลสืบเนื่องจากการรีดิวซ์ โคบอลต์ร้อยละ 5 มีการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์มาก จึงเกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโคบอลต์ และซิลิกา ทำให้รีดิวซ์ได้น้อย ประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์จึงน้อยลง แต่โคบอลต์ร้อยละ 20 อนุภาคโคบอลต์เกิดการรวมตัวอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นการรีดิวซ์เกิดง่าย จึงเพิ่มแหล่งกัมมันต์ ดังนั้นค่าการเลือกเกิดผลิตภัณฑ์ทั้งสองจึงมีค่ามาก



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการวิจัย

การเตรียมเส้นใยซิลิกาด้วยเทคนิคโซล-เจล และอิเล็กโทรสปินนิ่งให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 690 นาโนเมตร มีภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมดังนี้ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเข็ม เท่ากับ 0.4 มิลลิเมตร, ระยะทางระหว่างปลายเข็มและฉากรับเท่ากับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์เท่ากับ และ 20 กิโลโวลต์ เส้นใยที่ได้นำมาเคลือบโคบอลต์เพื่อเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อทดสอบลักษณะพบว่าโครงสร้างผลึกมีอนุภาคขนาดเล็กโดยผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยอนุภาคที่มีขนาดเล็กส่งผลให้เกิดการรีดิวซ์ได้ยากในตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยสามารถรีดิวซ์ได้ง่ายกว่าเนื่องจากพื้นที่ผิวตัวรองรับมีน้อยกว่าการกระจายตัวจึงเกิดได้ไม่ดี โดยมีอนุภาคโคบอลต์ทั้งขนาดเล็ก และขนาดใหญ่ เมื่อปริมาณโคบอลต์มีค่าเท่ากัน แต่ถ้าเพิ่มปริมาณโคบอลต์ที่เคลือบบนเส้นใยใหญ่ ขนาดผลึกเกิดการรวมตัวจนกระทั่งมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นปริมาณโคบอลต์จึงมีส่วนสำคัญในการเพิ่มการรีดิวซ์ เมื่อปริมาณโคบอลต์เพิ่มเป็นร้อยละ 20 ร้อยละการรีดิวซ์เพิ่มขึ้นเท่ากับร้อยละ 17.68 จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาทดสอบการสังเคราะห์ฟิสเซอร์-ทรอปซ์ โดยเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน และแบบเส้นใยพบว่าที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนมีพื้นที่ผิวมากในการกระจายตัวโคบอลต์ การเพิ่มอุณหภูมิทำให้ค่าการเลือกเกิดมีเทนและคาร์บอนมอนอกไซด์สูงขึ้นทั้งในตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุน และแบบเส้นใย แต่ค่าการเกิดเลือกเกิดมีเทนเป็นไปในทางตรงกันข้าม ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยกลับมีค่าการเกิดเลือกเกิดมีเทนสูงเนื่องจากแหล่งกัมมันต์ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้เกาะอยู่ภายนอกทั้งหมดทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกว่า สำหรับปริมาณโคบอลต์มีผลในการทำปฏิกิริยาเช่นเดียวกัน เมื่อปริมาณโคบอลต์เพิ่มขึ้น ยังเป็นการเพิ่มแหล่งกัมมันต์ จากที่ได้กล่าวข้างต้นอนุภาคเกิดการรวมตัวจนเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ จึงเกิดการรีดิวซ์ได้มาก ดังนั้นค่าการเลือกเกิดมีเทนของตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 20 บนเส้นใยซิลิกา จึงมีค่าสูงที่สุด

ข้อเสนอแนะ

ควรทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยสารละลายโคบอลต์ในเตรท เพื่อเปรียบเทียบผลกับตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยสารละลายโคบอลต์แอสีเตท เนื่องจากการสังเคราะห์ฟิชเชอร์-ทรอปซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากสารละลายโคบอลต์ในเตรทมีความว่องไวมากกว่า



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- [1] Iglesia E. Design, synthesis, and use of cobalt-based Fischer-Tropsch synthesis catalyst. Applied catalysis A: General. 161: (1997) 59-78.
- [2] Choi S. Titania-Doped silica fibers prepared by electrospinning and sol-gel process. Journal of Sol-gel Science and Technology. 30: (2004) 215-221.
- [3] จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. 2550. กระบวนการโซล-เจล. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา : <http://www.dpim.go.th/ppr/title.php?tid=000001106028718>. [7 มิถุนายน 2550].
- [4] เอกพงศ์ มุสิกะเจริญ. 2550. การสังเคราะห์เส้นใยซิลิกาโดยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา : <http://www.clinictech.most.go.th>. [18 ตุลาคม 2550].
- [5] jgyoon. 2548. Science Sol-Gel Technology. [ออนไลน์]. แหล่งที่มา : <http://phys.suwon.ac.kr/~jgyoon/lab/solgel2.htm>. [11 มกราคม 2548].
- [6] ชฎาภา ธยามานนท์ ,ปัทมญา รัตนสัมฤทธิ์ และพงศ์ศักดิ์ วัฒนจรรยาโรจน์. การสังเคราะห์สารดูดความชื้นด้วย Sol-Gel เทคโนโลยี. ปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี 2544.
- [7] นิลมณี ทวีวัฒนโสภณ และศุภลักษณ์ รัศมี. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกา. ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ, 2549.
- [8] Sumio Sakka. Handbook of Sol-Gel Science and Technology. Vol. 1. New York. KUWER ACADEMIC PUBLISHER. 2002.
- [9] Anthony L. Andrady. Science and Technology of Polymer of Nanofibers. New Jersey. John Wiley & Sons. Inc.,. 2008.
- [10] Seeram Ramakrishna, Kasutoshi Fujihara, and et.al. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. Singapore. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. 2005.
- [11] Wikipedia. 2010. Fischer-Tropsch Process. [online]. Reference : http://en.wikipedia.org/wiki/Fischer-Tropsch_process. [16 March 2010].

- [12] A.P. Steynberg and M.E. Dry. Fischer-Tropsch Technology. Vol. 152. United Kingdom. Elsevier. 2004.
- [13] C. Sho, H.Y. Kim. Fiber mats of poly(vinyl alcohol)/silica composite via electrospinning. *Material letters*. 57: (2003) 1579-1584.
- [14] A. Tavasoli, R. M. Malek Abbaslou. Fischer-Tropsch synthesis over cobalt catalyst supported on carbon nanotubes in a slurry reactor. *Applied catalyst A*. 345: (2008) 134-142.
- [15] S. W. Lee, Y. U. Kim, S. S. Choi. Preparation of SiO₂/TiO₂ composite fibers by sol-gel reaction and electrospinning. *Materials Letters*. 61: (2007) 889-893.
- [16] C. Pham-Huu, N. Keller, J. Charbonniere. Carbon nanofiber supported palladium catalyst for liquid-phase reaction. An active and selective catalyst for hydrogenation of C=C bonds. *Chem. Commun.* (2000) 1871-1872.
- [17] G. Jacobs, T. K. Das, Y. Zhang. Fischer-Tropsch synthesis. support, loading, and promoter effects on the reducibility of cobalt catalysts. *Applied catalysis A*. 233: (2002) 263-281.
- [18] D. Song, J. Li. 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.
- [19] B. Jongsomjit, T. Wongsalee. Catalytic behaviors of mixed TiO₂-SiO₂-supported cobalt Fischer-Tropsch catalysts for carbon monoxide hydrogenation. *Materials Chemistry and Physics*. 97: (2006) 343-350.
- [20] Y. U. Kim. Effect of electrospinning parameters on polyacrylonitrile nanofiber diameter: An investigation by response surface methodology. *Materials and Design*. 29: (2008) 34-44.
- [21] Beachley V. and Wen X. Effect of electrospinning parameters on the nanofiber diameter and length. *Materials Science and Engineering C*. 29: (2009) 663-668.

- [22] Huang Z.M., Zhang Y.Z., Kotaki M. and Ramakrishna S. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. Composites Science and Technology. 63: (2003) 2223–2253.
- [23] Lee K.H., H. Kim, Bang Y. H.J., Jung Y.H., and Lee S.G. The change of bead morphology formed on electrospun polystyrene fibers. Polymer. 44: (2003) 4029–4034.
- [24] Kang H., Zhu Y., Yang X., Jing Y., Lengalova A., and Li C. A novel catalyst based on electrospun silver-doped silica fibers with ribbon morphology. Journal of Colloid and Interface Science. 341: (2010) 303–310.
- [25] Martínez A., López C., Márquez F., and Díaz I. Fischer-Tropsch synthesis of hydrocarbons over mesoporous Co/SBA-15 catalysts: the influence of metal loading, cobalt precursor, and promoters. Journal of catalysis. 220: (2003) 486-499.
- [26] Sun S., Taubaki N. and Fujimimoto K. The reaction performances and characterization of Fischer-Tropsch synthesis Co/SiO₂ catalysts prepared from mixed cobalt salts. Applied Catalysis A: General. 202: (2000) 121-131.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณ

การคำนวณการเตรียมตัวเร่งร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใยซิลิกา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยการเตรียมสารละลายไฮล-เจล และการเคลือบ

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมสารละลายไฮล-เจล

มวลโมเลกุลซิลิกา (SiO_2) = 60.09 กรัม/โมล

มวลโมเลกุล TEOS = 208.33 กรัม/โมล

TEOS 1 โมล = ซิลิกา 1 โมล

ตั้งสมมุติฐาน มีซิลิกา 7.5 กรัม

ดังนั้น น้ำหนัก TEOS = $(208.33 \times 7.5)/60.09 = 26.00$ กรัม

= $26.00/208.33 = 0.1248$ โมล

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

TEOS = 0.1248 โมล

ดังนั้น TEOS: เอทานอล: น้ำ: กรดไฮโดรคลอริก = $0.1248:0.2494:0.2494:1.2 \times 10^{-3}$

	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 0.2494 โมล = $(0.2494 \times 46.07)/0.789 = 14.56$ มิลลิลิตร

น้ำ 0.2494 โมล = $(0.2494 \times 18)/1 = 14.56$ มิลลิลิตร

กรดไฮโดรคลอริก 1.2×10^{-3} โมล = $(0.2494 \times 36.46)/1.18 = 14.56$ มิลลิลิตร

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

ดังนั้น TEOS 0.1248 โมล = $(10 \times 0.93 \times 0.98 \times \text{ปริมาตร})/(1000 \times 208.33)$

ปริมาตร = 27.93 มิลลิลิตร

ขั้นตอนที่ 2 การเคลือบโคบอลต์บนเส้นใย

TEOS:H₂O:EtOH:HCl = 1:2:2:0.01

TEOS ข้อมูลจากขวด ร้อยละ 98 มวลโมเลกุล เท่ากับ 208.33 กรัม/โมล

สูตรโครงสร้าง C₈H₂₀O₄Si ความหนาแน่น เท่ากับ 0.933 กรัม/มิลลิลิตร

ในการเตรียมสารใช้ TEOS 1 โมล (227.81 มิลลิลิตร)

$$\text{จากสูตร } \rho = \frac{m}{v}$$

M = มวลของสารละลายหน่วยเป็นกรัม

V = ปริมาตรของสารละลายหน่วยเป็นมิลลิลิตร

$$M = 0.933 \times 227.81 = 212.55 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นการเตรียมสารจะต้องใช้ TEOS 212.55 กรัม

คำนวณปริมาณ SiO₂ ที่อยู่ในสารละลาย TEOS

SiO₂ มีมวลโมเลกุล 60.09 กรัม/โมล

ถ้า TEOS 208.33 กรัม มี SiO₂ 60.09 กรัม/โมล

ดังนั้น TEOS 212.55 กรัม มี SiO₂ (60.09 × 212.55)/208.33 = 61.31 กรัม

การคำนวณหาปริมาณ SiO₂ ที่มีอยู่ในเส้นใยเพื่อใช้ในการสังเคราะห์โคบอลต์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาโดยมีโคบอลต์เป็นองค์ประกอบร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก

ถ้าเส้นใย 212.55 กรัม เส้นใยจะมี SiO₂ 61.31 กรัม

ดังนั้น TEOS 212.55 กรัม เส้นใยจะมี SiO₂ (61.31 × 0.05)/212.55 = 0.01 กรัม

ถ้า SiO₂ 90 กรัม มี Co 10 กรัม

ดังนั้น SiO₂ 0.01 กรัม มี Co (10 × 0.01)/90 = 0.001 กรัม

Co มีมวลโมเลกุล 58.93 กรัม/โมล

ต้องการ Co 58.93 ต้องซั่ง Co(NO₃)₂·6H₂O 291.03 กรัม

ดังนั้นถ้าต้องการ Co 58.93 ต้องซั่ง Co(NO₃)₂·6H₂O = (291.03 × 0.001)/58.93
= 0.005 กรัม

การคำนวณการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการเคลือบแบบเปียก (wet impregnation)

มวลโมเลกุลของ Co = 58.93

มวลโมเลกุลของ $\text{Co}(\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ = 249.09

ปริมาตรรูพรุน (pore volume) ของซีลิกาเจล = 1.12 ซีซี/กรัม

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ในซีลิกาเจล 5 กรัม

ซีลิกาเจล 90 กรัม ปริมาณโคบอลต์เท่ากับ 10 กรัม

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

มีโคบอลต์ 58.93 กรัม/โมล ใน $\text{Co}(\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 249.09

ต้องการเตรียมโคบอลต์ 0.556 กรัม ซึ่ง $\text{Co}(\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = (249.09 \times 0.556) / 58.93$
= 2.3465 กรัม

จากซีลิกามีปริมาตรรูพรุน = 1.12 ซีซี/กรัม

ต้องการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 5 กรัม ปริมาตรสารละลาย = 1.12×5
= 5.6 ซีซี (มิลลิลิตร)

การคำนวณพื้นที่ผิวของเส้นใยซีลิกา

เส้นใยซีลิกาผลิตจากขนาดเส้น 0.4 มม. ระยะทาง 15 ซม. ความต่างศักย์ 20 กิโลโวลต์

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย = 0.69 ไมครอน ดังนั้นรัศมี = 0.345 ไมครอน

ความหนาแน่นของ SiO_2 = 2.1 กรัม/ลบ.ซม.

พื้นที่ผิว = พื้นที่/กรัม = พื้นที่/ความหนาแน่น \times ปริมาตร

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

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

$$= 2 / (2.1 \times 0.345) = 2.76 \text{ ตารางเมตร/กรัม}$$

การคำนวณร้อยละการรีดิวซ์

อัตราการไหลของ H_2 = 30 มล./นาที จากแก๊ส ร้อยละ 5 H_2 ใน N_2

ดังนั้นอัตราการไหลของ H_2 = $0.05 \times 30 = 1.5$ มล. H_2 /นาที

$$= 1 / 22400 \text{ (มล. } \text{H}_2 \text{/นาที)} / \text{(มล./โมล) ที่ STP}$$

$$= 0.000066964 \text{ โมล } \text{H}_2 \text{/นาที}$$

$$\begin{aligned}
 \text{พื้นที่(area)ของ H}_2 \text{ ก่อนรีดิวซ์} &= 104041.9 \text{ พื้นที่/นาทีย} \\
 \text{พื้นที่/นาทียของ H}_2 &= 104041.9 \text{ ดังนั้นโมล H}_2 = 0.000066964 \text{ โมล} \\
 \text{พื้นที่ของ H}_2 \text{ หลังรีดิวซ์} &= 34722.75 \text{ โมล H}_2 \\
 &= (34722.75 \times 0.000066964) / 104041.9 \\
 &= 0.000022348 \text{ โมล} = \text{โมลH}_2 \text{ (ใช้จริง)}
 \end{aligned}$$

ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใยซิลิกา = 0.1 กรัม

$$\text{ดังนั้น } \text{CoO} + \text{SiO}_2 = 0.1 \text{ กรัม}$$

$$(\text{CoO}/\text{SiO}_2) + (\text{SiO}_2/\text{SiO}_2) = 0.1/\text{SiO}_2$$

$$\text{มวลโมเลกุล Co} = 58.93$$

$$\text{มวลโมเลกุล CoO} = 58.93$$

$$\text{มวลโมเลกุล SiO}_2 = 58.93$$

$$\text{CoO/Co} = 1.27151$$

$$\text{Co/SiO}_2 = 10/(100-10) = 0.1111$$

$$\text{CoO/SiO}_2 = 1.27151 \times 0.1111 = 0.141279$$

$$\text{แทนค่า } (\text{CoO/SiO}_2) + (\text{SiO}_2/\text{SiO}_2) = 0.1/\text{SiO}_2$$

$$0.141279 + 1 = 0.1/\text{SiO}_2$$

$$\text{SiO}_2 = 0.087621$$

$$\text{จาก } \text{CoO} + \text{SiO}_2 = 0.1 \text{ กรัม ดังนั้น } \text{CoO} = 0.1 - 0.087621$$

$$= 0.012379 \text{ กรัม}$$

$$= 0.012379 / 74.93$$

$$= 0.000165 \text{ โมล CoO} = \text{โมลH}_2 \text{ (ใช้ตามทฤษฎี)}$$

$$\text{ร้อยละการรีดิวซ์(\%RD)} = (\text{โมลH}_2 \text{ ใช้จริง} / \text{โมลH}_2 \text{ ใช้ตามทฤษฎี}) \times 100$$

$$= (0.000022348 / 0.000165) \times 100$$

$$= \text{ร้อยละ } 13.54$$

ศูนย์วิทยาศาสตร์สุขภาพ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การคำนวณค่าในปฏิกิริยาฟิชเชอร์ทรอปซ์

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ร้อยละ 10 โคบอลต์โดยน้ำหนักบนเส้นใย
น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา(W)	0.2 กรัม
อุณหภูมิ(T)	298 เคลวิน
ความดัน(P)	1 บรรยากาศ
ค่าคงที่(R)	0.0820513 บรรยากาศ.ลิตร/โมล.เคลวิน
ปริมาตรขาเข้า(V _{in})	0.015 ลิตร/นาที
โมลขาเข้า (n _{in})	$= (1 \times 0.015) / (0.0820513 \times 298)$ $= 0.000613$ โมล/นาที หรือ 0.036808 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	$= (3 \times 0.000613) / 100 = 1.84 \times 10^{-5}$

ปริมาตรขาออก(V _{out})	0.015 ลิตร/นาที
โมลขาออก (n _{out})	$= (1 \times 0.015) / (0.0820513 \times 298) = 0.000613$ โมล/นาที

พื้นที่แก๊สสังเคราะห์ก่อนทำปฏิกิริยา

ครั้งที่	พื้นที่			
	H ₂	Ar	CO	CO/Ar
1	20004.8	261374.7	686774.5	2.63
2	22210.3	253736.9	694531	2.74
			ค่าเฉลี่ย	2.68

นาที่ที่ 60 พื้นที่หลังจากทำปฏิกิริยา

H ₂	Ar	CO	CH ₄	CO ₂	CO/Ar
17411.4	297171.3	665718.3	41682.6	3142.1	2.24

$$\begin{aligned} \text{ค่าการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์} &= ((2.68 - 2.24)/2.68) \times 100 \\ &= \text{ร้อยละ } 16.49 \end{aligned}$$

STD	CH ₄	CO	CO ₂
ร้อยละ	20	30	100
ครั้งที่1	384940.6	688395.9	2658643
ครั้งที่2	398165.8	708213.7	2705970
ค่าเฉลี่ย	391553.2	698304.8	2682306

ดังนั้น

$$\begin{aligned} \text{โมลของ CO} &= (665718.3 \times 30) / 698304.8 = \text{ร้อยละ } 28.60 \\ &= ((28.60/100) \times 0.015) / (298 \times 0.0820513) = 0.0001755 \text{ โมล} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{โมลของ CH}_4 &= (41682.6 \times 20) / 391553.2 = \text{ร้อยละ } 2.129 \\ &= ((2.129/100) \times 0.015) / (298 \times 0.0820513) = 0.0000131 \text{ โมล} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{โมลของ CO}_2 &= (3142.1 \times 100) / 2682306 = \text{ร้อยละ } 0.117 \\ &= ((0.117/100) \times 0.015) / (298 \times 0.0820513) = 0.0000007 \text{ โมล} \end{aligned}$$

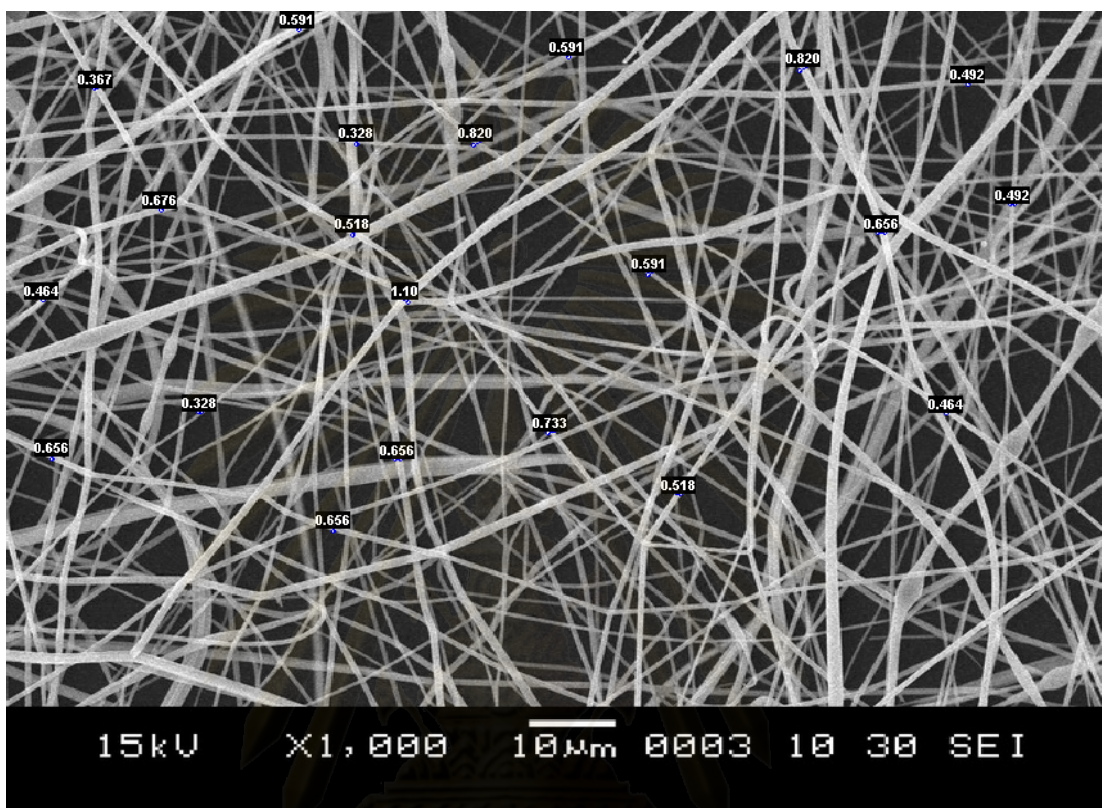
ค่าการเลือกเกิด(selectivity)

$$\text{CH}_4 = (0.0000131 / (0.000196 - 0.0001755)) \times 100 = \text{ร้อยละ } 62.62$$

$$\text{CO}_2 = (0.0000007 / (0.000196 - 0.0001755)) \times 100 = \text{ร้อยละ } 3.45$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข



ภาพที่ ข-1 การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยด้วยโปรแกรม SemAfore

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-1 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาที่
 องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H ₂		21675.4	20242.3	1666.8	20834.2	19992.2	21051.4	20750.3	21622.3
Ar		301621.9	217642.5	213365.1	212754.2	204169.5	202762.5	203289.5	199137.8
CO	698304.8	612113.8	700964.3	704825.2	703019.0	707969.6	707697.9	706866.6	713169.0
CH ₄	391553.2	8697.3	8832.0	8468.5	7804.5	8186.0	7930.2	8438.5	6814.0
CO ₂	2609708.1	1342.6	887.7	910.3	928.2	898.6	1107.0	1077.1	0.00

นาที่		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001613	0.0001847	0.0001858	0.0001853	0.0001866	0.0001865	0.0001863	0.0001880
	CH ₄	0.0000027	0.0000028	0.0000027	0.0000024	0.0000026	0.0000025	0.0000026	0.0000021
	CO ₂	0.0000003	0.0000002	0.0000002	0.0000002	0.0000002	0.0000002	0.0000003	0.0000003
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		57.82	33.06	31.34	31.32	27.93	27.46	27.73	25.57
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	7.79	23.92	25.15	22.18	26.38	25.37	26.41	25.57
	CO ₂	0.90	1.80	2.03	1.98	2.17	2.66	2.53	0.00

ตารางที่ ข-2 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา 260 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทีก
 องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สาร									
	มาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120	
H ₂		19078.3	21707.1	21175.1	20643.7	23463.3	15926.0	22330.7	19007.2	
Ar		503337.6	174346.3	162933.6	162569.8	158130.3	160184.3	161184.5	159482.1	
CO	698304.8	415027.5	705043.9	717382.0	718429.2	715124.8	714725.5	714131.3	712786.9	
CH ₄	391553.2	4269.0	6288.0	6398.4	6073.1	4274.7	4265.3	4844.9	5076.9	
CO ₂	2609708.0	0.00	1035.8	820.9	1931.9	1340.8	861.2	811.1	744.4	

นาทีก		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001094	0.0001858	0.0001891	0.0001893	0.0001885	0.0001884	0.0001882	0.0001879
	CH ₄	0.0000013	0.0000020	0.0000020	0.0000019	0.0000013	0.0000016	0.0000015	0.0000016
	CO ₂	0.00	0.0000002	0.0000002	0.0000005	0.0000003	0.0000002	0.0000002	0.0000002
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		82.86	15.95	8.00	8.15	6.01	7.26	7.92	7.11
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	1.54	18.78	27.69	27.32	17.09	16.83	18.75	18.82
	CO ₂	0.00	2.32	2.66	6.52	4.02	2.55	2.35	2.07

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-3 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนตัวรองรับแบบรูพรุน คุณสมบัติในการทำปฏิกิริยา 240 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทีก
 องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สาร									
	มาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120	
H ₂		23124.0	21163.8	18703.2	23972.2	19992.2	21824.7	21624.7	21276.5	
Ar		282018.6	160717.6	160111.4	161306.2	160149.7	159711.4	159988.0	157534.3	
CO	698304.8	637913.6	718025.3	720560.1	734846.6	720360.5	723817.3	721234.1	721624.5	
CH ₄	391553.2	0.00	0.00	2636.8	2236.0	1809.7	2078.3	2620.2	2067.3	
CO ₂	2609708	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	

นาทีก		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.000168	0.000189	0.00019	0.0001937	0.0001899	2E-04	0.0001901	0.00019
	CH ₄	0.00	0.00	0.0000008	0.0000007	0.0000006	0.0000007	0.0000008	0.0000006
	CO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		52.99	7.14	6.00	5.32	6.51	5.81	6.3	4.79
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	0.00	0.00	12.90	26.25	8.78	11.74	13.19	10.58
	CO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-4

การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุดมหมู่มีในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส

อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทึ

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H ₂		17556.6	17019.4	16731.0	17411.4	18051.4	17588.2	16658.1	17516.6
Ar		326308.5	296791.3	297462.2	297171.3	297001.6	296264.1	295354.4	295494.8
CO	698304.8	658003.4	665823.8	664642.1	665718.3	665147.9	665583.6	667518.3	665082.9
CH ₄	391553.2	40790.5	42279.5	41733.1	41682.6	41044.8	41013.5	40471.2	43941.9
CO ₂	2682306	2634.0	2819.6	3213.8	3142.1	3257.0	3455.1	3448.7	3570.1

นาทึ		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001734	0.0001755	0.0001752	0.0001755	0.0001753	0.0001754	0.0001759	0.0001753
	CH ₄	0.0000128	0.0000132	0.0000131	0.0000131	0.0000129	0.0000129	0.0000127	0.0000138
	CO ₂	0.0000006	0.0000006	0.0000007	0.0000007	0.0000007	0.0000008	0.0000008	0.0000008
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		24.82	16.36	16.7	16.49	16.51	16.25	15.74	16.09
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	55.84	63.6	61.86	62.62	61.22	61.51	62.22	65.49
	CO ₂	2.63	3.10	3.48	3.45	3.55	3.78	3.87	3.88

ตารางที่ ข-5 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุดมหมู่มีในการทำปฏิกิริยา 260 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทีก

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H ₂		19715.9	18113.3	18382.4	18248.5	18186.5	19413.9	19012.5	20392.2
Ar		281238.6	278733.7	277953.6	277176.2	276915.7	276650.4	276951.7	277931.8
CO	698304.8	503579.7	675272.4	678267.5	676617.7	677291.6	677157.2	679992.9	676244.8
CH ₄	391553.2	19430.4	16036.6	14443.1	14162.4	14055.7	13331.4	14721.7	13650.4
CO ₂	2682306	3425.0	2315.0	2009.1	1931.9	2031.5	1559.6	1624.0	1452.0

นาทีก		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001327	0.000178	0.0001788	0.0001783	0.0001785	0.0001785	0.0001792	0.0001782
	CH ₄	0.0000061	0.000005	0.0000045	0.0000044	0.0000044	0.0000042	0.0000046	0.0000043
	CO ₂	0.0000008	0.0000005	0.0000005	0.0000004	0.0000005	0.0000004	0.0000004	0.0000003
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		33.25	9.68	9.03	8.99	8.82	8.75	8.47	9.29
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	9.57	27.4	25.79	24.67	24.73	23.41	26.98	23.65
	CO ₂	1.23	2.89	2.62	2.46	2.61	2.00	2.17	0.84

ตารางที่ ข-6 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 10 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 240 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาที่

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สารมาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H2		22331.4	24373.4	21005.3	21730.3	21436.1	21482.0	21358.8	21058.0
Ar		299858.6	283819.4	284527.2	283390.7	283448.1	282642.3	282740.1	282847.2
CO	698304.8	685238.3	713337.5	704617.2	706814.5	706085.4	705958.7	705181.2	706434.4
CH4	391553.2	1884.4	2282.0	2493.9	2619.5	2353.6	2204.5	2579.8	2243.0
CO2	2682306	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

นาที่		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001806	0.0001880	0.0001857	0.0001863	0.0001861	0.0001861	0.0001859	0.0001862
	CH4	0.0000006	0.0000007	0.0000008	0.0000008	0.0000007	0.0000007	0.0000008	0.0000007
	CO2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		14.81	6.3	7.68	7.02	7.13	6.88	7.02	6.89
ร้อยละการเลือกเกิด	CH4	3.76	8.61	7.37	8.19	7.22	6.74	7.73	6.94
	CO2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ข-7 การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์
 ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 5 โคบอลต์บนเส้นใย อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 280 องศาเซลเซียส
 อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทีก
 องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สาร								
	มาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H2		20137.4	0.0	17767.2	17525.2	17590.0	17676.9	18063.1	16469.2
Ar		362953.2	334410.2	318731.3	314757.2	306775.1	303411.2	304269.3	304261.5
CO	749473.6	581136.6	674487.4	636179.3	640728.2	644016.5	646689.0	646701	645279.5
CH4	299893.8	14214.1	15293.0	15817.5	16448.6	15999.1	15679.6	15344.7	13900.4
CO2	2499822	1581.3	1696.5	1778.2	1981.4	2179.6	2137.6	2173.2	2421.2

นาทีก		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001427	0.0001656	0.0001562	0.0001573	0.0001581	0.0001588	0.0001588	0.0001585
	CH4	0.0000058	0.0000063	0.0000065	0.0000067	0.0000065	0.0000064	0.0000063	0.0000057
	CO2	0.0000004	0.0000004	0.0000004	0.0000005	0.0000005	0.0000005	0.0000005	0.0000006
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		28.35	9.74	10.68	8.91	6.06	4.62	4.89	5.09
ร้อยละการเลือกเกิด	CH4	10.85	20.39	16.14	17.27	17.15	17.10	16.74	15.02
	CO2	0.72	1.36	1.09	1.25	1.40	1.40	0.42	1.57

ตารางที่ ข-8

การหาค่าร้อยละการเปลี่ยนคาร์บอนมอนนอกไซด์ และค่าการเลือกเกิดของผลิตภัณฑ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาร้อยละ 20 โคบอลต์บนเส้นใย ปริมาณ 0.2 กรัม อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา = 280 องศาเซลเซียส

อัตราป้อนสารตั้งต้น = 15 มิลลิลิตร/นาทีก

องค์ประกอบแก๊สมาตรฐาน ร้อยละ 20 มีเทน ร้อยละ 30 คาร์บอนมอนนอกไซด์ ร้อยละ 100 คาร์บอนไดออกไซด์

พื้นที่	สาร								
	มาตรฐาน	15	30	45	60	75	90	105	120
H ₂		24323.6	23532.5	20994.6	21425.9	21883.5	20754.8	21393.3	21620.8
Ar		168740.2	139234.8	134781.2	134308.2	133708.2	133476.8	133043.7	133066.9
CO	755066.4	656635.0	703144.4	729415.8	728769.7	726288.8	725443.8	724256.5	724300.1
CH ₄	399559.4	41432.8	56287.3	53080.5	55019.3	50989.3	51886.8	50099.7	47344.9
CO ₂	2499822	0.0	5461.4	4481.3	6298.8	6759.7	6896.2	6742.5	6917.9

นาทีก		15	30	45	60	75	90	105	120
โมล	CO	0.0001600	0.0001714	0.0001778	0.0001776	0.0007700	0.0001768	0.0001765	0.0001765
	CH ₄	0.0000127	0.0000173	0.0000163	0.0000169	0.0000157	0.0000159	0.0000154	0.0000145
	CO ₂	0.00	0.0000013	0.0000011	0.0000015	0.0000017	0.0000017	0.0000017	0.0000017
ร้อยละค่าการเปลี่ยนCO		36.43	17.50	11.58	11.35	11.26	11.21	11.06	11.07
ร้อยละการเลือกเกิด	CH ₄	20.98	69.35	8830	90.45	81.2	81.75	77.78	73.54
	CO ₂	0.00	5.38	5.94	8.28	8.6	8.68	8.37	8.59

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวศิริวรรณ แสงประทุม เกิดวันที่ 13 ธันวาคม 2527 จังหวัดสิงห์บุรี จบการศึกษาในระดับปริญญาตรีจากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ สาขาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ เมื่อ พ.ศ. 2549 จากนั้นศึกษาต่อในระดับปริญญาโท ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ระหว่างการศึกษามีการนำเสนอผลงานวิจัยโดยนำเสนอผลงานวิจัยแบบปากเปล่าในหัวข้อ “ Cobalt/silica nanofiber as catalysts for Fischer-Tropsch synthesis ” ในงาน Eco-Energy and Material Science and Engineering Symposium โดยมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ร่วมกับมหาวิทยาลัยเคียวโต และจบการศึกษาระดับปริญญาโทในปีการศึกษา 2552



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย