

ผลของตัวแปรที่มีต่อการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

นายอภิสิทธิ์ สายสาหร่าย



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

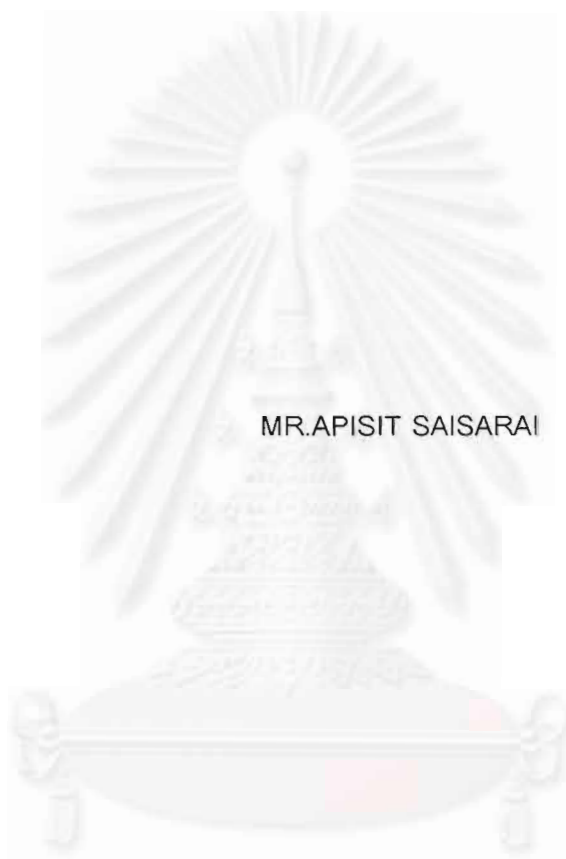
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2542

ISBN 974-332-947-1

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF VARIABLES ON NICKEL/ALUMINA CATALYST PREPARATION BY
IMPREGNATION



สถาบันวิทยบริการ

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

Department of Chemical Technology

Graduate School

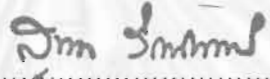
Chulalongkorn University

Academic year 1999


ISBN 974-332-947-1

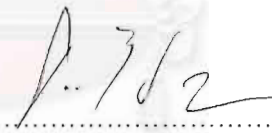
หัวข้อวิทยานิพนธ์ ผลของตัวแปรที่มีต่อการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธี
อิมเพรกเนชัน
โดย นายอภิสิทธิ์ สายสาหร่าย
ภาควิชา เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิจิตตานนต์

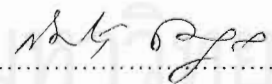
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


.....คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุชาดา กี่ระนันท์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เลอสงวง เมฆสุต)


.....อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิจิตตานนต์)


.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสิทธิ์)


.....กรรมการ
(อาจารย์ ดร. เก็จวลี พฤชาทร)

นายอภิสิทธิ์ สายสาหร่าย : ผลของตัวแปรที่มีต่อการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/
อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน (EFFECTS OF VARIABLES ON NICKEL/ALUMINA
CATALYST PREPARATION BY IMPREGNATION) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.
ธราพงษ์ วิทิตสานต์ ; 63 หน้า. ISBN 974-332-947-1

ในงานวิจัยนี้เป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน ได้ใช้
สารละลายอิมเพรกแนนต์เป็นสารละลายนิกเกิลในสารละลายเข้มข้นแอมโมเนียซึ่งมี pH เท่ากับ
11.6 และเม็ดอะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.3 ถึง 0.5 ซม. มีพื้นที่ผิวบีเอที (BET Surface
Area) 325.2 ตร.ม./กรัม จำนวน 10 กรัม เป็นตัวพุง โดยในขั้นการอิมเพรกเนชันมีตัวแปรที่ทำการ
การศึกษา 4 ตัวแปร ได้แก่ ความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ (1.0 1.25 1.5 2.0 2.5 3.0
และ 5.0 ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมเพรกแนนต์ (50 100 150 และ 200 ลบ.ซม.)
เวลาอิมเพรกเนชัน (0.5 1.0 1.5 2.0 4.0 และ 8.0 ชม.) และอุณหภูมิอิมเพรกเนชัน (30 40 50
60 และ 70^oซ.) และทำการศึกษาร้อยละการกระจาย (%Dispersion) โดยใช้เทคนิคการดูดซับทาง
เคมีของแก๊ส ไฮโดรเจนบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง Pulse Chemisorb 2700

จากผลการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้มี
ลักษณะการกระจายแบบเปลือกไข่ และภาวะของตัวแปรที่ใช้เตรียมซึ่งให้ร้อยละการกระจายสูงสุด
คือ ที่ความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ 2.00 ร้อยละนิกเกิล ปริมาตรสารละลายอิมเพรกแนนต์
100 ลบ.ซม. เวลาอิมเพรกเนชัน 2 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยให้ร้อยละการกระจาย 80.05

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา เคมีเทคนิคลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา เคมีเทคนิคลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา 2542ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

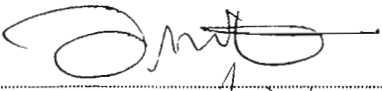
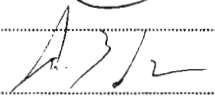
C827742 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEY WORD: Nickel Catalyst / Ni/Al₂O₃ Catalyst / Supported Catalyst / Preparation /
Impregnation / Chemisorption / Percentage Dispersion

APISIT SAISARAI: EFFECTS OF VARIABLES ON NICKEL/ALUMINA
CATALYST PREPARATION BY IMPREGNATION. THESIS ADVISOR:
ASSIST.PROF. THARAPONG VITIDSANT, Doctorat de l'INPT. 63 pp. ISBN
974-332-947-1

This research was a preparation of Ni/Alumina by impregnation method. The impregnant solution was nickel in concentrated ammonia solution having pH 11.6. Alumina, diameter of 0.3 to 0.5 cm. and BET surface area 325.2 m²/g, was used 10 g as supporter. The variables for a impregnation process are impregnant concentration (1.0, 1.25, 1.5, 2.0, 3.0 and 5.0 % nickel), volume of impregnant solution (50, 100, 150 and 200 cm³), impregnation time (0.5, 1.0, 2.0, 4.0 and 8.0 hr.) and impregnation temperature (30, 40, 50, 60 and 70 °C). The results showed the percentage of dispersion of nickel on supporter by using hydrogen chemisorption on the surface of catalyst with Pulse Chemisorb 2700

The results of preparation of Ni/Alumina Catalyst was found that the distribution of Nickel on alumina look like eggshell. The catalyst optimum condition of variables for the preparation were, impregnant concentration, 2.00% nickel, volume of impregnant solution, 100 cm³, impregnation time, 2 hr. and at temperature 30 °C, giving percentage dispersion, 80.05

ภาควิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่อนิสิต 
สาขาวิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 
ปีการศึกษา 2542 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม



กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิจิตตานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัย ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษา และความช่วยเหลือให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ตลอดจนคณาจารย์ภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่าน ที่ได้ให้คำแนะนำในงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ คุณสนธิท ปรีนคร ไกรธนาช่วยซ่อมแซมเครื่องมือพร้อมทั้งเครื่องแก้วต่างๆ ที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจน เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือ อำนวยความสะดวกตลอดการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ และเจ้าหน้าที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ทุกท่าน ที่กรุณาให้คำแนะนำ และซ่อมสร้างเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิววงว่งไว และบีอีที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ พี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ภาควิชาเคมีเทคนิค ทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือจนทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วง

ขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนวิจัยบางส่วนในการทำวิจัยนี้
สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ มารดา บิดา และพี่ชาย ที่เป็นกำลังใจที่สำคัญมาโดยตลอดทั้งในด้านการเงิน และคำปรึกษาต่างๆ จนสำเร็จการศึกษา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญรูปประกอบ.....	ฌ
สารบัญตารางประกอบ.....	ฎ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
2. วารสารปริทัศน์.....	4
2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีโลหะบนตัวพวยง (Metal Supported Catalysts).....	4
2.2 โลหะนิกเกิล.....	7
2.3 แกมมาอะลูมินา (γ -Al ₂ O ₃).....	8
2.4 การดูดซับ (Adsorption).....	10
2.4.1 การดูดซับทางกายภาพ.....	11
2.4.2 การดูดซับทางเคมี.....	11
2.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยง (Preparation of Supported Metal Catalysts).....	15
2.5.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอน.....	16
2.5.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอนร่วม.....	17
2.5.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธี เอแอลอี.....	19
2.5.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพอกพูน-การตกตะกอน.....	19
2.5.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน.....	20
3. การทดลอง.....	25
3.1 วิธีทดลอง.....	25
3.1.1 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน.....	25
3.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/ อะลูมินา.....	28

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณร้อยละการกระจาย.....	28
3.1.4 การวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอีที (BET Surface Area).....	30
3.1.5 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิว.....	30
3.2 อุปกรณ์การทดลอง.....	31
3.1.1 เตาเผาแบบฟูลอิดไดซ์.....	31
3.1.2 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณสารโดยวิธีเอเอ.....	32
3.1.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมี.....	33
3.1.4 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอีที.....	34
3.1.5 เครื่องวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวเอสอีเอ็ม.....	35
4. ผลการทดลอง.....	36
4.1 สมบัติทางกายภาพของตัวพียงอะลูมินาและตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา.....	36
4.2 ผลการศึกษาร้อยละการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา.....	38
5. อภิปราย และวิจารณ์ผลการทดลอง.....	48
5.1 สมบัติทางกายภาพของตัวพียงอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา.....	48
5.2 ผลตัวแปรการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา.....	50
5.2.1 ปริมาตร และความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด.....	50
5.2.2 เวลาอิมเพรกเนชันที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด.....	52
5.2.3 อุณหภูมิอิมเพรกเนชันที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด.....	53
6. สรุปผลการทดลอง.....	54
6.1 สรุปผลการทดลอง.....	54
6.2 ข้อเสนอแนะ.....	55
รายการอ้างอิง.....	56
ภาคผนวก.....	59
ภาคผนวก ก.....	60
ภาคผนวก ข.....	61
ประวัติผู้เขียน.....	63

สารบัญรูปประกอบ

รูปที่	หน้า
2.1 รูปแบบการกระจายตัวของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยง.....	5
2.2 แสดงการเกิดฟอรัมต่างๆของอะลูมินา.....	8
2.3 การดูดซับลักษณะต่างๆ ของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนพื้นผิวของแข็งชนิด ต่างๆ.....	12
2.4 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพกเนชัน.....	20
2.5 แสดงการดูดซับในขั้นการอิมเพกเนชัน.....	22
3.1 ตัวอย่างในขั้นการเตรียมพื้นที่ผิวว่องไวโดยการรีดักชันในเครื่องวิเคราะห์ปริมาณ พื้นที่ผิวโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมี.....	29
3.2 เตาเผาแบบฟูลอิโดซ์เบด.....	31
3.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณสารโดยวิธีเอเอ ยี่ห้อ Varian รุ่น SpectrAA-300.....	32
3.4 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะโดยการดูดซับทางเคมี Micromeritics รุ่น Pulse Chemisorb 2700.....	33
3.5. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอีที Quantachrome รุ่น Autosorb-1.....	34
3.6 เครื่องวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวเอสอีเอ็ม ยี่ห้อ JOEL รุ่น JSM-6400.....	35
4.1 รูปภาพตัดขวางของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาหลังการรีดักชัน.....	36
4.2 ภาพถ่ายลักษณะพื้นที่ผิว.....	37
4.3 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับปริมาตรสารละลาย อิมเพกเนนต์ ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ความเข้มข้นสารละลาย (1.00 1.25 1.50 2.00 2.50 3.00 และ 5.00 ร้อยละนิกเกิล) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30 ⁰ ซ. โดยใช้ตัวพวยงอะลูมินา 10 กรัม.....	40
4.4 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับความเข้มข้นสารละลาย อิมเพกเนนต์ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย (50 100 150 และ 200 ลบ.ซม.) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30 ⁰ ซ. โดยใช้ตัวพวยง อะลูมินา 10 กรัม.....	41

สารบัญรูปประกอบ (ต่อ)

รูปที่

หน้า

- 4.5 ร้อยละการกระจายกับปริมาตรสารละลายอิมเพกแนนต์ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ความเข้มข้นสารละลาย (1.00 1.25 1.50 2.00 2.50 3.00 และ 5.00 ร้อยละนิกเกิล) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....42
- 4.6 ร้อยละการกระจายกับความเข้มข้นสารละลายอิมเพกแนนต์ ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย (50 100 150 และ 200 ลบ.ซม.) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....43
- 4.7 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับเวลาการอิมเพกเนชันที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลาย ร้อยละ 2 และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....44
- 4.8 ร้อยละการกระจายกับเวลาการอิมเพกเนชัน ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....45
- 4.9 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับเวลาการอิมเพกเนชันที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และเวลา 2 ชม. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....46
- 4.10 ร้อยละการกระจายกับเวลาการอิมเพกเนชันที่ภาวะการอิมเพกเนชันคือ ปริมาตร สารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และเวลา 2 ชม. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม.....47

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
2.1 ตัวแปร A B และ C ของสมการที่ 3.....	8
2.2 ตารางความแตกต่างของการดูดซับทางเคมี และการดูดซับทางกายภาพ.....	10
2.3 สรุปการดูดซับทางเคมีบนโลหะชนิดต่างๆ.....	13
3.1 ภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีการอิมเพร็กเนชันที่ pH สารละลาย 11.6 และตัวพวยอะลูมินาหนัก 10 กรัม.....	26
4.1 พื้นที่ผิวของตัวพวยอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลอะลูมินาเตรียมด้วยการ อิมเพร็กเนชันที่อุณหภูมิ 30 ^o ซ. ความเข้มข้นร้อยละ 2.00 นิกเกิลในสารละลาย และปริมาตร 150 ลบ.ซม. เมื่อใช้ตัวพวยอะลูมินา 10 กรัม กับสารละลาย อิมเพร็กเนชันที่มี pH 11.6.....	37
4.2 ผลการทดลองร้อยละการกระจายของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ตามภาวะการ เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาในขั้นการอิมเพร็กเนชันดังตารางที่ 3.1.....	38

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



บทที่ 1

บทนำ

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา (Nickel/Alumina Catalysts, Ni/Al₂O₃) ได้ถูกนำไปใช้อย่างกว้างขวางในหลายปฏิกิริยาเคมี ได้แก่ ปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจน (Hydrogenation) ปฏิกิริยาการกำจัดไฮโดรเจน (Dehydrogenation) และปฏิกิริยาการรีฟอร์มด้วยไอน้ำ (Steam Reforming) ทั้งสำหรับการผลิตในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี และการศึกษาในขนาดห้องปฏิบัติการ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวพองอะลูมินาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาถูก ง่าย และประสิทธิภาพดี

กรณีระบบของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ (Heterogeneous Catalyst) เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ในแก๊สเฟสอัตราการเกิดปฏิกิริยาแปรผันตามความสามารถในการสัมผัสระหว่างพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยากับตัวทำปฏิกิริยา ซึ่งแสดงในรูปของร้อยละการกระจาย (Percent Dispersion) โดยร้อยละการกระจายเป็นตัวบ่งชี้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ต่อปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด เมื่อร้อยละการกระจายสูงแสดงแนวโน้มว่าตัวเร่งปฏิกิริยานั้นควรมีประสิทธิภาพสูงด้วย

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินามีหลายเทคนิคที่ใช้ แต่เทคนิคหนึ่งที่ยอมรับเนื่องจากเป็นเทคนิคที่ง่าย ไม่ซับซ้อน และให้ร้อยละการกระจายสูง คือเทคนิคการอิมเพกเนชัน (Impregnation) ซึ่งเตรียมโดยการแช่ตัวพองลงในสารละลายอิมเพกเนนต์ (Impregnant) ที่มีนิกเกิลเป็นสารเตรียมการเป็นองค์ประกอบ แล้วนำไปทำแห้ง (Drying) แคลซิเนชัน (Calcination) และรีดักชัน (Reduction) ตามลำดับ ในขั้นการรีดักชันเป็นการเปลี่ยนฟอรัมของสารประกอบนิกเกิลให้อยู่ในรูปของโลหะนิกเกิลที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาที่สนใจ โดยใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นตัวรีดิวซ์

เทคนิคการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอื่น นั้นมีขั้นตอนการเตรียมคล้ายกันกับวิธีอิมเพกเนชัน คือเตรียมสารเตรียมการให้เกาะบนตัวพองอะลูมินา แล้วนำไปทำแห้ง (Drying) แคลซิเนชัน (Calcination) และรีดักชัน (Reduction) ตามลำดับ แต่มีความแตกต่างกันในขั้นการทำให้สารเตรียมการเกาะบนตัวพอง เช่น เทคนิคการตกตะกอนร่วม (Co-Precipitation)

ขั้นการเกิดสารเตรียมการเกาะบนตัวพวงนั้นเกิดขึ้นในขณะการผสมสารละลายนิกเกิลกับสารละลายอะลูมิเนียมแล้วปรับ pH ให้เป็นเบส ตะกอนของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิเนียมออกไซด์จะตกออกมา โดยวิธีการตกตะกอนร่วมนี้จะได้อัตราการเกิดปฏิกิริยาที่มีร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาสูงมาก แต่มีร้อยละการกระจายต่ำ

เทคนิคการอิมเพกเนชันนั้นขั้นตอนที่มีความสำคัญต่อร้อยละการกระจายของนิกเกิล อยู่ในขั้นการอิมเพกเนชัน โดยมีตัวแปรที่มีความสำคัญในขั้นนี้ ได้แก่ ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกแนนต์ ปริมาตรสารละลายอิมเพกแนนต์ เวลาอิมเพกเนชัน และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน

ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาด้วยวิธีอิมเพกเนชันที่ให้อัตราการกระจายสูงสุด โดยให้ความสนใจในขั้นการอิมเพกเนชัน ซึ่งตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกแนนต์ ปริมาตรสารละลายอิมเพกแนนต์ เวลาอิมเพกเนชัน และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อการดูดซับทางเคมี (Chemisorption) ของพื้นที่ผิวของไวบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา
2. หาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่ทำให้ให้อัตราการกระจายสูงสุด

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพกเนชัน ที่ให้อัตราการกระจายสูงสุด
2. ศึกษาการเตรียมโดยตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาในขนาดของห้องปฏิบัติการ

ขอบเขตงานวิจัย

ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชันที่ทำให้ได้ร้อยละการกระจายสูงสุด โดยให้ความสนใจตัวแปรในขั้นการอิมเพรกเนชัน เช่น ความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ ปริมาตรสารละลายอิมเพรกแนนต์ เวลาการอิมเพรกเนชัน และอุณหภูมิการอิมเพรกเนชัน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยง (Metal Supported Catalysts)

ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารที่ช่วยเพิ่มอัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่สนใจ โดยตัวเร่งปฏิกิริยามีผลช่วยเพิ่มอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไปข้างหน้า (Forward rate) พร้อมกับกับเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยาย้อนกลับ (Reverse rate) ทำให้ปฏิกิริยาเคมีที่สนใจเข้าสู่สมดุลเคมี (Chemical Equilibrium) ได้เร็วขึ้นโดยไม่มีผลต่อสมบัติทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamic) ของปฏิกิริยา เนื่องจากเป็นสมดุลเคมีเดียวกัน

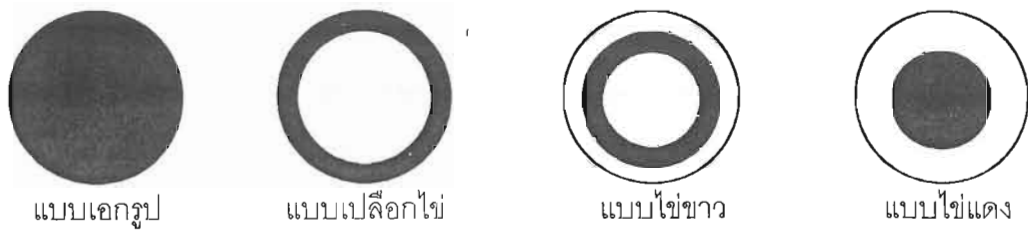
ในอุตสาหกรรมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ส่วนใหญ่พบอยู่ในรูปของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะบนตัวพวยงด้วยเหตุผลที่ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มีข้อดีดังต่อไปนี้ (วิทยา เรื่องพรวิสุทธิ, 2534:45)

1. เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถจัดหา หรือเตรียมขึ้นได้ง่าย และปลอดภัย
2. สามารถใช้ได้กับเครื่องปฏิกรณ์หลายชนิด และในเครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ตัวกลางเป็นของเหลวสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ได้โดยการกรอง
3. อนุภาคที่เป็นโลหะอยู่แยกกันอย่างเป็นอิสระ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงจึงไม่ทำให้อนุภาคโลหะรวมตัวกันเป็นอนุภาคใหญ่
4. ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้ ตัวพวยงอาจเป็นตัวโปรโมเตอร์ (Promoter) ด้วย

โดยส่วนข้อดีอื่นๆขึ้นกับสมบัติเฉพาะตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนั้นๆ และระบบของปฏิกิริยา ได้แก่ธรรมชาติของโลหะ ชนิดของโปรโมเตอร์ และตัวพวยง เป็นต้น

รูปแบบการกระจายตัวของโลหะบนตัวพวยงมี 4 รูปแบบ ดังรูปที่ 2.1

(Lee, S.-Y. and Aris, R., 1985: 343-344)



รูปที่ 2.1 รูปแบบการกระจายตัวของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยง

จากรูปที่ 2.1 การกระจายตัวแบบเอกกรุป (Uniform) เป็นการกระจายตัวของโลหะจะมีตลอดรัศมีของเม็ดตัวพวยง ซึ่งการกระจายตัวแบบนี้เป็นที่ปรารถนาต่อการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยงที่สุด เนื่องจากให้ประสิทธิภาพของการเร่งปฏิกิริยาดีที่สุด การกระจายตัวแบบเปลือกไข่ (Egg-Shell) เป็นการกระจายตัวของโลหะบริเวณขอบด้านนอกของตัวพวยง การกระจายตัวแบบไข่ขาว (Egg-White) จะพบโลหะกระจายตัวเป็นแถบคล้ายกับไข่ขาวอยู่บนตัวพวยง และการกระจายตัวแบบไข่แดง (Egg-Yolk) โลหะกระจายตัวเป็นชั้นอยู่บริเวณศูนย์กลางของเม็ดตัวพวยง

จากความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับการแพร่ของแก๊สพบว่าหากการแพร่ของแก๊สไม่เป็นข้อจำกัดสำหรับปฏิกิริยาแล้ว เช่นในกรณีของระบบตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous Catalyst) ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นของแข็ง และตัวทำปฏิกิริยา (Reactant) เป็นของเหลว หรือแก๊ส เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นของแข็งจึงไม่มีข้อจำกัดของการแพร่ของตัวทำปฏิกิริยาเกี่ยวข้อง ดังนั้นอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่สนใจจึงแปรผันตามความสามารถในการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างพื้นที่ผิวว่องไว (Active Site) ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อสารทำปฏิกิริยา (วิชา เรื่องพรวิสุทธิ, 2534:45) และในกรณีของระบบของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous Catalyst) ซึ่งมีตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวทำปฏิกิริยาอยู่ในสถานะเดียวกัน เช่น ของเหลว หรือแก๊ส การแพร่ระหว่างตัวทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นหนึ่งในข้อจำกัดของการเพิ่มอัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาเคมีด้วย ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีของระบบตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์คือควรมีพื้นที่ผิวว่องไวสูง โดยปัจจัยซึ่งแสดงถึงปริมาณพื้นที่ผิวว่องไวของโลหะตัวว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ การกระจาย (Dispersion) หรือเศษส่วนพื้นที่ผิวสัมผัส (Fraction Exposed) โดยการกระจาย คือ เศษส่วนโมล (หรือน้ำหนัก) ของโลหะที่เป็นตัวว่องไวที่มีพื้นที่ผิวว่องไวทั้งหมดในตัวเร่งปฏิกิริยาต่อ

โลหะที่เป็นตัวรองรับทั้งหมดที่มีอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา การหาปริมาณของโลหะที่มีพื้นที่ผิวรองรับสามารถทำได้โดยใช้เทคนิคของการดูดซับทางเคมี (Chemisorption) ด้วยแก๊สที่เหมาะสมกับโลหะตัวรองรับนั้น โดยการดูดซับทางเคมีนั้นเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) ดังนั้นปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับทางเคมี ซึ่งแสดงถึงปริมาณพื้นที่ของผิวสัมผัสของตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมดที่สามารถเกิดการดูดซับทางเคมีกับแก๊สนั้นได้ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาให้ได้ร้อยละการกระจายสูงสุดจะทำให้ได้โลหะตัวรองรับมีขนาดอนุภาคเล็กที่สุด ขนาดของอนุภาคที่เล็กมากจะทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวรองรับไว้มากขึ้น

ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกของโลหะตัวรองรับในตัวเร่งปฏิกิริยากับค่าการกระจายหรือเศษส่วนพื้นที่ผิวสัมผัส แสดงดังสมการต่อไปนี้ (Borodzinski Andrzej and Bonarowska Magdalena, 1997:5619)

$$d = \frac{5.01}{FE} \quad \text{เมื่อ } FE < 0.2 \quad (1)$$

$$d = \frac{3.32}{FE^{1.23}} \quad \text{เมื่อ } 0.2 \leq FE \leq 0.92 \quad (2)$$

โดย d คือ ขนาดเฉลี่ยของผลึกโลหะตัวรองรับในตัวเร่งปฏิกิริยา และ FE คือ ค่าการกระจายเฉลี่ยของตัวรองรับในตัวเร่งปฏิกิริยานั้น

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา (Ni/ Al₂O₃ Catalyst) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของนิกเกิลบนตัวพวยอะลูมินา ได้ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเคมีอย่างกว้างขวางโดยเฉพาะในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เช่น ในกระบวนการเติมไฮโดรเจน (Hydrogenation) การกำจัดไฮโดรเจน (Dehydrogenation) เป็นต้น ตัวเร่งปฏิกิริยานี้มีองค์ประกอบที่สำคัญอยู่ 2 ส่วนคือ

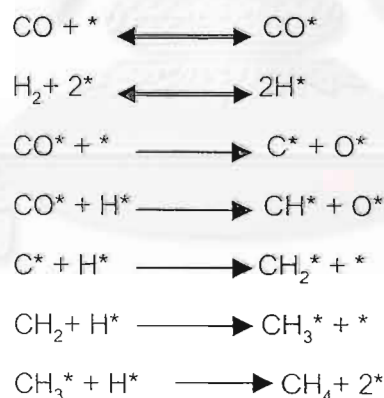
1. ตัวรองรับคือโลหะนิกเกิล
2. ตัวพวยคืออะลูมินาในฟอร์มที่มีพื้นที่ผิว และรูพรุนสูง เช่น แกมมาฟอร์ม เป็นต้น

และอาจจะมีการเติมโลหะอื่น เช่น Pt Pd Mo หรือ Ru ในการเพิ่มประสิทธิภาพของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น ในปฏิกิริยาการเปลี่ยนมีเทนให้เป็นแก๊สสังเคราะห์ เป็นต้น

2.2 โลหะนิกเกิล

นิกเกิลเป็นธาตุที่อยู่ในหมู่เดียวกับกับโลหะโนเบล (Nobel Metal) เช่น พาราเดียม (Pd) และทองคำขาว (Pt) เป็นต้น นิกเกิลเป็นธาตุที่มีเลขอะตอม (Atomic Number) 28 น้ำหนักอะตอม (Atomic Weight) 58.69 ความหนาแน่น (Density) 8.910 กรัม/มิลลิลิตร จุดหลอมเหลว (Melting Point) 1455 °ซ. จุดเดือด 2900 °ซ. อิเล็กตรอนเนกเกติวิตี (Electron Negativity) 1.8 Oxidation State 2.3 การจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอน (Electron Configuration) (Ar) 3d⁸4s² นิกเกิลในรูปที่เป็นก้อนของแข็งไม่สามารถติดไฟได้แต่เมื่อทำให้เป็นเส้นลวดนิกเกิลจะสามารถที่ติดไฟได้เอง ส่วนเม็ดขนาดเล็กของนิกเกิลจะสามารถที่จะติดไฟได้ด้วยตัวเองเมื่อสัมผัสกับอากาศ

โลหะนิกเกิลสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ในปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับการเติมไฮโดรเจนหรือกำจัดไฮโดรเจน เช่น ในการศึกษาการเตรียมแก๊สมีเทน (Methanation) จากแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์บนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ซึ่งมีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ (Yadav Rajiv and Rinker, G. Robert, 1992:507)



และได้ศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการเตรียมมีเทนโดยคาร์บอนไดออกไซด์บนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา (Yadav Rajiv and Rinker, G. Robert, 1993:206)

$$r = \frac{A(P_{\text{H}_2})^{0.5} P_{\text{CO}}}{(1 + BP_{\text{CO}} + C(P_{\text{H}_2})^{0.5})^2} \quad (3)$$

เมื่อ

r = อัตราการเกิดปฏิกิริยา

P_{H_2} และ P_{CO} = ความดันของแก๊สไฮโดรเจน และคาร์บอนมอนอกไซด์

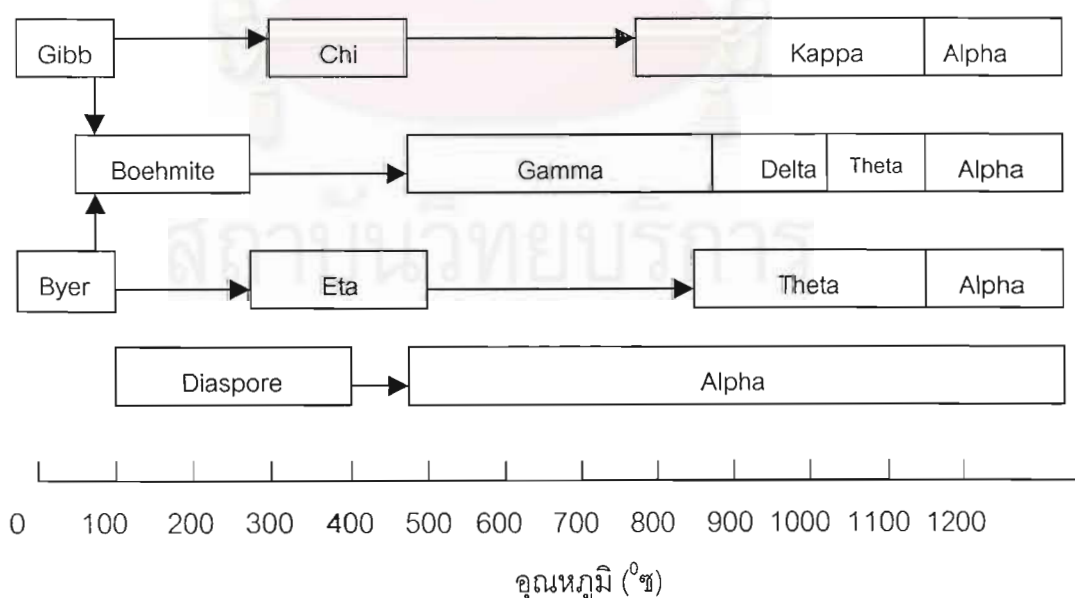
A B และ C = แสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวแปร A B และ C ของสมการที่ 3

Temperature (K)	A	B	C
503	831.63	354.42	50.57
513	350.72	97.2	33.41
529	108.25	40.43	19.44

2.3 แกมมาอะลูมินา (γ -Al₂O₃)

อะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวสูงถูกใช้เป็นตัวพองของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพองอย่างกว้างขวางมากโดยตัวพองมีพื้นที่ผิวมากๆ และมีรูพรุนที่เปิด เป็นสมบัติที่สำคัญมากของตัวพองในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเพราะจะทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการกระจายตัวของโลหะว่องไวบนตัวพองสูง อะลูมินามีหลายฟอร์มโดยแต่ละฟอร์มมีสมบัติที่ต่างกัน เช่น การกระจายตัวของรูพรุน ความเป็นกรดที่ผิว และโครงสร้างผลึกแต่ละฟอร์มที่ต่างกันนั้นขึ้นกับกรรมวิธีในการเตรียมความบริสุทธิ์และประวัติของการผ่านความร้อน ดังรูป 2.2 (Bruce C. Gate, 1991:323)



รูปที่ 2.2 การเกิดฟอร์มต่างๆ ของอะลูมินา

อะลูมินาส่วนใหญ่เตรียมได้จากการตกตะกอนซึ่งสามารถตกตะกอนได้ทั้งกรด และเบส อะลูมินาเป็นแอมโฟเทอริก (Amphoteric Oxide) ซึ่งละลายได้ในช่วง pH ต่ำกว่า 6 และ pH สูงกว่า 12 เมื่อตกตะกอนที่ pH 11 ได้อะลูมินาที่มีโมเลกุลของน้ำสามโมเลกุล ซึ่งเรียกว่า Bayerite, $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$ เมื่อตกตะกอนที่ pH 9 จะได้อะลูมินาที่มีน้ำหนึ่งโมเลกุลซึ่งเรียกว่า Boehmite, $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ และเมื่อตกตะกอนที่ pH 6 จะได้อะลูมินาที่ไม่มีอัญรูป (Amorphous) อะลูมินาฟอรัม แกรมมาหรือที่เรียกว่าแกรมมาอะลูมินาหรืออาจเรียกว่า Activated Alumina ซึ่งเป็นฟอรัมที่มีพื้นที่ผิว และรูพรุนสูงมากโดยมีพื้นที่ผิวประมาณ 100-400 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเหมาะสมสำหรับมาใช้เป็นตัวพวย นอกจากนี้แกรมมาอะลูมินายังถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในบางปฏิกิริยา เช่นปฏิกิริยาการกำจัดน้ำ (Dehydration) ด้วย โดยแกรมมาอะลูมินาเตรียมได้จากการเผา Boehmite ที่ $500-800^\circ\text{C}$. ที่โครงสร้างนี้ออกไซด์ไอออนเรียงตัวเป็นแบบลูกบาศก์แบบกลางหน้า (Face Center Cubic) โดยมีอะลูมิเนียมไอออนกระจายอยู่ในช่องทรงสี่หน้า (Tetrahedral Hole) และในช่องทรงแปดหน้า (Octahedral Hole) และเมื่อเผาที่อุณหภูมิมากกว่า 1150°C จะได้ฟอรัมแอลฟาอะลูมินา ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) หรือคอรันดัม (Corundum) ซึ่งมีโครงสร้างออกไซด์แบบชนิดที่เรียงตัวแบบชิดที่สุดเป็นแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) และอะลูมิเนียมไอออนอยู่เป็นระเบียบจำนวนสองในสามของช่องว่างทรงแปดหน้า

ชนิดตัวพวยของตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมาก เกิดจากผลของอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างตัวว่องไวกับตัวพวย ซึ่งมีผลกระทบอย่างกว้างขวางมากต่อการกระจาย (Dispersion) ความสามารถในการรีดักชัน (Reducibility) กัมมันตภาพ (Activity) และความต้านทานต่อการเกิดการรวมเม็ดตัวว่องไวให้มีขนาดใหญ่ทั้งในขณะของขั้นตอนการเตรียมและการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Lindfors Lars Peter, 1994:292)

2.4 การดูดซับ (Adsorption)

การดูดซับเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็งกับตัวสารตั้งต้นที่เป็นแก๊ส ในกรณีที่เป็นระบบของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ (Heterogeneous catalyst) โดยตัวเร่งปฏิกิริยานี้เรียกว่าตัวดูดซับ (Adsorbent) และแก๊สเรียกว่าตัวถูกดูดซับ (Adsorbate)

การดูดซับบนตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งได้ 2 ชนิด คือ การดูดซับทางกายภาพ (Physisorption) และการดูดซับทางเคมี (Chemisorption) การดูดซับทั้ง 2 ชนิด มีความแตกต่างกันอย่างมากทั้งลักษณะความแข็งแรงของการดูดซับ และจำนวนชั้นการดูดซับ ซึ่งแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ตารางความแตกต่างของการดูดซับทางเคมี และการดูดซับทางกายภาพ (วิทยา เรื่องพรวิสุทธิ, 2534:13)

ลักษณะ	การดูดซับทางเคมี	การดูดซับทางกายภาพ
เอนทัลปีของการดูดซับ ($-\Delta H_{ads}$)	400-800 (กิโลจูลต่อโมล)	8-20 (กิโลจูลต่อโมล)
พลังงานกระตุ้น (E)	มีค่าน้อย	มีค่าเป็นศูนย์
อุณหภูมิการเกิดการดูดซับ	ขึ้นกับค่าพลังงานกระตุ้น โดยปกติมีค่าต่ำ	ขึ้นกับจุดเดือดของสาร โดยปกติมีค่าต่ำ
จำนวนชั้นการดูดซับ	ไม่เกิน 1 ชั้น	เกิน 1 ชั้นได้

2.4.1 การดูดซับทางกายภาพ

เป็นการดูดซับที่เกิดบนผิวของของแข็งเนื่องจากแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals Forces) แรงนี้รวมถึงแรงดึงดูดระหว่างประจุ (Electrostatic Attraction) แรงดึงดูดที่เกิดจากแรงของความเป็นขั้วถาวร (Dipole Moment) ของโมเลกุล และรวมถึงแรงดึงดูดเนื่องจากการเหนี่ยวนำของโมเลกุลจนเกิดเป็นขั้ว จากการกระจายของความหนาแน่นของอิเล็กตรอน (Electron Density) ที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอม หรือโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว (Non-Polar Atoms or Molecules) เรียกแรงเหล่านี้ว่าแรงดึงดูดของขั้วเหนี่ยวนำ (Induced Dipolar Attraction) แรงเหล่านี้เกิดขึ้นระหว่างอะตอม หรือโมเลกุล ทำให้เกิดแรงดึงดูดทางกายภาพตรงบริเวณผิว ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของโมเลกุล ซึ่งเป็นเพียงการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพเท่านั้น

2.4.2 การดูดซับทางเคมี

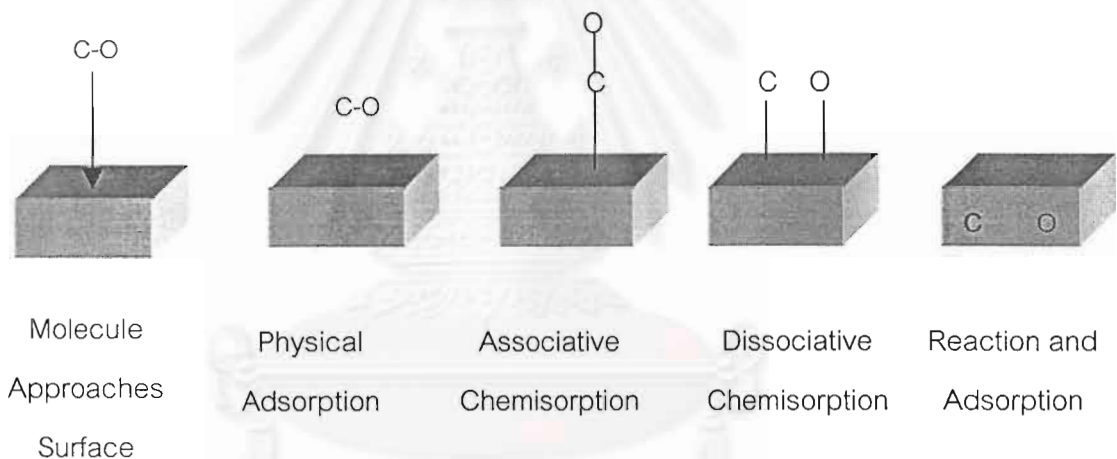
เป็นการดูดซับที่เกิดจากการเกิดปฏิกิริยากันระหว่างตัวดูดซับ และตัวถูกดูดซับ โดยช่องว่างของอิเล็กตรอนอิสระที่ผิวสัมผัสของตัวดูดซับ ดึงดูดโมเลกุลของตัวถูกดูดซับ ทำให้ตัวถูกดูดซับเกาะติดบนตัวดูดซับ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นการแทนที่ของโมเลกุล (Rearrangement) โดยอิเล็กตรอน

การดูดซับทางเคมีสามารถแบ่งได้ 2 ชนิด ตามลักษณะการเกาะของตัวถูกดูดซับบนตัวดูดซับ คือ การดูดซับทางเคมีแบบรวมโมเลกุล (Associative Chemisorption) และการดูดซับทางเคมีแบบแยกโมเลกุล (Dissociative Chemisorption) แสดงดังรูปที่ 2.3 (Spencer, M. S., 1989:31) พิจารณาการดูดซับของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนตัวพวยงแอลฟาอะลูมินา บนโลหะทองแดง และบนโลหะนิกเกิล พบว่าไม่เกิดพันธะเคมีขึ้นระหว่างแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับแอลฟาอะลูมินาแต่เกิดการดูดซับทางกายภาพ เนื่องจากตัวพวยงอะลูมินาไม่สามารถเกิดการดูดซับทางเคมีได้กับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ พบว่าเกิดการดูดซับทางกายภาพขึ้นแทน พลังงานของการดูดซับระหว่างโมเลกุลแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับคาร์บอนมอนอกไซด์เหลวบนผิวหน้าตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับพลังงานของการดูดซับทางกายภาพ โดยปรากฏการณ์นี้เกิดที่อุณหภูมิต่ำเท่านั้น การเกิด การดูดซับทางเคมีระหว่างแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนโลหะทองแดงเป็นการดูดซับทางเคมีแบบ

แบบรวมโมเลกุล เนื่องจากอัตราการเกิดระหว่างแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับโลหะทองแดงมีพลังงานมากกว่าพลังงานของการดูดซับทางกายภาพ แต่ไม่มากพอที่จะทำให้ลายพันธะระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจน (C-O) ในแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ในกรณีการดูดซับระหว่างแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนโลหะนิกเกิลเกิดอัตราการเกิดระหว่างแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับโลหะมากพอที่จะแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ถูกทำให้พันธะของคาร์บอนกับออกซิเจนแตกออกดังสมการ



จากการเกิดการดูดซับทางเคมีแบบแตกโมเลกุลของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนนิกเกิล นำไปสู่การเตรียมมีเทนด้วยแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์กับแก๊สไฮโดรเจนดังสมการข้างล่าง



รูปที่ 2.3 การดูดซับลักษณะต่างๆ ของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนพื้นผิวของแข็งชนิดต่างๆ

การดูดซับทางเคมีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวของตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยศึกษาในเรื่องของร้อยละการกระจาย (%Dispersion) คำนวณได้ดังสมการข้างล่าง

$$\text{ร้อยละการกระจาย} = \frac{\text{ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถเกิดการดูดซับทางเคมี}}{\text{ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดในตัวเร่งปฏิกิริยา}} \times 100 \quad (4)$$

สรุปการดูดซับทางเคมีของของแก๊สชนิดต่างๆบนผิวของโลหะแสดงดังตารางที่ 2.3 (Wedler Gerd,1976:199)

ตารางที่ 2.3 สรุปการดูดซับทางเคมีบนโลหะชนิดต่างๆ

Absorbent	Adsorbate				
	O ₂	CO	H ₂	N ₂	CO ₂
Li	+	-	-	-	
Be	+	-	-	-	
B	+	+	+	+	
C	+	-	-	-	
Na	+	-	-	-	
Mg	+	-	-	-	
Al	+	+	-	-	
Si	+	-	+	-	+
K	+	-	-	-	
Ca	+	+	+	+	+
Ti	+	+	+	+	+
V	+	+	+		
Cr	+	+	+	+	+
Mn	+	+	+	+	+
Fe	+	+	+	-	+
Co	+	+	+	-	+
Ni	+	+	+	-	+
Cu	+	-	-	-	
Zn	+	-	-	-	-
Ga	+	-	-	-	
Ge	+	-	+	-	+
Rb	+	-	-	-	
Sr	+	+	+	+	+
Y	+	+	+		

ตารางที่ 2.3 (ต่อ) สรุปการดูดซับทางเคมีบนโลหะชนิดต่างๆ

Absorbent	Absorbate				
	O ₂	CO	H ₂	N ₂	CO ₂
Zr	+	+	+	+	+
Nb	+	+	+	+	+
Mo	+	+	+	+	+
Ru			+		
Rh	+	+	+	-	-
Pd	+	+	+	-	-
Ag	+	-	-	-	
Cd	+	-	-	-	
In	+	-	-	-	
Sn	+	-	-	-	
Cs	+	-	-	-	
Ba	+	+	+	+	+
La	+	+	+	+	+
Hf			+		
Ta	+	+	+	+	+
W	+	+	+	+	+
Re	+	+	+	+	+
Os	+				
Ir	+	+	+	-	-
Pt	+	+	+	-	-
Au	-	-	-	-	
Hg	+	-	-	-	
Tl	+	-	-	-	
Pb	+	-	-	-	

ตารางที่ 2.3 (ต่อ) สรุปการดูดซับทางเคมีบนโลหะชนิดต่างๆ

Absorbent	Absorbate				
	O ₂	CO	H ₂	N ₂	CO ₂
Th		+			
Si	+	-	-	-	-
As	+	-	-	-	-
Sb	+	-	-	-	-
Bi	+	-	-	-	-

เมื่อ + หมายถึง สามารถเกิดการดูดซับทางเคมีได้
 - หมายถึง ไม่สามารถเกิดการดูดซับทางเคมี
 ช่องว่าง หมายถึง ไม่มีข้อมูล

2.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยง (Preparation of Supported Metal Catalysts)

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยงโดยทั่วไป สามารถแบ่งขั้นตอนการเตรียมได้ 4 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้ (Bond, G. C., 1987: 78)

- 1.เตรียมสารเตรียมการ (Precursor) ของสารว่องไว โดยส่วนใหญ่นิยมเตรียมให้ในรูปที่มีสารละลายเป็นตัวกลาง
- 2.การทำแห้ง (Drying)
- 3.การแคลไซน์ชัน (Calcination) ซึ่งอาจจะไม่จำเป็น
- 4.การรีดักชัน (Reduction)

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาสามารถเตรียมได้หลายวิธี โดยในแต่ละวิธีก็จะให้สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างทั้งในเรื่องประสิทธิภาพ ร้อยละการกระจาย ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา และความยากง่ายของการเตรียม เป็นต้น วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ ได้แก่ วิธีการตกตะกอน (Precipitation) วิธีการตกตะกอนร่วม (Co-

Precipitation) วิธีเอแอลอี (Atomic Layer Epitaxy, ALE) วิธีการพอกพูน-การตกตะกอน (Deposition-Precipitation) และวิธีอิมเพรกเนชัน (Impregnation)

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แบบมีตัวพุง (Supported Catalysts) ที่เตรียมด้วยเทคนิคที่ต่างกัน และมีตัวพุงที่ต่างกัน โดยมีโลหะวงไวต์เดียวกัน จะให้ความว่องไวที่ต่างกัน เช่น ที่ 800^oซ ความว่องไวในปฏิกิริยาการรีฟอร์มคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂ Reforming Reaction) ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาเตรียมโดยอิมเพรกเนชันให้การเปลี่ยนแปลงมีเทน (CH₄ Conversion) ร้อยละ 95.8 ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/ซิลิกาเตรียมโดยอิมเพรกเนชันให้การเปลี่ยนแปลงมีเทนร้อยละ 6.9 และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/แมกนีเซียมออกไซด์เตรียมโดยตกตะกอนร่วมให้การเปลี่ยนแปลงมีเทนร้อยละ 10.9 (Wang Shaobin and Lu ,G. Q. M.,1998:272)

ขั้นการทำแห้งเป็นการไล่ตัวทำละลาย หรือของเหลวที่เหลืออยู่จากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จากขั้นการเตรียมสารเตรียมการ โดยทำการทำแห้งที่อุณหภูมิ 50 ถึง 230^oซ. เมื่อตัวทำละลายถูกระเหยออกไปจะทำให้เกิดการตกตะกอนของสารละลายที่เหลืออยู่ขึ้นในขั้นนี้ด้วย จากนั้นจึงทำการเปลี่ยนฟอร์มของโลหะที่เกาะบนตัวพุงให้อยู่ในรูปโลหะออกไซด์โดยการให้ความร้อนในภาวะที่มีอากาศซึ่งให้ความร้อนที่อุณหภูมิมากกว่า 230^oซ. แล้วตามด้วยการรีดักชันโลหะออกไซด์ให้กลายเป็นโลหะที่มีวาเลนซ์ศูนย์ด้วยความร้อนในบรรยากาศรีดักชัน (Reducing Atmosphere) โดยปกติใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นตัวรีดักชัน

2.5.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอน

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีการตกตะกอนนี้จะทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาส่ง สามารถขึ้นรูปได้ตามต้องการ และมีอนุภาคนิกเกิลที่มีขนาดอนุภาคใหญ่ การเตรียมทำได้โดยผสมสารละลายของนิกเกิลกับสารละลายอะลูมิเนียมในสารละลายเบสเข้มข้นที่มี pH ประมาณ 10 จะเกิดตะกอนของสารประกอบนิกเกิลอะลูมิเนียมออกไซด์ออกมา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาการเติมไฮโดรเจนของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัว และปฏิกิริยาการกำจัดไฮโดรเจนของสารจำพวกไซโคลอัลคีน (Cycloalkene) ให้เป็นสารอะโรมาติกส์ (Aromatics) โดยละลาย 454 กรัมของ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำ 3000 ลบ.ซม. และทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 5 ถึง 10°C ด้วยอ่างน้ำเย็น (Ice Bath) และละลาย 200 กรัมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ในน้ำเย็นที่ 5 ถึง 10°C แล้วค่อยๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรต พร้อมทั้งคนอย่างรุนแรง ประมาณ 1.5 ถึง 2 ชม. ละลาย 100 กรัมของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำ 600 ลบ.ซม. แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้น (Conc. HNO_3) 45 ลบ.ซม. แล้วทำให้สารละลายเย็นลงถึง 5 ถึง 10°C ด้วยอ่างน้ำเย็น จากนั้นจึงเติมสารละลายไนเตรตลงในสารละลายโซเดียมอะลูมิเนต (Sodium Aluminate) ช้าๆ ประมาณ 1.5 ถึง 2 ชม. พร้อมทั้งคนอย่างรุนแรงระหว่างการเติมสารละลาย เกิดตะกอนสีเขียวอ่อนกรองตะกอนที่ได้ แล้วล้างตะกอนด้วย น้ำกลั่น 6 ครั้ง นำตะกอนที่ล้างแล้ว ไปตัดเป็นลูกบาศก์ให้มีขนาด (2นิ้วx2นิ้วx2นิ้ว) เพื่อถ่ายต่อการขนส่ง แล้วอบแห้งตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดลูกบาศก์ที่อุณหภูมิ 105°C . นาน 16 ชม. แล้วบดให้ได้ขนาด 8 ถึง 12 เมช (Mesh) เพื่อให้เหมาะแก่การนำไปใช้งาน โดยจะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาประมาณ 80 ถึง 82 กรัม (Emmett, H. Paul, 1954:342)

2.5.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการตกตะกอนร่วม

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา โดยวิธีนี้ จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาสูง และสามารถขึ้นรูปได้ตามต้องการ การเตรียมทำได้โดยการผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรต กับสารละลายนิกเกิลไนเตรต ที่มีปริมาณของนิกเกิล/อะลูมิเนียมตามต้องการ จากนั้นจึงทำการเพิ่ม pH ของสารละลายที่ประมาณ 8 รอจนตกตะกอนหมด กรองตะกอนที่ได้ ออก แล้วจึงล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ตามด้วยนำไปทำแห้ง และขึ้นรูป ตามลำดับ ในการขึ้นรูปจะขึ้นอยู่กับการปัจจัย เช่น ความแข็งแรง การเปิดของรูพรุน ค่าใช้จ่าย เป็นต้น ตะกอนที่แข็งปกติจะมีจุดหลอมเหลวสูงซึ่งยากต่อการขึ้นรูปเป็นเม็ด การบดทำให้ได้ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนลดลง ทำให้การแพร่ในขณะทำปฏิกิริยาเป็นไปได้ยาก การขึ้นรูปที่

เหมาะสมควรมีสัดส่วนปริมาตรรพูนประมาณ 0.5 ลบ.ซม.ต่อกรัมของตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นจึงทำการแคลไซน์ และรีดักชันต่อไป

Narayanan, S.; Unnikrishnan, R.; and Vishwannathan, V. (ค.ศ.1995) ได้ทำการศึกษาค้นคว้าการเตรียมในขั้นการตกตะกอนโดยทำการศึกษาปัจจัยของตัวแปร pH ของสารละลาย โดยศึกษาการตกตะกอนในภาวะที่ pH ของสารละลายคงที่ที่ pH เท่ากับ 8 และภาวะที่มีการเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายตลอดเวลาของการตกตะกอนและให้ pH ของสารละลายสุดท้ายเป็น 8 พบว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 วิธีนี้ จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาตรรพูนสูง แต่ปริมาณของพื้นที่ผิวโลหะว่องไวต่ำ โดยปริมาณพื้นที่ผิวว่องไวของโลหะเพิ่มขึ้นตามปริมาณนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา และร้อยละการกระจายของทั้ง 2 วิธีมีค่าอยู่ในช่วงร้อยละ 5 ถึง 8 ในภาวะของการเตรียมโดยให้ pH คงที่ ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาร้อยละ 50 และให้ร้อยละการกระจายสูงสุดที่ 8 และพบอีกว่าขนาดของผลึคนิกเกิลเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเพิ่มขึ้น

Marginean Petru and Olariu Alexandru (ค.ศ. 1996) ได้ทำการศึกษาถึงการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาโดยวิธีการตกตะกอนร่วม แล้วจึงศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการให้ความร้อนที่มีผลต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าในทุกความเข้มข้นของนิกเกิลเป็นองค์ประกอบเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการศึกษาทำให้พื้นที่ผิวบีอีที (BET Surface Area) และพื้นที่ผิวว่องไวของโลหะนิกเกิลลดลง และพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาทำให้พื้นที่ผิวว่องไวของโลหะนิกเกิลเพิ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิการปฏิบัติการ 350 °ซ. และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีกพื้นที่ผิวว่องไวลดลงเมื่อร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเพิ่มขึ้น

Routler, C. O. and Assaf, J. M. (ค.ศ. 1996) ได้ทำการศึกษาออกแบบการทดลองในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาด้วยการใช้ตัวแปรในการเตรียมคือ ความเข้มข้นสารละลายนิกเกิล เวลาการตกตะกอน และอุณหภูมิการตกตะกอน พบว่าการกระจายของโลหะมีค่าสูงสุดใน

การเตรียมที่ใช้ความเข้มข้นสารละลายที่มีนิกเกิลอยู่ร้อยละ 60 ของนิกเกิลในสารละลาย และที่อุณหภูมิสูง

2.5.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีเอแอลอี

วิธีเอแอลอี (ALE, Atomic Layer Epitaxy) เป็นวิธีการเตรียมโดยทำให้สารเตรียมการ เช่น สารประกอบนิกเกิลอะซิทิโทเนต (Nickel Acetylacetonate, Ni(acac)₂) ให้กลายเป็นไอ แล้วลอยขึ้นไปเกาะบนตัวพองอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวสูง จากนั้นจึงสลายสารประกอบนิกเกิลนี้ด้วยความร้อน เนื่องจากสารประกอบนิกเกิลนี้สลายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 230⁰ซ. แล้วจึงนำตัวเร่งปฏิกิริยานี้ไปรีดักชันต่อไป โดยการกระจายตัวของตัวเตรียมการบนตัวพองเกิดขึ้นในขั้นการทำปฏิกิริยาระหว่างแก๊สกับของแข็ง ปริมาณของนิกเกิลที่เพิ่มขึ้นคำนวณได้จากปริมาณของนิกเกิลที่ถูกดูดซับทางเคมีกับตัวพองสมการเคมีที่เกิดขึ้นนี้ (Lindblad Marina; Lindfors Lars Peter; and Suntola Tuomo, 1994:331)



และพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาจะทำให้ พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนไปในทิศทางลดลง ซึ่งอาจเกิดจากขนาดของผลึกนิกเกิลออกไซด์ที่ใหญ่ขึ้น ที่ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาร้อยละ 10 (โดยน้ำหนัก) มีร้อยละการกระจาย 23 จากการดูดซับทางเคมีโดยแก๊สไฮโดรเจน

2.5.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพอกพูน-การตกตะกอน

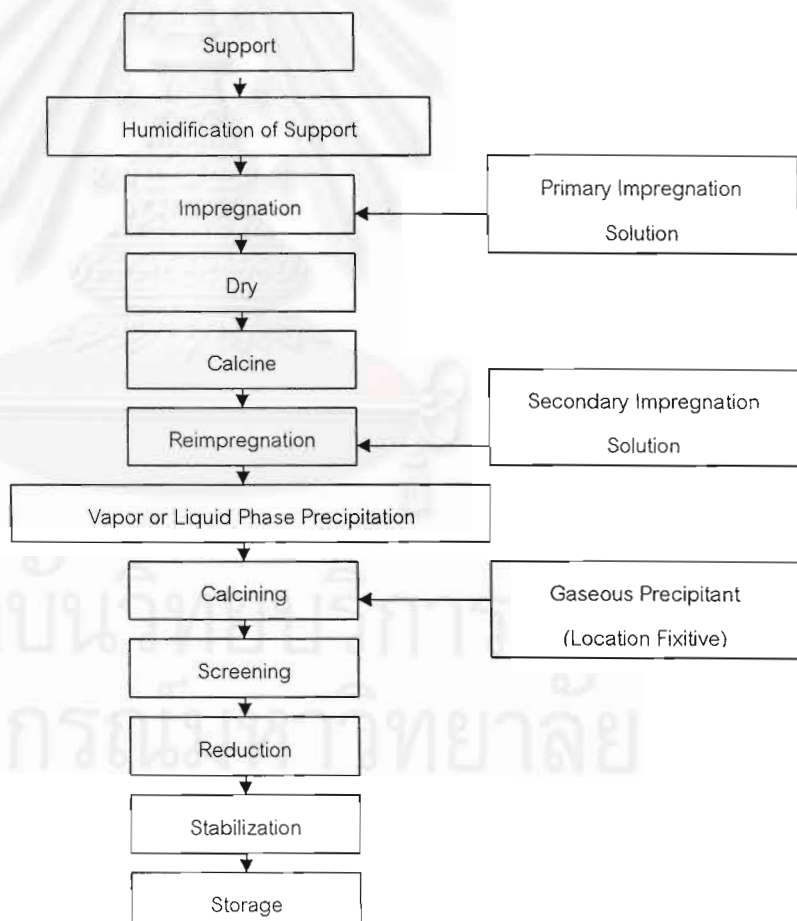
การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพอกพูน-การตกตะกอน (Deposition-Precipitation) มีความคล้ายกับวิธีอิมเพร็กเนชัน คือเป็นการแช่ตัวพองในสารละลายที่ไอออนของสารเตรียมการอยู่ แต่วิธีนี้จะมีการให้ความร้อนเพื่อทำให้เกิดการตกตะกอนของสารเตรียมการด้วย

Schaper, H.; Doesburg, E. B. M.; Quartel, J. M. C.; and Reijen, L. L. Van (ค.ศ. 1983) ได้ทำการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีพอกพูน-การตกตะกอน สารละลายที่ใช้เป็นสารละลายนิกเกิลละลายในสารละลายเข้มข้นแอมโมเนียที่มี pH ประมาณ 10.5

จากนั้นจึงแช่เม็ดตัวพองอะลูมินาลงในสารละลายสารเชิงซ้อนนิกเกิลอะมิโน (Nickel Amino Complex) นี้นาน 30 นาทีแล้วจึงให้ความร้อนแก่สารละลายจนมีอุณหภูมิ 90⁰ซ. พร้อมกับพ่นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ พบว่า pH ของสารละลายลดลงอย่างรวดเร็วจนคงที่ที่ 7.0 ถึง 8.0 กรองเม็ดตัวพอง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นที่ร้อน ทำแห้งที่ 90⁰ซ. นาน 1 คืน จากนั้นจึงแคลไซน์และรีดักชัน

2.5.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

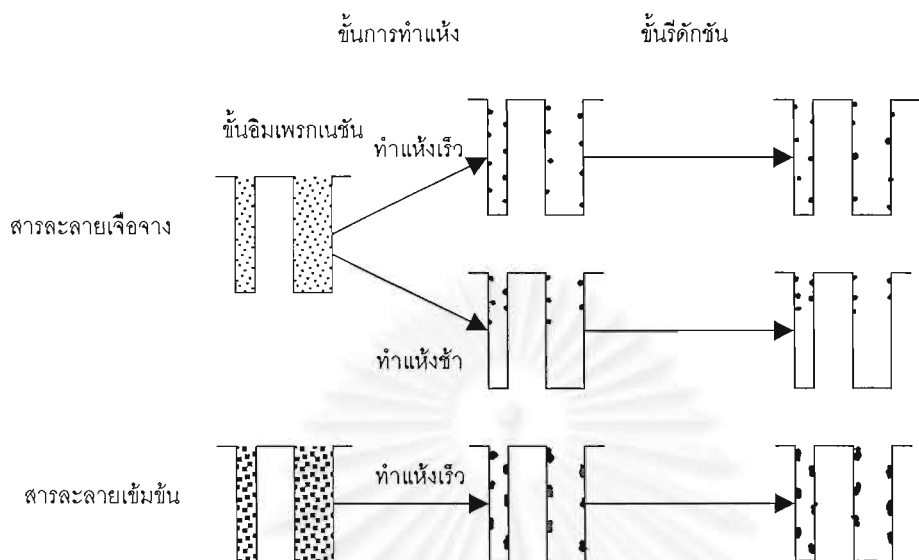
การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีนี้เป็นที่นิยมในอุตสาหกรรมมาก เนื่องจากให้ร้อยละการกระจายสูง ประหยัด และไม่ซับซ้อน ขั้นตอนการเตรียมในอุตสาหกรรมแสดงดังรูปที่ 2.4 (Alvin. B. Stiles, 1983:6)



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

จากรูปที่ 2.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวพวยงปฏิบัติโดยขั้นแรกเป็นการไล่ความชื้นออกจากตัวพวยง แล้วนำตัวพวยงที่ไม่มีความชื้นมาแช่ในสารละลายอิมเพรกเนนต์ จากนั้นจึงทำแห้ง และเคลือบตามลำดับ ตามด้วยการอิมเพรกเนชันซ้ำ (Reimpregnation) ด้วยสารละลายอิมเพรกเนชันตัวที่สอง (Secondary Impregnation Solution) แล้วจึงระเหยตัวทำละลายออก ตามด้วยเคลือบชั้นคัตขนาด และรีดักชันให้ได้โลหะที่มีเวเลนซี (Valency) เป็นศูนย์กระจายบนตัวพวยง ตามลำดับ เพื่อความสะดวกในการเก็บรักษาจึงต้องเพิ่มความเสถียรให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการลดความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาก่อนการเก็บต่อไป

ขั้นตอนในการอิมเพรกเนชันของตัวพวยงที่มีลักษณะเป็นวัสดุที่มีรูพรุน (Porous Material) ถูกแช่ลงในสารละลายอิมเพรกเนนต์ที่มีสารเตรียมการอยู่ โดยสารละลายอิมเพรกเนนต์จะไหลเข้าไปในรูพรุนของตัวพวยงด้วยแรงคาปิลลารี (Capillary Action) และการแพร่ (Diffusion) แล้วสารเตรียมการถูกดูดไว้ที่ผิวตัวพวยง จากนั้นจึงทำแห้ง เคลือบซ้ำ และรีดักชัน(ตามลำดับ) การเกิดสารเตรียมการบนตัวพวยงแสดงได้ดังรูปที่ 2.5 (Bond, G. C.,1986: 79) เมื่อใช้สารละลายอิมเพรกเนชันเข้มข้นต่ำ ภายหลังจากขั้นการทำแห้งอย่างรวดเร็วจะปรากฏการกระจายตัวของสารเตรียมการขนาดเล็กภายในรูพรุนโดยทั่ว และหลังจากการรีดักชันจะปรากฏโลหะของสารเตรียมการมีการอยู่กระจายภายในรูพรุน ในกรณีทำแห้งอย่างช้าๆพบว่ามีการกระจายของสารเตรียมการจะปรากฏบริเวณปากของรูพรุน แต่เมื่อใช้สารละลายอิมเพรกเนนต์ที่มีความเข้มข้นของสารเตรียมการในปริมาณสูง ภายหลังจากการทำแห้งพบโลหะของสารเตรียมการมีการกระจายตัวโดยมีขนาดอนุภาคขนาดใหญ่



รูปที่ 2.5 แสดงการดูดซับในชั้นการอิมเพกเนชัน

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวพองโดยวิธีอิมเพกเนชันเป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่จะอนุภาคโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเล็กกระจายตัวอยู่บนตัวพอง การเตรียมเป็นการแช่ตัวพองในสารละลายอิมเพกเนนต์จนสารละลายไหลเข้าไปจนเต็มรูพรุนตัวพองที่มีรูพรุน กลือของโลหะจะถูกดูดซับ ซึ่งการดูดซับขึ้นอยู่กับค่าโพลาไรเซชัน (Polarization) ของผิวหน้าตัวพองซึ่งเป็นผลโดยตรงจากค่า pH ของสารละลาย และในขณะที่ค่อยๆระเหยตัวทำละลายออกจะทำให้มีเกลือของโลหะกระจายตัวอยู่บนตัวพอง (Bruce, C. Gates, 1992:378) ตัวพองที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีนี้ส่วนใหญ่เป็นสารประกอบออกไซด์ที่มีเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูง และต้องมีรูพรุนสูง

สำหรับระบบของสารละลายอิมเพกเนนต์กับตัวพองในชั้นการอิมเพกเนชันมี 3 ส่วนที่ทราบกัน (Spencer, M. S., 1989:44) คือ

1. การดูดซับจำเพาะ (Specific Adsorption) ถ้าตัวอิมเพกเนนต์ (เช่น โลหะไอออน) สามารถถูกดูดซับบนผิวตัวพองได้ดีกว่าโมเลกุลของตัวทำละลาย (ส่วนมากใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย) โลหะไอออนจะถูกดึงจากสารละลายอิมเพกเนนต์มาอยู่ที่ผิวของตัวพองเป็นผลให้ชั้นด้านนอกของ

เม็ดตัวพวงมีความเข้มข้นของโลหะไอออนสูง ซึ่งทำให้มีเกลือของโลหะจำนวนมากเกิดการแพร่ (Diffusion) เข้าไปในรูพรุนได้มาก และถูกดูดซับได้มากเช่นกัน ดังนั้นเมื่อใช้ตัวทำละลายชนิดที่ต่างกันก็จะให้การกระจายตัวที่แตกต่างกัน

2. ตัวพวงที่มีพื้นที่ผิวซึ่งมีความจุในการแลกเปลี่ยนไอออนสูง (Ion-Exchange Capacity) ทำให้ไอออนโลหะในสารละลายจะทำการแลกเปลี่ยนไอออนกับผิวของตัวพวงได้ในปริมาณมากในขั้นของการอิมเพรกเนชัน ซึ่งการแลกเปลี่ยนไอออนนี้เป็นการดูดซับแบบอะตอมต่ออะตอมบนตัวพวง เป็นเหตุให้โลหะกระจายตัวบนตัวพวงได้มาก

3. ก่อนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพรกเนชันต้องทราบถึงความเป็นไปได้ของปรากฏการณ์ในขั้นการอิมเพรกเนชันก่อนว่าจะเกิดการดูดซับ หรือการตกตะกอนของเกลือของโลหะจากสารละลายกับตัวพวง เช่นในกรณีที่มีผิวหน้าตัวพวงมีไฮดรอกไซด์จะทำให้ pH ของสารละลายอิมเพรกเนนต์เพิ่มขึ้นดังนั้นจะทำให้เกิดการตกตะกอนของโลหะในรูปของโลหะไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดการกระจายตัวของโลหะแบบไม่เป็นเอกกรุป (Non-Uniform)

โดยในขั้นการทำแห้งภายหลังขั้นการอิมเพรกเนชันแล้วสารละลายอิมเพรกเนนต์ที่เหลืออยู่ จะเกิดการตกตะกอนของเกลือของโลหะภายในรูพรุน และไม่มีการตกตะกอนของเกลือของโลหะภายนอกรูพรุน (Spencer, M. S., 1989:43)

Li, W. D.; Li, Y. W.; Qin, Z. F.; and Chen, S. Y. (ค.ศ.1994) ได้ทำการศึกษาค้นคว้าสร้างแบบจำลอง (Model) ในการประมาณ (Prediction) การกระจายตัวของโลหะนิกเกิลบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน สารละลายอิมเพรกเนนต์ที่ใช้เป็นสารละลายของนิกเกิลไนเตรตในสารละลายเข้มข้นแอมโมเนียที่มี pH 11.6 และใช้ตัวพวงอะลูมินาที่อยู่ในฟอร์มแกมมาที่มีพื้นที่ผิว 170 ตร.ม./กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้มีลักษณะการกระจายแบบเปลือกไข่ (Egg-Shell)

Sun, Y. H. and Li, Y. W. (ค.ศ. 1992) ได้แนะนำการสร้างแบบจำลองที่ใช้กับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์โดยวิธีอิมเพกเนชัน ในกรณีที่การดูดซับระหว่างไอออนโลหะตัวเตรียมการในสารละลายกับตัวพุงมีความแข็งแรงมาก การกระจายตัวของเกลือของโลหะจะเกิดมากในชั้นการอิมเพกเนชันได้มาก แต่ถ้าความแข็งแรงของการดูดซับต่อการกระจายตัวของเกลือโลหะบนตัวพุงจะขึ้นกับชั้นการทำแห้ง (หรือการตกตะกอนของโลหะของสารเตรียมการบนตัวพุง) แต่สามารถเพิ่มความแข็งแรงของการดูดซับระหว่างไอออนของโลหะของสารเตรียมการกับตัวพุงโดยใช้ pH ที่เหมาะสม

Ma Bing; Li Can; Liu Shufen; and Lu Yongan (ค.ศ.1992) ทำการศึกษาการดูดซับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมด้วยวิธีอิมเพกเนชัน โดยแช่ตัวพุงอะลูมินาในสารละลายนิกเกิลในเตรต แล้วทำแห้งที่ 100°C . และแคลไซน์ที่ 500°C . นาน 4 ชม. จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีร้อยละ 10 ของนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วิธีทดลอง

3.1.1 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

1. เตรียมสารละลายอิมเพรกแนนต์ (Impregnant) โดยทำการละลายนิกเกิลไนเตรต ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$) ในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น และน้ำกลั่น จนได้สารละลายที่มี pH ประมาณ 11.6 และมีความเข้มข้นเป็นร้อยละนิกเกิลในสารละลายอิมเพรกแนนต์ตามต้องการ

2. แห้เม็ดตัวพองอะลูมินา (สมบัติแสดงในภาคผนวก ก.) น้ำหนักประมาณ 10 กรัม ที่ผ่านการอบในอุณหภูมิ 105°C นาน 4 ชม. และทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในเดซิเคเตอร์ (Desiccator) แล้ว ในสารละลายอิมเพรกแนนต์โดยมีตัวแปรที่สนใจในขั้นตอนนี้คือ ความเข้มข้นสารละลายนิกเกิล ปริมาตรสารละลายนิกเกิล เวลาและอุณหภูมิในการอิมเพรกเนชัน (ภาวะของตัวแปรที่ทำการศึกษาแสดงในตารางที่ 3.1) จากนั้นจึงกรองแยกเอาตัวอย่างออกจากสารละลายอย่างรวดเร็ว

3. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 2. มาอบแห้งที่อุณหภูมิ 105°C . นาน 6 ชม. ในเตาอบ (Oven) พบว่าเม็ดตัวพองอะลูมินาเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเขียวย

4. นำตัวอย่างที่ได้จาก ข้อ 3. ไปแคลไซน์ในเตาเผาแบบฟลูอิดไบด์ (รูปที่ 3.2) ที่อุณหภูมิ 500°C . นาน 6 ชม. ในอากาศ ตัวอย่างจะเปลี่ยนเป็นสีเขียวยเข้ม

5. นำตัวอย่างที่แคลไซน์แล้วไปรีดักชันที่อุณหภูมิ 500°C . นาน 4 ชม. ในบรรยากาศแก๊สไฮโดรเจนที่มีอัตราการไหล 15 ลบ.ซม./นาที่ จะได้เม็ดตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีสีดำ แล้วจึงนำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา โดยละลายเม็ด อะลูมินาในกรดไนตริกเข้มข้นตามด้วยหาปริมาณนิกเกิลในสารละลายด้วยวิธีเอเอ และศึกษาร้อยละการกระจายด้วยเครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมี

ตารางที่ 3.1 ภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชันที่ pH สารละลาย 11.6 และตัวพองอะลูมินาหนัก 10 กรัม

ตัวอย่าง	ตัวแปรการอิมเพรกเนชัน			
	ความเข้มข้นสารละลาย (ร้อยละนิกเกิล)	ปริมาตรสารละลาย (ลบ.ซม.)	เวลาอิมเพรกเนชัน (ชม.)	อุณหภูมิอิมเพรกเนชัน (^o ซ.)
1	1.00	50	1	30
2	1.00	100	1	30
3	1.00	150	1	30
4	1.00	200	1	30
5	1.25	50	1	30
6	1.25	100	1	30
7	1.25	150	1	30
8	1.25	200	1	30
9	1.50	50	1	30
10	1.50	100	1	30
11	1.50	150	1	30
12	1.50	200	1	30
13	2.00	50	1	30
14	2.00	100	1	30
15	2.00	150	1	30
16	2.00	200	1	30
17	2.50	50	1	30
18	2.50	100	1	30
19	2.50	150	1	30
20	2.50	200	1	30
21	3.00	50	1	30

ตารางที่ 3.1(ต่อ) ภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชันที่ pH สารละลาย 11.6 และตัวพองอะลูมินาหนัก 10 กรัม

ตัวอย่าง	ตัวแปรการอิมเพรกเนชัน			
	ความเข้มข้นสารละลาย (ร้อยละนิกเกิล)	ปริมาตรสารละลาย (ลบ.ซม.)	เวลาอิมเพรกเนชัน (ชม.)	อุณหภูมิอิมเพรกเนชัน (^o ซ.)
22	3.00	100	1	30
23	3.00	150	1	30
24	3.00	200	1	30
25	5.00	50	1	30
26	5.00	100	1	30
27	5.00	150	1	30
28	5.00	200	1	30
29	2.00	100	0.5	30
30	2.00	100	1.5	30
31	2.00	100	2	30
32	2.00	100	4	30
33	2.00	100	8	30
34	2.00	100	2	40
35	2.00	100	2	50
36	2.00	100	2	60
37	2.00	100	2	70

3.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

1. บดตัวอย่างที่รีดักชันแล้วให้ละเอียดหนักประมาณ 1 กรัม
2. ละลายตัวอย่างที่บดแล้วด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 50 ลบ.ซม. พร้อมกับให้ความร้อน
3. กรองตะกอนออก และล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนประมาณ 50 ลบ.ซม. จะได้ของเหลวที่มีนิกเกิลละลายอยู่ปริมาณ 80 ลบ.ซม.
4. นำสารละลายที่ได้มาทำให้มีปริมาตร 100 ลบ.ซม. ยกเว้นในตัวอย่างที่ 25 ถึง 28 ทำให้มีปริมาตร 250 ลบ.ซม.
5. นำสารละลายที่ได้ไปหาปริมาณของนิกเกิลที่มีอยู่ในสารละลายด้วยเครื่องเอเอ (AA, Atomic Adsorption) ยี่ห้อ Varian รุ่น SpectrAA-300 (รูปที่ 3.3)
6. คำนวณร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ด้วยสมการที่ 5

$$N = \frac{AA(mg / dm^3) \times V(cm^3)}{W(g) \times (10^3 cm^3 / dm^3) \times (10^3 mg / g)} \times 100 \quad (5)$$

เมื่อ

N = ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาในตัวเร่งปฏิกิริยา

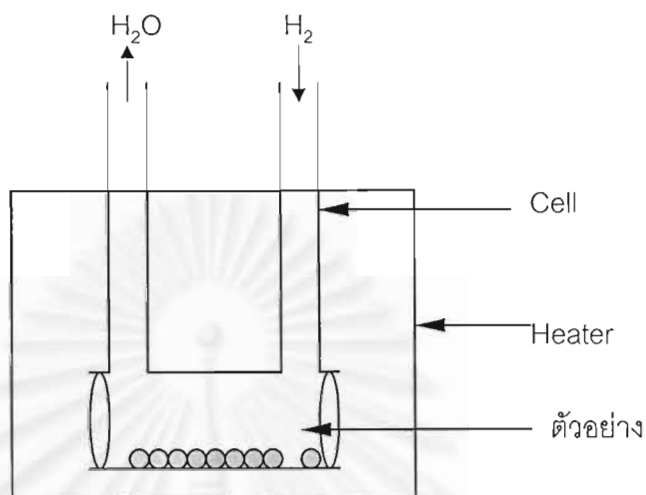
AA = พิกที่อ่านได้จากเครื่องเอเอ

V = ปริมาตรสารละลายนิกเกิลที่เตรียม

W = น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เตรียมสารละลาย

3.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณร้อยละการกระจาย

1. นำตัวอย่างที่รีดักชันแล้วประมาณ 0.3 กรัม ใส่ในเซลล์ใส่ตัวอย่างของเครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวของโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมี ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น Pulse Chemisorb 2700 (รูปที่ 3.4)
2. เตรียมพื้นที่ผิวของโลหะโดยการรีดักชันที่อุณหภูมิ 500^oซ. นาน 2 ชม. โดยมีแก๊สไฮโดรเจนไหลผ่านในอัตราเร็ว 15 ลบ.ซม./นาที แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างในขั้นตอนการเตรียมพื้นที่ผิวว่องไวโดยการรีดักชันในเครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะ โดยวิธีการดูดซับทางเคมี

3. ลดอุณหภูมิของตัวอย่างให้ถึง 100°C . ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนที่มีอัตราการไหล 20 ลบ.ซม./นาที นาน 2 ชม.
4. ซีดแก๊สไฮโดรเจนเข้าไปในเซลล์จนตัวอย่างไม่สามารถดูดซับแก๊สไฮโดรเจนได้อีกแล้ว จึงหาปริมาณของแก๊สไฮโดรเจนทั้งหมดที่ถูกดูดซับ
5. คำนวณร้อยละการกระจาย ดังสมการที่ 6

$$D = \frac{H(\text{cm}^3) \times 58.6(\text{g/mol}) \times 2}{22414(\text{cm}^3/\text{mol}) \times W(\text{g}) \times \frac{N}{100}} \times 100 \quad (6)$$

เมื่อ

D = ร้อยละการกระจาย

H = ปริมาตรของแก๊สไฮโดรเจนที่ถูกดูดซับทางเคมีที่ภาวะ STP

W = น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา

N = ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

3.1.4 การวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอีที (BET Surface Area)

1. ชั่งตัวอย่างที่อบแห้ง และทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ น้ำหนักประมาณ 0.3 กรัม ใส่ในเซลล์ของเครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอีที ยี่ห้อ Quantachrome รุ่น Autosorb-1 (รูปที่ 3.5)
2. จากนั้นจึงทำการไล่แก๊ส (Degas) ที่อุณหภูมิ 200^oซ. ความดัน 20 ไมโครเมตรปรอท นาน 2 ชม.
3. จากนั้นจึงปล่อยแก๊สฮีเลียมเข้าไปในเซลล์จนอุณหภูมิของตัวอย่างลดลงถึงประมาณ 40^oซ. จึงนำเซลล์ (ที่ทราบน้ำหนักของเซลล์) และตัวอย่างไปชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งละเอียด (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) เพื่อนำน้ำหนักของตัวอย่างที่ไล่แก๊สแล้ว
4. ทำการหาพื้นที่ผิวบีอีทีต่อไป

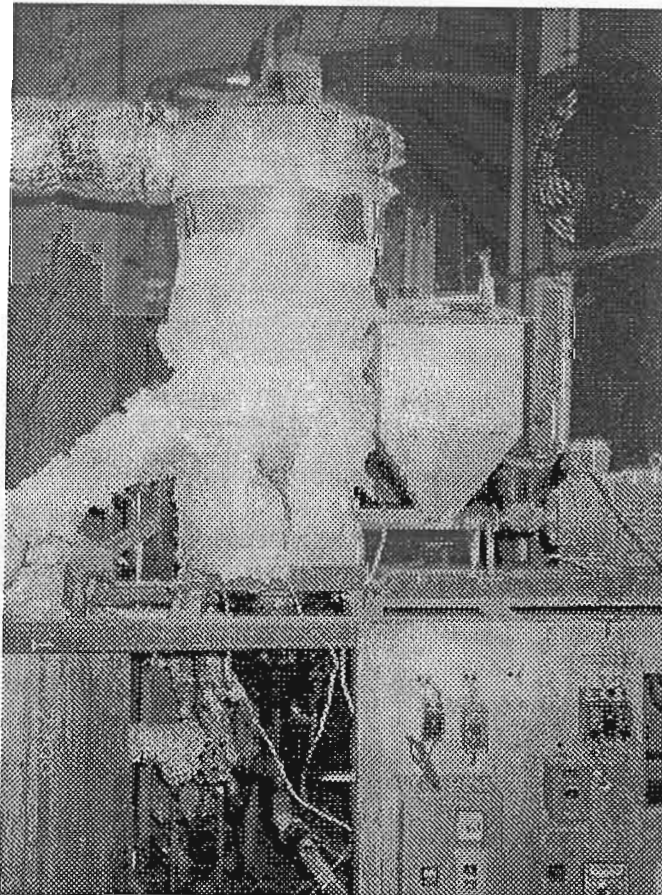
3.1.5 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิว

1. นำตัวอย่างที่อบแห้ง และทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์แล้วไปจุ่มทองคำ
2. จากนั้นจึงดูลักษณะพื้นที่ผิวของตัวอย่างด้วยเครื่องเอสอีเอ็ม (SEM, Scanning Electron Microscope) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400 (รูปที่ 3.6)

3.2 อุปกรณ์การทดลอง

3.2.1 เต้าเผาแบบฟลูอิด์เบด

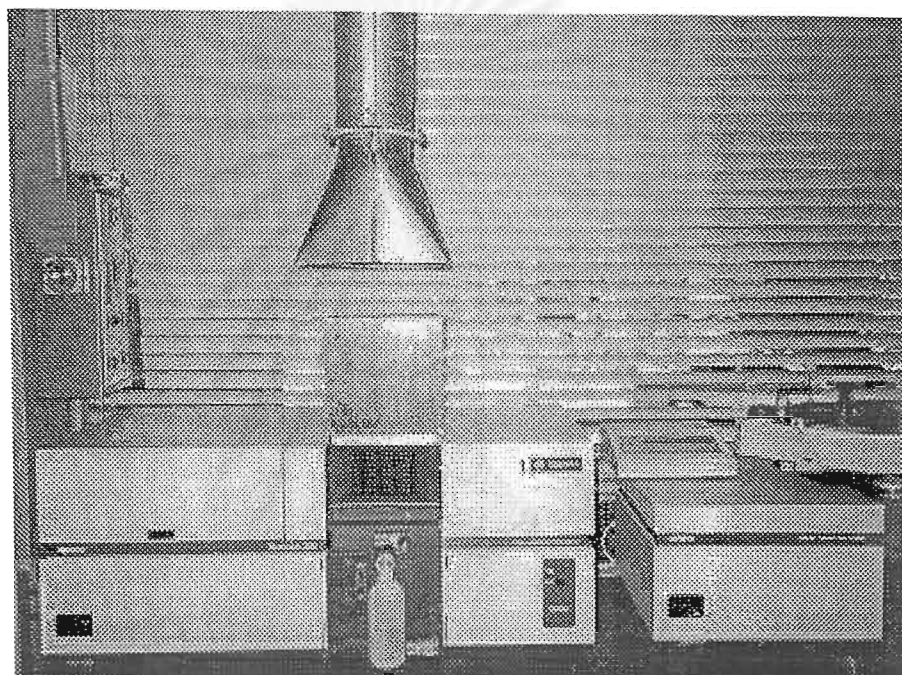
ใช้ในการเคลือบผิวในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ที่ 500 °ซ. ในอากาศ แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เต้าเผาแบบฟลูอิด์เบด

3.2.2 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณสารโดยวิธีเอเอ

เครื่องยี่ห้อ Varian รุ่น SpectrAA-300 ดังรูปที่ 3.3 ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณร้อยละของนิกเกิลในตัวอย่างปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

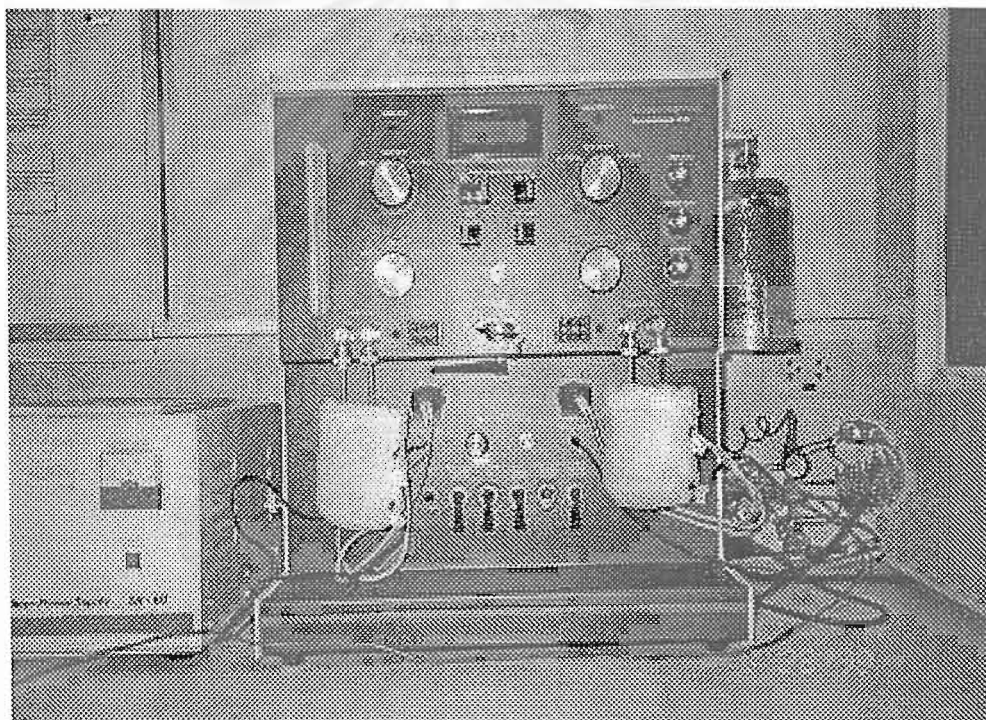


รูปที่ 3.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณสารโดยวิธีเอเอ ยี่ห้อ Varian รุ่น SpectrAA-300

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมี

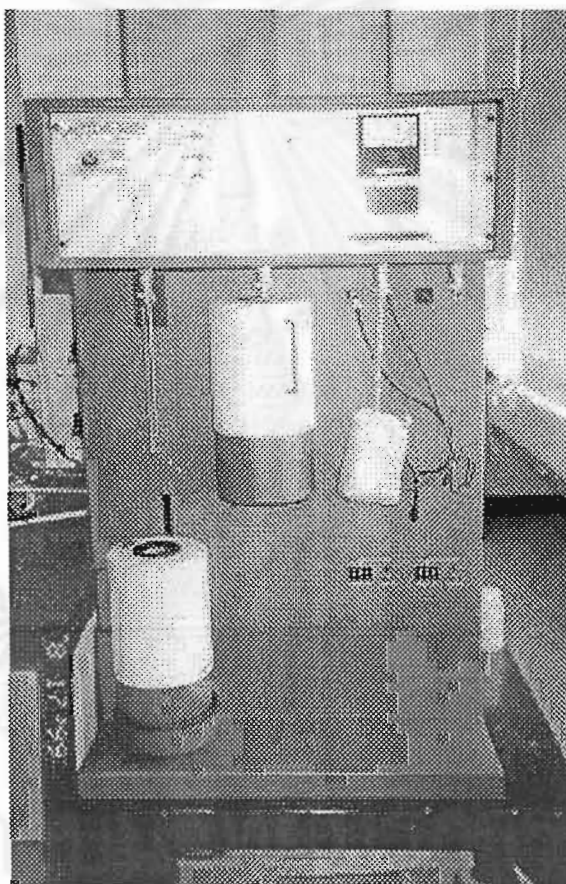
ใช้เครื่องยี่ห้อ Micromeritics รุ่น Pulse Chemisorb 2700 ดังรูปที่ 3.4 สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิวที่ผิวที่ว่องไวของโลหะนิกเกิลบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ซึ่งสามารถเกิดการดูดซับทางเคมีกับแก๊สไฮโดรเจน เพื่อนำไปใช้เป็นตัวชี้บ่งชี้ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาในรูปของร้อยละการกระจาย



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวโลหะโดยการดูดซับทางเคมี ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น Pulse Chemisorb 2700

3.2.4 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอิตี

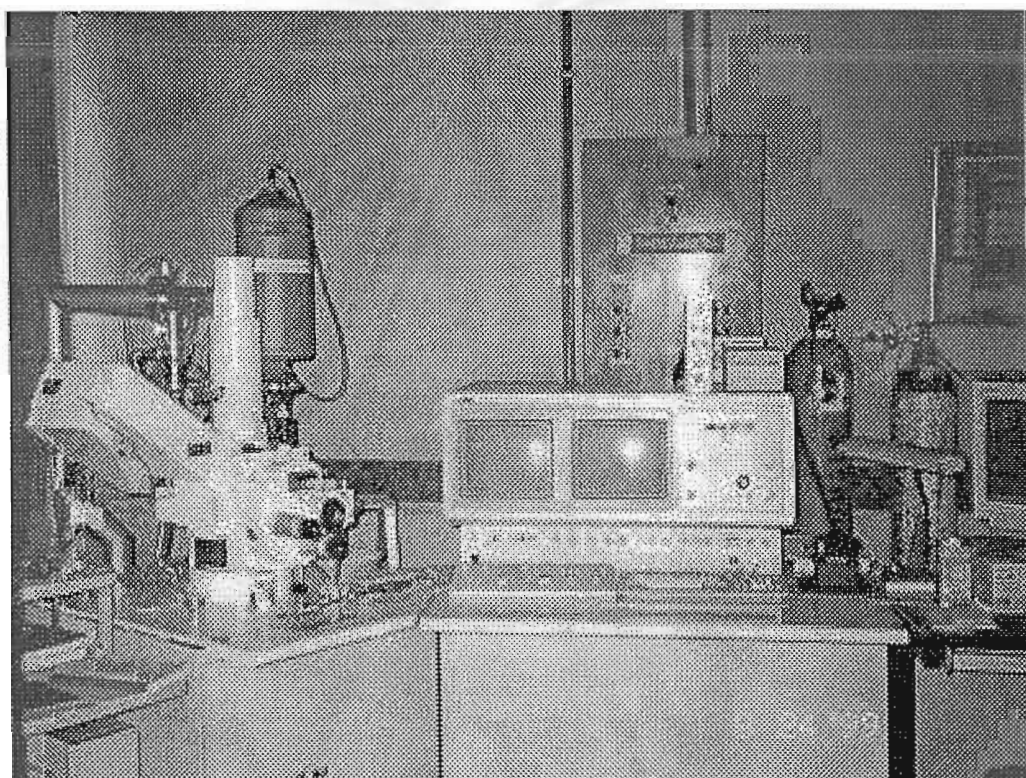
ในการทดลองได้ ใช้เครื่องยี่ห้อ Quantachrome รุ่น Autosorb-1 ดังรูปที่ 3.5 สำหรับหาพื้นที่ผิวบีอิตีที่ขด ตัวพวยอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมได้



รูปที่ 3.5 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิวบีอิตี ยี่ห้อ Quantachrome รุ่น Autosorb-1

3.2.5 เครื่องวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวเอสอีเอ็ม

ใช้เครื่องยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400 ดังรูปที่ 3.6 ในการศึกษาลักษณะพื้นที่ผิวภายในเม็ดตัวพุงอะลูมินาที่ใช้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา และเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาที่เตรียมได้



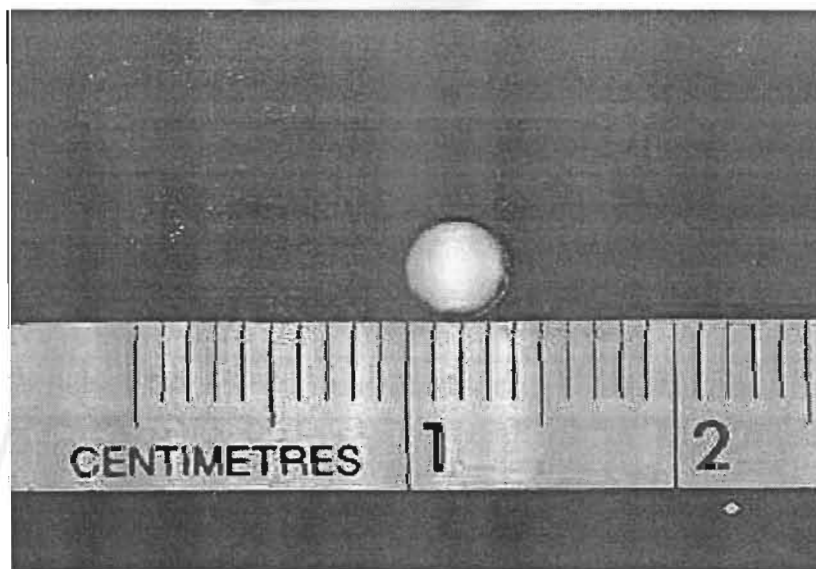
รูปที่ 3.6 เครื่องวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวเอสอีเอ็ม ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400

บทที่ 4

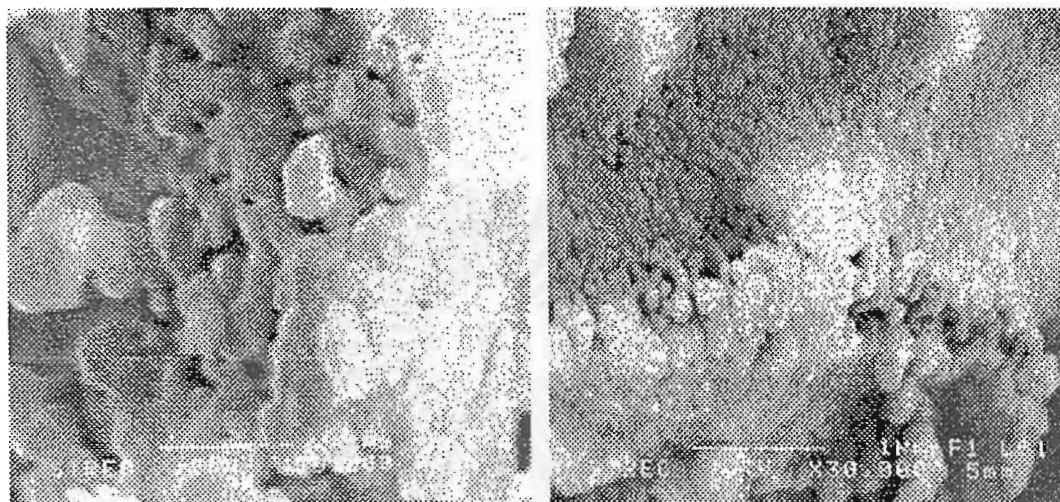
ผลการทดลอง

4.1 สมบัติทางกายภาพของตัวพองอะลูมินาและตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

ตัวพองอะลูมินา (Al_2O_3) และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาได้ถูกนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพโดยเทคนิคการวิเคราะห์พื้นที่ผิวบีอีที (BET Surface Area) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์หี้อ Quantachrome รุ่น Autosorb-1 และศึกษาลักษณะพื้นที่ผิวด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope สมบัติทางกายภาพของเม็ดตัวพองอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินา แสดงดังรูปที่ 4.1 ถึงรูปที่ 4.2 และตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.1 รูปภาพตัดขวางของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาหลังจากการรีดักชัน



ก.

ข.

รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายลักษณะพื้นที่ผิว

ก. ภาพของเม็ดตัวพองอะลูมินาที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

ข. ภาพของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

ตารางที่ 4.1 พื้นที่ผิวของตัวพองอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเตรียมด้วยการอิมเพกเนชันที่อุณหภูมิ 30^oซ. ความเข้มข้นร้อยละ 2.00 นิกเกิลในสารละลาย และปริมาตร 150 ลบ.ซม. เมื่อใช้ตัวพองหนัก 10 กรัม กับสารละลายอิมเพกเนชันมี pH 11.6

ตัวอย่าง	เวลาอิมเพกเนชัน(ชม.)	พื้นที่ผิวปอร์ที่ (ตร.ม./กรัม)
อะลูมินา	-	325.2
นิกเกิล/อะลูมินา	0.5	340.2
นิกเกิล/อะลูมินา	1.5	387.3
นิกเกิล/อะลูมินา	2	389.6
นิกเกิล/อะลูมินา	4	390.3
นิกเกิล/อะลูมินา	8	390.4

4.2 ผลการศึกษาร้อยละการกระจายของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

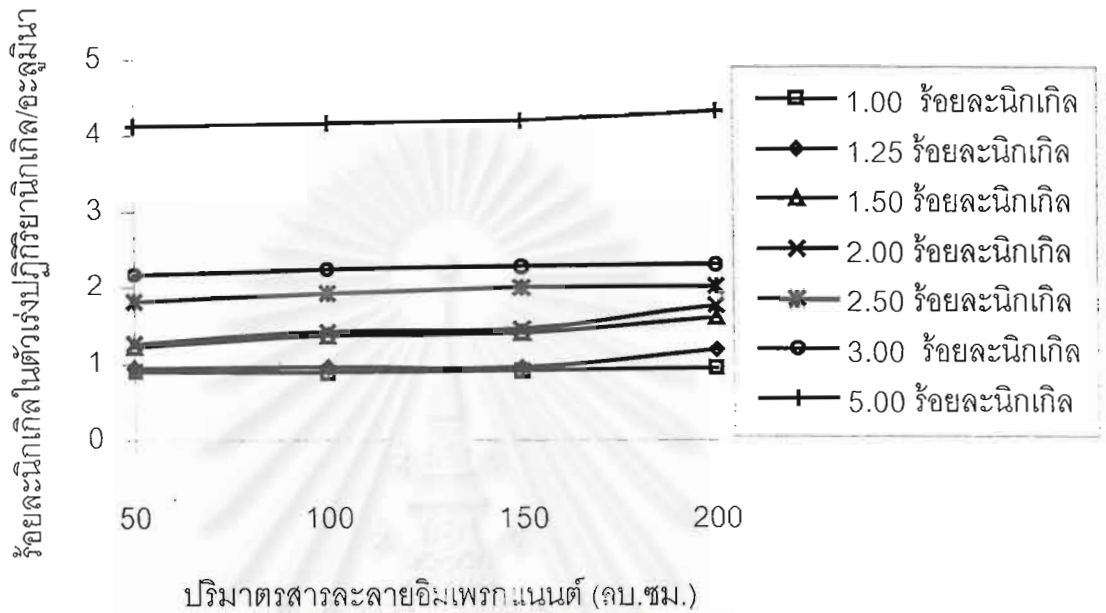
ผลการศึกษาร้อยละการกระจายของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาด้วยเครื่องวิเคราะห์ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น Pulse Chemisorb 2700 ที่ภาวะการดูดซับทางเคมีแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 100^oซ. และความดันบรรยากาศ และผลการศึกษาร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีเอเอ ซึ่งแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.3 ถึง 4.10

ตารางที่ 4.2 ผลการทดลองร้อยละการกระจายของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ตามภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาในขั้นการอิมเพกเนชันดังตารางที่ 3.1

ตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	ร้อยละนิกเกิลใน ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละนิกเกิล)	ปริมาตรแก๊สไฮโดรเจน ที่ถูกดูดซับทางเคมี (ลบ.ซม.)	ร้อยละ การกระจาย
1	0.2212	0.8961	0.2000	52.7586
2	0.1865	0.8841	0.1816	57.5901
3	0.1895	0.9131	0.1816	54.8773
4	0.2491	0.9410	0.2426	54.1156
5	0.1980	0.9351	0.1899	53.6321
6	0.2059	0.9500	0.2206	58.9726
7	0.2135	0.9520	0.2178	56.0338
8	0.1840	1.1781	0.3030	55.6962
9	0.2010	1.2144	0.3030	64.9098
10	0.1648	1.3609	0.3204	74.7014
11	0.2557	1.4108	0.4692	68.0075
12	0.1998	1.6016	0.4101	67.0270
13	0.1846	1.2641	0.2631	66.1201
14	0.2199	1.4217	0.4508	75.3974
15	0.1928	1.4599	0.3751	69.6822

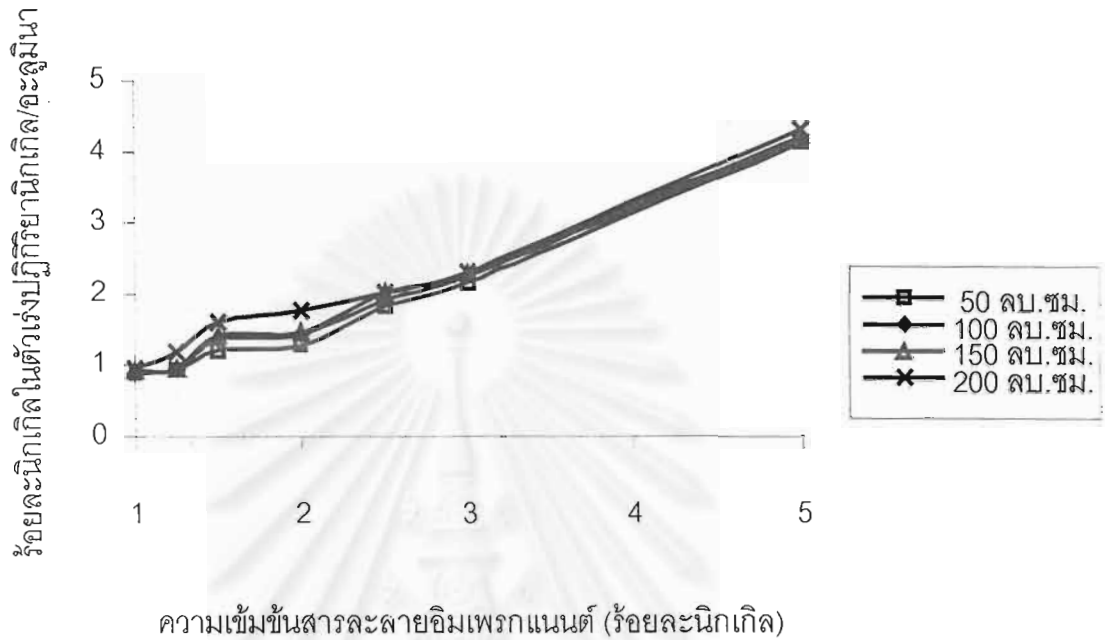
ตารางที่ 4.2 (ต่อ) ผลการทดลองร้อยละการกระจายของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา ตามภาวะ
การเตรียมในขั้นการอิมเพกเนชันดังตารางที่ 3.1

ตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	ร้อยละนิกเกิลใน ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละนิกเกิล)	ปริมาตรแก๊สไฮโดรเจน ที่ถูกดูดซับทางเคมี (ลบ.ซม.)	ร้อยละ การกระจาย
16	0.3241	1.7589	0.7428	68.1324
17	0.2119	1.8236	0.4699	63.5853
18	0.1891	1.9168	0.4714	68.0020
19	0.1880	2.0064	0.4760	65.9856
20	0.1880	2.0103	0.5250	64.9954
21	0.1735	2.1635	0.3636	50.6484
22	0.2101	2.2455	0.4782	52.9992
23	0.2059	2.2856	0.4639	51.5446
24	0.1836	2.3031	0.4048	50.0574
25	0.1952	4.1272	0.7797	50.6057
26	0.1845	4.1649	0.7663	52.1440
27	0.1758	4.2058	0.7063	50.0910
28	0.1972	4.3181	0.8144	50.0093
29	0.2310	1.3018	0.4185	72.7685
30	0.1976	1.4211	0.4124	76.7141
31	0.2361	1.6455	0.5948	80.0540
32	0.2150	2.1354	0.6664	75.8980
33	0.2193	2.4497	0.7737	75.3073
34	0.1463	2.2808	0.3830	60.0174
35	0.1218	3.3542	0.4106	52.5521
36	0.1491	3.4869	0.4164	41.8794
37	0.1376	3.5198	0.2969	32.0538



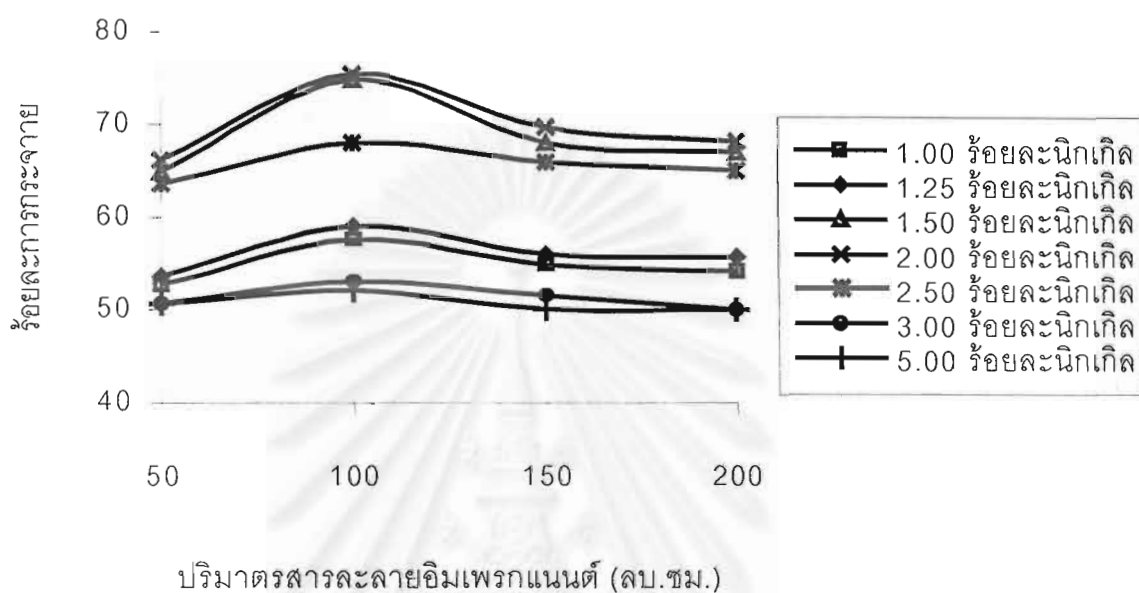
รูปที่ 4.3 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับปริมาณสารละลายอิมเพกแนนต์ ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ความเข้มข้นสารละลาย (1.00 1.25 1.50 2.00 2.50 3.00 และ 5.00 ร้อยละนิกเกิล) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

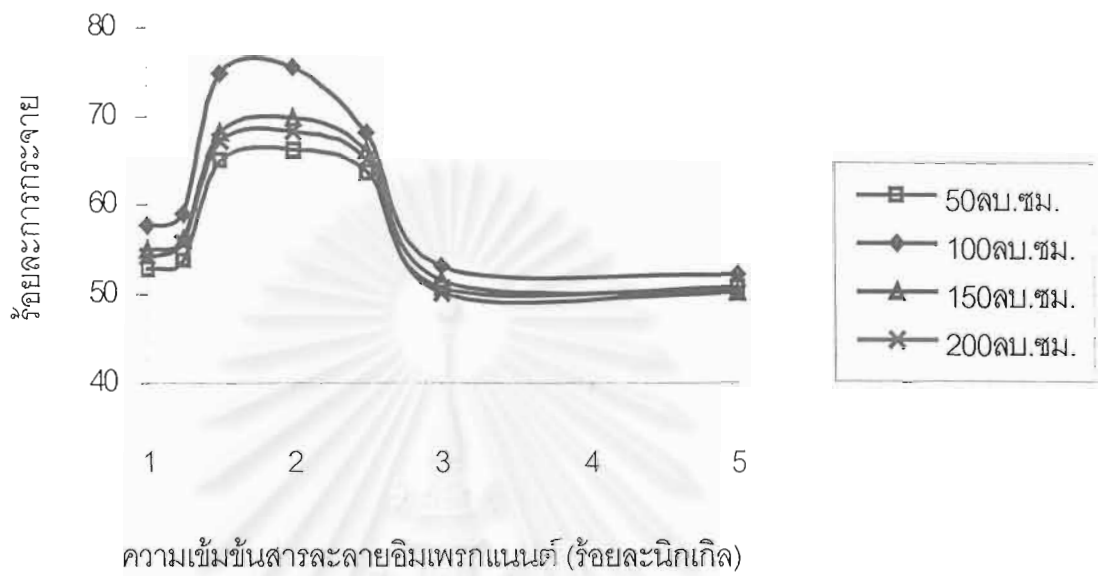


รูปที่ 4.4 ร้อยละนิกเกิดในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิด/อะลูมินากับความเข้มข้นสารละลายนิโครเจนต์ ที่ภาวะการนิโครเจนชัน คือ ปริมาณสารละลาย (50 100 150 และ 200 ลบ.ชม.) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพวยอะลูมินา 10 กรัม

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

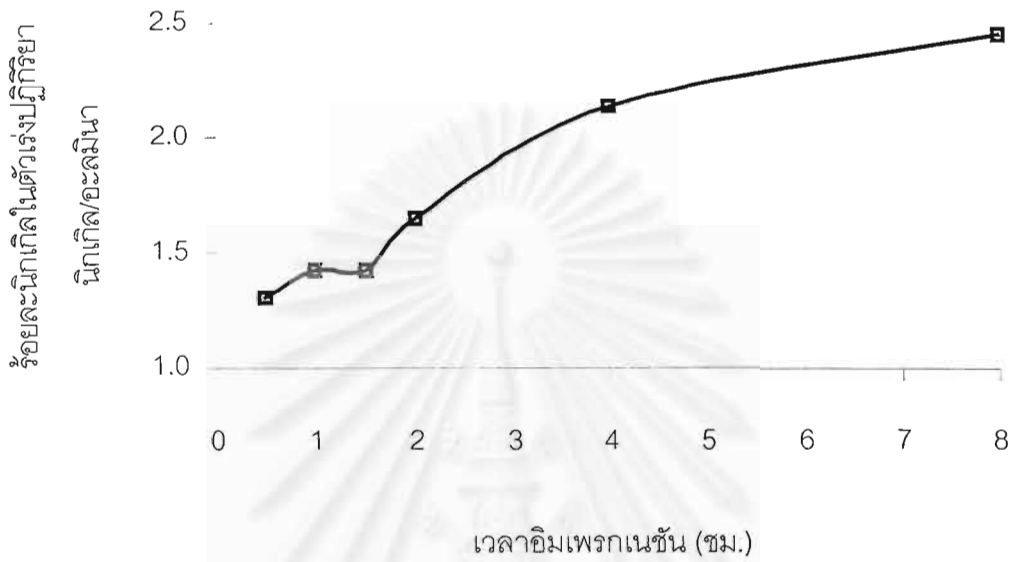


รูปที่ 4.5 ร้อยละการกระจายกับปริมาณสารละลายอิมเพรกแนนต์ ที่ภาวะการอิมเพรกเนชัน คือ ความเข้มข้นสารละลาย (1.00 1.25 1.50 2.00 2.50 3.00 และ 5.00 ร้อยละนิกเกิด) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพยุ่งอะลูมินา 10 กรัม

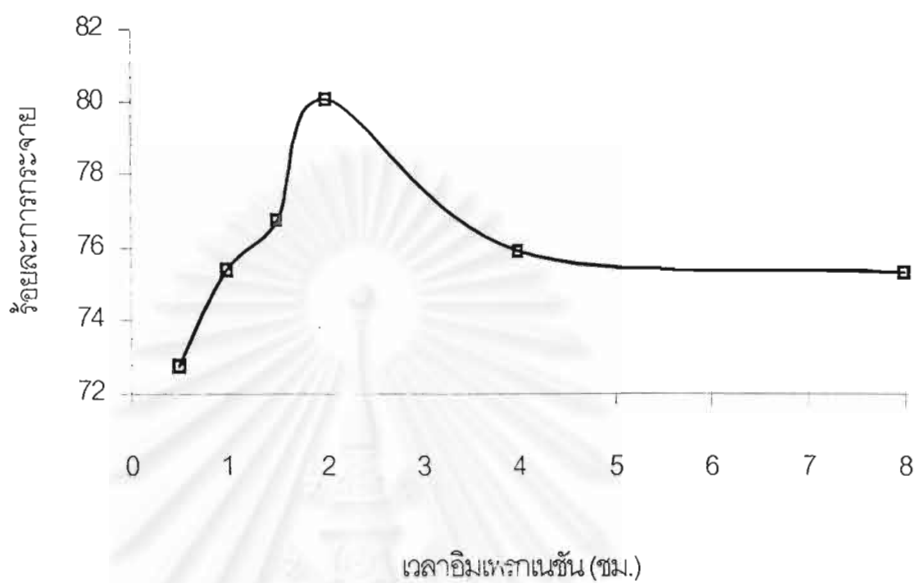


รูปที่ 4.6 ร้อยละการกระจายกับความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกเมนต์ ที่ภาวะการอิมเพรกเนชัน คือ ปริมาณสารละลาย (50 100 150 และ 200 ลบ.ชม.) เวลา 1 ชม. และอุณหภูมิ 30⁰ซ. โดยใช้ตัวพองอะลูมินา 10 กรัม

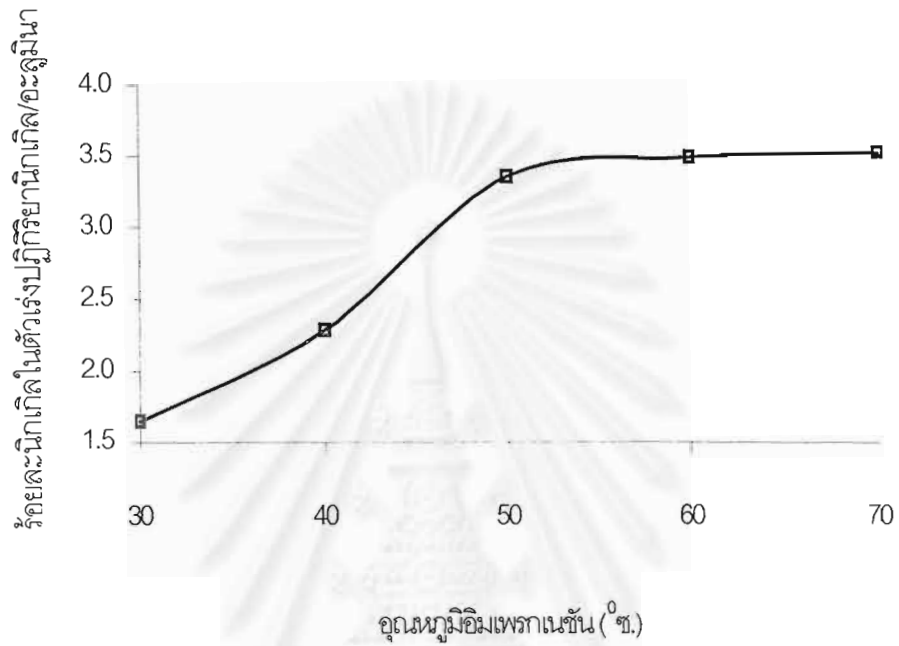
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.7 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับเวลาการอิมเพรกเนชัน ที่ภาวะการอิมเพรกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพุงอะลูมินา 10 กรัม

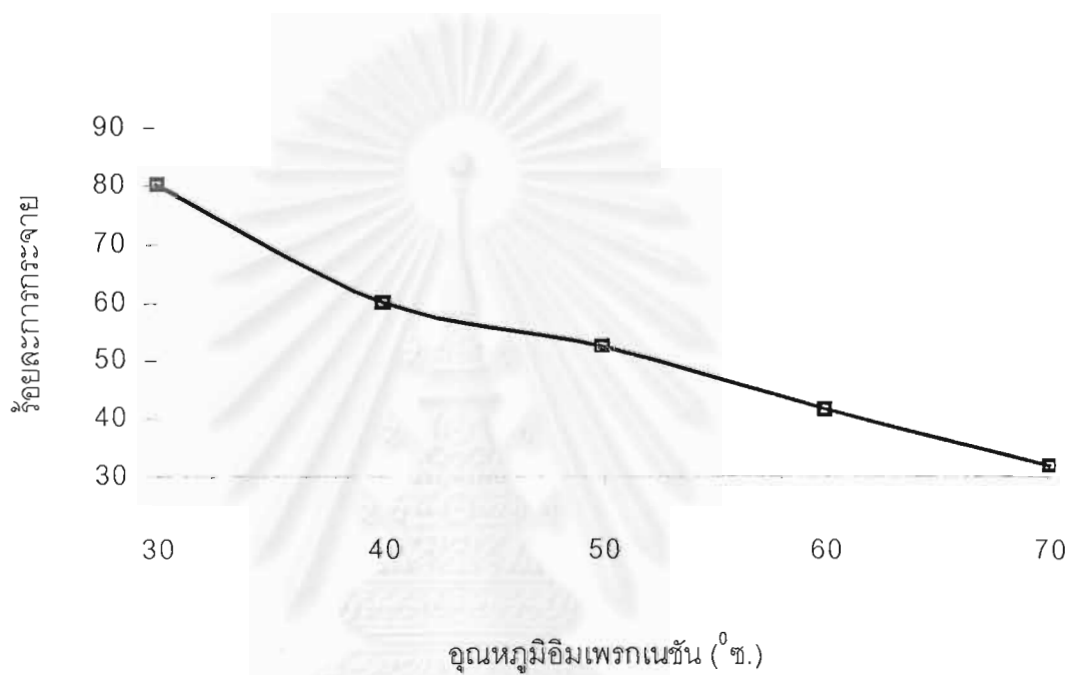


รูปที่ 4.8 ร้อยละการกระจายกับเวลาการอิมเพกเนชัน ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และอุณหภูมิ 30^oซ. โดยใช้ตัวพองอะลูมินา 10 กรัม



รูปที่ 4.9 ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับเวลาการอิมีเพรกเนชัน ที่ภาวะการอิมีเพรกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และเวลา 2 ชม. โดยใช้ตัวพียงอะลูมินา 10 กรัม

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.10 ร้อยละการกระจายกับเวลาการอิมเพกเนชัน ที่ภาวะการอิมเพกเนชัน คือ ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2 และเวลา 2 ชม. โดยใช้ตัวพยุ่งอะลูมินา 10 กรัม

บทที่ 5

อภิปราย และวิจารณ์ผลการทดลอง

5.1 สมบัติทางกายภาพของตัวพองอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมได้จากการทดลอง พบว่ามีลักษณะรูปแบบการกระจายของตัวว่องไวบนผิวตัวพองอะลูมินาเป็นแบบเปลือกไข่ (Egg Shell) ดังรูปที่ 4.1 ซึ่งเป็นภาพตัดขวางของเม็ดอะลูมินาซึ่งปรากฏแถบสีฟ้าอ่อนของสารประกอบนิกเกิลบริเวณขอบด้านนอกเป็นวงคล้ายเปลือกไข่ ซึ่งปรากฏการณ์นี้อาจเกิดได้จากอะลูมินาเป็นแอมโฟเทอริกออกไซด์ (Amphoteric Oxide) ซึ่งละลายได้ที่ pH มากกว่า 11 และ pH ต่ำกว่า 6 เริ่มต้นในขั้นการอิมเพกเนชันนั้นได้ใช้สารละลายนิกเกิลที่มี pH ประมาณ 11.6 W. D. Li, et al. (1994:4891) แนะนำว่าระบบการอิมเพกเนชันของตัวพองอะลูมินาด้วยสารละลายนิกเกิลในน้ำแอมโมเนียควรเริ่มต้นในช่วงของ pH 10.0 ถึง pH 12.0 และการดูดซับของสารประกอบนิกเกิลบนอะลูมินาเป็นแบบอ่อนๆ โดยในการทดลองนี้สารประกอบนิกเกิลมีประจุบวกที่อยู่ในรูป $\text{Ni}(\text{NH}_3)_6^+$ และประจุลบคือ NO_3^- เริ่มแรกสารละลายมี pH สูงมาก เมื่อสารละลายไหลเข้าไปอยู่ในรูพรุนของเม็ดตัวพองไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) Trawczynski Jansyz.(1996:195) จากสารละลายอิมเพกเนตต์ที่เป็นเบสทำให้อะลูมินาซึ่งเป็นกรดได้ปล่อยโปรตอน (H^+) ออกมา ทำให้อะลูมินากลายเป็นประจุลบซึ่งสามารถดูดซับไอออนของนิกเกิลที่เป็นประจุบวกไว้ที่ผิวได้ เมื่อตัวพองอะลูมินาได้ดูดซับจนปริมาณไอออนของนิกเกิลลดลง พบว่าการดูดซับแปรผกผันกับรัศมีของเม็ดตัวพอง เนื่องจาก pH ของสารละลายลดลงเมื่อไฮดรอกไซด์ไอออนจากสารละลายทำปฏิกิริยากับโปรตรอนจากอะลูมินาตลอดระยะทางที่สารละลายไหลผ่านในรูพรุนทำให้ pH ของสารละลายอิมเพกเนตต์ลดลงตลอดระยะทางภายในรูพรุนที่ไหลผ่าน จึงทำให้การกระจายตัวของสารประกอบนิกเกิลเกิดบริเวณขอบด้านในเม็ดอะลูมินาแบบเปลือกไข่ ดังนั้นการกระจายตัวของโลหะนิกเกิลหลังจากการรีดักชันแล้ว เป็นแบบเปลือกไข่

เมื่อพิจารณาพื้นผิวภายในเม็ดตัวพองอะลูมินาและตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาด้วยเครื่องเอสอีเอ็มที่กำลังขยาย 30,000 เท่า พบว่าภาพของพื้นผิวภายในของเม็ดตัวพองอะลูมินา

(รูปที่ 4.2 ก.) มีลักษณะพื้นผิวเรียบกว่าของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา (รูปที่ 4.2 ข.) ซึ่งเกิดจากพื้นที่ผิวในเม็ดตัวพองอะลูมินาถูกกัดกร่อนด้วยสารละลายอิมเพรกเนนต์ที่มี pH สูงดังที่ได้กล่าวไปแล้วข้างต้น จึงทำให้พื้นผิวภายในเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมได้ขรุขระมากกว่าเม็ดตัวพองอะลูมินาที่ใช้เตรียม

จากตารางที่ 4.1 พบว่าพื้นที่ผิวบิโอดีทของเม็ดตัวพองอะลูมินาก่อนการอิมเพรกเนชันเป็น 325.2 ตร.ม./กรัม ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมด้วยตัวแปรชั้นการอิมเพรกเนชันที่อุณหภูมิ 30^oซ. ความเข้มข้นนิกเกิลในสารละลายร้อยละ 2.0 และปริมาตรสารละลาย 150 ลบ.ซม. เมื่อใช้ตัวพองอะลูมินา 10 กรัม โดยมีเปลี่ยนแปลงเวลาในชั้นการอิมเพรกเนชันที่ 0.5 1.5 2 4 และ 8 ชม. ตามลำดับ พบว่าพื้นที่ผิวบิโอดีทที่ได้เป็น 340.2 387.3 389.6 390.3 และ 390.4 ตร.ม./กรัม ตามลำดับ จะเห็นว่าพื้นที่ผิวภายในของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากกว่าของตัวพองอะลูมินาซึ่งเกิดจากได้เกิดมีการกัดกร่อนของอะลูมินาโดยสารละลายอิมเพรกเนนต์ที่มีความเป็นเบสสูง และมีการเกิดขึ้นใหม่ของอนุภาคโลหะนิกเกิล (ภายหลังการรีดักชัน) ขนาดเล็กภายในรูพรุนของอะลูมินา จึงทำให้พื้นที่ผิวบิโอดีทของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับเม็ดตัวพองอะลูมินา พบว่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลอะลูมินาที่เตรียมด้วยตัวแปรเพิ่มขึ้นตามเวลาการอิมเพรกเนชันที่เพิ่มขึ้นจนเมื่อเพิ่มเวลาในการของอิมเพรกเนชันถึง 2 ชม. พื้นที่ผิวบิโอดีทเป็น 389.6 ตร.ม./กรัม และเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อยเป็น 390.3 ตร.ม./กรัม ที่เวลา 4 ชม. แสดงว่าความสามารถในการกัดกร่อนของสารละลายอิมเพรกเนนต์เริ่มต้นคงที่ที่เวลา 2 ชม. โดยพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นตามเวลาในช่วงเวลาการอิมเพรกเนชันที่ 0.5 ถึง 2 ชม. เกิดจากเวลาที่เพิ่มขึ้นทำให้ไฮดรอกไซด์แพร่เข้าไปในรูพรุนมากขึ้น และนานขึ้น จึงทำให้กัดกร่อนพื้นผิวอะลูมินาเพิ่มขึ้น ส่วนในช่วงเวลา 2 ถึง 4 ชม. พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เปลี่ยนแปลงน้อยมากประมาณร้อยละ 0.2 เกิดจาก pH ของสารละลายลดลงเนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างไฮดรอกไซด์กับอะลูมินา และการระเหยของแอมโมเนียที่ผิวหน้าของสารละลายอิมเพรกเนนต์ตลอดเวลา ทำให้เวลาที่มีผลต่อการเพิ่มการแพร่ของไฮดรอกไซด์ไอออนในรูพรุนน้อยลง และจากการศึกษาขนาดของอนุภาคนิกเกิลพบขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น ดังนั้นในช่วงเวลา 2 ถึง 4 ชม. พื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นน้อยมาก และในช่วงเวลา 4 ถึง 8 ชม. พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาคงที่ เนื่องจากการแพร่ของไฮดรอกไซด์เข้าไปในรูพรุนมีอิทธิพลน้อยมาก

และจากการศึกษาขนาดอนุภาคของโลหะนิกเกิลพบว่าขนาดของอนุภาคของนิกเกิลที่เตรียมได้ในช่วงเวลานี้มีขนาดใกล้เคียงกันมาก จึงทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาในเวลานี้ค่าคงที่

5.2 ผลตัวแปรการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินา

5.2.1 ปริมาตร และความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด

การศึกษาตัวแปรปริมาตร และความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด ทำการศึกษาโดยให้เวลา และอุณหภูมิอิมเพรกเนชันคงที่ที่ 1 ชม. และ 30⁰ซ. โดยเปลี่ยนแปลงตัวแปรปริมาตรสารละลายอิมเพรกแนนต์ (50 100 150 และ 200 ลบ.ซม.) และความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ (1.0 1.25 1.5 2.0 2.5 3.0 และ 5.0 ร้อยละนิกเกิล) เมื่อใช้ตัวพวยอะลูมินาหนัก 10 กรัม และสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่มี pH 11.6

จากรูป 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับปริมาตรของสารละลายอิมเพรกแนนต์ ที่ภาวะของตัวแปรการอิมเพรกเนชันอื่นๆคงที่ พบเมื่อเพิ่มปริมาตรสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมได้มีร้อยละของนิกเกิลเพิ่มในอัตราที่น้อยมาก และเมื่อพิจารณารูปที่ 4.4 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินากับความเข้มข้นของสารละลายอิมเพรกแนนต์ พบว่าที่ภาวะการอิมเพรกเนชันอื่นๆคงที่ ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของนิกเกิลในสารละลายที่เพิ่มขึ้น ซึ่งการเพิ่มของร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานี้เป็นไปตามหลักการแพร่ เนื่องจากสารละลายอิมเพรกแนนต์มีความเข้มข้นของนิกเกิลสูง นิกเกิลในสารละลายจึงแพร่เข้าไปในรูพรุนของตัวพวยอะลูมินาได้สูง จึงทำให้ตัวพวยอะลูมินาดูดซับนิกเกิลไอออนได้มาก และนิกเกิลซึ่งไม่ถูกดูดซับที่เหลืออยู่ในรูพรุนจำนวนมากจะถูกทำให้ตกตะกอนในชั้นการทำแห้งอีก จึงทำให้ปริมาณนิกเกิลบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาจึงมีปริมาณสูงตามความเข้มข้นสารละลาย เป็นเหตุให้ในสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่มีร้อยละนิกเกิลในสารละลายสูงจึงได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่มีร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาสูงตาม ดังนั้นในกรณีที่ต้องการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบน

อะลูมินาโดยวิธีอิมเพกเนชันที่ได้ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาสูงจึงความเตรียมในภาวะการอิมเพกเนชันที่มีความเข้มข้นสารละลายนิกเกิลสูงมาก

จากรูปที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการกระจายกับปริมาตรของสารละลายอิมเพกเนนต์ ที่ภาวะการอิมเพกเนชันอื่นๆคงที่ พบว่าที่ปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ 100 ลบ.ซม. ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด หรือจะได้อนุภาคโลหะนิกเกิลภายหลังการรีดักชันแล้วมีขนาดเล็กสุด และจากรูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการกระจายกับความเข้มข้นสารละลายที่ภาวะการอิมเพกเนชันอื่นๆคงที่ พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายนิกเกิลในช่วง 1.0 ถึง 1.25 (ร้อยละนิกเกิล) ร้อยละการกระจายเพิ่มขึ้นน้อยมาก เมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายในช่วง 1.25 ถึง 1.5 (ร้อยละนิกเกิล) ร้อยละการกระจายเพิ่มขึ้นในอัตราส่วนที่สูงมาก ในกรณีที่ใช้ตัวแปรปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ที่ 100 ลบ.ซม. เมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายในช่วง 1.5 ถึง 2.5 (ร้อยละนิกเกิล) พบว่าร้อยละการกระจายจะค่อยๆเพิ่มขึ้นจนสูงสุดที่ความเข้มข้นสารละลายประมาณ 1.8 (ร้อยละนิกเกิล) แล้วร้อยละการกระจายลดลงจนถึงที่ความเข้มข้นสารละลาย 2.5 (ร้อยละนิกเกิล) เมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายไปอีกจนถึงที่ 3.0 (ร้อยละนิกเกิล) ร้อยละการกระจายลดลงในอัตราส่วนที่สูงมาก และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายต่อไปจนถึงที่ 5.0 (ร้อยละนิกเกิล) พบว่าร้อยละการกระจายมีอัตราการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก แสดงว่าที่ความเข้มข้นสารละลายสูงจะเกิดการตกตะกอนขนาดใหญ่ของอนุภาคโลหะหลังการรีดักชัน (Bruce, C. Gates, 1992:378) จากรูปที่ 4.5 และ 4.6 พบว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพกเนชันที่ภาวะการอิมเพกเนชัน ความเข้มข้นสารละลายประมาณ 1.8 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. เวลาการอิมเพกเนชัน 1 ชม. และอุณหภูมิการอิมเพกเนชัน 30⁰ซ. เมื่อใช้สารละลายที่มี pH 11.6 และตัวพุง 10 กรัม จะให้ร้อยละการกระจายสูงสุด (ในการศึกษาตัวแปรปริมาตร และความเข้มข้นสารละลายที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด) ที่ประมาณร้อยละ 76

การทดลองในขั้นนี้ได้ค่าปริมาตร และความเข้มข้นสารละลายอิมเพกเนนต์ที่ทำให้ร้อยละการกระจายสูงสุด คือ ความเข้มข้นสารละลาย 2.0 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลาย 100 ลบ.ซม. ที่เวลาอิมเพกเนชัน 1 ชม. และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน 30⁰ซ. เมื่อใช้สารละลายที่มี pH

11.6 และตัวพองหนัก 10 กรัม เนื่องจากเป็นภาวะง่ายต่อการเตรียมสารละลายอิมเพกแนนต์ และให้ร้อยละการกระจาย 75.40

5.2.2 เวลาอิมเพกเนชันที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด

การศึกษาตัวแปรเวลาอิมเพกเนชันที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด ทำการศึกษาโดยใช้ตัวแปรปริมาตรสารละลายอิมเพกแนนต์ 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกแนนต์ 2.0 (ร้อยละนิกเกิล) อุณหภูมิอิมเพกเนชันที่ 30^oซ. โดยเปลี่ยนแปลงเวลาอิมเพกเนชัน (0.5 1.0 1.5 2.0 4.0 และ 8.0 ซม.) เมื่อใช้ตัวพองอะลูมินาหนัก 10 กรัม และสารละลายมี pH 11.6

จากรูปที่ 4.7 เมื่อเพิ่มเวลาอิมเพกเนชันพบว่าร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยในช่วงเวลา 0.5 ถึง 1.5 ซม. ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เมื่อเพิ่มเวลาอิมเพกเนชันในช่วง 1.5 ถึง 4 ซม. พบว่าร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นสูงมาก และเมื่อเพิ่มเวลาต่อไปพบว่าร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยามีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เนื่องจากเวลาที่มากขึ้นทำให้การแพร่ของนิกเกิลจากสารละลายเข้าไปในรูพรุนมากขึ้นจึงทำให้ปริมาณไอออนนิกเกิลในรูพรุนเม็ดอะลูมินาเพิ่มขึ้นตาม รูปที่ 4.8 พิจารณาร้อยละการกระจายพบว่าเมื่อเพิ่มเวลาอิมเพกเนชันในช่วง 0.5 ถึง 2.0 ซม. ร้อยละการกระจายเพิ่มขึ้นถึงจุดสูงสุดที่ 80.05 ที่เวลา 2.0 ซม. จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาอิมเพกเนชันขึ้นพบว่าร้อยละการกระจายลดลง จนถึงที่ 4 ซม. ร้อยละการกระจายเริ่มคงที่ที่ประมาณ 75.90 จนถึง 8 ซม. ร้อยละการกระจายเป็น 75.31 แสดงว่าที่เวลาการอิมเพกเนชันมากกว่า 2 ซม. ปริมาณนิกเกิลไอออนที่แพร่เข้าไปในรูพรุนปริมาณมาก (ความเข้มข้นของนิกเกิลไอออนในรูพรุนสูง) ทำให้อุณหภูมิของโลหะที่เกิดขึ้นภายหลังการรีดักชันมีขนาดใหญ่ จึงทำให้ร้อยละการกระจายลดลง

ภาวะตัวแปรเวลาการอิมเพกเนชันที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุด คือ เวลาอิมเพกเนชัน 2 ซม. ที่ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกแนนต์ 2.00 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมเพกแนนต์ 100 ลบ.ซม. และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน 30^oซ. เมื่อใช้ตัวพองอะลูมินา 10 กรัม และสารละลายที่มี pH 11.6 ได้ร้อยละการกระจาย 80.05

5.2.3 อุณหภูมิอิมีเพรกเนชันที่ให้อัตราการกระจายสูงสุด

การศึกษาตัวแปรอุณหภูมิอิมีเพรกเนชันที่ให้อัตราการกระจายสูงสุด ทำการศึกษาโดยใช้ตัวแปรปริมาตรสารละลายอิมีเพรกแนนต์ 100 ลบ.ซม. ความเข้มข้นสารละลายอิมีเพรกแนนต์ 2.0 (ร้อยละนิกเกิล) เวลาอิมีเพรกเนชัน 2 ชม. และเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอิมีเพรกเนชัน (30 40 50 60 และ 70^oซ.) เมื่อใช้ตัวพองอะลูมินาหนัก 10 กรัม และสารละลายมี pH 11.6

จากรูปที่ 4.9 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอิมีเพรกเนชันพบว่าร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเพิ่มขึ้น ในช่วงอุณหภูมิ (30 ถึง 50^oซ.) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิต่อไป พบว่าร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เนื่องจากภายหลังขั้นตอนการอิมีเพรกเนชันปรากฏตะกอนสีเขียวของนิกเกิลออกไซด์บริเวณก้นภาชนะที่เตรียมจำนวนมาก และปริมาตรสารละลายอิมีเพรกแนนต์ลดลง ดังนั้นร้อยละนิกเกิลที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเกิดจากการตกตะกอนของสารละลายเนื่องจากการระเหยของแอมโมเนียกับตัวทำละลาย พิจารณารูปที่ 4.10 พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอิมีเพรกเนชันทำให้อัตราการกระจายตัวลดลง เนื่องจากตัวทำละลาย และแอมโมเนียระเหยออกไปจึงทำให้สารละลายภายในรูพรุนมีความเข้มข้นสูงมากจึงทำให้นิกเกิลในสารละลายที่อยู่ในรูพรุนตกตะกอนเป็นตะกอนขนาดใหญ่

ภาวะของตัวแปรอุณหภูมิของการอิมีเพรกเนชันที่ให้อัตราการกระจายสูงสุดคืออุณหภูมิอิมีเพรกเนชัน 30^oซ. ที่ความเข้มข้นสารละลายอิมีเพรกแนนต์ 2.00 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมีเพรกแนนต์ 100 ลบ.ซม. และเวลาอิมีเพรกเนชัน 2 ชม. เมื่อใช้ตัวพองอะลูมินา 10 กรัม และสารละลายที่มี pH 11.6 ได้อัตราการกระจาย 80.05

บทที่ 6

สรุปผลการทดลอง

6.1 สรุปผลการทดลอง

การศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในชั้นการอิมเพกเนชันในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาด้วยใช้ตัวแปรในชั้นของการอิมเพกเนชันที่ศึกษา คือ ปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ (50 100 150 และ 200 ลบ.ซม.) ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกเนนต์ (1.0 1.25 1.5 2.0 2.5 3.0 และ 5.0 ร้อยละนิกเกิล) อุณหภูมิอิมเพกเนชัน (30 40 50 60 และ 70⁰ซ.) และเวลาอิมเพกเนชัน (0.5 1.0 1.5 2.0 4.0 และ 8.0 ชม.) เมื่อใช้ตัวพวยอะลูมินา 10 กรัม และสารละลายอิมเพกเนนต์ pH 11.6 โดยทำการศึกษาร้อยละการกระจายด้วยวิธีการดูดซับทางเคมีด้วยแก๊สไฮโดรเจนสามารถสรุปได้ดังนี้

1. ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมจะมีพื้นที่ผิวเฉพาะมากกว่าตัวพวยอะลูมินา และตัวเร่งปฏิกิริยามีการกระจายตัวแบบเปลือกไข่
2. ตัวแปรเหมาะสมที่ให้ร้อยละการกระจายสูงสุดในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินา คือ ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกเนนต์ 2.00 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ 100 ลบ.ซม. เวลาอิมเพกเนชัน 2 ชม. และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน 30⁰ซ. โดยได้ร้อยละการกระจาย 80.054
3. ตัวแปรในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่ความเข้มข้นสารละลายอิมเพกเนนต์ 2.00 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ 100 ลบ.ซม. เวลาอิมเพกเนชัน 2 ชม. และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน 30⁰ซ. จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดอนุภาคโลหะนิกเกิลบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินามีขนาดเล็กที่สุด เนื่องจากมีร้อยละการกระจายสูงสุด
4. ร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลาย ปริมาตรสารละลายอิมเพกเนนต์ เวลาอิมเพกเนชัน และอุณหภูมิอิมเพกเนชัน

6.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาตัวแปรการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยวิธีอิมเพรกเนชันด้วยตัวแปรในชั้นการอิมเพรกเนชัน คือ ความเข้มข้นสารละลายอิมเพรกแนนต์ 2.0 (ร้อยละนิกเกิล) ปริมาตรสารละลายอิมเพรกแนนต์ 100 ลบ.ซม. เวลาอิมเพรกเนชัน 2.0 ชม. และอุณหภูมิอิมเพรกเนชัน 30⁰ซ. เมื่อใช้ตัวพุงอะลูมินาหนัก 10 กรัม กับสารละลายอิมเพรกแนนต์ที่มี pH 11.6 พบว่าตัวแปรในชั้นการอิมเพรกเนชันในการศึกษานี้สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีร้อยละการกระจายสูงสุดที่ 80.05 ดังนั้นในการเพิ่มประสิทธิภาพการเตรียมควรทำการศึกษาปัจจัยการเตรียมอื่นๆ เพิ่มดังนี้ เพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสุดจากการเตรียมโดยวิธีอิมเพรกเนชัน

1. ควรทำการศึกษาตัวแปรที่เกี่ยวข้องในชั้นการทำแห้งของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่ผ่านชั้นการอิมเพรกเนชันแล้ว เพื่อเพิ่มร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยไม่เกิดผลกระทบต่อขนาดของอนุภาคนิกเกิลที่เกาะบนตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพเนื่องจากระบบของนิกเกิลกับ อะลูมินามีการดูดซับแบบอ่อน

2. ควรทำการศึกษาปัจจัยตัวแปรการแคลไซน์ที่มีต่อการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมินาเพิ่ม ให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสุด เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงจะมีผลต่อขนาดอนุภาคนิกเกิลที่เกาะบนตัวเร่งปฏิกิริยา จะเกิดจากการที่อนุภาคของนิกเกิลที่อยู่ใกล้กันเกิดการรวมตัวเป็นเม็ดใหญ่ขึ้น ซึ่งเม็ดอนุภาคนิกเกิลที่ใหญ่ขึ้นนี้จึงมีผลทำให้ร้อยละการกระจายลดลง ดังนั้นในการเลือกภาวะในชั้นนี้จึงมีความจำเป็นต่อการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

3. เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่เตรียมได้มีร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาต่ำ ควรมีการศึกษาการเพิ่มร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาโดยการทำอิมเพรกเนชันซ้ำ (Reimpregnation) เพื่อเพิ่มร้อยละนิกเกิลเป็นองค์ประกอบ

4. ศึกษาการขยายขนาดการเตรียมให้ใหญ่ขึ้น เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการนำไปใช้ในการผลิตขนาดอุตสาหกรรม เนื่องจากวิธีการเตรียมวิธีอิมเพรกเนชันนี้เป็นวิธีที่สะดวก ลงทุนต่ำ อีกทั้งสามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/อะลูมินาที่มีร้อยละการกระจายสูง

รายการอ้างอิง

ภาษาไทย

วิทยา เรื่องพรวิสุทธิ. คະຕະໂລซิสแบบเฮเทอโรจีเนียส. กรุงเทพฯ : โรงพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2534.

ภาษาอังกฤษ

Alvin, B. Stiles. Catalyst Manufacture Laboratory and Commercial Preparation. New York: Marcel Dekker Inc., 1983.

Bond, B. C. Heterogeneous Catalysis Principles and Applications. 2nd ed. Oxford : Clarendon Press , 1987.

Borodzinski Andrzej and Bonarowska Magdalena. Relation between Crystallite Size and Dispersion on Supported Metal Catalysts. Langmuir 13 (1997): 5613-5620.

Bruce, C. Gates., Catalytic Chemistry. New York : John Wiley and Sons, 1991.

Emmett, H. Paul. Catalysis Vol. 1: Fundamental Principles (Part1). Baltimore : The Waverly Press, 1954.

Jacobs J. P.; Lindfors, L. P.; Reintjes, J. G. H.; Jylha, O.; and Brongersma, H. H. The Growth Mechanism of Nickel in The Preparation of Ni/Al₂O₃ Catalysts Studies by LEIS, XPS and Catalytic Activity. Catalysis Letters 25 (1994): 315-324.

Komiyama Masaharu. Design and Preparation of Impregnated Catalysts. Catal. Rev.-Sci. Eng. 27 (1985): 341-372.

Lee, S.-Y. and Aris, R. The Distribution of Active Ingredients in Supported Catalyst Prepared by Impregnation. Catal. Rev.-Sci. Eng. 27 (1985): 207-340.

Li, W. D.; Li, Y. W.; Qin, Z. F.; and Chen, S. Y. Theoretical Prediction and Experimental Validation of The Egg-Shell Distribution of Ni for Supported Ni/Al₂O₃ Catalysts. Chemical Engineering Science 49 (1994): 4889-4895.

- Lindblad Marina; Lindfors Lars Peter; and Suntola Tuomo. Preparation of Ni/Al₂O₃ Catalysts by Atomic Layer Epitaxy. Catalysis Letters 27 (1994):323-336.
- Lindfors Lars Peter . Activation of a Ni/Al₂O₃ Catalysts Through Modification of the Al₂O₃ Support. Catalysis Letters 28 (1994): 291-299.
- Ma Bing; Li Can; Shufen Liu; and Yongan Lu. IR Evidence for the Formation of Tilted CO on Alumina-Supported Nickel Catalyst. Chemical Physics Letters 196 (1992):433-436.
- Marginean Petru and Olariu Alexandru. Effect of Heat Treatment on the Properties of Nickel/Chromia and Nickel/Alumina Catalysts. Applied Catalysis A: General 140(1996):59-72.
- Narayanan, S.; Unnikrishnan, R.; and Vishwannathan, V. Nickel-Alumina Prepared by Constant and Varying pH Method: Evaluation by Hydrogen-Oxygen Chemisorption and Aniline Hydrogenation. Applied Catalysis A: General 129 (1995): 9-19.
- Osaki Toshihiko; Horiuchi Tatsuro; Suzuki Kenzi; and Mori Toshiaki. Kinetics, Intermediates and Mechanism for the CO₂-Reforming of Methane on Supported Nickel Catalysts. Journal of Chemical Society-Faraday Transactions 92 (1996) :1627-1631.
- Routller, C. O. and Assaf, J. M. Study on the Effect of Preparation Variables of Ni/Al₂O₃ Catalysts by Experimental Planning. Chemical Engineering Science 51 (1996):2921-2925.
- Schaper, H.; Doesburg, E. B. M.; Quartel, J. M. C.; and Reijen, L. L. Van. Synthesis of Methanation Catalysts by Deposition-Precipitation. In Poncelet, G.; Grange, P.; and Jacobs, P. A. (ed.), Preparation of Catalysts III ,pp. 301-321. Amsterdam: Elsevier Science Publishers B. V.,1983.
- Smeds Stefan; Salmi Tapio; Lindfors Lars Peter ; and Krause Outi. Chemisorption and TPD Studies of Hydrogen on Ni/Al₂O₃ . Applied Catalysis A: General 144 (1996): 177-194.
- Spencer, M. S. Fundamental Principles. In Martyn, V. Twigg (ed.), Catalyst Handbook. 2nd., pp. 17-84. England: Wolfe Publishing, 1989.

Sun, Y. H. and Li, Y. W. Expert System Approach to the Preparation of Supported Catalyst. Chemical Engineering Science 47 (1992): 2799-2804.

Wang Shaobin and Lu , G. Q. M. CO₂ Reforming of Methane on Ni Catalysts: Effects of the Support Phase and Preparation Technique. Applied Catalysis B: Environmental 16 (1998): 267-277.

Wedler Gerd . Chemisorption an Experimental Approach. London: Butterworths, 1976.

Yadav Rajiv and Rinker, G. Robert. Step-Response Kinetics of Methanation over a Ni/Al₂O₃ Catalysts. Ind. Eng. Chem. Res 31 (1992):502-508.

Yadav Rajiv and Rinker. G. Robert. Steady-State Methanation Kinetics over a Ni/Al₂O₃ Catalysts. The Canadian Journal of Chemical Engineering 71 (1993): 202-208.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก.

สมบัติตัวฟุ้งอะลูมินา

ตัวฟุ้งอะลูมินา ชนิด Activated Alumina A-201 บริษัท ยูเนี่ยนคาร์ไบด์ (ประเทศไทย) จำกัด

ลักษณะเฉพาะ

เป็นเม็ดอะลูมินาทรงกลมที่มีพื้นที่ผิวสูง มีการดูดซับสเถิตสูง และต้านทานต่อการขัดสี

ขนาดของเม็ดอะลูมินา

5 x 8 เมช (4.0 มม. X 2.4 มม.)

การวิเคราะห์ทางเคมี (ร้อยละของน้ำหนักแห้ง)

SiO ₂	0.02
Fe ₂ O ₃	0.02
Na ₂ O	0.35
สูญเสียจากการสันดาป	6.0
Al ₂ O ₃	93.6

สมบัติทางกายภาพ

	<u>สมบัติทั่วไป</u>	<u>ช่วงขอบเขต</u>
พื้นที่ผิว	325 ตรม.ต่อกรัม	280-360 ตรม.ต่อกรัม
ความหนาแน่น	48 ปอนด์ต่อลบ.ฟุต	46-50 ปอนด์ต่อลบ.ฟุต
สูญเสียจากการขัดสี	0.3 %	0.1-0.5 %
การดูดซับสเถิต	20%	19-22%
(ที่ 60 % ความชื้นสัมพัทธ์)		

ภาคผนวก ข.

ข้อมูลการทดลองการหาร้อยละนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลอะลูมินา
ด้วยเครื่อง SpectrAA-300

ตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรสารละลาย (ลบ.ซม.)	พิกจาก AA (หนึ่งในล้านส่วน)×100	ร้อยละนิกเกิล
1	0.4649	100	0.4166	0.8961
2	0.4771	100	0.4218	0.8841
3	0.4074	100	0.3720	0.9131
4	0.4375	100	0.4117	0.9410
5	0.4728	100	0.4421	0.9351
6	0.4217	100	0.4006	0.9500
7	0.4059	100	0.3864	0.9520
8	0.3991	100	0.3995	1.1781
9	0.3233	100	0.3926	1.2144
10	0.2591	100	0.3526	1.3609
11	0.2361	100	0.3331	1.4108
12	0.1609	100	0.2577	1.6016
13	0.2170	100	0.2743	1.2641
14	0.2248	100	0.3196	1.4217
15	0.2457	100	0.3587	1.4599
16	0.2045	100	0.3597	1.7589
17	0.2137	100	0.3897	1.8236
18	0.1996	100	0.3826	1.9168
19	0.2045	100	0.4103	2.0064
20	0.1555	100	0.3126	2.0103

ตัวอย่าง	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาตรสารละลาย (ลบ.ซม.)	ฟีกจากAA (หนึ่งในล้านส่วน) $\times 100$	ร้อยละนิกเกิล
21	0.1871	100	0.4048	2.1635
22	0.1853	100	0.4161	2.2455
23	0.2066	100	0.4722	2.2856
24	0.2082	100	0.4795	2.3031
25	0.2091	250	0.3452	4.1272
26	0.1904	250	0.3172	4.1649
27	0.1832	250	0.3082	4.2058
28	0.1877	250	0.3242	4.3181
29	0.3053	100	0.3951	1.3018
30	0.2142	100	0.3044	1.4211
31	0.2316	100	0.3811	1.6455
32	0.1566	100	0.3344	2.1354
33	0.1450	100	0.3552	2.4497
34	0.1364	100	0.3110	2.2808
35	0.1020	100	0.3428	3.3542
36	0.1148	100	0.3996	3.4869
37	0.185	100	0.3819	3.5198

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียน

นายอภิสิทธิ์ สายสาหร่าย จบการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิตจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า พระนครเหนือ ในสาขาเคมีอุตสาหกรรม ในปีการศึกษา 2537 เข้าศึกษาภาควิชาเคมีเทคนิค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในภาคปลายปีการศึกษา 2538



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย