



## บทที่ 3

## การทดลอง

## 3.1 อุปกรณ์การทดลอง, การติดตั้งอุปกรณ์การทดลอง และสารเคมี

รายชื่อของอุปกรณ์การทดลองทั้งหมดรายงานไว้ใน ตารางที่ 3.1 และการจัดตั้งอุปกรณ์การทดลองแสดงไว้ในรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์การทดลองทั้งหมด

รายชื่อ	จำนวน
1) อุปกรณ์ปรับความต่างศักย์ไฟฟ้า (Variable voltage transformer)	3
2) อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)	2
3) วาล์วปรับละเอียด (Needle valve)	1
4) วาล์วกันการไหลย้อนกลับ (Check valve)	1
5) วาล์วสามทาง (Three ways valve)	1
6) อุปกรณ์ระเหยสาร (Evaporator)	3
7) ปัมป์อัตราการไหลต่ำ (Micro tube pump)	1
8) บิวเรตขนาด 2 มิลลิลิตร (Burette)	1

- |   |   |
|---|---|
| 9) ปฏิกรณ์แบบหลอดกลมทำด้วยควอตซ์<br>ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 นิ้ว<br>(Quarzt tube reactor)           | 2 |
| 10) ไมโครไซริงส์ สำหรับก๊าซ<br>(Gas-micro syringse)   | 1 |
| 11) ไมโครไซริงส์ สำหรับของเหลว<br>(Liquid-micro syringse)   | 1 |
| 12) อุปกรณ์แกสโครมาโตกราฟี พร้อมอินทิเกรเตอร์<br>(Gas chromatography and integrator)                  | 1 |
| 13) อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์<br>(Product collector)   | 1 |
| 14) เทปความร้อน<br>(Heating tape)   | 1 |
| 15) ชุดอุปกรณ์วอเตอร์บาส<br>(Water bath set)  | 1 |
| 16) ถังแกสไนโตรเจน พร้อมอุปกรณ์ปรับความดัน<br>(Nitrogern gas cylinder and it's<br>pressure regulator) | 2 |
| 17) ถังอากาศ พร้อมอุปกรณ์ปรับความดัน<br>(Air cylinder and it's pressure regulator)                    | 2 |
| 18) ถังแกสไฮโดรเจน พร้อมอุปกรณ์ปรับความดัน<br>(Hydrogen gas cylinder and it's<br>pressure regulator)  | 1 |
-

จากรูปที่ 3.1 ก๊าซไนโตรเจนจะเป็นตัวพาสารตั้งต้นทั้งสอง คือ โทลูอีน และ เมทานอล ซึ่งระเหยจากอุปกรณ์ระเหยที่อุณหภูมิห้อง ( $27^{\circ}\text{C}$ ) แล้วแพร่ผ่านฟิล์มของก๊าซไนโตรเจน ซึ่งอยู่เบื้อง สามารถหาค่าเศษส่วนโมลของโทลูอีนในก๊าซผสมก่อนเข้าไปทำปฏิกิริยาได้จากการคำนวณในภาคผนวก ก หรือหาจากการวิเคราะห์ โดยใช้อุปกรณ์ แกสโครมาโตกราฟฟี, ดูตารางที่ 3.2,

ตารางที่ 3.2 การวิเคราะห์ เศษส่วนโมลของโทลูอีนในก๊าซผสมก่อนเข้าไปทำปฏิกิริยา

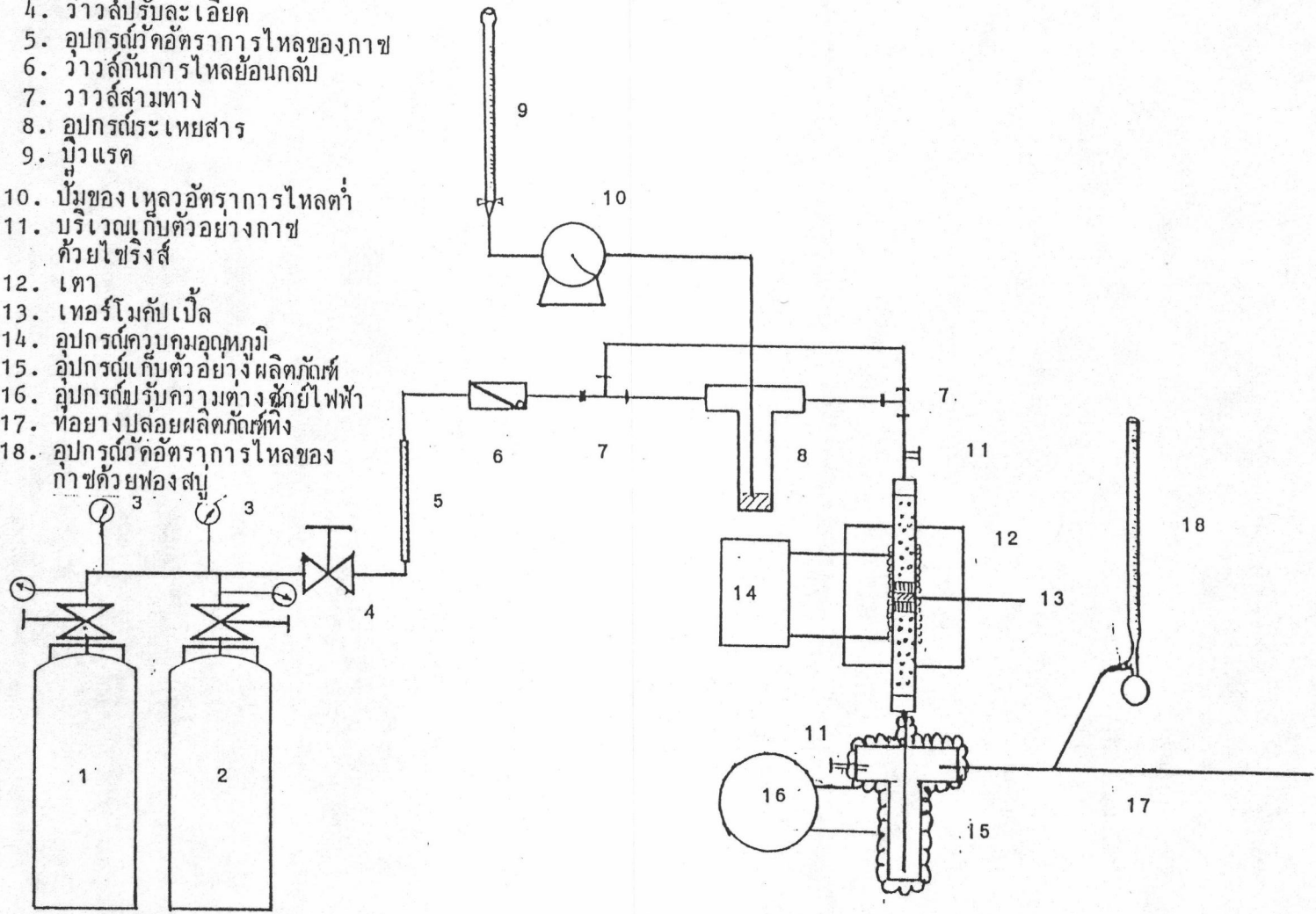
เวลา(นาที)	ปริมาตรของ ก๊าซตัวอย่าง	จำนวนโมล ของก๊าซตัวอย่าง	จำนวนโมล ของก๊าซโทลูอีน	เศษส่วนโมล ของโทลูอีน
30	0.2 ซม. <sup>3</sup>	$8.15 \times 10^{-6}$	$3.22 \times 10^{-7}$	0.039
60	0.2 ซม. <sup>3</sup>	$8.15 \times 10^{-6}$	$3.25 \times 10^{-7}$	0.039
90	0.2 ซม. <sup>3</sup>	$8.15 \times 10^{-6}$	$2.90 \times 10^{-7}$	0.036
120	0.2 ซม. <sup>3</sup>	$8.15 \times 10^{-6}$	$3.17 \times 10^{-7}$	0.038

และหาค่าอัตราส่วนของโทลูอีน และ เมทานอลได้จากการคำนวณ, ดูในภาคผนวก ก, สารตั้งต้นทั้งหมดเข้าสู่ปฏิกรณ์ผ่านบริเวณให้ความร้อนล่วงหน้า (Preheating zone) ซึ่งประกอบด้วยรีชชิ่ง ริงแอมเซรามิก (Ceramic rusching ring) และเส้นใยของควอตซ์ (Quartz wool), ผ่านบริเวณตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst bed), และสุดท้ายผ่านเส้นใยของควอตซ์ และรีชชิ่ง ริง อีกครั้งหนึ่ง เก็บตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือแกสโครมาโตกราฟฟี เพราะฉะนั้นตัวอย่างจะต้องไม่กลั่นตัว โดยวิธีใช้เทปความร้อนพันรอบ ๆ อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ แล้วอุ่นไนโตรเจนจริงส์ สำหรับก๊าซให้ร้อนก่อนเก็บตัวอย่าง

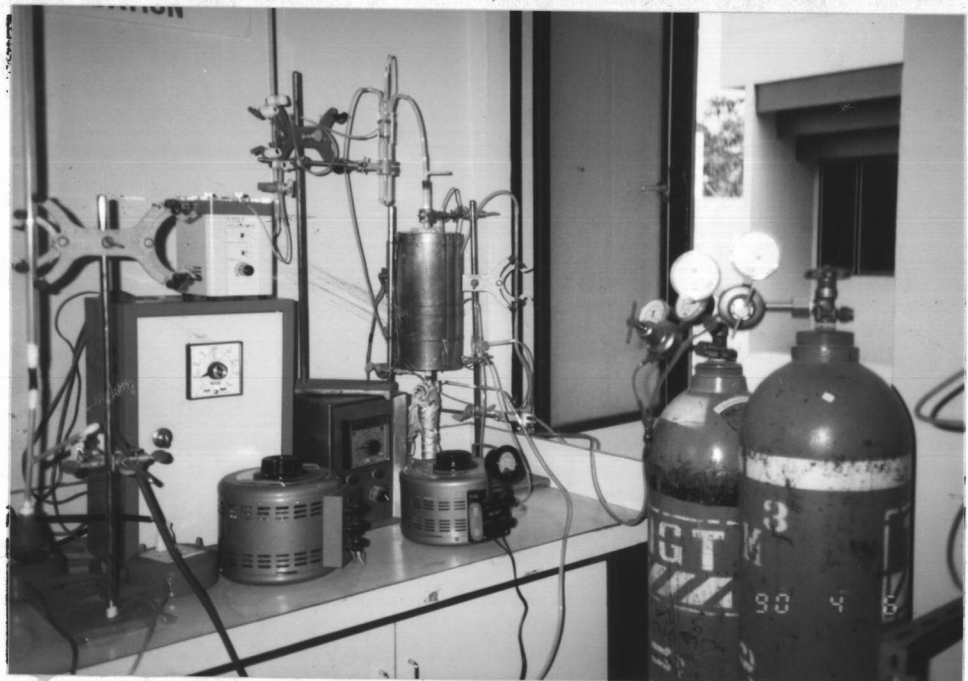
สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยครั้งนี้ คือ โทลูอีน ( $\text{C}_7\text{H}_8$ ), เมทานอล ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), ซิลิกอนเตตระคลอไรด์ ( $\text{SiCl}_4$ ), เตตระอีทอกซี ไฮเลน ( $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$ ), แมกนีเนียม อะซิเตต ( $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ), แอมโมเนียม คลอไรด์ ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), ก๊าซไนโตรเจน; อากาศ; และ ก๊าซไฮโดรเจน, และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซีโอไลต์ชนิดเฟอูจาไซต์แบบ Y (Faujasite type Y); ซินติมอร์ดันต์ (Mordenite)

1. ถังก๊าซไนโตรเจน
2. ถังอากาศ
3. อุปกรณ์ปรับความดัน
4. วาล์วปรับละเอียด
5. อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของก๊าซ
6. วาล์วกันการไหลย้อนกลับ
7. วาล์วสามทาง
8. อุปกรณ์ระเหยสาร
9. บิวเรต
10. ปั๊มของเหลวอัตราการไหลต่ำ
11. บริเวณเก็บตัวอย่างก๊าซด้วยไซริงค์
12. เตา
13. เทอร์โมคัปเปิล
14. อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ
15. อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์
16. อุปกรณ์ปรับความต่างศักย์ไฟฟ้า
17. ท่อยางปล่อยผลิตภัณฑ์ทิ้ง
18. อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของก๊าซด้วยฟองสบู่

รูปที่ 3.1 การติดตั้งชุดอุปกรณ์การทดลอง



รูปที่ 3.1 การจัดตั้งชุดอุปกรณ์การทดลอง



### 3.2 การออกแบบอุปกรณ์

#### 3.2.1 อุปกรณ์ระเหยสาร

โพลีเอทิลีน และ เมทธานอล ซึ่งบรรจุในอุปกรณ์ระเหยสารจะระเหยออกจากพื้นผิวระหว่างภูมิภาคของของเหลวกับก๊าซ โดยการแพร่ผ่านชั้นของก๊าซที่อยู่นิ่ง (diffusion through stagnant gas film) เพราะฉะนั้นความเข้มข้นของสารตั้งต้นในภูมิภาคของเหลวจะต้องคงที่ โดยการเติมด้วยปั๊มอัตราการไหลต่ำอย่างสม่ำเสมอด้วยอัตรา 0.15 มิลลิลิตรต่อนาที (ดูจากรูปที่ 3.2) เพราะฉะนั้นใน 1 ชั่วโมง ระดับความสูงของของเหลวในอุปกรณ์ ระเหยสารจะเพิ่มขึ้นประมาณ 1.7 เซนติเมตร ข้อมูลจากรูปที่ 3.2 มีดังนี้ เส้นผ่านศูนย์กลางของอุปกรณ์ระเหยสาร 2.54 เซนติเมตร ความสูงของชั้นก๊าซนิ่ง ( $Z_2 - Z_1$ ) เมื่อเวลาเริ่มต้น ( $t = 0$ ) (ดูจากรูปที่ ก.1) เท่ากับ 11 เซนติเมตร, เศษส่วนโมลของโพลีเอทิลีนในภูมิภาคเหลวเท่ากับ 0.8

การหาฟลักซ์เชิงโมลของสารตั้งต้น (จากการวิเคราะห์โดย เครื่องมือแกสโครมาโตกราฟฟี และคำนวณจากภาคผนวก ก และภาคผนวก ข) ได้ว่า สัดส่วนเชิงโมลของโพลีเอทิลีนกับ เมทธานอล ก่อนเข้าสู่ปฏิกรณ์ เท่ากับ 1.7 : 1 (เมื่อเศษส่วนโมลของโพลีเอทิลีนในภูมิภาคเหลวเท่ากับ 0.8) และ เศษส่วนโมลของสารตั้งต้นทั้งสองในภูมิภาคก๊าซ เท่ากับ 0.064

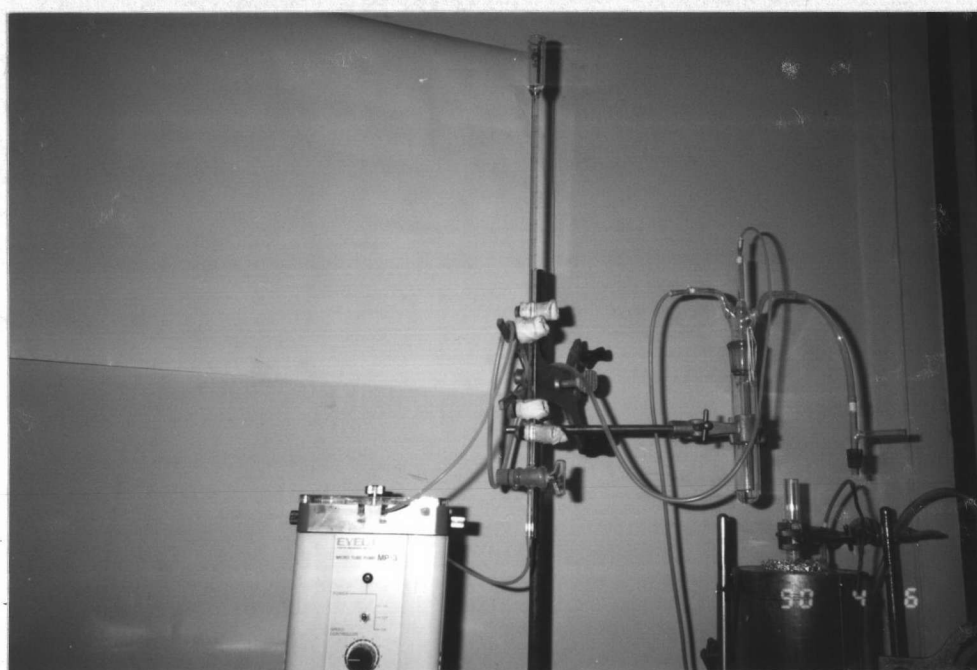
#### 3.2.2 ปฏิกรณ์

ปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (Fixed bed) ลักษณะเป็นหลอดทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 นิ้ว ทำด้วยควอตซ์, จากรูปที่ 3.3, แบ่งบริเวณภายในหลอดทรงกระบอกได้ 3 ส่วน คือ ส่วนที่ประกอบด้วยรัชชิก ริง แบบเซรามิกส์ และเส้นใยควอตซ์ 2 ส่วน และส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเบดนิ่ง 1 ส่วน มีเทอร์โม คอปเปิล อยู่บริเวณของตัวเร่งปฏิกิริยา และเทอร์โม คัปเปิล จะต่อกับอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ สารผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกนำไปวิเคราะห์ โดย เครื่องมือแกสโครมาโตกราฟฟี

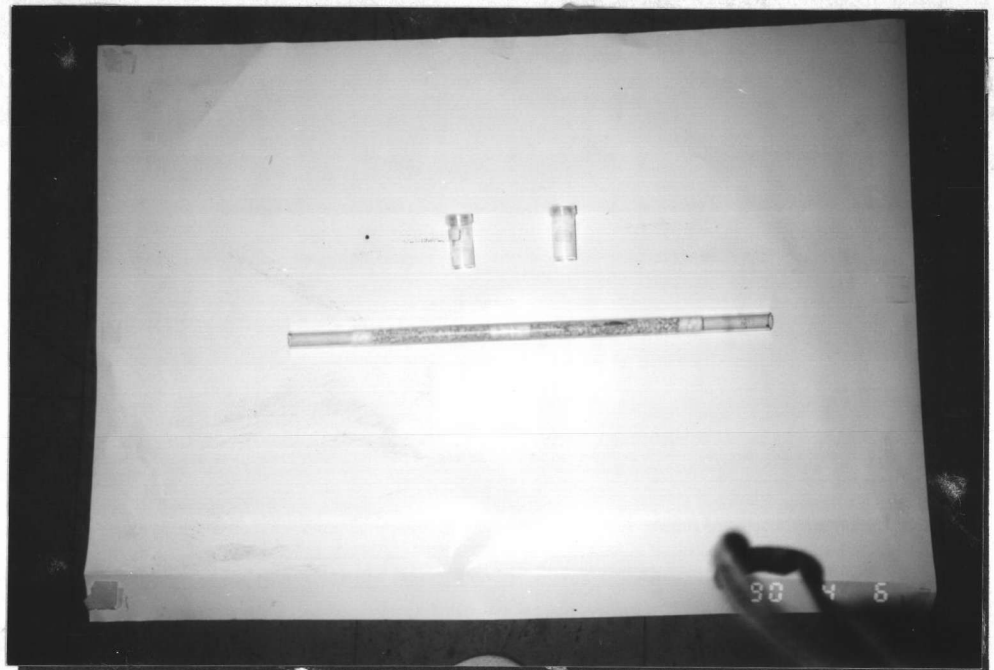
#### 3.2.3 อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์

สารผลิตภัณฑ์จากปฏิกรณ์ ไหลเข้าสู่อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ จากรูปที่ 3.4 ซึ่งพันด้วยเทปความร้อนและปรับความต่างศักย์ไฟฟ้า เพื่อให้ได้อุณหภูมิคงที่ที่ 130 ° สารผลิตภัณฑ์จะถูกนำไปวิเคราะห์ โดยเก็บตัวอย่างที่ บริเวณเก็บตัวอย่าง

รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ระเหยสาร

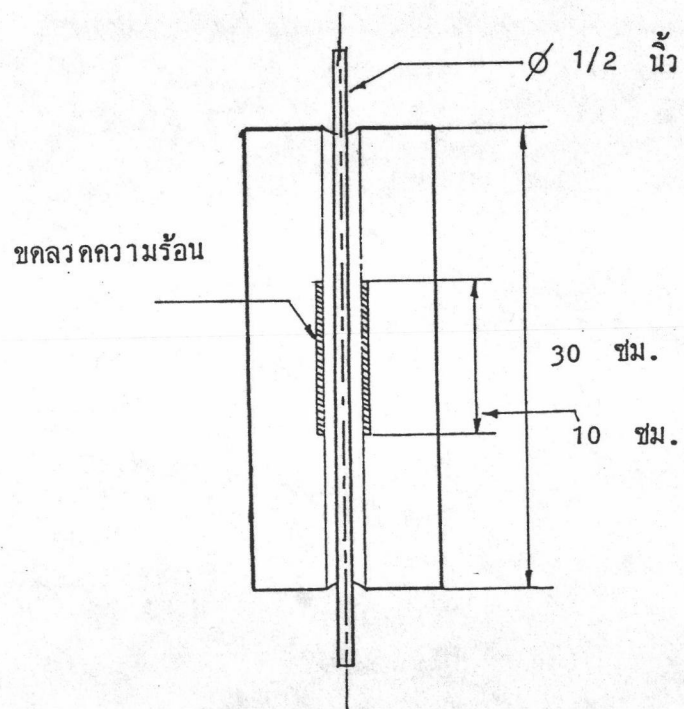


รูปที่ 3.3 ปฏิกริยาแบบเบตทิง





รูปที่ 3.3 อุปกรณ์แบบเบคนิง



รูปที่ 3.4 อุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์



3.2.4 อุปกรณ์แกสโครมาโตกราฟี และอินทิเกรเตอร์  
รายละเอียดของอุปกรณ์ชนิดนี้จะนำเสนอในหัวข้อที่ 3.3

### 3.3 เตรียมการทดลอง

3.3.1 การเตรียมสารเคมี และสารการเคมีที่เกี่ยวข้อง  
เตรียมสารเคมีรายนามต่อไปนี้

สารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 1 นอร์มัล (1N of  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), ผัก  
แอมโมเนียมคลอไรด์ ซื้อจากบริษัท Fluka Chemie A.G. ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

สารละลายแมกนีเซียมอะซิเตด ความเข้มข้น 1 นอร์มัล (1 N of  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ),  
ผลึกของแมกนีเซียมอะซิเตด ( $4\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 99.5 ซื้อจากบริษัท Merck  
ประเทศสาธารณรัฐเยอรมัน

ซิลิกอน เดทระคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 99.5 (G.C.) ซื้อจากบริษัท Fluka  
Chemie A.G. ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

เดตระอีทลอกซี ไซเลน ความเข้มข้นร้อยละ 98 (G.C.) ซื้อจากบริษัท Fluka Chemie  
A.G. ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

เมทธานอล ความเข้มข้นมากกว่าร้อยละ 99.9 (G.C.) ซื้อจากบริษัท Mallinc krodtt  
ประเทศฝรั่งเศส

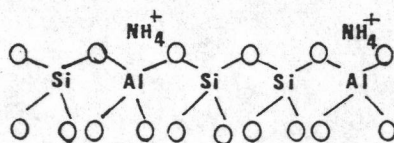
โทลูอีน ความเข้มข้นมากกว่าร้อยละ 99.5 (G.C.) ซื้อจากบริษัท Merck ประเทศ  
สาธารณรัฐเยอรมัน

ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทซีโอไลต์ชนิด เฟลร์จาไซต์แบบ Y มีโซเดียมเป็นอิออนบวก ( $\text{NaY}$ )  
และชนิดมอร์ดีไนต์มีโปรตอนเป็นอิออนบวก (HM) จากสมาคมตัวเร่งปฏิกิริยาของประเทศญี่ปุ่น  
(Catalyst Society of Japan) คุณสมบัติต่าง ๆ ของตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงในตาราง  
ที่ 3.3

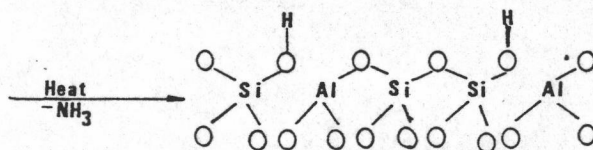
ตารางที่ 3.3 คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา

องค์ประกอบ	NaY 5.6	HM 10	HM 20
SiO <sub>2</sub> (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	67.1	83.7	91.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	20.4	14.3	7.76
Na <sub>2</sub> O (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	12.4	0.12	0.06
Fe (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	0.038	-	-
SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.6	9.9	19.9
พื้นที่ผิว (ซม <sup>2</sup> /กรัม) (Surface area)	870	373	399
ความถ่วงจำเพาะ (Specific gravity)	0.43	0.44	0.44
ปริมาตรรู (ซม <sup>3</sup> /กรัม) (pore volume)	0.36	0.15	0.14

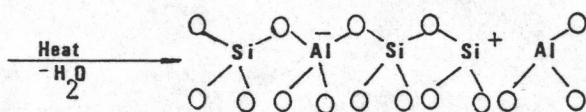
ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟดจาไซต์แบบ Y ในตารางที่ 3.3 จะถูกแลกเปลี่ยนประจุบวกจากโซเดียมเป็นแอมโมเนียม ด้วยสารละลายของเกลือ แอมโมเนียมคลอไรด์ จากนั้นไล่แอมโมเนียม (NH<sub>3</sub>) ออกจากผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา เหลือโปรตรอนอยู่ในโครงผลึก ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้ (Yashima. T. et al. 1970)



(3.1)

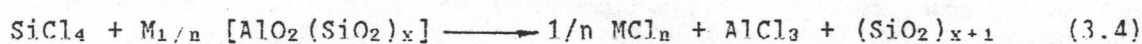


(3.2)



(3.3)

ตัวเร่งปฏิกิริยาในสมการที่ (3.1) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีแอมโมเนียม เป็นเกลืออนินทรีย์ ซึ่งถูกนำไปทำปฏิกิริยากับซิลิกอนเตตระคลอไรด์ เพื่อลดปริมาณของอลูมิเนียมในผลิตภัณฑ์ (dealumination) ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้ (Hermann K. Beyer et al. 1980)



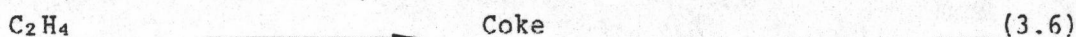
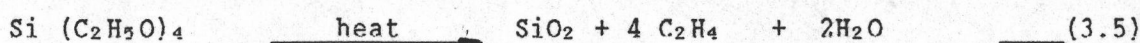
เมื่อ M คือ ประจุบวก, n คือตัวเลขออกซิเดชัน ของ M

จากปฏิกิริยาในสมการที่ (3.4) อะตอมของอลูมิเนียมจะถูกแทนที่ด้วยอะตอมของซิลิกอน

ตัวเร่งปฏิกิริยาในสมการที่ (3.4) ถูกนำไปผ่านกระบวนการ ลิ้มเพรกเนชัน

(impregnation) กับออกไซด์ของแมกนีเซียม (MgO) โดยใช้สารละลายของแมกนีเซียมอะซิเตต

ตัวเร่งปฏิกิริยาในสมการที่ (3.2) ถูกนำไปเคลือบผิวด้วยออกไซด์ของซิลิกา และถ่านโค้ก ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาเคมี ในสมการที่ (3.5) และ (3.6)



รูปที่ 3.5 อุปกรณ์ชุด วอเตอร์ บาธ



### 3.3.2 ขั้นตอนการดำเนินการแลกเปลี่ยนประจุ (Cation exchange)

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ NaY 5.6 ในตารางที่ 3.3 ขั้นตอนต่าง ๆ เรียงตามลำดับดังต่อไปนี้

1) นำผงตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดต่ำกว่า 60 เมช (mesh) แต่สูงกว่า 80 เมช ปริมาณ 1 กรัม มาผ่านกระบวนการแคลซิเนชัน ที่อุณหภูมิ 400 °ซ ด้วยอากาศที่อัตราเร็ว 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง ในหลอดกลมที่ทำด้วยควอตซ์ เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 นิ้ว เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

2) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากข้อ 1 และสารละลาย 1 N ของเกลือแอมโมเนียมคลอไรด์ ปริมาณ 30 ซม<sup>3</sup> มาผสมกับในหลอดแก้ว แล้วนำไปใส่ในวอลเตอร่าบที่อุณหภูมิ 60 °ซ คนของผสมอยู่เสมอ เพื่อป้องกันการตกตะกอนของของแข็ง เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3) นำของผสมจากข้อ 2 แยกเอาวัฏภาคของเหลวทิ้งโดยวิธีการปั่นแยก (Centrifuge) แล้วนำไประเหยเอาน้ำออกในวอลเตอร่าบที่อุณหภูมิ 60 °ซ และไล่น้ำในโครงผลึกออกที่อุณหภูมิ 200 °ซ แล้วทำกระบวนการให้ข้อ 2 ซ้ำอีก 1 ครั้ง

4) ล้างเอาสารที่ตกค้างอยู่ (ประจุของโซเดียม แอมโมเนียม ที่เป็นส่วนเกิน) ออกด้วยน้ำกลั่น แยกเอาวัฏภาคของเหลวทิ้ง โดยวิธีการปั่นแยก ทำทั้งหมด 4 ครั้ง เพื่อความมั่นใจว่าประจุส่วนเกินได้ถูกชะล้างออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาหมดแล้ว

5) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากข้อที่ 4 บรรจุด้วยระเหย แล้วนำไประเหยในวอลเตอร่าบที่อุณหภูมิ 60 °ซ จนแห้งสนิท

6) เก็บตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไว้ในหม้อดูดความชื้น (desicator)

### 3.3.3 ขั้นตอนการดำเนินการลดอลูมินาในผลึกตัวเร่งปฏิกิริยา (dealumination)

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุแล้ว

1) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากหัวข้อ 3.3.2 ปริมาณ 1 กรัม มาผ่านกระบวนการแคลซิเนชันที่อุณหภูมิ 400 °ซ ด้วยก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราเร็ว 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2) นำก๊าซไนโตรเจนผ่านชั้นของเหลว ซิลิกอน เตตระคลอไรด์ ในอุปกรณ์ระเหยสาร เพื่อให้ก๊าซไนโตรเจนอ้อมตัวด้วยก๊าซซิลิกอน เตตระคลอไรด์ ที่อุณหภูมิห้อง (27 °ซ), ความดันย่อยของซิลิกอนเตตระ คลอไรด์ เท่ากับ 300 มิลลิเมตรปรอท และอัตราไหลของก๊าซไนโตรเจนเท่ากับ 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง ปรับอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของเตาเท่ากับ 3 °ซ/นาที จนกระทั่งอุณหภูมิสูงถึง 550 °ซ

3) เมื่อปฏิกิริยาเคมี ในสมการ (3.4) เกิดขึ้น จะสังเกตได้จากควันทึบของ ก๊าซออกซิเจนในไมโครคลอไรด์ เกิดขึ้น, ที่อุณหภูมิประมาณ 450 °ซ ขึ้นไป เมื่ออุณหภูมิถึง 550 °ซ แล้วดำเนินปฏิกิริยาต่อไปอีก 2 ชั่วโมง

4) นำก๊าซออกซิเจนในไมโครคลอไรด์ หรือก๊าซอื่น ๆ ที่ตกค้างออกด้วยก๊าซไนโตรเจน จนไม่เห็นควันทึบ นำเอาผงตัวเร่งปฏิกิริยามาล้าง ด้วยน้ำสะอาดหลาย ๆ ครั้ง และ ระเหยน้ำออกให้หมด นำไปเก็บไว้ในอุณหภูมิกันความชื้น

3.3.4 ขั้นตอนการดำเนินการกระบวนการอัดแท่งบนชิ้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยออกไซด์ของ แมกนีเซียม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านกระบวนการลดออกซิเจนแล้ว

1) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากข้อ 3.3.3 ปริมาณ 1 กรัม มาผ่านกระบวนการ แคลซิเนชันที่อุณหภูมิ 400 °ซ ด้วยก๊าซไนโตรเจนที่อัตราเร็ว 260 ซม.<sup>3</sup>/ชั่วโมง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2) แบ่งตัวเร่งปฏิกิริยาจากข้อ 1 เป็นสองส่วนเท่า ๆ กันโดยที่

2.1) ผสม 1.0 ซม.<sup>3</sup> ของสารละลายแมกนีเซียม อะซิเตต ความเข้มข้น 1 N กับ 0.5 กรัม ของตัวเร่งปฏิกิริยา ในถ้วยระเหยสาร

2.2) ผสม 2.0 ซม.<sup>3</sup> ของสารละลายแมกนีเซียมอะซิเตต ความเข้มข้น 1 N กับ 0.5 กรัม ของตัวเร่งปฏิกิริยาในถ้วยระเหยสาร

3) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากหัวข้อ 2.1 และ 2.2 ไประเหยในวอเตอรื นาล ที่ อุณหภูมิ 60 °ซ จนแห้งสนิท

4) นำแต่ละส่วนไปผ่านกระบวนการแคลซิเนชันและออกซิเดชันด้วยอากาศที่อัตราที่ เร็ว 260 ซม.<sup>3</sup>/นาที อุณหภูมิ 500 °ซ เป็นเวลา 18 ชม. แล้วเก็บตัวเร่งในหม้อลดความชื้น

3.3.5 ขั้นตอนการดำเนินการลดขนาดทางเข้ารูของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย เตตระเอธิทอกซี- ซิลาน (Reducing pore entrance by tetraethoxy silane) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนประจุแล้ว

1) นำตัวเร่งปฏิกิริยาจากหัวข้อ 3.3.2 ปริมาณ 1 กรัม มาผ่านกระบวนการ แคลซิเนชัน ที่อุณหภูมิ 400 °ซ ด้วยก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง



- 2) เพิ่มอุณหภูมิจาก 400°ซ เป็น 500 °ซ คงอุณหภูมิไว้ที่ 500 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 3) นำก๊าซไนโตรเจนผ่านชั้นของเหลว เตตระอีทอกซี ไฮไลน ในอุกรณ์ระเหยสาร เพื่อให้ก๊าซไนโตรเจนอิ่มตัวด้วย ก๊าซเตตระอีทอกซี ไฮไลน ที่อุณหภูมิ 100 °ซ (ให้เทปความร้อนพันรอบอุกรณ์ระเหยสาร) ความดันย่อยของเตตระอีทอกซี ไฮไลน เท่ากับ 103 มิลลิเมตรปรอท อัตราไหลของก๊าซไนโตรเจน 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง ๑ ชั่วโมง 2 ชั่วโมง
- 4) เนื่องจากมีถ่านโค้กเกิดขึ้นตามสมการที่ (3.6) เพราะฉะนั้นจึงจำเป็นต้องนำโค้กออกไป โดยผ่านอากาศที่อัตราไหล 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง อุณหภูมิเตา 500 °ซ เพื่อให้เกิดการเผาไหม้
- 5) เก็บตัวอย่างปฏิกิริยาในข้อ 4 ไว้ทั้งหมดดูความขึ้น

### 3.3.6 การเตรียมการวิเคราะห์ผลการทดลอง

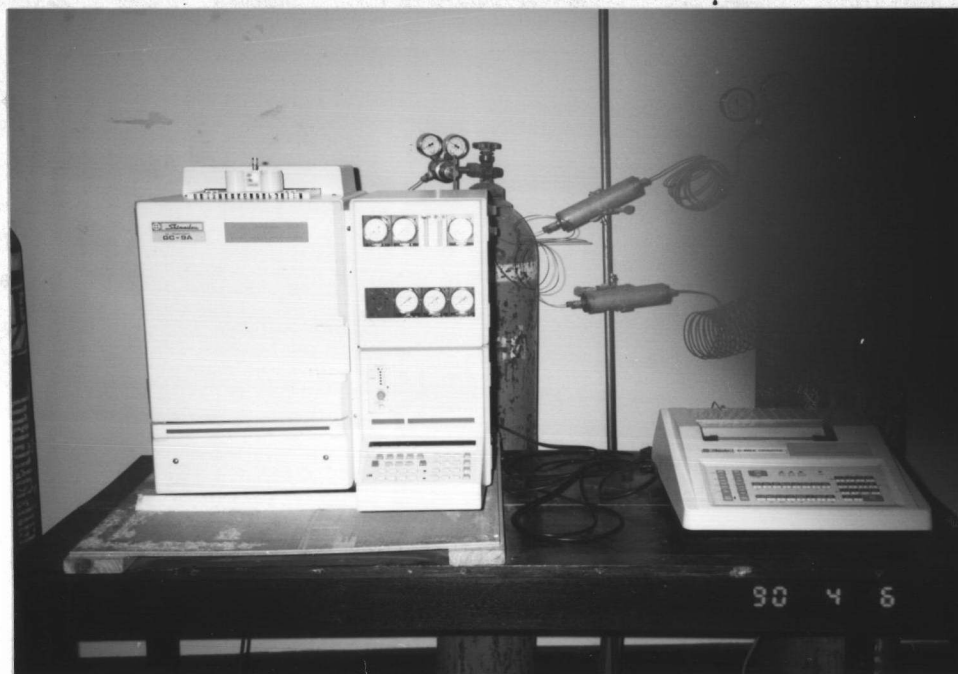
(Preparation for analysis)

ตัวอย่างจากอุกรณ์เก็บตัวอย่างสารผลิตภัณฑ์ ถูกนำไปวิเคราะห์ ด้วยอุกรณ์แกสโครมาโตกราฟฟี ของบริษัท ชิมิดสุ จำกัด ประเทศญี่ปุ่นแบบ G.C.9 A ซึ่งใช้ดีเทคเตอร์(detector) แบบ FID ส่วนอินทิเกรเตอร์ ของบริษัท ชิมิดสุ จำกัด เช่นกัน แบบ CR 6 A. (Shimudzu Co; Kyoto, Japan, Model G.C 9A with FID detector, and the integrator was CR 6A from shimudzu also) คอลัมน์ของอุกรณ์แกสโครมาโตกราฟฟีบรรจุ 5% SP-1200/1.75% Bentone 34 on 100/120 Supelcoport ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว ยาว 6 ฟุต

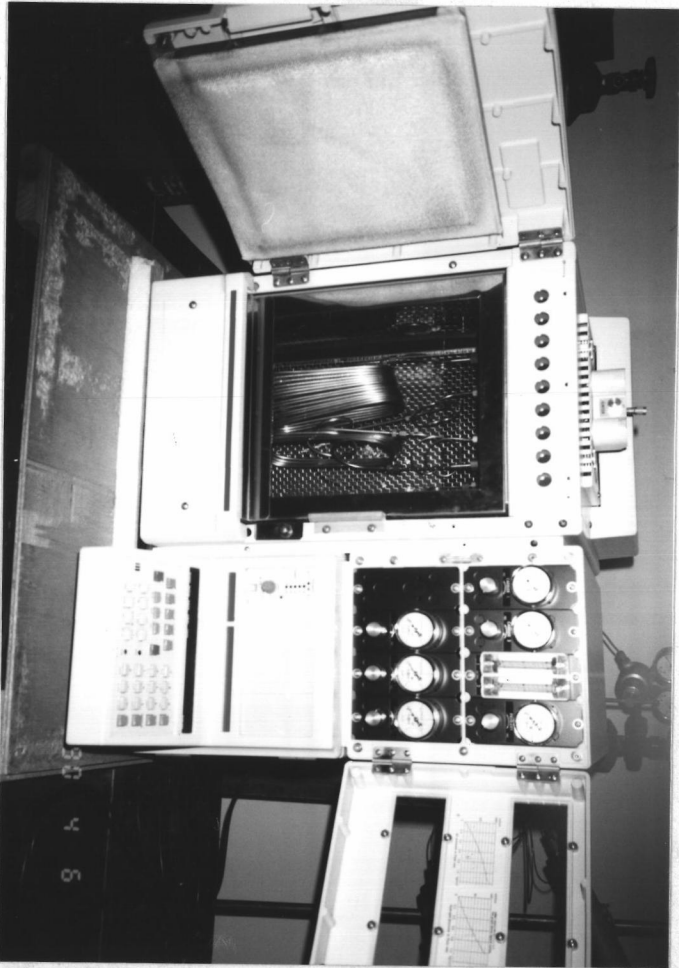
ต่อไปนี้จะ เป็นรายละเอียดของสภาวะต่าง ๆ ของอุกรณ์แกสโครมาโตกราฟฟีที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง และผลการทดลอง จากการทำแคลิเบรชัน ของสารไฮโดรคาร์บอน บางตัว

อุณหภูมิของคอลัมน์ (column oven temperature)	80	°C
อุณหภูมิบริเวณฉีดสารตัวอย่าง (Injector temperature)	150	°C
อุณหภูมิบริเวณดีเทคเตอร์ (Detector temperature)	150	°C
อัตราการไหลของแก๊สพา (ไนโตรเจน) (Nitrogen (carrier gas) flow rate)	35	มิลลิลิตร/นาที
อัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen flow rate)	45	มิลลิลิตร/นาที
อัตราการไหลของอากาศ (Air flow rate)	500	มิลลิลิตร/นาที

รูปที่ 3.6 อุปกรณ์แก๊สโครมาโตกราฟี G.C. 9A และ  
ชุดอินทิเกรเตอร์ CR 6A



รูปที่ 3.7 กอลัมน์ของอุปกรณ์แกสโครมาโทกราฟี



ตารางที่ 3.4 แสดงผลวิเคราะห์ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน

สารประกอบ	จุดหลอมเหลว (°ซ)	จุดเดือด (°ซ)	น้ำหนักโมเลกุล	ความหนาแน่น (กรัม/ซม. <sup>3</sup> )	สโลพ (พื้นที่/ จำนวนโมล)
มีเทน	-182.6	-161.4	16.04	0.415***	1.100x10 <sup>11</sup>
เอทิลีน	-169	-103.9	28.05	0.57**	2.010x10 <sup>11</sup>
เบนซีน	5.5	80	78.11	0.879*	3.687x10 <sup>11</sup>
โทลูอีน	-95	111	92.13	0.866*	4.613x10 <sup>11</sup>
เอทิล เบนซีน	-95	136	106.17	0.867*	4.810x10 <sup>11</sup>
พาราไซลีน	13	138	106.16	0.881*	7.500x10 <sup>11</sup>
เมตาไซลีน	25	139	106.16	0.867*	7.810x10 <sup>11</sup>
ออร์โทไซลีน	-95	144	106.16	0.861	8.101x10 <sup>11</sup>

\* ความหนาแน่น ในสถานะของเหลวที่อุณหภูมิ 20 °ซ

\*\* ความหนาแน่น ในสถานะของเหลวที่อุณหภูมิ -120 °ซ

\*\*\* ความหนาแน่น ในสถานะของเหลวที่อุณหภูมิ -164 °ซ

### 3.4 ขั้นตอนการทดลองปฏิกิริยาอัลคิลเลชัน ระหว่างโทลูอีนกับเมทานอล

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3 นำมาร่อนด้วยตะแกรงให้มีขนาดอยู่ระหว่างเมชที่ 60 กับ 80 (เส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดตัวเร่งปฏิกิริยา ระหว่าง 0.0069 กับ 0.0097 นิ้ว) นำตัวเร่งปฏิกิริยา ที่คัดขนาดเรียบร้อยแล้วไปหาความหนาแน่นแบบหลวม (bulk density) สัดส่วนของธาตุดอกลูมิเนียม, ซิลิกอน, และโซเดียม โดยเครื่องมือ เอกซ์-เรย์ ฟลูออเรสเซน (X-ray fluorescence) ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นำตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งทราบคุณสมบัติดังกล่าวข้างต้นแล้วปริมาณ 0.1 กรัมใส่ลงไปในตำแหน่งของตัวเร่งปฏิกิริยาในรูปที่ 3.3 แล้วดำเนินการดังต่อไปนี้

3.4.1 ติดตั้งอุปกรณ์การทดลองเหมือนในรูปที่ 3.1, ปล่อยให้อากาศไหลด้วยอัตราเร็ว 260 ซม<sup>3</sup>/ชั่วโมง ผ่านแค่งของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิของอุปกรณ์หลังเป็นเวลา 1/2 ชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 500°ซ ภายในเวลา 1 ชั่วโมง, รักษาอุณหภูมิไว้ที่ 500 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในขณะที่รักษารักษาอุณหภูมิของอุปกรณ์เก็บตัวอย่างผลิตภัณฑ์ ซึ่งติดตั้งไว้เรียบร้อยแล้วตามรูปที่ 3.4 ไว้ที่ 130°ซ

3.4.2 เมื่อครบเวลา 3 ชั่วโมง ลดอุณหภูมิลงจาก 500 °ซ เป็นอุณหภูมิที่ต้องการเปลี่ยนจากการไหลของอากาศเป็นการไหลของก๊าซไนโตรเจน เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้ว รอเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง เพื่อให้ระบบมีอุณหภูมิคงที่ก่อนจะสับวาล์วของก๊าซไนโตรเจนให้ผ่านอุปกรณ์ระเหยสาร ซึ่งติดตั้งไว้เรียบร้อยแล้วตามรูปที่ 3.2 และหัวข้อที่ 3.2.1

3.4.3 ปิดเวลาจากการสับวาล์วของก๊าซไนโตรเจนครบ 2 ชั่วโมง แล้วเก็บตัวอย่างของสารผลิตภัณฑ์ ไปวิเคราะห์ด้วยอุปกรณ์แก๊สโครมาโตกราฟฟี ซึ่งติดตั้งไว้เรียบร้อยแล้ว