บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้ เพื่อ ศึกษาอัตราการเกิดปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ แบบฟิสเชอร์-โทรปช์ ในเฟสสเลอร์รี บนตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กเสริมด้วยโพแทสเซียม แก๊สไฮโดรเจนและคาร์บอนมอนนอกไซด์ในอัตราส่วน 1:1

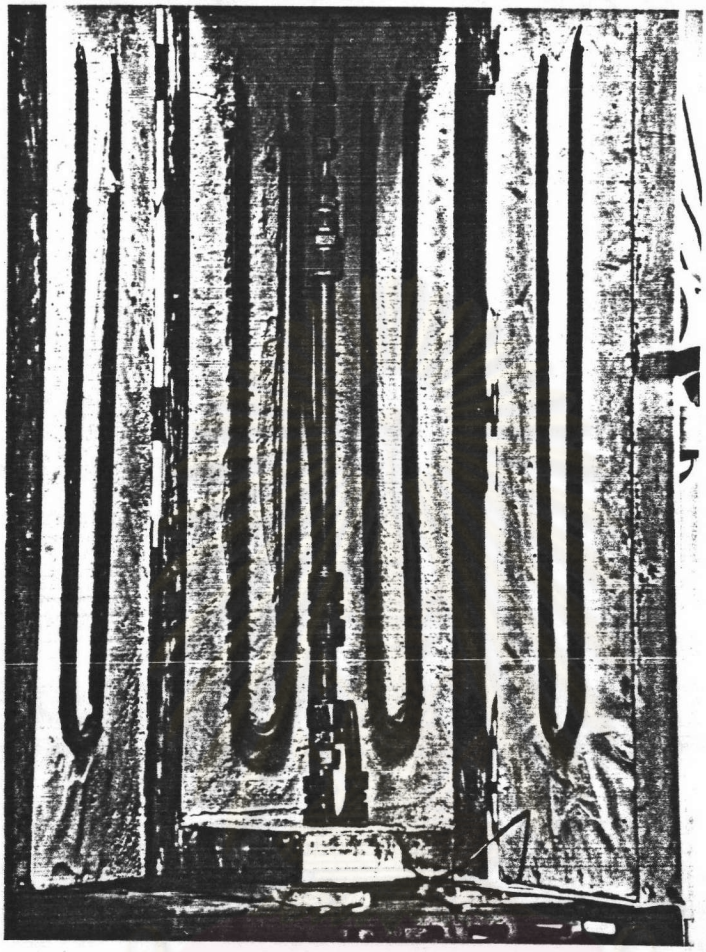
เครื่องมือทดลอง

เตาอบที่ใช้ในการรีดิวส์ตัวเร่งปฏิกิริยา

เตาอบที่ใช้ในการทดลองนี้มีลักษณะเป็นกล่องสี่เหลี่ยมผืนผ้า มีขนาด 18 x 18 x 60 ซม. ด้านนอกทำด้วยแผ่นสเตนเลส ด้านในหล่อด้วยซีเมนต์ทนไฟหนา 3 ซม. ด้านทั้งสี่ของเตาอบติดลวดทำความร้อนขนาด 750 วัตต์ จำนวน 4 เส้น ซึ่งจะมีกำลังไฟรวมทั้งหมด 3,000 วัตต์ เตาอบจะมีประตูเปิดได้ทั้งสองทาง เพื่อความสะดวกในการติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์เคมีด้านบนของเตาอบมีท่อปลายบิดสำหรับเสียบเทอร์โมคับเบิล เพื่อควบคุมอุณหภูมิของเตา ผ่านเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) และ ตัวตัดและจ่ายไฟแบบแม่เหล็ก (magnetic contracter) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 เป็นรูปถ่ายด้านในของเตาอบ พร้อมทั้งเครื่องปฏิกรณ์เคมี

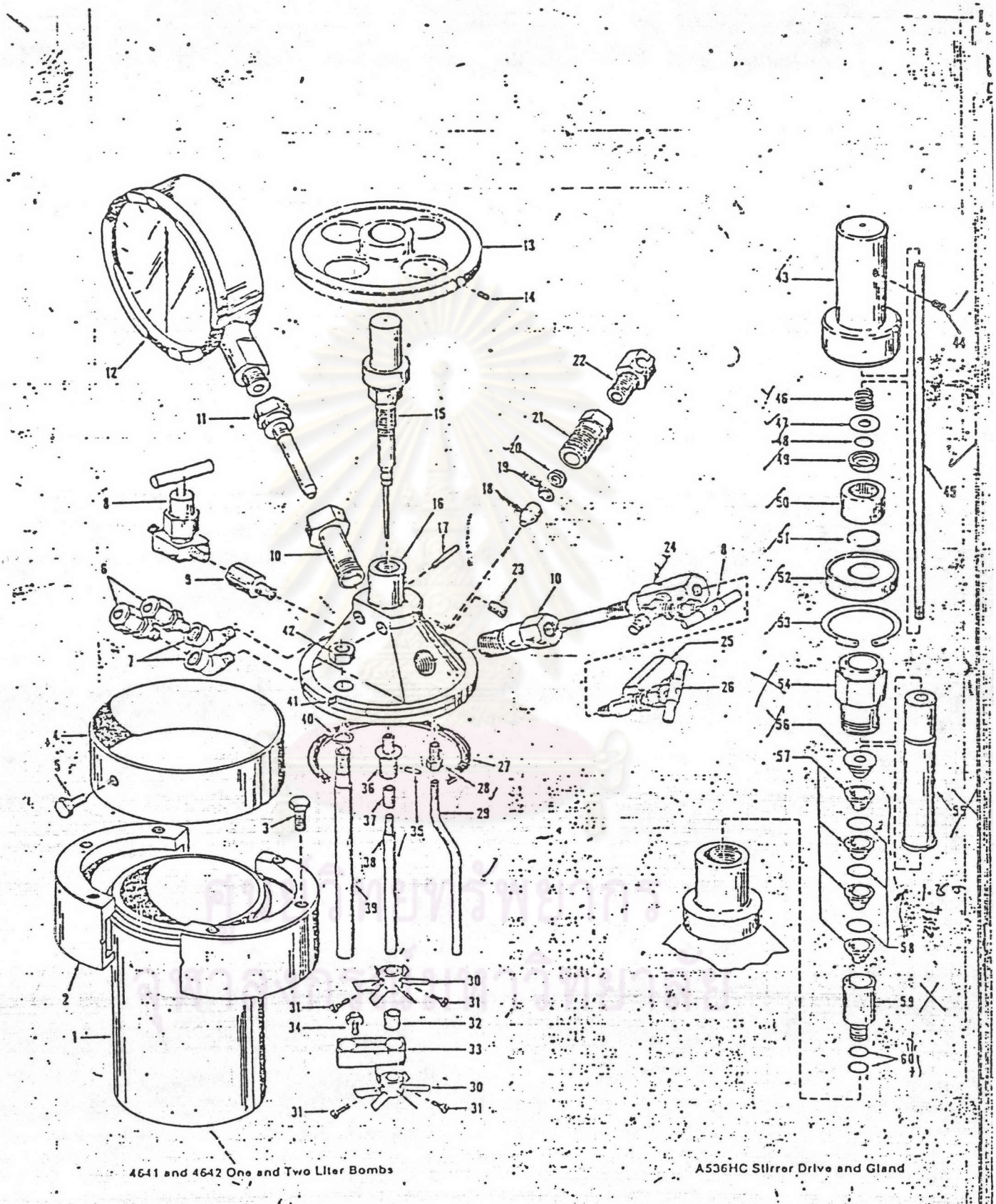
เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการรีดิวส์ตัวเร่งปฏิกิริยา

เครื่องปฏิกรณ์นี้ทำด้วยท่อสเตนเลส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 1.27 ซม.



รูปที่ 3.1 ภาพลักษณะภายในเตาอบและเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบแพคเบด
ที่ใช้ในการรีดิวซ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์เคมีที่ใช้ในการลังเคราะห์

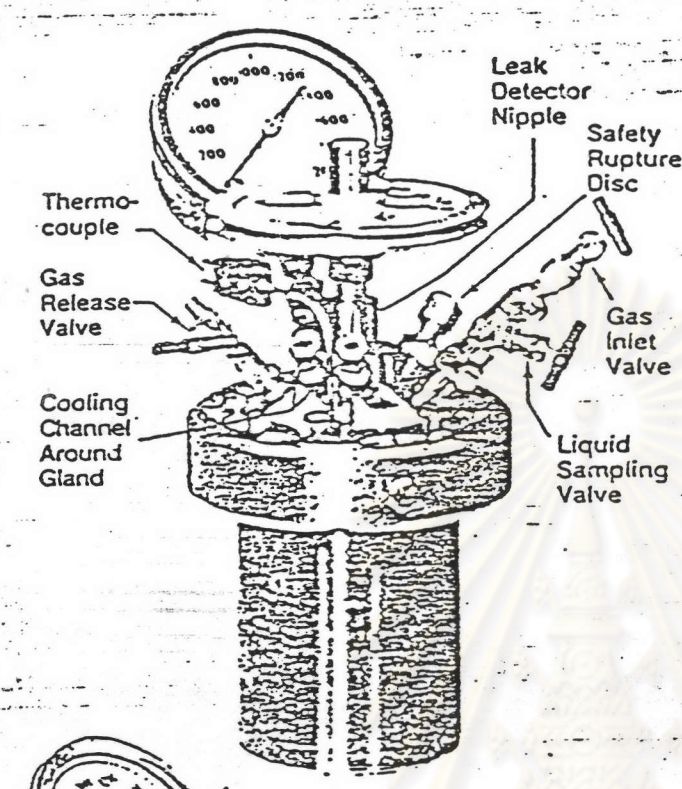
และเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน ๐.94 ซม. ยาว 25 ซม. (รูปที่ 3.2) มีพื้นที่หน้าตัดภายใน ๐.694 ตารางเซ็นติเมตร ด้านล่างเครื่องปฏิกรณ์เคมีติดตะแกรงสเตนเลสขนาด 400 เมช เพื่อทำหน้าที่รองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์เคมีเป็นข้อต่อสเตนเลสสามทาง มีท่อปลายปิดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว เสียบอยู่ภายในเครื่องปฏิกรณ์เคมีไว้สำหรับเสียบเทอร์โมคัปเบิล เพื่ออ่านอุณหภูมิของเบดขณะทำการทดลอง แก๊สขาเข้าจะไหลผ่านท่อทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว ผ่านข้อต่อสเตนเลสสามทางเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา และออกทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์เพื่อทำการรีดิวส์แบบแพคเบด

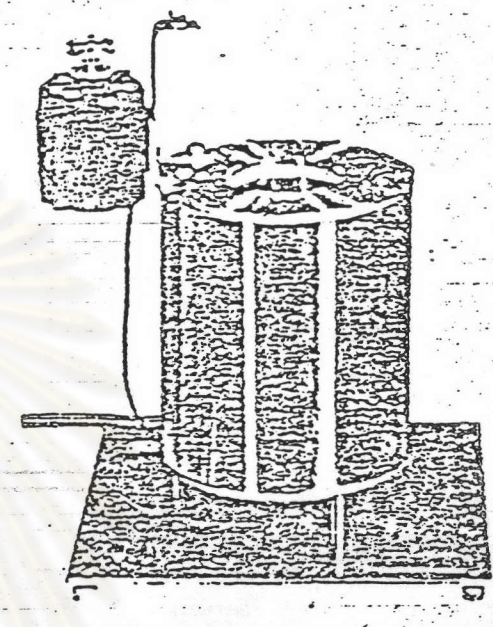
เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊สทำจากบิวเรตต์ (burette) เนื่องจากมีขีดบอกปริมาตรที่แน่นอน นำมาต่อเข้ากับแก้วสามทางรูปตัววาย (y) ด้านหนึ่งต่อเข้ากับบิวเรตต์ อีกด้านหนึ่งต่อกับท่อแก๊สขาออก และด้านสุดท้ายต่อกับลูกยางที่มีแชมพูบรรจุอยู่ภายใน เพื่อบีบลูกยางแก๊สจะไหลผ่านชั้นของแชมพู เกิดเป็นฟิล์มของแชมพูไหลเข้าสู่บิวเรตต์ จับเวลาของฟิล์มตามปริมาตรที่กำหนด ก็จะทราบอัตราการไหลของแก๊สขาออก

เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์

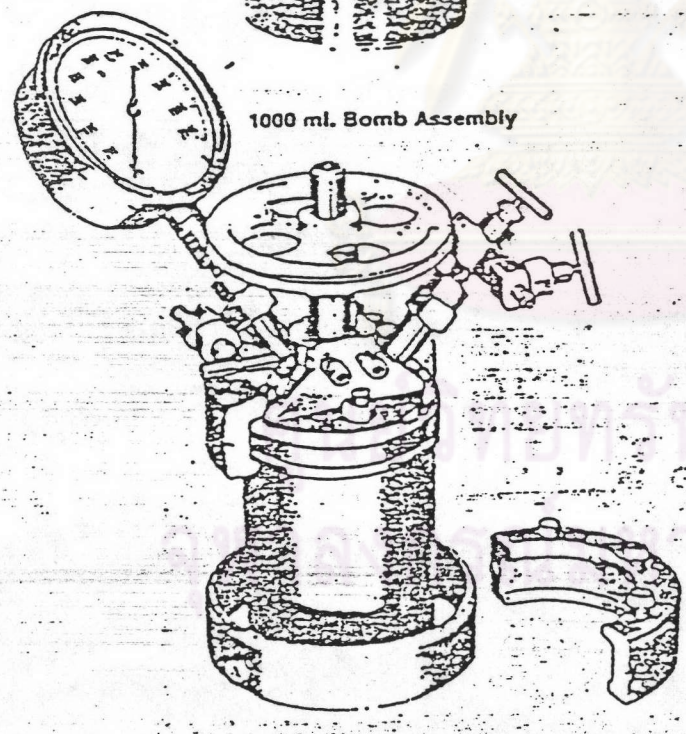
เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ทำด้วยแก้วรูปตัวยู (U) ภายในบรรจุปรอทหล่อทับหลอดแก้วด้วยเรซิน เพื่อให้สามารถทนความดันได้สูงๆ ด้านหลังมีขีดบอกความสูงของปรอท เมื่อแก๊สไหลผ่านท่อที่บรรจุทรายไว้ภายใน จะเกิดความดันลด ทำให้เกิดความแตกต่างของความสูงของปรอท จะสามารถบอกอัตราการไหลของแก๊สได้เมื่อทำการทดสอบเปรียบเทียบไว้กับเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

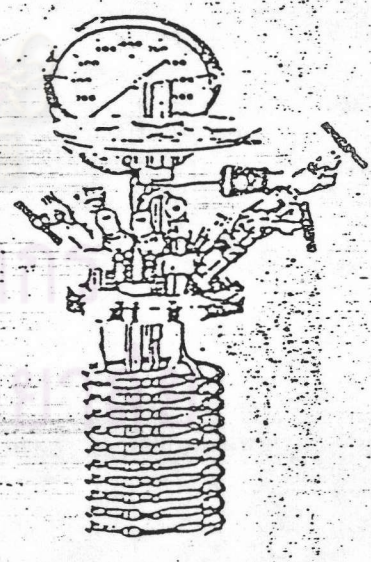




Attach Motor to Mounting Stud on Heater Shell

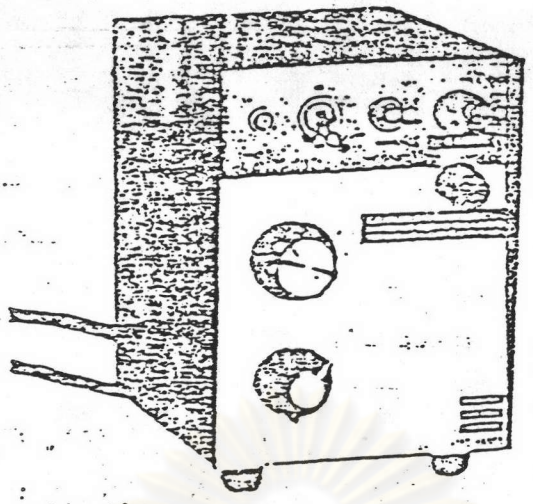
1000 ml. Bomb Assembly





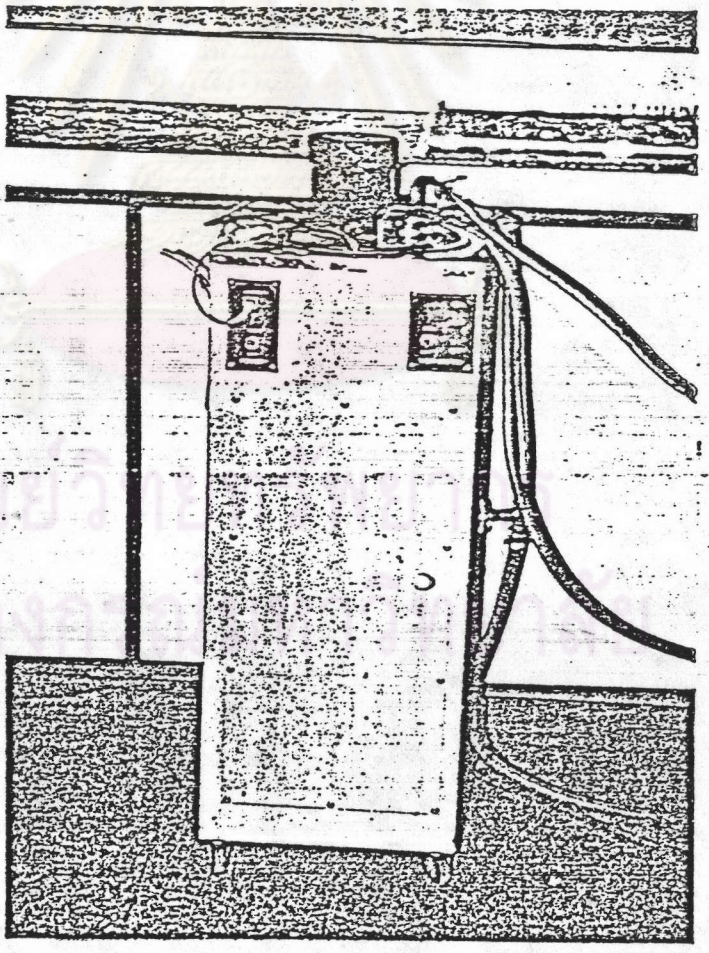
1000 ml. Bomb with Split Ring Partially Removed

รูปที่ 3.3 ภาพส่วนประกอบของเครื่องปฏิกรณ์เคมี



3.4

รูปที่ 3.4 เครื่องปรับความเร็วรอบ



รูปที่ 3.5 เครื่องทำน้ำเย็น

3.5

เครื่องปฏิกรณ์เคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ (รูปที่ 3.3)

เป็นเครื่องปฏิกรณ์แบบเครื่องหมุนปั่นกวนความดันสูงรุ่น 4521ของบริษัทพาร์ (Parr Instrument Company) เครื่องปฏิกรณ์นี้สามารถทำงานถึงความดัน 2000 ปอนด์ ต่อตารางนิ้วเกจ (PSIG) และประกอบด้วยบอมบ์ทรงกระบอกทำด้วยเหล็กไร้สนิม 316 ขนาด 1 ลิตร, ฝาครอบ, เครื่องให้ความร้อน, ขดลวดหล่อเย็นด้วยน้ำ พร้อมทั้งใบพัดกวนชนิด 2 ชั้น ชั้นบนเป็นแบบโพรเพลเลอร์ (Propeller) ชั้นล่างสร้างขึ้นเองเป็นแบบ อิมเพลเลอร์ (Impeller) ชนิด 6 ใบกวน ซึ่งสามารถปรับความเร็วรอบได้ตั้งแต่ 0 - 1000 รอบต่อนาที

เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน

เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนที่ใช้เป็นแบบท่อสองชั้น (double-pipe heat exchanger) โดยท่อชั้นนอกเป็นท่อทองแดงเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/8 นิ้ว สำหรับให้แก๊สร้อนผ่าน ท่อทั้งสองยาว 35 ซม. ด้านล่างของเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนจะต่อด้วยข้อต่อสามทาง ด้านล่างสุดปะติดด้วยขวดแก้วก้นตัด สำหรับเก็บผลิตภัณฑ์ที่กลั่นตัวเป็นของเหลว ซึ่งส่วนใหญ่เป็นน้ำ และไฮโดรคาร์บอนหนัก

จุดเก็บตัวอย่างแก๊ส

จุดเก็บตัวอย่างแก๊สมี 2 แห่ง คือจุดเก็บตัวอย่างแก๊สร้อนและจุดเก็บตัวอย่างแก๊สเย็น ท่อที่ออกจากเตาอบ, ตัวกรองแก๊ส, วาล์วไมโคร และจุดเก็บตัวอย่างแก๊สร้อนจะถูกพันด้วยลวดความร้อน เพื่อรักษาอุณหภูมิของแก๊สให้อยู่ระหว่าง 180°-190°ซ ซึ่งควบคุมด้วยเครื่องปรับความต่างศักย์ไฟฟ้า (voltage regulator) วาล์วไมโครนอกจากจะช่วยปรับอัตราการไหลของแก๊สในเตาปฏิกรณ์เคมีแล้ว ยังช่วยลดความดันของแก๊สขาออกให้เท่ากับความดันบรรยากาศ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดอันตรายต่อผู้ทำการทดลองขณะเก็บตัวอย่างแก๊ส

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I10390661

จุดเก็บตัวอย่างแก๊สร้อน ทำด้วยข้อต่อสี่ทาง ด้านบนและล่างต่อเข้ากับท่อแก๊ส ด้านข้างด้านหนึ่งต่อกับท่อปลายปิดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/6 นิ้ว ยาว 6 นิ้ว ไว้สำหรับเสียบเทอร์โมคัปเปิล ส่วนอีกด้านหนึ่ง ติดแผ่นเซ็พตัม (septum) ซึ่งจะทำหน้าที่กั้นแก๊สไม่ให้รั่วออกมาขณะใช้เข็มเก็บแก๊สตัวอย่าง

จุดเก็บตัวอย่างแก๊สเย็น จะเป็นท่อยางหนา ต่ออยู่กับท่อทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว ที่ออกมาจากเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน ท่อยางจะมีลักษณะพิเศษเหมือนเซ็พตัม คือ เมื่อดึงเข็มเก็บแก๊สตัวอย่างออกมาแล้ว รูที่เกิดจากการเก็บตัวอย่างแก๊สจะปิดสนิทไม่เกิดการรั่วของแก๊ส

ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลองนี้ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กหลอมของบริษัทไอซีไอ (Imperial Chemical Industries Lim.) ชนิด ICI 35-4 ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แอมโมเนีย มีคุณสมบัติดังนี้

ความหนาแน่น (He) 4.9×10^{3} กก.ม$^{-3}$

(Hg) 4.5×10^{3} กก.ม$^{-3}$

ปริมาตรรูพรุน (pore volume) 2×10^{-5} ม.^{3}กก.$^{-1}$

องค์ประกอบทางเคมี

K_2O	0.8 %
CaO	2.0 %
MgO	0.3 %
Al_2O_3	2.5 %
SiO_2	0.4 %
TiO_2, ZrO_2, V_2O_5	Trace

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้จะนำมาบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 250 เมซ ซึ่งจะได้ขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยกว่า 61 ไมครอน

ตัวกลางของเหลว (Liquid medium)

ตัวกลางของเหลวที่ใช้ในการกระจายตัวเร่งปฏิกิริยาในขณะทดลองเป็นชนิดไขโพลีเอธีลีน (Polyethylene wax) ของบริษัท อัลลายเคมิคอล จำกัด (Allied Chemical Co.) มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวของโพลีเมอร์เชิงเดี่ยว (Homopolymers) มีคุณสมบัติดังนี้

จุดหลอมตัว (Softening point) (ASTM E-28)	106	°ซ (222° ฟ)
ค่าความแข็ง (Hardness) (ASTM D-5)	3.5	เดซิมิลลิเมตร
ความหนาแน่น (ASTM D-1505)	0.92	กรัม / ซม.
ความหนืด (Viscosity) ที่ 140 °ซ	200	เซ็นติฟอยส์ (cps)

การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

การวิเคราะห์แก๊สขาเข้าและแก๊สผลิตภัณฑ์ จะวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟพี่ (Gas Chromatography) โดยเก็บตัวอย่างจากจุดเก็บตัวอย่างแก๊สทั้งสองจุด การเก็บตัวอย่างแก๊สจากจุดเก็บตัวอย่างแก๊สร้อน จะใช้เข็มเก็บแก๊สที่พันด้วยฉนวนกันความร้อน และอบให้เข็มมีอุณหภูมิประมาณ 180 °ซ ขณะเก็บแก๊สตัวอย่างที่ร้อนทั้งเข็มและแก๊สจะมีอุณหภูมิเดียวกันคือ ประมาณ 180 °ซ นำแก๊สที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟพี่ GOW MAC รุ่น Serie 750 ที่มีตัวตรวจจับแบบ FID (รูปที่ 3.6) เพื่อวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ไฮโดรคาร์บอน ฉนวนกันความร้อนที่พันเข็มไว้จะช่วยรักษาอุณหภูมิของแก๊สตัวอย่างไว้ได้นานพอที่จะนำไปวิเคราะห์โดยไม่เกิดการกลั่นตัวของไฮโดรคาร์บอนหนัก ซึ่งการวิเคราะห์จะต้องกระทำอย่างรวดเร็ว

รูปที่ 3.6 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีแบบ FID

รูปที่ 3.7 เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีแบบ TCD

การเก็บตัวอย่างจากจุดเก็บตัวอย่างแก๊สเย็น จะสามารถใช้เข็มเก็บตัวอย่างแบบธรรมดาได้ เนื่องจากอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง แก๊สตัวอย่างที่เก็บครั้งแรกจะนำไปวิเคราะห์แก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์, แก๊สไฮโดรเจน, แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ เป็นต้น ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟฟี่ GOW MAC รุ่น Series 150 ที่มีตัวตรวจแบบ TCD (รูปที่ 3.5) สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟฟี

	เครื่อง GOW MAC Series 150		เครื่อง GOW MAC
	ด้าน A	ด้าน B	Series 750
สารตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้	CO , H_2	CO_2, H_2O	ก๊าซไฮโดรคาร์บอน
ชนิดของตัวตรวจ(Detector)	TCD(2)	TCD	FID
ชนิดของคอลัมน์	MS 5A (80/100)	Porapak Q (80/100)	20% DC-200 on Chromosorb-P(80/100)
ขนาดและความยาวของคอลัมน์	1/8" x 3m(SS)	1/8" x 3m(SS)	1/8" x 1.1 m(SS)
ชนิดของก๊าซหา(Carrier gas)	Ar	Ar	N_2
อัตราการไหลของก๊าซหา(ซม.^{3}/นาที)	30	30	30
ขนาดของสารตัวอย่าง(ซม^3)	1	1	1
อุณหภูมิตัวฉีด(Injector)(^{o}ซ)	60	60	50
อุณหภูมิตัวตรวจ(^{o}ซ)	80	80	110
กระแสไฟฟ้าสำหรับ TCD (มิลลิแอมป์)	80	80	-

(1) TCD = Thermalconductivity detector

(2) FID = Flameionization detector

ลำดับขั้นตอนในการทดลอง

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ทำการบดตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กหลอมให้ละเอียดและนำเข้าเครื่องบดแบบลูกกลิ้ง (Roller mill) เพื่อบดให้ละเอียดก่อนนำมาร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 250 เมช ซึ่งจะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดเล็กกว่า 61 ไมครอน

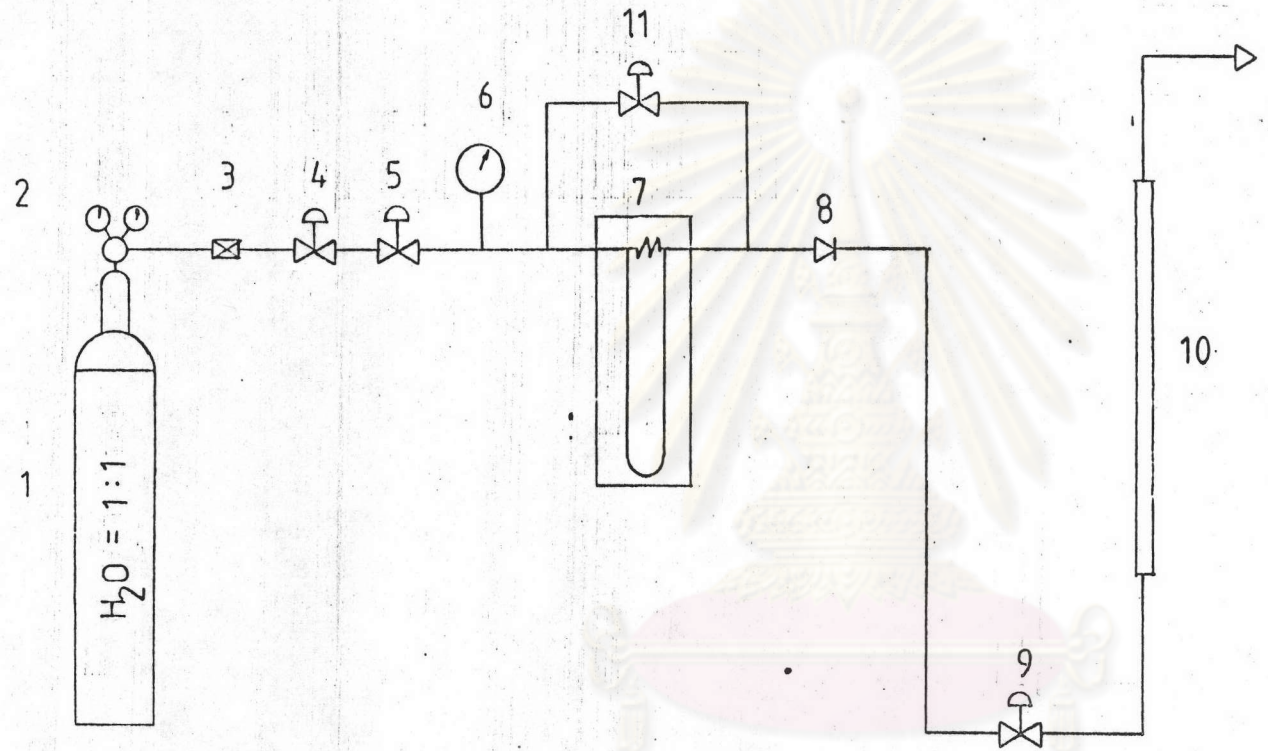
การคาลิเบรทเครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์

เพื่อหาความสัมพันธ์ของอัตราการไหลของแก๊สสังเคราะห์ที่มีอัตราส่วนไฮโดรเจนต่อคาร์บอนมอนนอกไซด์เท่ากับ 1:1 กับความแตกต่างของความสูงของปรอทที่สภาวะความดันของการทดลอง

แผนภาพของเครื่องมือขณะทำการคาลิเบรทแสดงในรูป 3.7 การคาลิเบรทจะทำที่ความดัน 10 บรรยากาศ โดยการปรับวาล์วทั้ง 4 ตัวในภาพ แก๊สที่ไหลผ่านมาโนมิเตอร์ จะมีความดันตามที่อ่านได้จากเกจ์วัดความดัน ขณะที่แก๊สไหลผ่านชั้นทรายในท่อจะเกิดความดันลดขึ้นในหลอดแก้วตัวยู อ่านความแตกต่างของระดับความสูงของปรอท และวัดอัตราการไหลของแก๊สขาออกจากมาโนมิเตอร์ด้วยเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส ซึ่งเป็นอัตราการไหลที่ความดันบรรยากาศ

การรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กหลอม

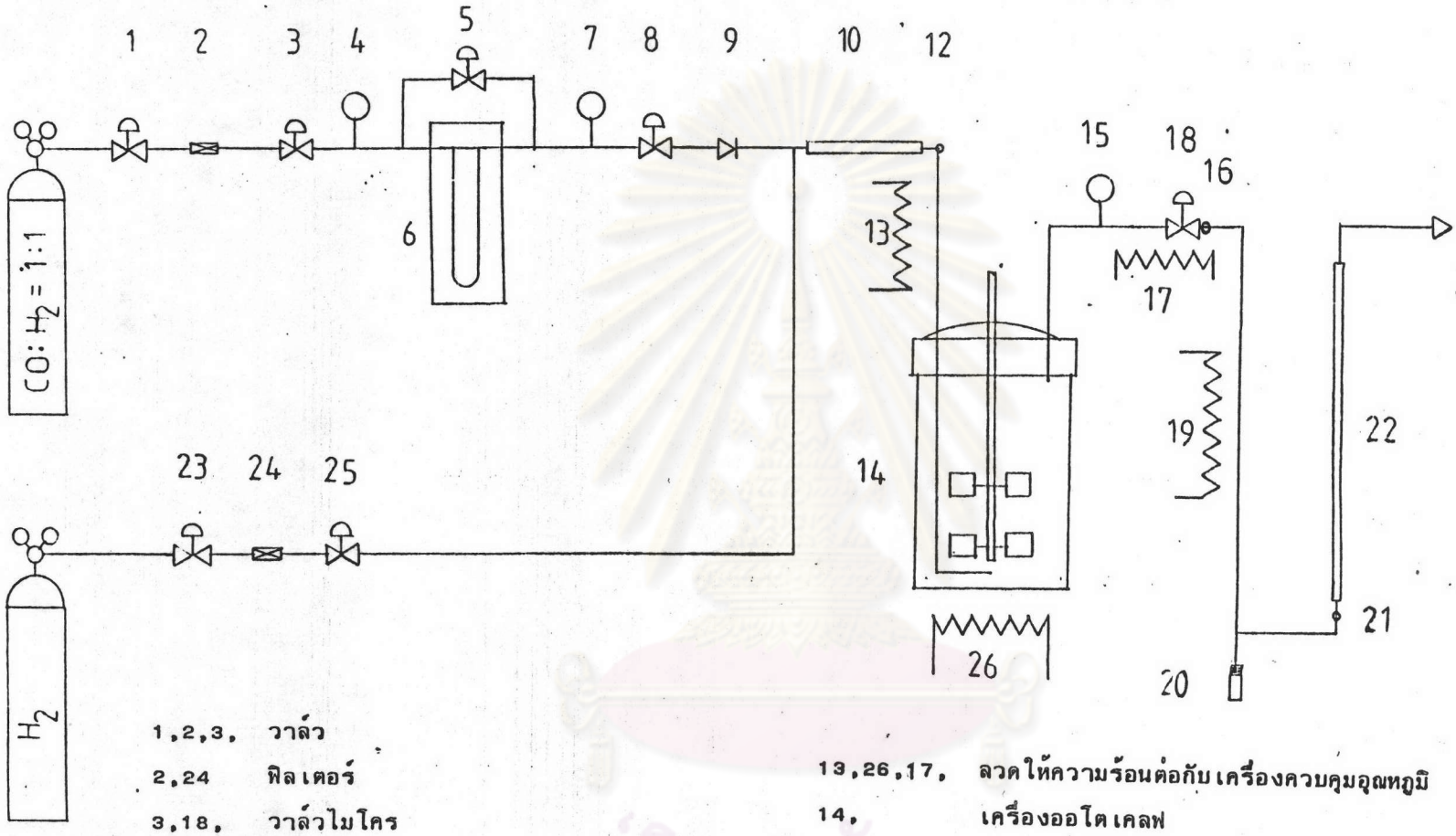
ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งทำการบดและร่อนแล้ว 42.857 กรัมใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งซึ่งใช้ในการรีดิวซ์ ทำการต่อข้อต่อทางเข้าและทางออกของแก๊สในเตาอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ใส่เทอร์โมคัปเปิลเพื่อใช้ในการวัดอุณหภูมิของเบดและต่อเชื่อมกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้ายังตัวเร่งปฏิกิริยาแล้ว



1. ถังก๊าซผสม H_2 : CO = 1:1
2. เครื่องควบคุมความดัน
3. ตัวกรองฝุ่น
4. วาล์วเข็ม
5. วาล์วละเอียด
6. เกจ์วัดความดัน
7. เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์
8. วาล์วกันก๊าซไหลกลับ
9. วาล์วไมโคร
10. เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ
11. วาล์วละเอียด

รูปที่ 3.8 แผนภาพของเครื่องมือในการทำคาลิเบรทอัตราการไหล

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1,2,3, วาล์ว

2,24 ฟิลเตอร์

3,18, วาล์วไมโคร

4,7,16, เกจความดัน

5,8,25, วาล์วเข็ม

6, เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์

9, วาล์วกันการไหลย้อน

10, ตัวจับความชื้นด้วยไมเลคคิวลาร์ซีฟ

12, จุดเก็บตัวอย่างแก๊สขาเข้า

13,26,17, ลวดให้ความร้อนต่อกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

14, เครื่องออโตเคลฟ

16, จุดเก็บตัวอย่างแก๊สร้อน

19, เครื่องระบายความร้อนแบบท่อ 2 ชั้น

20, ตัวดักของเหลว

21, จุดเก็บตัวอย่างแก๊สเย็น

22, เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

รูปที่ 3.9 แผนภาพแสดงเครื่องมือในการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เริ่มให้ความร้อนช้า ๆ จนกระทั่งอุณหภูมิขึ้นถึง 400 องศาเซลเซียส ในเวลา 4 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้อีก 6 ชั่วโมง จึงสับเปลี่ยนเอาแก๊สไฮโดรเจนเข้าไปแทน และเริ่มรีดิวซ์ที่ความดันบรรยากาศที่อุณหภูมิ 400-435 องศาเซลเซียสที่ความเร็วเชิงสเปซของไฮโดรเจน 1000 ต่อชั่วโมงเป็นเวลา 4 วัน แล้วปล่อยให้เย็นลงภายใต้บรรยากาศของไฮโดรเจน

การดำเนินการทดลอง

ชั่งไขโพลีเอธีลีน 300 กรัม ใส่ลงในบอมบ์ของเครื่องปั่นกวนแล้วตั้งบนเตาไฟฟ้าจนกระทั่งไขละลายที่อุณหภูมิ 106 องศาเซลเซียส แล้วทิ้งไว้จนได้อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส นำตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งทำการรีดิวซ์และปล่อยให้เย็นแล้วมาถ่ายใส่ลงในไขโพลีเอธีลีนเหลวนี้ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

ทำการปิดฝาบอมบ์ ขันให้แน่น นำเข้าเครื่องให้ความร้อน ผ่านแก๊สไนโตรเจนลงไปเพื่อไล่แก๊สอื่นซึ่งเล็ดลอดอยู่เหนือสเลอร์รีของไขและตัวเร่งปฏิกิริยานี้ ให้ความร้อนและการปั่นกวนช้า ๆ ในขณะที่ผ่านแก๊สไนโตรเจนนี้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งจะได้อุณหภูมิ 265 องศาเซลเซียส และอัตราการปั่นกวน 700 รอบ/ นาที แล้วสับเปลี่ยนให้แก๊สสังเคราะห์ผ่านสเลอร์รีที่อัตราการไหลขาเข้า 3 ลบ. ซม./ วินาที ให้แก๊สสังเคาะห์รีดิวซ์คะตะลิสต์ ต่อที่ความดันบรรยากาศอีก 24 ชั่วโมง จึงปรับความดันเป็น 10 บรรยากาศ เริ่มทำการเก็บตัวอย่างข้อมูลทุก ๆ 2 ชั่วโมง โดยปรับอุณหภูมิในช่วง 225-265 องศาเซลเซียส และอัตราการไหลของแก๊สสังเคราะห์ขาเข้าในช่วง 10-40 ลบ.ซม./ 10 วินาที

ในการทดลองนี้ได้ทำการทดสอบการจำกัดของการถ่ายเทมวล (mass transfer limitation) พบว่าเมื่อเปลี่ยนอัตราความเร็วของใบกวนแล้วการแปลงผัน (conversion) ของแก๊สสังเคราะห์ยังคงเดิมไม่เปลี่ยนแปลง