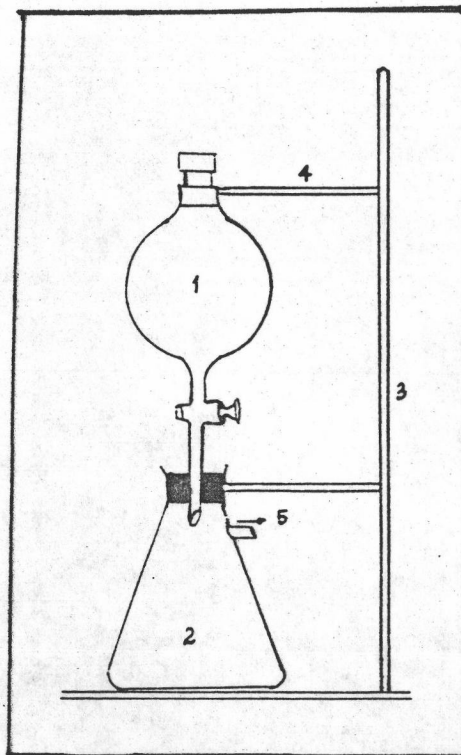


เครื่องมือทดลองและหลักการ

5.1 เครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไนเกิลโดยวิธีซัพ



1. กรวยแยก (Seperating Funnel)
2. ขวดดูด (Suction flask)
3. ขาตั้ง (Stand)
4. มือจับ (Clamp)
5. ทางต่อปั๊มดูด(Suction pump)

รูปที่ 5.1 เครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยวิธีซัพ

ส่วนประกอบที่สำคัญ

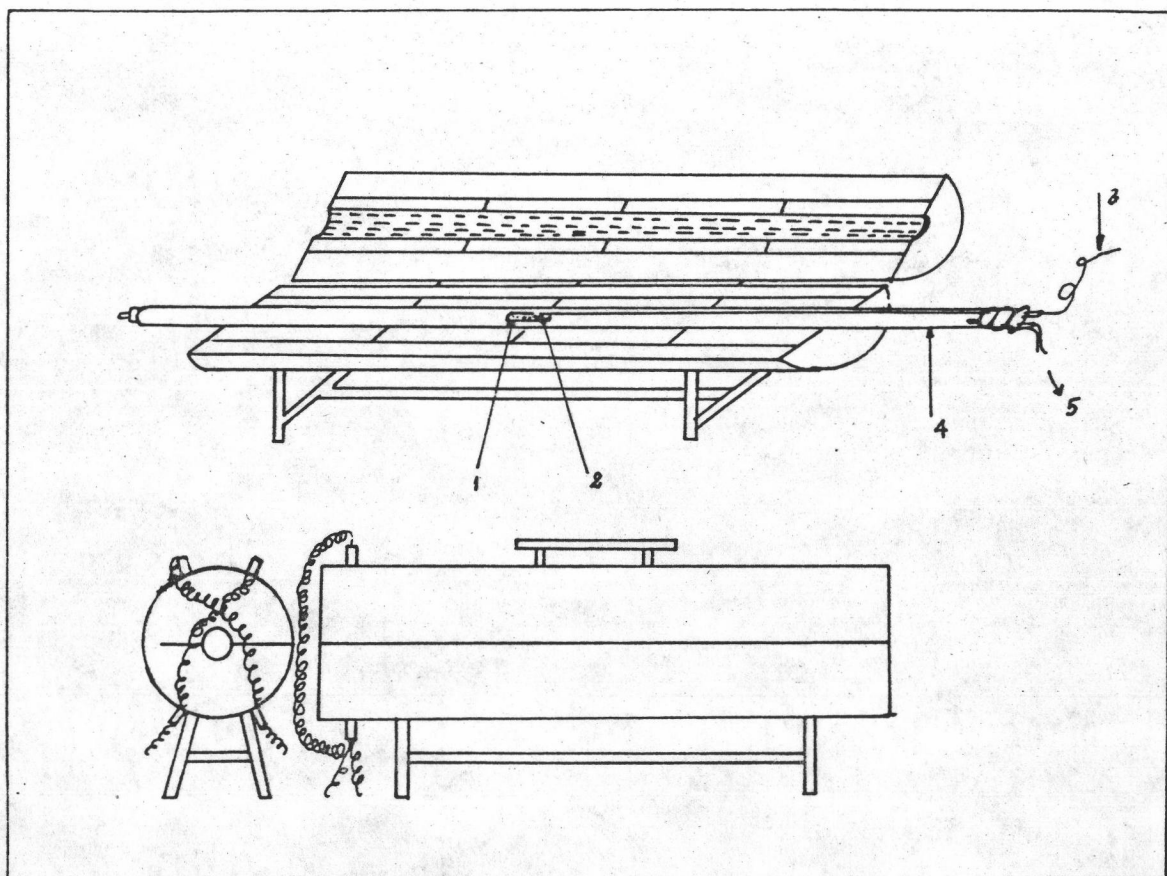
1. กรวยแยกสำหรับเติมสารละลายนิเกิลไนเตรทที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน
2. ขวดดูดสำหรับใส่ตัวรองรับอะลูมินา
- 3, 4 ขาตั้งและมือจับสำหรับยึดกรวยแยกและขวดดูดให้แน่น
5. ทางต่อปั๊มดูดสำหรับดูดอากาศออกจากกรุพูนของตัวรองรับอะลูมินาก่อนเติมสารละลายนิเกิลไนเตรทลงมา

5.2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)

เป็นเครื่องมือที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ ดังแสดงรูปที่ 5.2 รูปร่างเป็นทรงกระบอกสามารถเปิดปิดได้ โครงสร้างเป็นเหล็กอ่อน มีเขารามิกทำเป็นร่องสำหรับวางขดลวดความร้อนขนาด 2000 วัตต์อยู่ภายใน ระหว่างเขารามิกและโครงเหล็กอ่อนมีฉนวนใยแก้วและใยหิน ปลายขดลวดทั้ง 2 ต่อเข้ากับ " วาริแอก " (Variac) ซึ่งเป็นตัวควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนกันให้กับขดลวดตรงกลางของแคลซิเนเตอร์ เป็นรูปกลมสำหรับสอดท่อแก้วควอตซ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นจะวางบนภาชนะรองรับ (Boat) และวางในท่อแก้วควอตซ์ ปลายท่อแก้วควอตซ์ทั้ง 2 ข้างปิดด้วยลูกทำความร้อนข้างหนึ่งเจาะรูเดียวสำหรับผ่านก๊าซไนโตรเจน หรือก๊าซเฉื่อยที่เป็นตัวผ่านก๊าซไนโตรเจน ไดออกไซด์ ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของนิเกิลไนเตรท ส่วนอีกปลายข้างหนึ่งเจาะรู 2 รู รูหนึ่งเป็นทางออกของก๊าซซึ่งต่อเข้ากับเครื่องมือวัดอัตราการไหลของก๊าซ (Bubble flow meter) เพื่อวัดอัตราเร็วของก๊าซไนโตรเจนที่ใช้ ก๊าซที่ผ่านเครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซจะถูกปล่อยทิ้งไป อีกรูหนึ่งเสียบเทอร์โมเวล (Thermoweld) ที่มีเทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) อยู่ข้างใน ปลายสองข้างของเทอร์โมคัปเปิลต่อกับเครื่องอุณหภูมิของเตาแคลซิเนเตอร์

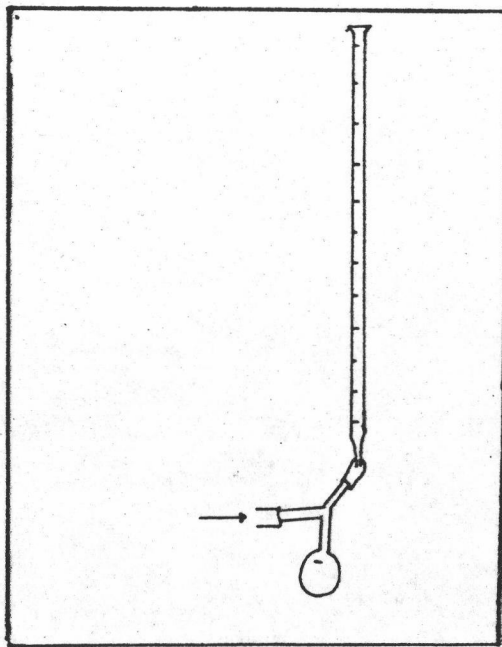
5.2.1 เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ ประกอบด้วยหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตรต่อกับหลอดแก้วรูปตัว Y ด้วยสายยางดังแสดงรูป 5.3 ปลายที่เหลือ 2 ข้าง ปลายหนึ่งต่อกับสายยาง ซึ่งเป็นทางเข้าของก๊าซที่จะวัดอัตราการไหล อีกปลายหนึ่งต่อกับลูกยางซึ่งภายในบรรจุน้ำสบู่ซึ่งจะถูกบีบออกมาขณะวัดอัตราการไหล เกิดเป็นฟิล์ม (Film) ของฟองสบู่ ก๊าซจะพาฟิล์มนี้วิ่งไปในหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตร เมื่อจับเวลาวิ่งของฟิล์มจะรู้อัตราการไหลของก๊าซได้



1. ภาชนะรองรับ
2. ตัวเร่งปฏิกิริยา
3. เทอร์โมคับเปิล
4. ท่อแก้วควอตซ์
5. ท่อที่นำไปต่อเข้ากับเครื่องมือวัดอัตรา การไหลแบบฟอง ก๊าซ

รูปที่ 5.2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง



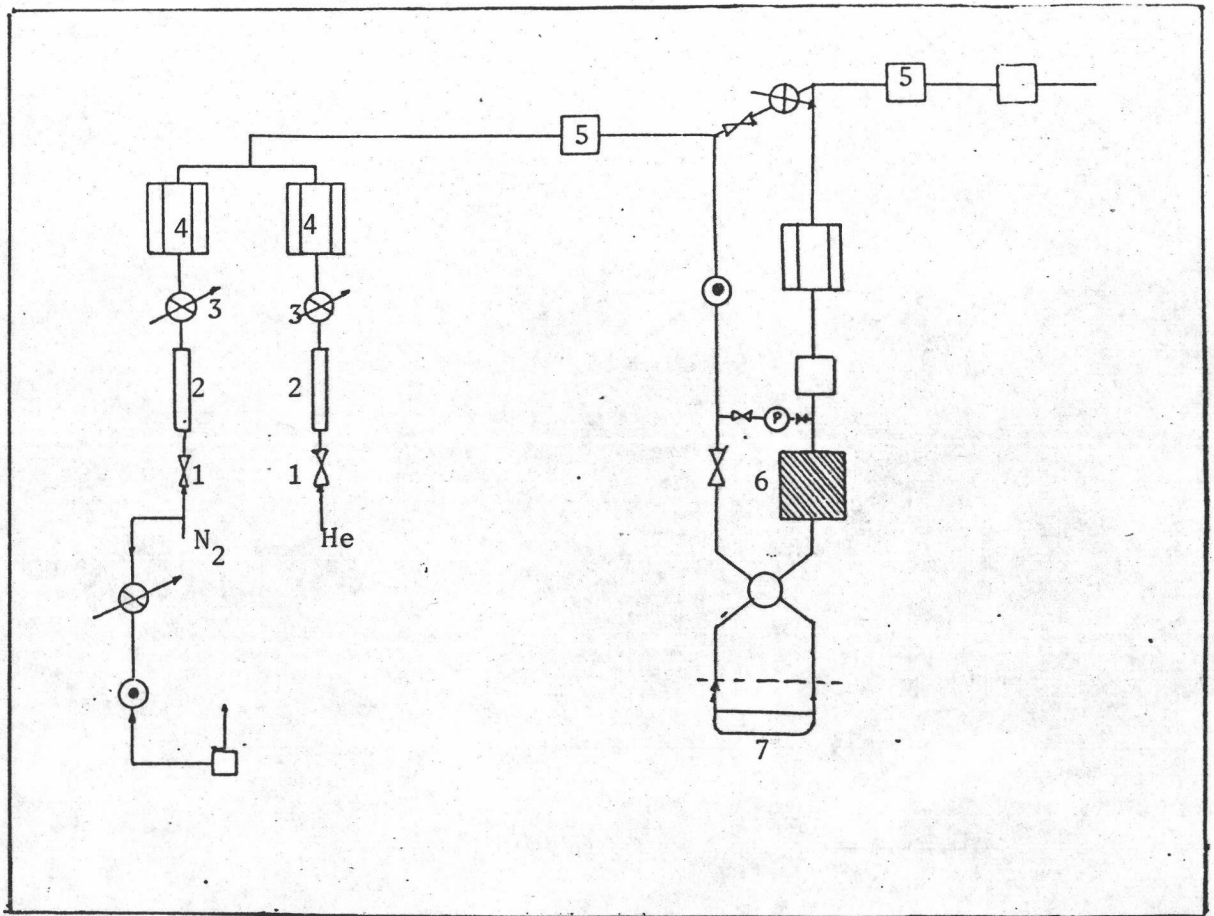
รูปที่ 5.3 เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

5.3 เครื่องมือสำหรับทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

5.3.1 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีเบท

เครื่องมือแสดงในรูปที่ 5.4 และรูปที่ 5.5

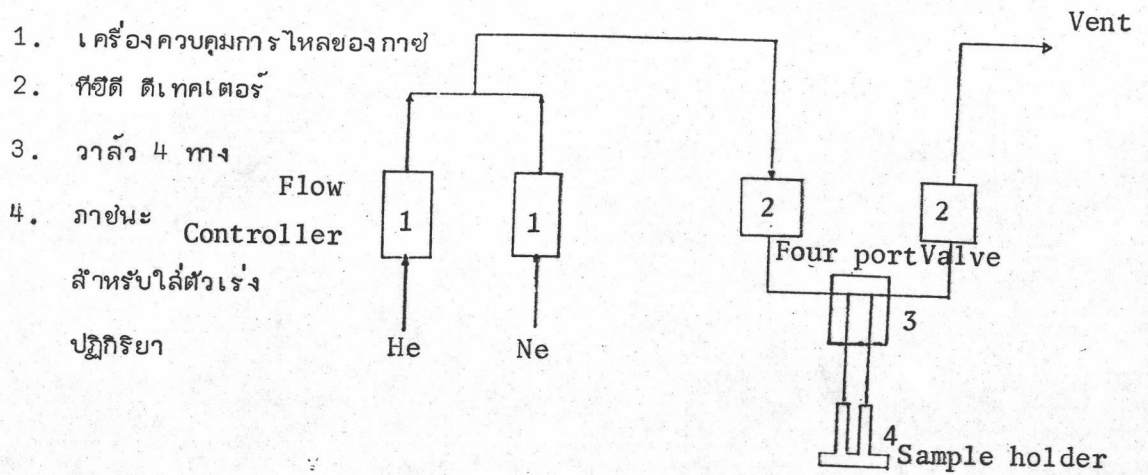
1. ก๊าซไนโตรเจน และก๊าซฮีเลียม
2. ฟิล์ม ดีเทคเตอร์ (TCD Detector) ซึ่งใช้คอลัมน์เปล่า ๆ
ไม่ต้องบรรจุอะไรเลย
3. ภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาไว้ เพื่อหาพื้นที่ผิว ดังแสดงใน
รูปที่ 5.6
4. วาล์ว 4 ทาง (Four port valve)
- 5 ไนโตรเจนเหลว



รูปที่ 5.4 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวแบบ BET

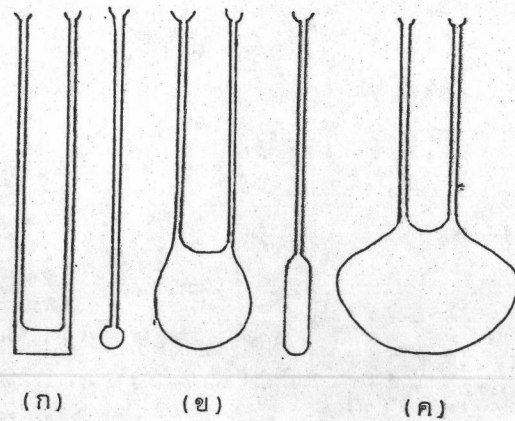
รายละเอียดเกี่ยวกับส่วนประกอบของเครื่องมือของเบท

1. วาล์วสำหรับปิดเปิด
2. โมเลกุลไซฟ และ แอคติเวทคาร์บอน
3. วาล์วสำหรับควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ (วาล์วเข็ม)
4. โรตاميเตอร์
5. ฟลิวด์ ดีเทคเตอร์
6. เครื่องกรอง
7. ภาชนะใส่ตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 5.5 เครื่องมือสำหรับวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวแบบ BET

- ก. แบบเนลเสน (Nelsen)
 ข. แบบเอกเกอร์เสน
 ค. ภาชนะแบบใหญ่



Sample holders (a) Nelscu and Eggertsen (b) and (c) larger holder

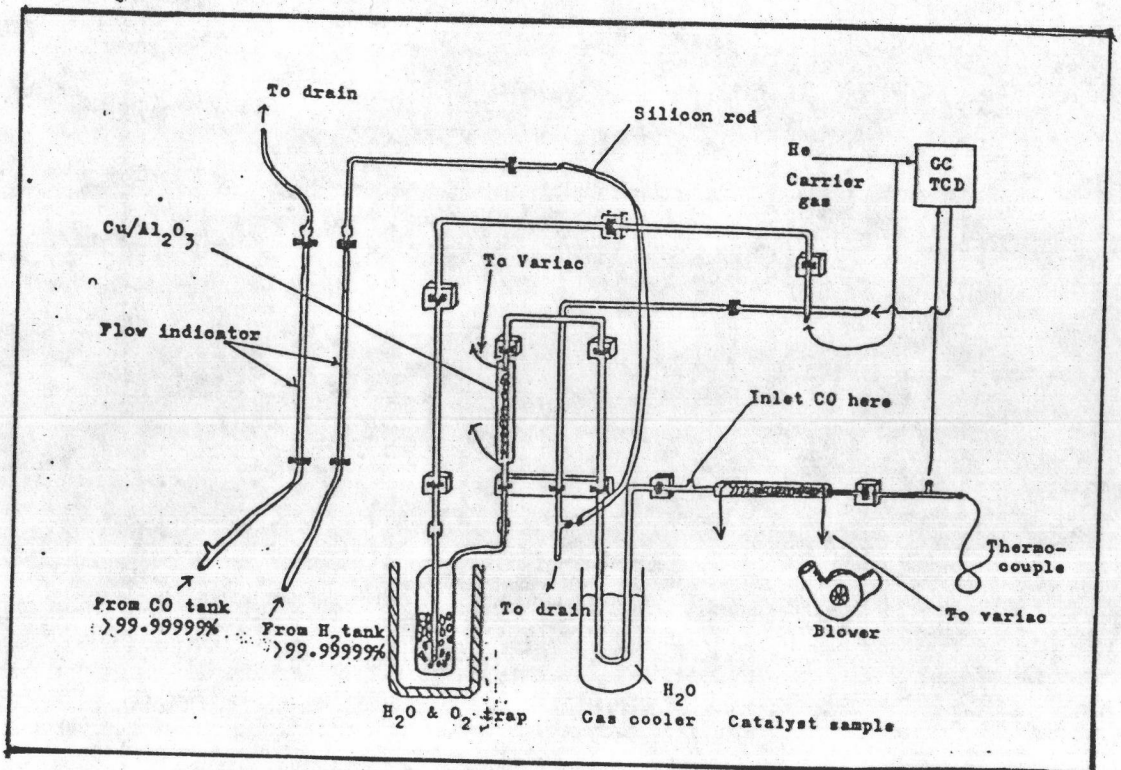
รูปที่ 5.6 ภาชนะสำหรับบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา

5.3.2 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวของโลหะแบบการดูดซับทางเคมีของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์

เครื่องมือที่ใช้ประกอบด้วย

1. หม้อแปลงที่ปรับค่าแรงดันไฟฟ้าได้ (variac) ขนาด 5 แอมแปร์ จำนวน 2 เครื่อง
2. เครื่องเป่าลม (Electric blower)
3. เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซแบบฟองลู่ (bubble flow meter)
4. เครื่องวัดอุณหภูมิที่สามารถวัดได้มากกว่า 600^oซ (Thermocouple)
5. แก๊สโครมาโตกราฟฟี แบบทึซิดี
6. ลวดนำความร้อน (heating coil) 2 เส้น สำหรับให้ความร้อนตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอย่าง และตัวเร่งปฏิกิริยาทองแดง
7. เครื่องอ่านอุณหภูมิ

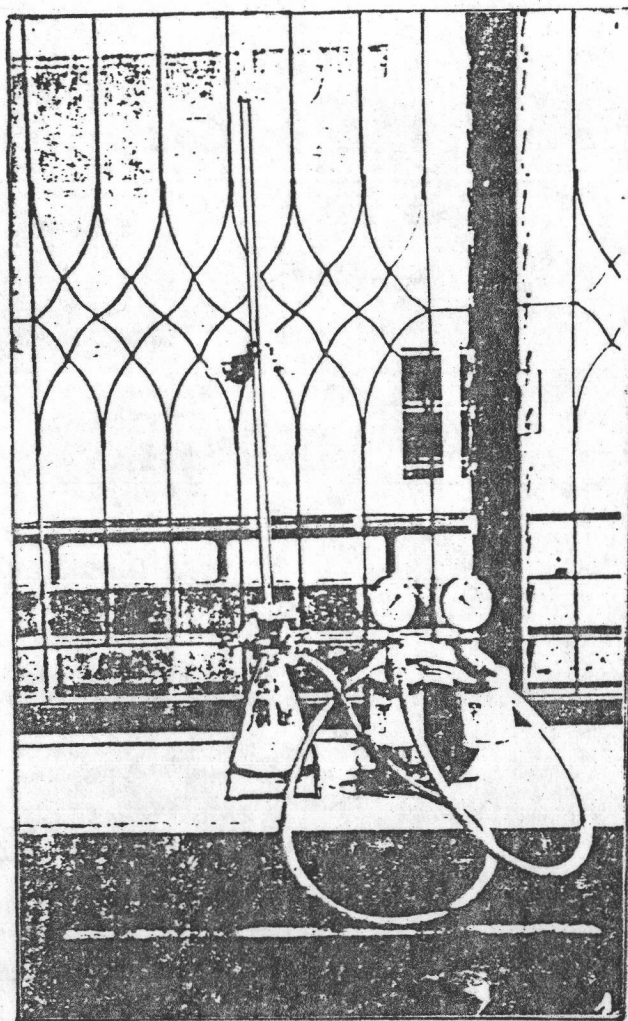
ดังรูปที่ 5.7



รูปที่ 5.7 แสดง เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวโลหะ แบบการดูดซับทางเคมีของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์

5.3.3 เครื่องมือสำหรับหาปริมาตรของรูปทรงของตัวรองรับอะลูมินา

การหาปริมาตรของรูปทรงโดยใช้เครื่องมือคล้ายกับรูป 5.1 แต่แทนที่จะใช้กรวยแยก ใช้โอเวอร์เรตแทน ดังรูปที่ 5.8



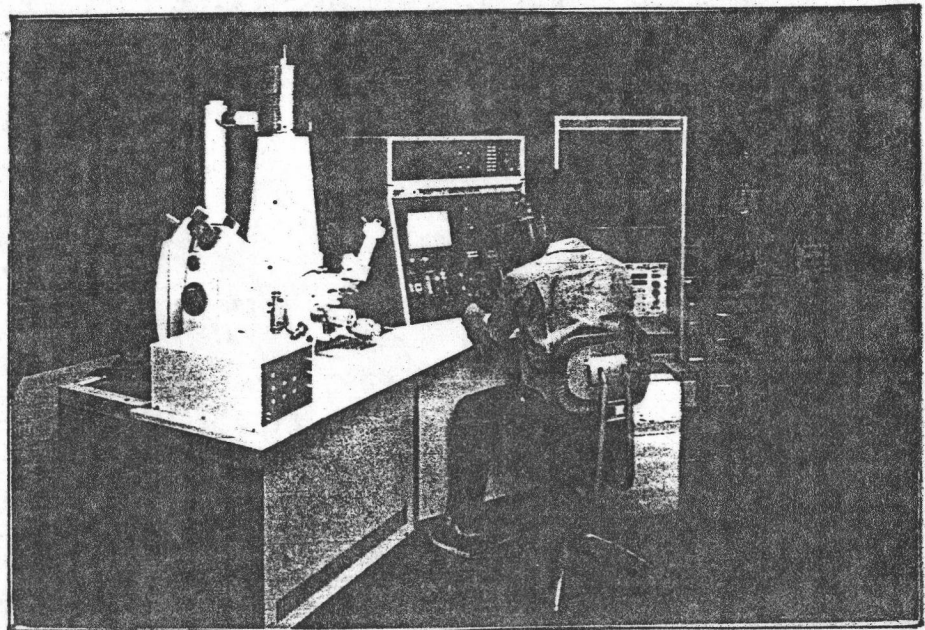
รูปที่ 5.8 เครื่องมือสำหรับหาปริมาตรของรูปทรงของตัวรองรับ

5.3.4 เครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction)

ใช้สำหรับวิเคราะห์หาชนิดของสารประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยา เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันที่ใช้คือ TW 1130/90

5.3.5 เครื่องส่งแกนนิง อีเลคตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope)

ใช้สำหรับหาขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา เครื่องมือแสดงดังรูปที่ 5.9



รูปที่ 5.9 เครื่องส่งแกนนิง อีเลคตรอน ไมโครสโคป

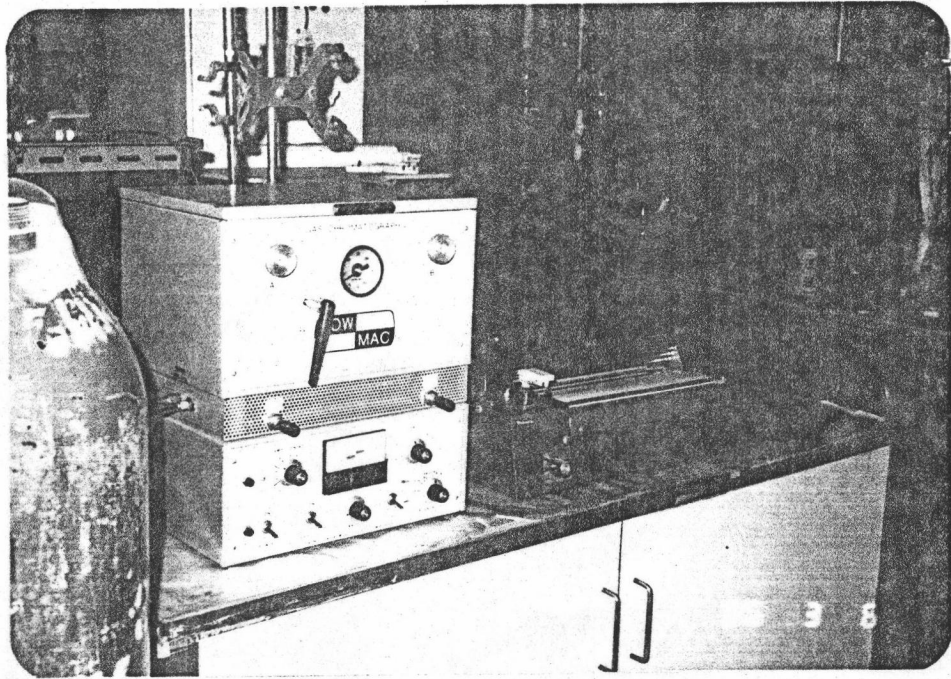
5.4 เครื่องมือวิเคราะห์

5.4.1 เครื่องอะตอมมิก แอ็บซอร์ชัน (Atomic Absorption)

ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณของนิเกิลที่เกาะบนตัวรองรับอะลูมินา เพื่อตรวจสอบตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์ชันที่ใช้คือ โมเดล 951 ของ SAS

5.4.2 เครื่องกาซโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography)

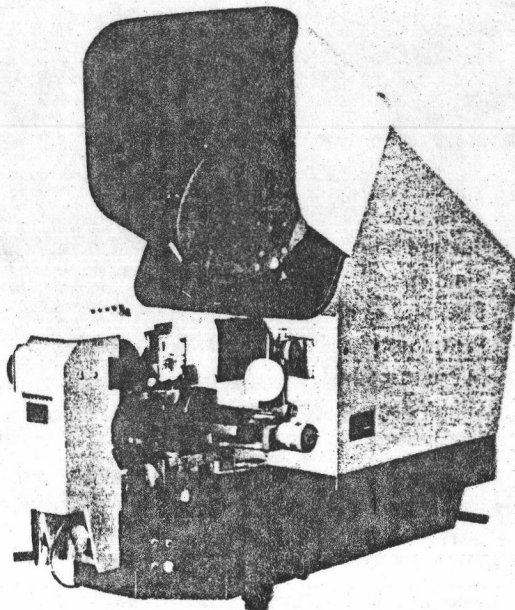
ใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณของกาซที่ใช้ในการทดลองขั้นได้แก่ กาซไฮโดรเจน กาซออกซิเจน กาซคาร์บอนมอนอกไซด์ และน้ำ เครื่องกาซโครมาโตกราฟีที่ใช้คือ TCD GCW MAC SERIES 150 และเครื่องบันทึกสัญญาณ (recorder) ของบริษัท OHGURA จำกัด ดังรูปที่ 5.10



รูปที่ 5.10 เครื่องเครื่องฉายโครมาโตกราฟฟีของบริษัท GOW MAC จำกัด
และเครื่องบันทึกสัญญาณของบริษัท OHGURA จำกัด

5.4.3 เครื่องขยายขนาดวัตถุ (Profile Projector)

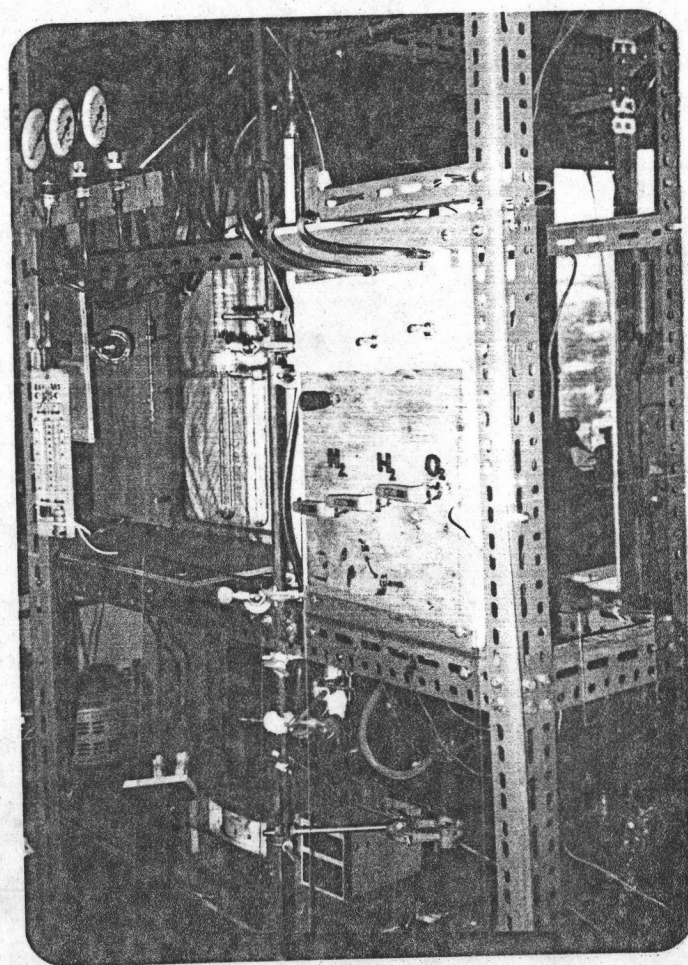
ใช้สำหรับขยายภาพในฟิล์มที่ถ่ายจากเครื่องสแกนนิ่งอีเลคตรอนไมโครสโคป
เพื่อวัดขนาดของพอร์ และการกระจายของโลหะนิเกิลขนาดกำลังขยายสูงสุด 10 เท่า ของ
บริษัท MITUTOYO PH-350 ดังรูปที่ 5.11



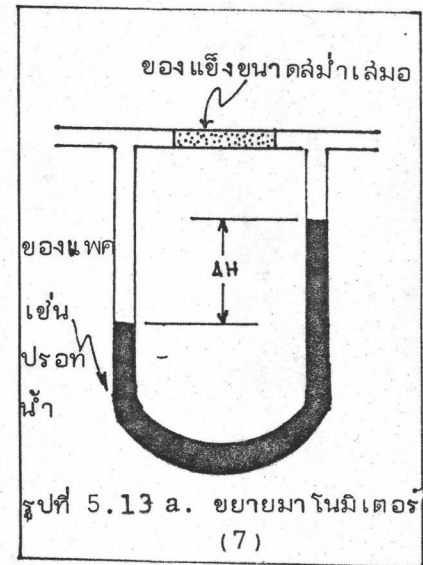
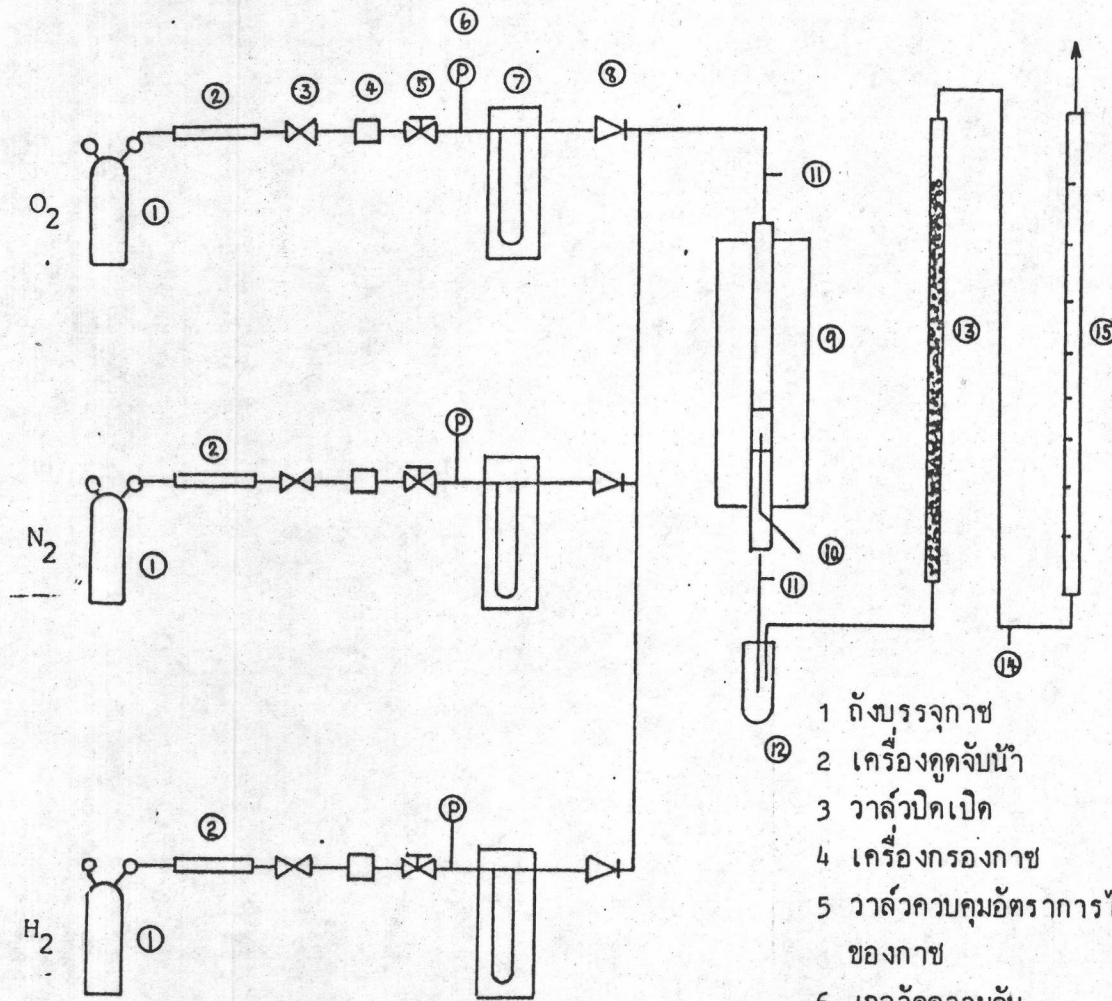
รูปที่ 5.11 แสดงเครื่องขยายขนาดวัตถุ (Profile Projector)

5.5 แผนการทดลองเพื่อทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมขึ้น

5.5.1 การทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมขึ้นเอง 5 ชุด คือ 1% Ni/Al₂O₃, 3% Ni/Al₂O₃, 5% Ni/Al₂O₃, 8% Ni/Al₂O₃ และ 12% Ni/Al₂O₃ เครื่องมือแสดงในรูปที่ 5.11 และ พิจารณาลักษณะต่าง ๆ ของเครื่องมือตามแผนภาพของการไหลเพื่อความสะดวกและง่ายดังรูปที่ 5.12



รูปที่ 5.12 แสดงภาพเครื่องมือทำการทดลอง



รูปที่ 5.13. แสดงแผนภาพทิศทางการไหลของก๊าซในเครื่องมือทำการทดลอง (flow diagram)

- | | |
|--|---|
| 1 ถังบรรจุก๊าซ | 9 เตาปฏิกรณ์เคมี |
| 2 เครื่องดูดจับน้ำ | 10 เครื่องวัดอุณหภูมิ (thermocouple) |
| 3 วาล์วปิดเปิด | 11 จุดเก็บตัวอย่างก๊าซ |
| 4 เครื่องกรองก๊าซ | 12 เครื่องควบแน่นน้ำ |
| 5 วาล์วควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ | 13 เครื่องดูดจับน้ำ |
| 6 เกจวัดความดัน | 14 จุดเก็บตัวอย่างก๊าซ |
| 7 เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซแบบมาโนมิเตอร์ | 15 เครื่องวัดอัตราการไหลของก๊าซแบบฟองสบู่นี (bubble flow meter) |
| 8 เช็ควาล์ว (check valve) | |