บทที่ 4

การทดลอง

4.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

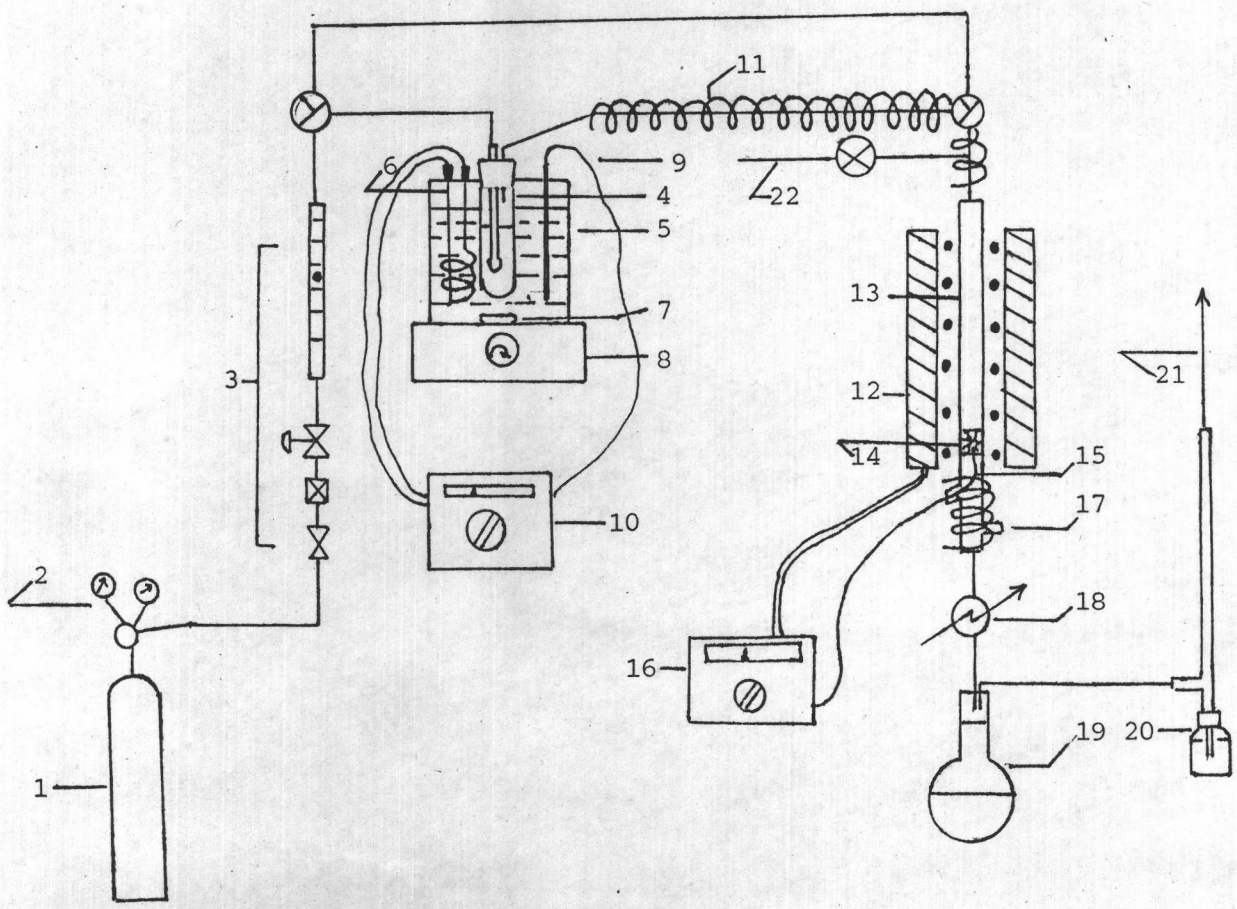
ตัวเร่งปฏิกิริยาวานาโดซิลิเคทที่มี Si/V เท่ากับ 90 ที่ใช้ในการทดลองนี้เตรียมขึ้นโดย รศ.ดร.ปิยะสาร ประเสริฐธรรม แห่งห้องปฏิบัติการวิจัยปิโตรเคมีทางด้านคาตาไลซิส ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับคุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาดูจากภาคผนวก 1ก (7,18)

นำตัวเร่งปฏิกิริยามาอัดเม็ดด้วยความดันคงที่ ลดขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการตัดให้มีขนาดเล็กลงให้ได้ขนาด 7-15 เมช (mesh) โดยร่อนให้อยู่ระหว่างตะแกรงขนาด 6 และ 16 เมช ชั่งน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาให้เท่ากับ 210 มิลลิกรัม บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง (fixed bed reactor)ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 6 มิลลิเมตร โดยในขั้นแรกวางแผ่นใยแก้วบาง ๆ เพื่อรองรับชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วค่อยบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาลงไปวัดความสูงของชั้นเบดเพื่อคำนวณอัตราการไหลของก๊าซที่เข้าตามความเร็วเชิงสเปซที่ต้องการ (ดูภาคผนวก 2ก)

4.2 เครื่องมือในการทดลอง

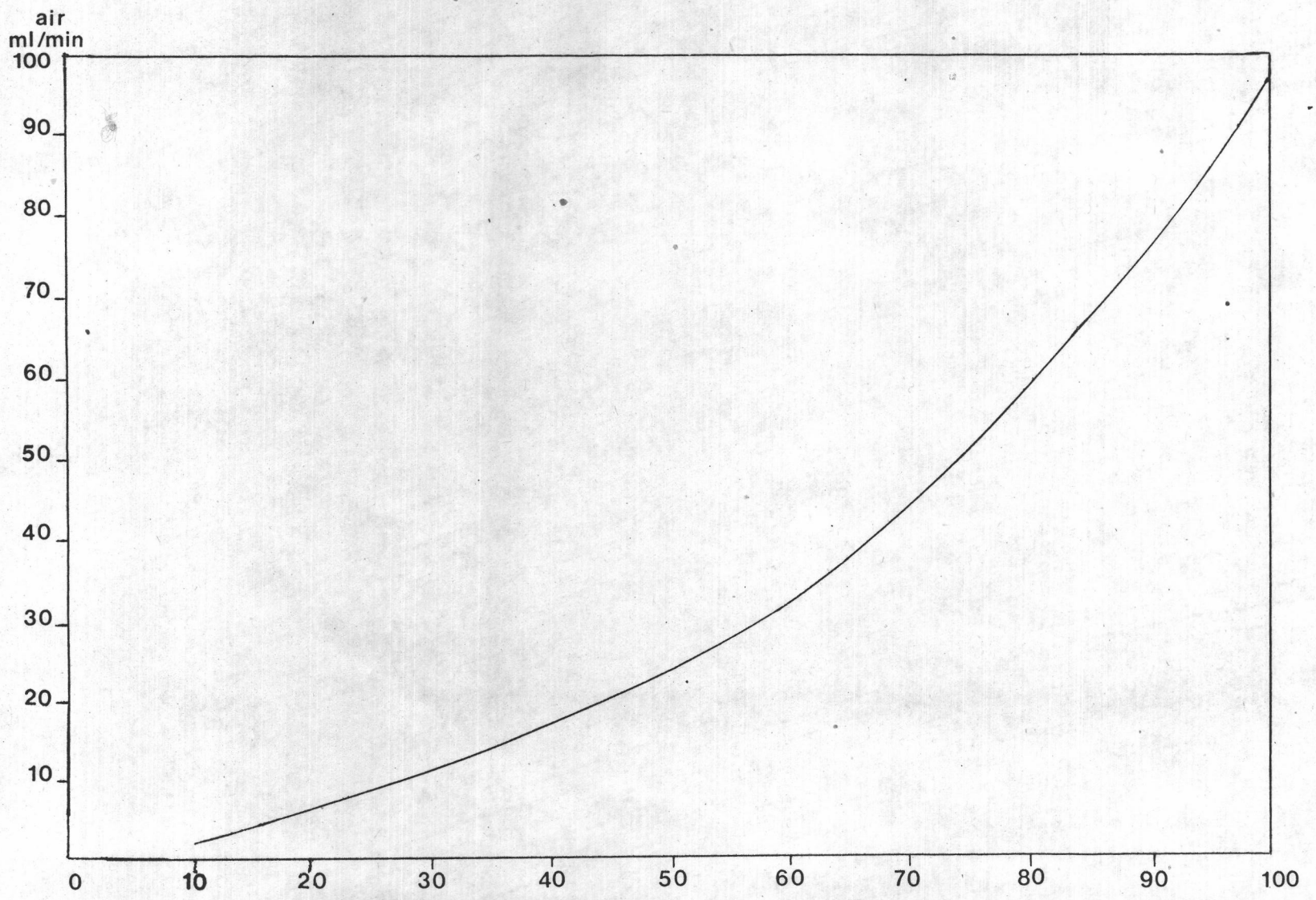
เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองดังรูปที่ 4.1 มีส่วนประกอบใหญ่ ๆ และมีหลักการทำงานดังต่อไปนี้

ก๊าซไนโตรเจน (N_2) เป็นก๊าซตัวพา (carrier gas) ไหลออกจากถัง (หมายเลข 1) ผ่านเครื่องควบคุมความดัน (pressure regulater)(หมายเลข 2) เข้าส่วนควบคุมการไหลของ N_2 (หมายเลข 3) ซึ่งประกอบด้วยวาล์วปิด-เปิด (on-off valve), ตัวกรองฝุ่น (dust filter) ,วาล์วเข็ม (needle valve)และเครื่องวัดอัตราการไหล (flow indicator) ในรูปที่ 4.2 แสดงกราฟการคาริเบรท (calibrate) ของเครื่องวัดสำหรับก๊าซชนิดต่าง ๆ รวมทั้งก๊าซไนโตรเจน ก๊าซไนโตรเจนจะผ่านวาล์ว 3 ทางไปยังหลอดแก้วที่บรรจุเมทานอล (หมายเลข 4) ซึ่งควบคุมความดันย่อยของไอเมทานอลโดยการควบคุมอุณหภูมิของเมทานอลด้วยอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (water bath)(หมายเลข 5) ก๊าซไนโตรเจน



1. ถังแก๊สไนโตรเจน
2. เครื่องควบคุมความดัน
3. เครื่องควบคุมอัตราการไหล
4. หลอดแก้วที่บรรจุสาร เมทานอล
5. อ่างควบคุมอุณหภูมิด้วยน้ำ
6. ขดลวดให้ความร้อน
7. แท่งกวนแบบแม่เหล็ก
8. เครื่องควบคุมการกวนแบบแม่เหล็ก
9,15 เทอร์โมคับเปิ้ล (Thermocouple)
10,16 เครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบ เปิด-ปิด
11. ท่อหุ้มด้วยขดลวดความร้อน
12. เตาปฏิกรณ์
13. เครื่องปฏิกรณ์
14. ชั้น เบดของตัว เร่งปฏิกิริยา
17. ชุด เก็บตัวอย่างของผลิตภัณฑ์
18. เครื่องควบแน่น
19. ขวด เก็บผลิตภัณฑ์ เหลว
20. เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองอากาศ
21. ท่อระบายก๊าซ
22. ท่อสำหรับใช้ปั๊มสาร เคมี

รูปที่ 4.1 แสดงแผนภาพ เครื่องมือทดลองปฏิกิริยา MTG โดย เครื่องปฏิกรณ์ขนาด เล็ก (micro reactor)



ตัวคูณประกอบสำหรับก๊าซต่าง

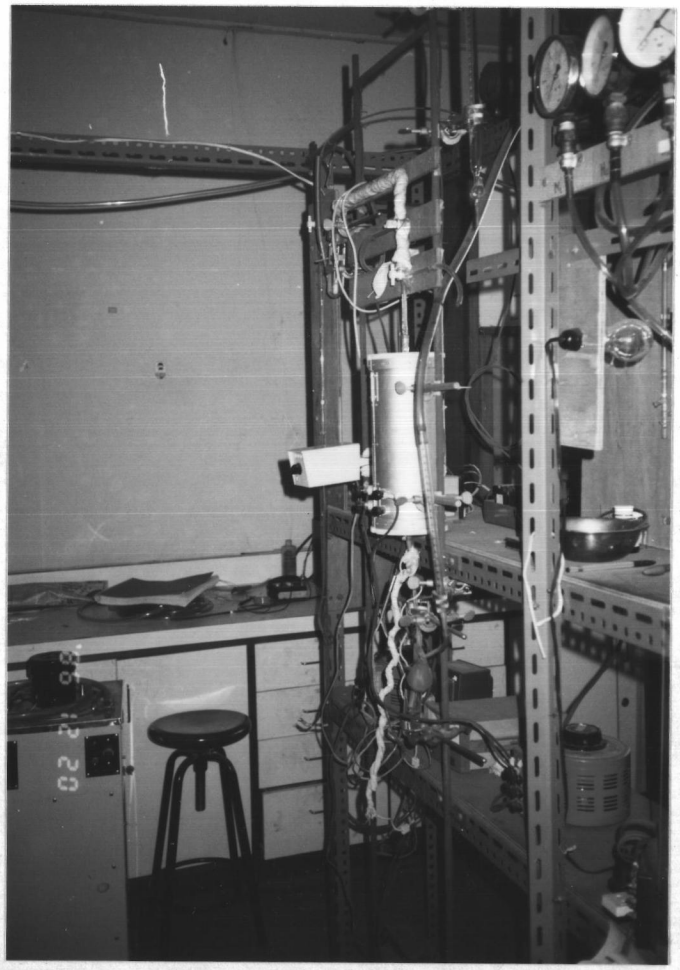
He	:	0.1381
Ar	:	1.379
H_2	:	0.0695
N_2	:	0.968
O_2	:	1.105
CO	:	0.967
NO	:	1.037
HCl	:	1.268
CO_2	:	1.530
N_2O	:	1.538
SO_2	:	2.264
NH_3	:	0.596
C_2H_2	:	0.906
CH_4	:	0.554
C_2H_4	:	0.975
H_2S	:	1.190

รูปที่ 4.2 กราฟการคาริเบรทของเครื่องวัดอัตราการไหลสำหรับก๊าซชนิดต่าง ๆ

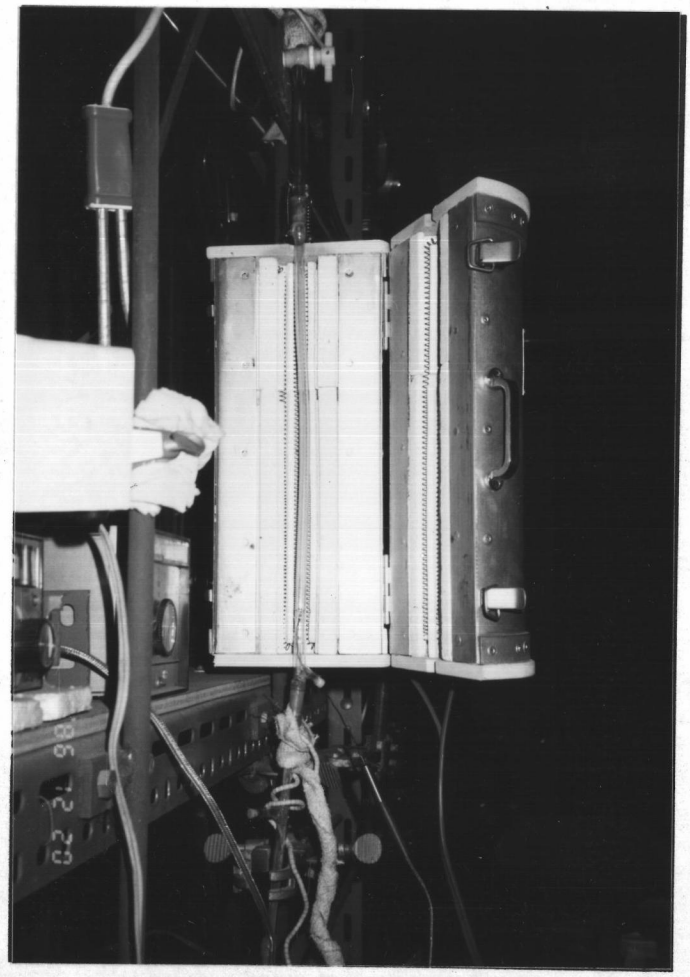
จะพาไอเมทานอลเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ (หมายเลข 13) ซึ่งอยู่ในเตาอบ (หมายเลข 12) ท่อระหว่างหลอดแก้วที่บรรจุเมทานอลและเครื่องปฏิกรณ์นี้จะพันด้วยขดลวดความร้อน (หมายเลข 11) เพื่อป้องกันการกลั่นตัวของไอเมทานอล ไอเมทานอลจะทำปฏิกิริยาที่เบดของตัวเร่งปฏิกิริยา (หมายเลข 14) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะออกมาทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์ผ่านจุดสำหรับเก็บตัวอย่างก๊าซเพื่อนำไปวิเคราะห์ ผ่านไปยังเครื่องควบแน่นด้วยอากาศให้สารไฮโดรคาร์บอนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงและน้ำกลั่นตัวในขวดเก็บ ส่วนก๊าซที่เหลือจะผ่านเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองอากาศ (bubble flow meter) (หมายเลข 20)

สำหรับภาพ เครื่องมือและอุปกรณ์ที่สำคัญที่ใช้ในการวิจัยแสดงไว้ในภาพที่ 4.1 - 4.3

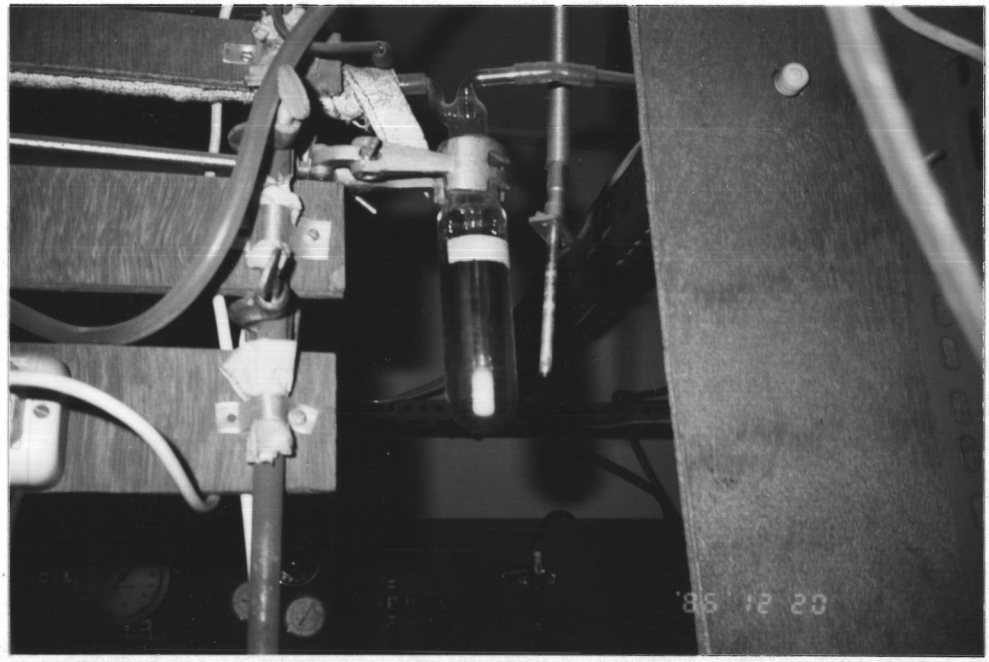
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 4.1 ภาพ เครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย



ภาพที่ 4.2 ภาพเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งบรรจุอยู่ในเตาปฏิกรณ์



ภาพที่ 4.3 หลอดแก้วที่บรรจุสารเมทานอล

4.3 วิธีทดลอง (ดูรูปที่ 4.1 ประกอบ)

1. ปรับความดันของก๊าซไนโตรเจนเท่ากับ 1 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ให้ก๊าซไนโตรเจนผ่านส่วนควบคุมการไหล

2. ปรับวาล์ว 3 ทางให้ก๊าซไนโตรเจนวิ่งผ่านท่อที่อยู่ด้านบน วัดอัตราการไหลโดยใช้เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองอากาศให้ได้ตามต้องการ โดยคำนวณอัตราการไหลที่อุณหภูมิห้องจากอัตราการไหลที่อุณหภูมิต่าง ๆ

3. ให้ความร้อนแก่เครื่องปฏิกรณ์โดยปรับให้เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิที่ต้องการด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการทิ้งไว้จนอุณหภูมิคงที่ซึ่งควบคุมอุณหภูมิโดยเครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบปิด-เปิด (on-off temperature controller)

4. ในขณะเดียวกันเปิดขดลวดความร้อนที่ตำแหน่งหมายเลข 1 และ 17 เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก เครื่องควบคุมอุณหภูมิของอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ

5. ปรับความดันย่อยของเมทานอลให้ได้ตามต้องการโดยการปรับอุณหภูมิของอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิและคำนวณความดันย่อยของเมทานอลโดยใช้สมการของ Antony (18) คือ

$$\text{Log } P = A - \frac{B}{t + C} \quad \ldots\ldots\ldots (4.1)$$

โดย P = ความดันไอของเมทานอล, มิลลิเมตรของปรอท

t = อุณหภูมิ, องศาเซลเซียส

A, B, C = ค่าคงที่

สำหรับเมทานอลในช่วงอุณหภูมิ -14 ถึง 65 องศาเซลเซียส ค่า A = 7.89750, B = 1478.08 และ C = 229.13 (ดูกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความดันไอของเมทานอลต่ออุณหภูมิในภาคผนวก 3ก)

6. เริ่มต้นทำการทดลองโดยปรับวาล์ว 3 ทาง ทั้ง 2 ตัวให้ก๊าซไนโตรเจนไหลผ่านหลอดแก้วที่บรรจุเมทานอล เพื่อพาเมทานอลเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์

7. เก็บตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ก๊าซทุก 1 ชั่วโมง เพื่อทำการวิเคราะห์โดยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี (Gas Chromatography) โดยเก็บตัวอย่างก๊าซครั้งละ 2 ลูกบาศก์-เซนติเมตร ด้วยเข็มขนาด 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งอบไว้ในเตาอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

ในการวิเคราะห์นั้นต้องทำอย่างรวดเร็วเพื่อป้องกันการกลั่นตัวของสารไฮโดรคาร์บอนหนัก

4.4 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สารโอลิฟินที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอม 2-4 อะตอม, เมทานอล และ DME โดยใช้

1. เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 150 ที่มีตัวตรวจ (detector) TCD (Thermal Conductivity Detector) ดังภาพที่ 4.4

2. เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 750 ที่มีตัวตรวจแบบ FID (Flame Ionization Detector) ดังภาพที่ 4.5

และสภาวะการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟีทั้ง 2 แบบ แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาพที่ 4.4 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 150

ภาพที่ 4.5 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 750

ตารางที่ 4.1 แสดงสภาวะการวิเคราะห์ด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี

	เครื่อง GOW MAC Series 150	เครื่อง GOW MAC Series 750
ชนิดของตัวตรวจ	TCD	FID
ชนิดของคอลัมน์	Parapak Q	20 % DC-200 on Chromosorb-P (80/100)
ขนาดและความยาวของคอลัมน์	1/8" x 3 m(ss)	1/8" x 1.1 m(ss)
ชนิดของก๊าซตัวพา	ฮีเลียม	ไนโตรเจน
อัตราการไหลของก๊าซตัวพา, (ลูกบาศก์เซนติเมตร/นาที)	30	30
ขนาดของสารตัวอย่าง, (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	2	2
อุณหภูมิตัวฉีด (injector), (องศาเซลเซียส)	-	60
อุณหภูมิตัวตรวจ, (องศาเซลเซียส)	-	120
กระแสไฟฟ้าสำหรับ TCD, (มิลลิแอมแปร์)	80	-

4.5 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการเปลี่ยนเมทานอลเป็นสารไฮโดรคาร์บอนที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.5.1 ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 280, 320, และ 360 องศาเซลเซียส โดยการเปลี่ยนความเร็วเชิงสเปซต่าง ๆ เพื่อหาความสัมพันธ์ของสารออกซิจิเนต, สารโอลิฟิน และเวลาสัมผัส ดังในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงสภาวะการปฏิบัติการทั้งหมดของการทดลอง

การทดลองที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความเร็วเชิงสเปซ (ต่อชั่วโมง)	ความดัน (บรรยากาศ)
1	280	2,000	1
2	280	5,000	1
3	280	10,000	1
4	280	15,000	1
5	280	17,000	1
6	280	20,000	1
7	320	5,000	1
8	320	15,000	1
9	320	17,000	1
10	320	20,000	1
11	320	30,000	1
12	360	5,000	1
13	360	10,000	1
14	360	15,000	1
15	360	17,000	1
16	360	20,000	1
17	360	30,000	1
18	360	40,000	1

4.5.2 วิเคราะห์ผลที่ได้จากการทดลองนำมาฟิตกับแบบจำลองที่สร้างขึ้นที่เหมาะสม หาค่าพลังงานกระตุ้นที่ปรากฏ และค่าคงที่จากสมการของ อาลีเนียส (Arrhenius)