

วิธีการทดลองและผลการทดลอง



5.1 วิธีการทดลอง

5.1.1 การเตรียมตัวรองรับขนาด 40/60 เมช

ตัวรองรับอะลูมินาที่ใช้ในการศึกษามี 4 ชนิดได้แก่

1. ตัวรองรับอะลูมินา CS-303 ของบริษัทยูไนเต็ด แคตตาลิสต์ (United Catalyst)
 2. ตัวรองรับอะลูมินา SA-3232 ของบริษัทนอร์ตัน (Norton)
 3. ตัวรองรับอะลูมินา KNH 2 ของบริษัทซูมิโตโม (Sumitomo)
 4. ตัวรองรับอะลูมินา KNH 3 ของบริษัทซูมิโตโม (Sumitomo)
- นำตัวรองรับอะลูมินาทั้ง 4 ชนิด มาบดให้ละเอียดในโถรงบคยา แล้วนำไปร่อนนำตัวรองรับอะลูมินาที่ผ่าน 40 เมช แต่ตกค้างบน 60 เมชไปใช้

5.1.2 การหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักของตัวรองรับอะลูมินา
2. เติมตัวรองรับอะลูมินาลงในขวด
3. เติมน้ำลงในบิวเรต
4. ตั้งเครื่องมือตั้งรูปที่ 4:9
5. เปิดมีมุดเพื่อดูอากาศในรูพรุนของตัวรองรับออกให้หมด มิฉะนั้น อาจกีดกันไม่ให้ น้ำเข้าไปในรูพรุน
6. ค่อย ๆ ใช้น้ำลงบนตัวรองรับอะลูมินาพร้อมทั้ง เขย่าขวดดูไปด้วย จนกระทั่งเห็นว่า น้ำเข้าไปในรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินาหมด โดยสังเกตเห็นว่า ตัวรองรับอะลูมินาหมดด้วยน้ำทั่วถึงไปหมด

7. วัดปริมาตรของน้ำที่ใช้จากบิวเรต ดังนั้น สามารถบอกปริมาตรของรูปพรุนได้

8. ทำเช่นนี้หลาย ๆ ครั้ง ค่าปริมาตรของรูปพรุนที่ได้จากการทดลองจะนำไปใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

5.1.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีซัพแท้ง

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลด้วยวิธีนี้ ไม่สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่มีเปอร์เซ็นต์นิกเกิลสูงมากได้ อันเนื่องมาจากข้อจำกัดปริมาตรรูปพรุนและความสามารถในการละลายของเกลือนิกเกิลในเตรต สำหรับการคำนวณแสดงในภาคผนวกที่ ก.

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักตัวรองรับอะลูมินา
2. เติมตัวรองรับอะลูมินาลงในขวดคูด
3. ตั้งเครื่องมือเช่นเดียวกับรูปที่ 4.9 แต่ใช้กรวยแยกแทนบิวเรต
4. บีบเปิดสารละลายนิกเกิลในเตรตที่เตรียมขึ้นมา ในปริมาณพอดีกับปริมาตรรูปพรุนของอะลูมินาที่ชั่งมา ซึ่งได้คำนวณเพื่อให้ได้เปอร์เซ็นต์นิกเกิลบนตัวรองรับอะลูมินาเรียบร้อยแล้ว
5. เปิดมีมุกเพื่อคูดอากาศที่อยู่ในรูปพรุนของตัวรองรับออกให้หมด มิฉะนั้นอาจกีดกันไม่ให้สารละลายนิกเกิลในเตรตเข้าไปในรูปพรุน
6. ค่อย ๆ ไซสารละลายนิกเกิลในเตรตลงจากกรวยแยก พร้อมทั้งเขย่าขวดคูดไปด้วยจนกระทั่งสารละลายนิกเกิลในเตรตหมด
7. ทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที จึงนำไปอบแห้งในตู้อบเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง ที่ 100°C

5.1.4 การเผาที่อุณหภูมิสูง

ตัวแปรที่กำหนดภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูง ได้แก่

- อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา (Heating Rate)
- อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (Calcination Temperature)

- ช่วงระยะเวลาที่คงไว้ที่อุณหภูมิดังกล่าว (Maintain Period)
ในการศึกษาผลของภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่ง
ปฏิกิริยานิกเกิลได้กำหนดแผนการทดลองไว้ดังนี้

การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

1. กำหนดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาไว้คงที่ที่ 10° ซ/นาที
 2. แปรค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาดังนี้ 200, 250, 300, 400, 500, 600 และ 700° ซ ตามลำดับ
 3. กำหนดระยะเวลาที่คงไว้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เหล่านั้น 1 ชั่วโมง
 4. รีควิรี่ตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชุดด้วยภาวะเดียวกันตามหัวข้อที่ 5.1.5
- แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชุดไปวัดพื้นที่ผิวส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา โดยวิธีการดูดซับแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ (Co-adsorption) ตามเครื่องมือที่แสดงในรูปที่ 4.8 ซึ่งจะได้กล่าวรายละเอียดในหัวข้อที่ 5.1.8

5. เลือกค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่ทำให้ได้พื้นที่ผิวสูงสุด
- การศึกษาผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา
6. แปรค่าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาดังนี้ 5, 10, 15, 25, และ 35° ซ/นาที
 7. กำหนดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาตามค่าที่เลือกในข้อ 5
 8. กำหนดระยะเวลาที่คงไว้ที่อุณหภูมิดังกล่าว 1 ชั่วโมง
 9. ทำเช่นเดียวกับข้อ 4
 10. เลือกค่าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่ทำให้ได้พื้นที่ผิวสูงสุด
- การศึกษาผลของช่วงระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา
11. กำหนดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาตามค่าที่เลือกในข้อ 10
 12. กำหนดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา ตามค่าที่เลือกในข้อ 5
 13. แปรค่าระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา ดังนี้ 0.5, 1, 5, 10, 15 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ
 14. ทำเช่นเดียวกับข้อ 4
 15. เลือกค่าระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่ทำให้ได้พื้นที่

ผิวสูงสุด

5.1.5 การรีดักชันนิกเกิลออกไซด์เป็นนิกเกิล

หลังจากการเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้นิกเกิลออกไซด์เกาะบนตัวรองรับอะลูมินา ต้องเปลี่ยนเป็นนิกเกิลเสียก่อน โดยการรีดักชันด้วยแก๊สไฮโดรเจนในเครื่องวัดพื้นที่ผิวโดยวิธีการดูดซับของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 400 °ซ ความดันบรรยากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °ซ/นาที และคงไว้ที่อุณหภูมิ 400 °ซ เป็นเวลานาน 10 นาที

5.1.6 การวิเคราะห์ปริมาณของนิกเกิลที่เกาะบนตัวรองรับอะลูมินาด้วยอะตอมมิก แอมโซบชัน

ทำได้โดยชั่งน้ำหนักของ $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน (ประมาณ 0.1 กรัม) จากนั้นก็ย่อย (Digest) ด้วยกรดเกลือที่เข้มข้น 20 ลบ.ซม. กรดไนตริกเข้มข้น 5-10 ลบ.ซม. และน้ำประมาณ 10 ลบ.ซม. แล้วทำให้ร้อน กรดและน้ำจะระเหยออกไปต้องเติมน้ำตลอดเวลาเพื่อไม่ให้แห้ง สังเกตดูจนกระทั่งเห็นตัวรองรับเป็นสีขาว นั่นหมายความว่า นิกเกิลออกไซด์ถูกสกัดออกมาหมดแล้ว จากนั้นเติมกรดไฮโดรฟลูออไรค์ (HF) ลงไปประมาณ 2 หยด เพื่อย่อยตัวรองรับอะลูมินา ทำไปเรื่อยๆ จนกระทั่งละลายตัวรองรับหมด เติมน้ำลงไป 40 ลบ.ซม. แล้วทำปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม. ในขวดทำปริมาตร (Volumetric flask)

5.1.7 การหาพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีเบท

ปล่อยแก๊สไนโตรเจนและฮีเลียมในอัตราส่วนหนึ่งผ่านดีเทคเตอร์โดยเปิดวาล์ว 4 ทางไม่ให้ผ่านภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา ปรับสัญญาณที่ออกจากเครื่องอ่านให้เป็นศูนย์ จากนั้นฉีดแก๊สไนโตรเจนที่มีปริมาตรแน่นอนลงในสายหลังดีเทคเตอร์ก่อนออกไป ซึ่งอัตราส่วนระหว่างไนโตรเจนกับฮีเลียมจะเปลี่ยนไป ทำให้สมดุลเสียทำให้เกิดพีคที่เครื่องอ่านซึ่งสามารถใช้เป็นมาตรฐานในการวิเคราะห์ปริมาณได้ จากนั้นกลับวาล์ว 4 ทางให้แก๊สไนโตรเจนและฮีเลียมผ่านภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการหาพื้นที่ผิว แล้วค่อย ๆ สวมภาชนะที่บรรจุ ไนโตรเจนเหลวเข้ากับภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา จะเกิดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนในตัวเร่งปฏิกิริยาปรับสัญญาณจากเครื่องอ่านให้เป็นศูนย์ จากนั้นค่อย ๆ ดึงเอาไนโตรเจนเหลวออก แก๊สไนโตรเจนจะหลุดออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา (desorption) อัตรา

ส่วนของไนโตรเจนและฮีเลียมเปลี่ยนไปเกิดพีคขึ้น ซึ่งทำให้เราสามารถหาปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับได้ เพื่อให้พีคที่เกิดมากมชัด เมื่อดึงไนโตรเจนเหลวออก ควรให้ภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาแช่ในน้ำเย็นก่อนเพื่อให้อุณหภูมิค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ

5.1.8 การหาพื้นที่ผิวของโลหะโดยวิธีการดูดซับทางเคมีของแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์ วิธีการทดลอง

1. เปิดแก๊สฮีเลียมอัตราการไหล 30 ลบ.ซม. ต่อนาที ประมาณ 1-2 ชั่วโมงโดยผ่านแก๊สฮีเลียมผ่าน MS-5A และซิลิกาเจล เพื่อกำจัดความชื้น
2. กำจัดแก๊สออกซิเจนที่ปนอยู่กับแก๊สฮีเลียมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทองแดง ($\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$) ที่อุณหภูมิ 350°C
3. ชั่งตัวอย่างประมาณ 100-200 มิลลิกรัมใส่ในหลอด
4. ทำการรีดิวซ์ตัวอย่างโดยผ่านแก๊สไฮโดรเจน ด้วยอัตราการไหล 4 ลบ.ซม. ต่อนาที โดยค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 10°C ต่อนาที จนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (400°C) แล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิกึ่งคืนเป็นเวลา 10 นาที
5. หลังจากนั้น นำเอาไฮโดรเจนออก แล้วปล่อยให้ตัวอย่างเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้องโดยใช้เครื่องเป่าลมเย็นช่วย
6. ที่อุณหภูมิห้องผ่านแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์บนตัวอย่างด้วยปริมาตรคงที่ (ขึ้นอยู่กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการหา) ทุก ๆ นาทีหรือทุก ๆ ครึ่งนาที (สังเกตจากความเร็วของเครื่องบันทึกผล) จนกระทั่งปริมาณของแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์คงที่ (สังเกตจากความสูงของกราฟที่วัดได้โดยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟที่คงที่)
7. บันทึกภาวะการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟที่คือ

แก๊สนำพา (Carrier gas)	ฮีเลียม
ปริมาณแก๊สนำพา, ลบ.ซม./นาที	30
อุณหภูมิของคอลัมน์, $^\circ\text{C}$	80
ระบบตรวจวัด	พีซีดี
ความว่องไวระบบตรวจวัด, มิลลิแอมแปร์	80
ระบบบันทึกผล (recorder)	

ความเร็วกระดาษบันทึก (chart speed), มม./นาที	10
กำลังขยาย (attenuator)	x 32
ช่วงขยาย (chart span), มิลลิโวลต์	1

5.1.9 การวิเคราะห์โดยใช้เอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน

ทำการวัดโดยสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ

5.1.10 การวิเคราะห์โดยใช้เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป

ทำการวัดโดย ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

จุฬา

ลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5.2 ผลการทดลอง

5.2.1 การหาปริมาณของรูปพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

แสดงไว้ในตารางที่ 5.1

ชนิดของตัวรองรับ	ปริมาณของรูปพรุน (ลบ.ซม.กรัม)
CS-303	0.27
SA-3232	0.65
KNH 2	0.98
KNH 3	1.02

ตารางที่ 5.1 การหาปริมาณของรูปพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

5.2.2 การเผาที่อุณหภูมิสูง

รูปแบบภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูงแสดงได้ในรูปที่ 5.1 ถึง 5.2

5.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณของนิกเกิลเกาะบนตัวรองรับอะลูมินาด้วยเครื่องอะตอมมิกแอมซอบซัน

แสดงในตารางที่ 5.2

ตารางที่ 5.2 ผลการวิเคราะห์ปริมาณของนิกเกิลบนตัวรองรับอะลูมินาด้วยเครื่องอะตอมมิกแอมซอบซัน

ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	% Ni/Al ₂ O ₃ ที่ได้จากวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอมซอบซัน
8%Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	7.85
8%Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	7.83
8%Ni/Al ₂ O ₃ (KNH ₂)	7.87
8%Ni/Al ₂ O ₃ (KNH ₃)	7.86

5.2.4 คุณสมบัติของตัวรองรับอะลูมินา

คุณสมบัติของตัวรองรับอะลูมินาทั้ง 4 ชุดแสดงในตารางที่ 5.3-5.6

ตารางที่ 5.3 คุณสมบัติของตัวรองรับ CS-303 ของบริษัทยูไนเต็ดคคาทาลิส (11)

Chemical Composition (Weight Percent)

Al ₂ O ₃	80-86%
CaO	< 0.10%
MgO	< 0.10%
SiO ₂	< 0.05%
TiO ₂	< 0.05%

C	< 0.10%
Na	< 0.15%
S	< 0.05%
Cl	< 0.02%
B	< 0.02%
K ₂ O	< 0.05%
Other Alkali Metals	< 0.05%
Other Heavy Metals	< 0.05%

Physical Properties

A. Bulk Density (lb./Cu.ft.)	77 + 5
B. Surface Area (m ² /gm)	3 - 10
C. Pore Volume (cc/gm)	0.15 - 0.30
D. Fusion Point (°F)	3000 °F
E. Particle Size	
Normal	5/8"
Normal Height	3/8"
Normal Hole Diameter	5/16"

Form Variation:

Diameter Range	0.584 - 0.656
Height Range	0.337 - 0.413
Hole Diameter Range	0.285 - 0.342

ตารางที่ 5.4 คุณสมบัติของตัวรองรับ SA-3232 ของบริษัทนอตัน (12)

Typical Chemical Analysis (%)

- Al ₂ O ₃	80.30%
- SiO ₂	17.90%
- Fe ₂ O ₃	0.40%
- TiO ₂	0.60%
- CaO	0.10%
- MgO	0.20%
- Na ₂ O	0.30%
- K ₂ O	0.20%
- ZrO ₂ +HFO ₂	0.05%

Typical Physical Properties (%)

- Apparent Porosity	62-68%
- Water Absorption	56-61%
- Bulk Density (gm/cc)	1.0-1.2
- Apparent Specific Gravity	3.1-3.3
- Packing Density (lb./ft. ³)	39-43
- Surface Area (m ² /gm)	30+5

ตารางที่ 5.5 คุณสมบัติของตัวรองรับ KNH₂ ของบริษัทซูมิโตโม (13)

Chemical Composition (Weight Percent)

- Al ₂ O ₃	78-82%
- SiO ₂	18-23%
- Fe ₂ O ₃	0.3-0.5%
- TiO ₂	0.5-0.7%
- CaO	0.1-0.2%
- MgO	0.2-0.4%
- Na ₂ O	0.3-0.4%
- K ₂ O	0.2-0.3%
- ZrO ₂ +HFO ₂	0.03-0.04%

Physical Properties

- Bulk Density (gm/cc)	1.5-1.8
- Apparent Specific Gravity	3.3-3.5
- Packing Density (lb/ft ³)	27-38
- Pore Volume (cc/gm)	0.92-0.98
- Surface Area (m ² /gm)	60-70

ตารางที่ 5.6 คุณสมบัติของตัวรองรับ KNH_3 ของบริษัทซูมิโตโม (13)

Chemical Composition (Weight Percent)

- Al_2O_3	60-70%
- SiO_2	30-35%
- Fe_2O_3	0.3-0.5%
- TiO_2	0.5-0.7%
- CaO	0.1-0.2%
- MgO	0.2-0.4%
- Na_2O	0.3-0.4%
- K_2O	0.2-0.3%
- $\text{ZrO}_2 + \text{HFO}_2$	0.03-0.04%

Physical Properties

- Bulk Density (gm/cc)	1.3-1.5
- Apparent Specific Gravity	3.1-3.3
- Packing Density (lb/ft ³)	20-25
- Pore Volume (cc/gm)	1.0-1.3
- Surface Area (m ² /gm)	340-350

5.2.5 ผลของการเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีต่อพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินา
แสดงในตารางที่ 5.7

ตารางที่ 5.7 ผลของการเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีต่อพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินา

ตัวรองรับ	อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (°C)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)
Al ₂ O ₃ (CS-303) (United Catalyst)	200	8.0
	250	7.9
	300	7.8
	400	7.2
	500	6.9
	600	7.0
	700	6.5
Al ₂ O ₃ (SA-3232) (Norton)	200	32.2
	250	32.5
	300	32.4
	400	30.8
	500	29.7
	600	25.2
	700	24.8
Al ₂ O ₃ (KNH 2) (Sumitomo)	200	69.0
	250	68.5
	300	68.5
	400	64.1
	500	61.4
	600	49.2
	700	45.3
Al ₂ O ₃ (KNH 3) (Sumitomo)	200	343.0
	250	342.5
	300	340.8
	400	300.2
	500	248.5
	600	197.1
	700	180.3

5.2.6 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล
แสดงในตารางที่ 5.8

ตารางที่ 5.8 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการเผา (°ซ)	พื้นที่ผิวส่วนที่ว่าง ไวต่อปฏิกิริยา (เมตร ² /กรัม)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)	ขนาดเฉลี่ยของ เม็ดโลหะ (เมตร)
Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	200	0.25	7.8	2.70x10 ⁻⁶
	250	0.55	7.7	1.22x10 ⁻⁶
	300	0.70	7.8	9.63x10 ⁻⁷
	400	0.65	7.3	1.04x10 ⁻⁶
	500	0.60	6.7	1.12x10 ⁻⁶
	600	0.51	7.1	1.32x10 ⁻⁶
	700	0.38	7.2	1.78x10 ⁻⁶
Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	200	0.40	30.7	1.68x10 ⁻⁶
	250	1.25	32.0	5.39x10 ⁻⁷
	300	1.87	32.2	3.60x10 ⁻⁷
	400	1.48	30.5	4.56x10 ⁻⁷
	500	1.30	28.4	5.19x10 ⁻⁷
	600	1.15	27.2	5.86x10 ⁻⁷
	700	0.89	25.3	7.58x10 ⁻⁷

ตารางที่ 5.8 (ต่อ)

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการเผา (°C)	พื้นที่ผิวส่วนที่ว่าง ไวต่อปฏิกิริยา (เมตร ² /กรัม)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)	ขนาดเฉลี่ยของ เม็ดโลหะ (เมตร)
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 2)	200	0.75	67.6	9.01x10 ⁻⁷
	250	2.75	65.0	2.45x10 ⁻⁷
	300	3.78	68.0	1.78x10 ⁻⁷
	400	2.81	66.3	2.40x10 ⁻⁷
	500	2.13	63.4	3.17x10 ⁻⁷
	600	1.72	52.7	3.92x10 ⁻⁷
	700	1.45	47.8	4.64x10 ⁻⁷
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 3)	200	0.92	341.5	7.32x10 ⁻⁷
	250	5.65	339.4	1.19x10 ⁻⁷
	300	7.81	337.2	8.63x10 ⁻⁸
	400	5.12	325.1	1.32x10 ⁻⁷
	500	3.35	259.3	2.01x10 ⁻⁷
	600	2.25	180.5	3.00x10 ⁻⁷
	700	1.61	178.7	4.20x10 ⁻⁷

5.2.7 ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล
แสดงในตารางที่ 5.9

ตารางที่ 5.9 ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (°ซ/นาที)	พื้นที่ผิวส่วนที่ว่าง ไวต่อปฏิกิริยา (เมตร ² /กรัม)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)	ขนาดเฉลี่ยของ เม็ดโลหะ (เมตร)
Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	5	0.72	7.8	9.37x10 ⁻⁷
	10	0.72	7.5	9.37x10 ⁻⁷
	15	0.70	7.6	9.63x10 ⁻⁷
	25	0.65	7.4	1.04x10 ⁻⁶
	35	0.62	7.4	1.09x10 ⁻⁶
Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	5	1.88	32.7	3.59x10 ⁻⁷
	10	1.87	30.2	3.60x10 ⁻⁷
	15	1.55	31.3	4.35x10 ⁻⁷
	25	1.53	30.8	4.41x10 ⁻⁷
	35	1.50	32.1	4.49x10 ⁻⁷
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 2)	5	3.78	68.2	1.78x10 ⁻⁷
	10	3.76	68.0	1.79x10 ⁻⁷
	15	3.45	65.4	1.95x10 ⁻⁷
	25	3.44	66.3	1.96x10 ⁻⁷
	35	2.90	67.1	2.33x10 ⁻⁷
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 3)	5	7.92	340.1	8.52x10 ⁻⁸
	10	7.81	337.5	8.63x10 ⁻⁸
	15	7.27	335.4	9.27x10 ⁻⁸
	25	6.99	336.2	9.65x10 ⁻⁸
	35	5.95	338.3	1.13x10 ⁻⁷

5.2.8 ผลของระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่ง
ปฏิกิริยานิกเกิล

แสดงในตารางที่ 5.10

ตารางที่ 5.10 ผลของระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่ง
ปฏิกิริยานิกเกิล

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ระยะเวลาที่คงไว้ (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวส่วนที่ว่าง ไวต่อปฏิกิริยา (เมตร ² /กรัม)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)	ขนาดเฉลี่ยของ เม็ดโลหะ (เมตร)
Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	0.5	0.25	7.6	2.69x10 ⁻⁶
	1	0.70	7.3	9.63x10 ⁻⁷
	5	0.62	7.7	1.09x10 ⁻⁶
	10	0.58	7.8	1.16x10 ⁻⁶
	15	0.56	7.8	1.20x10 ⁻⁶
	24	0.52	7.4	1.30x10 ⁻⁶
Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	0.5	1.34	30.8	5.03x10 ⁻⁷
	1	1.87	32.6	3.60x10 ⁻⁷
	5	1.65	31.4	4.09x10 ⁻⁷
	10	1.52	32.8	4.44x10 ⁻⁷
	15	1.42	29.7	4.75x10 ⁻⁷
	24	1.33	30.0	5.07x10 ⁻⁷
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 2)	0.5	2.85	65.3	2.37x10 ⁻⁷
	1	3.76	65.7	1.79x10 ⁻⁷
	5	3.23	63.4	2.08x10 ⁻⁷
	10	2.95	61.2	2.29x10 ⁻⁷
	15	2.74	66.5	2.46x10 ⁻⁷
	24	2.48	62.8	2.72x10 ⁻⁷

ตารางที่ 5.10 (ต่อ)

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ระยะเวลาที่คงไว้ (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวส่วนที่ว่าง ไวต่อปฏิกิริยา (เมตร ² /กรัม)	พื้นที่ผิวทั้งหมด (เมตร ² /กรัม)	ขนาดเฉลี่ยของ เม็ดโลหะ (เมตร)
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 3)	0.5	6.02	335.7	1.12x10 ⁻⁷
	1	7.81	340.2	8.63x10 ⁻⁸
	5	6.63	338.9	1.02x10 ⁻⁷
	10	5.82	336.5	1.16x10 ⁻⁷
	15	5.18	335.4	1.30x10 ⁻⁷
	24	4.30	337.2	1.57x10 ⁻⁷

5.2.9 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงอุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

$$\text{ระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อน} = \frac{S_0 - S}{S_0} = \frac{\Delta S}{S_0}$$

(degree of sintering)

$$\text{เมื่อ } S_0 = \text{พื้นที่ผิวเดิม}$$

$$S = \text{พื้นที่ผิวหลังจากเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อน}$$

ข้อมูลแสดงในตารางที่ 5.11 และรูปที่

ตารางที่ 5.11 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงอุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

พื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับ (เมตร ² /กรัม)	ระดับของการเกิดการรวมตัว เนื่องจากความร้อน
8.1	0.46
32.2	0.52
67.4	0.62
342.5	0.79

- 5.2.10 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

ข้อมูลแสดงในตารางที่ 5.12 และรูปที่ 5.6

- ตารางที่ 5.12 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

พื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับ (เมตร ² /กรัม)	ระดับของการเกิดการรวมตัว เนื่องจากความร้อน
8.1	0.14
32.2	0.20
67.4	0.23
342.5	0.25

- 5.2.11 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

ข้อมูลแสดงในตารางที่ 5.13 และรูปที่ 5.6

ตารางที่ 5.13 ผลของขนาดพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินาที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายในช่วงระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาที่ศึกษา

พื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับ (เมตร ² /กรัม)	ระดับของการเกิดการรวมตัว เนื่องจากความร้อน
8.1	0.26
32.2	0.29
67.4	0.34
342.5	0.45

5.2.12 การหาสมการอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลตามโมเดล ของ รุกเคนสไตน์ และ พัลเวอร์เมเชอร์ (Ruckenstein & Pulvermacher)

สมการทั่วไปอยู่ในรูป

$$\frac{dS}{dt} = -kS^n \text{ เมื่อ } S = \text{พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา}$$

t = เวลา

k = ค่าคงที่ของอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อน

n = อันดับของสมการ

ข้อมูลแสดงในตารางที่ 5.14 และภาคผนวกที่ ก. 4

ตารางที่ 5.14 ผลการหาสมการอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล ตามโมเดลของรัคเคนสไตน์และพัลเวอร์เมเชอร์ (Ruckenstein & Pulvermacher)

ตัวเร่งปฏิกิริยา	อันดับของสมการ (n)	ค่าคงที่ของอัตราการรวมตัว เนื่องจากความร้อน (k)
Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	7	0.28 เมตร ⁻¹² กรัม ⁶ ชั่วโมง ⁻¹
Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	6	1.66 x 10 ⁻³ เมตร ⁻¹⁰ กรัม ⁵ ชั่วโมง ⁻¹
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 2)	4	6.35 x 10 ⁻⁴ เมตร ⁻⁶ กรัม ³ ชั่วโมง ⁻¹
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 3)	2	4.17 x 10 ⁻³ เมตร ⁻² กรัม ¹ ชั่วโมง ⁻¹

5.2.13 ผลการวิเคราะห์ด้วยเอกซเรย์คิฟแฟรคชัน

แสดงในตารางที่ 5.15

ตารางที่ 5.15 ผลการวิเคราะห์ด้วยเอกซเรย์คิฟแฟรคชัน

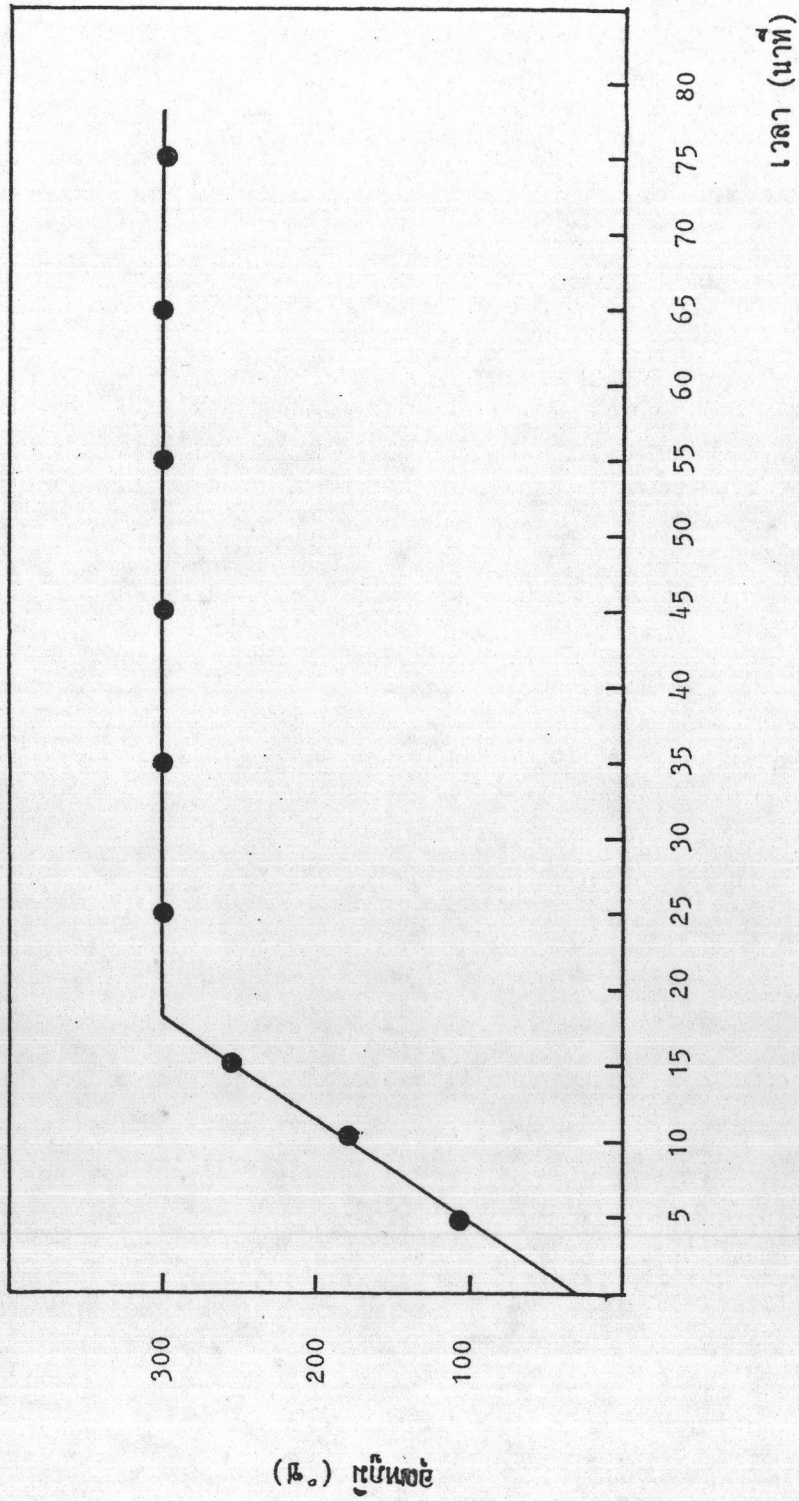
ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (°ซ)	เป็นสารประกอบด้วย
Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	200	NiNO ₃ +Al ₂ O ₃
	250	NiNO ₃ +Al ₂ O ₃ +NiO
	300	NiO + Al ₂ O ₃
	400	NiO + Al ₂ O ₃
	500	NiO + Al ₂ O ₃
	600	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น
	700	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น

ตารางที่ 5.15 (ต่อ)

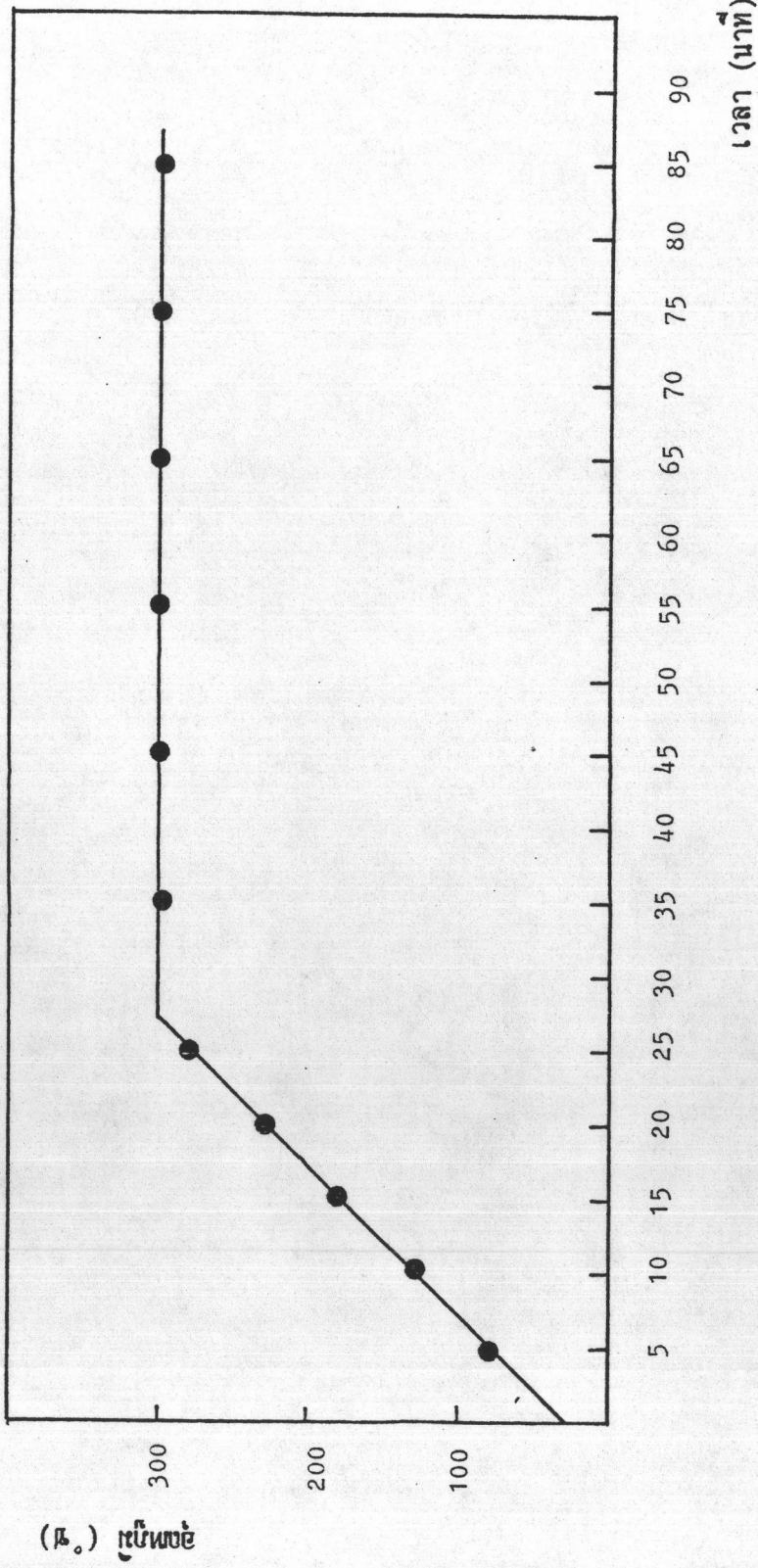
ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา (°ซ)	เป็นสารประกอบด้วย
Ni/Al ₂ O ₃ (SA 3232)	200	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃
	250	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃ + NiO
	300	NiO + Al ₂ O ₃
	400	NiO + Al ₂ O ₃
	500	NiO + Al ₂ O ₃
	600	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น
	700	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 2)	200	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	250	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์ + NiO
	300	NiO + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	400	NiO + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	500	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์
	600	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์
	700	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์
Ni/Al ₂ O ₃ (KNH 3)	200	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	250	NiNO ₃ + Al ₂ O ₃ + NiO + ควอทซ์
	300	NiO + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	400	NiO + Al ₂ O ₃ + ควอทซ์
	500	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์
	600	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์
	700	NiO + Al ₂ O ₃ + สารอื่น + ควอทซ์

ตารางที่ 5.16 ภาวะวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยาต่าง ๆ ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟฟี

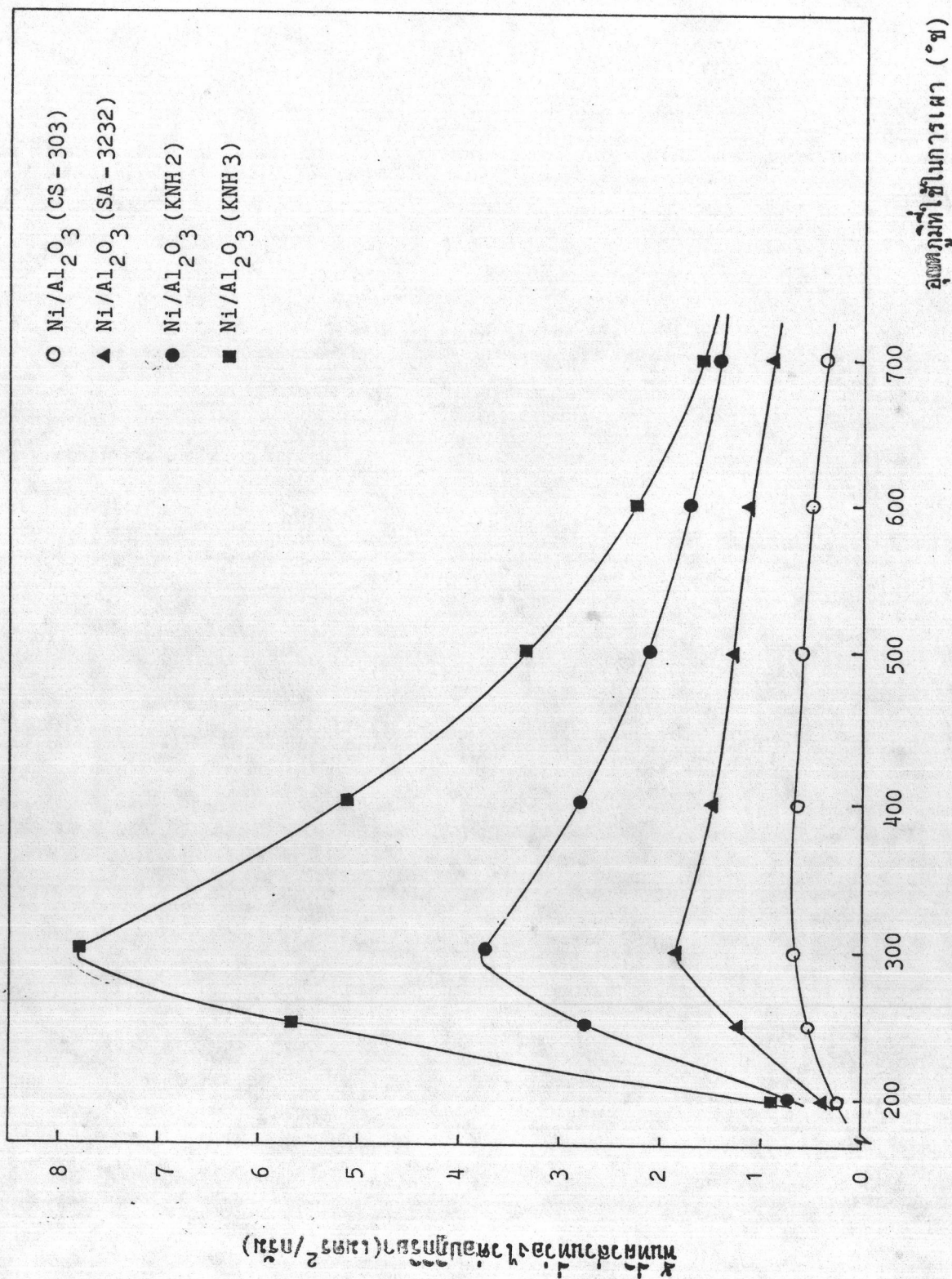
ภาวะการวิเคราะห์	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ตัวเร่งปฏิกิริยา
	8%Ni/Al ₂ O ₃ (CS-303)	8%Ni/Al ₂ O ₃ (SA-3232)	8%Ni/Al ₂ O ₃ (KNH2)	8%Ni/Al ₂ O ₃ (KNH3)
แก๊สนำพา	ฮีเลียม	ฮีเลียม	ฮีเลียม	ฮีเลียม
ปริมาณแก๊สนำพา, ลบ. ซม./นาที่	30	30	30	30
อุณหภูมิของคอลัมน์, °C	80	80	80	80
ระบบตรวจวัด	ทีซีดี	ทีซีดี	ทีซีดี	ทีซีดี
ความว่องไวของระบบ ตรวจวัด, มิลลิแอมแปร์ ระบบบันทึกผล	100	100	100	100
ความเร็วของกระดาษบันทึก มม./นาที่	10	10	10	10
กำลังขยาย	x32	x32	x32	x32
กำลังขยาย, มิลลิโวลต์	1	1	1	1
น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา, กรัม	0.2053	0.0876	0.0402	0.0204
ปริมาณแก๊สคาร์บอนมอน นอกไซด์ที่ใช้, มิลลิลิตร	0.2	0.2	0.2	0.2



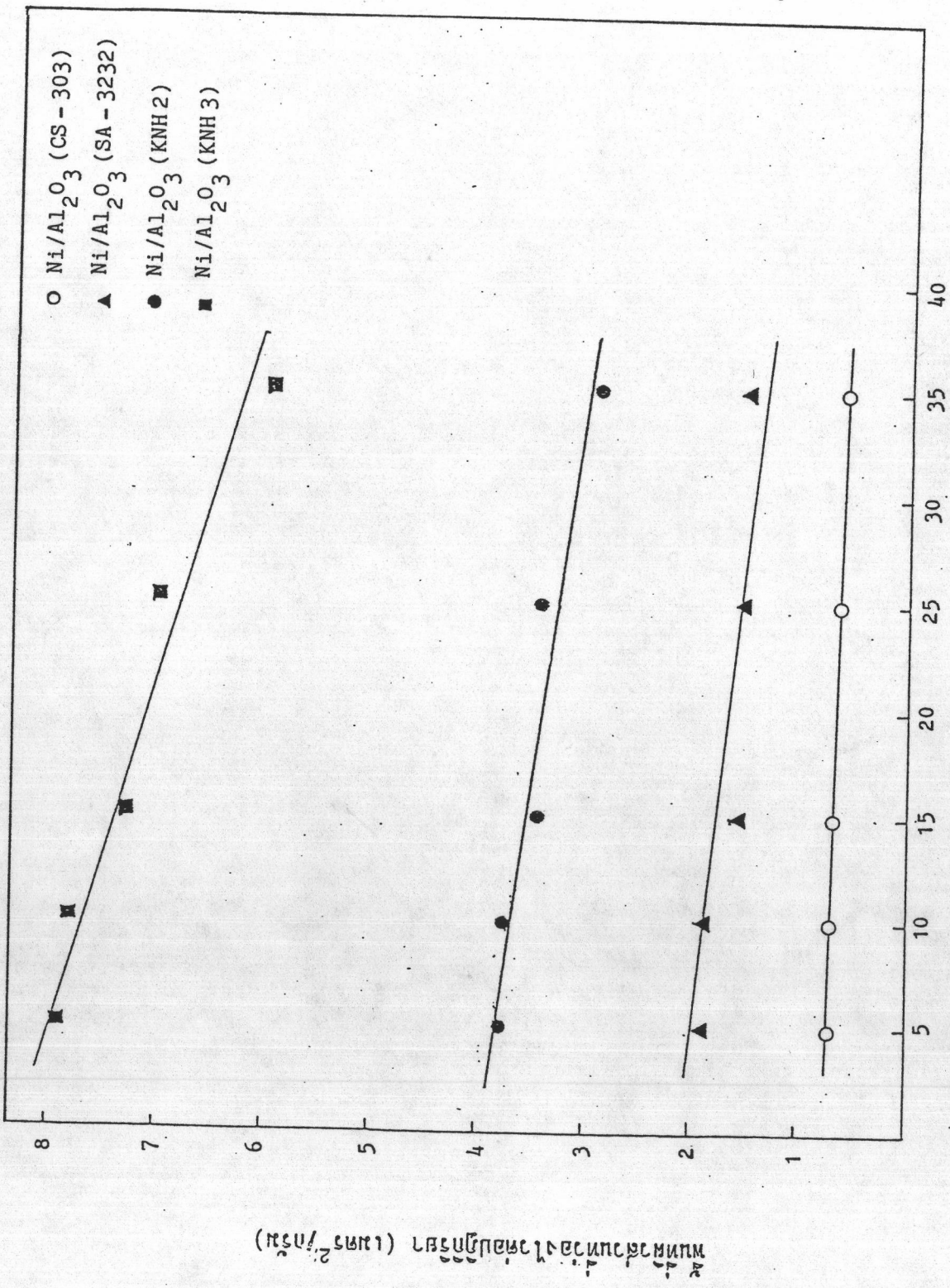
รูปที่ 5.1 แสดงลักษณะของการเผาที่อุณหภูมิสูงที่สุดที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยา 8%Ni บนตัวรองรับอะลูมินา CS-303



รูปที่ 5.2 แสดงลักษณะของการเผาที่อุณหภูมิสูงที่เหมาะสมของตัวเร่งปฏิกิริยา 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินา SA-3232, KNH 2 และ KNH 3

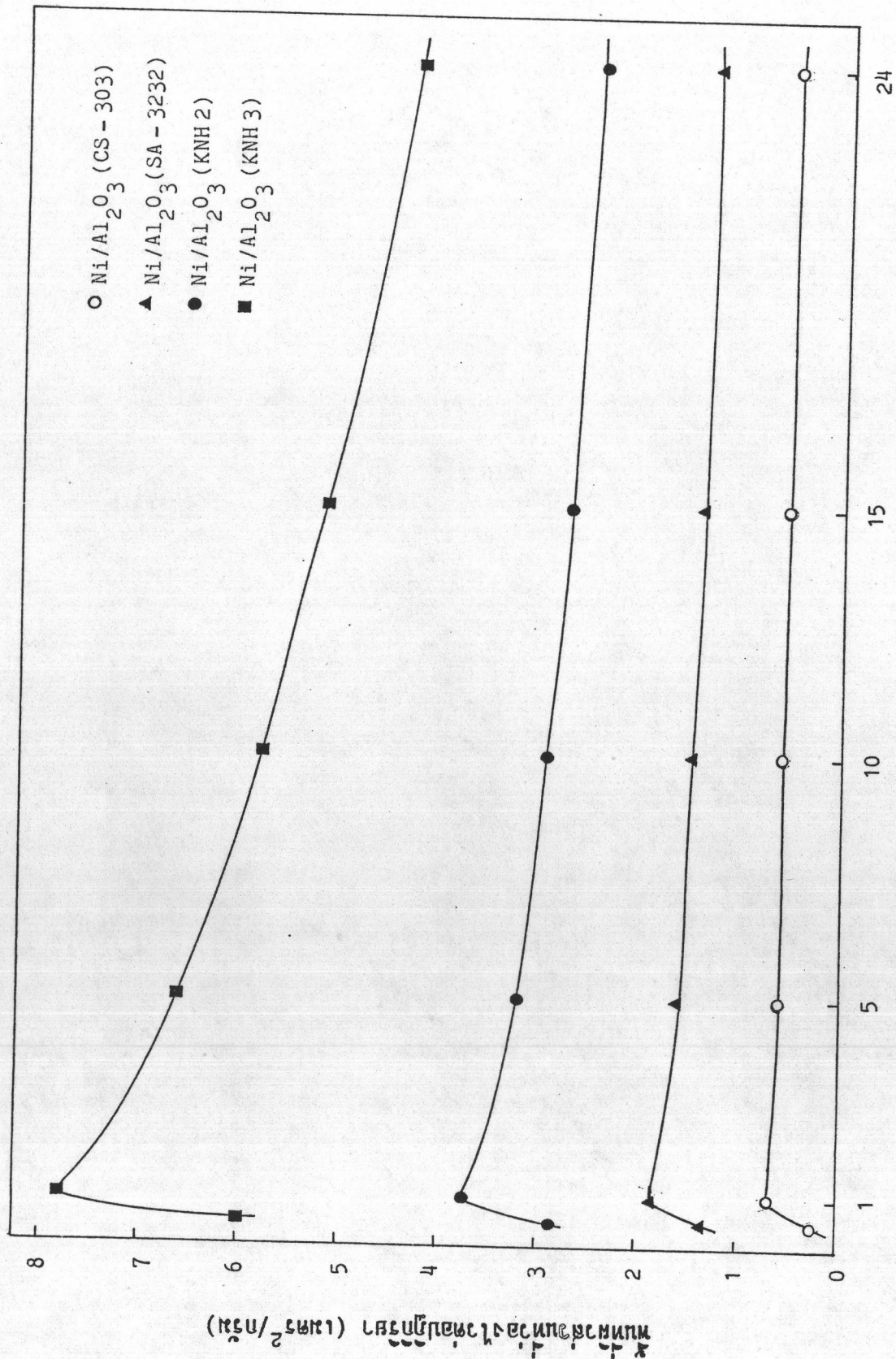


รูปที่ 5.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิในการเผาที่พื้นที่ผิวส่วนที่ว่างไวต่อปฏิกิริยาของ
 ตัวเร่งปฏิกิริยา 8%Ni ที่ผ่านการเผาด้วยอัตราเร็ว 10 ช ต่อหน้าที่และทิ้งไว้เป็น
 เวลา 1 ชั่วโมง



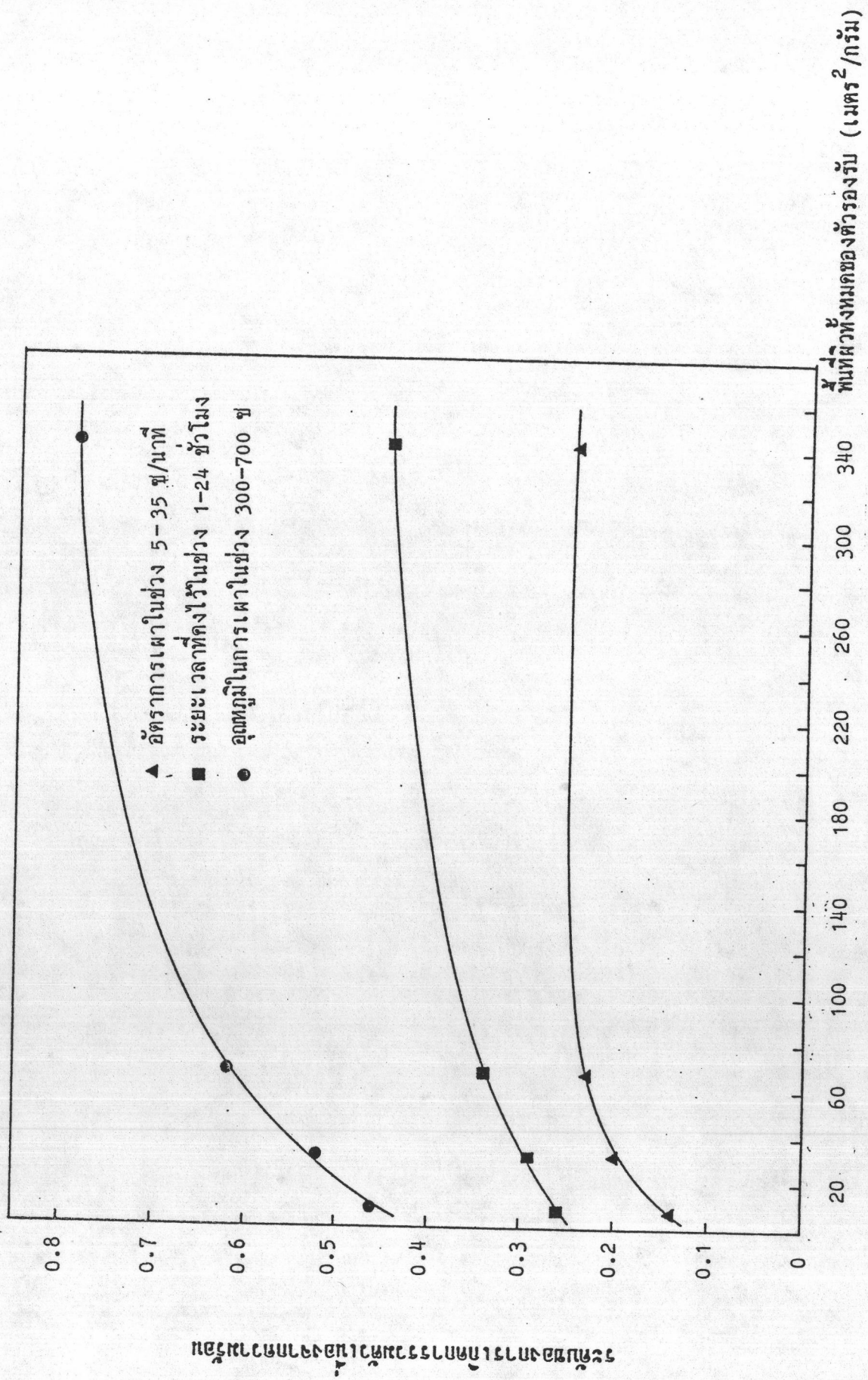
อัตราการเพิ่มของอลูมินา (°ช/น้ำหนัก)

รูปที่ 5.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเพิ่มอลูมินากับ พื้นที่ผิวส่วนที่องไวต่อปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา 8%Ni ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 ° ช และทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 5.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ยึดไว้ ณ จุดหนึ่งในการเผา กับพื้นที่ผิวส่วนตัวเอง

อัตราเร็ว 15 ชม ต่อเวลาที่ สำหรับตัวรองรับแบบ CS-303 และ 10 ชม ต่อเวลาที่ สำหรับตัวรองรับแบบ SA-3232, KNH 2, KNH 3.



รูปที่ 5.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของพื้นที่ทั้งหมดของตัวรองรับกับระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยา อันเนื่องจากการแปรค่าอุณหภูมิในการเผา, อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ และระยะเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาภายในช่วงที่ศึกษา