

บทที่ 3

การดำเนินการทดลอง

3.1 รูปแบบการศึกษา

เป็นงานวิจัยเชิงทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาหาจลนพลศาสตร์เบื้องต้นของปฏิกิริยาระหว่าง H_2S และ SO_2 บนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จากเถ้าลอย

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

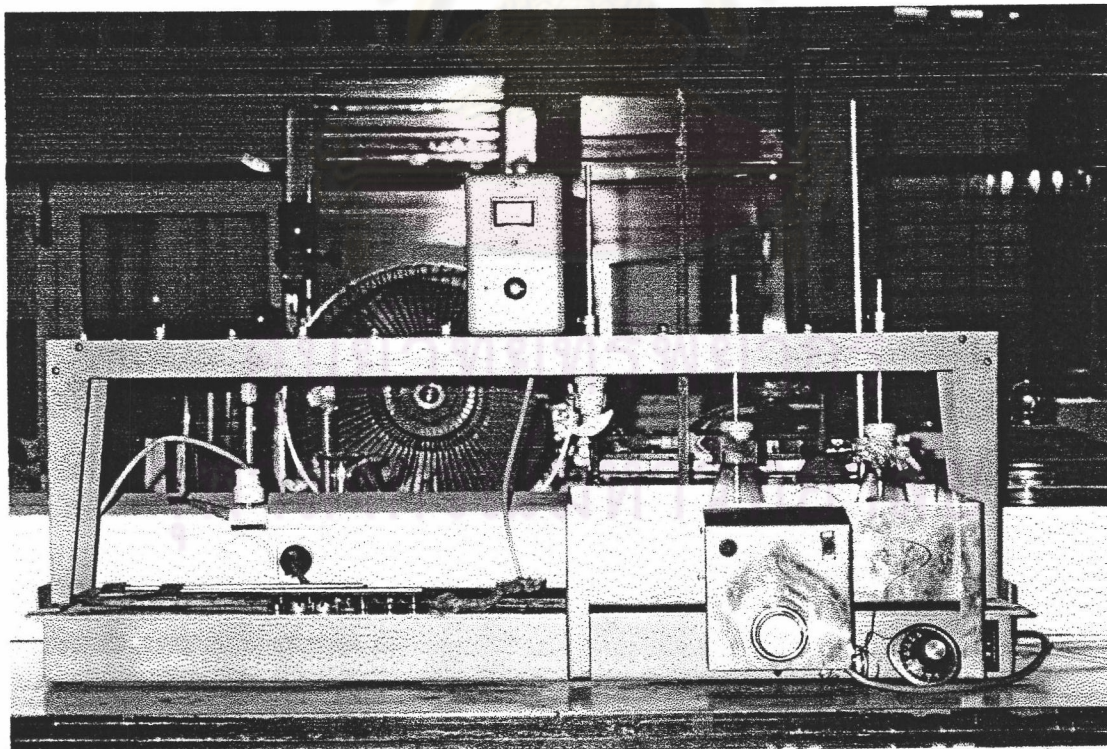
1. เครื่องชั่งละเอียด 0.1 mg Sartorius รุ่น 1702 MP8 หมายเลข 35090125
2. เตาเผาไฟฟ้า (Muffle Furnace) ของ Carbolite 0 – 1,200 °C
3. ตู้อบ (Oven) ของ WT binder ช่วงอุณหภูมิ 0 – 250 °C
4. ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ และครุฑิเบิลกระเบื้อง ความจุ 20 มิลลิลิตร พร้อมฝา
5. กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 และ เบอร์ 1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร
6. บั้มสุญญากาศ (Vacuum Pump) พร้อมชุดกรอง
7. ชุดเครื่องกวน ,ชุดควบคุมอุณหภูมิ (Oil Bath) และเทอร์โมมิเตอร์ ช่วงอุณหภูมิ 0 – 250 °C
8. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)
9. หม้อดูดความชื้น (Desiccator)
10. Scanning Electron Microscopy (SEM) JOEL รุ่น JSM-6400
11. X-ray Diffraction Spectroscopy JOEL รุ่น JDX-8030, JAPAN
12. X-ray Fluorescences Spectroscopy JOEL รุ่น PW 2400 PHILIPS, JAPAN
13. เครื่องวัดพื้นที่ผิวของ Micromeritics รุ่น Flow Sorball 2300
14. ชุดเครื่องปฏิกรณ์สแตนเลส
15. ชุดควบคุมอุณหภูมิ Carbolite model MTP 12/25/250/201
16. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ORION รุ่น 240 A

3.3 สารเคมี

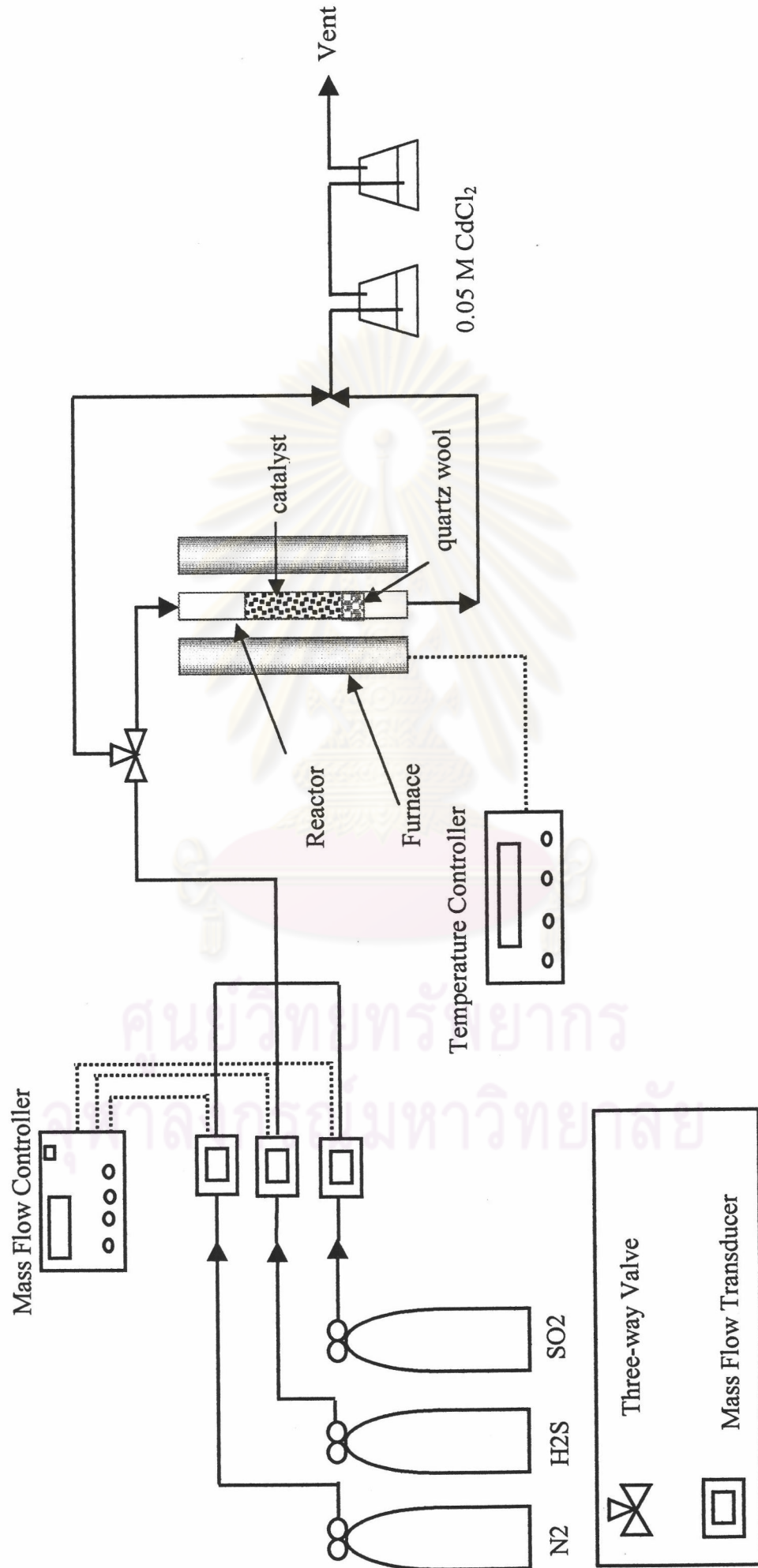
1. NaOH ความบริสุทธิ์ 99% จากบริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด
2. KOH ความบริสุทธิ์ 85% จากบริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด
3. แก๊ส H₂S ความบริสุทธิ์ 10% จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียล แก๊ส จำกัด (มหาชน) (วิเคราะห์ความเข้มข้นจริงได้ $4.19 \pm 0.02\%$)
4. แก๊ส SO₂ ความบริสุทธิ์ 99.98% จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียล แก๊ส จำกัด (มหาชน)
5. แก๊ส N₂ ความบริสุทธิ์ 99.95% จากบริษัท ธนบุรีวัฒนา จำกัด
6. CdCl₂ ความบริสุทธิ์ 99% จากบริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด
7. Methyl red indicator

3.4 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

วัสดุที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้ถั่วลันเตาที่นำมาจากโรงงานผลิตกระแสไฟฟ้า อ.แม่เมะ จังหวัดลำปาง



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.5 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง

3.5.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของถ้ำลอยลิกไนต์ เหมือนแม่เกาะ จ.ลำปาง

- วิเคราะห์สารประกอบทางเคมีโดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)
- วิเคราะห์รูปร่างผลึกโดยใช้สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (SEM)
- วิเคราะห์องค์ประกอบโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (XRD)
- วิเคราะห์พื้นที่ผิวโดยใช้เครื่อง BET

3.5.2 การเตรียมสารตั้งต้น

การเตรียมถ้ำลอยถ่านหิน

นำถ้ำลอยที่ได้มาจากโรงงานผลิตไฟฟ้าแม่เกาะมาเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยให้ถ้ำลอยทิ้งไว้ให้เย็นใน desiccator

3.5.3 การสังเคราะห์ซีโอไลต์จากถ้ำลอยถ่านหิน

นำถ้ำลอยถ่านหินที่เผาแล้วมาซึ่งประมาณ 25 กรัม (เทคนิค 2 ตำแหน่ง) ใส่ลงในขวดที่มีสารละลาย NaOH เข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นนำไปประกอบเข้ากับชุดของเครื่องกวน ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง

นำถ้ำลอยที่ผ่านการทำปฏิกิริยามาปั่นเหวี่ยงแยกเอาถ้ำลอย และกรองแยกถ้ำลอยโดยล้างด้วยน้ำกลั่นจนหมดต่าง หลังจากนั้นนำถ้ำลอยมาอบแห้ง

ทำการสังเคราะห์ที่สภาวะเดิม แต่เปลี่ยนเป็นสารละลาย KOH เข้มข้น 2 โมลาร์แทน

วิเคราะห์สมบัติของถ้ำลอยที่ผ่านการทำปฏิกิริยาแล้ว ดังต่อไปนี้

- วิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (XRD)
- วิเคราะห์พื้นที่ผิวโดยใช้เครื่อง BET

3.5.4 ขั้นตอนศึกษาหาสารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาของเคลลาส์

1. ชั่งน้ำหนักสารดูดซับ คือ ถ้ำลอย ซีโอไลต์พีและซาบาไซต์ มาทำการทดลองครั้งละ 0.5 กรัม บรรจุลงในเครื่องปฏิกรณ์ ตั้งอุณหภูมิผิววนอกเครื่องปฏิกรณ์ให้คงที่ตามกำหนด เปลี่ยนแปลงค่าอุณหภูมิตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

2. เปิดแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์กับซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่อัตราส่วนความเข้มข้น 1:1.27 โดยความเข้มข้นของไฮโดรเจนซัลไฟด์เป็น $0.314 \pm 0.049\%$ โมลส่วนซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็น $0.4 \pm 0.010\%$ โมลตามลำดับ เพื่อให้ซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็นตัวทำปฏิกิริยาเกินพอประมาณ 150% แก๊สผสมถูกเจือจางด้วยแก๊สไนโตรเจนที่อัตราการไหลรวม 100 มิลลิลิตรต่อนาที

3. ผ่านแก๊สผสมก่อนเข้าเครื่องปฏิกรณ์ โดยผ่านลงในขวดดักแก๊สที่บรรจุสารละลาย CdCl_2 0.05 M. ขวดละ 100 และ 50 มิลลิลิตร เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเปิดวาล์วแก๊สผสมเข้า

เครื่องปฏิกรณ์ที่ต่อทางออกกับขวดบรรจุสารละลาย CdCl_2 2 ขวด ขวดที่ 1 บรรจุสารละลาย CdCl_2 0.05 M. ปริมาตร 100 มิลลิลิตรและขวดที่ 2 บรรจุสารละลาย CdCl_2 0.05 M. ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เริ่มจับเวลาเมื่อผ่านแก๊สผสมเข้าเครื่องปฏิกรณ์ 2 นาที เก็บสารละลาย CdCl_2 ที่ดักแก๊ส ทุก 10 นาที โดยเปลี่ยนชุดดักแก๊สใหม่ทั้ง 2 ขวดทุกครั้ง ทำการทดลองจนได้ค่าการไต่เตลดังที่ จึงหยุดการทดลอง ผ่านแก๊สไฮโดรเจนต่อไปอีก 15 นาที เพื่อไล่แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์กับซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่เหลือค้างอยู่ภายในเครื่องปฏิกรณ์

4. เติสารละลายในชุดดักแก๊สทั้ง 2 ขวดรวมกันกับน้ำจืดล้างทั้ง 2 ขวด วิเคราะห์หาปริมาณ H_3O^+ ที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยา โดยไตเตรตกับสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.01 M. ทำเช่นเดียวกันทุกชุด

5. นำผลการทดลองไปวิเคราะห์หาสารเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดในการเข้าทำปฏิกิริยา เพื่อนำไปศึกษาจลนพลศาสตร์เบื้องต้นต่อไป

3.5.5 ขั้นตอนการศึกษาจลนพลศาสตร์เบื้องต้นของปฏิกิริยาเคลาส์

1. ปรับค่าอัตราส่วนระหว่างน้ำหนัkdั้วเร่งปฏิกิริยาต่ออัตราการป้อน (W/F ratio) เพื่อหาช่วงที่มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงระหว่างร้อยละการเปลี่ยนกับอัตราส่วนระหว่างน้ำหนัkdั้วเร่งปฏิกิริยาต่ออัตราการป้อน ที่อุณหภูมิผิวนอกเครื่องปฏิกรณ์คงที่ระหว่าง 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

2. นำค่าอัตราส่วนระหว่างน้ำหนัkdั้วเร่งปฏิกิริยาต่ออัตราการป้อนที่ได้ ไปหาค่าพลังงานกระตุ้นและอันดับปฏิกิริยา โดยวัดอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ความเข้มข้น (% โดยโมล) ของไฮโดรเจนซัลไฟด์เป็น $0.079 \pm 0.010\%$, $0.157 \pm 0.014\%$, $0.236 \pm 0.023\%$ และ $0.314 \pm 0.049\%$ ส่วนซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็น $0.1 \pm 0.010\%$, $0.2 \pm 0.010\%$, $0.3 \pm 0.010\%$ และ $0.4 \pm 0.010\%$ ตามลำดับ เพื่อรักษาอัตราส่วนความเข้มข้น 1:1.27 อุณหภูมิผิวนอกเครื่องปฏิกรณ์คงที่ระหว่าง 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส สำหรับเครื่องปฏิกรณ์ท่อไหลแบบอนุพันธ์ (differential plug flow reactor) อัตราการเกิดปฏิกิริยาหาได้จากสมการ

$$F_{\text{H}_2\text{S},0} X = -r_{\text{H}_2\text{S}} W \quad (3.1)$$

หรือ

$$-r_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{F_{\text{H}_2\text{S},0} X}{W} \quad (3.2)$$

เมื่อ $F_{\text{H}_2\text{S},0}$ = อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เริ่มต้น (โมล วินาที⁻¹)

X = การเปลี่ยนของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (% conversion)

W = น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี (กรัม)

$-r_{\text{H}_2\text{S}}$ = อัตราการเกิดปฏิกิริยาของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (โมล วินาที⁻¹ กรัม⁻¹)