

## บทที่ ๔

### วิธีการทดลอง

ในการทดลองแบ่งออกเป็น ๒ ขั้นตอนที่สำคัญ คือขั้นตอนแรกเป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ส่วนขั้นตอนหลังเป็นการทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ทั้งในเชิงวิศวกรรมและเชิงฟิลิกส์

#### ๔.๑ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM- 5 (๔๑)

##### ๔.๑.๑ การเตรียมสาร

##### ๔.๑.๑.๑ สารละลายดีเคนท์ (Decantation Solution)

สารละลาย ก.๑ : ประกอบด้วย

$AlCl_3$  ๐.๐๑๓๘ กรัม

TPABr \* ๓.๕๓ กรัม

$H_2O$  ๖๐.๐ มิลลิลิตร

(Conc.)  $H_2SO_4$  ๓.๓๓ มิลลิลิตร

สารละลาย ข.๑ : ประกอบด้วย

น้ำแก้ว (Water glass) ๖๕.๐ กรัม

$H_2O$  ๕๕.๐ มิลลิลิตร

สารละลาย ค.๑ : ประกอบด้วย

NaCl ๒๖.๒๓ กรัม

$H_2O$  ๑๐๘.๐ มิลลิลิตร

\* TPABr = tetrapropyl ammonium bromide

๔.๑.๑.๒ สารละลายเจล (Gel Solution)

สารละลาย ก.๒ : ประกอบด้วย

$AlCl_3$	๐.๐๑๓๘	กรัม
TPABr	๕.๗๒	กรัม
NaCl	๑๑.๕๕	กรัม
$H_2O$	๖๐.๐	มิลลิลิตร
(conc) $H_2SO_4$	๓.๓๗	มิลลิลิตร

สารละลาย ข. ๒ : ประกอบด้วย

Water glass	๖๕.๐	กรัม
$H_2O$	๔๕.๐	มิลลิลิตร

สารละลาย ค. ๒ : ประกอบด้วย

TPABr	๒.๑๖	กรัม
NaCl	๔๐.๕๕	กรัม
NaOH	๒.๓๘	กรัม
$H_2O$	๒๐๔.๐	มิลลิลิตร
(Conc.) $H_2SO_4$	๐.๕๘	มิลลิลิตร

๔.๑.๑.๓ 1 M  $NH_4NO_3$  ๑,๐๐๐ มิลลิลิตร

๔.๑.๒ การเตรียมสารละลายคีโตนท์ และการตกตะกอนของเจล (Gel Precipitate)

การเตรียมสารละลายคีโตนท์ ทำโดยทีเตรท (titrate)

สารละลาย ก.๑ และ ข.๑ ลงในสารละลาย ค.๑ รวมๆกันโดยให้อัตราการไหลของสารละลาย ก.๑ เท่ากับ ๑๒.๐๐ ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และรักษาความเป็นค่าของสารละลายที่ถูกลบสมทั้งหมดไว้ที่ ๕.๘ เพราะค่าความเป็นค่านี้เหมาะสำหรับการเกิดการตกตะกอน

หลังจากทีเตรทเสร็จแล้ว นำสารละลายที่ได้ไปแยกตะกอนออก เก็บสารละลายไว้ใช้ต่อไป สารละลายที่ได้เรียกว่าสารละลายคีโตนท์ สำหรับการเตรียมตะกอนของเจลก็เตรียมได้ในลักษณะที่คล้ายกันคือทีเตรทสารละลาย ก.๒ และ ข.๒

ลงในสารละลาย ค.๒ โดยรักษาสภาวะต่างๆให้เหมือนกันกับการเตรียมสารละลายที่เกณฑ์ จากนั้นแยกตะกอนออก นำตะกอนที่ได้ไปบดเพื่อแยกน้ำออกอีกเนื่องจากตะกอนที่ได้สามารถ ดู้งน้ำได้ดี

๔.๑.๓ การตกผลึก (Crystallization)

นำตะกอนของเจลดและสารละลายที่เกณฑ์ที่เตรียมได้มาผสมกัน แล้วใส่ในเครื่องออโตเคฟ (autoclave) จากนั้นให้ความร้อนเพื่อให้เกิดกระบวนการ ตกผลึกโดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้อง ไปถึงอุณหภูมิ ๑๒๐°ซ ภายใน ๕๐ นาที และจาก อุณหภูมิ ๑๒๐°ซ เป็น ๒๑๐°ซ ภายใน ๔.๒ ชั่วโมง ภายใต้ความดันของก๊าซไนโตรเจน คอนเริ่มแรกเท่ากับ ๓ กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร (เกจ) หลังจากนั้นทิ้งไว้ให้เย็น จนถึงอุณหภูมิห้องตลอดคืน

ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผลึกสีขาว นำไปล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัด คลอไรด์ไอออน (Cl<sup>-</sup>) ออกจากผลึก ทำซ้ำกัน ๔ ครั้งจนแน่ใจว่ากำจัดออกหมดแล้ว จึงนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ ๑๑๐ - ๑๒๐°ซ อย่างน้อย ๓ ชั่วโมง

๔.๑.๔ การคัลไซน์ครั้งแรก (First Calcination)

การคัลไซน์ครั้งนี้เป็นการเผาได้ TPABr ออกจากโครงสร้าง ของผลึก ทำให้เกิดรูพรุนในโครงสร้างของผลึก ทำโดยชั่งผลึกแห้ง ๒ - ๓ กรัมใส่ใน ภาชนะปอร์เซเลน (porcelain) รูปเรือ แล้วให้ความร้อนในเตาเผา โดยเพิ่ม อุณหภูมิขึ้นจากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ ๕๔๐°ซ ภายใน ๒๐ นาที แล้วรักษาที่อุณหภูมิ ๕๔๐°ซ นี้ไว้อีก ๓.๕ ชั่วโมง ผลึกซึ่งผ่านการคัลไซน์แล้ว จะถูกทำให้เย็นภายในเครื่อง เกชชีเคเตอร์ (dessicator)

๔.๑.๕ การแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange)

นำผลึกที่ผ่านการคัลไซน์แล้ว ๑.๕ กรัมผสมกับ ๔๕ มิลลิลิตรของ 1M NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> ให้ความร้อนพร้อมกันที่อุณหภูมิ ๕๐°ซ เป็นเวลา ๑ ชั่วโมง แยกเอา ผลึกออก แล้วล้างผลึกด้วยน้ำกลั่น ๒ ครั้ง จึงทำตามขั้นตอนแรกอีกครั้ง หลังจากนั้นจึงนำ ผลึกที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนแล้ว ๒ ครั้ง ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ ๑๑๐ - ๑๒๐°ซ เป็น

เวลาอย่างน้อย ๓ ชั่วโมง การทำเช่นนี้เพื่อให้แอมโมเนียมไอออน ( $NH_4^+$ ) เข้าไปแทนที่ โซเดียมไอออน ( $Na^+$ ) ในโครงสร้างของผลึก

๔.๑.๒ การคัลไซน์ครั้งที่ ๒ (Second Calcination)

การคัลไซน์ครั้งที่หลังนี้ กระทำเหมือนการคัลไซน์ครั้งแรก แต่ผลึกที่ใช้ เป็นผลึกที่ผ่านขั้นตอนการแลกเปลี่ยนไอออนแล้ว การทำเช่นนี้เพื่อกำจัดสารประกอบ ไนโตรเจนออกไซด์ในรูปของแอมโมเนีย ( $NH_3$ ) และไนโตรเจนออกไซด์ ( $NO_x$ )

ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ทั้งหมดสามารถแสดงได้ ดังรูปที่ ๔.๑

๔.๒ การทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาในเชิงวิศวกรรม

การทดสอบแบ่งเป็น ๓ ชุด คือ ชุดแรกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาหลักอย่างเกี่ย ชุดที่สองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหลักผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ที่ใช้ในเชิงการค้า และ ชุดสุดท้ายเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหลักผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ที่เตรียมขึ้นมาเอง ทั้งสองชุดหลังผสมกันด้วยอัตราส่วน ๑ : ๑ โดยน้ำหนัก

ตัวเร่งปฏิกิริยาหลักที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหลักหลอม ของบริษัท ไอซีไอ (Imperial Chemical Industries Ltd.) มีชื่อทางการค้าว่า ICI ๓๕ - ๔ และใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แอมโมเนีย มีคุณสมบัติดังนี้

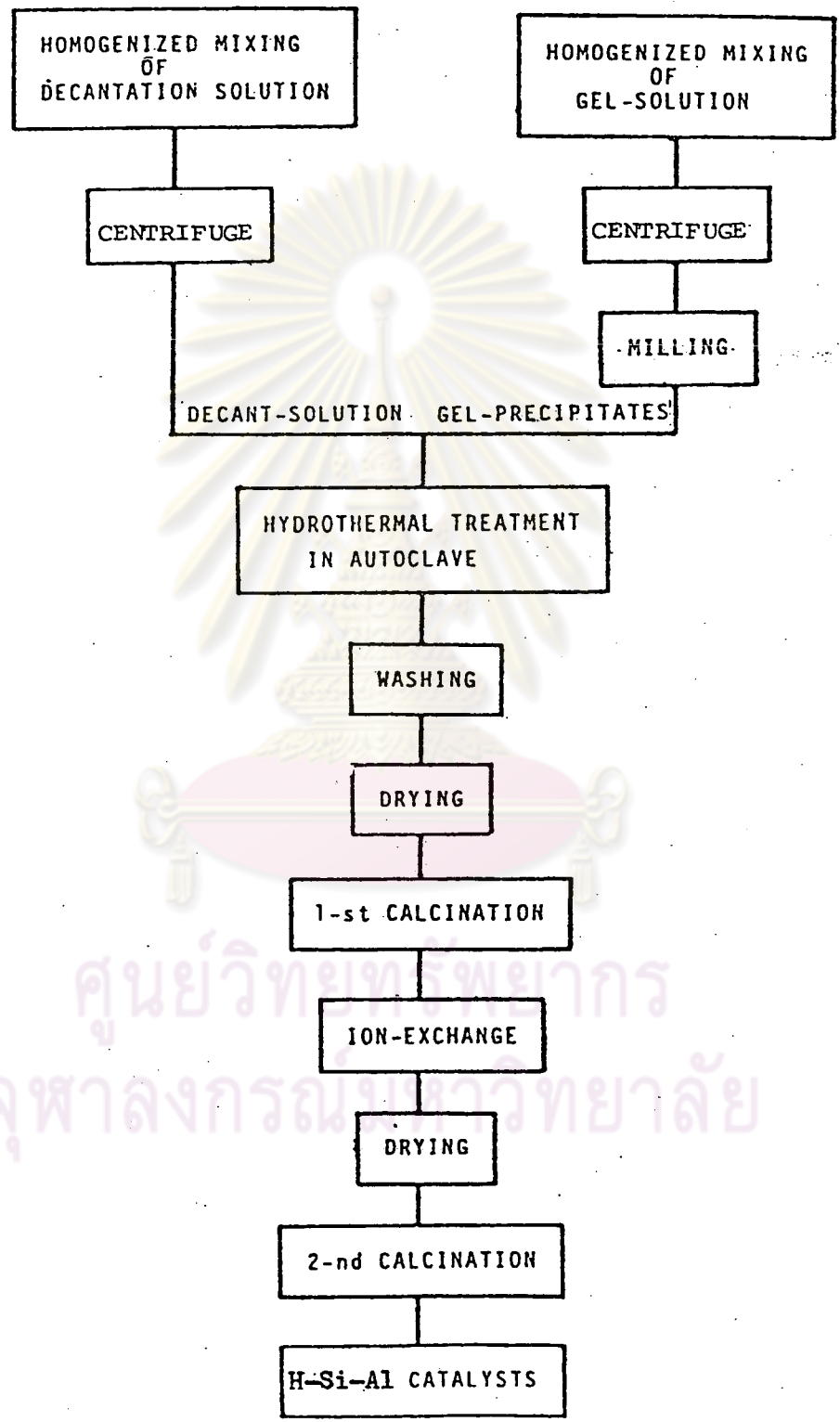
ความหนาแน่น	๒.๓๕	กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
ปริมาตรรูพรุน	$2 \times 10^{-2}$	ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม
พื้นที่ผิว BET	๑๘	ตารางเมตรต่อกรัม
องค์ประกอบทางเคมี		

$K_2O$	๐.๘	%
$CaO$	๒.๐	%
$MgO$	๐.๓	%
$Al_2O_3$	๒.๕	%
$SiO_2$	๐.๘	%
$TiO_2$	} Trace	
$ZrO_2$		
$V_2O_5$		



ศูนย์วิจัยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ ๔.๑ แสดงแผนผังการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM-5 (๔๐)

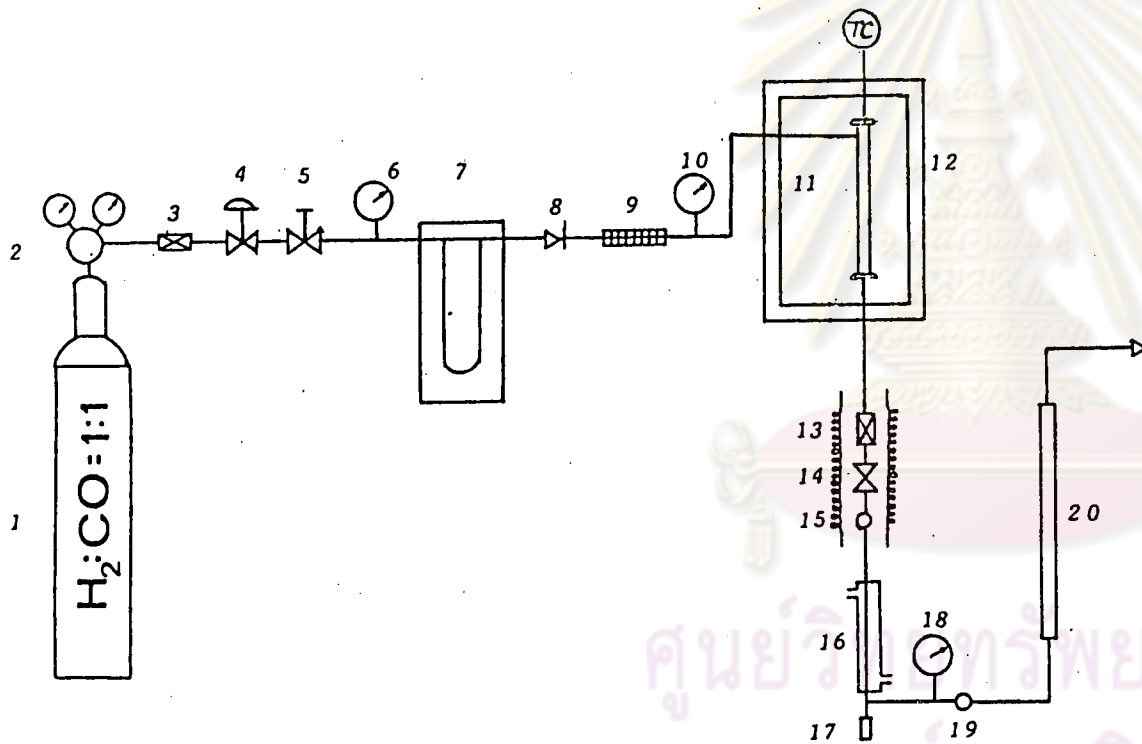


ตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ที่ใช้ในเชิงการค้าเป็นของบริษัทน้ำมันโมบิล ใช้ผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กหลอมในอัตราส่วน ๑ : ๑ โดยน้ำหนัก และใช้ในการทดลองในปริมาตร ๑ ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือ ๐.๓๑๐๗ กรัม คิดเป็นปริมาตรของเหล็กหลอมเท่ากับ ๐.๑๕ ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือ ๐.๓๕๕๓ กรัม การทดลองทั้ง ๓ ชุด ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กหลอมในจำนวนที่เท่ากัน ตัวเร่งปฏิกิริยาในแต่ละชุดถูกบดให้ละเอียด อัดเป็นเม็ด แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงให้มีขนาด ๔๐ - ๖๐ เมช

๔.๒.๑ เครื่องมือทดลอง (ดูภาคผนวก ค.)

เครื่องมือทดลองประกอบด้วยชิ้นส่วนใหญ่ ๆ คือ ดังก๊าซผสมระหว่างก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์กับก๊าซไฮโดรเจนในอัตราส่วน ๑ : ๑ , ส่วนควบคุมการไหลก๊าซขาเข้า, ส่วนเครื่องปฏิกรณ์เคมีและส่วนควบคุมการไหลของก๊าซขาออก ดังแสดงในรูปที่ ๔.๒ ก๊าซสังเคราะห์ที่ออกจากถัง (หมายเลข ๑) จะผ่านเครื่องควบคุมความดัน (pressure regulator) (หมายเลข ๒) เข้าสู่ส่วนควบคุมการไหลของก๊าซขาเข้า ซึ่งประกอบด้วยตัวกรองฝุ่น (dust filter) (หมายเลข ๓), วาล์วเข็ม (หมายเลข ๔), วาล์วละเอียด (fine metering valve) (หมายเลข ๕), เกจวัดความดัน (pressure guage) (หมายเลข ๖), เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ (manometer) (หมายเลข ๗), วาล์วกันก๊าซไหลกลับ (check valve) (หมายเลข ๘) และตัวจับความชื้นและมลทินในก๊าซ (หมายเลข ๙) ตามลำดับ ก๊าซสังเคราะห์ไหลผ่านเข้าสู่ส่วนเครื่องปฏิกรณ์เคมี โดยผ่านเกจวัดความดัน (หมายเลข ๑๐) และเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์เคมี (หมายเลข ๑๑) ทางด้านบน เครื่องปฏิกรณ์เคมีอยู่ในเตาอบ (หมายเลข ๑๒) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ (๑) ผลึกภัณฑ์ที่ไต่จากการสังเคราะห์จะอยู่ในรูปของก๊าซและไหลออกทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์เคมี เข้าสู่ส่วนควบคุมการไหลของก๊าซขาออก โดยผ่านตัวกรองฝุ่น (หมายเลข ๑๓), วาล์วไมโคร (micro metering valve) (หมายเลข ๑๔) และจุดเก็บตัวอย่างก๊าซร้อน (หมายเลข ๑๕) ทั้ง ๓ ตัวถูกให้ความร้อนให้มีอุณหภูมิ ๑๕๐° ซ ด้วยลวดความร้อน หลังจากนั้นก๊าซถูกทำให้เย็นตัวลง โดยผ่านเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน (หมายเลข ๑๖) ด้านล่างของเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนเป็นที่เก็บผลึกภัณฑ์ที่เป็นของเหลว (หมายเลข ๑๗)

- (๑) อุณหภูมิที่ควบคุมได้อยู่ในช่วง ± ๓° ซ
- (๒) เพื่อป้องกันอนุภาคที่อาจหลุดเข้ามา เข้าไปอุดตันในวาล์วไมโคร



- 1 = ถังก๊าซผสม  $H_2:CO = 1:1$
- 2 = เครื่องควบคุมความดัน
- 3,13 = ตัวกรองฝุ่น
- 4 = วาล์ว เช็ม
- 5 = วาล์วละ เอียด
- 6,10,18 = เกจวัดความดัน
- 7 = เครื่องวัดอัตราการไหลแบบ  
มาโนมิเตอร์
- 8 = วาล์วกั้นก๊าซไหลกลับ
- 9 = ตัวจับความชื้นและมลทิน
- 11 = เตาปฏิกรณ์ เคมี
- 12 = เตาอบ
- 14 = วาล์วไมโคร
- 15 = จุดเก็บตัวอย่างก๊าซร้อน
- 16 = เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน
- 17 = ที่เก็บผลิตภัณฑ์ที่เป็นของเหลว
- 19 = จุดเก็บตัวอย่างก๊าซเย็น
- 20 = เครื่องวัดอัตราการไหลแบบ  
พองก๊าซ
- TC = เทอร์โมคัปเปิล

รูปที่ ๔.๒ แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย



ศูนย์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ ๔.๓ แสดงภาพลักษณะภายในของเตาอบ ที่มีเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบเบคกิงคิกตั้ง  
อยู่ภายใน



ก๊าซซาออกซเจนนี้มีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้ว จะผ่านเกจวัดความดัน (หมายเลข ๑๔), จุดเก็บตัวอย่างก๊าซเย็น (หมายเลข ๑๕) และเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ (bubble flow meter) (หมายเลข ๒๐) ก่อนปล่อยทิ้งไป

#### ๔.๒.๑.๑ การคาลิเบรตเครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ (๔)

เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ทำด้วยแก้วรูปตัวยู (U) หล่อทับด้วยเรซิน เพื่อให้ทนความดันสูงๆได้ ภายในหลอดแก้วบรรจุปรอท และด้านหลังมีซีลบอกความสูงของปรอท เมื่อก๊าซไหลผ่านท่อที่บรรจุทรายไว้ภายใน จะเกิดความดันลด และระดับของปรอทต่างกัน ทำให้รู้อัตราการไหลของก๊าซได้

การคาลิเบรต (calibrate) ทำที่ความดัน ๑๐ และ ๒๐ บรรยากาศ เครื่องมือขณะทำการคาลิเบรตแสดงคั่งรูปที่ ๔.๔ โดยปรับวาล์วทั้ง ๓ ตัว ก๊าซที่ไหลผ่านชั้นทราย จะเกิดความดันลดในหลอดแก้วตัวยู ระดับของปรอทไม่เท่ากัน อ่านความแตกต่างของระดับความสูงได้ และหาอัตราการไหลของก๊าซซาออกจากมาโนมิเตอร์ด้วยเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ ซึ่งเป็นอัตราการไหลที่อุณหภูมิ ๓๐° ซ และความดันบรรยากาศ

#### ๔.๒.๒ วิธีการทดลอง

การทดลองทำในเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบเบคกิง และขั้นตอนของการทดลองมีดังนี้

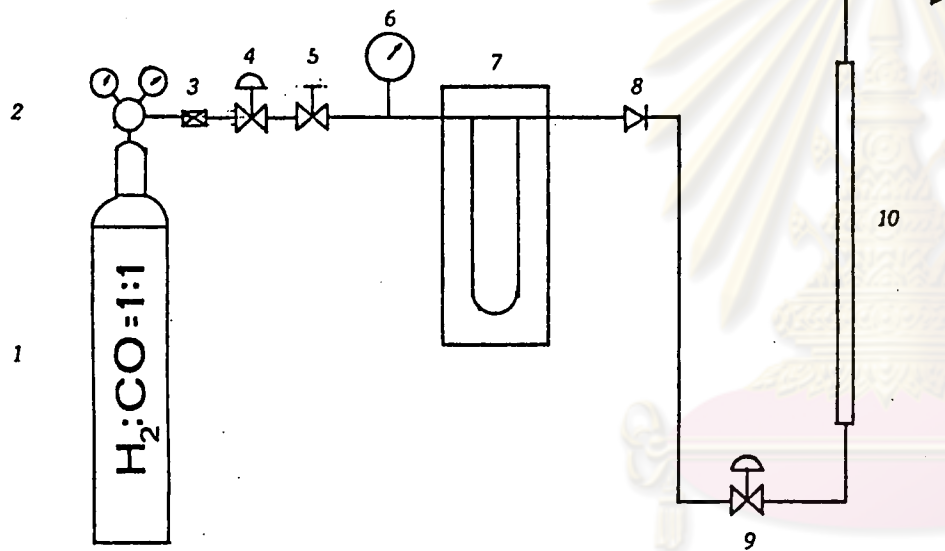
๔.๒.๒.๑ รีคิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาในบรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ ๔๕๐° ซ ความดัน ๑๐ บรรยากาศ และความเร็วเชิงสเปซ ๑,๐๐๐ ต่อชั่วโมง สมการของปฏิกิริยาการรีคิวซ์ มีดังนี้



จากสมการจะเห็นว่าระหว่างการรีคิวซ์ได้น้ำเป็นผลิตภัณฑ์ ดังนั้นสามารถทดสอบการรีคิวซ์ได้โดยการวิเคราะห์น้ำ ปริมาณของน้ำที่เกิดขึ้นในตอนแรกมีค่ามาก แต่ค่อย ๆ ลดลง จนเกือบวัดไม่ได้ การรีคิวซ์ใช้เวลาทั้งหมด ๒๔ ชั่วโมง

๔.๒.๒.๒ ปิดถังก๊าซไฮโดรเจนแล้วเปิดก๊าซสังเคราะห์ ปรับเครื่องควบคุมความดันของตัวก๊าซ ให้ความดันประมาณ ๑๐ บรรยากาศ โดยที่วาล์วแต่ละตัว ปิดอยู่

(๑) ความดันสูงสุดเท่าที่ทำการทดลองคือ ๒๐ บรรยากาศ



- 1 = ถังก๊าซผสม  $H_2:CO = 1:1$
- 2 = เครื่องควบคุมความดัน
- 3 = ตัวกรองฝุ่น
- 4 = วาล์วเข็ม
- 5 = วาล์วละเอียด
- 6 = เกจวัดความดัน
- 7 = เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์
- 8 = วาล์วกันก๊าซไหลกลับ
- 9 = วาล์วไมโคร
- 10 = เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

รูปที่ ๔.๔ แสดงแผนภาพของเครื่องมือขณะทำการคาไลเบรท

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

๔.๒.๒.๓ ค่อยๆเปิดวาล์วเข็ม และวาล์วละเอียด ให้มีก๊าซไหลผ่าน เครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ แล้วเปิดวาล์วหน้าวาล์วกันก๊าซไหลกลับและวาล์วไมโคร ค่อยๆปรับวาล์วแต่ละตัวให้ได้ความดัน และอัตราการไหลของก๊าซขาเข้าตามต้องการ โดยอ่านจากเกจวัดความดัน และเครื่องวัดอัตราการไหลแบบมาโนมิเตอร์ตามลำดับ วัดอัตราการไหลของก๊าซขาออกด้วยเครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

๔.๒.๒.๔ เปิดเครื่องควบคุมอุณหภูมิเตาอบ เพื่อให้ความร้อนแก่เครื่อง ปฏิกรณ์เคมี และรักษาอุณหภูมิของวาล์วไมโคร ให้ได้ ๑๕๐° ซ ค่ายลวดความร้อน

๔.๒.๒.๕ รอให้ระบบเข้าสู่สภาวะสมดุลเป็นเวลา ๑ ชั่วโมง จึงนำตัวอย่าง ก๊าซจากจุดเก็บก๊าซทั้งสอง ไปวิเคราะห์ การทดลองแต่ละจุดใช้เวลาประมาณ ๒ ชั่วโมงครึ่ง

๔.๒.๓ การศึกษาสภาวะของการปฏิบัติการ

๔.๒.๓.๑ อิทธิพลของอุณหภูมิ

การศึกษาทำที่อุณหภูมิ ๒๒๐, ๒๕๐, ๒๘๐ และ ๓๑๐° ซ ตามลำดับ ความเร็วเชิงสเปซ ๒,๐๐๐ ต่อชั่วโมง และความดัน ๑๐ บรรยากาศ

๔.๒.๓.๒ อิทธิพลของความเร็วเชิงสเปซ

การศึกษาความเร็วเชิงสเปซทำที่ ๒,๐๐๐, ๓,๐๐๐ และ ๔,๐๐๐ ต่อชั่วโมง ตามลำดับ อุณหภูมิ ๓๑๐° ซ และความดัน ๑๐ บรรยากาศ

๔.๒.๓.๓ อิทธิพลของความดัน

การศึกษาทำเปรียบเทียบที่ความดัน ๑๐ และ ๒๐ บรรยากาศ ที่อุณหภูมิ ๓๑๐° ซ และความเร็วเชิงสเปซ ๔,๐๐๐ ต่อชั่วโมง

สภาวะการปฏิบัติการทั้งหมด แสดงในตารางที่ ๔.๑

๔.๒.๔ การทดสอบการเสื่อมของตัวเร่งปฏิกิริยา

เนื่องจากการทดลองแต่ละครั้งทำแบบต่อเนื่องใช้เวลาทั้งหมด ประมาณ ๑๓ ชั่วโมง ดังนั้นก่อนการทดลองจะเริ่มขึ้น จำเป็นต้องทดสอบว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีการเสื่อมเกิดขึ้นหรือไม่ ภายในช่วงเวลาของการทดลอง เพื่อจะได้ทราบว่าผลของการทดลองที่เกิดขึ้นมีผลเนื่องจากการเสื่อมของตัวเร่งปฏิกิริยากับหรือไม โดยสภาวะการปฏิบัติการที่ใช้สำหรับการทดสอบ ทำที่อุณหภูมิ ๒๒๐° ซ ความเร็วเชิงสเปซ ๒,๐๐๐ ต่อชั่วโมง ความดัน ๑๐ บรรยากาศ และอัตราส่วนของก๊าซสังเคราะห์เท่ากับ ๑ : ๑ แต่ก่อนการ

ตารางที่ ๔.๑ แสดงสถานะการปฏิบัติการทั้งหมดของการทดลอง

การทดลองครั้งที่	อุณหภูมิ (° ซ )	ความเร็วเชิงสเปซ (ต่อชั่วโมง)	ความดัน (บรรยากาศ)
๑	๒๒๐	๒,๐๐๐	๑๐
๒	๒๕๐	๒,๐๐๐	๑๐
๓	๒๘๐	๒,๐๐๐	๑๐
๔	๓๑๐	๒,๐๐๐	๑๐
๕	๓๑๐	๓,๐๐๐	๑๐
๖	๓๑๐	๔,๐๐๐	๑๐
๗	๓๑๐	๔,๐๐๐	๒๐

ทดสอบการเสื่อมของตัวเร่งปฏิกิริยา ต้องมีการรีทิวส์ตัวเร่งปฏิกิริยาก่อนด้วยก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิ ๔๕๐° ซ ความดัน ๑๐ บรรยากาศ และความเร็วเชิงสเปซ ๑,๐๐๐ ต่อชั่วโมง การรีทิวส์ใช้เวลา ๒๔ ชั่วโมง จึงทดสอบ โดยคำนวณหาค่าการเปลี่ยนรูปที่เกิดขึ้นเมื่อ ชั่วโมงที่ ๑ และที่ ๑๗ เปรียบเทียบกัน

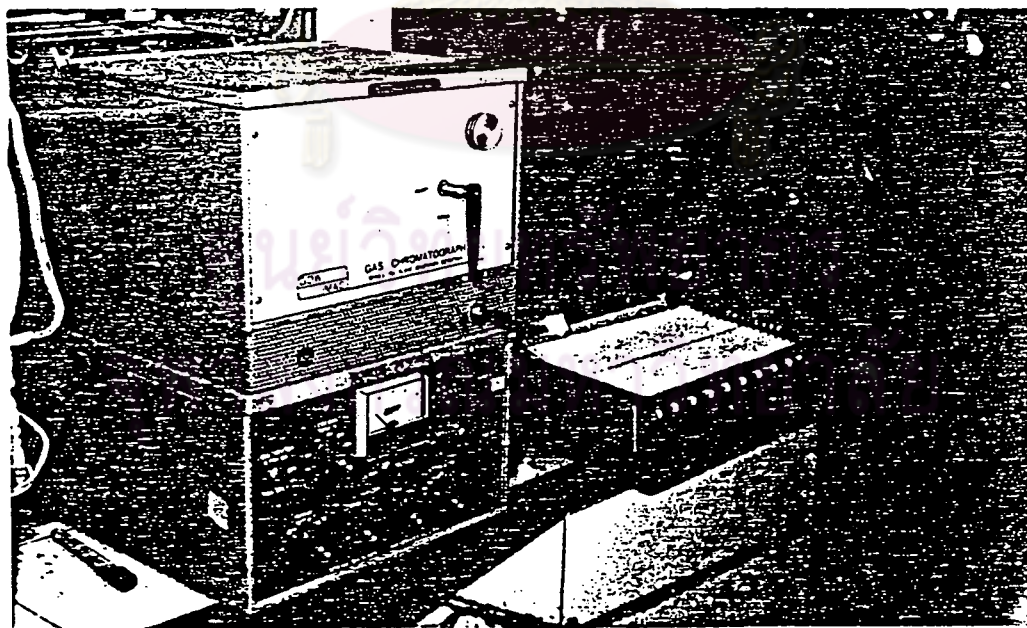
๔.๒.๕ การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

๔.๒.๕.๑ การวิเคราะห์ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์, ก๊าซไฮโดรเจน, ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ ทำด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography) GOW MAC รุ่น Series ๑๕๐ ที่มีตัวตรวจแบบ TCD (รูปที่ ๔.๕) ตัวอย่างก๊าซ ได้จากจุกเก็บตัวอย่างก๊าซเย็น

๔.๒.๕.๒ การวิเคราะห์ก๊าซมีเทน, ก๊าซอีเทน, ก๊าซโพรเพน และก๊าซบิวเทน ทำด้วยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี GOW MAC รุ่น Series ๓๕๐ ที่มีตัวตรวจแบบ FID (รูปที่ ๔.๖) ตัวอย่างก๊าซได้จากจุกเก็บตัวอย่างก๊าซเย็น



รูปที่ ๔.๕ แสดงเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 150



รูปที่ ๔.๖ แสดงเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี GOW MAC รุ่น Series 750

๔.๒.๕.๓ การวิเคราะห์สารประกอบไฮโดรคาร์บอน ทำด้วย เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟี VARIAN รุ่น VISTA ๔๖๐๐ ที่มีตัวตรวจแบบ FID ข้อมูลจากเครื่อง VISTA ๔๖๐๐ จะส่งเข้าคำนวณผลและพิมพ์ในส่วนประมวลผล VISTA ๔๐๑ (รูปที่ ๔.๓) ตัวอย่างก๊าซที่ได้จากจุดเก็บตัวอย่างก๊าซร้อนมีอุณหภูมิ ๑๕๐° ซ ทั้งนี้เข็มฉีก๊าซของมีอุณหภูมิ ๑๕๐° ซ กว๊ย ทำได้โดยนำเข้มน้้ต้นควยฉนวน กันความร้อน และอบในเตาอบที่มีอุณหภูมิ ๑๕๐° ซ การวิเคราะห์ต้องทำอย่างรวดเร็ว เพื่อป้องกันการเกิดการกลั่นตัวของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนหนัก เมื่ออุณหภูมิลดลง สภาวะการวิเคราะห์ควยเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟีทั้ง ๓ แบบ แสดงถึง ตารางที่ ๔.๒

#### ๔.๓ การทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาในเชิงฟิสิกส์

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นำมาทดสอบคือตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 ทั้งที่เตรียมเอง และของบริษัชน้ำมัน โมบิล คุณสมบัติที่ทดสอบคือ

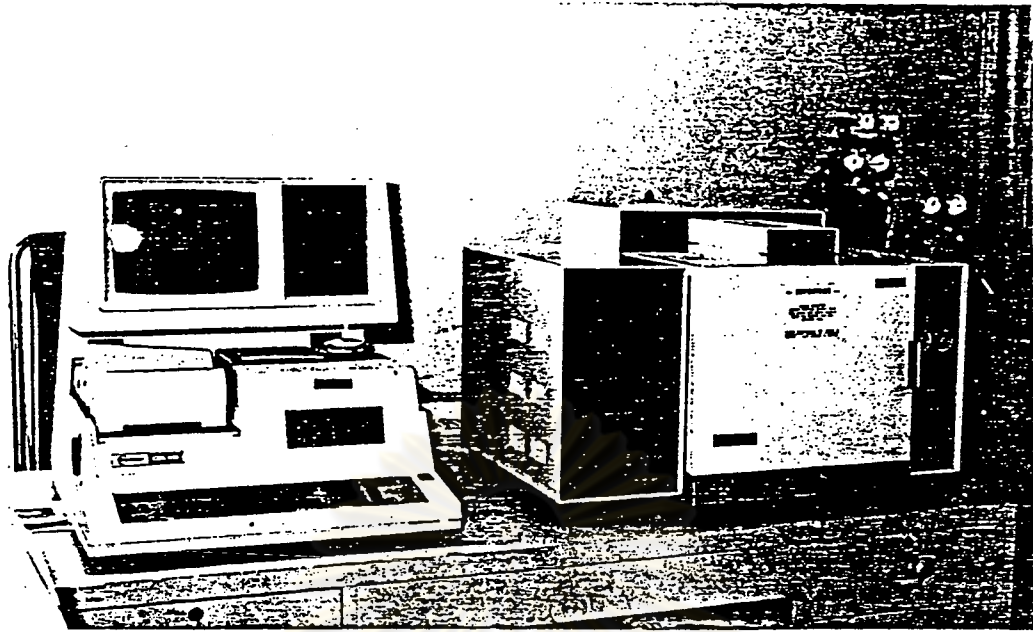
##### ๔.๓.๑ เอกซ์ - เรย์ ดิฟแฟรคชัน (X - ray diffraction) (XRD)

การทดสอบทำโดยสำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ

๔.๓.๒ ส่วนประกอบทางเคมี (Chemical Composition) เพื่อหาปริมาณ ของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) และอลูมินา ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ในตัวเร่งปฏิกิริยา ZSM - 5 โดยใช้เทคนิคนิวตรอนแอกติเวชัน (Neutron activation) (๕๕) ที่สำนักงานปรมาณู เพื่อสันติ

๔.๓.๓ สแกนิงอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope, SEM) ทำการทดสอบโดยศูนย์เครื่องมือจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

- (1) สารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่วิเคราะห์ได้จะอยู่ในรูปของส่วนประกอบ (composition) ในสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่ได้ และในการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ไม่ได้วิเคราะห์หาปริมาณอัลกอฮอล์ที่อาจจะเกิดขึ้น เนื่องจากขาดเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟฟีในการวิเคราะห์



รูปที่ ๔.๓ แสดงเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี VARIAN VISTA ๔๖๐๐ และ VISTA ๔๐๐

ตารางที่ ๔.๒ แสดงสภาวะการวิเคราะห์ห่วยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี

	VISTA 4600	เครื่อง GOW MAC Series 150		เครื่อง GOW MAC Series 750
		ค้ำน A	ค้ำน B	
สารตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้	ไฮโดรคาร์บอนหนัก	CO , H <sub>2</sub>	CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	ก๊าซไฮโดรคาร์บอน
ชนิดของตัวตรวจ(Detector)	FID (1)	TCD (2)	TCD	FID
ชนิดของคอลัมน์	3% OV-1 on Chromo- sorb WHP (80/100)	MS 5A (80/100)	Porapak Q (80/100)	20% DC-200 on Chro- mosorb-P(80/100)
ขนาดและความยาวของคอลัมน์	1/8" x 1.8 m(SS)	1/8" x 3m(SS)	1/8" x 3m(SS)	1/8" x 1.1 m(SS)
ชนิดของก๊าซพา(Carrier gas)	N <sub>2</sub>	Ar	Ar	N <sub>2</sub>
อัตราการไหลของก๊าซพา(ซม. <sup>3</sup> /นาที)	30 (3)	30	30	30 (3)
ขนาดของสารตัวอย่าง(ซม. <sup>3</sup> )	1	1	1	1
อุณหภูมิตัวฉีด(Injector) (°ซ)	80-300	60	60	50
อุณหภูมิตัวตรวจ(°ซ)	300	80	80	110
กระแสไฟฟ้าสำหรับ TCD (มิลลิแอมป์)	-	80	80	-

(1) TCD = Thermalconductivity detector

(2) FID = Flameionization detector

(3) ปริมาณที่ใช้ไม่จำเป็นต้องถูกต้อง เพราะต้องการหาส่วนประกอบต่างๆ (composition) ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนในลักษณะเปรียบเทียบ