บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์

เครื่องปฏิกรณ์สร้างด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) มีรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3.8 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร สูง 38.5 เซนติเมตร ท่อทางเข้าของแก๊สขนาด 0.32 เซนติเมตร (1/8 นิ้ว) จำนวน 2 ท่อติดอยู่ด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์ ท่อทางออกของแก๊สขนาด 0.64 เซนติเมตร (1/4 นิ้ว) จำนวน 1 ท่อติดอยู่ด้านล่างสุดของเครื่องปฏิกรณ์ บริเวณขอบบนและขอบล่างของเครื่องปฏิกรณ์มีลักษณะเป็นหน้าแปลน (flange) หนา 2.2 เซนติเมตรเพื่อประกอบกับส่วนของฝาปิดเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งยึดติดกันด้วยน็อต และมีปะเก็นแอสเบสตอส (asbestos) กันการรั่วซึมของแก๊ส ปะเก็นแอสเบสตอสมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3.65 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 5.35 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร บริเวณหน้าแปลนด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์มีตะแกรงรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ช่องสำหรับใส่เทอร์โมคัปเปิลอยู่ด้านบนสุดของเครื่องปฏิกรณ์ ขนาดของเทอร์โมคัปเปิล 0.1 เซนติเมตร ยาว 50 เซนติเมตร ปลายของเทอร์โมคัปเปิลอยู่ที่ระดับ 12 เซนติเมตรจากตะแกรงรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิ

ชุดควบคุมอุณหภูมิทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์ให้คงที่ตามระดับที่กำหนดไว้ ประกอบด้วย

ก. ขดลวดให้ความร้อน ขนาดกำลังไฟฟ้า 3,000 วัตต์ ใช้กับแรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ พันอยู่รอบเครื่องปฏิกรณ์ซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา ทำหน้าที่ให้ความร้อนด้วยปริมาณแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่ส่งมาจากโวลต์เตจ เรกกูเลเตอร์

ข. เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล อลูเมลหรือเทอร์โมคัปเปิลแบบ K (type K chromel vs alumel thermocouple) ทำงานโดยอาศัยหลักเมื่อเกิดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่ขั้วและที่ปลายจุดต่อบนโลหะสองชนิดของเทอร์โมคัปเปิลทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าระหว่างขั้วทั้งสองและส่งเข้าเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

ค. อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (voltage regulator) ทำหน้าที่ปรับแรงเคลื่อนไฟฟ้าเข้าสู่ขดลวดให้ความร้อน เพื่อให้ได้ปริมาณความร้อนที่พอเหมาะสำหรับระดับอุณหภูมิที่กำหนดไว้

ง. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (temperature controller) ทำการควบคุมแบบเปิด-ปิด (on-off control) โดยรับสัญญาณจากเทอร์โมคัปเปิล

3.1.3 ท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซน

ท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซนเป็นท่อทรงกระบอก ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 4.28 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร สูง 90 เซนติเมตร ด้านข้างของท่อมีท่อแก้วสำหรับบอกระดับความสูงของนอร์มัลเฮกเซน

3.1.4 ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X

ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X เป็นท่อทรงกระบอก ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม จำนวน 2 ท่อ ท่อหนึ่งบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X สำหรับดูดซับความชื้นที่มีอยู่ในนอร์มัลเฮกเซน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 3.4 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร สูง 90 เซนติเมตร ส่วนอีกท่อหนึ่งบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X สำหรับดูดซับความชื้นที่มีอยู่ในแก๊สไฮโดรเจนก่อนที่จะป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 2.54 เซนติเมตร หนา 0.15 เซนติเมตร สูง 90 เซนติเมตร

3.1.5 เครื่องควบคุมการป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์

ประกอบด้วยเรกกูเลเตอร์ (regulator) ทำหน้าที่ปรับความดันของแก๊สที่ออกจากถังให้คงที่โดยติดอยู่ที่ทางออกของถังเก็บแก๊ส และเกจความดัน (pressure gauge) ทำหน้าที่วัดความดันของแก๊สที่ป้อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์

3.1.6 ถังหล่อเย็น

ถังหล่อเย็นที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วยท่อทองแดงขนาด 1/4 นิ้ว แบบเกลียว (spiral) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเกลียว 13 เซนติเมตร สูง 30 เซนติเมตร บรรจุอยู่ในถังทรงกระบอกที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 เซนติเมตร สูง 50 เซนติเมตร เพื่อทำการควบแน่นผลิตภัณฑ์จากสถานะแก๊สเป็นของเหลวโดยใช้น้ำแข็งเป็นตัวหล่อเย็น

3.1.7 ตัวรองรับเก็บสาร

ตัวรองรับเก็บสารที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยขวดแก้วขนาด 1 ลิตร สำหรับเก็บนอร์มัลเฮกเซนที่ผ่านการดูดซับความชื้นด้วยโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X และหลอดแก้วขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรสำหรับเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว ฝาของหลอดแก้วประกอบด้วยท่อ 2 ท่อ ท่อหนึ่งเป็นท่อทางเข้าของผลิตภัณฑ์ที่ไหลออกจากเครื่องปฏิกรณ์และไหลผ่านท่อทองแดงในถังหล่อเย็น หลอดแก้วทำหน้าที่รองรับผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นและได้ควบแน่นเป็นของเหลว ส่วนอีกท่อหนึ่งเป็นท่อทางออกของผลิตภัณฑ์แก๊ส ผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้จะถูกถ่ายเก็บในขวดเก็บตัวอย่างที่มีฝาปิดขนาด 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.1.8 เครื่องมือวิเคราะห์สาร

เครื่องมือวิเคราะห์สารในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ (Gas Chromatograph) รุ่น Hewlett Packard 5890 series II และดีเทกเตอร์ชนิด FID และใช้คอลัมน์ HP-1 (100% methyl silicone) ซึ่งเป็นคอลัมน์ชนิดแคปิลลารี (capillary column) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.22 มิลลิเมตร ยาว 25 เมตร ใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สพา (carrier gas) ด้วยอัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที อัตราส่วนการแยก(split ratio) เท่ากับ 1 ต่อ 50

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 นอร์มัลเฮกเซน

นอร์มัลเฮกเซนที่ใช้ในการทดลองมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 (reagent grade) จากบริษัท เจ ที เบเกอร์ (J.T. Baker)

3.2.2 คาร์บอนเตตระคลอไรด์

คาร์บอนเตตระคลอไรด์ที่ใช้ในการทดลองมีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 จากบริษัทคาร์โล เออบา (Carlo Erba) คาร์บอนเตตระคลอไรด์เป็น catalyst promoter เนื่องจากเป็นสารประกอบที่ให้คลอไรด์ออกมาซึ่งช่วยเพิ่มความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา การเติมคลอไรด์ลงไปจึงช่วยให้รักษาปริมาณคลอไรด์บนตัวเร่งปฏิกิริยาได้ และทำให้ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในระดับที่ควรจะเป็น งานวิจัยนี้เติมคาร์บอนเตตระคลอไรด์ลงในนอร์มัลเฮกเซนด้วยปริมาณ 3,000 พีพีเอ็ม

3.2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา I-8

ตัวเร่งปฏิกิริยานี้ได้จากบริษัทไทยออยส์ จำกัด (Thai Oil Company,Ltd.) ประกอบด้วยโลหะแพลทินัมบนอะลูมิเนียมคลอไรด์

3.2.4 แก๊สไฮโดรเจน

แก๊สไฮโดรเจนที่ใช้ในการทดลอง เป็นแก๊สไฮโดรเจนเกรดอุตสาหกรรม (indrustial grade) มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 และมีความชื้นน้อยกว่า 200 พีพีเอ็ม จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด แก๊สไฮโดรเจนบรรจุในถังเหล็กทรงสูง มีเรกกูเลเตอร์ติดตั้งที่ทางออกของถังเพื่อปรับระดับความดันและควบคุมการไหลของแก๊ส

3.2.5 แก๊สไนโตรเจน

แก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการทดลองมี 2 เกรดด้วยกัน ได้แก่ แก๊สไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.999 และมีความชื้นน้อยกว่า 3 พีพีเอ็ม (Ultra High Purity Grade or UHP Grade) จากบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส จำกัด ทำหน้าที่ในการดันนอร์มัลเฮกเซนออกจากท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซนไหลเข้าสู่ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X และไหลเข้าสู่ขวดแก้วขนาด 1 ลิตรสำหรับเก็บนอร์มัลเฮกเซน ส่วนอีกเกรดหนึ่งเป็นแก๊สไนโตรเจนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 จากร้านเลี่ยงฮงไถ่ ทำหน้าที่พาแก๊สและสิ่งสกปรกที่ตกค้างออกจากเครื่องปฏิกรณ์หลังจากจบการทดลองแต่ละครั้ง ที่ทางออกของถังแก๊สไนโตรเจนติดตั้งเรกกูเลเตอร์เพื่อทำหน้าที่ควบคุมการไหลของแก๊สไนโตรเจน

3.2.6 โมเลคิวลาร์ซีฟ 13X

โมเลคิวลาร์ซีฟ 13X ที่ใช้ในการทดลอง ได้จากบริษัทยูเนียน คาร์ไบด์ ประเทศไทย จำกัด (Union Carbide Thailand Limited) โมเลคิวลาร์ซีฟ 13X ทำหน้าที่ดูดซับความชื้นที่มีอยู่ในนอร์มัลเฮกเซนและแก๊สไฮโดรเจนเพื่อป้องกันการเสื่อมสภาพอย่างถาวรของตัวเร่งปฏิกิริยา I-8 ข้อมูลของโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X แสดงดังนี้

สูตรเคมี :- $Na_{86}[(AlO_2)_{86}(SiO_2)_{106}] \cdot XH_2O$

Typical Properties	1/16 Pellets
Nominal Pore Diameter	10 Angstroms
Bulk Density	38 lbs/cu ft
Hydrated Wet Density	-
Activated Dry Density	-
Particle Diameter	0.0575 in. to 0.0775 in.
Crush Strength	7 lbs
Crystal Structure	-
Heat of Adsorption (max.)	1800 btu/ lb H_2O
Equilibrium H_2O Capacity*	24 % wt
Water Content (as shipped)	< 1.5 %wt
Molecules Adsorbed	Molecules with an effective diameter < 10 angstroms
Molecules Excluded	Molecules with an effective diameter > 10 angstroms,e.g.,$(C_4F_9)_3N$

*Lbs H_2O/100 lbs activated adsorbent at 17.5 mm Hg ,25 C.

3.3 วิธีการทดลอง

การทดลองนี้มีการทำงานอยู่ 2 ขั้นตอนดังนี้

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้น

รูปที่ 3.1 แสดงแผนผังการเตรียมสารตั้งต้นซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. บรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X ปริมาณ 315 กรัมลงในท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X

2. เตรียมนอร์มัลเฮกเซนที่เติมคาร์บอนเตตระคลอไรด์ลงไป 3,000 พีพีเอ็ม ปริมาณ 1 ลิตร และใส่ลงในท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซน

3. เปิดแก๊สไนโตรเจน (ร้อยละ 99.999) เข้าสู่ท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซนเพื่อให้ความดันในการดันนอร์มัลเฮกเซนออกจากท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซน และไหลเข้าสู่ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X เพื่อทำการดูดซับความชื้นที่มีอยู่ในนอร์มัลเฮกเซน และไหลลงสู่ขวดแก้วขนาด 1 ลิตรสำหรับเก็บนอร์มัลเฮกเซนซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำไอโซเมอไรเซชัน

3.3.2 ขั้นตอนการทำไอโซเมอไรเซชัน

รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังของไอโซเมอไรเซชันของนอร์มัลเฮกเซนซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. บรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X ปริมาณ 200 กรัมลงในท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X

2. บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา I-8 ปริมาณ 200 กรัม และนอร์มัลเฮกเซนที่ผ่านขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นแล้วปริมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในเครื่องปฏิกรณ์

3. เปิดและปรับชุดควบคุมอุณหภูมิเพื่อทำการให้ความร้อนแก่เครื่องปฏิกรณ์จนได้ระดับอุณหภูมิที่ต้องการ

4. เปิดแก๊สไฮโดรเจนเข้าสู่ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X และเครื่องปฏิกรณ์ พร้อมทั้งปรับความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์ให้ได้ค่าที่ต้องการ

5. ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปตามเวลาที่ต้องการ

6. ปรับเครื่องควบคุมอุณหภูมิลงมาที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส และปล่อยให้อุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ค่อย ๆ ลดลงจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส

7. เปิดและปรับวาล์วเข็ม (needle valve) ที่ต่ออยู่กับด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์เพื่อปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ในสถานะแก๊สไหลออกจากเครื่องปฏิกรณ์ ผ่านท่อทองแดงในถังหล่อเย็น และถูกควบแน่นเป็นของเหลวลงสู่ตัวรองรับเก็บสาร

8. นำผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณนอร์มัลเฮกเซนและไอโซเมอร์ของนอร์มัลเฮกเซน โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟีที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 ตัวแปรสำคัญ

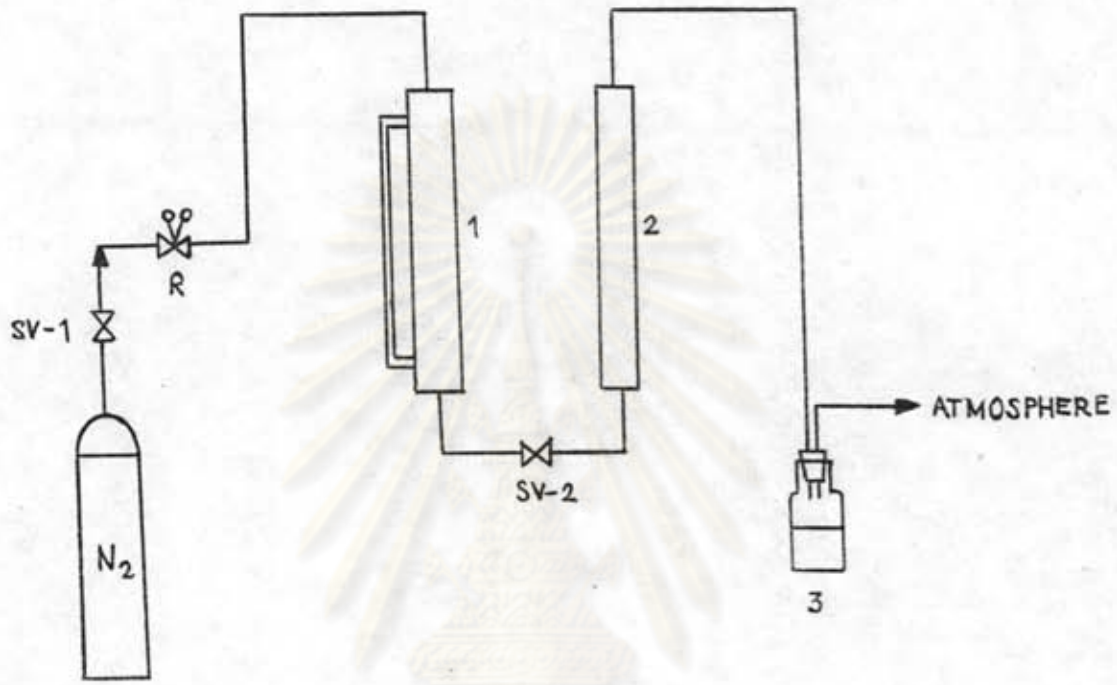
ตัวแปรสำคัญที่ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ ได้แก่

3.4.1 อุณหภูมิ อุณหภูมิที่ใช้ในปฏิบัติการอยู่ในช่วง 125-195 องศาเซลเซียส

3.4.2 ความดัน ความดันที่ใช้ในปฏิบัติการอยู่ในช่วง 160-260 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว

3.4.3 เวลา เวลาที่ใช้ในปฏิบัติการเท่ากับ 5 และ 15 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1 ท่อบรรจุนอร์มัลเฮกเซน

2 ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X

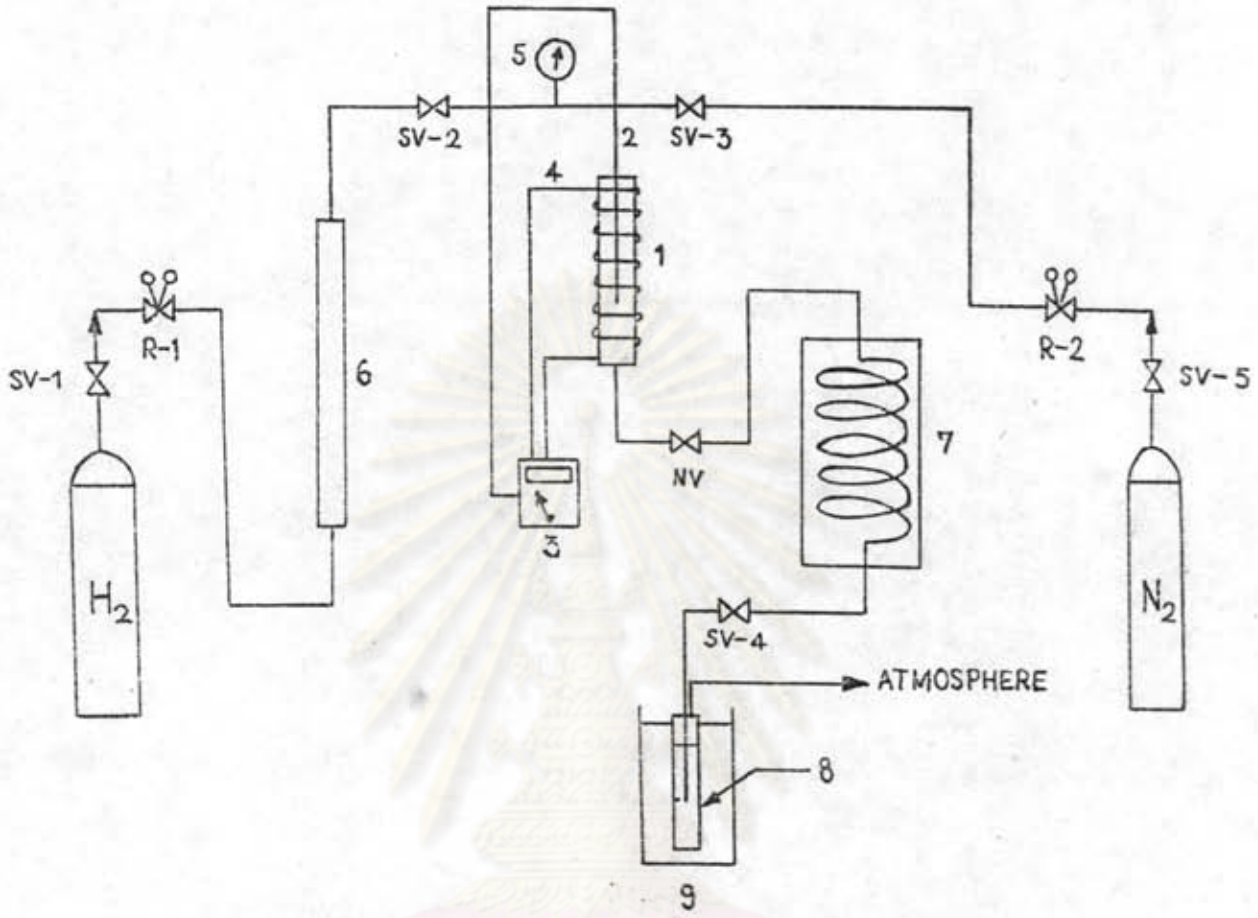
3 ขวดเก็บนอร์มัลเฮกเซน

R เรกกูเลเตอร์

SV วาล์วเปิด-ปิด (Stop Valve)

รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมสารตั้งต้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



1	เครื่องปฏิกรณ์	7	ถังหล่อเย็น
2	เทอร์โมคัปเปิล	8	หลอดเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว
3	เครื่องควบคุมอุณหภูมิ	9	ถังบรรจุน้ำแข็ง
4	ขดลวดให้ความร้อน	R	เรกกูเลเตอร์
5	เกจความดัน	SV	วาล์วเปิด-ปิด (Stop Valve)
6	ท่อบรรจุโมเลคิวลาร์ซีฟ 13X	NV	วาล์วเข็ม (Needle Valve)

รูปที่ 3.2 แผนผังของไอโซเมอไรเซชันของนอร์มัลเฮกเซน