

บทที่ 3

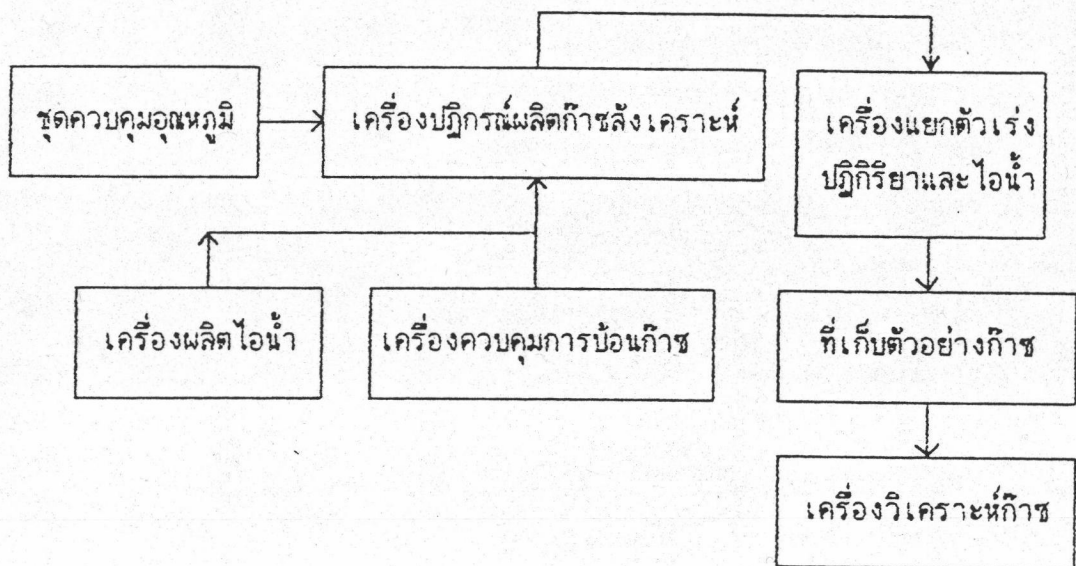
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

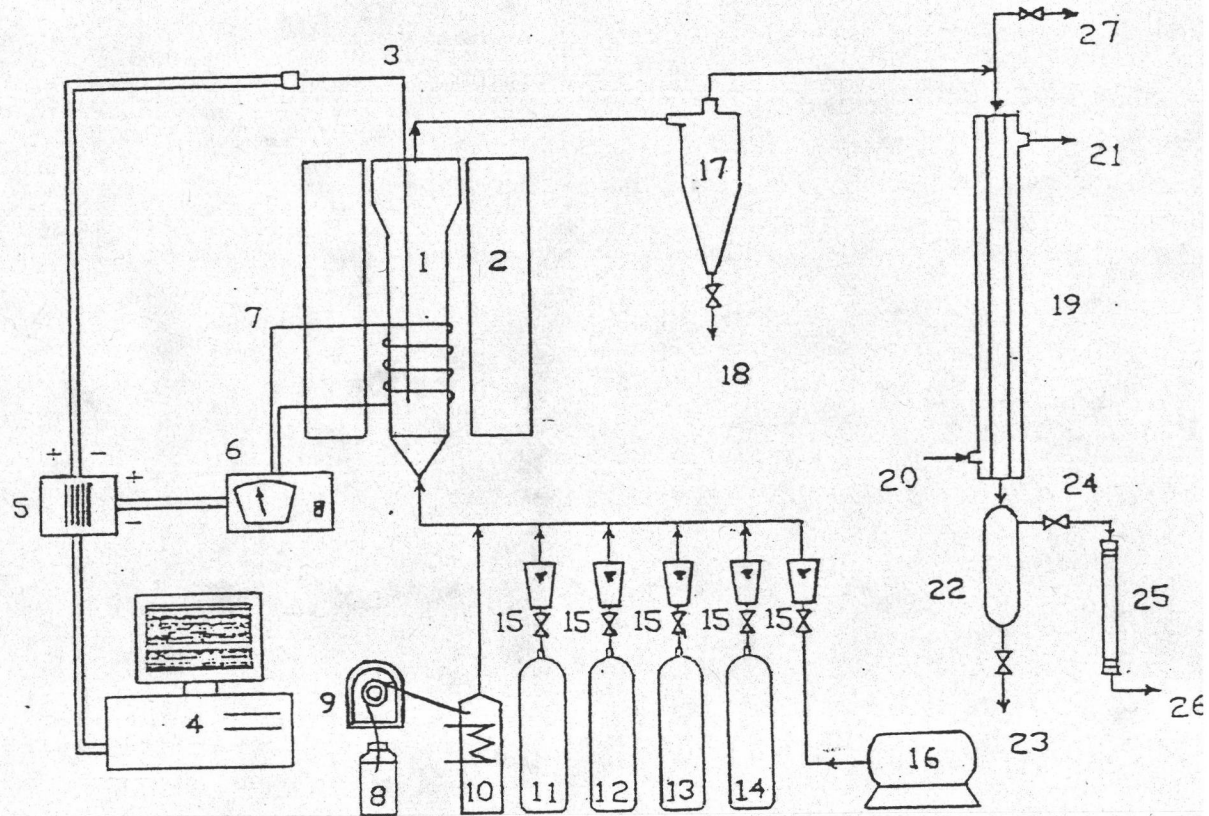
การทดลองศึกษาปฏิกิริยารีดอกซ์ของไฮโดรคาร์บอนด้วยไอน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ภายในเครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไคซ์เบดและความคุมอุณหภูมิโดยไมโครคอมพิวเตอร์ มีอุปกรณ์หลายอย่างประกอบกัน ได้แก่

- ก. เครื่องปฏิกรณ์ผลิตก๊าซสังเคราะห์แบบฟลูอิดไคซ์เบด
- ข. ชุดควบคุมอุณหภูมิ ประกอบด้วยไมโครคอมพิวเตอร์พร้อมการ์ดอินเตอร์เฟส รับส่งสัญญาณไฟฟ้า ชุดขยายสัญญาณไฟฟ้า เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล อลูเมล ชุดจ่ายไฟฟ้า กระแสสลับ และขดลวดให้ความร้อน
- ค. เครื่องผลิตไอน้ำ
- ง. เครื่องวัดและความคุมอัตราการป้อนก๊าซเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ประกอบด้วย เรกกูเลเตอร์ (Regulator) และโรตاميเตอร์ (Rotameter)
- จ. เครื่องแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและไอน้ำออกจากก๊าซผลิตภัณฑ์ที่ได้ ได้แก่ ไซโคลน (Cyclone) ตักฝุ่นของตัวเร่งปฏิกิริยา และเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแบบทอสอง ชั้น (Double pipe heat exchanger) ความแน่นไอน้ำออกจากก๊าซผลิตภัณฑ์
- ฉ. ที่เก็บตัวอย่างก๊าซ
- ช. เครื่องวิเคราะห์ก๊าซ

ซึ่งทำงานร่วมกันดังรูป 3.1 และ 3.2



รูปที่ ๓.๑ ขั้นตอนการทำงานและการควบคุมในการผลิตก๊าซสังเคราะห์

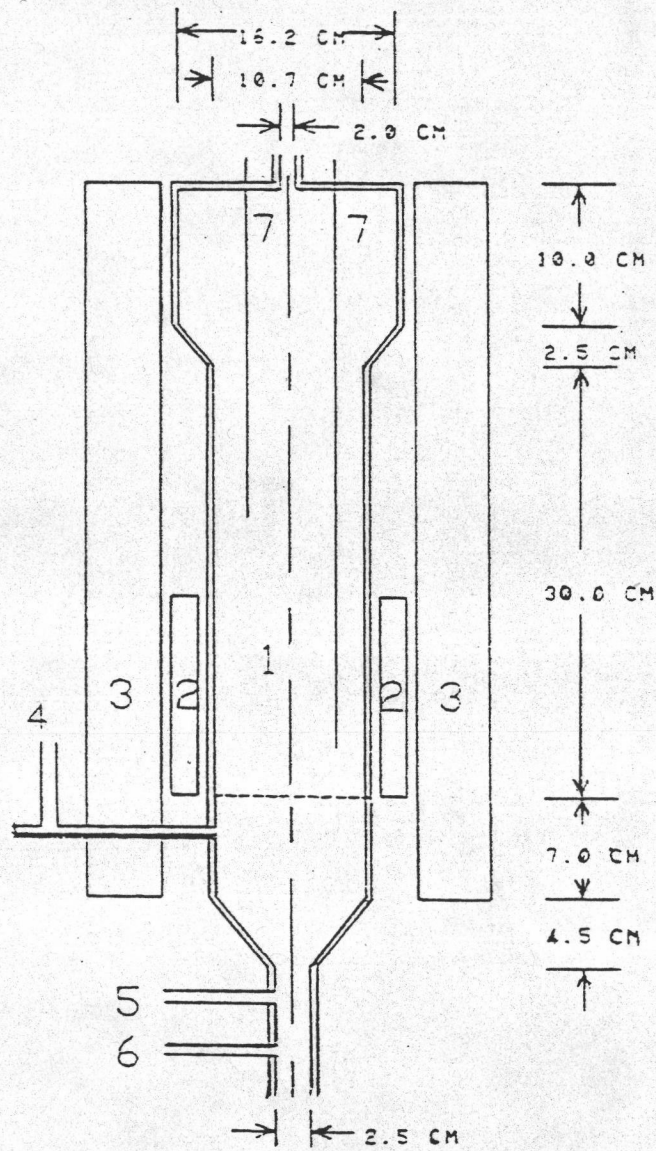


- | | |
|---|--|
| 1 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิไดซ์เบด | 15 โรตารีเมเตอร์พร้อมวาล์วปรับ |
| 2 ฉนวนกันความร้อนหุ้มเครื่องปฏิกรณ์ | 16 เครื่องอัดอากาศ |
| 3 ทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์ | 17 ไซโคลน |
| 4 ไมโครคอมพิวเตอร์ | 18 ท่อทางออกของฝุ่นที่ตกจากไซโคลน |
| 5 อินเตอร์เฟซต่อกับไมโครคอมพิวเตอร์ | 19 เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแบบท่อสองที่ |
| 6 เครื่องขยายสัญญาณไฟฟ้า | 20 ทางน้ำเข้า |
| 7 ชลสารให้ความร้อน | 21 ทางน้ำออก |
| 8 ถังใส่น้ำสำหรับผลิตไอน้ำ | 22 เครื่องแยกน้ำออก |
| 9 ปั๊มน้ำ | 23 ท่อทางออกของน้ำที่แยกออก |
| 10 เครื่องผลิตไอน้ำ | 24 วาล์วปรับปริมาณก๊าซ |
| 11 ก๊าซแอลพีจี | 25 สารดูดความชื้น CaCl_2 |
| 12 ก๊าซไนโตรเจน | 26 ที่เก็บตัวอย่างก๊าซไปวิเคราะห์ |
| 13 ก๊าซไฮโดรเจน | 27 ท่อทางออกของก๊าซผลิตภัณฑ์ |
| 14 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์พร้อม เครื่องทำความร้อน | |

รูปที่ 3.2 กระบวนการผลิตก๊าซสังเคราะห์ที่ควบคุมอุณหภูมิด้วยไมโครคอมพิวเตอร์

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์ผลิตก๊าซสังเคราะห์แบบฟลูอิดไอซ์เบด

เครื่องปฏิกรณ์ผลิตก๊าซสังเคราะห์แบบฟลูอิดไอซ์เบด สร้างขึ้นจากเหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel) ชนิดไม่มีส่วนผสมของนิกเกิลผสมอยู่ เครื่องปฏิกรณ์เป็นรูปทรงกระบอก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 10.7 ซม. สูง 30 ซม. ส่วนบนทำการขยายขนาดเพื่อลดการสูญเสียตัวเร่งปฏิกิริยาที่จะปลิวออกไปพร้อมกับก๊าซผลิตภัณฑ์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 16.2 ซม. สูง 12.5 ซม. ดังรูปที่ 3.5 ก๊าซที่เข้าเครื่องปฏิกรณ์จะถูกส่งผ่านไประอบ ๆ เครื่องปฏิกรณ์ด้วยท่อส่งก๊าซ เพื่อทำการอุ่นก่อนที่จะเข้าเครื่องปฏิกรณ์ทางด้านล่างซึ่งออกแบบเป็นรูปกรวยติดด้วยตะแกรงที่ทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีขนาดของรูตะแกรง 200 mesh เพื่อรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบด และทำให้ก๊าซเกิดการฟุ้งกระจายอย่างสม่ำเสมอ ก่อนเข้าเบดด้วย ดังรายละเอียดแสดงในรูปที่ 3.3



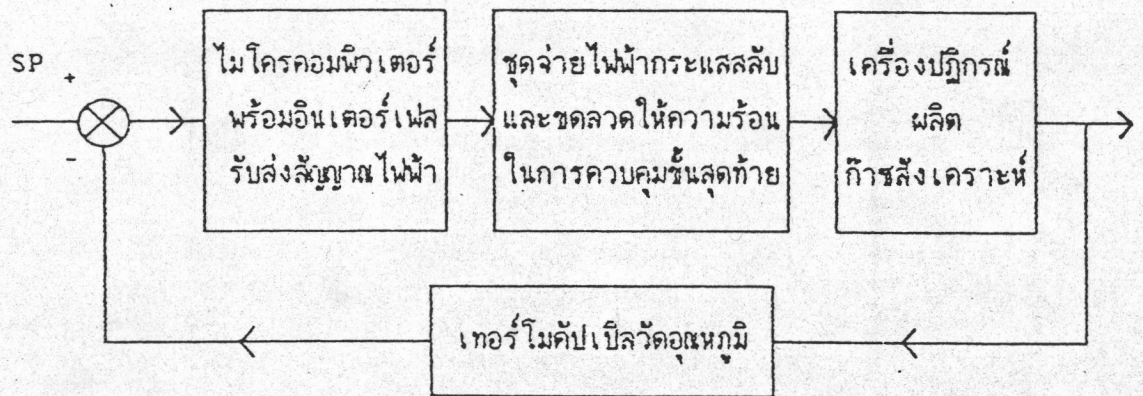
- | | |
|---------------------------------|----------------------|
| 1 เครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิโดร์เบต | 5 ท่อทางเข้าของก๊าซ |
| 2 ขดลวดให้ความร้อน | 6 ท่อทางเข้าของไอน้ำ |
| 3 ฉนวนกันความร้อน | 7 เทอร์โมคัปเปิล |
| 4 ท่อวัดความดันตกของเบต | |

รูปที่ 3.3 แสดงลัดส่วของเครื่องปฏิกรณ์ผลิตก๊าซสังเคราะห์แบบฟลูอิโดร์เบต

3.1.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิ

ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิภายในเบดให้คงที่ ประกอบด้วย ไมโครคอมพิวเตอร์ พร้อมการ์ดอินเตอร์เฟสรับส่งสัญญาณไฟฟ้า ชุดจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ เทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิ ชนิดโครเมล อลูเมล และชดลวดให้ความร้อน ซึ่งแสดงขั้นตอนการควบคุม ดังรูปที่ 3.6

ก. ไมโครคอมพิวเตอร์พร้อมอินเทอร์เฟสรับส่งสัญญาณไฟฟ้า ไมโครคอมพิวเตอร์ที่ใช้มีขนาด 16 บิต ติดด้วยการ์ดอินเตอร์เฟส ทำหน้าที่รับและประมวลสัญญาณไฟฟ้าที่ส่งมาจากเทอร์โมคัปเปิลซึ่งผ่านชุดขยายสัญญาณไฟฟ้า ออกมาเป็นค่าอุณหภูมิเบด และส่งสัญญาณไฟฟ้าไปยังชุดจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ ซึ่งมีเครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงให้เป็นไฟฟ้ากระแสสลับติดอยู่ ให้ปรับปริมาณแรงเคลื่อนไฟฟ้า ที่จะจ่ายให้กับชดลวดให้ความร้อนรอบเครื่องปฏิกรณ์ ดังรูปที่ 3.6 เพื่อควบคุมอุณหภูมิเบด ตามโปรแกรมควบคุมที่เขียนขึ้น (แสดงโปรแกรมควบคุม และผังการทำงานดังภาคผนวก จ) ซึ่งมีโปรแกรมย่อยในลักษณะการควบคุมที่ต่างกัน อยู่ 3 โปรแกรม คือ โปรแกรมควบคุมแบบ P (proportional) โปรแกรมควบคุมแบบ PI (proportional integral) และโปรแกรมควบคุมแบบ PID (proportional integral derivative)



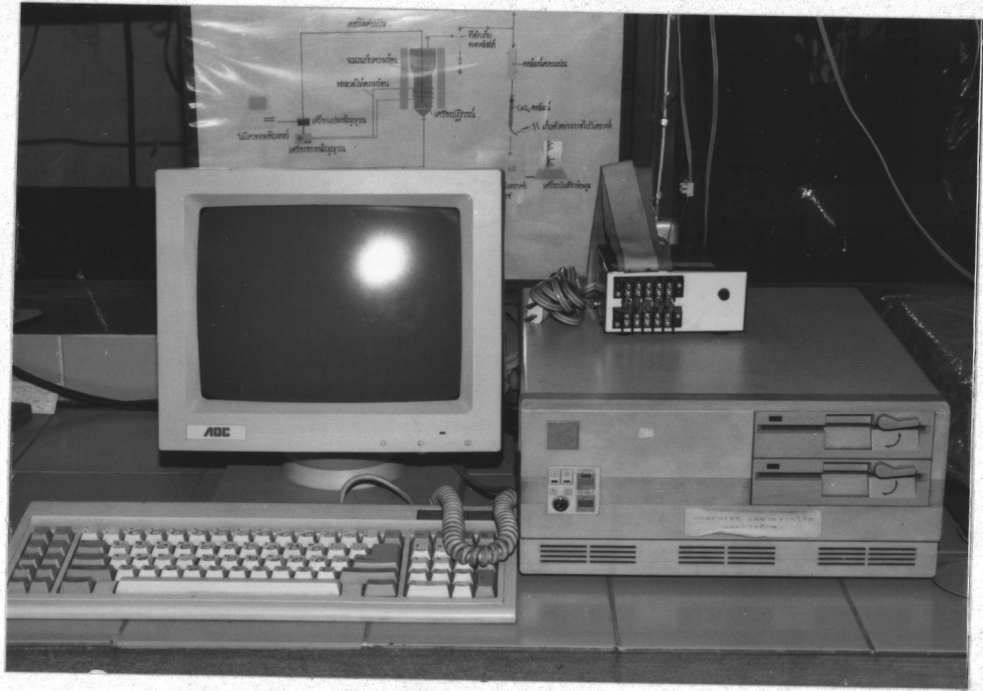
รูปที่ 3.4 แสดง block diagram การควบคุมอุณหภูมิในเบดที่หน่วยผลิตก๊าซสังเคราะห์

เครื่องขยายสัญญาณไฟฟ้านี้เป็นเครื่องที่ต่อเชื่อมระหว่างการ์ดอินเทอร์เฟสในไมโครคอมพิวเตอร์กับเทอร์โมคัปเปิลวัดอุณหภูมิ โดยจะขยายแรงเคลื่อนไฟฟ้าของเทอร์โมคัปเปิล 40 เท่า ก่อนที่จะเข้าการ์ดอินเทอร์เฟสเพื่อให้ไมโครคอมพิวเตอร์ประมวลผลออกมาเป็นค่าอุณหภูมิเบด

สำหรับเครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ มีหน้าที่จ่ายไฟฟ้ากระแสสลับให้กับขดลวดให้ความร้อนที่ห่อหุ้มเครื่องปฏิกรณ์ ด้วยปริมาณที่ประมวลผลได้จากไมโครคอมพิวเตอร์ เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ จะรับสัญญาณจากไมโครคอมพิวเตอร์ซึ่งเป็นไฟฟ้ากระแสตรง และมีเครื่องแปลงไฟฟ้ากระแสตรงติดอยู่ เพื่อแปลงไฟฟ้ากระแสตรงให้เป็นไฟฟ้ากระแสสลับก่อนที่จะจ่ายไฟฟ้าให้กับขดลวดให้ความร้อน



รูปที่ 3.5 แสดงชุดทดลองผลิตก๊าซสังเคราะห์



รูปที่ 3.6 แสดงไมโครคอมพิวเตอร์ควบคุมอุณหภูมิภายในเครื่องปฏิกรณ์

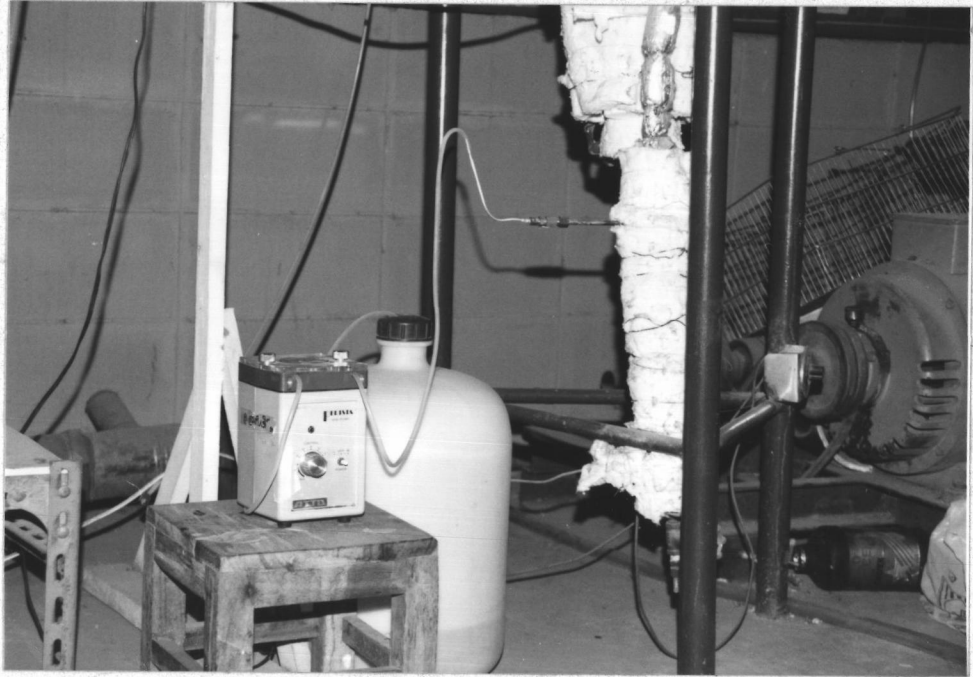
ข. เทอร์โมคัปเปิลชนิดโครเมล อลูเมล หรือเทอร์โมคัปเปิลแบบ K (type K or chromel vs alumel thermocouple) เทอร์โมคัปเปิลชนิดนี้เหมาะสำหรับใช้งานที่อุณหภูมิสูงแต่ไม่เกิน 1,260 องศาเซลเซียส อาศัยหลักเมื่อเกิดความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่หัวทั้งสอง ความแตกต่างของอุณหภูมียิ่งสูงแรงเคลื่อนไฟฟ้าจะยิ่งเพิ่มมากขึ้น (ภาคผนวก แสดงความสัมพันธ์ระหว่างแรงเคลื่อนไฟฟ้กับอุณหภูมิที่ปลายของเทอร์โมคัปเปิล) สัญญาณของแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่ส่งมาจากเทอร์โมคัปเปิลจะเข้าเครื่องขยายสัญญาณไฟฟ้า ซึ่งจะขยายสัญญาณประมาณ 40 เท่า สัญญาณที่ถูกขยายใหม่จะถูกส่งเข้าไมโครคอมพิวเตอร์ จากนั้นไมโครคอมพิวเตอร์จะประมวลสัญญาณไฟฟ้าที่ได้เป็นค่าของอุณหภูมิเบด ปรากฏให้เห็นบนจอคอมพิวเตอร์

ค. ขดลวดให้ความร้อน ขดลวดให้ความร้อนที่ใช้มีกำลังไฟฟ้า 2,000 วัตต์ ใช้กับแรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ พันอยู่รอบเครื่องปฏิกรณ์ส่วนล่างซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาทำหน้าที่ให้ความร้อนแก่เบด ด้วยปริมาณแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่ส่งมาจากเครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสสลับ

3.1.3 เครื่องผลิตไอน้ำ

สร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิม (Stainless Steel) เป็นรูปทรงกระบอกยาวตั้งในแนวตั้ง ดังรูปที่ 3.7 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 ซม. สูง 45 ซม. พันด้วยขดลวดให้ความร้อนรอบนอกขนาด 1,600 วัตต์ ใช้กับแรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ ควบคุมการให้ความร้อนด้วยระบบ เปิด-ปิด ภายนอกหุ้มด้วยฉนวนไมโครไฟเบอร์กันความร้อนรอบเครื่องปฏิกรณ์ เพื่อให้ความร้อนในการเปลี่ยนน้ำที่อุณหภูมิห้องให้กลายเป็นไอน้ำ ในแต่ละการทดลองจึงควบคุมอุณหภูมิภายในเครื่องผลิตไอน้ำไว้ที่ 150 องศาเซลเซียส

น้ำที่ใช้ในการผลิตไอน้ำจะใช้น้ำกลั่นถูกป้อนเข้าเครื่องผลิตไอน้ำอย่างต่อเนื่องทางด้านบนของเครื่องผลิตไอน้ำด้วยอัตราการป้อนที่คงที่ น้ำกลั่นจะกลายเป็นไอน้ำภายในเครื่องผลิตไอน้ำ แล้วไอน้ำจะออกทางด้านบน ซึ่งเป็นช่องเปิดที่ต่อกับท่อขนาด 1/4 นิ้ว แล้วเข้าทางด้านล่างของเครื่องปฏิกรณ์เพื่อเข้าทำปฏิกิริยา นอกจากนี้ทางด้านล่างของเครื่องผลิตไอน้ำยังมีวาล์วติดไว้ เพื่อใช้เป็นทางระบายน้ำกลั่นและไอน้ำส่วนที่เหลือออกเครื่อง เมื่อสิ้นสุดการทดลอง



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องผลิตไอน้ำและการบ่อน้ำกลั่นด้วยป้อนน้ำ

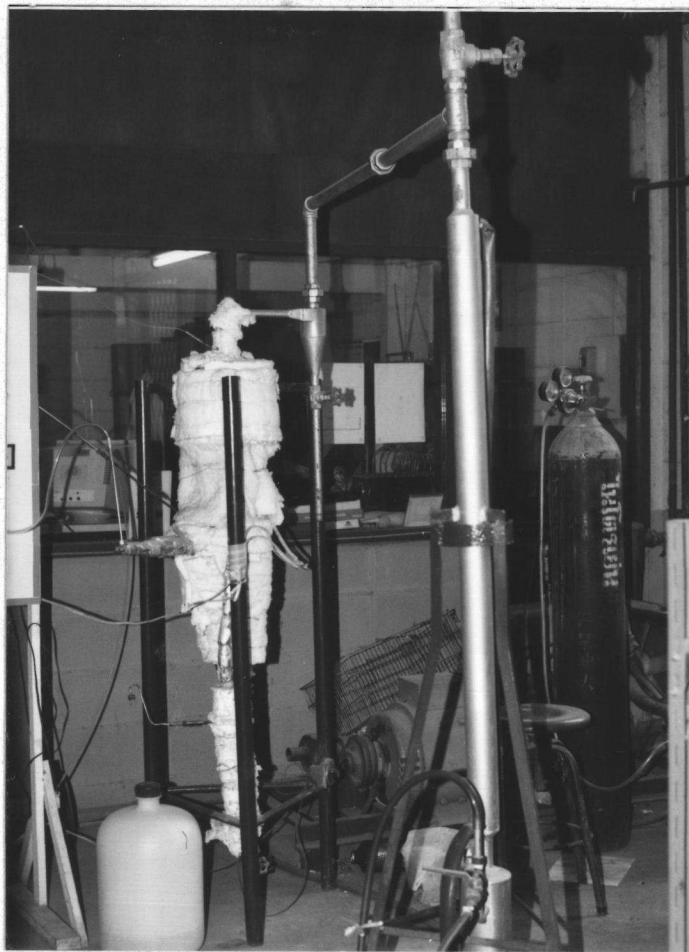
3.1.4 เครื่องวัดและควบคุมอัตราการบ่อนก๊าซเข้าเครื่องปฏิกรณ์

ก๊าซที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่ ก๊าซมีเทน ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ก๊าซไนโตรเจน และก๊าซไฮโดรเจน ก๊าซทั้งหมดจะถูกบรรจุอยู่ในถังเก็บก๊าซรูปทรงกระบอกสูงที่ทางออกของถังเก็บก๊าซแต่ละถังจะติดตั้งเรกกูเลเตอร์ (Regulator) ไว้เพื่อปรับความดันของก๊าซที่ออกจากถัง ก๊าซที่ผ่านเรกกูเลเตอร์จะไหลผ่านท่อที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 1/4 นิ้ว เข้าโรตاميเตอร์ (Rotameter) ซึ่งสามารถปรับและวัดปริมาณก๊าซที่ผ่านโรตاميเตอร์ก่อนที่จะเข้าเครื่องปฏิกรณ์ได้ และเฉพาะก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ จะต้องมีการให้ความร้อนก่อนที่ก๊าซจะไหลผ่านเรกกูเลเตอร์ โดยนำขดลวดให้ความร้อนที่มีกำลังไฟฟ้า 1,000 วัตต์ แรงเคลื่อนไฟฟ้า 220 โวลต์ รอบท่อทางออกของถังเก็บก๊าซโดยให้ก๊าซมีอุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เพื่อให้ก๊าซมีสถานะเป็นไอทั้งหมด

3.1.5 เครื่องแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและไอน้ำออกจากก๊าซผลิตภัณฑ์ที่ได้

ก. เครื่องแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากก๊าซผลิตภัณฑ์ การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและฝุ่นซึ่งเป็นอนุภาคของแข็งขนาดเล็ก ที่ปนออกมาจากต่าง ๆ จากเครื่องปฏิกรณ์จะใช้ไซโคลนดักฝุ่นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 7 ซม. สูง 19 ซม. ก๊าซซึ่งปนอนุภาคของแข็งขนาดเล็กจะเข้าทางด้านข้างของไซโคลน ภายในไซโคลนจะเกิดแรงเหวี่ยงทำให้ของอนุภาคของแข็งแยกออกมาทางด้านล่าง ส่วนก๊าซซึ่งแยกอนุภาคของแข็งได้แล้วจะไหลออกไปทางด้านบนของไซโคลน

ข. เครื่องแยกไอน้ำออกจากก๊าซผลิตภัณฑ์ ออกแบบเป็นเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อนแบบท่อสองชั้นในแนวตั้ง ดังรูปที่ 3.8 ยาว 120 ซม. ชั้นนอกเป็นท่อน้ำ ขนาด 2 นิ้ว ซึ่งจะเข้าทางด้านล่างที่อุณหภูมิห้อง ส่วนชั้นในเป็นท่อก๊าซ ขนาด 1 นิ้ว ซึ่งจะเข้าทางด้านบน ไอน้ำที่ปนเข้ามาพร้อมกับก๊าซจะกลั่นตัวเป็นหยดน้ำรวมตัวกันไหลออกทางด้านล่าง และลงชุดดักน้ำ ซึ่งสามารถระบายน้ำออกได้เป็นระยะ ๆ ทางด้านล่าง ส่วนก๊าซผลิตภัณฑ์แห้งที่เหลือจะผ่านเข้าชุดเก็บตัวอย่างก๊าซเพื่อเก็บตัวอย่างไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.8 แสดง เครื่องควบแน่นไอน้ำซึ่งออกแบบเป็นท่อสองชั้น ในแนวตั้ง

3.1.6 ที่เก็บตัวอย่างก๊าซ

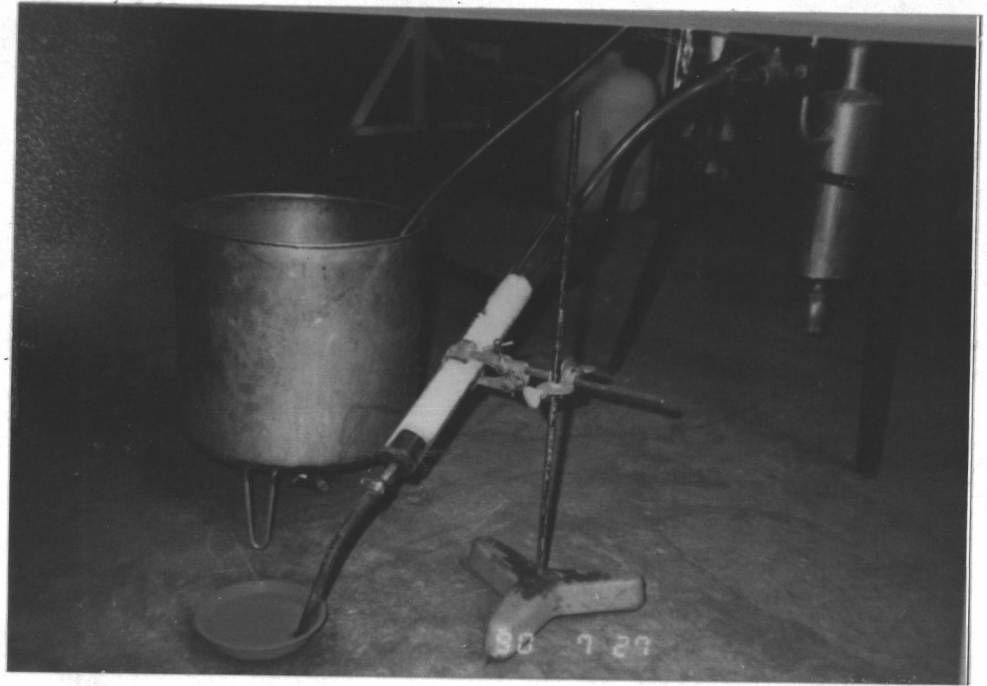
เป็นท่อแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 ซม. ยาว 30 ซม. ดังรูปที่ 3.9 ภายในบรรจุสารดูดความชื้นแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2 anhydrous) ทางออกต่อเข้ากับสายยางซึ่งเป็นบริเวณที่ตั้งตัวอย่างก๊าซไปวิเคราะห์

3.1.7 เครื่องวิเคราะห์ก๊าซ

Gas chromatography (GC) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารผสมที่ระเหยได้ง่าย สารผสมจะถูกฉีดเข้าไปในคอลัมน์ (Column) ที่บรรจุด้วยสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวยึดจับซึ่งเรียกว่า Stationary phase และมีก๊าซพา (Carrier gas) เป็น Mobil phase เคลื่อนที่ไปตามคอลัมน์เข้าสู่เครื่องตรวจวัด (Detector) สัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้รับจะถูกส่งไปยังบันทึกเป็น Chromatogram โดยเครื่องบันทึก (Recorder)

ในการศึกษาครั้งนี้ใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ รุ่น GC 121 MB ดังรูปที่ 3.10 รายละเอียดของเครื่องดังกล่าวแสดงดังภาคผนวก ฉ. เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟมีส่วนประกอบหลัก ๆ ดังนี้ (รูปที่ 3.11)

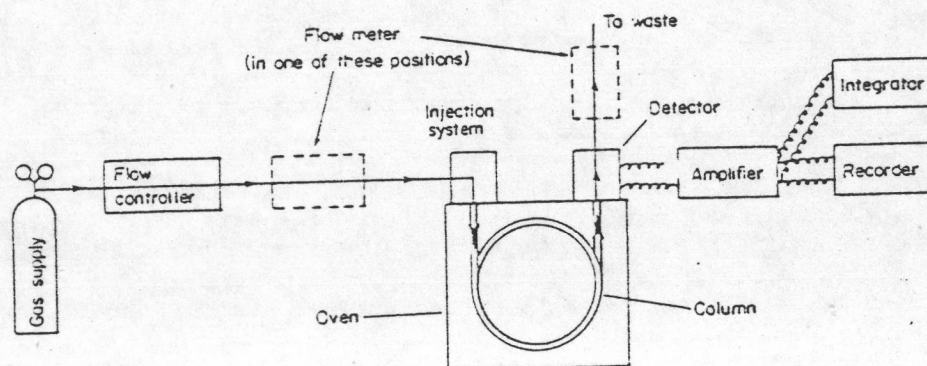
1. ก๊าซพา (Carrier gas)
2. ตัวควบคุมการไหล (Flow controller)
3. ระบบการฉีด (Injection system)
4. คอลัมน์ (Column)
5. เครื่องตรวจวัด (Detector)
6. เทอร์โมสแตตต์ (Thermostat)
7. เครื่องบันทึก (Recorder)



รูปที่ 3.9 แสดงบริเวณที่ทำการเก็บตัวอย่างก๊าซเพื่อนำไปวิเคราะห์



รูปที่ 3.10 แสดงเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟรุ่น GC121 MB ที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่าง



ที่มา: สุณี พณิชารสิทธิ์, 2534, หน้า 30.

รูปที่ 3.11 แผนภาพของเครื่องมือแก๊สโครมาโตกราฟ



รายละเอียดของส่วนประกอบที่สำคัญ ๆ มีดังนี้

ก. ก๊าซพา

ก๊าซพาโดยทั่วไปมีคุณสมบัติดังนี้ เป็นก๊าซเฉื่อยที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง มีความบริสุทธิ์และง่ายต่อการซื้อหา โดยทั่วไปก๊าซที่นิยมใช้ คือ ไนโตรเจน อีเลียม อาร์กอน และไฮโดรเจน แต่ในการทดลองครั้งนี้ใช้ฮีเลียมเป็นก๊าซพา เพราะฮีเลียมมีค่าการนำความร้อนสูง (ค่าการนำความร้อนของก๊าซเป็นสัดส่วนกลับกับรากที่สองของน้ำหนักโมเลกุล ดังในตารางที่ 3.1) จึงเหมาะกับเครื่องตรวจวัดชนิด TCD (Thermal conductivity detector) การใช้ก๊าซพานี้ไม่ควรจะใช้ก๊าซจนหมดควรให้เหลือประมาณ 20 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เพราะว่าจะเกิดความดันกลับ (Back pressure) ในคอลัมน์เข้าไปในถังก๊าซที่ว่างได้รวมทั้งอาจจะมีสิ่งปนเปื้อนจากบริเวณถังก๊าซเข้าไปในคอลัมน์

ข. คอลัมน์

วัสดุที่ใช้ทำคอลัมน์มีหลายชนิด ในการวิเคราะห์นี้ใช้เหล็กสเตนเลสชนิดเป็นคอยล์ เนื่องจากเหล็กสเตนเลสเหมาะที่จะใช้ในการวิเคราะห์สารพวกไฮโดรคาร์บอน โดยแบ่งออกเป็น 2 คอลัมน์ บรรจุพอรานัก คิว (Porapak Q) และโมเลกุลาร์ซีฟ (Molecular sieve) ตามลำดับ เพื่อเป็นตัวดูดซับ (Adsorbent) สารต่าง ๆ ไว้ในขณะที่มีการวิเคราะห์ เหตุผลที่ต้องมี 2 คอลัมน์ก็เนื่องมาจากโมเลกุลาร์ซีฟจะให้ผลการวิเคราะห์ของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไม่ถูกต้อง เพราะก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จะถูกดูดซับที่อุณหภูมิที่ใช้ จึงต้องมีอีกคอลัมน์ที่มีหน้าที่จับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ก่อน โดยใช้พอรานัก คิว เป็นตัวดูดซับนั่นเอง

พอรานัก คิว เป็นตัวดูดซับที่เป็นโพลีเมอร์รูพรุน (Porous polymer) เหมาะสำหรับการแยกก๊าซและสารที่มีขี้ เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ เมทานอล เป็นต้น ส่วนโมเลกุลาร์ซีฟเป็นตัวดูดซับประเภท Aluminium silicate ion exchanger ใช้ในการแยกออกซิเจนและไนโตรเจนได้ดี แต่จะมีข้อเสียสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

ตารางที่ 3.1 แสดงค่าการนำความร้อนของก๊าซชนิดต่าง ๆ ($\text{Cal. s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}$)

| Gas | Thermal conductivity |
|--------------------|----------------------|
| H ₂ | 44.5 |
| He | 36.0 |
| Ne | 11.6 |
| CH ₄ | 8.18 |
| O ₂ | 6.35 |
| N ₂ | 6.24 |
| CO ₂ | 3.96 |
| CH ₃ OH | 3.68 |
| Organic gases | 1-4 |

ที่มา: เรื่องเดียวกัน หน้า 35.

ค. เครื่องตรวจวัด

เครื่องตรวจวัด คือ เครื่องมือที่ทำการวัดจำนวนสารตัวอย่างที่แยกโดยคอลัมน์ และถูกพามาด้วยก๊าซพา เครื่องตรวจวัดต้องร้อนพอที่จะระเหยสารตัวอย่างและผ่านไปโดยไม่ตกค้างอยู่ในเครื่องตรวจวัดเลย นอกจากนี้อุณหภูมิของเครื่องตรวจวัดต้องสูงกว่าของคอลัมน์ เครื่องตรวจวัดที่นิยมใช้กันมากที่สุดมี 2 ชนิด คือ Flame ionization detector (FID) และ Thermal conductivity detector (TCD)

เครื่องตรวจวัดแบบ TCD นี้จะวัดสารที่ออกมาที่ก๊าซพาได้โดยใช้หลักการทำงาน ดังนี้ ก๊าซพาบริสุทธิ์กับก๊าซพาที่มีสารตัวอย่างอยู่ด้วยจะมีคุณสมบัติในการพาความร้อน (Thermal conductivity) ต่างกัน เมื่อสารตัวอย่างที่ถูกแยกออกจากคอลัมน์พร้อมกับก๊าซพาผ่านเข้าไปในเครื่องตรวจวัดและผ่านขดลวด (Filament) ซึ่งทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าปริมาณหนึ่ง ขดลวดจะเสียความร้อนให้กับก๊าซพาที่มีสารตัวอย่างที่เข้ามาในเครื่องตรวจวัดแล้ว เครื่องตรวจวัดก็จะปรับกระแสไฟฟ้าให้ขดลวดมีความร้อนเท่าเดิม กระแสไฟฟ้าที่ใช้ปรับความร้อนนี้จะเปลี่ยนสัญญาณส่งเข้าเครื่องบันทึกโดยบันทึกออกมาเป็นโครมาโตแกรม (Chromatogram) แสดงได้ดังรูปที่ 3.12 และ 3.13

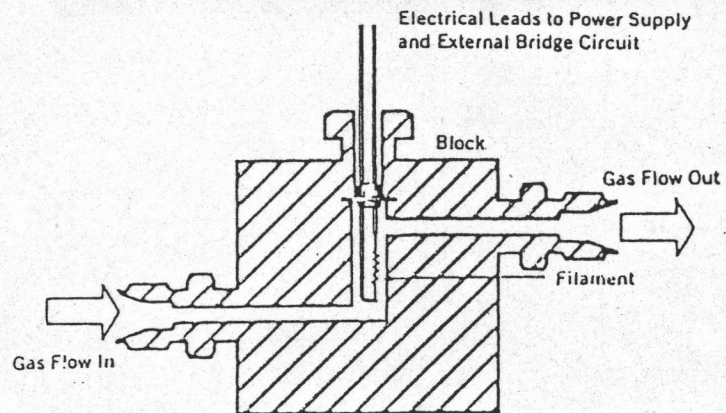
สารตัวอย่างที่ผ่านเข้า TCD นี้จะไม่ถูกทำลาย ดังนั้นจึงเหมาะกับงานด้าน Preparative sensitivity ของเครื่องตรวจวัดชนิดนี้ขึ้นอยู่กับค่าการนำความร้อนของก๊าซพา ถ้าก๊าซพามีค่าการนำความร้อนจะทำให้ sensitivity ของเครื่องตรวจวัดมีมาก ตารางที่ 3.1 แสดงค่าของการนำความร้อนของก๊าซบางชนิด จากตารางพบว่าไฮโดรเจนเหมาะสมสำหรับ TCD แต่ไฮโดรเจนค่อนข้างอันตรายเพราะเกิดการระเบิดได้ ดังนั้นจึงนิยมใช้ฮีเลียมมากกว่า

ข้อควรระวังในการใช้ TCD คือ อัตราเร็วของก๊าซพาจะต้องคงที่ไม่เปลี่ยนแปลง อุณหภูมิของเครื่องตรวจวัด ต้องมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์และเมื่อเสร็จการวิเคราะห์แล้วต้องปิดกระแสไฟเสียก่อนที่จะลดอุณหภูมิและปิดก๊าซพา ถ้าไม่ปิดกระแสไฟจะทำให้ขดลวดขาดได้

ง. เครื่องบันทึก

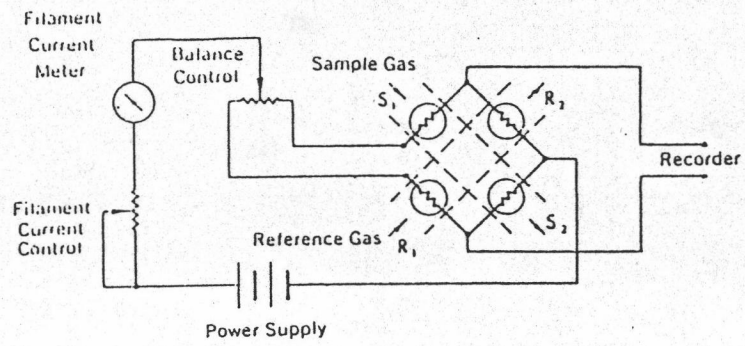
เครื่องบันทึกเป็นส่วนที่บันทึกผลออกมาเป็นโครมาโตแกรม โดยใช้สัญญาณที่ได้มาจากเครื่องตรวจจับ เครื่องบันทึกนี้สามารถนำไปใช้กับเครื่องมืออื่น ๆ ได้วิธีการใช้เครื่องบันทึกผลนี้จะมีข้อแตกต่างกันไปตามชนิดของเครื่องบันทึก สำหรับที่ใช้ในการวิเคราะห์ครั้งนี้เป็นแบบอินทิเกรเตอร์ (Integrator)

อินทิเกรเตอร์เป็นเครื่องสำหรับคำนวณหาปริมาณพื้นที่ของพีกที่ได้มาจากเครื่องบันทึก อินทิเกรเตอร์บางชนิดมีเครื่องบันทึกและส่วนที่คำนวณพีกอยู่รวมกันเช่น computing integrator จะให้โครมาโตแกรม และคำนวณพื้นที่ของพีก ซึ่งจะนำไปใช้คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของก๊าซแต่ละชนิดได้ (ดังแสดงรายละเอียดในภาคผนวก ง)



ที่มา: เรื่องเดียวกัน หน้า 43.

รูปที่ 3.12 แสดงเครื่องตรวจวัดแบบ TCD



ที่มา: เรื่องเดียวกัน หน้า 43.

รูปที่ 3.13 แสดงวงจรไฟฟ้าของ TCD

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมีที่ใช้

1. ก๊าซมีเทน ได้มาจากโรงแยกก๊าซธรรมชาติของการปิโตรเลียมแห่งประเทศไทย
- ต.ม.บ.ต.พ.ด. อ.เมือง จ.ระยอง
2. ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์
 3. ก๊าซไฮโดรเจน
 4. ก๊าซไนโตรเจน
 5. ก๊าซฮีเลียม
 6. น้ำกลั่น
 7. อากาศ
 8. แอนไฮดรัสแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2 anhydrous)
 9. ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 230 ตารางเมตรต่อกรัม และความหนาแน่น 1,610 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร

3.3 วิธีการทดลอง

ได้แบ่งขั้นตอนการทดลองไว้ดังนี้

3.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$

ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ หมายถึง ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะนิกเกิล เกาะตัวบนอลูมินา (Al_2O_3) ซึ่งเป็นซัพพอร์ต (Support) ในการทดลองอลูมินาที่นำมาใช้ คือ อลูมินาชนิดแกมมา (Gamma Alumina) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ถึง 315 ไมโครเมตร มีความพรุนสูง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน 50 อังสตรอม ปริมาตรของรูพรุนคิดเป็น 90 เปอร์เซ็นต์ของปริมาตรทั้งหมด วัดพื้นที่จำเพาะโดยวิธีของ BET ได้ถึง 250 ตารางเมตรต่อกรัม

ตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/Al_2O_3 ที่ใช้เตรียมโดยการอิมเพกเนชัน (impregnation) ตามวิธีการของ Hemati เริ่มจากการเตรียมอลูมินา โดยการอบอลูมินาที่จะนำมาใช้ที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ขณะเดียวกัน เตรียมสารละลายนิกเกิลไนเตรต ($Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) จากการละลายนิกเกิลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต 180 กรัม ในน้ำ 1 ลิตร จากนั้นเทอลูมินาลงในสารละลายนิกเกิลไนเตรตที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที สารละลายนิกเกิลไนเตรตจะเกาะตัวอยู่บนผิวของอลูมินา กรองแยกสารละลายที่เหลือออกจากอลูมินา จากนั้นนำอลูมินาที่ซึบนิกเกิลไนเตรตเรียบร้อยแล้ว ไปทำการอบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารประกอบของนิกเกิลไนเตรต ซึ่งมีสีเขียวอ่อน เกาะอยู่บนชั้นพอร์ตอลูมินา

ทำการแคลซิเนชันนิกเกิลไนเตรตบนอลูมินาที่ได้ ให้เป็นนิกเกิลออกไซด์ด้วยอากาศ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในเครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไธด์เบด ที่สภาวะความเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดเซชัน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เก็บนิกเกิลออกไซด์บนอลูมินาที่ได้ไว้ ก่อนนำมาใช้งาน จะต้องทำการรีดักชันด้วยไฮโดรเจนปริมาณเล็กน้อย ในเครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไธด์เบด ให้เป็นนิกเกิลบนชั้นพอร์ตอลูมินา (Ni/Al_2O_3) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีที่พร้อมจะนำมาใช้งาน

ตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/Al_2O_3 ที่เตรียมได้ จะมีพื้นที่จำเพาะ 230 ตารางเมตรต่อกรัม ความหนาแน่น 1,610 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร

3.3.2 ทำการทดลองหาความเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดเซชันของตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/Al_2O_3

ทำการทดลองหาความเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดเซชันของตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/Al_2O_3 ในเครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไธด์เบด ด้วยอากาศที่อุณหภูมิ 650, 700, 750 และ 800 องศาเซลเซียส

ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/Al_2O_3 จำนวนหนึ่ง ในเครื่องปฏิกรณ์แบบฟลูอิดไธด์เบดเพื่อใช้เป็นเบด จากนั้นปรับอากาศพร้อมกับให้ความร้อนแก่เบดด้วยขดลวดให้ความร้อนซึ่งควบคุมอุณหภูมิโดยไมโครคอมพิวเตอร์ ควบคุมอุณหภูมิที่ 600 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิคงที่ทำการเก็บข้อมูลระหว่างอัตราการไหลของอากาศจากระดับโรตารีเตอร์ และความดันตกของเบดจาก

ความสูงของมานอมีเตอร์ ข้อมูลที่ได้นำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วของอากาศที่ผ่านเบดกับความดันตกของเบด สามารถหาความเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดไลเซชันได้จากกราฟ ซึ่งเป็นจุดที่ความดันตกของเบดเริ่มคงที่ ดังภาพผนวก ค จากนั้นทำการทดลองซ้ำที่อุณหภูมิ 700, 750 และ 800 องศาเซลเซียส

3.3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.3.1 ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นโดยแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน ดังนี้

ก. ทำการแปรค่าปริมาณของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ โดยให้อุณหภูมิเป็น 4 เท่าของปริมาณก๊าซมีเทนตลอด ดังนั้นอัตราส่วนของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ต่อไอน้ำต่อก๊าซมีเทนอยู่ระหว่าง 0.6:4.0:1.0 ถึง 3.0:4.0:1.0

ข. ทำการแปรค่าปริมาณของไอน้ำ โดยให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์มีปริมาณเป็น 4 เท่าของก๊าซมีเทนตลอด ดังนั้นอัตราส่วนของไอน้ำต่อก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ต่อก๊าซมีเทนอยู่ระหว่าง 0.6:4.0:1.0 ถึง 3.0:4.0:1.0

ทั้งสองขั้นตอนจะมีอัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้นคงที่ คือ มีอัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้นเป็น 2.5 เท่าของอัตราเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดไลเซชัน ($U/U_{mf} = 2.5$) ของตัวเร่งปฏิกิริยา NI/Al_2O_3 550 กรัม ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

3.3.3.2 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่ 650, 700, 750 และ 800 องศาเซลเซียส ที่อัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้นคงที่ที่ 2.5 เท่าของอัตราเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดไลเซชันของ ($U/U_{mf} = 2.5$) ของตัวเร่ง 550 กรัม ที่อัตราส่วนของสารตั้งต้นตาม 3.1

3.3.3.3 ศึกษาอิทธิพลของอัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้น ที่อัตราเร็วเป็น 2.0, 2.5, 3.0 และ 3.5 เท่าของความเร็วต่ำสุดในการเกิดฟลูอิดไลเซชัน ($U/U_{mf} = 2.0, 2.5, 3.0$ และ 3.5) ของตัวเร่งปฏิกิริยา 550 กรัม ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วนของสารตั้งต้นใน 3.1

3.3.3.4 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ตัวเร่งปฏิกิริยา 400, 550 และ 700 กรัม ที่อัตราเร็วในการป้อนสารตั้งต้นคงที่ที่ 2.5 เท่าของอัตราเร็วต่ำสุดใน

การเกิดพลาสมาไอออน (U/Umf = 2.5) ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้นตาม 3.3.3.1

3.3.4 ดำเนินการทดลอง

3.3.4.1 การเตรียมสภาวะก่อนการทำปฏิกิริยา

1. บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาตามปริมาณที่กำหนดไว้ลงในเครื่องปฏิกรณ์ ปิดฝาเครื่อง ชันนอตยึดให้แน่น
2. ปลดอากาศจากเครื่องอัดอากาศให้เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ โดยความเร็วของอากาศจะใช้ค่าประมาณค่าความเร็วต่ำสุดในการเกิดพลาสมาไอออน (Umf) ที่อุณหภูมิที่จะทำการทดลองนั้น ๆ เพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดสถานะพลาสมาไอออน
3. ตั้งอุณหภูมิที่จะทำการทดลองที่ตัวควบคุม จากนั้นเปิดตัวควบคุมให้ทำงาน เพื่อให้ชุดลดความร้อนทำงานจนร้อนได้ถึงอุณหภูมิที่กำหนด 600 องศาเซลเซียส
4. เมื่อถึงอุณหภูมิที่กำหนด หยุดการปล่อยอากาศเข้าแล้วปล่อยก๊าซไฮโดรเจนเข้าไปจำนวนหนึ่งเพื่อทำการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลาประมาณ 1.5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิเดิม

3.3.4.2 การปฏิบัติขณะมีการเกิดปฏิกิริยา

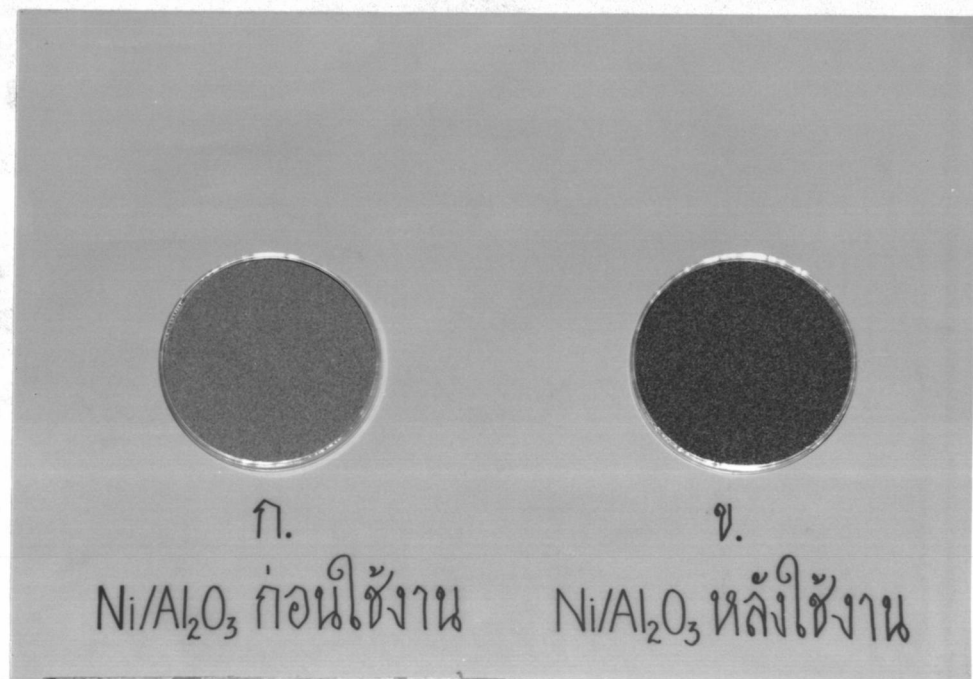
1. หลังจากที่ผ่านมาก๊าซไฮโดรเจนครบ 1.5 ชั่วโมงแล้ว ให้หยุดการปล่อยก๊าซไฮโดรเจน แล้วปล่อยก๊าซไนโตรเจน เพื่อทำการไล่ก๊าซไฮโดรเจนออกไป พร้อมทั้งตั้งอุณหภูมิที่ต้องการทำการทดลอง
2. จากที่มีการคำนวณค่าอัตราการป้อนสารต่าง ๆ (ตามวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง) ไว้แล้วก็ให้ดำเนินการทดลองตามค่าที่คำนวณได้ โดยใช้โรตารีเตอร์วัดอัตราการไหลของก๊าซมีเทนและคาร์บอนไดออกไซด์ ส่วนไอน้ำจะควบคุมโดยการปรับอัตราเร็วของเครื่องสูบน้ำได้

3. ตอนแรกจะมีการปล่อยไอน้ำเข้าเครื่องปฏิกรณ์ก่อน ต่อจากนั้นจึงปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และมีเทน ตามลำดับ เข้าเครื่องปฏิกรณ์อย่างต่อเนื่อง
4. หลังอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาคงที่ จึงเริ่มเก็บตัวอย่างก๊าซผลิตภัณฑ์จากส่วนทางออกที่ได้จัดน้ำหมดแล้ว เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซ
5. เมื่อทำการทดลองเสร็จ 1 ชุด ต้องทำการปรับสภาพตัวเร่งปฏิกิริยาทุกครั้ง

3.3.4.3 การเก็บตัวอย่างก๊าซ

หลังจากที่ก๊าซมีเทน คาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำทำปฏิกิริยาภายในเบดแล้ว จะได้ก๊าซที่เป็นผลิตภัณฑ์ ซึ่งการทำปฏิกิริยาจะถูกควบคุมแรงดันเพื่อขับน้ำออกไป แต่ก๊าซยังมีความชื้นเหลืออยู่จึงต้องนำไปผ่านคอลัมน์ CaCl_2 anhydrous เพื่อดูดซับความชื้นออกให้หมด ก๊าซแห้งจะผ่านออกทางสายยางที่มีปลายจุ่มลงในอ่างน้ำ

ก่อนที่จะทำการเก็บตัวอย่าง ต้องเปิดวาล์วให้ก๊าซผ่านเข้าไปก่อน แล้วจึงใช้เข็มแทงเข้าไปในสายยาง เพื่อดูดเอาก๊าซแห้งไปทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3-14 แสดงตัวอย่างปฏิริยา Ni/Al₂O₃ ก่อนและหลังใช้งาน