



สรุปผลการทดลองและอภิปราย

7.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการกำจัดกาซออกซิเจนในบรรยากาศของกาซไฮโดรเจน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียม โดยวิธีซบแห้งคือตัวเร่งปฏิกิริยาดีบุกบนตัวรองรับอะลูมินา (เตลต้า-อะลูมินา) พบว่าชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมด 122.34 ตารางเมตรต่อกรัม มีปริมาตรของรูพรุน 1.03 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมให้เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนรูปของออกซิเจนสูงสุดคือ 50% ที่อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาที่ 175^oซ ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวมีพื้นที่ผิวของโลหะในการทำปฏิกิริยามากที่สุดคือ 0.38 ตารางเมตรต่อกรัม อุณหภูมิในช่วงการเกิดปฏิกิริยาที่วัดได้ อยู่ในช่วง 150^oซ-400^oซ

ในการกำจัดกาซออกซิเจนในบรรยากาศของกาซไฮโดรเจน สามารถกระทำได้โดยกระบวนการดีออกซิเจนเนชั่นซึ่งใช้ในการทำให้กาซไฮโดรเจนบริสุทธิ์มากขึ้น โดยอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยา ดีบุกบนอะลูมินาซึ่งมีดีบุก 8 เปอร์เซ็นต์ เตรียมโดยใช้การฝังโดยวิธีซบแห้ง โดยการเผาที่อุณหภูมิสูง 500^oซ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง และทำการรีดักชันโดยผ่านกาซไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 600^oซ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และใส่ในเตาปฏิกรณ์เคมีแบบเบตหยุดนิ่งในการนี้สามารถกำจัดออกซิเจน ได้ถึง 50% โดยสัดส่วนโมลของออกซิเจนมีค่าเป็น 0.036 ที่อุณหภูมิ 175^oซ

การนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมาศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพโดยการหาพื้นที่ทั้งหมดวิธี BET ได้พื้นที่ทั้งหมดอยู่ในช่วง 76.6-85.6 ตารางเมตรต่อกรัม พื้นที่ผิวของโลหะโดยใช้การดูดซับทางเคมีของกาซคาร์บอนมอนนอกไซด์อยู่ในช่วง 0.17-0.38 ตารางเมตรต่อกรัม คิดเป็น 0.40 เปอร์เซ็นต์ของพื้นที่ทั้งหมด การวัดขนาดของโลหะโดยใช้เทคนิค การดูดซับ

ทางเคมีของกาซคาร์บอนมอนนอกไซด์ อยู่ในช่วง $1800-4000 \text{ A}^\circ$ เปรียบเทียบกับค่าที่ได้ โดยการคำนวณจากพีคของเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันมีค่า 138A° (ใช้ $B_c = B_o$) ค่าที่ได้แตกต่างกันประมาณ 10 เท่า เนื่องจากขนาดของโลหะเล็กมากมีผลทำให้เกิดขึ้น มีลักษณะกว้างทำให้การวัดและการคำนวณคลาดเคลื่อนได้ นอกจากนี้พีคที่เกิดขึ้นถูกรบกวนได้ง่ายจำเป็นต้องมีการแก้ค่า BC ที่ใช้ในการคำนวณด้วย ขนาดของพอร์ที่วัดจากภาพของ SEM มีค่าเท่ากับ 1.04-1.52 ไมโครเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดของพอร์ของอะลูมินา 1.3750 ไมโครเมตร ค่าที่วัดใกล้เคียงกันแต่อย่างไรก็ตาม การสังเกตขนาดของพอร์จาก SEM ทำได้ยาก และค่าที่ได้เนื่องจากภาพถ่ายที่ได้ไม่ชัดเจน จำเป็นต้องใช้เครื่องขยายวัตถุขยายภาพในฟิล์ม ดังนั้นค่าที่ได้คลาดเคลื่อนไปจากค่าที่ถูกต้อง ดังนั้นเนื่องจากลักษณะของพอร์ที่เห็นอาจเป็นการซ้อนทับกันของพอร์ที่อยู่ต่างระดับกัน หรือการที่แสงตกกระทบในลักษณะที่ทำให้เกิดเงาขึ้นทำให้การเข้าใจไม่ถูกต้องในการดู

7.2 อภิปราย

7.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีซบแห้ง

จุดบกพร่องของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีซบแห้งคือไม่สามารถเตรียมให้มี % ลู่งได้ ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยการเตรียมการซบแห้งหลายครั้ง แต่ก็จะมีข้อเสียในเรื่องการกระจายของโลหะ อย่างไรก็ตามการเตรียมโดยวิธีซบแห้งมีจุดเด่นคือสามารถเตรียมได้ง่าย ควบคุมสภาวะการเตรียมได้ง่าย ซึ่งสิ่งเหล่านี้จะทำให้ลักษณะการเตรียมเป็นค่าลัศร์มากขึ้น

7.2.2 การหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

การหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับเป็นสิ่งที่สำคัญมากสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซบแห้ง เพราะถ้าการหาปริมาตรของรูพรุนผิดพลาดจะทำให้การกระจายของสารละลายนิกเกิลในรูพรุนเป็นไปอย่างไม่สม่ำเสมอ ทำให้เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ละจุดไม่เท่ากัน ในการวิจัยครั้งนี้ใช้ปริมาตรของรูพรุนโดยวิธีใช้น้ำเป็นตัวเช็ดซึ่งถือว่าน้ำและสารละลายนิกเกิลในรูพรุนมีแรงตึงผิวเท่ากัน อย่างไรก็ตามวิธีที่สามารถหาปริมาตรของรูพรุนให้ถูกต้องวิธีที่ใช้คือ พรอท - ฮีเลียม

7.2.3 สภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcination Condition)

ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อที่จะใช้สำหรับศึกษานั้น การเผาที่อุณหภูมิสูงของตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชุดต้องเหมือนกันคืออัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C ต่อ นาที ปล่อยให้คงที่ที่ 500°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จุดประสงค์ของการเผาที่อุณหภูมิสูงคือต้องการเปลี่ยนรูปนิเกิลไนเตรตให้เป็นรูปนิเกิลออกไซด์ และกำจัดมลทินที่ไม่ต้องการออกไป การควบคุมสภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูงมีผลอย่างมากต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลที่ได้ ดังนั้นในการเลือกอุณหภูมิ อุณหภูมินั้นต้องเป็นอุณหภูมิที่เริ่มต้นการเกิดการรวมตัวของผลึกนิเกิลออกไซด์ด้วยความร้อน ถ้าอุณหภูมิสูงเกินไปอาจเกิดการรวมตัวของผลึกนิเกิลออกไซด์ด้วยความร้อนมากเกินไป ทำให้พื้นที่ผิวสำหรับการเกิดปฏิกิริยาลดลงหลังจากการทำการดักซันแล้ว ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาลดลง นอกจากนี้นิเกิลออกไซด์อาจทำปฏิกิริยากับตัวรองรับอะลูมินเนต ซึ่งต้องใช้สภาวะที่ค่อนข้างรุนแรงในการดักซันนิเกิลอะลูมินเนตเป็นนิเกิล (7)

7.2.4 การรีดักชัน (Reduction)

การรีดักชันเป็นการเปลี่ยนรูปนิเกิลออกไซด์ให้เป็นนิเกิลซึ่งพร้อมที่จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การรีดักชันนี้สามารถทำได้ทั้งในเตาปฏิกรณ์เคมีหรือเครื่องเผาที่อุณหภูมิล่าง การวิจัยครั้งนี้ทำการรีดักชันภายในเตาอุณหภูมิสูงที่ 600°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

7.2.5 การวิเคราะห์ปริมาณของนิเกิลบนตัวรองรับอะลูมินาโดยอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

การวิเคราะห์ % นิเกิลบนตัวรองรับโดยอะตอมมิกแอบซอร์บชันตามตารางที่ 6.2 จะเห็นได้ว่าค่าที่ได้จากเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันให้ค่าต่ำกว่าที่ได้จากการทดลองเล่มมือ ซึ่งเป็นข้อที่น่าสังเกตว่าในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบซบแห้งจะมีการสูญเสียนิเกิลบางส่วน

7.2.6 การหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธี BET

เนื่องจากความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาแปรผันตามพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวเร่งปฏิกิริยา ในการวิจัยครั้งนี้ใช้การวัดพื้นที่ผิวทั้งหมดโดยวิธีของ BET จากผลการทดลองดังตารางที่ 6.4 ชุดของ 1% Ni, 3% Ni และ 5% Ni มีพื้นที่ผิวพอ ๆ กันคือ 85.6, 85.1 และ 85.1 $\text{m}^2/\text{กรัม}$ ตามลำดับจากผลการทดลองนี้ไม่สามารถสรุปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา

ชุดใดที่มีความไว้วางใจปฏิริยามากที่สุด ถ้าพิจารณาโดยทั่วไปจะเห็นว่า เปอร์เซนต์ของนิเกิล 1% นั้นการกระจายตัวของนิเกิลเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ และสำหรับ % Ni เพิ่มมากขึ้น การกระจายของนิเกิลไม่ดีพอ ทำให้การหาพื้นที่ผิวทั้งหมดมีค่าพอ ๆ กันคือ 75-85 ตารางเมตรต่อกรัม ดังนั้นจึงต้องพิจารณาถึงลักษณะทางกายภาพอย่างอื่นประกอบด้วย

7.2.7 การหาพื้นที่ผิวของโลหะแบบการดูดซับทางเคมีของกาซคาร์บอนมอนอกไซด์

จากผลการทดลองเพื่อหาพื้นที่ผิวของโลหะแบบดูดซับทางเคมีของกาซคาร์บอนมอนอกไซด์ เป็นการหาพื้นที่ผิวสำหรับที่จะเกิดปฏิริยาได้ ดังตารางที่ 6.4 ชุดของ 8% Ni มีพื้นที่ผิวของโลหะมากที่สุด และ 3% Ni มีพื้นที่ผิวของโลหะน้อยที่สุดซึ่งคุณสมบัติดังกล่าวนี้สอดคล้องกับผลการทดลองในการทดสอบปฏิริยา โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยาที่มีปริมาณนิเกิลต่าง ๆ กันพบว่า 8% Ni ที่มีพื้นที่ผิวโลหะมากที่สุดสามารถเกิดปฏิริยาได้ดีที่สุด นั่นคือ ปริมาณของโลหะเพียงอย่างเดียวไม่ล้ามากรทนายการเกิดปฏิริยาได้ ต้องทราบถึงพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิริยาตลอดทั้งการกระจายของโลหะบนตัวเร่งปฏิริยา

7.2.8 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน จุดประสงค์ของการวิเคราะห์ เพื่อหาชนิดของตัวเร่งปฏิริยา เพื่อต้องการดูว่าหลังจากการเผาที่อุณหภูมิสูงแล้วนิเกิลจะอยู่ในรูปอะไร จากตารางที่ 6.4 และจากรูปที่ 6.7 แสดงให้เห็นว่านิเกิลในตัวเร่งปฏิริยาทุกชุดอยู่ในรูปของนิเกิลออกไซด์หมด แสดงว่าอุณหภูมิที่ใช้เผา ยังต่ำจึงไม่เกิดนิเกิลอะลูมินเนต

7.2.9 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องสแกนิงอีเลคตรอนไมโครสโคป

ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องสแกนิงอีเลคตรอนไมโครสโคป จุดประสงค์เพื่อหาขนาดของตัวเร่งปฏิริยาและการกระจายของนิเกิลบนตัวรองรับอะลูมินา ในการทดลองนี้สามารถวัดขนาดของตัวเร่งปฏิริยาได้คือมีขนาด 0.087 - 0.158 มิลลิเมตร ซึ่งสอดคล้องกับการร่อนด้วยตะแกรง 100-150 เมชของ Tyler สำหรับการกระจายของนิเกิลบนตัวรองรับอะลูมินาเป็นไปแบบสม่ำเสมอโดยทั่วไป และขนาดของพอร์ 1.04-1.52 ไมโครเมตร

7.2.10 การทดสอบตัวเร่งปฏิริยานิเกิลที่เตรียมขึ้น

ตัวเร่งปฏิริยาที่ให้ % การเปลี่ยนรูปสูงที่สุดนั้นหมายถึงตัวเร่งปฏิริยานั้นมีความไว้วางใจในเชิงปฏิริยาสูงที่สุด จากรูปที่ 6.12 และ 6.13 ตัวเร่งปฏิริยาชุดที่ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาให้เปอร์เซนต์การเปลี่ยนรูปสูงที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับการที่ชุดนี้มีพื้นที่ผิวของ

นิเกิลที่เป็นตำแหน่งเกิดปฏิกิริยามากที่สุดสำหรับชุดของ 1% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาไม่สามารถสังเกตปฏิกิริยาได้ และชุดของ 3% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาเป็นชุดซึ่งเริ่มสามารถสังเกตการเกิดปฏิกิริยาได้

จากผลการทดลองดังกล่าว % ของนิเกิลบนตัวรองรับยังสูงไม่สามารถบอกได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาจะมากด้วย ทั้งนี้เนื่องจากการกระจายของนิเกิลลดลงเมื่อ % Ni สูงขึ้น ซึ่งสิ่งเหล่านี้ควบคุมด้วยการรวมตัวของผลึกนิเกิลจากความร้อนเนื่องจาก % Ni บนตัวรองรับสูงมากเกินไปทำให้เกิดการรวมตัวของผลึกเนื่องจากความร้อนได้ดีขึ้น ผลทำให้พื้นที่ผิวของนิเกิลที่เป็นตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยาลดลงดังตารางที่ 6.4 ซึ่งเป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับที่มีพื้นที่ผิวตัวรองรับเป็น 112.34 ตารางเมตรต่อกรัม เมื่อเตรียม % Ni เพิ่มจาก 1% ถึง 8% การเปลี่ยนรูปลักษณ์ และ พื้นที่ผิวของนิเกิลเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่ม % Ni จาก 8% เป็น 12% การเปลี่ยนรูปลักษณ์ และพื้นที่ผิวของนิเกิลก็ลดลงด้วย นั่นหมายถึงว่า สภาวะที่เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานี้ขึ้นทั้ง 5 ชุด ชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับเหมาะที่สุดและอุณหภูมิช่วงของการเกิดปฏิกิริยาอยู่ในช่วง $150^{\circ} - 400^{\circ}\text{C}$.

สิ่งที่น่าสังเกตคือ ถ้าต้องการทำปฏิกิริยาให้เกิดในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่านี้อาจจะตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างอื่น เช่น แพลททินัมซึ่งมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ดีขึ้นหรืออาจจะเตรียมเป็นการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลโดยการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ 2 ชนิด เช่น นิเกิลกับแพลททินัม หรือมากกว่า 2 ชนิดขึ้นไป ก็จะเป็นแนวทางใหม่อันหนึ่งทางด้านการพัฒนาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวอย่างการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่า 2 ชนิด คือ 14% Ni - 3.4% Co_2O_3 - 0.4% Pt บนตัวรองรับเซรามิกสไฟเบอร์ซึ่งพัฒนาโดย T. Inui และคณะ (17) สามารถใช้กำจัดกาซออกซิเจนในบรรยากาศไอโตรเจนจาก 1.3 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเหลือต่ำกว่า 1 ส่วน ในล้านส่วน (ppm) และสามารถกำจัดกาซออกซิเจนได้ที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งจะพบว่ามีความเสถียรดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียว ซึ่งสมควรที่จะทำการศึกษาวิจัยต่อไป