

บทที่ 8 การทดลอง

อุปกรณ์การทดลอง

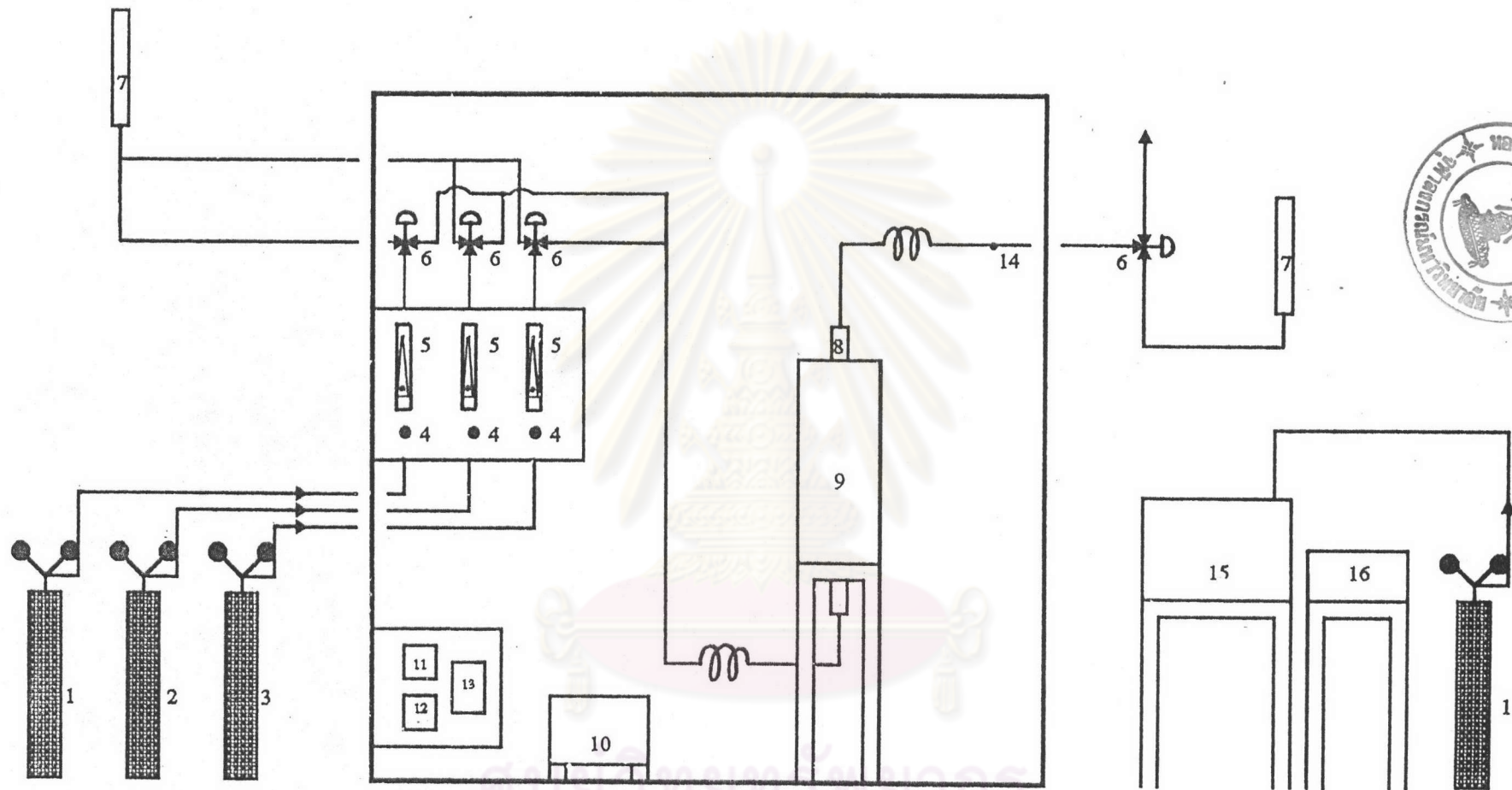
1. ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ชุดอุปกรณ์การทดลองทั้งหมด แสดงไว้ในรูปที่ 3.1 และ 3.2 ซึ่งประกอบด้วย อุปกรณ์ที่สำคัญแต่ละส่วน โดยแสดงภาพจริงได้ในรูปที่ 3.3 ถึง 3.9 สำหรับอุปกรณ์แต่ละส่วน โดยสามารถแบ่งพิจารณาออกได้เป็น 3 ส่วนใหญ่ๆ ดังนี้

1.1. ส่วนที่เกี่ยวข้องกับสารตั้งต้น

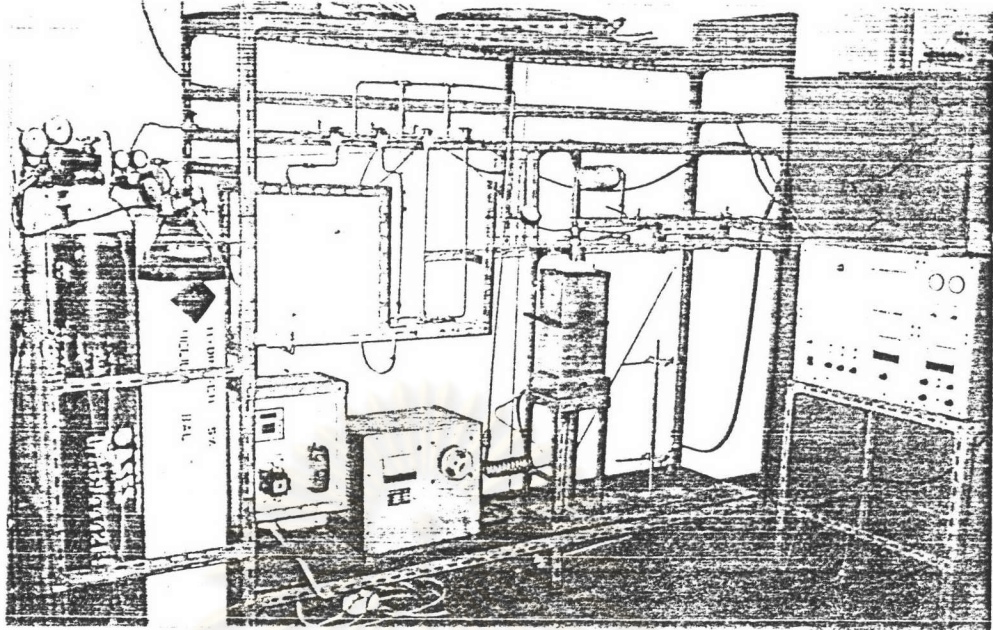
ส่วนนี้ทำหน้าที่ปล่อยสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ ในโครเจนออกไซด์ และไฮโครเจน รวมทั้งก๊าซนำพา ได้แก่ ฮีเลียม ในปริมาณที่ต้องการให้ผสมกัน โดยมีการควบคุมอัตราการไหลของก๊าซให้คงที่ก่อนเข้าไปทำปฏิกิริยากันในเตาปฏิกรณ์เคมี ซึ่งจะประกอบด้วยอุปกรณ์ต่างๆ ดังนี้

1.1.1. ถังก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ ไฮโครเจนและฮีเลียม ซึ่งระบุด้วยหมายเลข 1, 2 และ 3 ตามลำดับในรูปที่ 3.1 และในรูปที่ 3.3 ภายในถังบรรจุก๊าซที่ใช้ทำปฏิกิริยาแต่ละชนิด โดยถังแต่ละใบจะติดตั้งอุปกรณ์ควบคุมความดันก๊าซ (Pressure Regulator) 2 ตัว โดยที่ตัวหนึ่งทำหน้าที่วัดความดันของก๊าซภายในถัง และอีกตัวหนึ่งทำหน้าที่วัดความดันของก๊าซที่ไหลออกจากถังก๊าซ มีหน่วยความดันเป็นแกจ

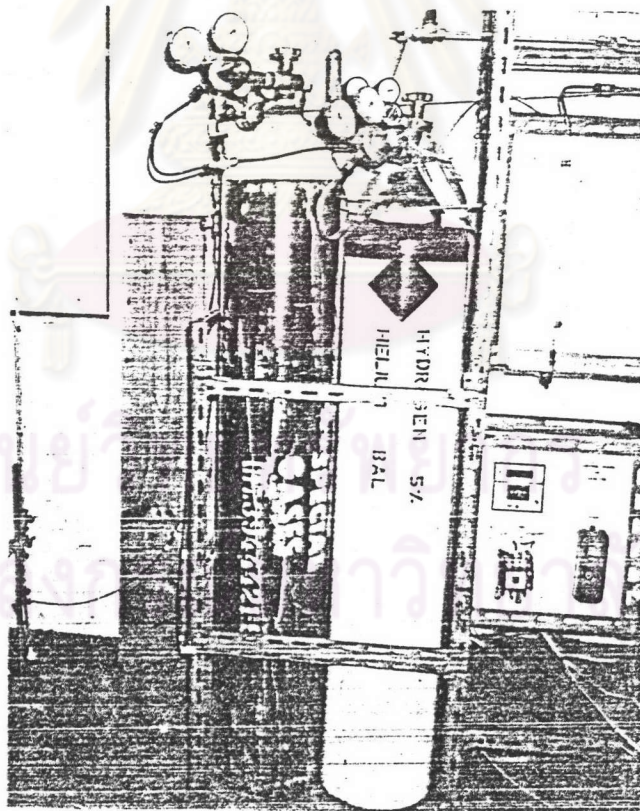


รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

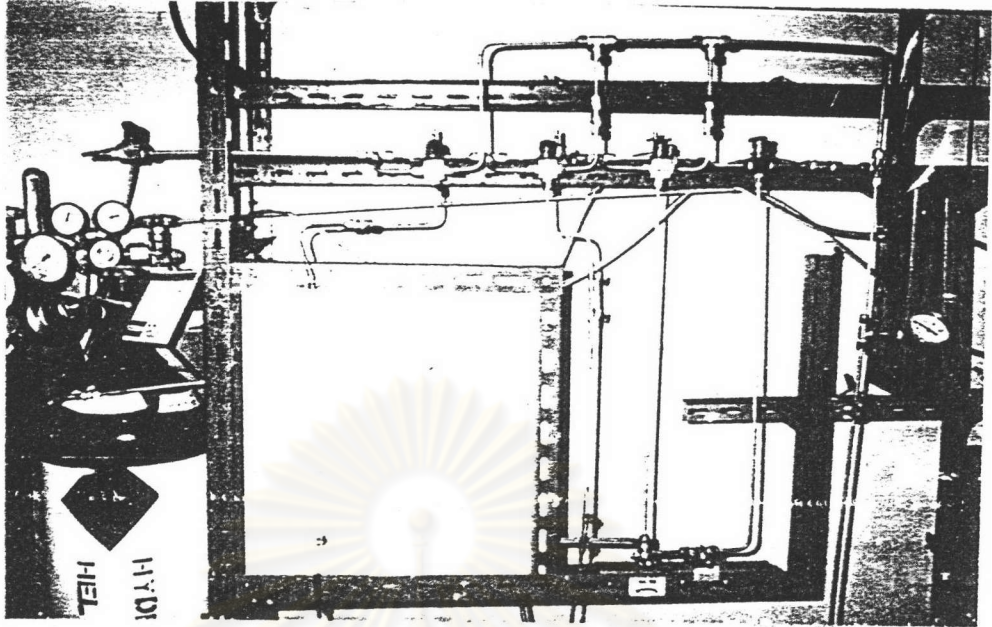
- | | | | | | |
|---------------------------|-----------------|---------------------------------|----------------------------|-----------------------------|---------------------------------|
| 1. ถังก๊าซฮีเลียม | 4. วาล์วแบบเข็ม | 7. ส่วนวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ | 10. อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า | 13. สวิตช์ไฟฟ้ากำลังสูง | 16. เครื่องบันทึกผลการวิเคราะห์ |
| 2. ถังก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ | 5. มานอมิเตอร์ | 8. เตาปฏิกรณ์เคมี | 11. เทอร์โมสแตท | 14. จุดค้ำก๊าซตัวอย่าง | |
| 3. ถังก๊าซไฮโดรเจน | 6. วาล์ว 3 ทาง | 9. อุปกรณ์ให้ความร้อน | 12. แมกเนติกคอนแทค | 15. เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี | |



รูปที่ 3.2
ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

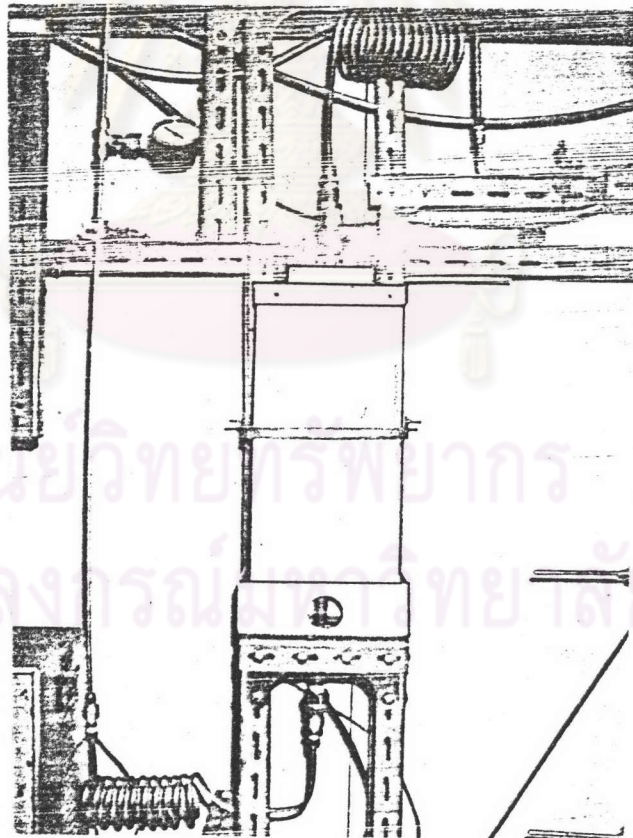


รูปที่ 3.3
สารตั้งต้นที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.4

อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ



รูปที่ 3.5

เตาปฏิกรณ์เคมีและอุปกรณ์ให้ความร้อน



1.1.2. ชุดวัดและควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ ซึ่งประกอบด้วยวาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) ตามที่ระบุด้วยหมายเลข 4 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.4 เพื่อเป็นอุปกรณ์ควบคุมปริมาณการไหลของก๊าซที่ใช้ทำปฏิกิริยา และหลอดมานอมิเตอร์ (Manometer) 3 อัน เพื่อวัดอัตราการไหลของก๊าซแต่ละชนิด ซึ่งระบุไว้ด้วยหมายเลข 5 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.4 และส่วนวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ 2 อัน เพื่อวัดอัตราการไหลรวมของก๊าซผสมก่อนและหลังเข้าเตาปฏิกรณ์เคมี ซึ่งระบุไว้ด้วยหมายเลข 7 ในรูปที่ 3.1 และก๊าซแต่ละชนิดรวมทั้งก๊าซผสมที่ออกจากเตาปฏิกรณ์เคมีจะถูกควบคุมทิศทางการไหลโดยวาล์ว 3 ทาง ซึ่งระบุไว้ด้วยหมายเลข 6 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.4

1.2. ส่วนที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยา

ส่วนนี้ทำหน้าที่ให้สารตั้งต้นเข้าทำปฏิกิริยากัน ซึ่งมีการให้ความร้อนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา และมีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตามที่ต้องการอีกด้วย ประกอบด้วยอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังนี้

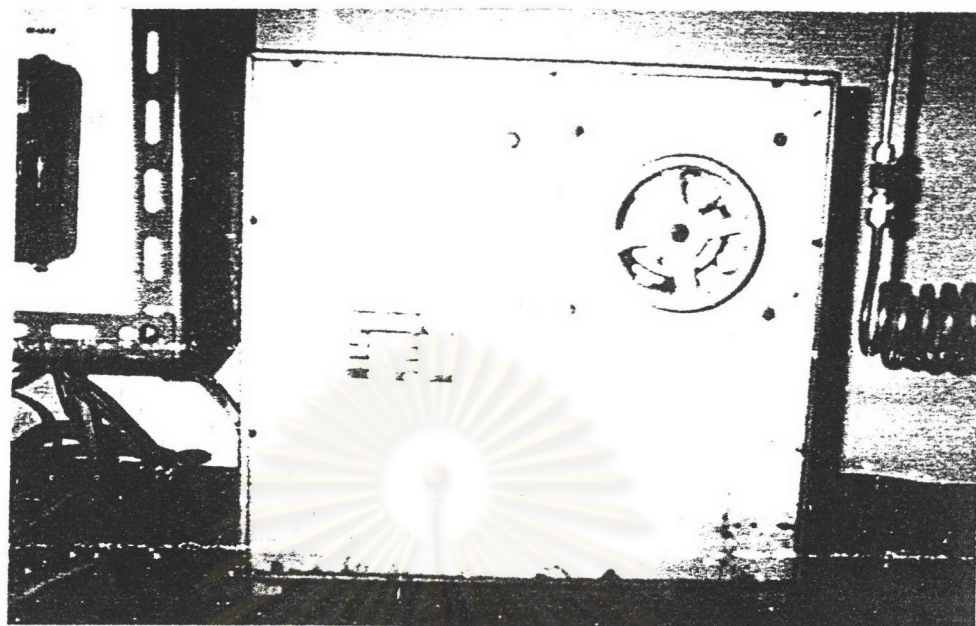
1.2.1. เตาปฏิกรณ์เคมี ซึ่งระบุด้วยหมายเลข 8 ในรูปที่ 3.1 และในรูปที่ 3.5 เป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา มีโครงสร้างเป็นท่อกลวงสแตนเลสสตีลยาว 60 เซนติเมตร มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในและภายนอกเท่ากับ 1.2 เซนติเมตร และ 1.4 เซนติเมตร ตามลำดับ ภายในบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาคอปเปอร์ออกไซด์/อลูมินา โดยมีตะแกรงสแตนเลสสตีลเป็นอุปกรณ์รองรับตัวเร่งปฏิกิริยา และเตาปฏิกรณ์เคมีได้สอดผ่านอุปกรณ์ให้ความร้อน (Heater) โดยได้ระบุด้วยหมายเลข 9 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.5 โดยเตาให้ความร้อนมีโครงสร้างเป็นแผ่นเหล็กสแตนเลสสตีลห่อหุ้มอิฐทนไฟ และภายในอิฐทนไฟได้ฝังขดลวดความร้อนนิโครมที่สามารถทนอุณหภูมิสูงถึง 1200 องศาเซลเซียส โดยต่อเข้ากับอุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (Transformer) ที่ระบุด้วยหมายเลข 10 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.6 เพื่อปรับแรงดันไฟฟ้าให้ได้ตามขนาดที่ต้องการจากแหล่งจ่ายไฟ 220 โวลต์ และกระแสที่ใช้ประมาณ 15 แอมแปร์ มีการควบคุมอุณหภูมิโดยวัดอุณหภูมิด้วยอุปกรณ์เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) ที่ติดตั้งอยู่ในเตาให้ความร้อน และส่งสัญญาณไฟฟ้าไปแสดงผลที่ตัวอ่านอุณหภูมิ (Temperature Reader) ซึ่งมีอุปกรณ์เทอร์โมสแตท (Thermostat) ติดตั้งอยู่ด้วย โดยระบุด้วยหมายเลข 11 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.7 มีอุปกรณ์แมกเนติกคอนแทคเตอร์ (Magnetic Contactor) ควบคุมกัน โดยได้ระบุด้วยหมายเลข 12 เพื่อใช้ควบคุมอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์

เคมีให้ได้สม่ำเสมอตามต้องการ และสำหรับกระแสไฟฟ้าจากภายนอกจะผ่านสวิตซ์ไฟฟ้ากำลังสูงก่อนจ่ายให้อุปกรณ์ให้ความร้อนโดยระบุไว้ด้วยหมายเลข 13 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.7

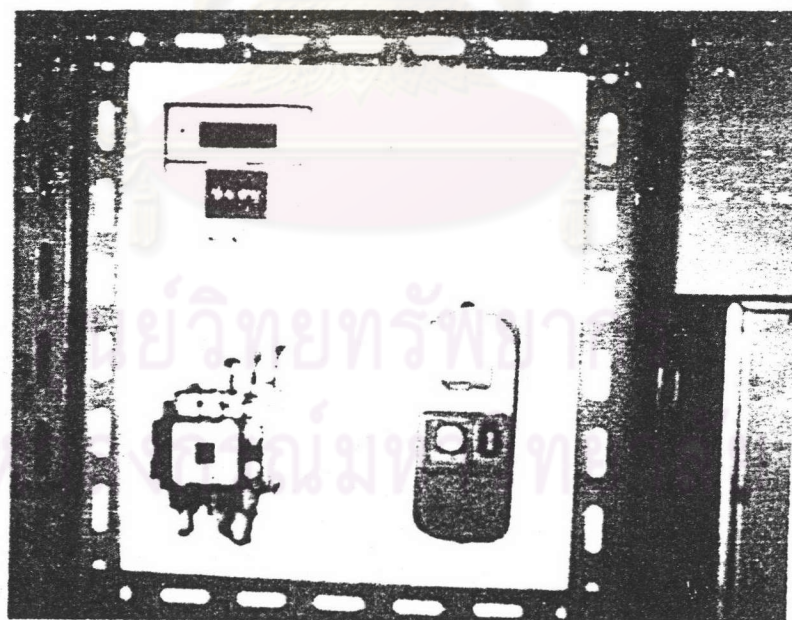
1.2.2. จุดค้ำก๊าซตัวอย่าง ระบุด้วยหมายเลข 14 ในรูปที่ 3.1 ซึ่งเป็นข้อต่อชนิด 3 ทาง เพื่อให้ก๊าซที่เกิดจากปฏิกิริยาสามารถไหลออกจากระบบเพื่อปล่อยทิ้งได้ และมีทางหนึ่งที่ปิดปลายทางออกด้วยจุกยาง ซึ่งสามารถใช้เข็มฉีcg๊าซตัวอย่างแทงทะลุและเก็บก๊าซตัวอย่างไปวิเคราะห์ต่อไปได้



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.6
อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (Transformer)



รูปที่ 3.7
อุปกรณ์อ่านอุณหภูมิ เทอร์โมสแตท แมกเนติกคอนแทคเตอร์ และสวิตช์ไฟฟ้ากำลังสูง

1.3. ส่วนวิเคราะห์ข้อมูลจากการทดลอง

ในส่วนนี้จะใช้เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีที่ใช้ระบบตรวจวัดแบบ Thermal Conductivity Detector (TCD) ในการวิเคราะห์ แสดงไว้โดยหมายเลข 15 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.8 โดยจะแยกก๊าซแต่ละชนิดที่รวมกันอยู่ในก๊าซตัวอย่างที่ได้จากปฏิกิริยาออกมา เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ประกอบด้วยส่วนสำคัญ 6 ส่วน คือ (41)

1. ถังบรรจุก๊าซนำพา (Carrier Gas Tank), เครื่องควบคุมความดันก๊าซ (Pressure Regulator), และอุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ (Flow Meter)
2. ระบบฉีดสารตัวอย่าง (Sample Injection System) ทำหน้าที่นำสารตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์
3. คอลัมน์สำหรับแยกสาร (Separation Column) เป็นส่วนสำคัญที่สุดที่ทำให้สารตัวอย่างแยกองค์ประกอบต่างๆ ออกจากกัน
4. ระบบการตรวจวัด (Detection System) ทำหน้าที่ตรวจวัดองค์ประกอบของสารที่เคลื่อนที่ออกมาจากคอลัมน์ ส่วนประกอบที่สำคัญคือ เครื่องวัดสัญญาณ (Detector)
5. ระบบควบคุมอุณหภูมิในส่วนต่างๆ ของเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (Thermal Compartment) ระบบควบคุมอุณหภูมินี้จะควบคุมอุณหภูมิของระบบฉีดสารตัวอย่าง อุณหภูมิของคอลัมน์สำหรับแยกสารและอุณหภูมิของระบบตรวจวัด
6. ระบบบันทึกและเก็บข้อมูล (Recorder) ประกอบด้วยเครื่องบันทึกโครมาโตแกรมหรือการเก็บข้อมูลที่เป็นสัญญาณอื่นๆ จากระบบการตรวจวัด

1.3.1. ก๊าซนำพา (Carrier Gas)

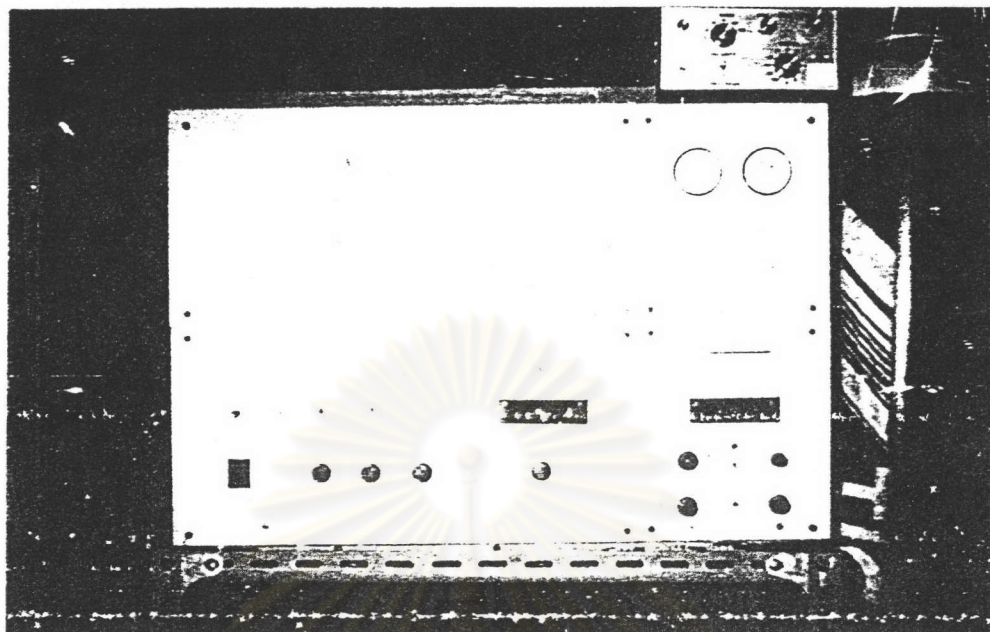
ทำหน้าที่พากล๊าซตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ผ่านระบบของเครื่องโครมาโตกราฟีได้อย่างสม่ำเสมอ ก๊าซพาที่ใช้ต้องเป็นก๊าซเฉื่อย เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดปฏิกิริยาใดๆ ในคอลัมน์ หรือในเครื่องวัดสัญญาณ ไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ กับสารตัวอย่าง และไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ กับสารแยกที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ด้วย นอกจากนี้ก๊าซพาจะต้องมีความบริสุทธิ์สูง เพราะหากก๊าซพามีสารปนเปื้อน (Impurities) เพียงเล็กน้อย เครื่องวัดสัญญาณจะถูกรบกวน (Noise) อาจทำให้การประเมินผลทางด้านคุณภาพและปริมาณคลาดเคลื่อนได้ และในการเลือกใช้ก๊าซพายังต้องพิจารณาถึงความไวของเครื่องวัดสัญญาณด้วย ซึ่งก๊าซพาแต่ละชนิดจะมีผลกระทบต่อความไวของเครื่องวัดสัญญาณแต่ละชนิดไม่เท่ากัน เช่น ไฮโดรเจนหรือฮีเลียม นิยมใช้กับ Thermal

Conductivity Detector (TCD) ในโครเจนนิยมใช้กับ Flame Ionization Detector (FID) และ Electron Capture Detector (ECD) เป็นต้น

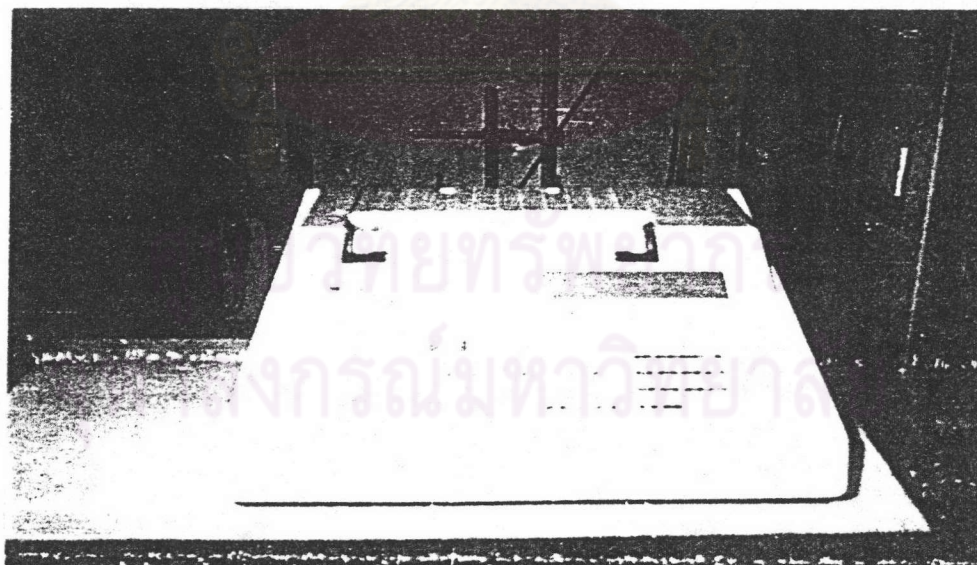
ในงานวิจัยนี้ เลือกใช้ก๊าซฮีเลียม (Helium, He) เป็นก๊าซนำพา เนื่องจากเป็นก๊าซที่เหมาะสมกับคิเทคเตอร์แบบ ทีซีดี (TCD) ที่ใช้ และยังมีผลดีในด้านประสิทธิภาพการแยกด้วย และยังสามารถใช้ได้กับก๊าซทุกชนิด เนื่องจากฮีเลียมมีค่าการนำความร้อน (Thermal Conductivity) สูง



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.8
เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี



รูปที่ 3.9
เครื่องบันทึกผล (Recorder)

1.3.2. จุดฉีดก๊าซ (Injection Port)

เป็นตำแหน่งที่ฉีดก๊าซที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยไซริงค์ (Syringe) โดยแทงเข็มทะลุผ่านเซพตัม (Septum) ซึ่งอาจจะทำมาจากยางซิลิโคนที่มีความยืดหยุ่น ทำให้สารตัวอย่างและก๊าซนำพาไม่ดันย้อนกลับออกมาสู่ภายนอก ก๊าซตัวอย่างจะผ่านเข้าสู่คอลัมน์ (Column) ซึ่งอยู่ติดกับจุดฉีดก๊าซ เพื่อให้ก๊าซตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปสามารถเข้าสู่คอลัมน์ได้ทันที ที่จุดฉีดก๊าซนี้มีอุปกรณ์ให้ความร้อนอยู่ด้วย เพื่อให้ก๊าซตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปมีสภาพเป็นก๊าซที่อุณหภูมิคงที่ตลอดมักให้อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ประมาณ 10 ถึง 20 องศาเซลเซียส

1.3.3. คอลัมน์ (Column)

เป็นส่วนที่ทำหน้าที่แยกก๊าซแต่ละชนิดที่มีปนกันอยู่ในก๊าซตัวอย่าง โดยแยกให้ก๊าซแต่ละชนิดไหลผ่านออกมาที่ปลายทางออกของคอลัมน์ในเวลาที่แตกต่างกัน คอลัมน์ที่ใช้สำหรับเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีมี 2 แบบ คือ

1. Packed Columns

ประกอบด้วยท่อแก้วหรือโลหะกลวง ภายในบรรจุด้วยสารแยก (Packing Material) ความยาวของคอลัมน์จะยาวประมาณ 1 ถึง 4 เมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในคอลัมน์ประมาณ 2 ถึง 6 มิลลิเมตร วัสดุที่ใช้ทำคอลัมน์มีหลายชนิด เช่น แก้ว สแตนเลส สตีล พลาสติก หรือโพลีเมอร์ และอาจใช้โลหะอื่นๆ ได้หลายชนิด เช่น อลูมิเนียม ทองแดง เป็นต้น

การเลือกใช้คอลัมน์ที่ทำด้วยวัสดุชนิดใดนั้น จะต้องพิจารณาว่า วัสดุที่ใช้ทำคอลัมน์จะต้องไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ ภายในคอลัมน์กับสารแยกและสารตัวอย่าง

รูปร่างของคอลัมน์อาจเป็นรูปตัวยู (U) วงกลม หรือวงรี ก็ได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับรูปร่างของ Column Oven และความยาวของคอลัมน์เอง

2. Capillary Columns

เป็นคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเล็กมาก ประมาณ 0.2 ถึง 0.5 มิลลิเมตร ความยาวของคอลัมน์ประมาณ 25 ถึง 100 เมตร ภายใน Capillary Column จะฉาบไว้ด้วยสารแยก ซึ่งต่างจากกรณีของ Packed Column ที่สารแยกสามารถเอาออกจากคอลัมน์ได้

ในงานวิจัยนี้เลือกใช้ Packed Column ที่เป็นท่อทองแดง เนื่องจาก มีราคาถูก มีความทนทาน และติดตั้งง่าย ภายในท่อจะบรรจุสารแยก เพื่อทำหน้าที่แยกก๊าซแต่ละชนิด ออกจากกัน ซึ่งในการทดลองนี้เลือกใช้สาร โมเลกุลลาร์ ซีฟ 13 เอ็กซ์ (Molecular Sieve 13X ; MS-13X) เป็นสารแยก เนื่องจากเหมาะสมกับชนิดของก๊าซที่ต้องการวิเคราะห์ และมีคุณสมบัติที่เหมาะสมอื่นๆ อีก ได้แก่ มีพื้นที่ผิวมาก มีขนาดและรูปร่างสม่ำเสมอ มีความแข็งแรงทำให้ไม่แตกง่าย และไม่ทำปฏิกิริยากับก๊าซที่นำมาวิเคราะห์ โดยปลายข้างหนึ่งของคอลัมน์จะติดกับ จุดฉีดก๊าซ และปลายอีกข้างหนึ่งจะต่อเข้ากับเครื่องวัดสัญญาณ (Detector) ซึ่งทำหน้าที่วัด ปริมาณสารที่ถูกแยกแล้ว สำหรับในกรณีการแยกสารที่มีจุดเดือดสูง จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่คอลัมน์ เพื่อให้สารนั้นกลายเป็นไอตลอด เนื่องจากการแยกสารต้องทำในสถานะที่เป็นก๊าซ และโดยทั่วไปคอลัมน์จะต้องใส่ไว้ในกล่องที่ปิดมิดชิดทุกด้านเพื่อควบคุมให้อุณหภูมิของคอลัมน์มีค่าคงที่สม่ำเสมอ สำหรับคอลัมน์ที่หยุดใช้งานนานๆ ต้องให้ความร้อนแก่คอลัมน์ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส นานประมาณ 3 ชั่วโมง โดยผ่านก๊าซนำพาซึ่งเป็นก๊าซเฉื่อย เพื่อเข้าไปไล่สิ่งตกค้างซึ่งมักมีจุดเดือดสูงที่เกาะอยู่บนสารแยกออกมาจากคอลัมน์

1.3.4. เครื่องวัดสัญญาณ (Detector)

เป็นส่วนที่ใช้วัดปริมาณของก๊าซแต่ละชนิดในก๊าซตัวอย่าง ซึ่งถูกแยกโดยคอลัมน์แล้ว โดยทั่วไปการเลือกชนิดของดีเทคเตอร์จำเป็นต้องพิจารณาถึงคุณสมบัติหลายประการ ซึ่งเครื่องวัดสัญญาณที่ดีจะต้องมีคุณสมบัติ ดังต่อไปนี้

- เครื่องวัดสัญญาณจะต้องมีความไวสูง (High Sensitivity) หรือสามารถตรวจวัดสัญญาณได้ดี (Detectability)
- เครื่องวัดสัญญาณจะต้องตอบสนอง (Response) ต่อสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้ดี
- เครื่องวัดสัญญาณจะต้องไม่เกิดการรบกวน (Noise) ได้ง่าย และสามารถวัดปริมาณสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้ในระดับต่ำๆ
- เครื่องวัดสัญญาณที่ดีต้องมีช่วงสัญญาณตอบรับที่เป็นเส้นตรง (Linear Range) กว้าง เป็นต้น

ในปัจจุบันเครื่องวัดสัญญาณที่ใช้กับเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี มีหลายชนิด เช่น ทีซีดี (Thermal Conductivity Detector) เอฟไอดี (Flame Ionization Detector) อีซีดี (Electron Capture Detector) เอ็นพีดี (Nitrogen Phosphorus Detector) เอฟพีดี (Flame Photometric Detector) เป็นต้น สำหรับการทดลองนี้จะเลือกใช้แบบ ทีซีดี ซึ่งใช้งานได้ดีและมีประสิทธิภาพ ดังนั้นจึงเลือกกล่าวในรายละเอียดเฉพาะแบบ ทีซีดี เท่านั้น

เครื่องวัดสัญญาณแบบ ทีซีดี มีหลักการทำงาน คือ สารตัวอย่างที่ถูกแยกแล้วออกจากคอลัมน์พร้อมด้วยก๊าซนำพาจะผ่านเข้าเครื่องวัดสัญญาณที่เป็นขดลวด ซึ่งจะถูกทำให้ร้อนขึ้นด้วยกระแสไฟฟ้าปริมาณหนึ่ง เมื่อก๊าซเข้ามาสัมผัสกับขดลวด จะทำให้ขดลวดสูญเสียความร้อนจำนวนหนึ่งให้กับก๊าซที่เข้ามา โดยเครื่องวัดสัญญาณจะทำการปรับกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับขดลวดเพื่อให้มีความร้อนเท่าเดิม กระแสไฟฟ้าที่ใช้นี้จะเป็นสัญญาณส่งไปยังอุปกรณ์บันทึกผล ซึ่งจะแสดงค่าปริมาณของก๊าซในรูปของพีค (Peak) โดยขนาดของพีคจะแปรผันตามปริมาณของก๊าซที่เข้ามา ซึ่งอาจเลือกใช้ค่าพื้นที่พีค (Peak Area) หรือความสูงของพีค (Peak Height) เป็นค่าในการวัดปริมาณของสารได้ ค่าความไวของเครื่องวัดสัญญาณแบบ ทีซีดี แปรตามค่าความนำความร้อนของก๊าซนำพา โดยก๊าซที่มีมวลโมเลกุลต่ำจะมีค่าความนำความร้อนสูง ก๊าซไฮโดรเจนกับก๊าซฮีเลียมจึงเหมาะกับคุณสมบัตินี้ แต่ก๊าซไฮโดรเจนมีความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมีมาก อีกทั้งยังเป็นสารเริ่มต้นในปฏิกิริยาที่ทำการวิจัย ดังนั้นก๊าซฮีเลียมจึงถูกเลือกเพื่อนำมาใช้เป็นก๊าซนำพาในการวิเคราะห์สำหรับงานวิจัยนี้

เครื่องวัดสัญญาณแบบ ทีซีดี จะประกอบด้วยอุปกรณ์ คาธารอมิเตอร์ (Katharometer or Thermal Conductivity Cell) ซึ่งทำหน้าที่ตรวจวัด โดยอาศัยการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิลาเมนต์ (Filament) ซึ่งเป็นขดลวดขนาดเล็ก ที่ถูกทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า หรือใช้เป็นอุปกรณ์เทอร์มิสเตอร์ (Thermistor) ที่มีความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิที่ก๊าซนำพาไหลผ่าน และอุปกรณ์ดังกล่าว ได้นำมาต่อเป็นวงจรทางไฟฟ้าแบบวงจรวีทสโตนบริดจ์ (Wheatstone Bridge) เพื่อสามารถปรับค่าแรงดันไฟฟ้าให้วงจรสมดุลอยู่ตลอดเวลา ขนาดของสัญญาณตอบสนองจึงขึ้นกับค่าความนำความร้อนของไอสารที่สัมผัสกับดีเทคเตอร์ และเมื่อก๊าซตัวอย่างมีค่าความนำความร้อนมากกว่าของก๊าซนำพาบริสุทธิ์ จะได้พีคลักษณะเป็นโพซิทีฟพีค (Positive Peak) คือเป็นโค้งที่มีความสูงมากกว่าเส้นหลัก (Base Line) ส่วนในกรณีที่ก๊าซตัวอย่างมีค่าความนำความร้อนต่ำกว่าของก๊าซนำพา จะทำให้เกิดเป็นเนกาทีฟพีค (Negative Peak) คือเป็นเส้นโค้งที่มีความสูงต่ำกว่าเส้นหลัก

เครื่องวัดสัญญาณแบบ ที่ซีดี สามารถวิเคราะห์สารประกอบต่างๆ ได้หลายชนิด เช่น

- กรดไขมัน เช่น Protionic acid, Acrylic acid เป็นต้น
- ก๊าซอนินทรีย์ เช่น N_2 , CO_2 , CO , H_2 , O_2 เป็นต้น
- สารไฮโดรคาร์บอน เช่น Petroleum benzene, Xylene isomers เป็นต้น
- สารประกอบฮาโลเจน เช่น Freon-11, Freon-12 เป็นต้น
- สารประกอบออกซิเจน เช่น Esters, Ethanol, Ketones
- สารประกอบไนโตรเจน เช่น Toloene-Diisocyanate
- ก๊าซอนินทรีย์และสารต่างๆ ที่มีในเลือด เช่น O_2 , N_2 , CO , CO_2 , N_2O , Ethanol เป็นต้น

2. ชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ประกอบด้วยเครื่องมือต่างๆ ดังนี้

2.1. อุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีขับ

แสดงรายละเอียดไว้ในรูปที่ 3.10 ประกอบด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร โดยมีตัวรองรับในที่นี้ คือ อลูมินา ที่ทราบน้ำหนักแน่นอนใส่ไว้ใน ปิดปากขวดด้วยจุกยางที่มีท่อแก้วเสียบไว้ตอนบน 2 ท่อ โดยทั้ง 2 ท่อ ต่อเข้ากับเครื่องไมโครทิวปั๊ม (Micro Tube Pump) โดยที่ท่อหนึ่งต่อเข้ากับด้านดูดอากาศของไมโครทิวปั๊ม เพื่อดูดอากาศภายในขวดรูปชมพู่และอากาศภายในรูปทรงของตัวรองรับออกจากระบบ ส่วนท่อแก้วอีกด้านหนึ่งจะต่อเข้ากับด้านเป่าอากาศเข้าของไมโครทิวปั๊ม ซึ่งที่ปลายสุดของสายยางในด้านนี้จะจุ่มอยู่ในสารละลายคอปเปอร์ในเตรทที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน โดยในขณะที่ทำการดูดอากาศออกจากระบบนั้นจะใช้ครีปหนีบสายยางในด้านเป่าอากาศเข้าของไมโครทิวปั๊ม เพื่อไม่ให้มีอากาศเข้าไปในระบบได้ และเมื่อดูดอากาศออกจากระบบจนหมด ก็จะปล่อยสารละลายคอปเปอร์ในเตรทเข้าไปทางด้านเป่าเข้าของไมโครทิวปั๊ม โดยการเอาครีปออก และสามารถควบคุมอัตราการไหลของสารละลายคอปเปอร์ในเตรทให้หยดลงบนตัวรองรับอลูมินาอย่างช้าๆ โดยการปรับ สปีด คอนโทรลเลอร์ (Speed Controller) ของไมโครทิวปั๊ม

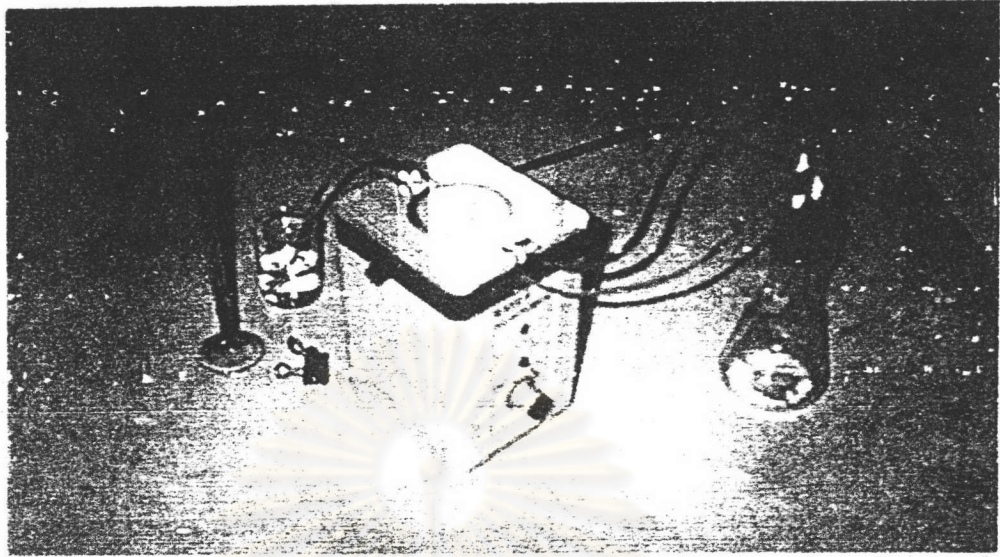
2.2. อุปกรณ์สำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)

แสดงรายละเอียดในรูปที่ 3.11 ประกอบด้วยเตาให้ความร้อนรูปทรงกระบอก ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแผ่นเหล็กสแตนเลสสตีลห่อหุ้มอิฐทนไฟ และภายในอิฐทนไฟได้ฝังขดลวดความร้อนนิกโครมเอาไว้ โดยต่อเข้ากับอุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (Transformer) และอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ เพื่อควบคุมอุณหภูมิในการเผาให้คงที่ ในส่วนของเตาให้ความร้อนจะมีช่องกลวงตรงกลางสำหรับสอดหลอดแก้วควอทซ์ซึ่งสามารถทนอุณหภูมิสูงๆ ได้ โดยภายในหลอดแก้วควอทซ์ จะมีภาชนะสำหรับบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการเผาอยู่ และที่ปลายด้านหนึ่งของหลอดแก้วควอทซ์ จะเป็นทางเข้าของอากาศที่ใช้ในกระบวนการเผา ส่วนปลายอีกด้านหนึ่งจะต่อกับอุปกรณ์วัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ เพื่อวัดอัตราการไหลของอากาศที่ออกจากเตาให้ความร้อน

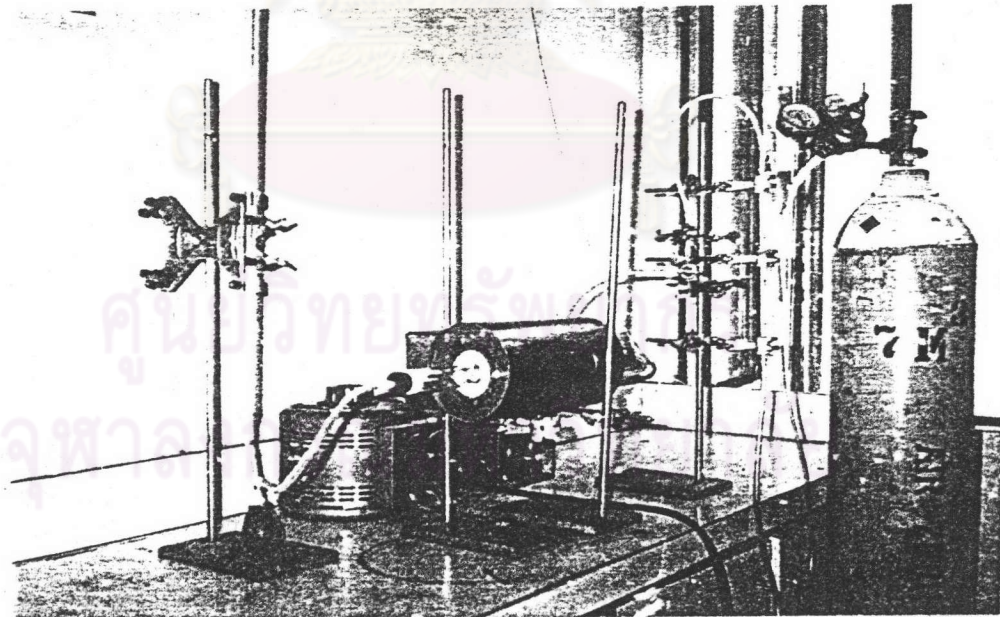
2.3. อุปกรณ์วัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

แสดงรายละเอียดในรูปที่ 3.12 เป็นหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตรที่ความสูงต่างๆ ปลายบนเปิดสู่บรรยากาศ ส่วนปลายล่างต่อเข้ากับปลายบนด้านหนึ่งของหลอดแก้วรูปตัว Y ด้วยสายยาง และปลายบนอีกด้านหนึ่งจะต่อเข้ากับสายยางเพื่อเป็นทางเข้าของก๊าซที่ต้องการวัดอัตราการไหล ส่วนปลายล่างของหลอดแก้วรูปตัว Y ต่อเข้ากับลูกยางซึ่งภายในบรรจุน้ำสบู่ไว้เมื่อต้องการวัดอัตราการไหลของก๊าซจะกระทำโดยการบีบลูกยาง เพื่อให้เกิดฟองสบู่และเข้าไปในหลอดแก้ว เกิดเป็นฟิล์ม (Film) ของฟองสบู่ เมื่อก๊าซไหลเข้ามาในหลอดแก้วจะพาฟิล์มนี้ขึ้นไปด้วย ดังนั้นเมื่อจับเวลาที่ฟิล์มไหลผ่านปริมาตรที่กำหนด จะสามารถคำนวณหาอัตราการไหลของก๊าซได้

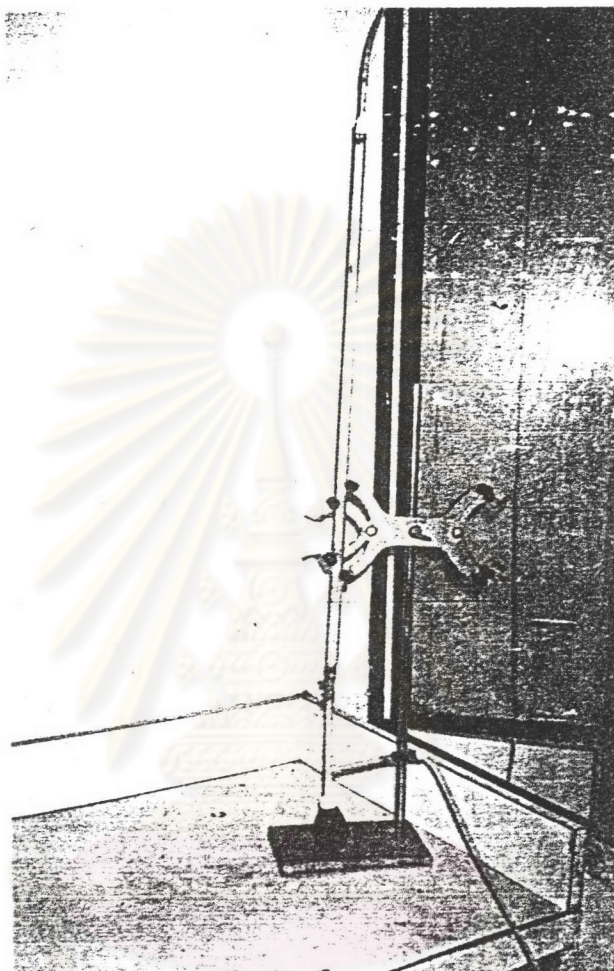
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.10
ชุดอุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีซบ



รูปที่ 3.11
ชุดอุปกรณ์สำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
รูปที่ 3.12
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
อุปกรณ์วัดดัชนีการหักเหแบบฟองก็ซ

3. วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา

ตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดลองเป็นคอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา โดยตัวรองรับที่ใช้ศึกษาเป็นตัวรองรับชนิดแกมมา-อลูมินา ซึ่งซื้อจากบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์ มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็ก แข็งสีขาว มีสมบัติต่างๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1 นำมาเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการชุบชนิดแห้ง (Dry Impregnation) โดยการนำตัวรองรับมาผ่านตะแกรงเมชเพื่อคัดขนาดตามที่กำหนด ซึ่งขนาดส่วนใหญ่ของตัวรองรับได้แก่ 80/100, 60/80 และ 40/60 เมช สำหรับขนาดของตัวรองรับที่ใหญ่กว่านี้ทำได้โดยการนำไปอัดเป็นเม็ด แล้วบดให้มีขนาดเล็กลง นำไปคัดขนาดด้วยตะแกรงเมช ก็จะได้ขนาดตามต้องการ และนำสารละลายคอปเปอร์ในเตรทมาซับบนตัวรองรับให้มีปริมาณคอปเปอร์เท่ากับ 8%, 10% และ 12% โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.1

แสดงสมบัติต่างๆ ของตัวรองรับที่ใช้ในการทดลอง (42)



สมบัติต่างๆ	อลูมินา
สารส่วนประกอบอื่น (%)	
Cl	<0.005
SO ₄	<0.1
Ca	<0.05
Cd	<0.005
Co	<0.005
Cu	<0.005
Fe	<0.01
Ni	<0.005
Pb	<0.005
Zn	<0.005
ปริมาตรภายในรูพรุน (cm ³ /g)	0.58
พื้นที่ผิว (m ² /g)	190
Remark	γ-Al ₂ O ₃

ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ประกอบด้วยขั้นตอนต่างๆ ข้างใต้นี้ โดยกรณีตัวอย่างการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ 10% ของคอปเปอร์ออกไซด์บนตัวรองรับ โดยน้ำหนัก

1. ชั่งน้ำหนักตัวรองรับอลูมินาตามที่กำหนด
2. ใส่ตัวรองรับอลูมินาลงในขวดรูปชมพู่
3. ติดตั้งเครื่องมือคั่งในรูปที่ 3.1
4. เปิดเครื่องไมโครทิวบ์ เพื่อดูดอากาศออกจากขวดรูปชมพู่และอากาศที่อยู่ภายในรูพรุนของตัวรองรับออก เพื่อให้สารละลายคอปเปอร์ในเตรทเข้าไปในรูพรุนได้หมด พร้อมกับใช้คริปหนีบสายทางด้านปัมเข้า เพื่อไม่ให้สารละลายคอปเปอร์ในเตรทและอากาศจากภายนอกเข้าไปในระบบ
5. ปรับ สปีด คอนโทรลเลอร์ ของเครื่องไมโครทิวบ์ พร้อมกับเอาคริปที่หนีบสายทางด้านปัมเข้าออก เพื่อให้สารละลายคอปเปอร์ในเตรทหยดลงบนตัวรองรับอย่างช้าๆ พร้อมทั้งเขย่าขวดไปด้วยจนกระทั่งหยดสารละลายคอปเปอร์ในเตรทหมด โดยปริมาณของคอปเปอร์ในเตรทที่ใช้ จะพอดีกับปริมาณภายในรูพรุนของอลูมินาในขวดรูปชมพู่ ซึ่งได้คำนวณเพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ 10% ของคอปเปอร์บนตัวรองรับ ได้มีการแสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายให้ดูความเข้มข้นที่ถูกต้องไว้แล้วในภาคผนวก ก
6. ทิ้งไว้ประมาณ 6 ชั่วโมง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พร้อมกับผ่านอากาศด้วยอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนรูปของคอปเปอร์ไปเป็นคอปเปอร์ออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา ตามต้องการ และพร้อมที่จะนำไปใช้ในปฏิกิริยาได้ทันที สำหรับเครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูงแสดงไว้ในรูปที่ 3.11

วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้เป็นการศึกษาปฏิกิริยาของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจน โดยการหาสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา และพลังงานกระตุ้น จึงจำเป็นต้องทำการทดลองในสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนที่มีผลต่อการทดลองออกไป ถ้าความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนดังกล่าวยังมีผลต่อผลการทดลอง จะทำให้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา และพลังงานกระตุ้น ที่ได้มีความผิดพลาดเกิดขึ้น

1. ขั้นตอนการทดลอง

สำหรับการทดลองในงานวิจัยนี้ สามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนใหญ่ๆ คือ

1.1. การหาอัตราการไหลของสารตั้งต้น เพื่อให้เกิดสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อน ที่เกิดขึ้นระหว่างบรรยากาศของของไหลกับผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา และจากอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่ได้ จะนำไปกำหนดอัตราการไหลของสารตั้งต้น สำหรับการทดลองในขั้นตอนต่อไป

1.2. การหาขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ทำให้เกิดสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อน ที่เกิดขึ้นจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ไหลผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา และจากขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ จะนำไปกำหนดขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการทดลองในขั้นตอนต่อไป

1.3. จากผลการทดลองในขั้นตอนที่ 1 และ 2 สามารถนำไปกำหนดเงื่อนไขของการทดลองสำหรับการหาค่าคงที่สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา เพื่อนำมาสร้างสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ และจากผลการทดลองในขั้นตอนนี้ ยังสามารถนำไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาหาค่าพลังงานกระตุ้น และเพื่อเป็นข้อมูลในการเลือกเงื่อนไขสำหรับการออกแบบเตาปฏิกรณ์เคมีต่อไป

2. วิธีการทดลอง

2.1. วิธีการทดลองเพื่อเกิดปฏิกิริยาระหว่างไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจน

1. เปิดเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี โดยให้มีอัตราการไหลของฮีเลียมเท่ากับ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่อุณหภูมิ 34 องศาเซลเซียส และมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านดีเทคเตอร์ 125 มิลลิแอมแปร์ ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 ชั่วโมง จนเครื่องมือมีสถานะคงที่
2. เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา ด้วยวิธีการซับน้ำแข็ง
3. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ มาชั่งน้ำหนักที่ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 0.1 กรัม
4. ตรวจสอบความเรียบร้อยของเครื่องมือทดลอง โดยเฉพาะตำแหน่งข้อต่อต่างๆ เพื่อป้องกันการเกิดรอยรั่วในระบบ โดยใช้น้ำสบู่ทาตามบริเวณข้อต่อของระบบ เพื่อป้องกันการอุบัติเหตุจากไฮโดรเจนที่มีในระบบ และอันตรายที่อาจเกิดขึ้นจากก๊าซไนโตรเจนออกไซด์
5. เปิดสวิตซ์ไฟฟ้าของอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่เตาปฏิกรณ์เคมี และอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์เคมี
6. เปิดวาล์วของฮีเลียมเพื่อไล่อากาศที่อาจจะมีอยู่ในระบบออกไป เป็นเวลา 15 นาที พร้อมทั้งตั้งอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์เคมีตามที่กำหนด
7. เปิดวาล์วของไนโตรเจนออกไซด์และไฮโดรเจนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาในเตาปฏิกรณ์เคมี
8. ปรับอัตราการไหลของไนโตรเจนออกไซด์ ไฮโดรเจน และฮีเลียม ตามที่กำหนด โดยการใช้วาล์วแบบเข็มและอ่านค่าจากมานอมิเตอร์ และอัตราการไหลรวมของก๊าซสามารถวัดได้โดยการใช้เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ
9. ทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที จนกระทั่งปฏิกิริยาเกิดที่สถานะสมดุล
10. คึงตัวอย่างก๊าซที่ได้จากปฏิกิริยาไปวิเคราะห์ ประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยใช้เข็มฉีดยาก๊าซตัวอย่าง และนำไปฉีดเข้ากับเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี ที่เปิดไว้ตั้งแต่ตอนแรก
11. นำโครมาโตแกรมที่ได้จากเครื่องบันทึกผลที่ต่อกับเครื่องโครมาโตกราฟี ไปทำการวิเคราะห์ผล

2.2. วิธีการทดลองเพื่อหาแอกติวิตีของตัวเร่งปฏิกิริยากอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา ที่มีปริมาณคอปเปอร์ออกไซด์ต่างกัน

สำหรับการทดลองนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อัตราส่วนของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจนของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1 : 1 โดยโมล
2. ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาด 60/80 เมช
3. น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดลอง ดังนี้

1. เปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 8%, 10% และ 12% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา
2. เปลี่ยนอุณหภูมิ คือ 200, 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งได้แสดงขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 ผลที่ได้เป็นพื้นที่ที่พิด และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ได้ สำหรับวิธีการคำนวณได้แสดงไว้ในภาคผนวก ง สำหรับการทดลองมีขั้นตอน ดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
2. นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
3. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส
4. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1, 2 และ 3 โดยเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 8% และ 12% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา
5. จากข้อ 3 และ 4 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์กับอุณหภูมิ เปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดข้างต้น

2.3. วิธีการทดลองเพื่อหาอัตราการไหลของสารตั้งต้น ในสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนระหว่างบรรยากาศของของไหลกับผิวค้ำนอนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา

สำหรับการทดลองนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 300 องศาเซลเซียส
2. อัตราส่วนของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจนของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1 : 1 โดยโมล
3. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา ขนาด 60/80 เมช

มีการเปลี่ยนแปลงสภาวะและเงื่อนไขของการทดลอง ดังนี้

1. เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ประมาณ 0.1 กรัม และ 0.2 กรัม
2. เปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของสารตั้งต้น ระหว่าง 60 ถึง 360 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สำหรับการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม และช่วงระหว่าง 180 ถึง 600 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สำหรับการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.2 กรัม โดยเพิ่มค่าครั้งละประมาณ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

จากสภาวะและเงื่อนไขที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 ผลที่ได้เป็นรูปโครมาโตแกรม และแสดงตัวอย่างในภาคผนวก ข วัดค่าเป็นพื้นที่พีค และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ได้ โดยใช้วิธีการคำนวณที่แสดงไว้ในภาคผนวก ง หรือกราฟมาตรฐานในภาคผนวก จ สำหรับขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น และตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม และอัตราการไหลของสารตั้งต้นประมาณ 60 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
2. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 โดยเปลี่ยนอัตราการไหลของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้นครั้งละประมาณ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที จนถึงที่ประมาณ 360 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

3. นำผลการทดลองจากข้อ 1 และ 2 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งได้แสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
4. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 0.2 กรัม และอัตราการไหลของสารตั้งต้นระหว่าง 180 ถึง 600 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
5. จากข้อ 3 และ 4 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์กับตัวประกอบเวลา ซึ่งจะได้เส้นโค้ง 2 เส้น จากการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีน้ำหนักต่างกัน 2 ค่า ซึ่งอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่ต่ำที่สุดที่ทำให้เส้นโค้งทั้ง 2 เส้นทับกัน เป็นอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่เริ่มเกิดสภาวะที่ขจัดผลการถ่ายเทมวลและความร้อนระหว่างบรรยากาศของของไหลกับผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.4. วิธีการทดลองเพื่อหาขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ทำให้เกิดสภาวะขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนจากสารตั้งต้นและเฝ้าผลิตผลผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 300 องศาเซลเซียส
2. อัตราส่วนของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจนของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1 : 1 โดยโมล
3. อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.3.
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา น้ำหนักประมาณ 0.1 กรัม

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดลอง ดังนี้

1. เปลี่ยนแปลงขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 80/100, 60/80, 40/60, 30/40 และ 20/30 เมช

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 ผลที่ได้จากการทดลองจะเป็นพื้นที่พิก และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์และอัตราการเกิดปฏิกิริยา ตามวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง โดยการทดลองในขั้นตอนนี้มีดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาด 80/100 เมช
2. นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
3. สัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์จากข้อ 2 นำมาคำนวณหาอัตราการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
4. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นขนาด 60/80, 40/60, 30/40 และ 20/30 เมช ตามลำดับ
5. จากข้อ 3 และ 4 นำมาสร้างกราฟระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยากับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจะได้เส้นโค้งที่มีส่วนปลายด้านหนึ่งเป็นเส้นตรงขนานกับแกนขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เส้นโค้งเริ่มตรงและขนานกับแกนขนาดตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่โตที่สุด ที่เกิดสภาวะขจัดผลการถ่ายเทมวลและความร้อนจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

2.5. วิธีการทดลองเพื่อศึกษาปฏิกิริยาในกรณีที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อัตราส่วนของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจนของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1 : 1 โดยโมล
2. อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.3

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดลอง ดังนี้

1. เปลี่ยนอุณหภูมิ คือ 200, 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 ผลที่ได้เป็นพื้นที่ที่พิก และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์และอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ สำหรับวิธีการคำนวณได้แสดงไว้ในภาคผนวก ค สำหรับการทดลองมีขั้นตอนดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
2. นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
3. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
4. จากข้อ 2 และ 3 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์กับอุณหภูมิ และระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยากับอุณหภูมิ

2.6. วิธีการทดลองเพื่อหาอายุการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดลอง

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อัตราส่วนของไนโตรเจนออกไซด์กับไฮโดรเจนของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1 : 1 โดยโมล
2. อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.3
3. ขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.4
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา น้ำหนักประมาณ 0.1 กรัม
5. อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 300 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 ผลที่ได้เป็นพื้นที่พิก และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ได้ ตามวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง สำหรับการทดลองมีขั้นตอนดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
2. นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง
3. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเก็บก๊าซตัวอย่างทุกๆ 20 นาที เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

4. จากข้อ 2 และ 3 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ที่เวลาต่างๆ ได้

2.7. วิธีการทดลองหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารตั้งต้น

การทดลองเพื่อหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารตั้งต้น แบ่งได้เป็น 2 ส่วน คือ

1. หาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไนโตรเจนออกไซด์ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา (α) ซึ่งมีค่าคงที่ ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิของปฏิกิริยา
2. หาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไฮโดรเจนในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา (β) ซึ่งมีค่าคงที่ ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิของปฏิกิริยาเช่นกัน

และการทดลองจะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

1. อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.3
2. ตัวเร่งปฏิกิริยา 10% คอปเปอร์ออกไซด์บนอลูมินา ขนาดตามผลที่ได้จากหัวข้อ 2.4
3. น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม

มีการเปลี่ยนแปลงสภาวะและเงื่อนไขของการทดลอง ดังนี้

1. เปลี่ยนแปลงสัดส่วนของไนโตรเจนออกไซด์ในสารตั้งต้น คือ 0.032%, 0.052%, 0.069%, 0.088% และ 0.115% ของไนโตรเจนออกไซด์โดยปริมาตร สำหรับหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไนโตรเจนออกไซด์ (α) และเปลี่ยนเป็น 0.100%, 0.118%, 0.135%, 0.160% และ 0.180% ของไนโตรเจนออกไซด์โดยปริมาตร สำหรับการทดลองหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไฮโดรเจน (β)
2. เปลี่ยนอุณหภูมิ คือ 200, 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 2.1 และในภาคผนวก ข สำหรับการทดลองมีขั้นตอนดังนี้

1. ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 2.1 โดยใช้สภาวะกำหนดข้างต้น โดยมีอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่ 200 องศาเซลเซียส และสัดส่วนของไนโตรเจนออกไซด์ในสารตั้งต้นเป็น 0.032% โดยปริมาตร
2. นำผลการทดลองจากข้อ 1 คำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์ ซึ่งได้แสดงวิธีการคำนวณไว้ในภาคผนวก ง
3. สัดส่วนการเปลี่ยนรูปของไนโตรเจนออกไซด์จากข้อ 2 นำมาคำนวณหาอัตราการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งได้แสดงวิธีการคำนวณไว้ในภาคผนวก ง
4. ทำการทดลองซ้ำข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนสัดส่วนของไนโตรเจนออกไซด์ในสารตั้งต้นเป็น 0.052%, 0.069%, 0.088% และ 0.115% โดยปริมาตร
5. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 4 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของการทดลองเป็น 250, 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส
6. จากข้อ 4 และ 5 สร้างกราฟระหว่างลอการิทึมของอัตราการเกิดปฏิกิริยากับ ลอการิทึมของความเข้มข้นไนโตรเจนออกไซด์ ได้เส้นตรงซึ่งมีความชันเป็นอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นไนโตรเจนออกไซด์ (α) ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา
7. ทำการทดลองซ้ำข้อ 1 ถึง 5 โดยเปลี่ยนสัดส่วนของไนโตรเจนออกไซด์ในสารตั้งต้นเป็น 0.100%, 0.118%, 0.135%, 0.160% และ 0.180% โดยปริมาตร
8. จากผลการทดลองในข้อ 7 คำนวณผลต่างระหว่างลอการิทึมของอัตราการเกิดปฏิกิริยากับผลคูณของอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไนโตรเจนออกไซด์กับลอการิทึมของความเข้มข้นไนโตรเจนออกไซด์ ผลต่างดังกล่าวนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์กับลอการิทึมของความเข้มข้นของไฮโดรเจน ได้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงซึ่งมีความชันเป็นอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของไฮโดรเจน (β) ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา