

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาระบบไฮบริด โดยเตรียมจากปฏิกิริยาระหว่าง ซีโอไลต์ Y ที่มีแคตไอออนเป็นไฮโดรเจน (HY) และไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ ซึ่งจะนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้มาทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาออกโซของโอลีน โดยมีการดำเนินการเตรียมและทดสอบดังต่อไปนี้

1. การเตรียมซีโอไลต์ Y ที่มีแคตไอออนเป็นไฮโดรเจน
2. การสังเคราะห์สารประกอบไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล
3. การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล และซีโอไลต์ HY
4. การทดสอบความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

ในการทดลองทุกขั้นตอนกระทำภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนแห้ง โดยอาศัยเทคนิคแบบ Schlenk และใช้ glove bag

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทำงานวิจัยนี้ใช้ Analar grade จากบริษัท Fluka และบริษัท J.T. Baker สารประกอบโลหะอินทรีย์และซีโอไลต์ Y ที่มีแคตไอออนเป็นแอมโมเนียมจากบริษัท Aldrich โลหะโซเดียมได้จากบริษัท Ajax พรอทได้จากบริษัท Degussa น้ำกลั่นที่ใช้ในการทดลองเป็นน้ำกลั่นที่ปราศจากไอออน (deionized water) แก๊สที่ใช้ในการทดลองทั้งหมดเป็นของบริษัท ไทยอินดัสเตรียลแก๊ส ที่ทำให้แห้งด้วย Molecular Sieve 4A ก่อนใช้

ตัวทำละลายที่ใช้ต้องกำจัดความชื้น และออกซิเจนก่อนใช้ สำหรับเทตระไฮโดรฟูราน (tetrahydrofuran) นอร์มอลเพนเทน (n-pentane) และนอร์มอลเฮกเซน (n-hexane) นำไปผสมกับผงลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ (LiAlH_4) แล้วรีฟลักซ์อย่างน้อย 3 ชั่วโมงก่อนนำไปใช้ สำหรับไดคลอโรมีเทน (dichloromethane) โทลูอิน (toluene) และ 1-เฮกซีน (1-hexene) นำไปแช่แข็งด้วยไนโตรเจนเหลว คูดอากาศออกแล้วละลาย ทำแบบนี้จนครบ 3 ครั้ง จากนั้นถ่ายลงในภาชนะที่บรรจุ Molecular Sieve 4A ที่ปราศจากความชื้นและอากาศ

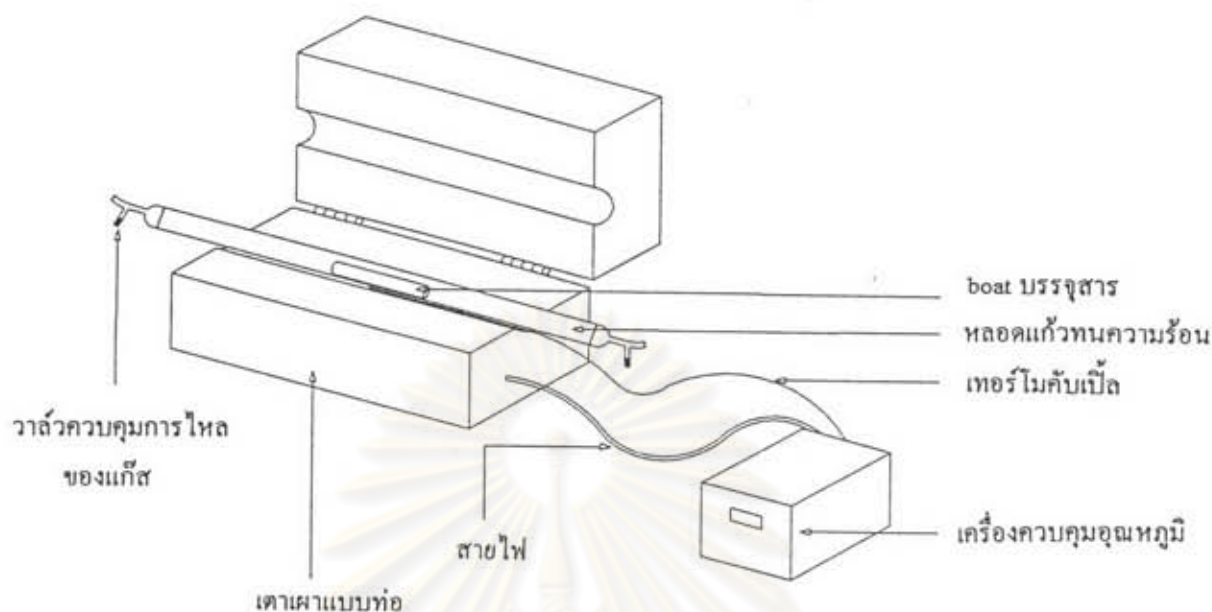
น้ำที่ใช้ในการทดลองนี้ ใช้ น้ำที่ปราศจากไอออนและอากาศ โดยกำจัดอากาศในน้ำที่ปราศจากไอออนด้วยวิธีแช่แข็ง คูดอากาศออก แล้วทำให้ละลาย จนครบ 3 ครั้งก่อนเติมแก๊สไนโตรเจนในภาชนะที่บรรจุ

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีอินฟราเรด Perkin-Elmer รุ่น 781
2. เครื่องเอ็นเอ็มอาร์สเปกโทรสโกปีอินฟราเรด Bruker รุ่น AC-F 200
3. เครื่อง GC-MS ยี่ห้อ Fisons Instrument โดยใช้ GC รุ่น 8000 series และ MS รุ่น VGTRIO 2000
4. เครื่องเอกซเรย์ พาวเวอร์ ดิฟแฟรกชันยี่ห้อ Philips
5. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟียี่ห้อ Shimudzu รุ่น GC9A
6. เตาเผาแบบท่อ (tube furnace)
7. เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก
8. เครื่องควบคุมอุณหภูมิยี่ห้อ Shinko รุ่น PC-600
9. เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบลูกบอล

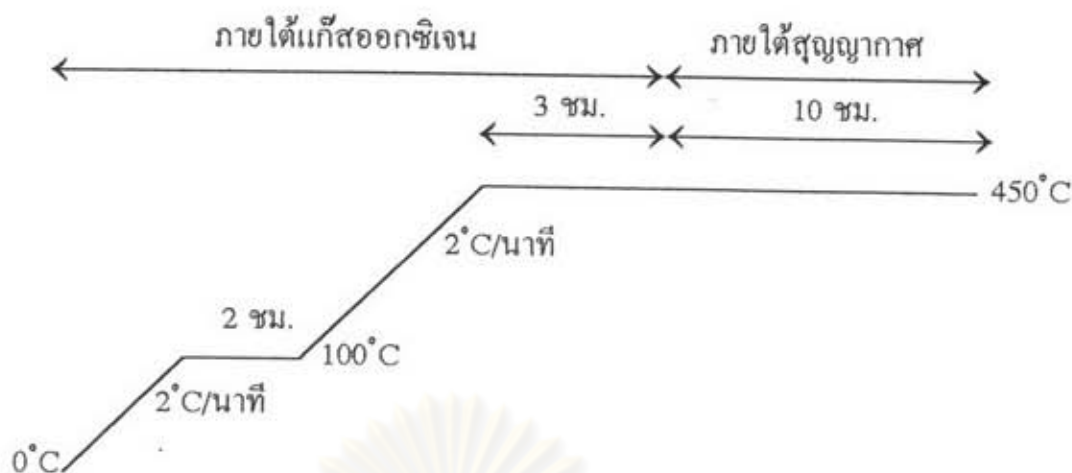
3.3 การเตรียมซีโอไลต์ Y ที่มีแคตไอออนเป็นไฮโดรเจน (HY)

นำซีโอไลต์ที่มีแคตไอออนเป็นแอมโมเนียม (NH_4Y) มาเผา ซึ่งมีส่วนประกอบดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบของเตาเผาแบบท่อสำหรับการเตรียมซีโอไลต์ HY จากซีโอไลต์ NH_4Y

โดยบรรจุซีโอไลต์ NH_4Y ใน boat แล้วใส่ในหลอดแก้วทนความร้อน ปิดฝาที่มีวาล์วควบคุมการไหลของแก๊ส จากนั้นวางในเตาเผาแบบท่อ ซึ่งต่ออยู่กับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ โดยโปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้แสดงดังในรูปที่ 3.2 ซึ่งเริ่มต้นที่ 0°C (เนื่องจากเป็นเงื่อนไขของเครื่องควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ ถ้าไม่เริ่มต้นที่ 0°C จะมีผลให้อุณหภูมิไม่เป็นไปตามที่ต้องการ) เพิ่มอุณหภูมิเป็น 100°C ด้วยอัตราเร็ว $2^\circ\text{C}/\text{นาที}$ จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดน้ำในโครงสร้างซีโอไลต์บางส่วนออกไป และเพื่อป้องกันโครงสร้างของซีโอไลต์เปลี่ยนแปลง อันเนื่องมาจากการเพิ่มอุณหภูมิไปที่อุณหภูมิ 450°C ทันที ซึ่งในช่วงแรกของการเผากระทำภายใต้บรรยากาศออกซิเจนเพื่อกำจัดแก๊สแอมโมเนียและสารอินทรีย์ที่อาจปนเปื้อนอยู่ในซีโอไลต์ ในช่วงหลังของการเผากระทำภายใต้สุญญากาศเพื่อกำจัดความชื้นและแก๊สต่าง ๆ ที่หลงเหลืออยู่ในซีโอไลต์



รูปที่ 3.2 แสดงโปรแกรมอุณหภูมิสำหรับการเผาซีโอไลต์ NH_4Y

เมื่อเผาซีโอไลต์จนสิ้นสุดโปรแกรมที่ตั้งไว้แล้ว ทำให้เย็นภายใต้สุญญากาศ แล้วเติมแก๊สไนโตรเจนที่แห้งจนเต็มท่อแก้วที่มีซีโอไลต์อยู่ ปิดวาล์วทั้งสองด้าน แล้วนำท่อแก้วเข้าไปใน glove bag ที่มีแก๊สไนโตรเจนอยู่ แล้วนำซีโอไลต์ HY ที่ปราศจากน้ำไปเก็บไว้ใน Schlenk flask เพื่อป้องกันการดูดความชื้นกลับเข้าไปในซีโอไลต์ HY ตรวจสอบซีโอไลต์ HY ที่ได้โดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ซึ่งเตรียมสารสำหรับทดสอบภายใน glove bag และเทคนิคเอกซเรย์ฟลาวออโรกราฟฟีเพื่อตรวจสอบโครงสร้างของซีโอไลต์ HY

3.4 การสังเคราะห์สารประกอบไตรเมทิลทินแมนกานีสเพนตะคาร์บอนิล

3.4.1 การเตรียม 1% โซเดียมอะมัลกัม

เนื่องจากโซเดียมทำปฏิกิริยากับความชื้นได้เร็วมาก จึงต้องทำการทดลองนี้ใน glove bag ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน ตัดโลหะโซเดียมเป็นชิ้นเล็ก ๆ ขนาดประมาณเท่าหัวไม้ขีดไฟ จากนั้นชั่งชิ้นโลหะโซเดียมมา 2 กรัม ล้างน้ำมันพาราฟินที่เคลือบผิวโลหะโซเดียมอยู่ด้วยนอร์มอลเฮกเซน แล้วซับด้วยกระดาษทิชชู จากนั้นใส่ลงในปรอท 198 กรัม ที่ละชั้น โดยขณะใส่ชิ้นโซเดียม จะต้องมีการกวนตลอดเวลา เพื่อให้โซเดียม และปรอท ทำปฏิกิริยากันกลายเป็น 1% โซเดียมอะมัลกัม จำนวน 200 กรัม

3.4.2 การสังเคราะห์สารประกอบไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล

การทดลองทุกขั้นตอนสำหรับการเตรียม $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ ทำภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้เทคนิคแบบ Schlenk หรือใช้ glove bag และใช้วิธีการสังเคราะห์ของ R. E. J. Bichler และคณะ⁽³⁵⁾ ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยปฏิกิริยา 2 ขั้นตอน ดังสมการที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ



นำเทตระไฮโดรฟูราน 75 มิลลิลิตรที่กำจัดความชื้นแล้ว ใส่ใน Schlenk flask ขนาด 250 มิลลิลิตร เติม $\text{Mn}_2(\text{CO})_{10}$ 5.8 กรัม ซึ่งชั่งใน glove bag และ 1% โซเดียมอะมัลกัม 200 กรัม ลงไปใน Schlenk flask ดังกล่าว กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 1.30 ชั่วโมง จะได้สารละลายสีเขียวเข้ม ตั้งทิ้งไว้สักครู่ เพื่อให้ปรอทแยกชั้นออกมา โดยปรอทจะอยู่ชั้นล่าง จากนั้นจึงแยกเอาสารละลายออกจากปรอท โดยค่อย ๆ เทสารละลายใส่ Schlenk flask ขนาด 250 มิลลิลิตร อีกใบหนึ่ง เมื่อแยกปรอทออกจากสารละลายแล้ว เติม Me_3SnCl 6 กรัมในสารละลายที่ได้ กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ข้ามคืน จะได้ตะกอนสีเขียว แยกเทตระไฮโดรฟูรานออกจากตะกอนโดยใช้เทคนิคการกลั่นแบบสุญญากาศ เติมเพนเทนที่กำจัดความชื้นแล้ว 50 มิลลิลิตร และสารละลายโพแทสเซียมฟลูออไรด์เข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก 25 มิลลิลิตร ลงไปในส่วนที่เป็นของแข็ง แล้วคนเป็นเวลา 10 นาที ตั้งทิ้งไว้สักครู่ เพื่อให้เกิดการแยกชั้น โดยชั้นบนเป็นเพนเทน ชั้นล่างเป็นน้ำ ซึ่งในชั้นน้ำจะมีโซเดียมคลอไรด์, เทตระไฮโดรฟูรานที่เหลืออยู่เล็กน้อย และตะกอนของไตรเมทิลทินฟลูออไรด์ จากนั้นแยกชั้นเพนเทนออกจากชั้นน้ำ นำชั้นเพนเทนมาใส่ Molecular Sieve 4A เพื่อดูดความชื้นที่อาจปนมาจากชั้นน้ำ แล้วเขย่า จากนั้นกรอง Molecular Sieve 4A ออกโดยใช้ fritted funnel แล้วนำสารละลายที่ได้มาทำการตกตะกอน โดยแช่ในอ่างน้ำแข็งแห้ง-อะซิโตน จะได้ตะกอนของ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ จากนั้นแยกเอาเพนเทนออกจากตะกอน $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ โดยการกลั่นแบบสุญญากาศ ทำให้ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ บริสุทธิ์โดยการกลั่น

แบบสุญญากาศ เก็บ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ ที่อุณหภูมิ 50°C แบ่งผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบที่ %yield จุดหลอมเหลว เทคนิคอินฟราเรด และ $^1\text{H-NMR}$ สเปกโทรสโกปี ซึ่งการเตรียมสารสำหรับการตรวจสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรด $^1\text{H-NMR}$ สเปกโทรสโกปี และการวัดจุดหลอมเหลวกระทำใน glove bag เก็บ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ ส่วนที่เหลือใน Schlenk flask ที่บรรจุไนโตรเจน

3.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล และซีโอไลต์ HY

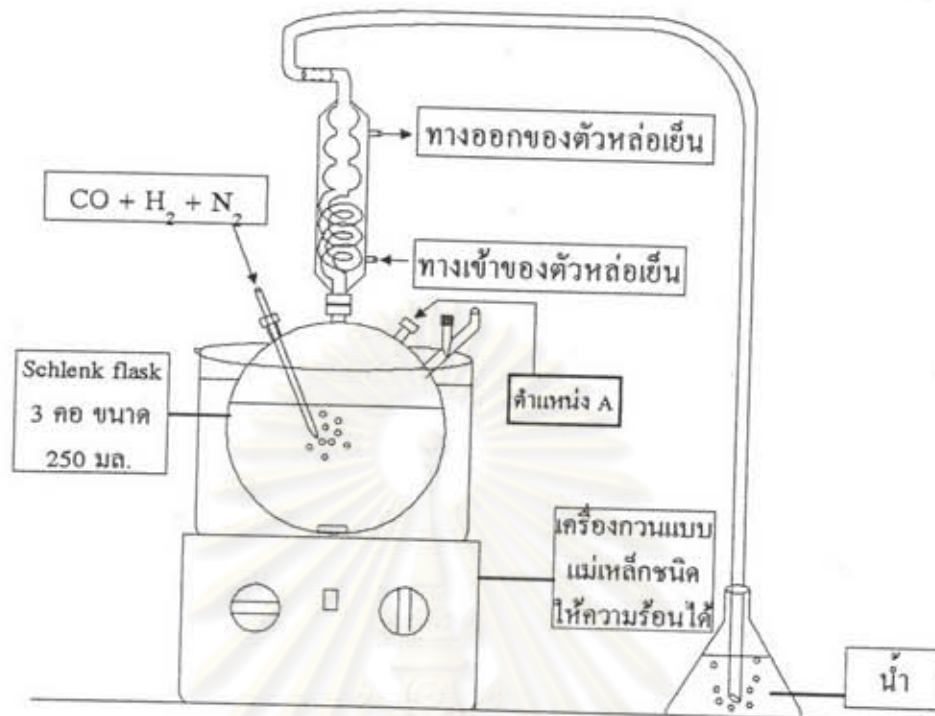
ขั้นตอนการทดลองนี้ เป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาภายในซีโอไลต์ Y โดยการนำ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ เข้าไปในโพรงของซีโอไลต์ โดยวิธีที่เรียกว่า Anchoring ดังสมการที่ 1.4 ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียม คือ นอร์มอลเฮกเซนที่นำมากำจัดความชื้นออกโดยใช้วิธีในข้อ 3.1

นอร์มอลเฮกเซนที่กำจัดความชื้นแล้วมา 100 มิลลิลิตร ใส่ใน Schlenk flask ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมซีโอไลต์ HY 1 กรัม และ $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ 0.2443 กรัม (1 โมเลกุล $\text{Me}_3\text{SnMn}(\text{CO})_5$ ต่อ 1 โพรงของซีโอไลต์ HY) ซึ่งชั่งใน glove bag ลงไปใน Schlenk flask ดังกล่าว จากนั้นกวนภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 12 ชั่วโมง นำมากรองภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ล้างตะกอนด้วยนอร์มอลเฮกเซน ตะกอนที่ได้คืออินทราซีโอไลต์ไตรเมทิลทินแมงกานีสเพนตะคาร์บอนิล ซึ่งทำให้แห้งโดยใช้สุญญากาศลดเอานอร์มอลเฮกเซนที่เหลือเล็กน้อยออกให้หมด เก็บผลิตภัณฑ์ที่ได้ใน Schlenk flask ที่บรรจุแก๊สไนโตรเจน จากนั้นตรวจสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยเตรียมสารสำหรับตรวจสอบใน glove bag

3.6 การทดสอบความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

3.6.1 ปฏิกิริยาออกไซของ 1-เฮกซีน

เครื่องมือที่ใช้ทดสอบความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาออกไซของ 1-เฮกซีน แสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แสดงเครื่องมือที่ใช้ทดสอบความสามารถของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาออกโซของ 1-เฮกซีน

ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จากข้อ 3.5 จำนวน 0.36 กรัม (ใช้อัตราส่วนอะตอมแมงกานีส:1-เฮกซีน = 0.21:100) โดยชั่งใน glove bag แล้วใส่ลงใน Schlenk flask ขนาด 250 มิลลิลิตรที่มีโทลูอิน 72 มิลลิลิตร จากนั้นต่อภาชนะนี้กับคอนเดนเซอร์ที่หล่อเย็นด้วยน้ำแข็งผสมน้ำเย็น (อุณหภูมิประมาณ 4°C) ผ่านแก๊สไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหล 10 มิลลิลิตร/นาที เข้าสู่ภาชนะดังกล่าว ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ให้อยู่ในรูปสารประกอบไฮโดรด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่แท้จริงสำหรับปฏิกิริยาออกโซของโอลีฟิน

จากนั้นทำให้เย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง แล้วเติม 1-เฮกซีน 8 มิลลิลิตร จากนั้นผ่านแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ด้วยอัตราการไหล 10 มิลลิลิตร/นาที และแก๊สไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหลตามที่ต้องการคือ 10, 30 และ 60 มิลลิลิตร/นาที เพื่อให้ได้อัตราส่วนของ

อัตราการใช้ $\text{CO}:\text{H}_2$ เท่ากับ 1:1, 1:3 และ 1:6 ตามลำดับ แล้วใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นตัวเพิ่มความดันโดยมีอัตราการใช้เท่ากับ 30, 30 และ 0 มิลลิลิตร/นาทีตามลำดับ ซึ่งมีอัตราการใช้รวมเท่ากับ 50, 70 และ 70 มิลลิลิตร/นาทีตามลำดับ กวนของผสมที่ได้ด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก ที่อุณหภูมิตามที่ต้องการคือ 30 และ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยมีการดูดของเหลวผ่าน septum (ตำแหน่ง A) ทุก 2 ชั่วโมง เพื่อนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้คอลัมน์ 2 ชนิดคือ Carbowax 20M และ DC 200 เพื่อตรวจสอบหาผลิตภัณฑ์ที่มีหัวและไม่มีหัวตามลำดับ โดยมีสถานะของเครื่องเหมือนกัน ยกเว้นอุณหภูมิของคอลัมน์เท่านั้นที่ต่างกัน ดังมีรายละเอียดดังนี้

3.6.1.1 คอลัมน์ Carbowax 20M

- ดีเทกเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทกเตอร์ (Flame Ionization Detector, FID)
- แก๊สพา คือ แก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการใช้ 40 มิลลิลิตร/นาที
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของกระดาด เท่ากับ 7 มิลลิเมตร/นาที
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 0.50 ไมโครลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ (injector) เท่ากับ 220°C
- อุณหภูมิของดีเทกเตอร์ เท่ากับ 220°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ เท่ากับ 200°C คงที่ตลอดการทดลอง

3.6.1.2 คอลัมน์ DC 200

- ดีเทกเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทกเตอร์
- แก๊สพา คือ แก๊สไนโตรเจน ที่มีอัตราการใช้ 40 มิลลิลิตร/นาที
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของกระดาด เท่ากับ 7 มิลลิเมตร/นาที
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 0.50 ไมโครลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ เท่ากับ 220°C

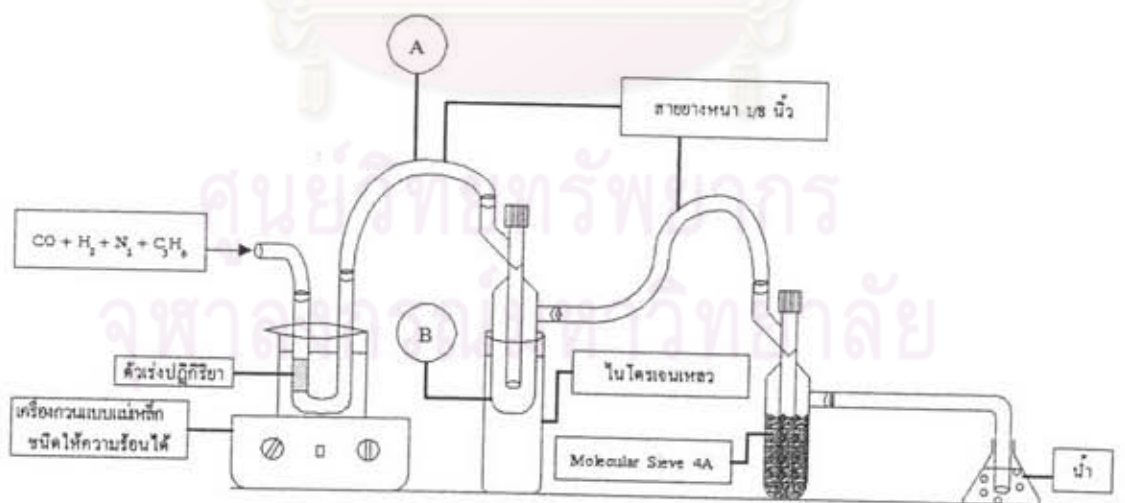
- อุณหภูมิของดีเทคเตอร์ เท่ากับ 220°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แสดงโปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ DC 200 สำหรับตรวจสอบผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาออกโซของ 1-เฮกซีน

3.6.2 ปฏิกิริยาออกโซของโพรพิลีน

เครื่องมือที่ใช้ทดสอบความสามารถของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาออกโซของโพรพิลีน แสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่องมือที่ใช้ทดสอบความสามารถของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาออกโซของโพรพิลีน

นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้หนัก 0.91 กรัมมาบรรจุในหลอดแก้วรูปตัวยู โดยทำใน glove bag จะได้ความสูงประมาณ 5 เซนติเมตร ผ่านแก๊สไฮโดรเจนเข้าไปใน หลอดที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาคด้วยอัตราการไหล 10 มิลลิลิตร/นาที่ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่ อุณหภูมิ 100°C เพื่อเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ให้อยู่ในรูปสารประกอบไฮโดรด์ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่แท้จริงสำหรับปฏิกิริยาออกซิของโอสีฟีน

จากนั้นทำให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วผ่านแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ด้วยอัตราการไหล 10 มิลลิลิตร/นาที่ ผ่านแก๊สไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหล 30 มิลลิลิตร/นาที่ เพื่อได้ให้อัตราส่วนของอัตราการไหล CO:H_2 เท่ากับ 1:3 ผ่านแก๊สไนโตรเจน และ แก๊สโพพิลีนด้วยอัตราการไหล 30 และ 15 มิลลิลิตร/นาที่ตามลำดับ โดยทำปฏิกิริยาที่ อุณหภูมิ 30, 80, 100 และ 120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการเก็บตัวอย่าง 2 ส่วนคือ ส่วนที่เป็นแก๊สหลังผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา (ตำแหน่ง A) และส่วนที่ควบแน่นที่อุณหภูมิ -196°C (ตำแหน่ง B) นำตัวอย่างทั้งสองไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้คอลัมน์ 2 ชนิดคือ Carbowax 20M และ DC 200 สำหรับส่วนที่ควบแน่น จะนำมาละลายใน CH_2Cl_2 2 มิลลิลิตร ก่อนนำไปวิเคราะห์ สภาวะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีมีรายละเอียด ดังนี้

3.6.2.1 การวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่เป็นแก๊ส

3.6.2.1.1 คอลัมน์ Carbowax 20M

- คีเทคเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน คีเทคเตอร์
- แก๊สพา คือ แก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 25 มิลลิลิตร/นาที่
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนกระดาษ เท่ากับ 10 มิลลิเมตร/นาที่
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 1.00 มิลลิลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ เท่ากับ 100°C
- อุณหภูมิของคีเทคเตอร์ เท่ากับ 100°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ เท่ากับ 25°C คงที่ตลอดการทดลอง

3.6.2.1.2 คอลัมน์ DC 200

- คีเทกเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน คีเทกเตอร์
- แก๊สพา คือแก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 25 มิลลิลิตร/นาที
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของกระดาศ เท่ากับ 10 มิลลิเมตร/นาที
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 1.00 มิลลิลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของคีเทกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ ดังแสดงในรูปที่ 3.6



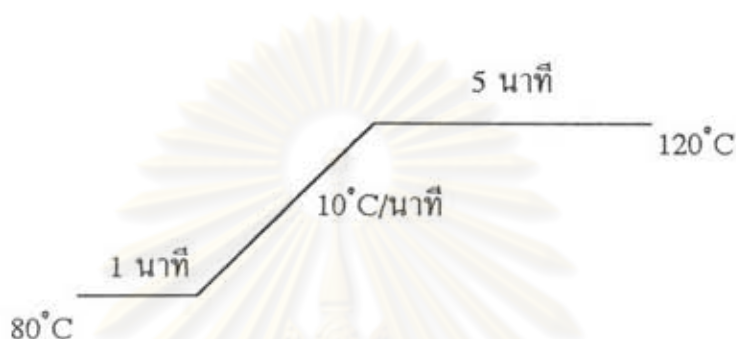
รูปที่ 3.6 แสดงโปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ DC 200 สำหรับตรวจสอบแก๊สจากปฏิกิริยาออกซิของโพรพิลีน

3.6.2.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างส่วนที่ควบแน่น

3.6.2.2.1 คอลัมน์ Carbowax 20M

- คีเทกเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน คีเทกเตอร์
- แก๊สพา คือแก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 40 มิลลิลิตร/นาที

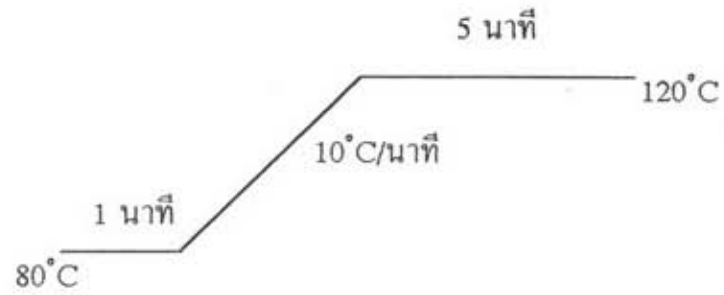
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของกระดาศ เท่ากับ 10 มิลลิเมตร/นาที
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 0.50 ไมโครลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของดีเทกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงโปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ Carbowax 20M สำหรับตรวจสอบของเหลว จากปฏิกิริยาออกโซของโพรพิลีน

3.6.2.2.2 คอลัมน์ DC 200

- ดีเทกเตอร์ คือ เฟลมไอออไนเซชัน ดีเทกเตอร์
- แก๊สพา คือ แก๊สไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 25 มิลลิตร/นาที
- สภาพไว เท่ากับ 10^3
- อัตราเร็วในการเคลื่อนที่ของกระดาศ เท่ากับ 10 มิลลิเมตร/นาที
- ปริมาตรสารที่ใช้ฉีด เท่ากับ 0.50 ไมโครลิตร
- อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของดีเทกเตอร์ เท่ากับ 150°C
- อุณหภูมิของคอลัมน์ ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 แสดงโปรแกรมอุณหภูมิของคอลัมน์ DC 200 สำหรับตรวจสอบของเหลวจาก
ปฏิกิริยาออกโซของโพรพิลีน



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย