



บทที่ 3

การทดลอง

3.1 เครื่องมือทดลอง

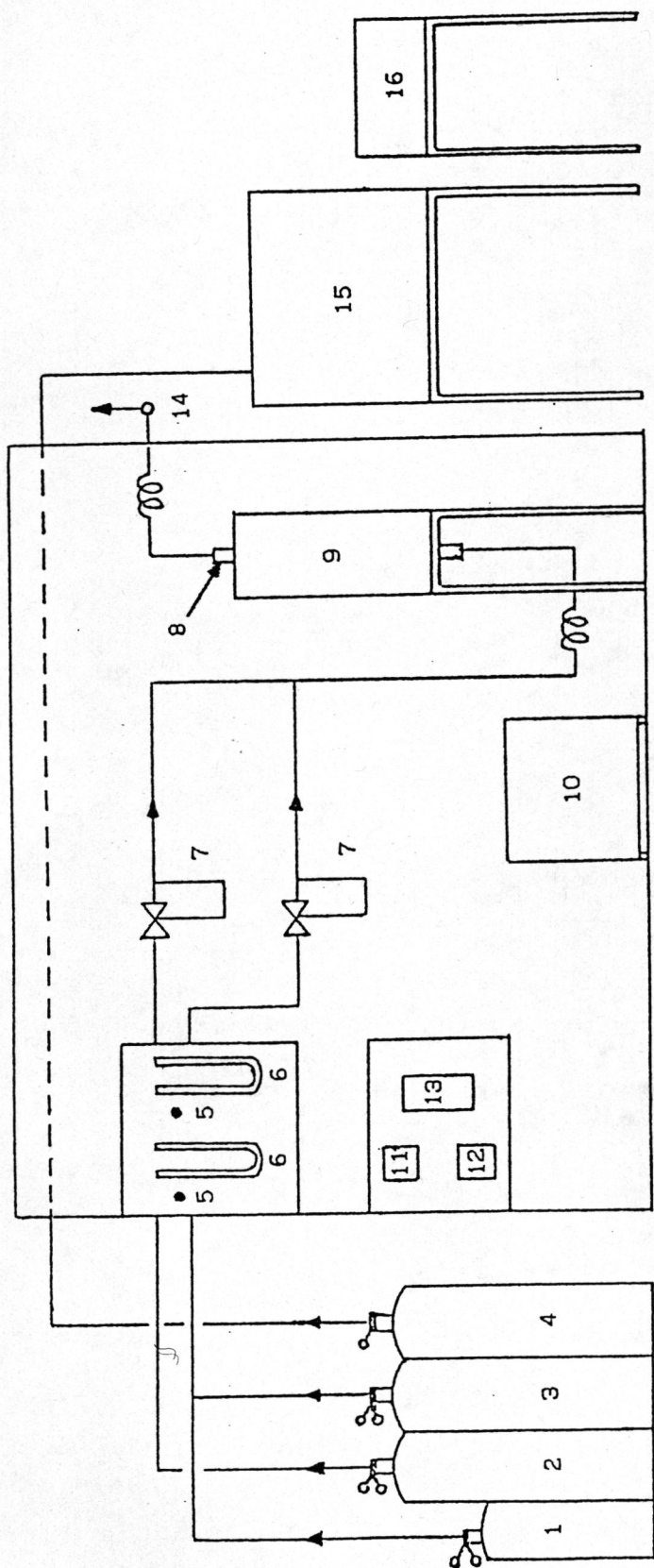
3.1.1 ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

รูปที่ 3.1 และ 3.2 แสดงองค์ประกอบในรายละเอียดของชุดเครื่องมือทดลอง ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์ที่สำคัญต่าง ๆ แต่ละส่วน โดยแสดงภาพจริงได้ในรูปที่ 3.3 ถึง 3.9 สำหรับอุปกรณ์แต่ละส่วน โดยสามารถแบ่งพิจารณาออกได้เป็น 2 ส่วนใหญ่ ๆ ดังนี้

1 ส่วนที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยา

ส่วนนี้ทำหน้าที่ปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์ และมีเทนในปริมาณที่ต้องการ ให้ผสมกัน โดยมีการควบคุมการไหลของก๊าซให้คงที่ก่อนเข้าไปทำปฏิกิริยากันในเตาปฏิกรณ์เคมี ซึ่งมีการให้ความร้อนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา และมีการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ตามที่ต้องการอีกด้วย ซึ่งจะประกอบด้วยอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังนี้

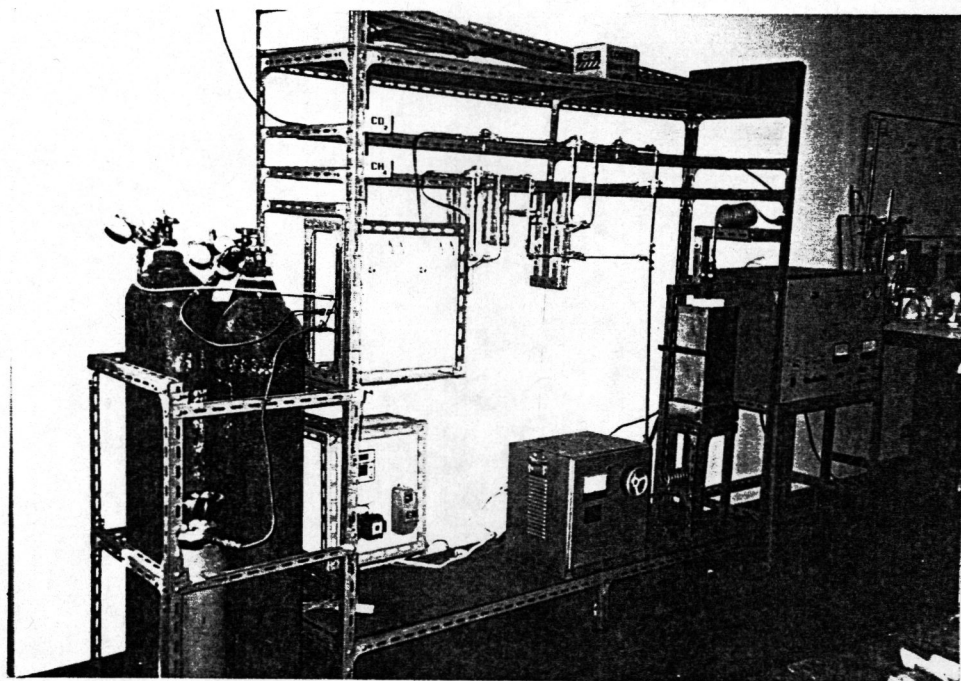
1 ถังก๊าซมีเทนและคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งระบุด้วยหมายเลข 1 และ 2 ตามลำดับในรูปที่ 3.1 และในรูปที่ 3.3 ภายในถัง บรรจุก๊าซที่ใช้ทำปฏิกิริยาแต่ละชนิด โดยถังแต่ละใบจะติดตั้งอุปกรณ์เรกกูเลเตอร์ (Regulator) ที่มีมาตรวัดความดัน 2 ตัว โดยที่ตัวหนึ่งทำหน้าที่วัดความดันของก๊าซภายในถัง และอีกตัวหนึ่งทำหน้าที่วัดความดันของก๊าซที่ไหล ออกจากถังก๊าซ มีหน่วยเป็นความดันเกจ



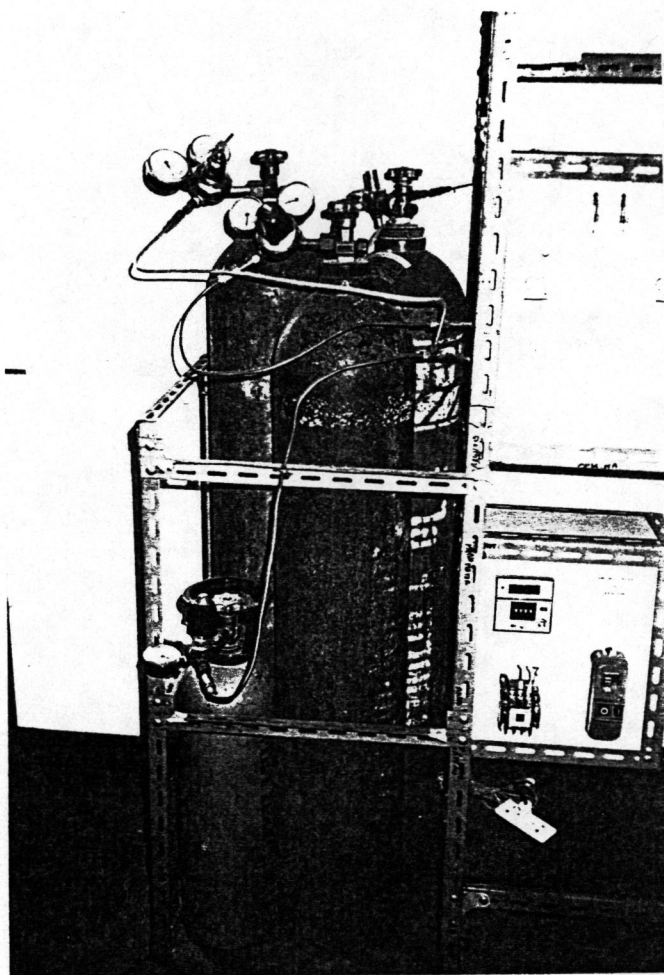
รูปที่ 3.1

ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

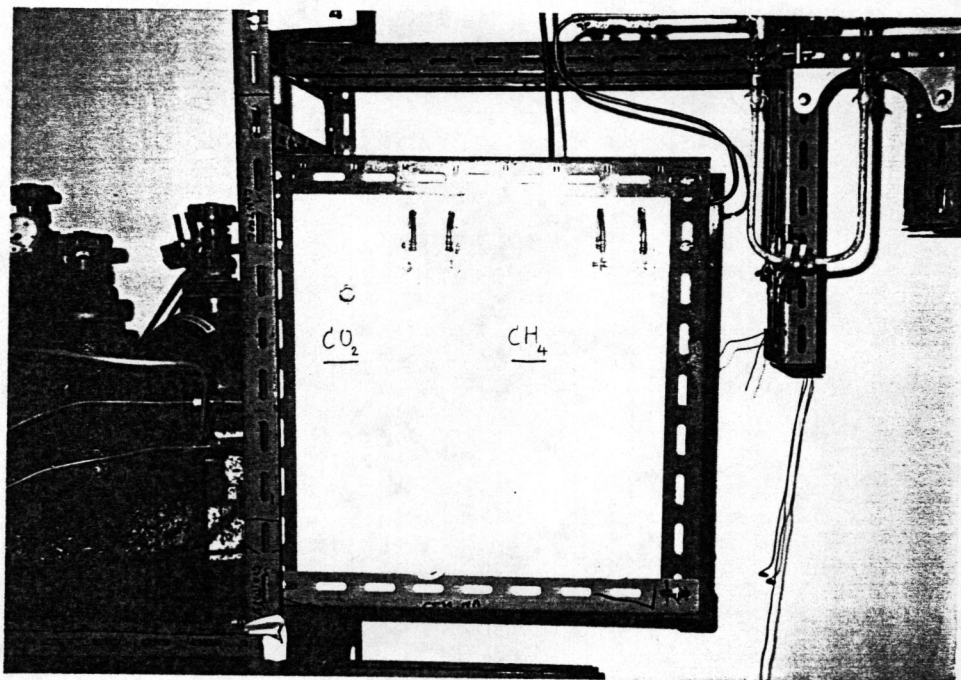
- | | | | |
|--------------------------------|---------------------------|----------------------------|-------------------|
| 1 ถังก๊าซมีเทน | 2 ถังก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ | 3 ถังก๊าซไฮโดรเจน | 4 ถังก๊าซอาร์กอน |
| 5 วาวล์แบบเริ่ม | 6 มานอมิเตอร์ | 7 หลอดบรรจุซิลิกาเจล | 8 เตาปฏิกรณ์เคมี |
| 9 อุปกรณ์ให้ความร้อน | 10 อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า | 11 เทอร์โมสแตท | 12 แมกเนติกคอนแทค |
| 13 สวิตช์ไฟฟ้ากำลังสูง | 14 จุดตั้งก๊าซตัวอย่าง | 15 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี | |
| 16 เครื่องบันทึกผลการวิเคราะห์ | | | |



รูปที่ 3.2
ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

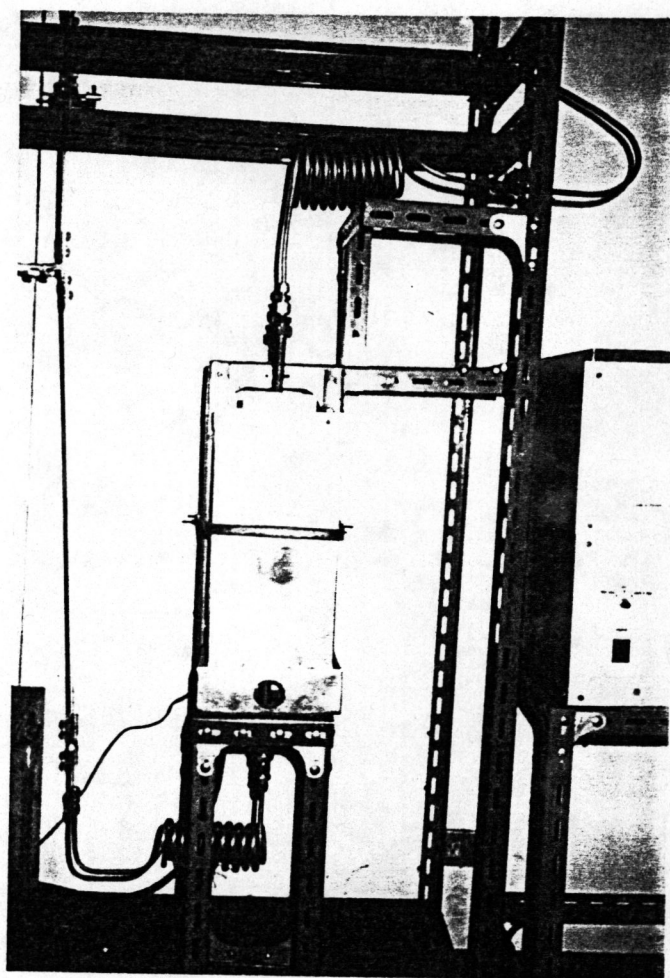


รูปที่ 3.3
ระบบถังก๊าซที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.4

ชุดวัดและควบคุมอัตราการไหลของก๊าซ



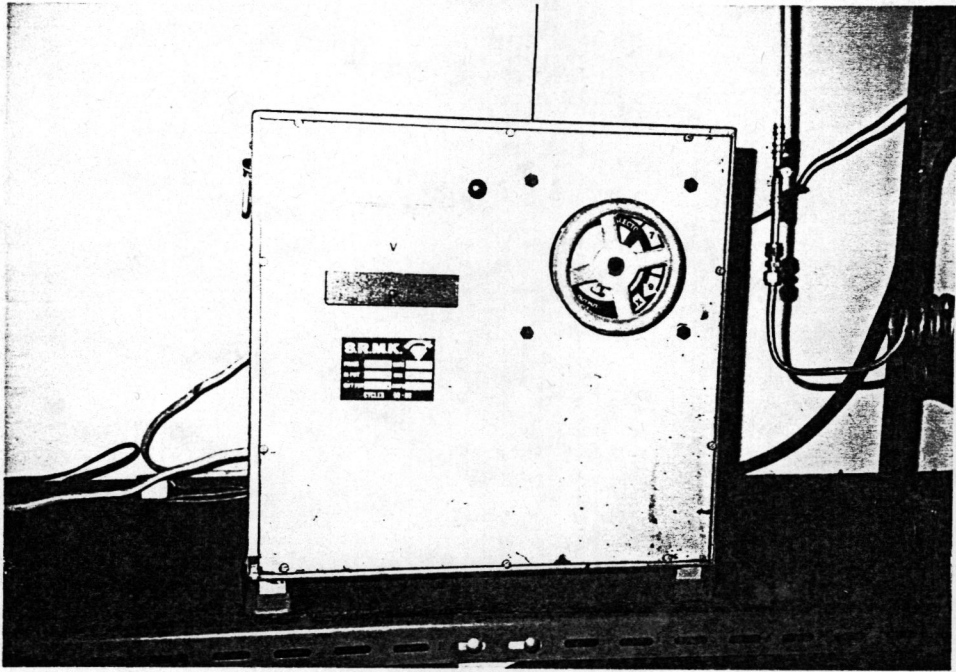
รูปที่ 3.5

เตาปฏิกรณ์เคมีและอุปกรณ์ให้ความร้อน

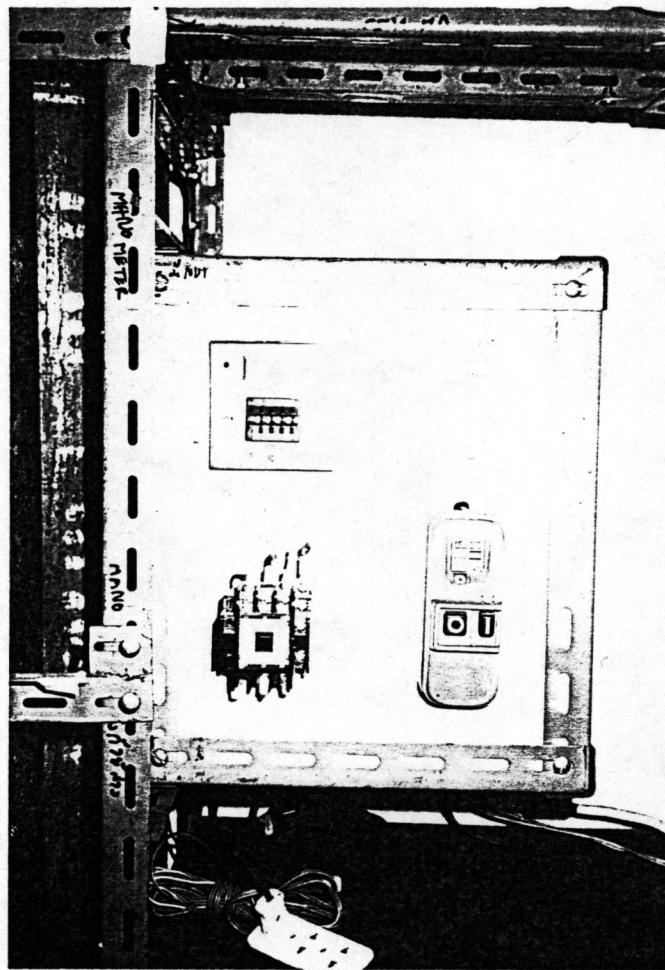
2 ชุดวัดและความคุมอัตราการไหลของก๊าซ ซึ่งประกอบด้วยวาล์วแบบเข็ม (Needle Valve) ตามที่ระบุด้วยหมายเลข 5 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.4 เพื่อเป็นอุปกรณ์ควบคุมปริมาณการไหลของก๊าซที่ใช้ทำปฏิกิริยาและหลอดมานอมิเตอร์ (Manometer) 2 อัน เพื่อวัดอัตราการไหลของก๊าซแต่ละชนิด ซึ่งระบุไว้ด้วยหมายเลข 6 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.4 และก๊าซแต่ละชนิดไหลผ่านหลอดแก้วโค้งที่บรรจุซิลิกาเจล (Silica gel) เพื่อเป็นสารดูดความชื้นที่ปนอยู่ในก๊าซที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา โดยระบุด้วยหมายเลข 7 ในรูปที่ 3.1

3 เตาปฏิกรณ์เคมี ซึ่งระบุด้วยหมายเลข 8 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.5 เป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา มีโครงสร้างเป็นท่อกลางสแตนเลสสตีลยาว 70 เซนติเมตร มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 1.2 เซนติเมตร ภายในบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล/แกมมา-อลูมินา โดยมีตะแกรงสแตนเลสสตีลเป็นอุปกรณ์รองรับตัวเร่งปฏิกิริยา และเตาปฏิกรณ์เคมีได้สอดผ่าน อุปกรณ์ให้ความร้อน (Heater) โดยได้ระบุด้วยหมายเลข 9 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.5 โดยเตาให้ความร้อนมีโครงสร้างเป็นแผ่นเหล็กสแตนเลสสตีลห่อหุ้มอิฐทนไฟ และภายในอิฐทนไฟได้ฝังขดลวดความร้อนนิกโครมที่สามารถทนอุณหภูมิสูงถึง 1200 องศาเซลเซียส โดยต่อเข้ากับอุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (Transformer) ที่ระบุด้วยหมายเลข 10 ในรูปที่ 3.1 และ 3.6 เพื่อปรับแรงดันไฟฟ้าให้ได้ตามขนาดที่ต้องการจากแหล่งจ่ายไฟ 220 โวลท์ และกระแสที่ใช้ประมาณ 15 แอมแปร์ มีการควบคุมอุณหภูมิโดยวัดอุณหภูมิด้วยอุปกรณ์เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) ที่ติดตั้งอยู่ภายในเตาให้ความร้อน และส่งสัญญาณไฟฟ้าไปแสดงผลที่ตัวอ่านอุณหภูมิ (Temperature Reader) ซึ่งมีอุปกรณ์เทอร์โมสแตท (Thermostat) ติดตั้งอยู่ด้วย โดยระบุด้วยหมายเลข 11 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.7 มีอุปกรณ์แมกเนติกคอนแทคเตอร์ (Magnetic Contactor) ควบคู่กัน โดยได้ระบุด้วยหมายเลข 12 เพื่อใช้ควบคุมอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์เคมีให้ได้สม่ำเสมอตามต้องการ และสำหรับกระแสไฟฟ้าจากภายนอกจะผ่านสวิทช์ไฟฟ้ากำลังสูงก่อนจ่ายให้แก่อุปกรณ์ให้ความร้อน โดยระบุไว้ด้วยหมายเลข 13 ในรูปที่ 3.1 และในรูปที่ 3.7

4 จุดดึงก๊าซตัวอย่าง ระบุด้วยหมายเลข 14 ในรูปที่ 3.1 ซึ่งเป็นข้อต่อชนิด 3 ทางเพื่อให้ก๊าซที่เกิดจากปฏิกิริยาสามารถไหลออกจากระบบเพื่อปล่อยทิ้งได้ และมีทางหนึ่งที่ปิดปลายทางออกด้วยจุกยาง ซึ่งสามารถใช้เข็มฉีดก๊าซตัวอย่างแทงทะลุ และเก็บก๊าซตัวอย่างไปวิเคราะห์ต่อไปได้



รูปที่ 3.6
อุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า (Transformer)



รูปที่ 3.7
อุปกรณ์อ่านอุณหภูมิ เทอร์โมสแตท แมกเนติกคอนแทคเตอร์ และสวิตช์ไฟฟ้ากำลังสูง

2 ส่วนวิเคราะห์ข้อมูลจากการทดลอง

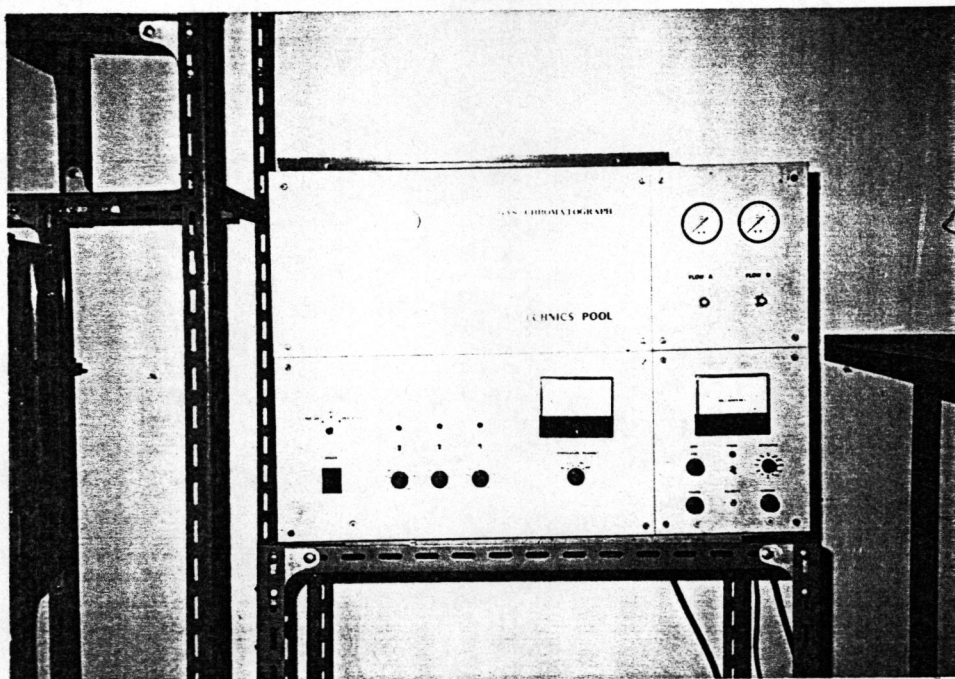
ส่วนนี้ทำหน้าที่วิเคราะห์ปริมาณของก๊าซผสมแต่ละชนิด ที่รวมกันอยู่ในก๊าซตัวอย่างที่ได้จากปฏิกิริยา โดยเรียกเทคนิคการวิเคราะห์นี้ว่า วิธีการก๊าซโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography) ประกอบด้วย 2 ส่วนหลักที่สำคัญ คือ ส่วนที่วิเคราะห์ผลการทดลองโดยใช้เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีแบบ ทิศิตี (Thermal Conductivity Detector) ซึ่งเป็นเครื่องที่ประกอบขึ้นเพื่อใช้ในห้องปฏิบัติการ และได้แสดงไว้ด้วยหมายเลข 15 ในรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.8 และอีกส่วนหนึ่ง คือเครื่องบันทึกและวิเคราะห์ผลการทดลอง (Recorder) ตามที่ระบุด้วยหมายเลข 16 และรูปที่ 3.9 ซึ่งสามารถแสดงเป็นพีค (Peak) ของสารแต่ละชนิดในก๊าซที่ได้จากการทดลอง และยังสามารถคำนวณขนาดพื้นที่ใต้เส้นโค้ง (Peak Area) ได้อีกด้วย สำหรับรายละเอียดของเครื่องมือในแต่ละส่วนมีดังนี้

1 เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี แบบ ทิศิตี (TCD Chromatography) มีองค์ประกอบสำคัญที่ต้องพิจารณาแยกกัน ดังนี้

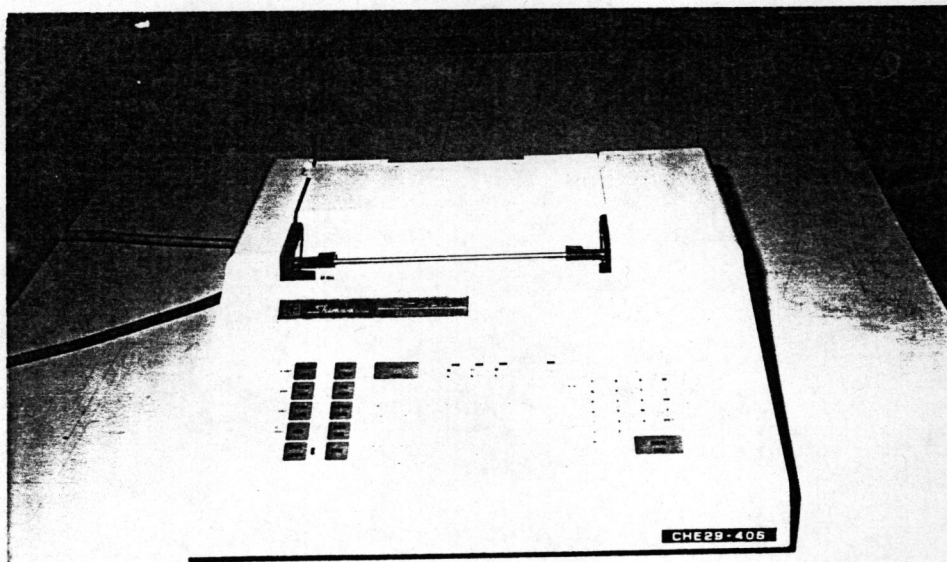
1 ก๊าซนำพา (Carrier Gas) ทำหน้าที่นำก๊าซตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ผ่านระบบของเครื่องโครมาโตกราฟีได้อย่างสม่ำเสมอ ดังนั้นการเลือกก๊าซนำพาจะต้องมีสมบัติที่เหมาะสมกับเครื่องมือที่ใช้และก๊าซตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ด้วย ดังนี้

- ต้องไม่เกิดปฏิกิริยากับก๊าซที่นำมาวิเคราะห์หรือสารที่บรรจุไว้ภายในเครื่องโครมาโตกราฟี
- ต้องมีความเหมาะสมกับชนิดของดีเทคเตอร์ (Detector)
- มีความบริสุทธิ์สูง และ มีราคาถูก

ในงานวิจัยนี้ เลือกใช้ก๊าซอาร์กอน (Argon, Ar) เป็นก๊าซนำพา เนื่องจากเป็นก๊าซที่เหมาะสมสำหรับดีเทคเตอร์ แบบ ทิศิตี (TCD) ที่ใช้ และยังมีผลดีในด้านประสิทธิภาพการแยกด้วย และสามารถใช้ได้กับก๊าซทุกชนิด ยกเว้น ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และ คลอรีน เนื่องจากก๊าซเหล่านี้มีค่าการนำความร้อนที่สูงกว่าอาร์กอน



รูปที่ 3.8
เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี



รูปที่ 3.9
เครื่องบันทึกผล (Recorder)

2 จุดฉีดก๊าซ (Injection Port) เป็นตำแหน่งที่ฉีดก๊าซที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยไซริงค์ (Syringe) โดยแทงเข็มทะลุผ่านเซพตัม (Septum) ซึ่งมีหน้าที่เป็นทางเข้าของก๊าซที่นำมาวิเคราะห์ และป้องกันไม่ให้ก๊าซไหลออกได้ ก๊าซตัวอย่างจะผ่านเข้าสู่คอลัมน์ (Column) ซึ่งอยู่ติดกับจุดฉีดก๊าซเพื่อให้ก๊าซตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปสามารถเข้าสู่คอลัมน์ได้ทันที ที่จุดฉีดก๊าซนี้มีอุปกรณ์ให้ความร้อนอยู่ด้วย เพื่อให้ก๊าซตัวอย่างที่ฉีดเข้าไปมีสภาพเป็นก๊าซที่อุณหภูมิคงที่ตลอด มักให้อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิของคอลัมน์ประมาณ 10-20 องศาเซลเซียส

3 คอลัมน์ (Column) เป็นส่วนที่ทำหน้าที่แยกก๊าซแต่ละชนิดที่มีปนกันอยู่ในก๊าซตัวอย่าง โดยแยกให้ก๊าซแต่ละชนิดไหลผ่านออกมาที่ปลายทางออกของคอลัมน์ในเวลาที่แตกต่างกัน มีโครงสร้างเป็นท่อขด โดยทั่วไปมักทำด้วยโลหะ แก้ว หรือพลาสติก ซึ่งต้องไม่ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ และในงานวิจัยนี้เลือกใช้ท่อทองแดงเป็นโครงสร้างท่อขดของคอลัมน์ เนื่องจากมีราคาถูก มีความทนทาน และติดตั้งง่าย ความยาวของท่อโดยทั่วไปอยู่ระหว่าง 3-12 ฟุต ขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ เนื่องจากความยาวของท่อมีมากจึงนิยมขดเป็นรูปตัวยู (U) หรือขดเป็นวงซ้อนกัน เพื่อให้สามารถบรรจุในพื้นที่ที่จำกัดได้ ภายในท่อขดจะบรรจุสารแยก (Stationary Phase) เพื่อทำหน้าที่แยกก๊าซแต่ละชนิดออกจากกัน ซึ่งในการทดลองนี้เลือกใช้สารพอรากแพค-คิว (Porapak-Q) เป็นสารแยก เนื่องจาก เหมาะสมกับชนิดของก๊าซที่ต้องการวิเคราะห์และยังมีสมบัติที่เหมาะสมอื่น ๆ อีก ได้แก่ มีพื้นที่ผิวมาก มีขนาดและรูปร่างสม่ำเสมอ มีความแข็งทำให้ไม่แตกง่าย และไม่ทำปฏิกิริยากับก๊าซที่นำมาวิเคราะห์ โดยปลายข้างหนึ่งของคอลัมน์จะติดกับจุดฉีดก๊าซและปลายอีกข้างหนึ่งจะต่อเข้ากับดีเทคเตอร์ (Detector) ซึ่งทำหน้าที่วัดปริมาณสารที่ถูกแยกแล้ว สำหรับในการแยกสารที่มีจุดเดือดสูง จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่คอลัมน์ เพื่อให้สารนั้นกลายเป็นไอตลอดเนื่องจากการแยกสารต้องทำในสถานะที่เป็นก๊าซ และโดยทั่วไปคอลัมน์จะต้องใส่ไว้ในกล่องที่ปิดมิดชิดทุกด้านเพื่อควบคุมให้อุณหภูมิของคอลัมน์มีค่าคงที่สม่ำเสมอ สำหรับคอลัมน์ที่หยุดใช้งานเป็นเวลานาน ๆ ต้องให้ความร้อนแก่คอลัมน์ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส นานประมาณ 3 ชั่วโมง โดยผ่านก๊าซนำพาซึ่งเป็นก๊าซเฉื่อยเพื่อเข้าไปไล่สิ่งตกค้างซึ่งมักมีจุดเดือดสูงที่เกาะอยู่บนสารแยกออกจากคอลัมน์

4 ดีเทคเตอร์ (Detector) เป็นส่วนที่ใช้วัดปริมาณของก๊าซแต่ละชนิดในก๊าซตัวอย่างซึ่งถูกแยกโดยคอลัมน์แล้ว โดยทั่วไปในการเลือกใช้ชนิดของดีเทคเตอร์ จำเป็นต้องพิจารณาถึงสมบัติหลาย ๆ ประการประกอบ เช่น มีความไวสูง มีช่วงสัญญาณตอบรับ

ที่เป็นเส้นตรงกว้าง ใช้วัดกับสารได้ทุกชนิด ราคาถูก เป็นต้น แต่ในทางปฏิบัติเป็นการยากที่จะเลือกชนิดของดีเทคเตอร์ที่มีสมบัติพร้อมตามที่กล่าวข้างต้น สำหรับดีเทคเตอร์ที่เป็นที่นิยมใช้ในปัจจุบันมี 2 แบบ คือ ทิศิตี (Thermal Conductivity Detector) และ เอฟไอดี (Flame Ionization Detector) ในการทดลองนี้จะเลือกใช้แบบทิศิตี ซึ่งใช้งานได้ดีและมีราคาถูกกว่ามาก ดังนั้นจึงเลือกกล่าวในรายละเอียดเฉพาะแบบทิศิตีเท่านั้น

ดีเทคเตอร์แบบ ทิศิตี มีหลักการทำงานคือ สารตัวอย่างที่ถูกแยกแล้วจากคอลัมน์พร้อมด้วยก๊าซนำพาจะผ่านเข้าดีเทคเตอร์ที่เป็นหลอด ซึ่งจะถูกทำให้ร้อนขึ้นด้วยกระแสไฟฟ้าปริมาณหนึ่ง เมื่อก๊าซเข้ามาสัมผัสกับหลอด จะทำให้หลอดสูญเสียความร้อนจำนวนหนึ่งให้กับก๊าซที่เข้ามา โดยดีเทคเตอร์จะทำการปรับกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับหลอดเพื่อให้มีความร้อนเท่าเดิม กระแสไฟฟ้าที่ใช้จะเป็นสัญญาณส่งไปยังอุปกรณ์บันทึกผล ซึ่งจะแสดงค่าปริมาณของก๊าซในรูปของพีค (Peak) โดยขนาดของพีคแปรผันตามปริมาณของก๊าซที่เข้ามา ซึ่งอาจเลือกใช้ค่าพื้นที่พีค (Peak Area) หรือ ความสูงของพีค (Peak Height) เป็นค่าในการวัดปริมาณของสารได้ ค่าความไวของดีเทคเตอร์แบบ ทิศิตี แปรตามค่าความนำความร้อนของก๊าซนำพา โดยก๊าซที่มีมวลโมเลกุลต่ำจะมีค่าความนำความร้อนสูง ก๊าซไฮโดรเจนและก๊าซฮีเลียมจึงเหมาะที่สุดกับสมบัตินี้ แต่ก๊าซไฮโดรเจนว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมีมาก ซึ่งเกิดอุบัติเหตุได้ง่าย ส่วนก๊าซฮีเลียมมีราคาแพง ก๊าซอาร์กอนจึงถูกเลือกเพื่อนำมาใช้เป็นก๊าซนำพาในการวิเคราะห์สำหรับงานวิจัยนี้

ดีเทคเตอร์แบบ ทิศิตี จะประกอบด้วยอุปกรณ์ คาธารอมิเตอร์ (Katharometer or Thermal Conductivity Cell) ซึ่งทำหน้าที่ตรวจวัด โดยอาศัยการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิลาเมนต์ (Filament) ซึ่งเป็นหลอดขนาดเล็ก ที่ถูกทำให้ร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า หรือใช้เป็นอุปกรณ์เทอร์มิสเตอร์ (Thermistor) ที่มีความต้านทานไฟฟ้าแปรผันกับอุณหภูมิที่ก๊าซนำพาไหลผ่าน และอุปกรณ์ดังกล่าว ได้นำมาต่อเป็นวงจรทางไฟฟ้า แบบวงจรวิทสโตนบริดจ์ (Wheatstone Bridge) เพื่อสามารถปรับค่าแรงดันไฟฟ้าให้วงจรสมดุลอยู่ตลอดเวลา ขนาดของสัญญาณตอบสนองจึงขึ้นกับค่าความนำความร้อนของไอสารที่สัมผัสกับดีเทคเตอร์ และเมื่อก๊าซตัวอย่างมีค่าความนำความร้อนมากกว่าของก๊าซนำพาบริสุทธิ์ ได้พีคลักษณะเป็นโพสิทีฟพีค (Positive Peak) คือเป็นเส้นโค้งที่มีความสูงมากกว่าเส้นหลัก (Base Line) ส่วนในกรณีที่ก๊าซตัวอย่างมีค่าความนำความร้อนต่ำกว่าของก๊าซนำพา จะทำให้เกิดเป็นเนกาทีฟพีค (Negative Peak) คือเป็นเส้นโค้งที่มีความสูงต่ำกว่าเส้นหลัก

3.1.2 ชุดเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ซึ่งประกอบด้วยเครื่องมือต่าง ๆ ดังนี้

1 เครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีซัพ

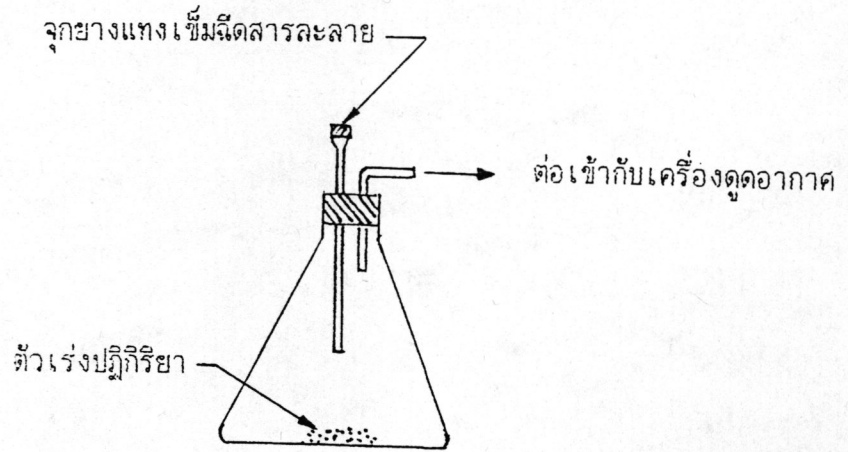
ซึ่งแสดงรายละเอียดไว้ในรูปที่ 3.10 ประกอบด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร โดยมีตัวรองรับในที่นี้คือ อลูมินา ที่ทราบน้ำหนักแน่นอนใส่ไว้ภายใน ปิดปากขวดด้วยจุกยางที่มีท่อแก้วเสียบไว้ตอนบน 2 ท่อ โดยท่อหนึ่งต่อไว้กับสายยางเพื่อเป็นทางออกของอากาศที่ถูกดูดออกด้วยเครื่องดูดสูญญากาศด้วยมือ (Handy Vacuum Pump) ที่มีมาตรวัดค่าความดันภายในระบบต่ออยู่ด้วย โดยอากาศภายในขวดรูปชมพู่และอากาศภายในรูพรุนของตัวรองรับจะถูกดูดออกจากระบบ ส่วนท่อแก้วอีกท่อหนึ่งจะถูกปิดด้วยจุกยางที่สามารถแทงทะลุได้ด้วย เข็มฉีดยาภายใน เข็มฉีดยาจะบรรจุสารละลายนิเกิลในเตรท ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้วไว้ภายใน เพื่อเติมสารละลายนิเกิลในเตรทลงในตัวรองรับภายใต้ความดันต่ำกว่าบรรยากาศ

2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)

มีรูปร่างแสดงในรูปที่ 3.11 เป็นเตาเผาอุณหภูมิสูงที่สร้างขึ้นเพื่อใช้ในห้องปฏิบัติการ มีรูปร่างเป็นเตาสี่เหลี่ยมจัตุรัสมีขดลวดความร้อนด้วยไฟฟ้าฝังอยู่ในอิฐทนไฟ บรรจุอยู่ในเตาทุกด้านและมีระบบควบคุมอุณหภูมิและอ่านค่าอุณหภูมิภายในเตาด้วยระบบไฟฟ้า

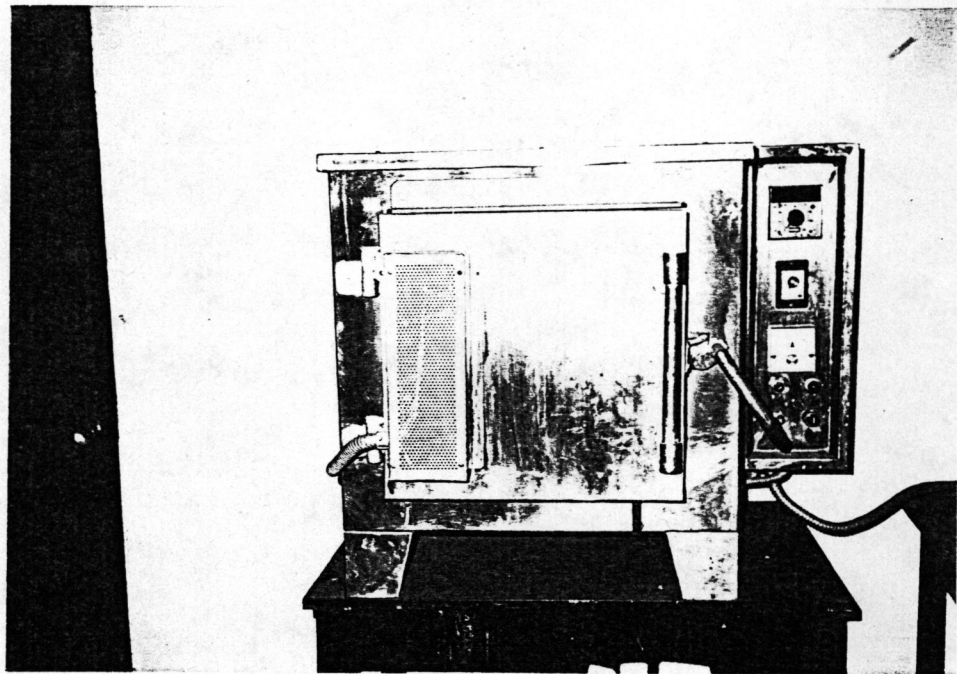
3 เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

ได้แสดงรายละเอียดในรูปที่ 3.12 เป็นหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตรที่ความสูงต่าง ๆ ปลายบนเปิดสู่บรรยากาศ ส่วนปลายล่างต่อเข้ากับปลายบนด้านหนึ่งของหลอดแก้วรูปตัว Y ด้วยสายยาง และปลายบนอีกด้านหนึ่งจะต่อเข้ากับสายยางเพื่อเป็นทางเข้าของก๊าซที่ต้องการวัดอัตราการไหล ส่วนปลายล่างของหลอดแก้วรูปตัว Y ต่อเข้ากับลูกยางซึ่งภายในบรรจุน้ำสบู่ไว้ เมื่อต้องการวัดอัตราการไหลของก๊าซจะกระทำโดยการบีบลูกยางเพื่อให้เกิดฟองสบู่และเข้าไปในหลอดแก้ว เกิดเป็นฟิล์ม (Film) ของฟองสบู่ เมื่อก๊าซไหลเข้ามาในหลอดแก้วจะพาฟิล์มนี้ผ่านไปด้วย ดังนั้นเมื่อจับเวลาที่ฟิล์มไหลผ่านปริมาตรที่กำหนด จะสามารถคำนวณหาอัตราการไหลของก๊าซได้



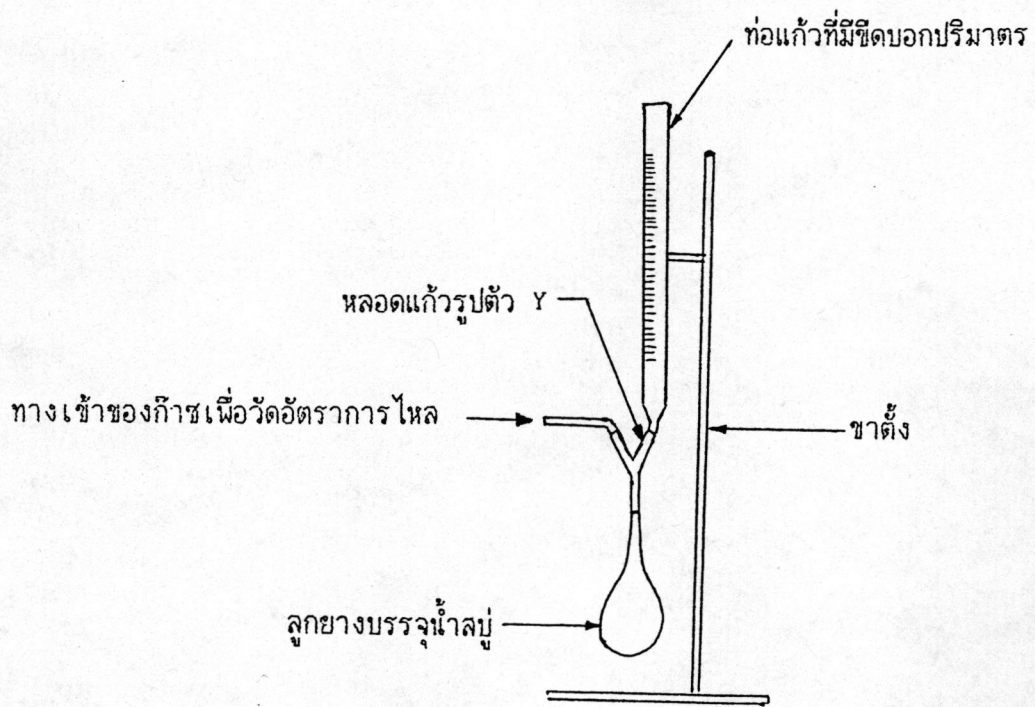
รูปที่ 3.10

ชุดเครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีขับ



รูปที่ 3.11

เตาเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)



รูปที่ 3.12

เครื่องวัดอัตราการไหลแบบฟองก๊าซ

3.1.3 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนแกมมา-อลูมินา

ตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดลองเป็นนิกเกิลบนแกมมา-อลูมินา โดยตัวรองรับที่ใช้ศึกษาเป็นตัวรองรับชนิดแกมมา-อลูมินา ซึ่งมีชื่อทางการค้า คือ JRC-ALO-4 มีลักษณะเป็นเม็ดแข็งสีขาว มีสมบัติต่าง ๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1 นำมาเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการดูดซับชนิดแห้ง (Dry Impregnation) โดยการนำตัวรองรับมาบดให้มีขนาดเล็กลงด้วยโกร่งบดยา แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงเมชตามขนาดที่กำหนด และนำสารละลายนิกเกิลในเตรทมาซึบบนตัวรองรับให้มีปริมาณนิกเกิลเท่ากับ 10 % โดยน้ำหนัก เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด 10 % Ni/ γ -Al₂O₃ มีปริมาณนิกเกิลที่เหมาะสมที่สุดสำหรับปฏิกิริยานี้ (2) และจากข้อมูลการคำนวณพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอลูมินาที่มีปริมาณ 15 % ของนิกเกิล จะให้ผลการทดลองต่างไปเพียง 2 ถึง 5 % เท่านั้นเมื่อเทียบกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี 6 % นิกเกิล (21)

ตารางที่ 3.1

แสดงสมบัติต่าง ๆ ของตัวรองรับที่ใช้ในการทดลอง (22)

สมบัติต่าง ๆ	อลูมินาชนิด JRC-ALO-4
สารส่วนประกอบอื่น (%)	
Fe ₂ O ₃	0.01
SiO ₂	0.01
Na ₂ O	0.01
S	-
ปริมาตรภายในรูพรุน (cm ³ /g)	0.66
พื้นที่ผิว (m ² /g)	174
Remarks	γ -Al ₂ O ₃

ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ประกอบด้วยขั้นตอนต่าง ๆ ดังนี้

- 1 ชั่งน้ำหนักตัวรองรับอลูมินาตามที่กำหนด
- 2 ใส่ตัวรองรับอลูมินาลงในขวดรูปชมพู่
- 3 ติดตั้งเครื่องมือดังในรูปที่ 3.1 แต่ยังไม่ต้องเทงเคมีเข้าไปในขวดรูปชมพู่
- 4 ดูดอากาศออกจากขวดรูปชมพู่ด้วยเครื่องดูดอากาศสูญญากาศด้วยมือ เพื่อดูดอากาศที่อยู่ภายในรูปของตัวรองรับออก เพื่อให้สารละลายนิกเกิลไนเตรทเข้าไปในรูปจนได้หมด
- 5 ใช้เคมีกรดอะซอสารละลายนิกเกิลไนเตรทในปริมาณพอดีกับปริมาณภายในรูปของอลูมินาในขวดรูปชมพู่ ซึ่งได้คำนวณเพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ 10 % ของโลหะนิกเกิลบนตัวรองรับ โดยได้มีการแสดงการคำนวณการเตรียมสารละลายให้มีความเข้มข้นที่ถูกต้องไว้แล้วในภาคผนวก ก
- 6 เทงเคมีเข้าไปในขวดรูปชมพู่ หยดสารละลายนิกเกิลไนเตรทลงไปในตัวรองรับอลูมินาทีละน้อย พร้อมทั้งเขย่าขวดไปด้วยจนกระทั่งหยดสารละลายนิกเกิลไนเตรทหมด
- 7 ทิ้งไว้ 30 นาที แล้วนำไปอบแห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 8 นำตัวเร่งปฏิกิริยาไปไว้ในเตาเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 8 องศาเซลเซียส ต่อนาที
- 9 ทำการรีดตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ภายในเตาปฏิกรณ์เคมี โดยการผ่านก๊าซไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาทีคงที่ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 20 องศาต่อนาที ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มี 10 % นิกเกิลบนอลูมินาตามต้องการ และพร้อมที่จะนำไปใช้ในปฏิกิริยาได้ทันที

3.2 วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้เป็นการศึกษาถึง จลนศาสตร์ของปฏิกิริยามีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์ โดยการหาสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา และพลังงานกระตุ้น จึงจำเป็นต้องทำการทดลองในสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนที่มีต่อผลการทดลองออกไป ถ้าความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนดังกล่าวยังมีผลต่อผลการทดลอง จะทำให้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา และ พลังงานกระตุ้นที่ได้มีความผิดพลาดเกิดขึ้น

3.2.1 ขั้นตอนการทดลอง

การทดลองสำหรับงานวิจัยนี้ สามารถแบ่งออกเป็นขั้นตอนต่าง ๆ ได้ดังนี้

1 การหาอัตราการไหลของสารตั้งต้น เพื่อให้เกิดสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อน ที่เกิดขึ้นระหว่างบรรยากาศของไหลกับผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา และจากอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่ได้จะนำไปกำหนดอัตราการไหลของสารตั้งต้นสำหรับทุกการทดลองในขั้นตอนต่อไป

2 การหาขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ทำให้เกิดสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อน ที่เกิดขึ้นจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ไหลผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา และจากขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะนำไปกำหนดขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับทุกการทดลองในขั้นตอนต่อไป

3 จากผลการทดลองในขั้นตอนที่ 1 และ 2 สามารถนำไปกำหนดเงื่อนไขของการทดลองสำหรับการหาค่าคงที่สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา เพื่อนำมาสร้างสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ และจากผลการทดลองในขั้นตอนนี้ ยังสามารถนำไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาถึงจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาหาพลังงานกระตุ้น และเพื่อเป็นข้อมูลในการเลือกเงื่อนไขสำหรับการออกแบบเตาปฏิกรณ์เคมีสำหรับการผลิตในอุตสาหกรรมได้ต่อไป

3.2.2 วิธีการทดลองเพื่อเกิดปฏิกิริยาระหว่างมีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์

- 1 เปิดเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี โดยให้มีอัตราการไหลของอาร์กอน 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส และมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านดีเทคเตอร์ 60 มิลลิแอมแปร์ ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที จนเครื่องมีสภาวะคงที่
- 2 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 10 % นิกเกิลบนอลูมินาด้วยวิธีการซัพแท้ง
- 3 นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการรีดิวซ์แล้ว มาชั่งน้ำหนักที่ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 0.1 กรัม บรรจุในเตาปฏิกรณ์เคมี
- 4 ตรวจสอบความเรียบร้อยของเครื่องมือทดลอง โดยเฉพาะตำแหน่งข้อต่อต่าง ๆ เพื่อป้องกันการเกิดมีรอยรั่วในระบบ โดยใช้น้ำสบู่ทาตามบริเวณข้อต่อของระบบ เพื่อป้องกันอุบัติเหตุจากไฮโดรเจนที่เกิดจากปฏิกิริยา
- 5 เปิดสวิทช์ไฟฟ้าของอุปกรณ์ให้ความร้อนแก่เตาปฏิกรณ์เคมี และอุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์เคมี
- 6 ทำการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฮโดรเจน โดยให้มีอัตราการไหลคงที่ที่ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 7 ปิดวาล์วของสายป้อนไฮโดรเจนและที่ถึงก๊าซไฮโดรเจน และเปิดวาล์วคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อไล่ไฮโดรเจนออกจากระบบจนหมด เป็นเวลา 30 นาที พร้อมทั้งตั้งอุณหภูมิของเตาปฏิกรณ์เคมีตามที่กำหนด
- 8 เปิดวาล์วมีเทนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาในเตาปฏิกรณ์เคมี
- 9 ปรับอัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์และมีเทนตามที่กำหนด โดยการอ่านค่าจากमानอมิเตอร์ ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาทีจนกระทั่งปฏิกิริยาเกิดที่สภาวะสมดุลย์
- 10 ดึงตัวอย่างก๊าซที่ได้จากปฏิกิริยาไปวิเคราะห์ ประมาณ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตรโดยใช้เข็มฉีดยาตัวอย่าง และนำไปฉีดเข้ากับเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟีที่เปิดไว้เรียบร้อยแล้วในตอนแรก
- 11 นำโครมาโตแกรมที่ได้จากเครื่องบันทึกผลที่ต่อกับเครื่องโครมาโตกราฟีไปทำการวิเคราะห์ผล

3.2.3 วิธีการทดลองเพื่อหาอัตราการไหลของสารตั้งต้นในสภาวะที่ขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนระหว่างบรรยากาศของไหลกับผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

- 1 อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 750 องศาเซลเซียส
- 2 อัตราส่วนของมีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์ของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1:1 โดยปริมาตร
- 3 ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาด 40/60 เมช

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะและเงื่อนไขของการทดลอง ดังนี้

- 1 เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ประมาณ 0.1 กรัม และ 0.2 กรัม
- 2 เปลี่ยนแปลงอัตราการไหลของสารตั้งต้น ระหว่าง 60 ถึง 360 ลูกบาศก์เซ็นติเมตรต่อนาที สำหรับการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม และ ช่วงระหว่าง 210 ถึง 630 ลูกบาศก์เซ็นติเมตรต่อนาที สำหรับการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.2 กรัม โดยเพิ่มค่าครึ่งละประมาณ 30 ลูกบาศก์เซ็นติเมตรต่อนาที

จากสภาวะและเงื่อนไขที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดงขั้นตอนการทดลองโดยละเอียดในหัวข้อ 3.2.2 ผลที่ได้เป็นรูปโคโรมาโตแกรม และแสดงตัวอย่างในภาคผนวก ข วัดค่าเป็นพื้นที่ผิวก และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนได้ โดยใช้วิธีการคำนวณที่แสดงไว้ในภาคผนวก ค หรือกราฟมาตรฐานในภาคผนวก ง สำหรับขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

- 1 ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 3.2.2 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น และตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม และอัตราการไหลของสารตั้งต้นประมาณ 60 ลูกบาศก์เซ็นติเมตรต่อนาที

- 2 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 โดยเปลี่ยนอัตราการไหลของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้นครึ่งละประมาณ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที จนถึงที่ประมาณ 360 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
- 3 นำผลการทดลองจากข้อ 1 และ 2 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทน ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 4 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 0.2 กรัม และ อัตราการไหลของสารตั้งต้นระหว่าง 210 ถึง 630 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
- 5 จากข้อ 3 และ 4 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนกับตัวประกอบเวลา ซึ่งจะได้เส้นโค้ง 2 เส้นจากการทดลองที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีน้ำหนักต่างกัน 2 ค่า ซึ่งอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่ต่ำที่สุดที่ทำให้เส้นโค้งทั้ง 2 เส้นทับกันเป็นอัตราการไหลของสารตั้งต้นที่เริ่มเกิดสภาวะที่ขจัดผลการถ่ายเทมวลและความร้อนระหว่างบรรยากาศของไหลกับผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.4 วิธีการทดลองเพื่อหาขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดสภาวะขจัดผลของความต้านทานการถ่ายเทมวลและความร้อนจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

- 1 อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 750 องศาเซลเซียส
- 2 อัตราส่วนของมีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์ของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1:1 โดยปริมาตร
- 3 อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.3
- 4 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดลอง ดังนี้

- 1 เปลี่ยนแปลงขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 60/80, 40/60, 25/40 และ 20/25 เมช

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้นนำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลองซึ่งแสดงขั้นตอน โดยละเอียดในหัวข้อ 3.2.2 ผลที่ได้จากการทดลองในหัวข้อ 3.2.2 เป็นพื้นที่ผิ และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนและอัตราการเกิดปฏิกิริยา ตามวิธีการในภาคผนวก ค โดยการทดลองในขั้นตอนนี้มีดังนี้

- 1 ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 3.2.2 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาด 60/80 เมช
- 2 นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทน ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 3 สัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนจากข้อ 2 นำมาคำนวณหาอัตราการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 4 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นขนาด 40/60, 25/40 และ 20/25 เมช ตามลำดับ
- 5 จากข้อ 3 และ 4 นำมาสร้างกราฟระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยากับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งได้เส้นโค้งที่มีส่วนปลายด้านหนึ่งเป็นเส้นตรงขนานกับแกนขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เส้นโค้งเริ่มตรงและขนานกับแกนขนาดตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาโตที่สุด ที่เกิดสภาวะขจัดผลการถ่ายเทมวลและความร้อนจากสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ผ่านรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.5 วิธีการทดลองเพื่อศึกษาปฏิกิริยาในกรณีที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

- 1 อัตราส่วนของมีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์ของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1:1 โดยปริมาตร
- 2 อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.3

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะของการทดลอง ดังนี้

- 1 เปลี่ยนอุณหภูมิ คือ 650, 700, 750, 800 และ 850 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้นนำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลองซึ่งแสดงขั้นตอน โดยละเอียดในหัวข้อ 3.2.2 ผลที่ได้เป็นพื้นที่ผิ และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของ มีเทนและอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ สำหรับวิธีการคำนวณได้แสดงไว้ในภาคผนวก ค สำหรับการทดลองมีขั้นตอนดังนี้

- 1 ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 3.2.2 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส
- 2 นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทน ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 3 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 700, 750, 800 และ 850 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
- 4 จากข้อ 2 และ 3 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของ มีเทนกับอุณหภูมิ และระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยากับอุณหภูมิ

3.2.6 วิธีการทดลองเพื่อหาอายุการใช้งานของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดลอง

การทดลองสำหรับขั้นตอนนี้ จะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

- 1 อัตราส่วนของมีเทนกับคาร์บอนไดออกไซด์ของสารตั้งต้นคงที่ มีค่าเป็น 1:1 โดยปริมาตร
- 2 อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.3
- 3 ขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.4
- 4 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม
- 5 อุณหภูมิของปฏิกิริยาคงที่ ที่ 750 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้นนำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลองซึ่งแสดงขั้นตอน โดยละเอียดในหัวข้อ 3.2.2 ผลที่ได้เป็นพื้นที่ผิ และนำมาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของ มีเทนได้ ตามวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค สำหรับการทดลองมีขั้นตอนดังนี้

- 1 ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 3.2.2 โดยใช้สภาวะที่กำหนดข้างต้น ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส
- 2 นำผลการทดลองจากข้อ 1 มาคำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทน ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 3 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 และ 2 โดยเก็บก๊าซตัวอย่างทุก 15 นาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 5 จากข้อ 2 และ 3 นำมาสร้างกราฟระหว่างสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนที่เวลาต่าง ๆ ได้

3.2.7 วิธีการทดลองหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารตั้งต้น

การทดลองเพื่อหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารตั้งต้นแบ่งได้เป็น 2 ส่วนคือ

- 1 หาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของมีเทนในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา (α) ซึ่งมีค่าคงที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิของปฏิกิริยา
- 2 หาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา (β) ซึ่งมีค่าคงที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิของปฏิกิริยาเช่นกัน

และการทดลองจะกระทำที่สภาวะและเงื่อนไขที่กำหนด ดังนี้

- 1 อัตราการไหลของสารตั้งต้น มีค่าตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.3
- 2 ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดตามผลที่ได้จากหัวข้อ 3.2.4
- 3 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 0.1 กรัม

และมีการเปลี่ยนแปลงสภาวะและเงื่อนไขของการทดลอง ดังนี้

- 1 เปลี่ยนแปลงสัดส่วนของมีเทนในสารตั้งต้น คือ 2 %, 4 %, 6 %, 8 % และ 10 % มีเทนโดยปริมาตร สำหรับหาอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของมีเทน (α) และเปลี่ยนเป็น 30 %, 35 %, 40 %, 45 % และ 50 % ของมีเทนโดยปริมาตร สำหรับการทดลองหา

อันดับของปฏิกิริยาเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์ (β)

2 เปลี่ยนอุณหภูมิ คือ 650, 700, 750, 800 และ 850 องศาเซลเซียส

จากสภาวะที่กำหนดข้างต้น นำมากำหนดสภาวะสำหรับการทดลอง ซึ่งแสดง
ขั้นตอนโดยละเอียดในหัวข้อ 3.2.2 และในภาคผนวก จ สำหรับการทดลองในขั้นตอนนี้มีดังนี้

- 1 ทำการทดลองตามที่แสดงในหัวข้อ 3.2.2 โดยใช้สภาวะกำหนดข้างต้น โดยมีอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่ 650 องศาเซลเซียส และสัดส่วนของมีเทนในสารตั้งต้นเป็น 2 % โดยปริมาตร
- 2 นำผลการทดลองจากข้อ 1 คำนวณเป็นสัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทน ซึ่งแสดงวิธีคำนวณในภาคผนวก ค
- 3 สัดส่วนการเปลี่ยนรูปของมีเทนจากข้อ 3 นำมาคำนวณหาอัตราการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งแสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ค
- 4 ทำการทดลองหัวข้อ 1 ถึง 3 โดยเปลี่ยนสัดส่วนของมีเทนในสารตั้งต้นเป็น 4 %, 6 %, 8 % และ 10 % โดยปริมาตร
- 5 ทำการทดลองหัวข้อ 1 ถึง 4 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิการทดลองเป็น 700, 750, 800 และ 850 องศาเซลเซียส
- 6 จากข้อ 4 และ 5 มาสร้างกราฟระหว่างลอการิทึมของอัตราการเกิดปฏิกิริยากับลอการิทึมของความเข้มข้นมีเทน ได้เส้นตรงซึ่งมีความชันเป็นอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นมีเทน (α) ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา
- 7 ทำการทดลองหัวข้อ 1 ถึง 5 โดยเปลี่ยนสัดส่วนของมีเทนในสารตั้งต้นเป็น 30 %, 35 %, 40 %, 45 % และ 50 % โดยปริมาตร
- 8 จากผลการทดลองในข้อ 7 คำนวณผลต่างระหว่างลอการิทึมของอัตราการเกิดปฏิกิริยากับผลคูณของอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของมีเทนกับลอการิทึมของความเข้มข้นมีเทน ผลต่างดังกล่าวนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์กับลอการิทึมของความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์ ได้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงซึ่งมีความชันเป็นอันดับของปฏิกิริยาเมื่อคิดเทียบกับความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์ (β) ในสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา