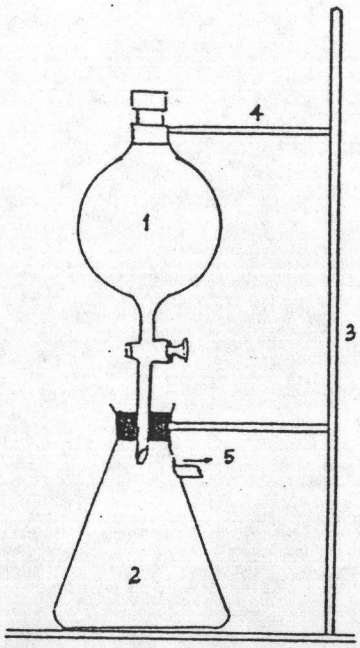
บทที่ 4

## เครื่องมือทดลองและหลักการ

### 4.1 เครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีชับ




1. กรวยแยก (Separating Funnel)
2. ขวดดูด (Suction flask)
3. ขาตั้ง (Stand)
4. มือจับ (Clamp)
5. ทางต่อปั๊มดูด (Suction pump)

รูปที่ 4.1 เครื่องมือสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีชับ

ส่วนประกอบที่สำคัญ

1. กรวยแยกสำหรับเติมสารละลายนิกเกิลไนเตรทที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน
2. ขวดดูดสำหรับใส่ตัวรองรับอะลูมินา
3,4 ขาตั้งและมือจับสำหรับยึดกรวยแยกและขวดดูดให้แน่น
5. ทางต่อปั๊มดูดสำหรับดูดอากาศออกจากรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินา ก่อนเติมสารละลายนิกเกิลไนเตรทลงมา

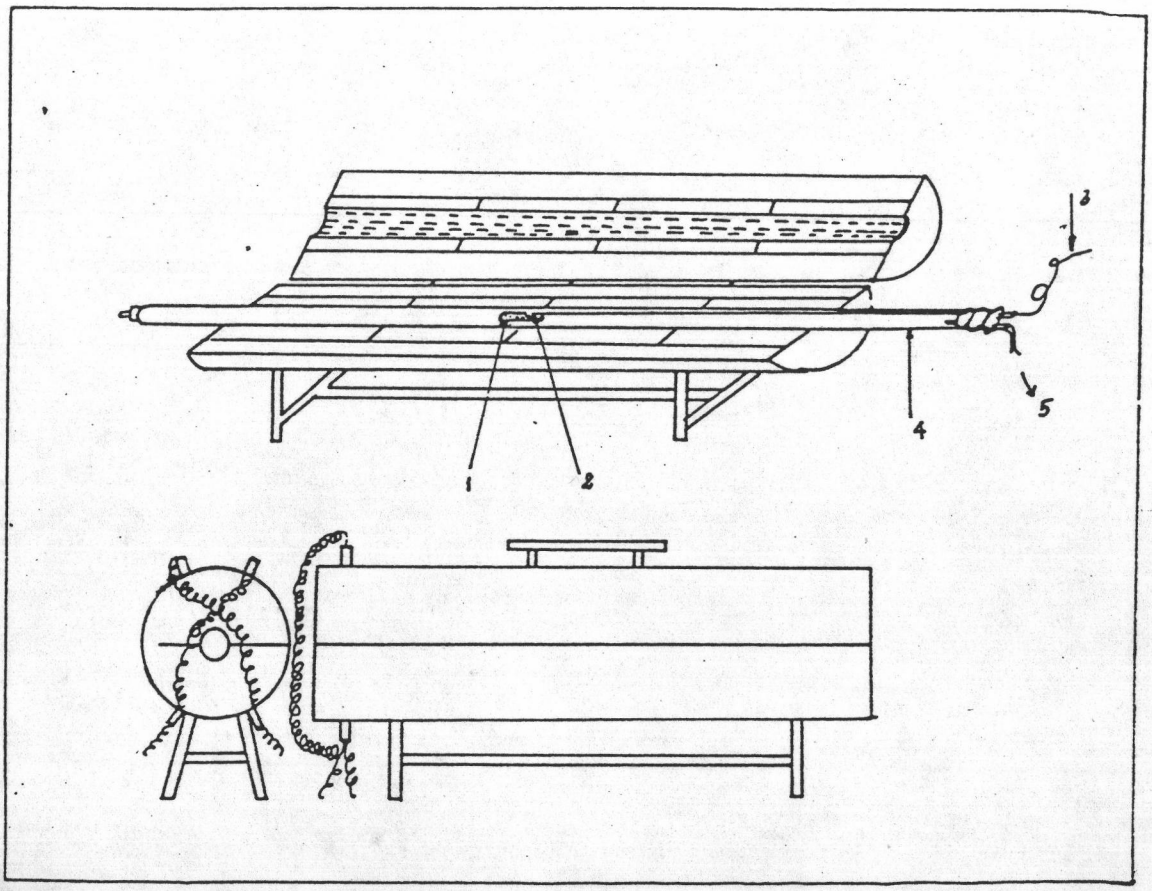
### 4.2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)

4.2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcinator)

เป็นเครื่องมือที่สร้างขึ้นเองในห้องปฏิบัติการ ดังแสดงรูปที่ 4.2 รูปร่างเป็นทรงกระบอกสามารถเปิดปิดได้ โครงสร้างเป็นเหล็กอ่อน มีเซรามิกทำเป็นร่องสำหรับวางขดลวดความร้อนขนาด 2000 วัตต์อยู่ภายในระหว่างเซรามิกและโครงเหล็กอ่อนมีฉนวนใยแก้วและใยหินปลายขดลวดทั้ง 2 ต่อเข้ากับ "วาริแอก" (Variac) ซึ่งเป็นตัวควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้กับขดลวด ตรงกลางของแคลซีเนเตอร์เป็นรูกลมสำหรับสอดท่อแก้วควอตซ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นจะวางบนภาชนะรองรับ(Boat) และวางในท่อแก้วควอตซ์ ปลายท่อแก้วควอตซ์ทั้ง 2 ข้างปิดด้วยจุกทนความร้อนข้างหนึ่งเจาะรูเดียวสำหรับผ่านแก๊สไนโตรเจน หรือแก๊สเฉื่อยที่เป็นตัวผ่านแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของนิกเกิลไนเตรท ส่วนอีกปลายข้างหนึ่งเจาะรู 2 รู รูหนึ่งเป็นทางออกของแก๊สซึ่งต่อเข้ากับเครื่องมือวัดอัตราการไหลของแก๊ส (Bubble flow meter) เพื่อวัดอัตราเร็วของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้แก๊สที่ผ่านเครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊สจะถูกปล่อยทิ้งไป อีกรูหนึ่งเสียบเทอร์โมเวล (Themoweld) ที่มีเทอร์โมคับเพิล (Thermocouple) อยู่ข้างใน ปลายสองข้างของเทอร์โมคับเพิลต่อกับเครื่องอ่านอุณหภูมิของเตาแคลซีเนเตอร์

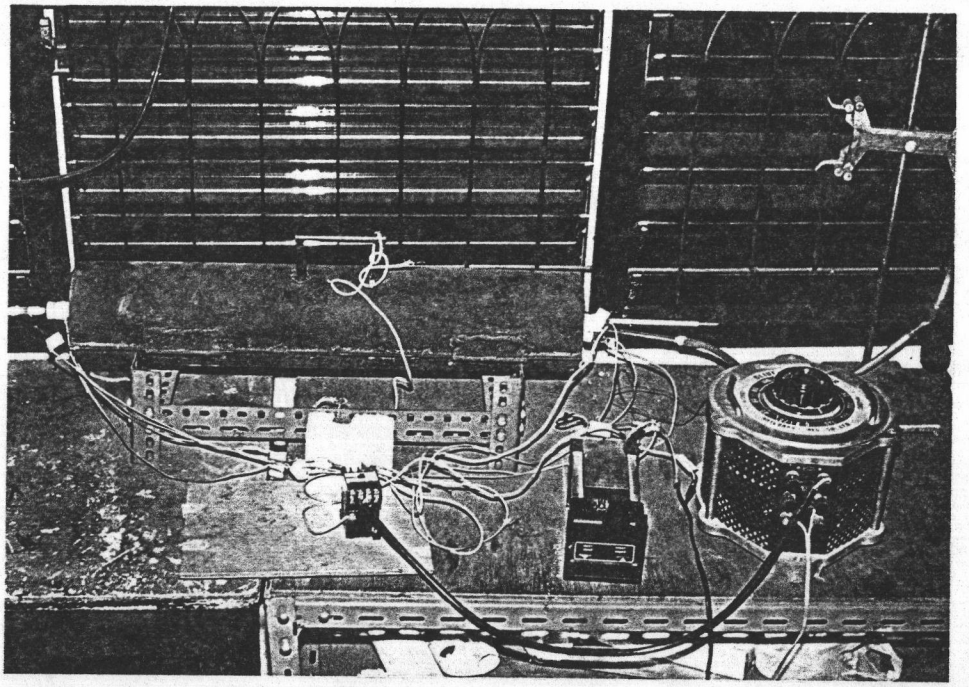
4.2.1 เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส ประกอบด้วยหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตรต่อกับหลอดแก้วรูปตัว Y ด้วยสายยางดังแสดงรูป 4.4 ปลายที่เหลือ 2 ข้าง ปลายหนึ่งต่อกับสายยาง ซึ่งเป็นทางเข้าของแก๊สที่จะวัดอัตราการไหล อีกปลายหนึ่งต่อกับลูกยางซึ่งภายในบรรจุน้ำสบู่ซึ่งจะถูกบีบออกมาขณะวัดอัตราการไหล เกิดเป็นฟิล์ม (Film) ของฟองสบู่ แก๊สจะพาฟิล์มนี้วิ่งไปในหลอดแก้วที่มีขีดบอกปริมาตร เมื่อจับเวลาวิ่งของฟิล์มจะรู้อัตราการไหลของแก๊สได้

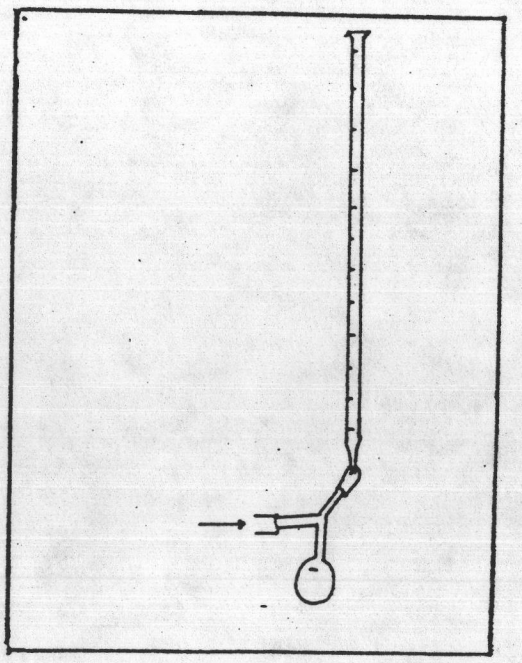



1. ภาชนะรองรับ
2. ตัวเร่งปฏิกิริยา
3. เทอร์โมคับเปิล
4. ท่อแก้วควอตซ์
5. ท่อที่นำไปต่อเข้ากับเครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

รูปที่ 4.2 เครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายเครื่องมือสำหรับเผาที่อุณหภูมิสูง



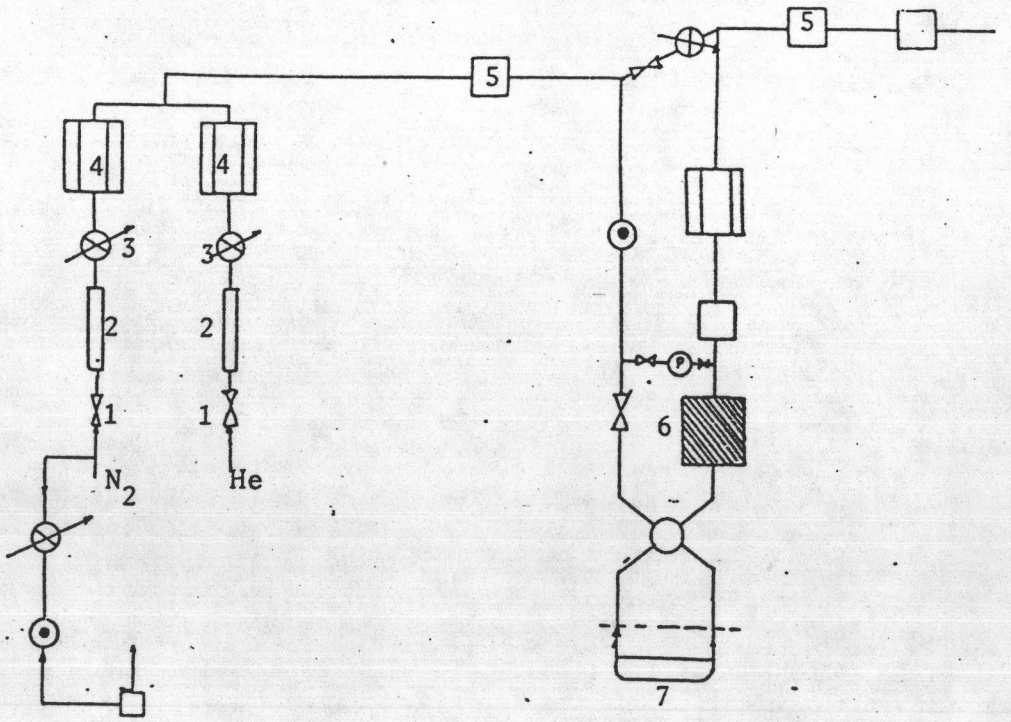
รูปที่ 4.4 เครื่องมือวัดอัตราการไหลแบบฟองแก๊ส

## 4.3 เครื่องมือสำหรับทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

### 4.3.1 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีเบท

เครื่องมือแสดงในรูปที่ 4.5 และรูปที่ 4.6

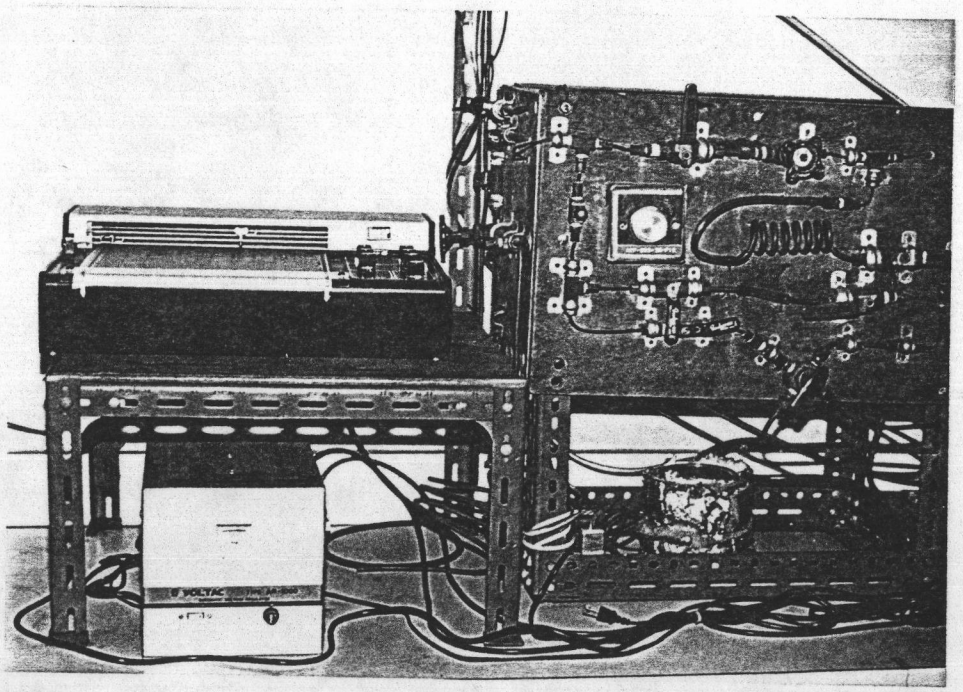
1. แก๊สไนโตรเจน และแก๊สฮีเลียม
2. ทีซีดี ดีเทคเตอร์ (TCD Detector) ซึ่งใช้คอลัมน์เปล่า ๆ ไม่ต้องบรรจุอะไรเลย
3. ภาชนะที่บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาไว้ เพื่อหาพื้นที่ผิว ดังแสดงในรูปที่ 4.7
4. วาล์ว 4 ทาง (Four port valve)
5. ไนโตรเจนเหลว




รูปที่ 4.5 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวแบบ BET

รายละเอียดเกี่ยวกับส่วนประกอบของเครื่องมือของเบท

1. วาล์วสำหรับปิดเปิด
2. โมเลกกูลาซีฟ และ แอคติเวทคาร์บอน
3. วาล์วสำหรับควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส (วาล์วเข็ม)
4. โรตามิเตอร์
5. ทีซีดี ดีเทคเตอร์
6. เครื่องกรอง
7. ภาชนะใส่ตัวเร่งปฏิกิริยา

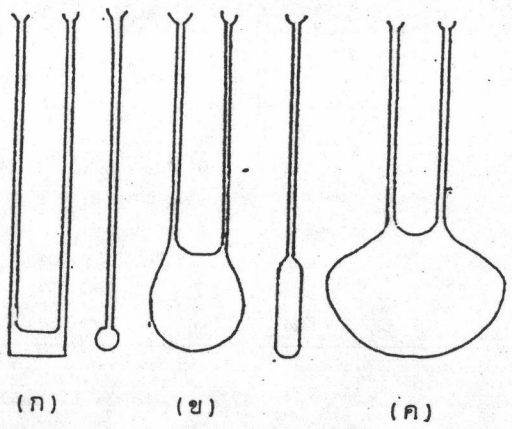


รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวแบบ BET

ก. แบบเนลเสน (Nelsen)

ข. แบบเอกเกอร์เสน

ค. ภาชนะแบบใหญ่



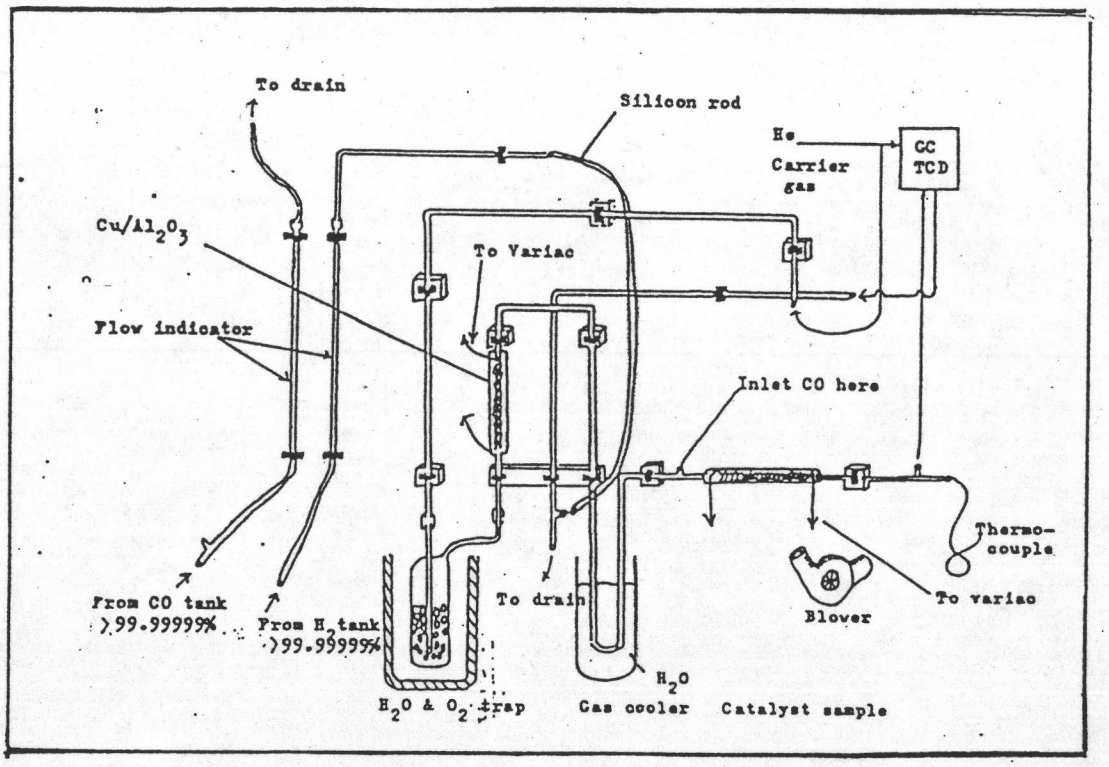

รูปที่ 4.7 ภาชนะสำหรับบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา

4.3.2 เครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวของโลหะแบบการดูดซับทางเคมีของแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์

เครื่องมือที่ใช้ประกอบด้วย

1. หม้อแปลงที่ปรับค่าแรงดันไฟฟ้าได้ (Variac) ขนาด 5 แอมแปร์ จำนวน 2 เครื่อง
2. เครื่องเป่าลม (Electric blower)
3. เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบฟองสบู่ (bubble flow meter)
4. เครื่องวัดอุณหภูมิที่สามารถวัดได้มากกว่า 600 °ซ (Thermocouple)
5. แก๊สโครมาโตกราฟฟี แบบทีซีดี
6. ลวดนำความร้อน (heating coil) 2 เส้น สำหรับให้ความร้อนตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอย่างและตัวเร่งปฏิกิริยาทองแดง
7. เครื่องอ่านอุณหภูมิ

ดังรูปที่ 4.8 และ 4.10




รูปที่ 4.8 แสดงเครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวโลหะแบบการดูดซับทางเคมีของแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์

4.3.3 เครื่องมือสำหรับหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

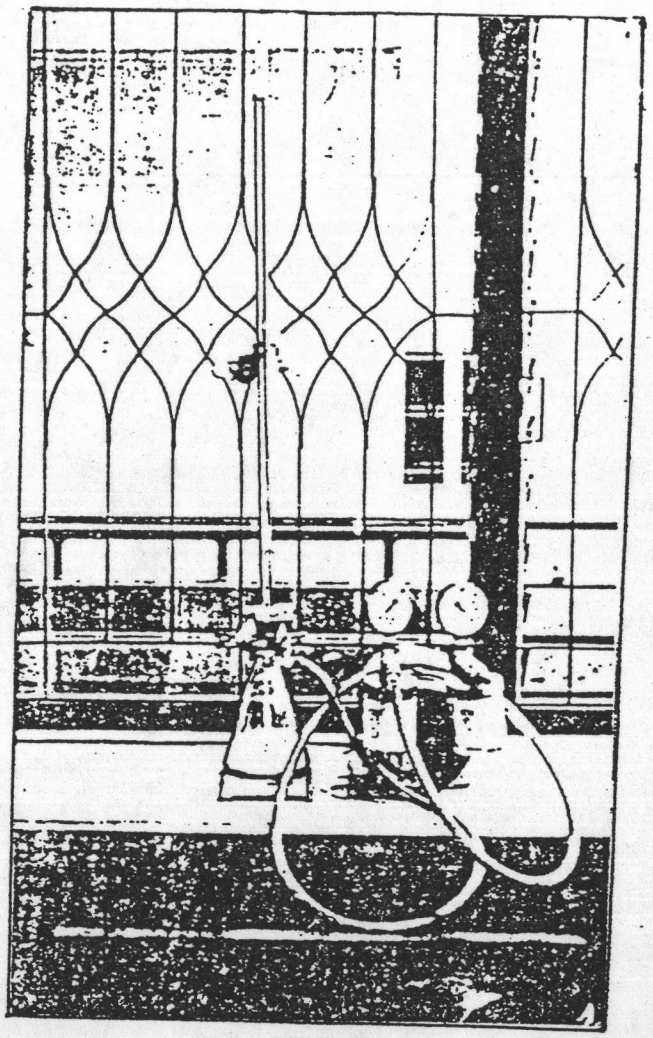
การหาปริมาตรของรูพรุนใช้เครื่องมือคล้ายกับรูป 4.1 แต่แทนที่จะใช้กรวยแยก ใช้บิวเรตแทน ดังรูปที่ 4.9

4.3.4 เครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction)

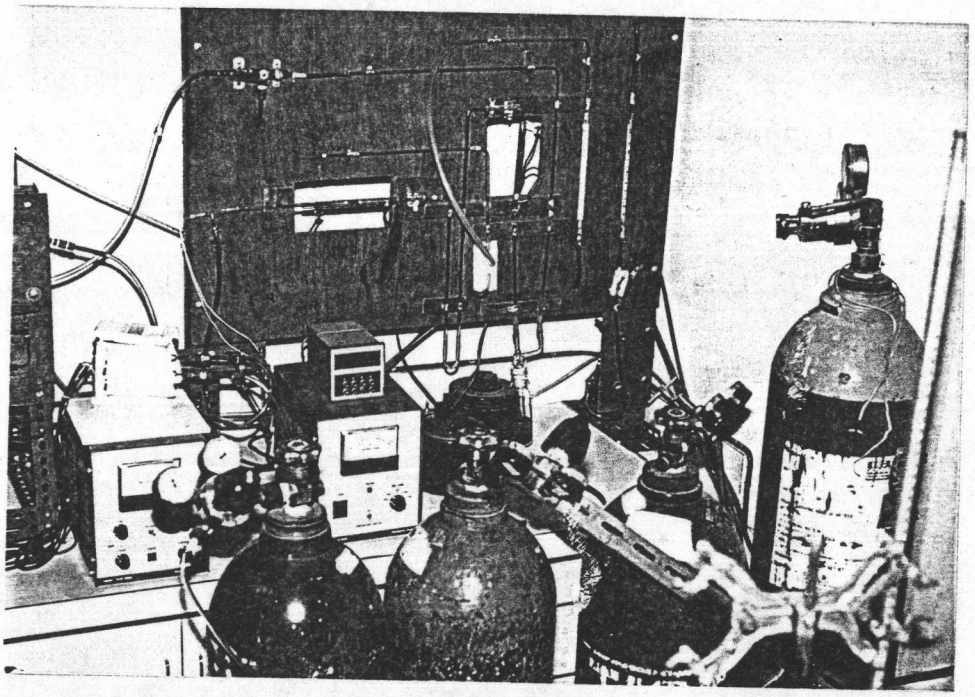
ใช้สำหรับวิเคราะห์หาชนิดของสารประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยาเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันที่ใช้คือ TW 1130/90

4.3.5 เครื่องสแกนนิง อีเลคตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope)

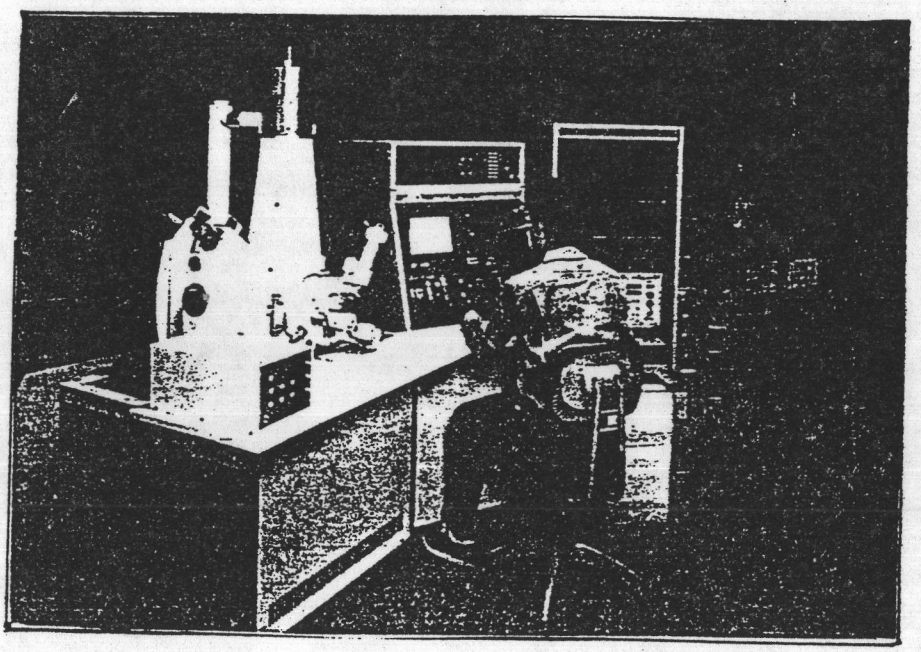
ใช้สำหรับถ่ายภาพเพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา เครื่องมือแสดงดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.9 เครื่องมือสำหรับหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับ



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายเครื่องมือสำหรับหาพื้นที่ผิวโลหะแบบการดูดซับทางเคมีของแก๊สคาร์บอนมอนนอกไซด์



รูปที่ 4.11 เครื่องมือสแกนนิง อีเลคตรอน ไมโครสโคป