บทที่ 6

สรุปผลการทดลองและอภิปราย

6.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมของการเผาที่อุณหภูมิสูง ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมโดยวิธีชับแห้ง ในอัตราส่วนความเข้มข้น 8% โดยน้ำหนักบนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมด 8.1, 32.2, 67.4, 342.5 ตารางเมตรต่อ กรัม โดยแปรค่าอุณหภูมิในการเผา (Calcination Temperature) ในช่วง 200, 250, 300, 400, 500, 600 และ 700 °ซ แปรค่าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา (Heating Rate) ในช่วง 5, 10, 15, 25 และ 35 °ซ ต่อนาที และแปรค่าเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผา (Maintain Period) ในช่วง 0.5, 1, 5, 10, 15, และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าชุดของ 8%Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมด 8.1 ตารางเมตร ต่อ กรัม จะให้พื้นที่ผิวส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาสูงสุด คือ 0.70 ตารางเมตรต่อกรัมเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °ซ ด้วยอัตราเร็ว 15 °ซ ต่อนาที และทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 300 °ซ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในขณะที่ชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมด 32.2, 67.4 และ 342.5 ตารางเมตร ต่อ กรัม จะให้พื้นที่ผิวส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาสูงสุดคือ 1.87, 3.76, 7.81 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °ซ ด้วยอัตราเร็ว 10 °ซ ต่อนาที และทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 300 °ซ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง นอกจากนี้ ยังพบว่าเมื่อพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับเพิ่มขึ้น ระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนก็จะเพิ่มขึ้นด้วย โดยสามารถเรียงลำดับอิทธิพลของตัวแปรที่กำหนดภาวะการเผาที่อุณหภูมิสูง ที่มีต่อระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนจากมากไปน้อยได้ดังนี้ อุณหภูมิในการเผา > เวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผา > อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา

ในการหาสมการอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลทั้ง 4 ชุด ในรูปของ $\frac{ds}{dt} = -kS^n$ ที่อุณหภูมิในการเผา 300 °ซ

เมื่อ S = พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

t = เวลาที่ใช้ในการเผา

k = ค่าคงที่ของอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อน

n = อันดับของสมการ

พบว่า ชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวทั้งหมด 8.1, 32.2, 67.4 และ 342.5 ตารางเมตรต่อกรัม มีค่า n เท่ากับ 7, 6, 4, 2, และมีค่า k เท่ากับ 0.28, เมตร$^{-12}$ กรัม^{6} ชั่วโมง$^{-1}$, 1.66×10^{-3} เมตร$^{-10}$ กรัม^{5} ชั่วโมง$^{-1}$, 6.35×10^{-4} เมตร$^{-6}$ กรัม^{3} ชั่วโมง$^{-1}$ และ 4.17×10^{-3} เมตร$^{-2}$ กรัม ชั่วโมง$^{-1}$ ตามลำดับ

6.2 อภิปราย

6.2.1 ผลของการเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีต่อพื้นที่ผิวทั้งหมดของตัวรองรับอะลูมินา

เมื่อทำการเผาตัวรองรับอะลูมินาทั้ง 4 ตัว ในช่วงอุณหภูมิ 300-700 °ซ พบว่าจะทำให้พื้นที่ผิวทั้งหมดลดลงเล็กน้อย และตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวสูงมีแนวโน้มที่จะเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนได้มากกว่าตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวต่ำ

6.2.2 ผลของอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิในช่วงต่ำกว่า 300 °ซ พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลทั้ง 4 ชุด จะมีพื้นที่ผิวค่อนข้างต่ำมาก เนื่องจากอนุภาคส่วนใหญ่ยังอยู่ในรูปของนิกเกิลไนเตรตจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °ซ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลทั้ง 4 ชุด จะมีพื้นที่ผิวสูงสุด และอนุภาคทั้งหมดได้เปลี่ยนรูปเป็นนิกเกิลออกไซด์อย่างสมบูรณ์ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิมากกว่า 300 °ซ เป็นต้นไป พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลทั้ง 4 ชุด จะมีพื้นที่ผิวลดลงโดยลำดับและตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูงมีแนวโน้มที่จะเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนได้มากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวต่ำ โดยเฉพาะอย่างยิ่งสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่มีพื้นที่ผิวสูง ๆ นั้น นอกจากการรวมตัวเนื่องจากความร้อนจะเกิดจากการรวมตัวระหว่างอนุภาคที่เคลื่อนเข้ามาชนกันแล้ว ยังมีผลของการยุบตัวของตัวรองรับที่อุณหภูมิสูงมาผนวกด้วย

6.2.3 ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

จากการทดลองพบว่า หากทำการเผาโดยค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิอย่างช้า ๆ จะทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูง ในทางตรงกันข้าม หากเพิ่มอุณหภูมิเร็วเกินไป ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีพื้นที่ผิวต่ำลง ทั้งนี้อาจเป็นไปได้ว่า เมื่อทำการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิช้า ๆ ผลึกอนุภาคโลหะจะมีการเคลื่อนตัวอย่างค่อยเป็นค่อยไป ตรงกันข้าม หากทำการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิสูง ๆ อนุภาคโลหะจะมีการเคลื่อนตัวอย่างรวดเร็ว โอกาสที่จะเกิดการชนและการรวมตัวระหว่างอนุภาคจึงมีมากกว่ากรณีแรก เป็นผลให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดลดลงสำหรับชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิว 8.1 ตารางเมตรต่อกรัมนั้น พบว่าสามารถใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาได้สูงถึง 15 °ซ ต่อนาที และชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิว 32.2, 67.4 และ 342.5 ตารางเมตรต่อกรัมนั้น พบว่า สามารถใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาได้สูงถึง 10 °ซ ต่อนาที ทั้งนี้ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูง ๆ มีแนวโน้มที่จะต้องใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิช้าลง

6.2.4 ผลของเวลาที่คงไว้ ณ อุณหภูมิในการเผาที่มีต่อพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

เมื่อทำการเผาจนถึงอุณหภูมิ 300 °ซ แล้วทิ้งไว้เป็นเวลาน้อยกว่า 1 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่ได้ทั้ง 4 ชุด จะมีพื้นที่ผิวต่ำ เนื่องจากการเปลี่ยนรูปจากนิกเกิลไนเตรตไปเป็นนิกเกิลออกไซด์ยังเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ เมื่อทิ้งไว้เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลทั้ง 4 ชุด จะมีพื้นที่ผิวสูงสุด และเมื่อทิ้งไว้นานกว่า 1 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวจะมีพื้นที่ผิวลดลงโดยลำดับ โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูงมีสัดส่วนการลดลงของพื้นที่ผิวมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวต่ำ

6.2.5 การหาสมการอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อนของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิล

สำหรับชุดของ 8% Ni บนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิว 8.1, 32.2, 67.4 และ 342.5 ตารางเมตรต่อกรัม พบว่า มีค่าอันดับของสมการ (n) เท่ากับ 7, 6, 4, 2, และมีค่าคงที่ของการรวมตัวเนื่องจากความร้อน (k) เท่ากับ 0.28 เมตร กรัม ชั่วโมง , 1.66×10 เมตร กรัม ชั่วโมง , 6.35×10 เมตร กรัม ชั่วโมง และ

4.17×10 เมตร กรัม ชั่วโมง ตามลำดับ ซึ่งนับได้ว่าสอดคล้องกับข้อสรุปของรัคเคนสไตน์และพัลเวอร์เมเชอร์ (Ruckenstein & Pulvermacher) ที่ว่า

$4 < n < 8$ เมื่อการเคลื่อนตัวของอนุภาค (Particle Migration) เป็นขั้นตอนกำหนดอัตราเร็วของการรวมตัวเนื่องจากความร้อน

และ $2 < n < 3$ เมื่อการรวมตัวระหว่างอนุภาคที่เกิดการชน (Coaleseence) เป็นขั้นตอนกำหนดอัตราเร็วของการรวมตัวเนื่องจากความร้อน

เนื่องจากตัวรองรับอะลูมินา 3 ตัวแรก มีพื้นที่ผิวค่อนข้างต่ำถึงปานกลาง ขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาค่อนข้างโต ดังนั้นขั้นตอนของการเคลื่อนตัวของผลึกโลหะจึงเกิดขึ้นได้ช้าเมื่อเทียบกับขั้นตอนของการรวมตัว แต่สำหรับตัวรองรับอะลูมินาตัวที่ 4 มีพื้นที่ผิวสูงมากขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาเล็ก ดังนั้น การเคลื่อนตัวของผลึกโลหะจึงมีอัตราเร็วเมื่อเทียบกับการรวมตัว

6.2.6 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีชับแห้ง

จุดบกพร่องของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลโดยวิธีชับแห้ง คือไม่สามารถเตรียมให้มี % สูงได้ ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยการเตรียมด้วยวิธีการชับแห้งหลายครั้ง แต่ก็จะมีข้อเสียในเรื่องการกระจายของโลหะ อย่างไรก็ตามการเตรียมโดยวิธีชับแห้งมีจุดเด่น คือ สามารถเตรียมได้ง่าย ควบคุมภาวะการเตรียมได้ง่าย ซึ่งสิ่งเหล่านี้จะทำให้ลักษณะการเตรียมเป็นศาสตร์มากขึ้น

6.2.7 การหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับอะลูมินา

การหาปริมาตรของรูพรุนของตัวรองรับเป็นสิ่งที่สำคัญมากสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบชับแห้ง เพราะถ้าการหาปริมาตรของรูพรุนผิดพลาด จะทำให้การกระจายของสารละลายนิกเกิลไนเตรตในรูพรุนเป็นไปอย่างไม่สม่ำเสมอ ทำให้เปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละจุดไม่เท่ากัน ในการวิจัยครั้งนี้เช็คปริมาตรของรูพรุนโดยวิธีใช้น้ำเป็นตัวเช็ค ซึ่งคือว่าน้ำและสารละลายนิกเกิลไนเตรตมีแรงตึงผิวเท่ากัน อย่างไรก็ตามวิธีที่สามารถหาปริมาตรของรูพรุนให้ถูกต้องคือวิธี ปรอท-ฮีเลียม

6.2.8 การวิเคราะห์ปริมาณของนิกเกิลบนตัวรองรับอะลูมินาโดยอะตอมมิกแอบซอบชัน

การวิเคราะห์ % นิกเกิลบนตัวรองรับโดยอะตอมมิกแอบซอบชันตามตาราง ที่ จะเห็นได้ว่าค่าที่ได้จากเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชันให้ค่าต่ำกว่าที่ได้จากการทดลองเสมอ ซึ่งเป็นข้อที่น่าสังเกตว่า ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบชับแห้งจะมีการสูญเสียนิกเกิลบางส่วน

จากการทดลองแปรค่าภาวะต่าง ๆ ในการเผาที่อุณหภูมิสูงของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมบนตัวรองรับอะลูมินาทั้ง 4 ชุด พบว่า ที่อุณหภูมิ 300 °ซ ก็เพียงพอที่จะเปลี่ยนรูปจากนิกเกิลไนเตรตไปเป็นนิกเกิลออกไซด์ ได้สมบูรณ์ และต้องการเวลาในการคงไว้ ณ อุณหภูมิดังกล่าว อย่างน้อย 1 ชั่วโมง หากทำการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 300 °ซ หรือทิ้งไว้นานกว่า 1 ชั่วโมง ตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีพื้นที่ผิวลดลงเนื่องจากการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อน สำหรับอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา พบว่าสามารถใช้ได้ในช่วง 10-15 °ซ ต่อนาที โดยไม่ทำให้พื้นที่ผิวลดลงมากนัก อย่างไรก็ดี หากเพิ่มอัตราเร็วสูงเกินไป ก็จะมีผลให้เกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อน แม้ว่าผลดังกล่าวจะอยู่ในระดับต่ำเมื่อเทียบกับผลของอุณหภูมิ และ เวลาที่ใช้ในการเผาก็ตาม

ในงานวิทยานิพนธ์นี้ได้เสนอแนวทางกว้าง ๆ ในการเลือกภาวะของการเผาที่อุณหภูมิสูงสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลที่เตรียมบนตัวรองรับอะลูมินาที่มีพื้นที่ผิวขนาดต่าง ๆ กัน ตลอดจนได้เสนอสมการอัตราการรวมตัวเนื่องจากความร้อน เพื่อเป็นแนวทางในการคาดคะเน (Prediction) ถึงระดับของการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนภายใต้ภาวะการเผาอื่น ๆ โดยที่เงื่อนไขในการเลือกภาวะที่เหมาะสมนั้น มุ่งที่จะให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูงสุด และมีการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนในระดับต่ำสุดเป็นสำคัญ แนวทางที่สำคัญอีกอันหนึ่งที่สามารถช่วยแก้ปัญหาในเรื่องการรวมตัวเนื่องจากความร้อน ได้แก่ การเติมโพรโมเตอร์ ประเภท เทกเทอรัล โพรโมเตอร์ (Textural Promoter) ลงไปในปริมาณน้อย ๆ ในตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอนุภาคของโพรโมเตอร์ที่มีขนาดเล็ก ๆ เหล่านั้น จะเข้าไปแทรกตัวอยู่ระหว่างอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา ไม่ให้เกิดการสัมผัสกัน จึงช่วยลดการเกิดการรวมตัวเนื่องจากความร้อนดังกล่าวได้ ซึ่งสมควรที่จะได้มีการศึกษาวิจัยทางด้านนี้ต่อไป