บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาใหม่

ตัวเร่งปฏิกิริยาใหม่$Co\text{-}Mo/Al_2O_3$ ที่ยังไม่ผ่านการใช้

3.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้งานแล้ว

$Co\text{-}Mo/Al_2O_3$ ที่ผ่านการใช้งานแล้ว เก็บตัวอย่างมาจากตัวเร่งปฏิกิริยาภายหลังใช้งานจริงในระบบ Claus process Tail gas treatment เป็นเวลา 1 ปี ภายสภาวะ อุณหภูมิ 300 – 400 องศาเซลเซียส ความดัน 0.5 บาร์

3.2 วิธีการวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.1เครื่องเอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF)

ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาได้ถูกศึกษาด้วยวิธี X-ray fluorescent spectral analyzer ซึ่งผลของการศึกษาจะสามารถบอกปริมาณขององค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) ที่อยู่ในตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.2 การหาพื้นที่ผิวและปริมาตร (BET)

พื้นที่ผิว (Specific surface area) และ ปริมาตรภายใน (Pore volume) สามารถวัดได้ด้วยเครื่อง BET surface analyzer model ASAP 2000 โดยอาศัยวิธีการดูดซับทางกายภาพของก๊าซไนโตรเจนบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.3กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกสังเกตโดยเครื่อง Hitachi S3400 scanning electron microscopy เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยา (morphology) โดยการศึกษาจะกระทำโดยใช้กำลังขยายอยู่ในช่วง 500 - 15000 เท่า 15 KV

3.2.4 เครื่องวิเคราะห์ผลึก (XRD)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกศึกษาโดยเครื่อง X-ray diffractometer SIEMENS D5000 เพื่อศึกษาโครงสร้างของผลึกทั้งก้อน (Bulk crystal structure) และองค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) ของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.5 เครื่องเอ็กซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (XPS)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกศึกษาโดยเครื่อง Kratos Amicus X-ray photoelectron spectroscopy เพื่อหาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่บริเวณพื้นผิวชั้นนอกพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาและพลังงานอิเล็กตรอนอิสระ (Binding energy)

3.2.6 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกศึกษาโดยเครื่อง Raman spectroscopy เพื่อหาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่สามารถดูดกลืนคลื่นแสงในย่านแสงอินฟาเรดได้

3.2.7 เครื่องศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกศึกษาโดยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) เพื่อหาน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่หายไป (weight loss) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นตามลำดับ

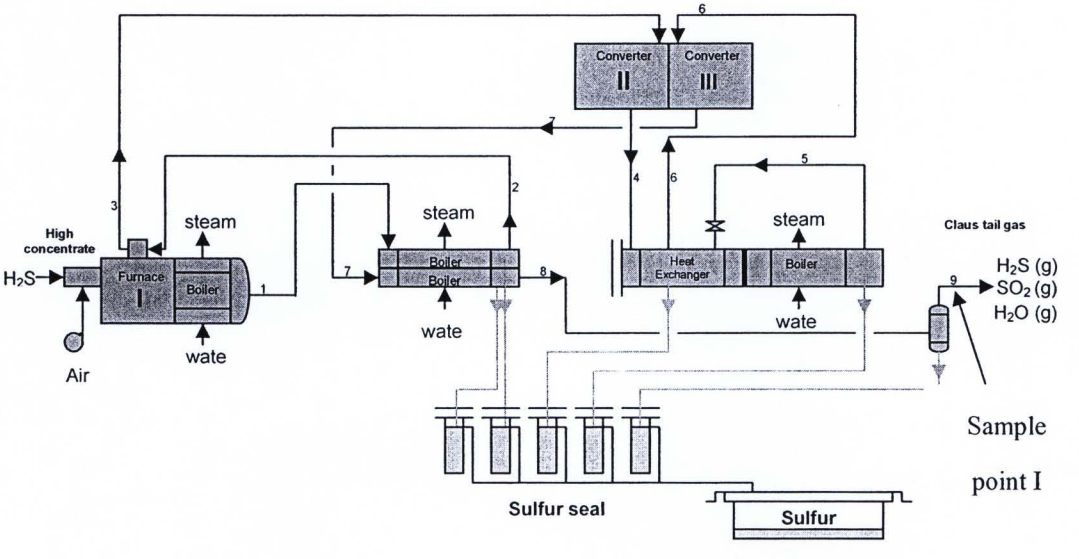
3.2.8 เครื่องศึกษาการออกซิเดชัน (TPO)

ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกศึกษาโดยเครื่อง Temperature-programmed oxidation (TPO) เพื่อหาปริมาณสารที่สามารถเกิดการออกซิเดชันได้เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นตามลำดับ

3.3 การทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยา

ก๊าซในระบบบำบัดก๊าซไข่เน่าจะถูกเก็บตัวอย่างจากบริเวณทางเข้าและทางออกของถังปฏิกรณ์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา Co-Mo/Al_2O_3 อยู่ภายใน เพื่อนำวิเคราะห์องค์ประกอบของก๊าซโดยใช้เครื่อง Gas Chromatography เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา ในการทดลองนี้จะหาความสัมพันธ์ดังนี้

1. ความสัมพันธ์ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์(สารตั้งต้น) ที่เปลี่ยนแปลงไปกับอุณหภูมิของตัวเร่งปฏิกิริยา Co-Mo/Al_2O_3 ที่เพิ่มขึ้น
2. ความสัมพันธ์ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์(สารตั้งต้น) ที่เปลี่ยนแปลงไปกับปริมาณก๊าซไข่เน่าที่เหลือหลังจากผ่านระบบบำบัดแล้วเพื่อหาประสิทธิภาพการบำบัดก๊าซไข่เน่าทั้งหมด



รูปที่ 3.1 การแสดงจุดเก็บตัวอย่าง sample point I

ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่จะนำไปวิเคราะห์นั้นจะเก็บตัวอย่างที่บริเวณ sample point I ดังในรูปซึ่งในการทดลองจะมีตัวแปรควบคุมต่างๆของระบบบำบัดก๊าซไข่เน่าให้คงที่ เช่น สายป้อนก๊าซไข่เน่าที่เข้าสู่ระบบบำบัด Furnace I คงที่ 1900 ลูกบาศก์เมตรต่อชั่วโมง , อุณหภูมิของ Furnace I คงที่ที่ 1200 องศาเซลเซียส , อุณหภูมิที่ทางเข้า Converter II 250 องศาเซลเซียส เป็นต้น แต่จะมีเพียงตัวแปรเดียวที่เปลี่ยนแปลงนั่นคือสายป้อนอากาศที่เข้าสู่ระบบบำบัด (Furnace I) ตั้งแต่ 4,000 – 5,000 ลูกบาศก์เมตรต่อชั่วโมง เพื่อให้ได้ปริมาณก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.1 – 2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรในทางออก (sample point I) ตามต้องการดังสมการ

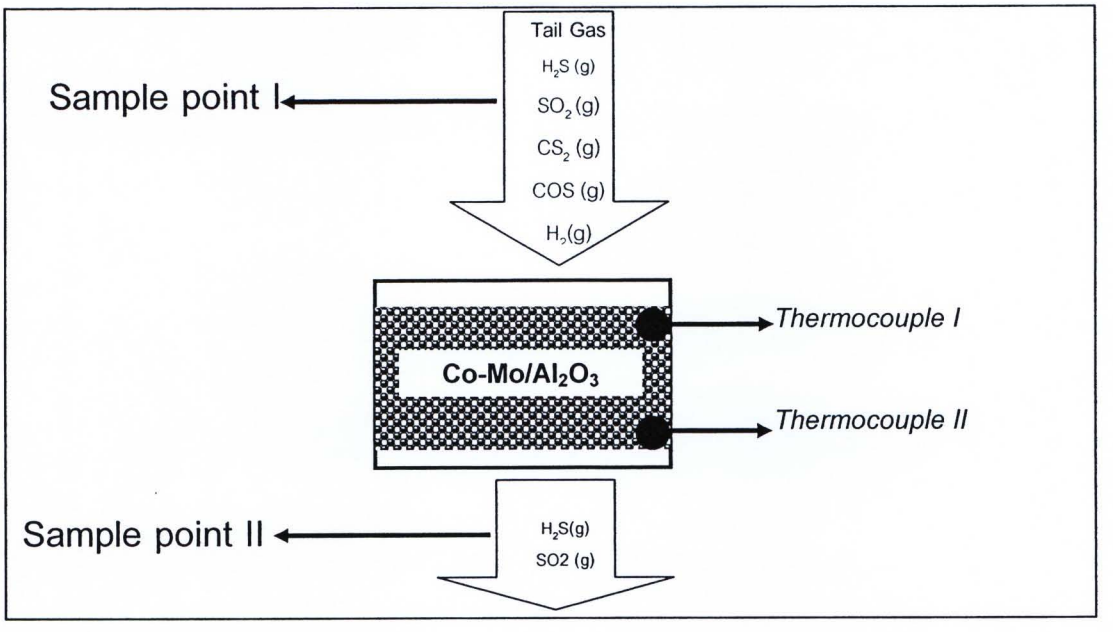
$$H_2S + 3/2O_2 \longrightarrow SO_2 + H_2O + Heat \qquad (1)$$

$$SO_2 + 2H_2S \longleftrightarrow 3S + 2H_2O + Heat \qquad (2)$$

ที่จุดเก็บตัวอย่าง sample point I ให้เป็นสารตั้งต้นที่เข้าทำปฏิกิริยาในตัวเร่งปฏิกิริยา $Co\text{-}Mo/Al_2O_3$ จุดเก็บเก็บตัวอย่าง sample point II เป็นผลิตภัณฑ์ที่ออกจากถังปฏิกรณ์ และภายในถังปฏิกรณ์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา $Co\text{-}Mo/Al_2O_3$ จะมีเครื่องวัดอุณหภูมิ Thermocouple ที่ทางเข้าและทางออกของถังปฏิกรณ์เพื่อหาความแตกต่างของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นหลังการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันดังสมการ

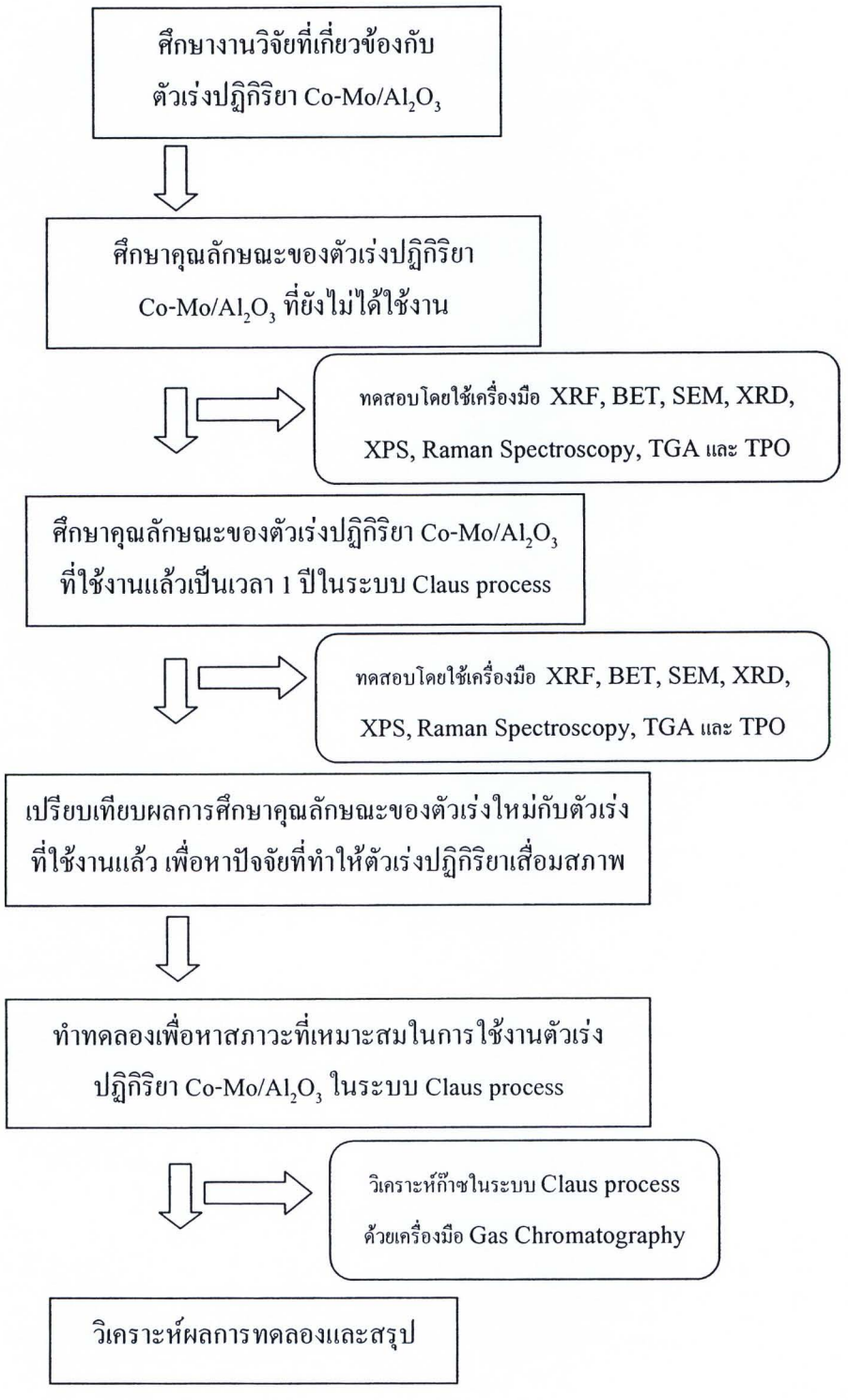
$$SO_2 + 3H_2 \xrightarrow{Co\text{-}Mo/Al2O3} H_2S + 2H_2O + Heat \qquad (3)$$

ปริมาณสายป้อนไฮโดรเจนต้องคงที่และมีปริมาณมากพอเพื่อให้แน่ใจว่าปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ โดยบริเวณทางเข้าถังปฏิกรณ์เราจะควบคุมอุณหภูมิคงที่ 300 องศาเซลเซียส และการเก็บตัวอย่างที่จุด Sample I และ Sample II ต้องทำที่เวลาเดียวกันเพื่อความแม่นยำในการวิเคราะห์ข้อมูล



รูปที่ 3.2 การแสดงจุดเก็บตัวอย่าง sample point Iและsample point II

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย



รูปที่ 3.3 การแสดงวิธีดำเนินการวิจัย