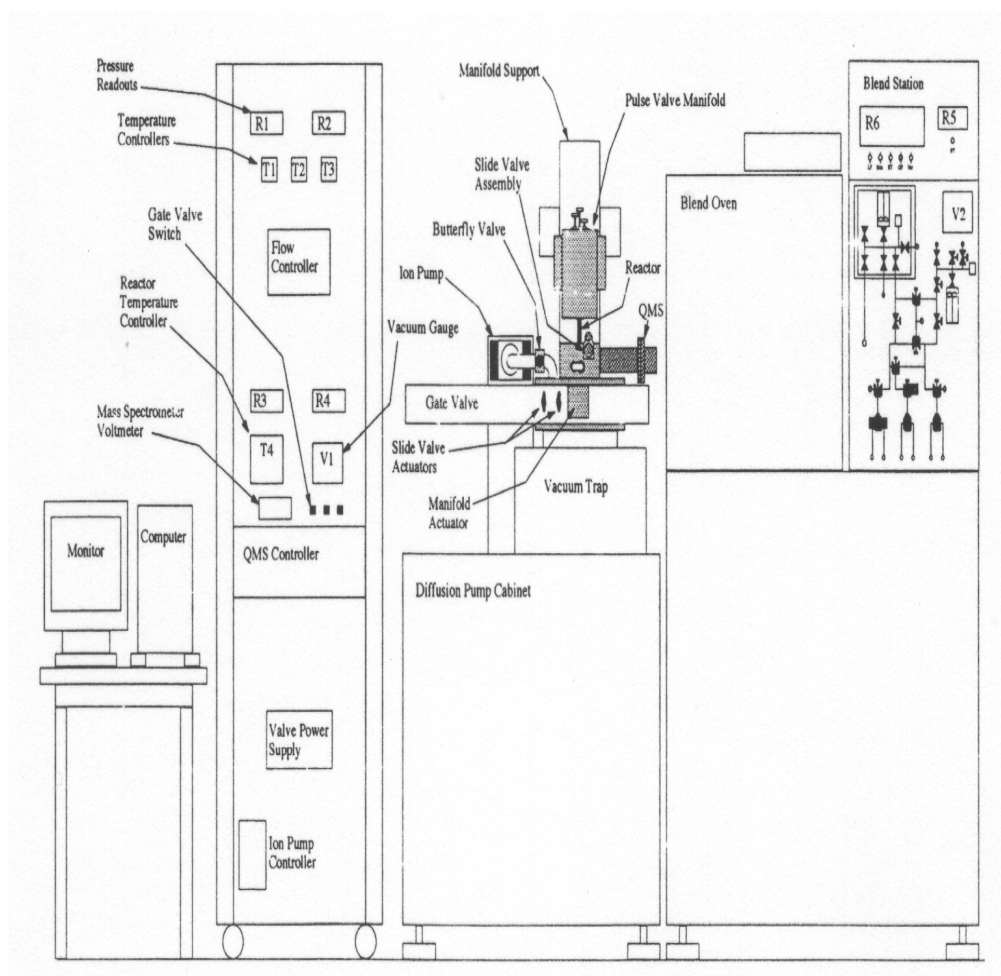


ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ลักษณะและการทำงานของระบบปฏิกรณ์ TAP-2



ภาพผนวกที่ ก 1 ระบบปฏิบัติการ TAP-2

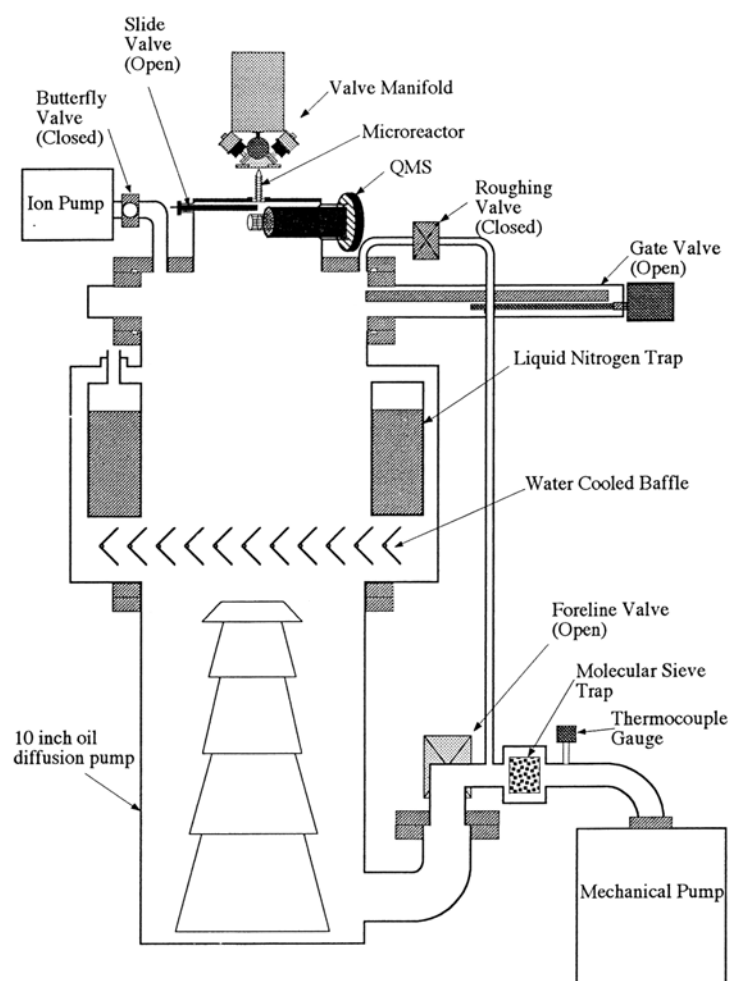
ที่มา: Gleaves *et al.*, (1997)

ลักษณะและการทำงานของระบบปฏิกรณ์ TAP-2

ระบบปฏิกรณ์ TAP-2 ตามที่แสดงในภาพผนวกที่ ก 1 ประกอบด้วยอุปกรณ์พื้นฐานต่อไปนี้ (1) ระบบสุญญากาศ (2) ระบบวาล์ว (เพื่อนำก๊าซ) (3) ปฏิกรณ์ขนาดจิ๋วและชุดควบคุมอุณหภูมิ (4) แมสสเปกโตรมิเตอร์แบบควอดรูโพล (quadrupole mass spectrometer, QMS) (5) ระบบคอมพิวเตอร์ที่ใช้ในการควบคุม ติดตามและบันทึกข้อมูลจากระบบ

1. ระบบสุญญากาศ

โครงสร้างอย่างง่ายของระบบสุญญากาศ TAP-2 ดังแสดงในภาพผนวกที่ ก ประกอบด้วยห้องสองห้องที่แยกจากกันด้วยเกตวาล์ว (gate valve) ห้องแรกที่อยู่ด้านบนมีการติดตั้งแมสสเปกโตรมิเตอร์และวาล์วแบบแผ่นเลื่อน (slide-valve) ที่มีหน้าที่แยกห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) ออกจากปฏิกรณ์ขนาดจิ๋ว และปรับให้ปฏิกรณ์ทำงานได้ทั้งในสภาวะสุญญากาศและที่ความดันบรรยากาศปกติ สำหรับห้องด้านล่าง (lower chamber) ประกอบด้วยส่วนกักเก็บไนโตรเจนเหลว (liquid nitrogen trap) เพื่อเพิ่มการกลั่นตัวของไอ ส่วนชุดแผ่นกั้นที่เลี้ยงด้วยน้ำหล่อเย็นทำหน้าที่ป้องกันการไหลของน้ำมันของปั๊มการแพร่ (diffusion pump) เข้าไปในห้องสุญญากาศ ห้องสุญญากาศดังกล่าวเชื่อมต่ออยู่กับปั๊มเชิงกลโดยมีอัตราการปั๊ม 35 ลูกบาศก์เมตรต่อชั่วโมง และมีตัวกรองโมเลกุล (molecular sieve) เพื่อป้องกันการแพร่ของน้ำมันเข้าสู่ระบบสุญญากาศ การติดตามการเปลี่ยนแปลงความดันทำได้โดยการติดตั้งเกจแบบเทอร์โมคัปเปิล (thermocouple, TC) ระหว่างปั๊มการแพร่และปั๊มเชิงกล

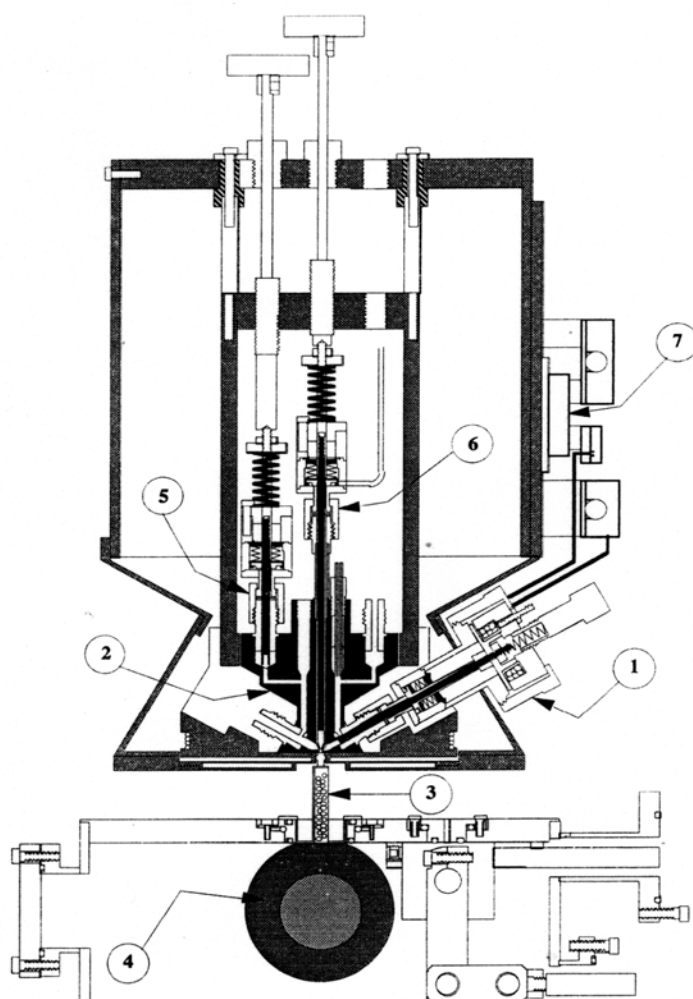


ภาพผนวกที่ ก 2 ระบบสุญญากาศในระบบปฏิบัติการ TAP-2

ที่มา: Gleaves *et al.*, (1997)

2. ระบบวาล์ว (ท่อนำก๊าซ)

ภาพผนวกที่ ก แสดงระบบวาล์ว (ท่อนำก๊าซ) ประกอบด้วยมานิโฟลด์ (manifold) สเตนเลส พัลส์วาล์วความเร็วสูง (high speed pulse-valve) วาล์วสุญญากาศ (vacuum-valve) จำนวน 4 ตัว ปกคลุมความร้อน (heat shroud) ที่เป็นอะลูมิเนียม เครื่องให้ความร้อนชนิดอะลูมิเนียม และสวิตช์ไฟฟ้า (mosfet switching circuit) ท่อและวาล์วในส่วนที่เปียกจะทำด้วยโลหะสเตนเลส ยกเว้นก้านวาล์วซึ่งทำด้วย vespel



ภาพผนวกที่ ก.3 ระบบปฏิกรณ์ TAP-2: (1) พัลส์วาล์วความเร็วสูง (2) มานิโฟลด์ (3) ปฏิกรณ์ (4) แมสสเปกโตรมิเตอร์ (5) วาล์วสุญญากาศ (6) วาล์วควบคุมการไหลโดยมือ (7) สวิตช์ไฟฟ้า

ที่มา: Gleaves *et al.*, (1997)

หลักการทำงาน

การทำงานของระบบพัลส์วาล์วถูกควบคุมด้วยระบบแม่เหล็กไฟฟ้า ที่เกิดจากการให้กระแสไฟฟ้าผ่านขดลวดในช่วงเวลาสั้นๆ ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความเข้มของสนามแม่เหล็กในการเหนี่ยวนำงานแม่เหล็ก (magnetic disc) ซึ่งติดกับก้านวาล์ว เมื่อมีการฉีดก๊าซเข้าสู่ระบบก้านวาล์วจะถูกยกขึ้นเพื่อ

ให้ก๊าซปริมาณเล็กน้อยไหลออกจากวาล์ว และเมื่อไม่มีสนามแม่เหล็ก ก้านวาล์วจะถูกดึงกลับมาสู่ตำแหน่งเดิมด้วยแรงของสปริงที่ติดตั้งอยู่ด้านหลังของจานแม่เหล็ก โดยทั่วไปการฉีดก๊าซเข้าสู่ปฏิกรณ์ในแต่ละครั้งจะใช้เวลา (FWHM) ประมาณ 250-500 ไมโครวินาที และมีปริมาณความเข้มข้นของพัลส์แปรเปลี่ยนไม่เกิน 5 เปอร์เซ็นต์

3. ปฏิกรณ์ขนาดจิ๋วและชุดควบคุมอุณหภูมิ

ปฏิกรณ์จิ๋วที่เป็นไปตามมาตรฐานของระบบ TAP-2 เป็นปฏิกรณ์แบบท่อ (tubular reactor) ทำด้วยโลหะสแตนเลสขนาดความยาว 2.54 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.38 เซนติเมตร และประกอบด้วยเทอร์โมคัปเปิลขนาด 0.05 เซนติเมตร เทอร์โมคัปเปิลถูกสอดผ่านผนังของปฏิกรณ์เข้าไปในชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยา และสามารถเปลี่ยนได้หากเกิดชำรุด นอกจากนั้นที่ผนังของปฏิกรณ์มีขดลวดไฟฟ้าสำหรับให้ความร้อนติดตั้งอยู่ ปฏิกรณ์ขนาดจิ๋วตามมาตรฐานถูกออกแบบให้ทำงานที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และสามารถควบคุมอุณหภูมิให้แตกต่างกันได้ไม่เกิน 1 องศาเซลเซียส เมื่อทำงานแบบโปรแกรมอุณหภูมิ อุณหภูมิของปฏิกรณ์สามารถเพิ่มขึ้นตามเวลาในอัตราที่มากกว่า 20 องศาเซลเซียส ต่อวินาที ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โดยปกติประมาณ 100-300 มิลลิกรัม

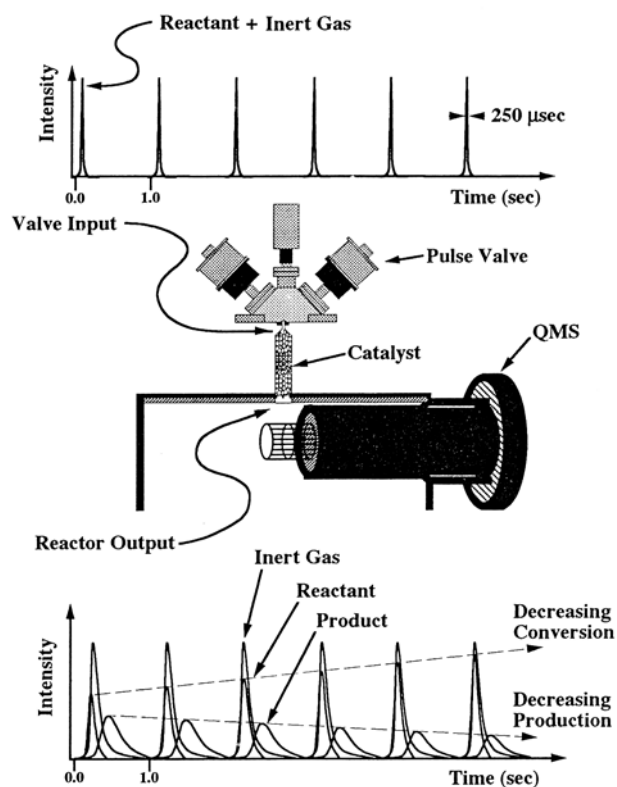
4. แมสสเปกโตรมิเตอร์

ระบบปฏิกรณ์ TAP-2 ใช้แมสสเปกโตรมิเตอร์แบบควอดรูโพล ซึ่งมีช่วงความสามารถในการวัดมวลระหว่าง 0-300 amu พารามิเตอร์ควบคุมสำคัญคือ ความไว (sensitivity) ความกว้างของการสแกน (scan width) และศูนย์กลางการสแกน (scan center) ทั้งหมดสามารถปรับตั้งได้โดยมือหรือควบคุมโดยคอมพิวเตอร์

5. ระบบคอมพิวเตอร์ที่ใช้ในการควบคุม

ระบบปฏิกรณ์ TAP-2 ประกอบด้วยคอมพิวเตอร์ที่ใช้ในการควบคุมและเก็บข้อมูล โดยพารามิเตอร์ที่ใช้การทดลอง เช่น ลำดับการทำงานของพัลส์วาล์ว ความถี่ในการฉีดก๊าซของพัลส์วาล์ว เวลาในการเก็บข้อมูล และความไวของแมสสเปกโตรมิเตอร์ รวมทั้งการกำหนดอุณหภูมิในปฏิกรณ์สามารถกำหนดโดยตรงผ่านคอมพิวเตอร์ โปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้ในการเก็บข้อมูลของระบบมีทั้งการทำงานแบบ SCAN เพื่อใช้เก็บข้อมูลแถบสเปกตรัมของมวล (mass spectra) และแบบ

TRANSIENT เพื่อเก็บข้อมูลที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาด้วยความเร็วสูง หลังจากการทดลองเสร็จสิ้นแล้ว สามารถนำข้อมูลแต่ละชุดมาวิเคราะห์ได้ ข้อมูลพัลส์ที่ได้แสดงในระบบพิกัด 3 มิติได้ โดยอาศัยโปรแกรมสร้างโค้งเรียบ เพื่อคำนวณหาพื้นที่ใต้โค้งและหาผลตอบสนองที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาของพัลส์ที่มีการถ่ายโอนแบบอนุกรม



ภาพผนวกที่ ก 4 ลักษณะผลตอบสนองแบบซึ่งแสดงชุดของการฉีดก๊าซและผลตอบสนองที่ได้จากแมสสเปกโตรมิเตอร์

ที่มา: Gleaves *et al.*, (1997)

การทดลองผลตอบแทนท่อ

พิจารณาภาพผนวกที่ ก ซึ่งแสดงลักษณะการทดลองหาผลตอบแทนท่อ ที่มีการฉีดก๊าซต่อเนื่องจากวาล์วเดี่ยว (single valve) ก๊าซที่ออกจากปฏิกิริยาจะถูกวัดด้วยเครื่องแมสสเปกโตร-มิเตอร์ เมื่อพิจารณาจากแถบสเปกตรัมดังแสดงในภาพผนวกที่ ก พบว่าผลิตภัณฑ์แต่ละชนิดมีลักษณะของผลตอบแทนที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาแตกต่างกัน และเปลี่ยนไปตามจำนวนครั้งในการฉีด โดยก๊าซทำปฏิกิริยามีปริมาณเพิ่มขึ้นขณะที่ผลิตภัณฑ์ลดลง แต่สำหรับก๊าซเฉื่อยซึ่งมีปริมาณคงที่ตลอดการทดลอง ปริมาณของผลิตภัณฑ์แต่ละชนิดที่ต่างกันจะมีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงอัตราการแปลงผันของก๊าซทำปฏิกิริยาและอัตราการเกิดผลิตภัณฑ์ การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวมีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น การลดลงของพื้นผิวที่เกิดการเร่งปฏิกิริยา หรือพื้นผิวที่เกิดการเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพเนื่องจากการสะสมของคาร์บอนบนพื้นผิว