

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในบทนี้กล่าวถึงสารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา และส่วนสุดท้ายจะอธิบายวิธีการทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา รวมถึงสถานะต่างๆที่ใช้ในการศึกษาทดลองสำหรับการดำเนินงานในปีที่ 1 โดยรายละเอียดของแต่ละหัวข้อถูกแสดงตามลำดับดังนี้

3.1 สารเคมี

1. คอปเปอร์ไนเตรต (Copper(II)Nitrate 3-hydrate)
สูตรเคมี : $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
บริษัทผู้ผลิต : BDH Laboratory Supplies, England
2. ซีเรียมไนเตรต (Cerium(III)Nitrate 6-hydrate)
สูตรเคมี : $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
บริษัทผู้ผลิต : Sigma-Aldrich
3. โคบอลต์ไนเตรต (Cobalt(III)Nitrate 6-hydrate)
สูตรเคมี : $\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
บริษัทผู้ผลิต : Asia Pacific Specialty Chemicals Limited
4. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate)
สูตรเคมี : Na_2CO_3
บริษัทผู้ผลิต : scharlua chemie S.A.

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์
2. ขวดรูปชมพู่
3. ข้อนตักสาร
4. บิวเรต
5. ขาดั่งและที่จับยึดบิวเรต
6. กระดาษวัดค่าความเป็นกรด - ด่าง
7. แผ่นพาราฟิล์ม

8. ที่บดสาร
9. ถ้วยเซรามิกส์ทนไฟ
10. ตะแกรงร่อนขนาด 100 เมช
11. เตาทอบ และเตาเผา
12. เครื่อง Gas Sorption Analyzer NOVA-1200
- ใช้วัดพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา
13. เครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วย X-Ray
- ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของปฏิกิริยา
14. เครื่องก๊าซโครมาโทกราฟ
- ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของก๊าซผสม
15. เครื่องปฏิกรณ์แก้ว
- ใช้ทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา

3.3 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยกล่าวเป็นขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ชั่งคอปเปอร์ไนเตรต ซีเรียมนิเตรต และโคบอลต์ไนเตรต ให้ได้ปริมาณที่ต้องการ
2. ปรับความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ไนเตรต ซีเรียมนิเตรต โคบอลต์ไนเตรต ที่ชั่งในขั้นตอนที่ 1 โดยใช้ น้ำดีไอออนไนซ์ (Deionized Water) ให้ได้ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร
3. เติมนโซเดียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ลงในสารละลายผสมของคอปเปอร์ไนเตรต ซีเรียมนิเตรต และโคบอลต์ไนเตรต กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยวัดค่าความเป็นกรด – ด่างของสารละลายให้มีค่าประมาณ 9 และกวนตะกอนที่ได้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. นำตะกอนที่ได้มาทำความสะอาดและแยกตะกอนออก
5. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง
6. นำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
7. นำสารที่ได้มาบดและร่อนด้วยตะแกรงขนาด 100 เมช ได้สารประกอบโลหะผสม คอปเปอร์ออกไซด์ ซีเรียมออกไซด์ และโคบอลต์ออกไซด์

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติเฉพาะ ได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถวัดได้ด้วยการใช้เครื่อง Gas Sorption Analyzer NOVA-1200 ในการวัดจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 100 มิลลิกรัม โดยใช้ไนโตรเจนเหลวเป็นสารให้ความเย็น นอกจากนี้

แล้วยังได้มีการวิเคราะห์หาองค์ประกอบชนิดธาตุ โครงสร้างทางเคมีและปริมาณธาตุที่อยู่ในผงโลหะ ออกไซด์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD) Bruker AXS, Germany Model D8 Advance

3.5 การทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา

การทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา (Activity Test) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากวิธีดังกล่าวข้างต้นจะถูกทดสอบในเครื่องปฏิกรณ์แก้ว (Tubular Micro Reactor) สำหรับการทดสอบความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาคาร์บอนมอนอกไซด์ออกซิเดชัน อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสามารถวัดได้จากเทอร์โมคัปเปิลชนิดเค (K-Type Thermocouple) ที่สัมผัสด้านบนตัวเร่งปฏิกิริยา องค์ประกอบของก๊าซผสมที่ทางออกของเครื่องปฏิกรณ์แก้วจะถูกวิเคราะห์โดยเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีที่ใช้ดีเทคเตอร์แบบ Thermal Conductivity Detector (TCD) และคอลัมน์ที่ใช้ในการแยกก๊าซ คือ Molecular Sieve คอลัมน์นี้ใช้ในการตรวจสอบก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ ก๊าซออกซิเจน และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ในการทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกทดสอบความว่องไวในการเร่งปฏิกิริยาคาร์บอนมอนอกไซด์ออกซิเดชันในสภาวะดังนี้ ในการทดลองจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 80 มิลลิกรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกทดสอบความว่องไวในการเร่งปฏิกิริยาคาร์บอนมอนอกไซด์ออกซิเดชัน ภายใต้สภาวะก๊าซผสมที่ประกอบด้วย ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ร้อยละ 1 โดยปริมาตร ก๊าซออกซิเจนร้อยละ 1 โดยปริมาตร และก๊าซฮีเลียมร้อยละ 98 โดยปริมาตร อัตราการไหลเชิงปริมาตรรวม 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที คิดเป็นความเร็วสเปซเท่ากับ 75000 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมต่อชั่วโมง

3.6 แผนการทดลอง

แผนการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แผนการทดลองในปีที่ 1

ตัวแปรที่ต้องการศึกษา	ตัวแปรควบคุม
อัตราส่วนร้อยละของ $\text{CuO}:\text{CeO}_2:\text{Co}_3\text{O}_4$ ที่ทำการศึกษาเป็นดังนี้	1. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต
- 20 : 76 : 4	2. ความเป็นกรดต่างของสารละลาย
- 20 : 72 : 8	3. อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการอบสาร
- 20 : 68 : 12	4. อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา
- 20 : 64 : 16	5. ขนาดของตะแกรงร่อน