

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงการใช้สารเคมีที่ใช้ในการทดลองอุปกรณ์และเครื่องมือที่มีความจำ เป็นในการทำงานวิจัย และวิธีทำการทดลองโดยรายละเอียดของแต่ละหัวข้อแสดงตามลำดับ ดังนี้

3.1 สารเคมี

1. คอปเปอร์ไนเตรต (Copper (II) Nitrate 3-hydrate)

สูตรเคมี: $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

บริษัทที่ผลิต: Qrec. New Zealand

2. ซีเรียมไนเตรต (Cerium (III) Nitrate 6-hydrate)

สูตรเคมี: $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

บริษัทที่ผลิต: Sigma-Aldrich, Inc.

3. นิกเกิลไนเตรต (Nickel (II) Nitrate 6-hydrate)

สูตรเคมี: $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

บริษัทที่ผลิต: Qrec. New Zealand.

4. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate)

สูตรเคมี: Na_2CO_3

บริษัทที่ผลิต: ScharluaChemie S.A.

5. เมทานอล

บริษัทที่ผลิต: Ajax Finecher Pty Ltd.

6. น้ำดีไอออนไนซ์ (Deionized Water)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์
2. ขวดรูปชมพู่
3. แท่งคนสาร
4. ช้อนตักสาร
5. บิวเรต

6. ขาตั้งและที่ยึดจับบิวเรต
7. แท่งแม่เหล็ก
8. กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง
9. แผ่นพาราฟิล์ม
10. ที่บดสาร
11. ถ้วยเซรามิกสทนไฟ
12. ตะแกรงร่อนขนาด 100 เมช
13. เทอร์โมมิเตอร์
14. ขวดใส่สาร
15. เครื่องแก้วกรองสาร
16. กระดาษกรอง
17. เตาเผา
18. เตาอบ
19. เครื่องชั่ง
20. เทอร์โมคอปเปอร์
21. เครื่อง Gas Sorption Analyzer NOVA-1200
 - ใช้วัดพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา
22. เครื่องก๊าซโครมาโตกราฟ (Gas Chromatograph, GC)
 - ใช้วิเคราะห์หาค่าประกอบของก๊าซผสม
23. เครื่องปฏิกรณ์แก้ว (Tubular Micro Reactor)
 - ใช้ทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา
24. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD)
 - ใช้วิเคราะห์ขนาดผลึกของวัสดุ

3.3 วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการตามขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งคอปเปอร์ไนเตรต นิกเกิลไนเตรต และซีเรียมไนเตรต ให้ได้ปริมาณที่ต้องการ
2. ปรับความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ไนเตรต นิกเกิลไนเตรต และซีเรียมไนเตรต ที่ชั่งในขั้นตอนที่ 1 โดยใช้ น้ำดีไอออนไนซ์ ให้ได้ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร
3. เติมน้ำเตียมคาร์บอเนตความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ลงในสารละลายผสมของคอปเปอร์ไนเตรต นิกเกิลไนเตรต และซีเรียมไนเตรต กวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้มีค่าประมาณ 9 และกวนตะกอนที่ได้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. นำตะกอนที่ได้มาล้างและแยกตะกอนออก

5. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง
6. นำสารที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
7. นำสารที่ได้มาบดและร่อนด้วยตะแกรงขนาด 100 เมช ได้สารประกอบโลหะผสมคอปเปอร์ออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์และซีเรียออกไซด์

3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ โดยใช้เครื่อง Gas Sorption Analyzer NOVA-1200 ในการวัดจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาประมาณ 100 มิลลิกรัม โดยใช้ไนโตรเจนเหลวเป็นสารให้ความเย็น ในการวิเคราะห์ก่อนที่จะทำการวัดพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา จะต้องมีการกำจัดออกจากตัวเร่งปฏิกิริยาก่อน โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปวัดพื้นที่ผิวจำเพาะ นอกจากนี้แล้วยังได้ทราบถึงองค์ประกอบที่อยู่ภายในผงโลหะออกไซด์ วิเคราะห์ขนาดและโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD)

3.5 การทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยา (Activity Test)

การทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาจะทดลองโดยเครื่องปฏิกรณ์แก้วที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เตรียมไว้ ที่มีการควบคุมอุณหภูมิซึ่งใช้เทอร์โมคอปเปอร์ในการวัดอุณหภูมิ ในการทดลองจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 120 มิลลิกรัม ภายใต้สภาวะที่ประกอบด้วยน้ำต่อเมทานอลเป็นสัดส่วน 1:5 อัตราการไหลเชิงปริมาตรรวม 30 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที คิดเป็นความเร็วเชิงพื้นที่ (Space Velocity) 15,000 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมต่อชั่วโมง อีกด้านหนึ่งของเครื่องปฏิกรณ์ต่อเข้ากับเครื่อง Gas Chromatograph (GC) เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของสารตั้งต้นที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาและองค์ประกอบของก๊าซที่เกิดขึ้นจากกระบวนการรีฟอร์มมิง

3.6 แผนการทดลอง

แผนการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แผนการทดลอง

ตัวแปรที่ต้องการศึกษา	ตัวแปรควบคุม
1. อัตราส่วนร้อยละของ $\text{CuO} : \text{NiO} : \text{CeO}_2$ ที่ทำการศึกษาเป็นดังนี้ - 30:0:70 - 30:7:63 - 30:10:60 - 30:14:56 - 30:21:49 - 30:28:42 - 30:30:40 - 30:70:0	1. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 2. ความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย 3. อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการอบสาร 4. อุณหภูมิที่และเวลาที่ใช้ในการเผาสาร 5. ขนาดของตะแกรงร่อน 6. สัดส่วนโดยน้ำหนักระหว่างน้ำและเมทานอลในสายป้อนเป็น 1:5

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งหมดจะถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติเฉพาะ ได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดผลึกและโครงสร้าง องค์ประกอบทางเคมี เป็นต้น และนำไปทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยารีดอกซ์เมทานอลด้วยไอน้ำ ตามขอบเขตงานวิจัยปีที่ ๑