

บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและก๊าซที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีและก๊าซหลักที่ใช้ในงานวิจัยครั้งนี้ประกอบด้วย

1. ก๊าซไฮโดรเจน
2. ก๊าซไนโตรเจน
3. $(\text{NH}_4)\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ ผลิตภัณท์จาก Acros Organics
4. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ผลิตภัณท์จาก Carlo Erba
5. Ethanol ผลิตภัณท์จาก Carlo Erba
6. Deionized water
7. Hydrazine ผลิตภัณท์จาก Sigma Aldrich
8. Polyoxy ethylene 4 Luaryl Ether (PE4LE) ผลิตภัณท์จาก Sigma Aldrich
9. $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ผลิตภัณท์จาก Sigma Aldrich

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

3.2.1 เครื่องมือในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

1. Magnetic Stirrer
2. Centrifuge regenerator
3. Hot air Oven
4. Furnace
5. Homogenizer

3.2.2 เครื่องมือในวิเคราะห์คุณลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยา

1. Transmission electron microscope
2. X-ray diffraction (XRD)
3. BET surface area
4. Inductive Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP)
5. Temperature Programmed

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

การสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์โดยวิธีไมโครอิมัลชัน : Colloidal Emulsion Aphron ที่มีการเติมโลหะว่องไวในการดำเนินการวิจัยครั้งนี้เลือกแหล่งซีเรียมคือ $(\text{NH}_4)\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ และ สำหรับโลหะว่องไวนั้นเลือกโลหะนิกเกิล



3.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ศึกษาวิธีที่เหมาะสม ในการเตรียมซีเรียมออกไซด์ ที่มีการเติมโลหะว่องไว

โดยแบ่งการศึกษาวิธีการเตรียมที่มีการเติมโลหะว่องไวออกเป็น 3 แบบ โดยเลือก $(\text{NH}_4)\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$, เป็นสารตั้งต้นและ Ni เป็นโลหะว่องไว (10%wt.) [5]

วิธีที่ 1 เตรียมซีเรียมออกไซด์โดยวิธี Colloidal Emulsion Aphron (CEA) เติมโลหะว่องไว Ni โดยวิธี Wet Impregnation [5], [7] ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1.เตรียมสารละลายอิมัลชัน โดยใช้เฮกเซน (C_6H_{14}) ปริมาณ 70 มิลลิลิตรแล้วเติม Hydrazine ปริมาณ 3 มิลลิลิตร ทำการกวนด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาทีจากนั้นหยดสารลดแรงตึงผิวคือ Polyoxy ethylene 4 lauryl ether (PE4LE) ในอัตราเร็ว 2 -3 มิลลิลิตรต่อนาที ปริมาณ 12 มิลลิลิตร จนได้สารละลายอิมัลชันชนิด W/O

2.เตรียม Colloidal Gas Aphorons (CGAs) โดยใช้ TWEEN 80 ปริมาณ 3 มิลลิลิตรละลายในน้ำ DI ปริมาณ 30 มิลลิลิตร (ความเข้มข้น 10%vol) จากนั้นนำไปปั่นโดยใช้เครื่อง Homogenizer ความเร็วรอบ 14,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที จะได้ CGAs ที่มีลักษณะเป็นฟองครีมละเอียด

3.นำสารละลายอิมัลชันที่เตรียมไว้ข้างต้นมาหยดลงใน CGAs ที่เตรียมได้อย่างช้าๆ โดยใช้ปิเปต หยดในอัตราเร็วประมาณ 2-3 มิลลิลิตรต่อนาที ในขณะที่กวนฟองครีมด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที จะได้ Colloidal Emulsion Aphrons (CEAs) ตามต้องการ

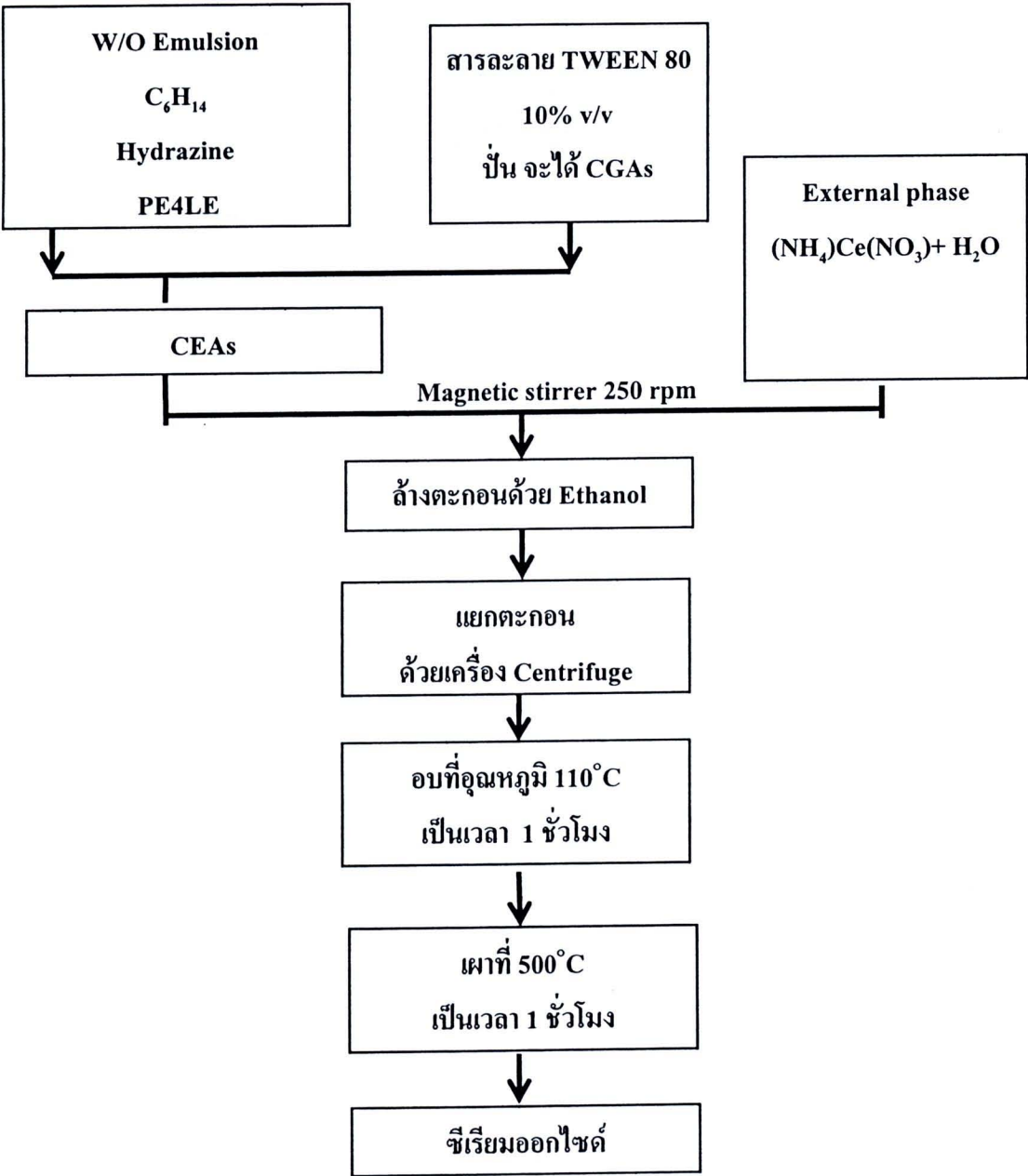
4.เตรียม External phase โดยนำ $(\text{NH}_4)\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ ตามปริมาณที่กำหนด ผสมกับน้ำจนละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

5.จากนั้นนำ External phase ที่เตรียมได้จากข้อ 4 เทลงใน CEAs โดยกวนสารละลายด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง

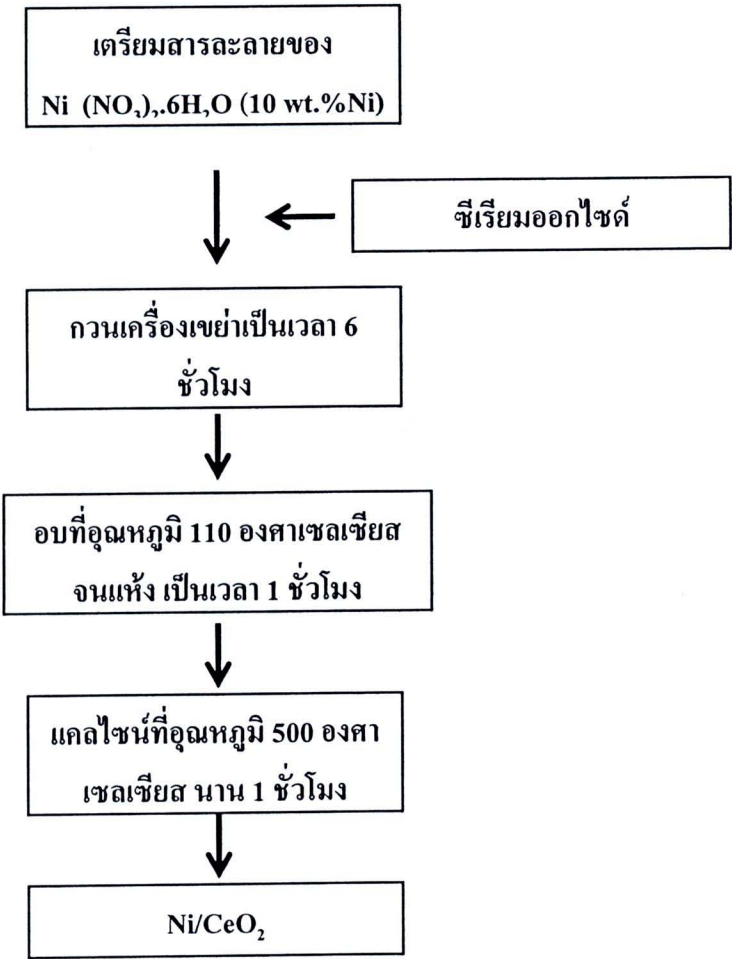
6.นำสารละลายที่ได้จากข้อ 5 ล้างด้วยเอทานอลแล้วทำการแยกเอาส่วนที่เป็นตะกอนโดยใช้เครื่อง Centrifuge ที่ความเร็วรอบ 12,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที

7.ล้างด้วยเอทานอลอีก 2 ครั้ง เพื่อกำจัด organic membrane phase และสิ่งเจือปนที่ยังเหลืออยู่ให้หมดไป

- 8.นำอนุภาคที่ได้มาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 9.หลังจากการอบนำอนุภาคที่ได้ไปเคลือบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ก็จะได้อนุภาคซีเรียบออกไซด์
- 10.เตรียมสารละลายของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (10 wt.%Ni) เดิมสารละลายที่ได้จากข้อ 9 ลงในสารละลายของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ แล้วกวนด้วยเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 11.นำสารที่ได้จากข้อ 10 ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส จนแห้งเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 12.นำสารที่ได้จากข้อ 11 ไปเคลือบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ก็จะได้อนุภาค Ni/CeO_2



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมซีเรียบออกไซด์



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีที่ 1

วิธีที่ 2 เตรียมซีเรียมออกไซด์โดยวิธี Colloidal Emulsion Aphron (CEA) และเติมโลหะของ Ni โดยเตรียม Ni ด้วยวิธี Colloidal Emulsion Aphron (CEA) เช่นกัน แล้วเติมตัวรองรับ [4] CeO₂ ลงไปในสารละลายอิมัลชันของ Ni ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

- 1.เตรียม CeO₂ ตามวิธีที่ 1
- 2.เตรียมสารละลายอิมัลชัน โดยใช้เฮกเซน (C₆H₁₄) ปริมาณ 70 มิลลิลิตร จากนั้นหยดสารลดแรงตึงผิว คือ Polyoxy ethylene 4 lauryl ether (PE4LE) ในอัตราเร็ว 2 -3 มิลลิลิตรต่อนาที ปริมาณ 12 มิลลิลิตร แล้วเติม Hydrazine ปริมาณ 3 มิลลิลิตร ทำการกวนด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที จนได้สารละลายอิมัลชันชนิด W/O
- 3.เตรียม Colloidal Gas Aphorons (CGAs) โดยใช้ TWEEN 80 ปริมาณ 3 มิลลิลิตรละลายในน้ำ DI ปริมาณ 30 มิลลิลิตร (ความเข้มข้น 10%vol) จากนั้นนำไปปั่นโดยใช้เครื่อง Homogenizer ความเร็วรอบ 14,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที จะได้ CGAs ที่มีลักษณะเป็นฟองครีมละเอียด

4. นำสารละลายอิมัลชันที่เตรียมไว้ข้างต้นมาหยดลงใน CGAs ที่เตรียมได้อย่างช้าๆ โดยใช้ปิเปตหยดในอัตราเร็วประมาณ 2-3 มิลลิลิตรต่อนาที ในขณะที่กวนฟองครีมด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที จะได้ Colloidal Emulsion Aphrons (CEAs) ตามต้องการ

5. เตรียม External phase โดยนำ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (10 wt.%Ni) ผสมกับน้ำจนละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

6. จากนั้นนำ External phase ที่เตรียมได้จากข้อ 5 หยดลงใน CEAs โดยกวนสารละลายด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง

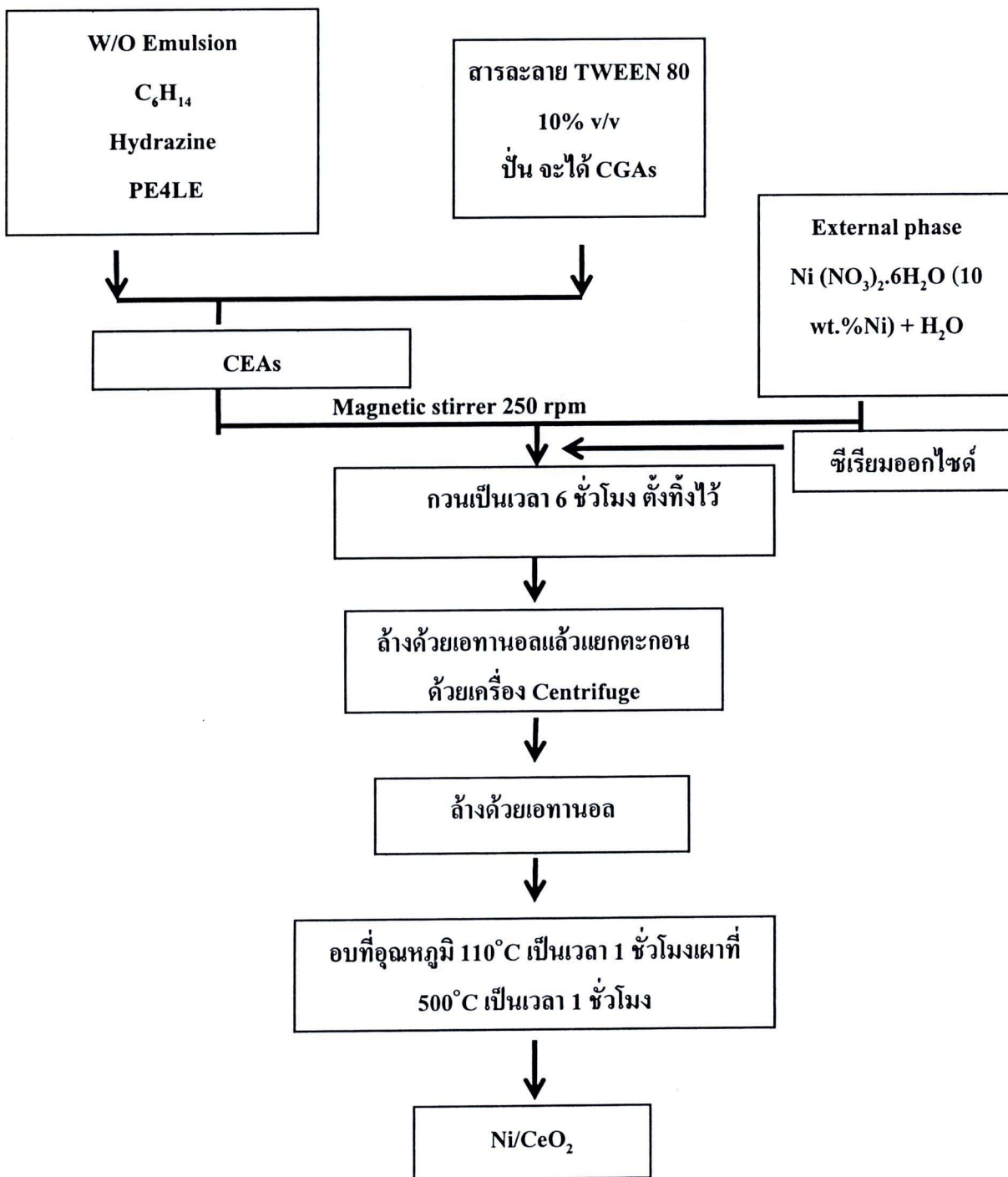
7. เติมสารที่ได้จากข้อที่ 1 ลงไปในสารละลายข้อที่ 6 แล้วกวนด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้

8. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 7. ล้างด้วยเอทานอลแล้วทำการแยกเอาส่วนที่เป็นตะกอนโดยใช้เครื่อง Centrifuge ที่ความเร็วรอบ 12,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที

9. ล้างด้วยเอทานอลอีก 2 ครั้ง เพื่อกำจัด organic membrane phase และสิ่งเจือปนที่ยังเหลืออยู่ให้หมดไป

10. นำอนุภาคที่ได้อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

11. นำสารที่ได้จากข้อ 10 ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมงก็จะได้อนุภาค Ni/CeO_2



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยารูปที่ 2

วิธีที่ 3 เตรียม Ni/CeO₂ โดยวิธี Colloidal Emulsion Aphron (CEA) โดยหยดสารละลายซีเรียมลงใน Colloidal Emulsion Aphron (CEA) แล้วตามด้วยสารละลายนิกเกิล ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1.เตรียมสารละลายอิมัลชัน โดยใช้เฮกเซน (C₆H₁₄) ปริมาณ 70 มิลลิลิตร จากนั้นหยดสารลดแรงตึงผิว คือ Polyoxy ethylene 4 lauryl ether (PE4LE) ในอัตราเร็ว 2-3 มิลลิลิตรต่อนาที ปริมาณ 12 มิลลิลิตร แล้วเติม Hydrazine ปริมาณ 3 มิลลิลิตร ทำการกวนด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาทีจนได้สารละลายอิมัลชันชนิด W/O

2.เตรียม Colloidal Gas Aphorons (CGAs) โดยใช้ TWEEN 80 ปริมาณ 3 มิลลิลิตรละลายในน้ำ DI ปริมาณ 30 มิลลิลิตร (ความเข้มข้น 10%vol) จากนั้นนำไปปั่นโดยใช้เครื่อง Homogenizer ความเร็วรอบ 14,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที จะได้ CGAs ที่มีลักษณะเป็นฟองครีมละเอียด

3.นำสารละลายอิมัลชันที่เตรียมไว้ข้างต้นมาหยดลงใน CGAs ที่เตรียมได้อย่างช้าๆ โดยใช้ใบเรตหยดในอัตราเร็วประมาณ 2-3 มิลลิลิตรต่อนาที ในขณะที่กวนฟองครีมด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที จะได้ Colloidal Emulsion Aphrons (CEAs) ตามต้องการ

4.เตรียม External phase โดยนำ (NH₄)Ce(NO₃) ตามปริมาณที่กำหนด ผสมกับน้ำจนละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน และนำ Ni(NO₃)₂·6H₂O (10 wt.%Ni) ผสมกับน้ำจนละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

5.จากนั้นนำสารละลายซีเรียมที่เตรียมได้จากข้อ 4 เทลงใน CEAs โดยกวนสารละลายด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง และจึงเทสารละลายนิกเกิลลงไป แล้วกวนสารละลายด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง

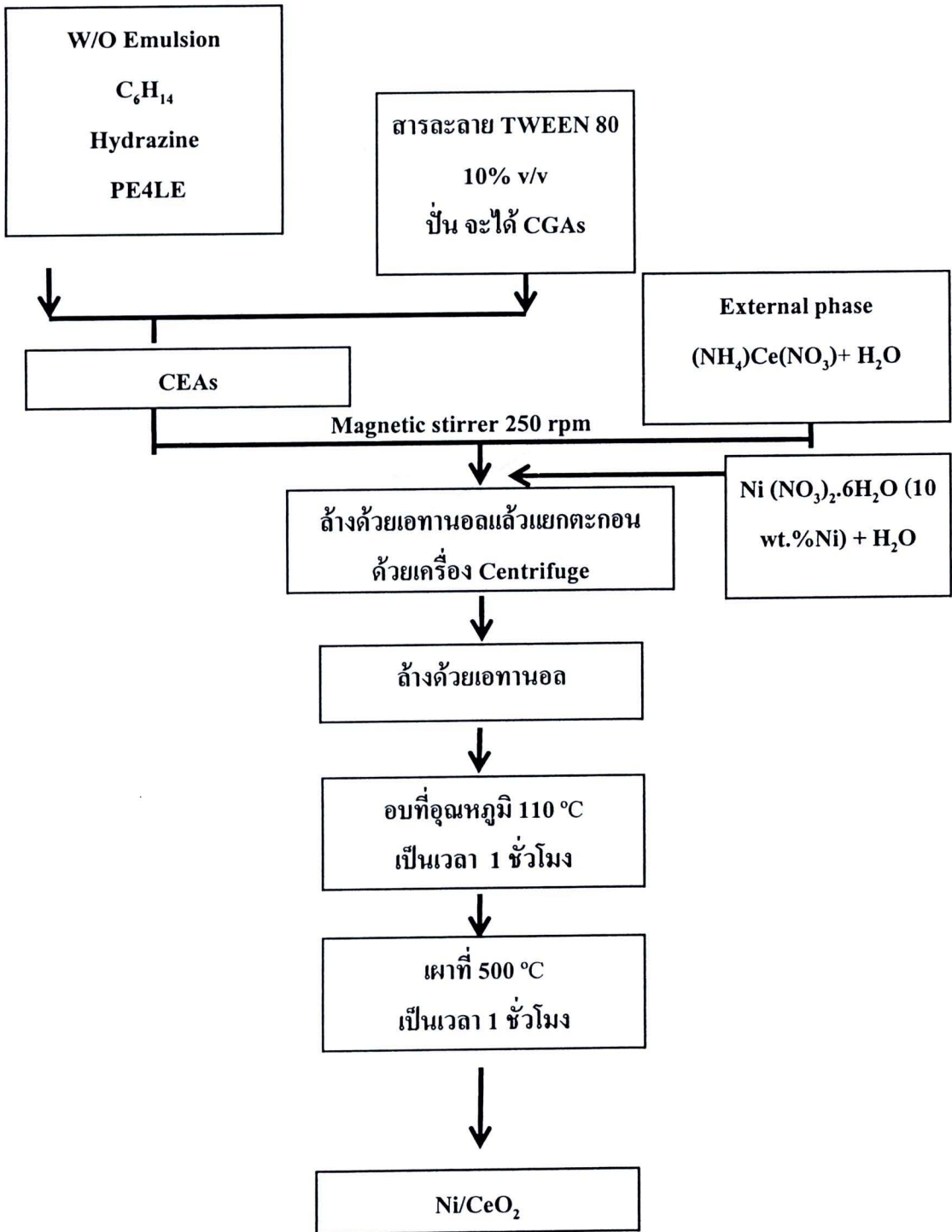
6.นำสารละลายที่ได้จากข้อ 5 ล้างด้วยเอทานอลแล้วทำการแยกเอาส่วนที่เป็นตะกอนโดยใช้เครื่อง Centrifuge ที่ความเร็วรอบ 12,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที

7.ล้างด้วยเอทานอลอีก 2 ครั้ง เพื่อกำจัด organic membrane phase และสิ่งเจือปนที่ยังเหลืออยู่ให้หมดไป

8.นำอนุภาคที่ได้มาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

9.หลังจากการอบนำอนุภาคที่ได้ไปเคลือบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ก็จะได้อนุภาค Ni/CeO₂





รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยารูปที่ 3

นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ตามวิธีที่ 1, วิธีที่ 2 และวิธีที่ 3 วิเคราะห์คุณลักษณะต่างๆ ดังนี้ วิเคราะห์ประสิทธิภาพในการเกิด Redox property โดย Temperature Program Reduction, วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD วิเคราะห์รูปร่างขนาดอนุภาคโดยเทคนิค TEM หาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนโดยเทคนิค BET และวิเคราะห์หาปริมาณโลหะว่องไวโดยเครื่อง ICP แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยา Ni/CeO_2 ที่ได้จากการเตรียมทั้ง 3 วิธีทดสอบในกระบวนการ Steam Reforming ด้วยมีเทนเพื่อเลือก Ni/CeO_2 จากวิธีที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นต่อไป

3.3.2 อุณหภูมิของการแคลไซน์

เมื่อได้วิธีในการสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์ที่มีการเติมโลหะว่องไวที่เหมาะสมตามข้อ 3.3.1 จากแคลไซน์ที่ 500°C เปลี่ยนเป็นแคลไซน์ที่ 900°C 3 ชั่วโมง แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ วิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ดังนี้ วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD หาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนโดยเทคนิค BET และนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

3.3.3 อิทธิพลของตัวรองรับออกไซด์ร่วม

เมื่อได้วิธีในการสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์ที่มีการเติมโลหะว่องไวที่เหมาะสมตามข้อ 3.3.1 แล้วทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ตัวรองรับร่วมคือ Zr ในอัตราส่วนระหว่าง Ce กับ Zr คือ $[\text{Ce}]/[\text{Zr}] = 1/1, 1/3, 3/3$ ตามลำดับ โดยแคลไซน์ที่ 500°C และ 900°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ วิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ดังนี้ วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD หาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนโดยเทคนิค BET และ แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยา $10\%\text{Ni/CeO}_2$ และ $10\%\text{Ni/Ce-ZrO}_2$ ที่ได้จากการสังเคราะห์ตามข้อ 3.3.2 และ 3.3.3 ทดสอบในกระบวนการ Steam Reforming ด้วยมีเทน

3.3.4 อิทธิพลของการเผาภายใต้สภาวะไนโตรเจน

เมื่อได้ซีเรียมออกไซด์ที่มีการเติมโลหะว่องไวที่เหมาะสมแล้วตามข้อ 3.3.1, 3.3.2 และ 3.3.3 แล้วทำการสังเคราะห์ซีเรียมออกไซด์จากแหล่งซีเรียมคือ $(\text{NH}_4)\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ แต่เปลี่ยนจากการแคลไซน์ในอากาศเป็นการแคลไซน์ภายใต้สภาวะไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 900°C แล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ วิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ดังนี้ วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD หาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนโดยเทคนิค BET แล้วนำไปทดสอบในกระบวนการ Steam Reforming ด้วยมีเทน

3.4 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.4.1 วิเคราะห์ หาโครงสร้าง ชนิดของธาตุและขนาดของอนุภาคผลึกตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เครื่อง X-ray diffraction (XRD)

เป็นวิธีการทดสอบเพื่อหาโครงสร้าง (Structure) และองค์ประกอบของผลึกในตัวอย่าง หลักการของ XRD คือเมื่อรังสี X-ray เข้าไปชนกับอะตอม จะเกิดการแพร่กระจายไปทั่วทั้งอะตอม การรบกวนการแพร่กระจายจากอะตอมที่แตกต่างกันจะทำให้เกิดความหนาแน่นของการแพร่กระจาย สูงสุดและต่ำสุดในแต่ละตำแหน่ง หลักการดังกล่าวของ XRD อาศัยพื้นฐานที่ว่า การแตกกระจายรังสี จะเกิดเมื่อคลื่นไปตัดกับชุดของการแพร่กระจายตรงศูนย์กลาง (centers) จาก Bragg’s law แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นของรังสีกับฟังก์ชันของ θ

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

- โดย n = order of diffraction
 d = ช่องว่างภายในผลึก
 θ = angle of incidence (Bragg’ angle)
 λ = ความยาวคลื่น

ค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกสามารถคำนวณได้จากการขยายจุดสูงสุด (Peak) ของ XRD ให้กว้างออกไป สมการที่ใช้ในการหาค่าขนาดเฉลี่ยของผลึก (number average size) แสดงได้ดังนี้

$$\delta = \frac{0.94\lambda}{(B^2 - b^2)^{1/2} \cos \theta}$$

- โดย B = ความกว้างของจุดสูงสุดของ peak สำหรับ diffraction line ที่มุม θ
 b = ค่าสำหรับตัวอย่างผลึกที่ดีที่สุด
 λ = ความยาวคลื่น

ในงานวิจัยนี้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชั่นที่ใช้คือรุ่น Bruker D8 Advance ของภาควิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

3.4.2 BET Analysis (BET surface area)

เป็นวิธีการวัดค่าพื้นที่ผิวที่นิยมใช้กันมากที่สุด และมีการศึกษากันอย่างแพร่หลาย ซึ่งพัฒนาโดย Brunauer Emmett และ Teller เป็นการนำทฤษฎีการดูดซับแบบแลงเมียร์ไอโซเทอม (Langmuir adsorption isotherm) ไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับแบบหลายชั้น (Multilayer adsorption) ซึ่งเป็นไปตามสมการ

$$\frac{P}{V (P-P^*)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C-1)P}{C V_m P^*}$$

- โดย
- P = ความดันที่ใช้ในขณะทดลอง
 - P* = ความดันอิ่มตัว
 - V = ปริมาตรของแก๊สที่ดูดซับ (cm³/g STP)
 - V_m = ปริมาตรของแก๊สที่ต้องการที่จะครอบคลุมพื้นที่ผิวทั้งหมดแบบชั้นเดียว (cm³/g STP)

จากสมการข้างต้นเมื่อทำการสร้างกราฟระหว่างค่า P/[V (P-P*)] จะได้กราฟเป็นเส้นตรงจากค่าความชัน (Slope) จุดตัดแกน (intercept) สามารถนำมาใช้ในการคำนวณค่า V_m และ C ได้

3.4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องผ่าน (Transmission electron microscope)

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบลำแสงส่องผ่านนี้จะคล้ายกับกล้องจุลทรรศน์ทั่วไปแต่จะแตกต่างกันตรงที่กล้องจุลทรรศน์ทั่วไปจะใช้แสงขาวในการส่องสว่าง แต่ TEM นี้จะใช้ลำแสงของอิเล็กตรอนส่องผ่านแทนเนื่องจากช่วงความยาวคลื่นของอิเล็กตรอนนั้นสั้นกว่าช่วงความยาวคลื่นของแสงขาวมาก เมื่อใช้อิเล็กตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสง จึงทำให้ TEM มีกำลังขยายมากกว่ากล้องจุลทรรศน์ทั่วไปหลายพันเท่า ทำให้สามารถมองเห็นวัตถุที่มีขนาดเล็กในระดับอังสตรอม (10⁻¹⁰ m) ได้

3.4.4 Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersion X-Ray Spectroscopy (SEM/EDXS)

วิเคราะห์การกระจายตัวของนิเกิลและหาปริมาณธาตุองค์ประกอบโดยเครื่อง Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersion X-Ray Spectroscopy (SEM/EDXS) ใช้เครื่องยี่ห้อ LEO รุ่น LEO 1450 VP ของศูนย์กล้องจุลทรรศน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ซึ่งกล้อง

จุลทรรศน์แบบส่องกราดนี้ ใช้ศึกษาผิวของตัวอย่างวัตถุที่นำมาศึกษา โดยลำแสงอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปบนผิวของวัตถุ ทำให้ได้ภาพซึ่งมีลักษณะ 3 มิติ

3.4.5 Temperature Program Reduction (TPR)

เครื่อง TPDRO/MS 1100 with Ser.Nr.2002274 on Left Oven เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาคุณสมบัติการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาของสารในงานวิจัยนี้ใช้หา Temperature program reduction ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการสังเคราะห์ ทำการผ่านแก๊ส (N_2 และ H_2) อัตราการไหล $20\text{ cm}^3/\text{min}$ โดยให้ความร้อนแก่ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอัตราการให้ความร้อนคงที่ (10 C/min Stop at 900°C hold 240 min) ใช้ตัวอย่าง 0.5 กรัม

3.5 ศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการ Steam reforming

เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาซีเรียมออกไซด์ที่มีการเติมโลหะว่องไวที่ได้รับจากการสังเคราะห์ จึงดำเนินการด้วยกระบวนการ Steam reforming มีเทน ซึ่งสร้างระบบที่ใช้ในการทดลองโดยส่วนประกอบหลักคือเครื่องปฏิกรณ์ (Catalytic reactor) นอกจากนี้ยังนำระบบ Evaporator เข้ามาใช้เพื่อให้สามารถควบคุมอัตราการป้อนของมีเทนและน้ำเข้าสู่ระบบได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยอัตราส่วนมีเทนต่อน้ำ กำหนดที่ 1.0 ต่อ 3.0 โดยระบบจะถูกต่อกับเข้ากับเครื่อง Gas Chromatography/Mass Spectrometer (GC-MS) เพื่อให้สามารถทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของก๊าซผลิตภัณฑ์จากกระบวนการรีฟอร์มมิ่งว่าสามารถผลิตก๊าซชนิดใดออกมาได้ และปริมาณสารตั้งต้นที่เหลือ โดยก่อนการทดสอบปฏิกิริยา Steam Reforming ทำการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย 10% H_2 ภายใต้สภาวะอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำการป้อนสารละลายผสมระหว่างน้ำกับมีเทนที่มีอัตราส่วนโดยโมล 3:1 ด้วยอัตราการไหล 100 ml/min และทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของก๊าซทุกๆ 30 นาที ทดสอบปฏิกิริยา Steam Reforming ทำที่ความดัน 1 บรรยากาศ อุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ 900°C