



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเซลออกไซด์แบบเส้นใยด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้
เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

Synthesis of Nickel Oxide Catalyst Fiber with Sol-Gel Method by Electro
Spinning Technique

โดย นายไชยยันต์ ไชยยะ

มิถุนายน 2551

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเซลออกไซด์แบบเส้นใยด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้
เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

Synthesis of Nickel Oxide Catalyst Fiber with Sol-Gel Method by Electro
Spinning Technique

นายไชยยันต์ ไชยยะ
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG4980122

ชื่อโครงการ : การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

ชื่อนักวิจัย : นายไชยยันต์ ไชยยะ

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

E-mail Address : cchaiya@gmail.com

ระยะเวลาโครงการ : กรกฎาคม 2549 – มิถุนายน 2551

ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ 2 ขั้นตอน เส้นใย SiO_2 จะถูกฉีดออกมาโดยการเตรียมสารละลายของเตตระเอทิล ออโทซิลิเกต (tetraethyl orthosilicate) โดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ที่ค่าความต่างศักย์สูง 15.0 kV เส้นใยที่ฉีดได้มีลักษณะสม่ำเสมอ จากนั้นสารประกอบ Ni ชนิดต่างๆ เช่น NiCl_2 , NiSO_4 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ จะถูกนำมาใช้ในกระบวนการฝังตัวแบบเปียกเพื่อสร้างหมู่ NiO โดยการแปรผันร้อยละของปริมาณ Ni ต่อ Si เท่ากับ 70, 80 และ 90 ตามลำดับ ในทุกๆ ตัวอย่างจะถูกนำมาแช่ในสารละลายดังกล่าวเป็นเวลาข้ามคืน หลังจากนั้นจะถูกนำมาอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า พบว่าผิวของตัวอย่างที่ได้จะมีความหยาบและขรุขระมากขึ้นเมื่อค่าร้อยละของปริมาณ Ni ต่อ Si มากขึ้น และสามารถคำนวณค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้ทุกตัวอย่างประมาณ $0.38\text{ }\mu\text{m}$ ผลจากเครื่อง XRD ได้แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของ NiO ปรากฏขึ้นบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จากสารประกอบ NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ แต่กลับไม่ปรากฏบนตัวอย่างที่สังเคราะห์จาก NiSO_4 เช่นเดียวกับผลของ XRF ที่ได้ระบุว่าร้อยละโดยปริมาณของ NiO บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 มีค่าเท่ากับ 57.19, 70.88 และ 87.71 ตามลำดับและมีค่าเท่ากับ 71.04, 79.84 และ 89.08 สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ แต่สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiSO_4 เครื่อง XRF ไม่สามารถค้นหาปริมาณ NiO ได้ นอกจากนี้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยในขั้นตอนเดียว สารประกอบ Ni ถูกผสมลงไปในสารละลายเตตระเอทิล ออโทซิลิเกต โดยการแปรผันค่าร้อยละโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si เท่ากับ 2.5, 5 และ 10 ตามลำดับ โดยใช้เงื่อนไขสภาวะในการฉีดเส้นใยเช่นเดียวกับการสังเคราะห์ใน 2 ขั้นตอน ผลที่ได้ปรากฏว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ไม่สามารถถูกฉีดออกมาเป็นเส้นใยได้ที่ค่าร้อยละโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si เท่ากับ 5 และ 10 แต่ตัวอย่างที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ สามารถถูกฉีดออกมาได้ทุกกรณี ดังนั้นหลังจากกระบวนการฉีดเส้นใย จะได้ตัวอย่างทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ซึ่งทั้งหมดจะถูกนำไปผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลจากเครื่อง XRD แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของ NiO ปรากฏขึ้นในทุกๆ ตัวอย่าง โดยเฉพาะตัวอย่างที่สังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ จะมีค่า intensity สูงขึ้นตามค่าร้อยละดัดสนน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับผลของ XRF ซึ่งแสดงปริมาณ NiO ที่ปรากฏอยู่บนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยเช่นกัน นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณของ SiO_2 ที่

ปรากฏก็มีปริมาณสูงเช่นกัน ซึ่งการวิเคราะห์เชิงตัวเลขของเครื่อง EDS ทำให้ทราบว่าร้อยละโดยปริมาณของ NiO ที่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาสังเคราะห์จาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ เท่ากับ 2.9, 4.8 และ 8.8 ตามลำดับ แต่สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก NiCl_2 และ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ จะพบว่ามีค่าร้อยละของ NiO เท่ากันที่ 2.4 ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่ผลิตแบบขั้นตอนเดียวนี้นปรากฏค่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ $2\ \mu\text{m}$

คำหลัก : นิกเกิล ออกไซด์; ตัวเร่งปฏิกิริยา; เส้นใย; อิเลคโตร สปินนิ่ง

Abstract

Project Code : MRG4980122

Project Title : Synthesis of Nickel Oxide Catalyst Fiber with Sol-Gel Method by Electro Spinning Technique

Investigator : Chaiyan CHAIYA

Division of Chemical Engineering, Faculty of Engineering,
Rajamangala University of Technology Krungthep

E-mail Address : cchaiya@gmail.com

Project Period: July 2006-June 2008

In the two steps method, the SiO_2 fiber was prepared from tetraethyl orthosilicate (TEOS) by electro-spinning technique at high voltage condition of 15.0 kV. The synthesized fiber showed uniformly morphology. Nickel oxide was impregnated on SiO_2 fiber by wet impregnation process; using several types of solution such as NiCl_2 , NiSO_4 and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ with various weight percentage of Ni to Si as 70, 80 and 90, respectively. Each sample was impregnated in Ni compound solution for overnight and then dried for 8 hours at 110°C . Finally, dried SiO_2 fibers were calcined at 500°C for 3 hours. The results of SEM at 1,500 times magnification showed that the surface roughness of nickel oxide catalyst fiber increased with an increase in weight percentage and the average diameter of these catalyst fibers were about $0.38\text{ }\mu\text{m}$. The results of XRD showed the structure of NiO appears on catalyst fibers that prepared from NiCl_2 and $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ except that from NiSO_4 . Similarly, the results of XRF indicated that the percentages of NiO on these catalyst fibers increased with an increase in weight percentage as 57.19, 70.88 and 87.71 prepared from NiCl_2 solution and 71.04, 79.84 and 89.08 from $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ solution. On the other hand, there was no NiO on catalyst fibers that prepared from NiSO_4 . In the one step method, the several types of Ni compound were mixed into the TEOS solution before the spinning process by varying weight percentage of Ni to Si as 2.5, 5 and 10, respectively. It was found that the mixture of NiCl_2 or $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ at the weight percentage 5 and 10 couldn't be spun to fiber structure. After spinning process, the synthesized fibers were calcined at 350°C for 2 hours. The results of XRD showed the appearance of NiO on each catalyst fiber. Especially, the intensity of catalyst fiber from $(\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2)$ increase with increasing of the weight percentage. The same as XRD results, the XRF found the stretching of NiO on each fiber. Moreover, it was found that not only NiO appear on catalyst fiber, also SiO_2 is the main composite. The amount of fiber composite was analyzed by EDS. It was demonstrated that the amount of NiO on catalyst fiber from $(\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2)$ were 2.9, 4.8 and 8.8%, respectively. While, preparation of NiCl_2 or $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$

were the same results as 2.4%. The morphology of the catalyst fiber was uniform structure and the average diameter was around 2 μm .

Keywords : Nickel Oxide; Catalyst; Fiber; Electro Spinning

1. ภาพรวมงานวิจัย (Summary)

ในรอบ 24 เดือนที่ผ่านมา ผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ซึ่งได้แบ่งวิธีการสังเคราะห์ออกเป็น 2 วิธี แบบแรกเป็นการสังเคราะห์แบบใช้ 2 ขั้นตอนโดยการเตรียมเส้นใยซิลิกาเป็นเบื้องต้น จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการ Wet impregnation และ อีกวิธีหนึ่งเป็นการสังเคราะห์ในขั้นตอนเดียวโดยการผสมสารประกอบนิกเกิลลงในสารละลายโซลในช่วงก่อนการฉีดเป็นเส้นใย หลังจากนั้นได้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ และนำมาทดสอบปฏิกิริยาในการผลิตแก๊สไฮโดรเจนด้วยกระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำของกลีเซอรอลในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง ซึ่งกระบวนการทั้งหมดที่ได้กล่าวมา ครอบคลุมกับวัตถุประสงค์ทั้งหมดของงานวิจัยนี้

ในการสังเคราะห์แบบใช้ 2 ขั้นตอน เป็นการเตรียมตัวรองรับเส้นใยซิลิกา (Silica fiber supporter) โดยใช้อุปกรณ์อิเล็กโตรสปินนิง (Electro-spinning) ซึ่งเส้นใยดังกล่าวถูกเตรียมจากเตรียมสารละลายโซล ในอัตราส่วนเชิงโมลของ TEOS (tetraethyl orthosilicate) : H_2O : EtOH : HCl เป็น 1:2:2:0.01 ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่ผู้วิจัยได้ทดลองมาก่อนหน้านี้แล้วว่ามีเหมาะสมในการขึ้นรูปเป็นเส้นใยได้ โดยสร้างสนามไฟฟ้าที่มีสภาวะความต่างศักย์สูงที่ 15 kV หลังจากนั้นเส้นใยดังกล่าวถูกนำมาเตรียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยผ่านกระบวนการฝังตัวแบบเปียก (Wet impregnation) แบบใช้สารละลาย $NiCl_2$, $NiSO_4$ และ $Ni(NO_3)_2$ ซึ่งถูกเตรียมเป็นความเข้มข้นต่างๆ เพื่อให้เกิดการแปรผันอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si (เทียบจากน้ำหนักเส้นใยที่เตรียมได้) ที่อัตราส่วน 7:3, 8:2 และ 9:1 ตามลำดับ เส้นใยที่ถูกฉีดออกมาจะถูกนำมาแช่ในสารละลาย Ni ดังกล่าวเป็นเวลา 1 คืนเพื่อให้เกิดการดูดซับจนอิ่มตัว และถูกอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง หลังจากนั้นถูกนำไปผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ $500^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งถือเป็นขั้นตอนสุดท้าย หลังจากกระบวนการดังกล่าวนี้จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด 9 ตัวอย่าง โดยจะถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพโดยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าลักษณะพื้นผิวของเส้นใยจะมีความขรุขระมากขึ้น เมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si มีค่ามากขึ้น และสามารถคำนวณค่าเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใย ซึ่งมีค่าเท่ากับ $0.38 \mu m$ หลังจากนั้นจะถูกนำไปวิเคราะห์ผลโดยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของ Stretching NiO ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จากสารละลาย $NiCl_2$ และ $Ni(NO_3)_2$ แต่กลับไม่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกเตรียมจาก $NiSO_4$ ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับผลที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) กล่าวคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย $NiCl_2$ จะมีปริมาณ NiO เพิ่มขึ้นจาก 57.19%, 70.88% และ 87.71% เมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เพิ่มขึ้น และมีปริมาณ NiO เป็น 71.04%, 79.84% และ 89.08% สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย $Ni(NO_3)_2$ แต่กลับไม่พบ Stretching ของ NiO ถ้าเตรียมจากสารละลาย $NiSO_4$ ในทุกๆ ความเข้มข้นที่เปลี่ยนไป

ในส่วนของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบขั้นตอนเดียวผู้วิจัยจะยกเลิกการใช้สารประกอบ $NiSO_4$ ในการทดลองแต่จะเลือกใช้ นิกเกิลอะซิเตด $Ni(CH_3COOH)$ แทน สารประกอบนิกเกิลแต่ละชนิด จะถูกเติมลงไปในสารละลายโซลก่อนการฉีดออกเป็นเส้นใย และทำการแปรผันอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Si ที่อยู่ในสารละลายต่อน้ำหนักของ Ni ที่เติมลงไป ซึ่งจากการทดสอบเบื้องต้นพบว่า การเติมปริมาณ Ni ลงในสารละลายโซลที่มากเท่ากับการสังเคราะห์ในแบบแรกจะทำให้สารละลายกลายเป็นเจลที่มีลักษณะแข็งตัวได้อย่างรวดเร็วมาก ส่งผลให้ไม่สามารถนำไปฉีดเป็นเส้นใยได้ ดังนั้นในการสังเคราะห์แบบที่สองนี้เราจะใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Si ต่อ Ni เป็น 1:2.5, 1:5 และ 1:10 ซึ่งผลการทดลองในขั้นตอนนี้ พบว่าสารละลายโซลที่เติมสารประกอบ $Ni(CH_3COOH)$ สามารถถูกฉีดออกมาเป็นเส้นใยได้ในทุกๆ อัตราส่วนที่เตรียม ในขณะที่สารละลายโซลที่ผสมสารประกอบ $NiCl_2$ หรือ $Ni(NO_3)_2$ สามารถถูกฉีดออกมาเป็นเส้นใยได้ที่อัตราส่วน 1:2.5 เท่านั้น รวมตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถเตรียมได้ในขั้นตอนนี้ทั้งหมด 5 ตัวอย่าง หลังจากนั้นตัวอย่างดังกล่าวนี้ถูกนำไปแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ $500^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง Electron Diffraction

Scanning (EDS) เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ซึ่งผลการทดลองที่ได้จะถูกยืนยันอีกครั้งด้วยผลวิเคราะห์จากเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) และ X-ray Diffractometer (XRD)

นอกจากการวิเคราะห์หาเอกลักษณ์ของตัวเร่งชนิดต่างๆ ทางกายภาพและทางเคมีแล้ว ตัวเร่งยังได้ถูกนำมาทดสอบใช้ในปฏิกิริยาการผลิตแก๊สไฮโดรเจนด้วยกระบวนการรีฟอร์มมิ่งด้วยไอน้ำของกลีเซอรอลในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง เพื่อวิเคราะห์ประสิทธิภาพในด้านการใช้งานจริงของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

2. วัตถุประสงค์

- 2.1 เพื่อสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยด้วยวิธีโซล-เจลโดยใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง
- 2.2 เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้
- 2.3 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ในปฏิกิริยาทดสอบ

3. วิธีการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยแบบ 2 ขั้นตอน

เริ่มต้นจากการเตรียมสารละลายโซล-เจลในอัตราส่วนเชิงโมล $\text{TEOS}:\text{H}_2\text{O}:\text{EtOH}:\text{HCl}$ เป็น 1:2:2:0.01 โดยการนำ TEOS ผสมกับน้ำตามอัตราส่วนดังกล่าว หลังจากนั้นกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 5 นาที หยดกรดไฮโดรคลอริกตามอัตราส่วน แล้วกวนต่อเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมเอทานอลตามอัตราส่วน แล้วกวนต่อเป็นเวลา 5 นาที นำสารละลายที่ได้กวนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 50°C แล้วกวนเป็นเวลา 60 นาที เมื่อครบ 60 นาที นำสารละลายที่ได้ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 90 นาที ก็จะได้สารละลายที่มีความเหมาะสมในการผลิตเป็นเส้นใยซิลิกา นำสารละลายที่เตรียมได้มาบรรจุหลอด Syringe และนำไปวางไว้ตรงตำแหน่งที่วางบนเครื่อง syringe pump ต่อสายไฟกับขั้วลบของเครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์ 15.0 kV เข้ากับแผ่นสแตนเลส ที่มีลวดมิกเนียมฟอสเฟตนิเกิลติดอยู่ และต่อสายไฟกับขั้วบวกของเครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์ 15.0 kV เข้ากับปลายหลอดแคปิลลารี โดยตั้งระยะห่างระหว่างปลายหลอดแคปิลลารีกับแผ่นสแตนเลสเป็นระยะ 7.5 cm ดังรูปที่ 1 ปรับอัตราการป้อนสารที่เครื่อง Syringe pump เป็น 10.0 mL/h กดปุ่ม run ที่เครื่อง syringe pump และเปิดสวิตช์เครื่องกำเนิดไฟฟ้าเพื่อจ่ายกระแสไฟไปยังขั้วบวกและขั้วลบที่ต่อไว้ สารละลายที่บรรจุอยู่ในหลอดจะพุ่งออกจากปลายหลอดแคปิลลารี และยืดตัวออกเกิดเป็นเส้นใย และพุ่งไปสู่แผ่นโลหะ ท้ายสุดจะเก็บเส้นใยตัวอย่างที่ได้ไว้ในที่มืดชิตและไม่มีควมชื้น เพื่อเตรียมใช้ในขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป



รูปที่ 1 ชุดทดลองอิเล็กโตรสปินนิง

นำเส้นใยซิลิกาที่ผลิตได้ ไปชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาปริมาณซิลิกา (Si) ที่มีอยู่ในเส้นใยและทำการคำนวณปริมาณของนิเกิล (Ni) ที่จะต้องใช้เป็นองค์ประกอบในตัวรองรับเส้นใย ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni:Si เป็น 7:3, 8:2 และ 9:1 ตามลำดับ โดยใช้สารประกอบนิเกิลคลอไรด์ (NiCl_2) เป็นสารตั้งต้น ซึ่งนิเกิลคลอไรด์ที่ถูกชั่งตามอัตราส่วนที่ได้คำนวณไว้แล้ว ถูกนำมาละลายน้ำปริมาณ 2 ml หลังจากนั้นเทสารละลายที่เตรียมไว้ลงในชามระเหย (Evaporating disk) ที่มีเส้นใยซิลิกาที่ทราบน้ำหนักแน่นอน ใส่ไว้รออยู่ แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 1 คืน เพื่อให้เกิดการดูดซับ หลังจากนั้นนำไปเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่ออบไล่ น้ำ และนำเส้นใยซิลิกาที่อบเสร็จแล้วไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นเส้นใยที่มีนิเกิลออกไซด์ฝังตัวอยู่ ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้นโดยเปลี่ยนชนิดของสารประกอบนิเกิลเป็น นิเกิลซัลเฟต (NiSO_4) และนิเกิลไนเตรท ($\text{Ni(NO}_3)_2$) ตามลำดับ ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM), X-ray Fluorescence (XRF) และ X-ray Diffraction spectrometer (XRD) ต่อไป

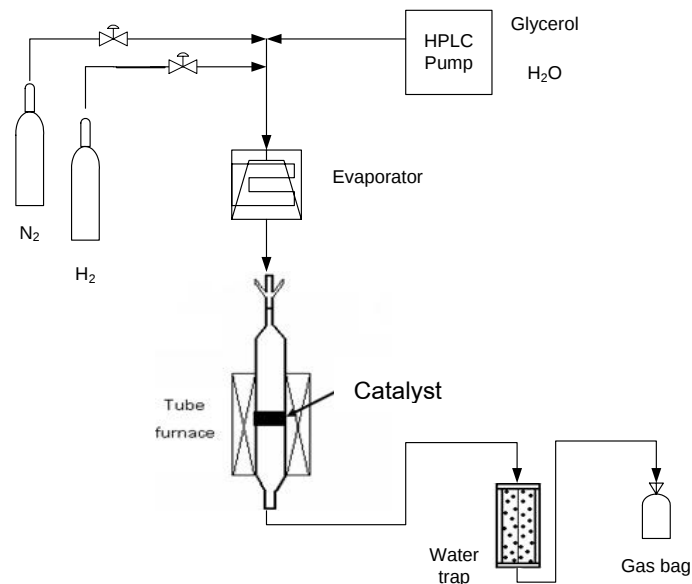
3.2 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์แบบขั้นตอนเดียว

เริ่มจากการเตรียมสารละลายโซลเจลในอัตราส่วนเชิงโดยโมลของ $\text{TEOS:H}_2\text{O:EtOH:HCl}$ เป็น 1:2:2:0.01 นำ TEOS ผสมกับน้ำกลั่นตามอัตราส่วนและกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 5 นาที หยดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ตามในอัตราส่วน แล้วกวนต่อเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมเอทานอล (EtOH) ตามอัตราส่วนแล้วกวนต่ออีกเป็นเวลา 5 นาที นำสารละลายที่ผสมได้กวนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ $55 \pm 2^\circ\text{C}$ แล้วกวนด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที กวนเป็นเวลา 30 นาที หยดสารละลายนิเกิลอะซิเตต $\text{Ni(CH}_3\text{COOH)}$ ร้อยละ 2.5 โดยน้ำหนักของ นิเกิลลงในสารละลายแล้วกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที นำสารละลายที่ได้ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง โดยเก็บในหลอดบรรจุสาร ทำการทดลองซ้ำโดยการเปลี่ยนอัตราส่วนโดยน้ำหนักของนิเกิลเป็นร้อยละ 5 และ 10 ตามลำดับ และเปลี่ยนจากสารละลายนิเกิลอะซิเตตเป็นสารละลายนิเกิลไนเตรต ($\text{Ni(NO}_3)_2$) และนิเกิลคลอไรด์ (NiCl_2) ที่มีร้อยละโดยน้ำหนักของ นิเกิลเท่ากับ ร้อยละ 2.5, 5 และ 10 ตามลำดับ

นำสารละลายแต่ละชนิดที่ผสมได้ มาบรรจุลงใน Syringe ที่วางบนเครื่อง syringe pump และต่อสายไฟกับขั้วลบของเครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์ 15.0 kV เข้ากับแผ่นโลหะสแตนเลสที่มีอุณหภูมินิยมพอยล์ติดอยู่ ต่อสายไฟกับขั้วบวกของเครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์ 15.0 kV เข้ากับปลายหลอด Capillary ตั้งระยะห่างระหว่างปลายหลอดชนิดยากับแผ่นโลหะสแตนเลสเป็นระยะ 15.0 cm ปรับอัตราการป้อนสารที่ 10.0 ml/h และใช้เครื่องกำเนิดไฟฟ้าความต่างศักย์ 15.0 kV เมื่อเปิดให้ระบบดำเนินการ สารละลายจะพุ่งออกจากปลายหลอด Capillary เกิดเป็นเส้นใยและพุ่งไปสู่แผ่นโลหะ จากนั้นนำเส้นใยที่ได้ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เส้นใยที่สังเคราะห์ได้จะถูกตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM/EDS, XRD และ XRF

3.3 การทดสอบปฏิกิริยาการผลิตแก๊สไฮโดรเจนด้วยกระบวนการรีฟอร์มมิ่งด้วยไอน้ำ

ติดตั้งชุดการทดสอบปฏิกิริยาดังรูปที่ 2 และเตรียมสารละลายกลีเซอรอลที่มีสัดส่วนของกลีเซอรอลต่อน้ำเท่ากับ 1 ต่อ 9 โดยโมล ซึ่งเตรียมที่จะปล่อยเข้าสู่ด้านบนของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ที่เตรียมได้ 0.218 กรัม ใส่ลงในท่อชั้นในของเครื่องปฏิกรณ์แบบเบตนิ่ง จากนั้นเปิดแก๊สไฮโดรเจนเข้าสู่ระบบเพื่อทำการรีดิวซ์ โดยให้เครื่องปฏิกรณ์มีอุณหภูมิ 700°C ด้วยอัตราการไหลเท่ากับ 30 ml/min เข้าท่อชั้นใน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำการปรับอุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์เท่ากับ 500°C พร้อมปิดแก๊สไฮโดรเจน ซึ่งเมื่ออุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์เท่ากับ 500°C ให้ทำการป้อนแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหลเท่ากับ 17.44 ml/min เป็นเวลา 15 นาที ก่อนป้อนสารละลายกลีเซอรอลที่เตรียมไว้ ด้วยอัตราการไหล 0.03 ml/min ซึ่งในขณะที่ป้อนสารละลายกลีเซอรอลและแก๊สไนโตรเจนเข้าทางด้านบนของเครื่อง จะต้องผ่านเครื่องระเหยที่มีการควบคุมอุณหภูมิเท่ากับ 300°C เพื่อเป็นการให้ความร้อน (Preheat) ก่อนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ที่มีท่อแก้วบรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยต่อไป



รูปที่ 2 ชุดทดสอบปฏิกิริยาการผลิตแก๊สไฮโดรเจนด้วยกระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำ

4. ผลการทดลอง

4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยแบบ 2 ขั้นตอน

จากการทดลองโดยใช้ชุดอิเล็กทรอนิกส์สามารถฉีดสารละลายโซลให้เป็นเส้นใยได้โดยใช้อัตราส่วนเชิง โมลของ TEOS : EtOH : H_2O : HCl ที่อัตราส่วน 1 : 2 : 2 : 0.01 โดยใช้อัตราการป้อนสาร 10.0 mL/h และความต่างศักย์ 15.0 kV และนำเส้นใยซิลิกาที่ได้ไปสังเคราะห์เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์โดยใช้สารตั้งต้นต่างชนิดกันคือนิกเกิลคลอไรด์ นิกเกิลซัลเฟต และ นิกเกิลไนเตรท จากรูปที่ 3 พบว่าลักษณะของเส้นใยซิลิกาที่ยังไม่ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ลงไปเส้นใยมีสีขาว ลักษณะคล้ายใยแมงมุม รูปที่ 4 เมื่อได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ลงบนเส้นใยซิลิกาโดยใช้วิธีการฝังตัวแบบเปียก พบว่าเส้นใยที่ได้มีลักษณะเหมือนเดิมแต่สีของเส้นใยที่ได้เป็นสีเทา เกิดการเปลี่ยนรูปไปเป็นนิกเกิลออกไซด์ของสารตั้งต้น

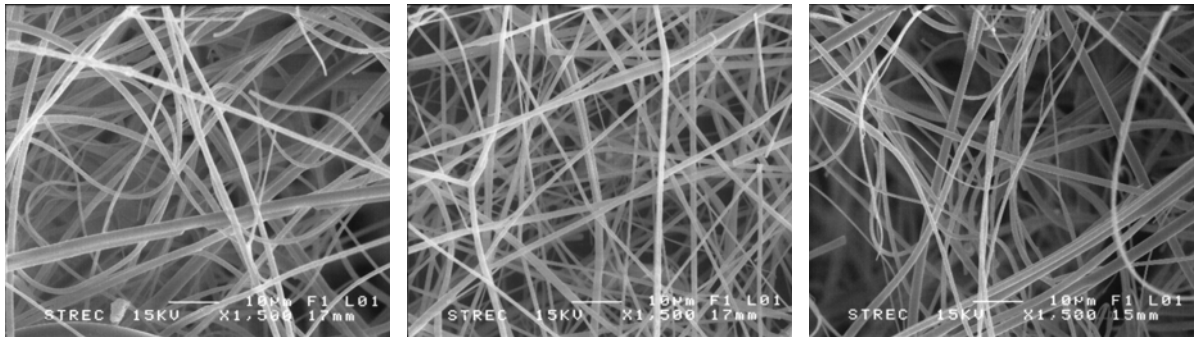


รูปที่ 3 เส้นใยซิลิกา

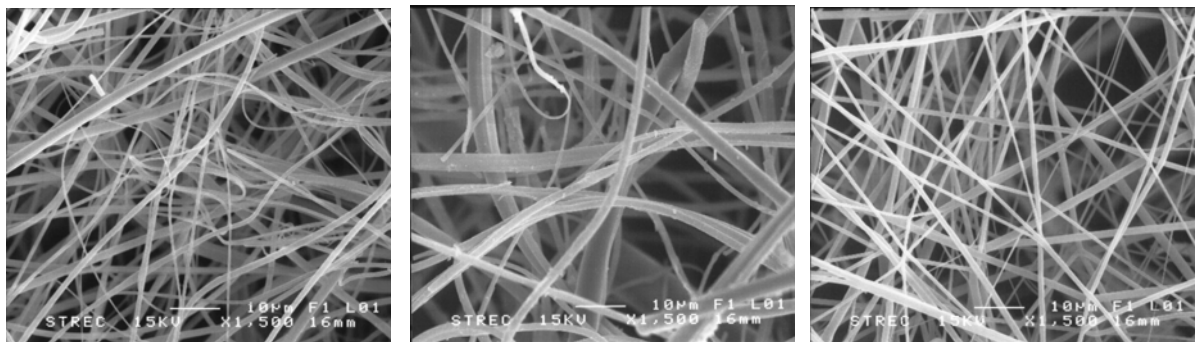


รูปที่ 4 เส้นใยซิลิกาที่ผ่านการสังเคราะห์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

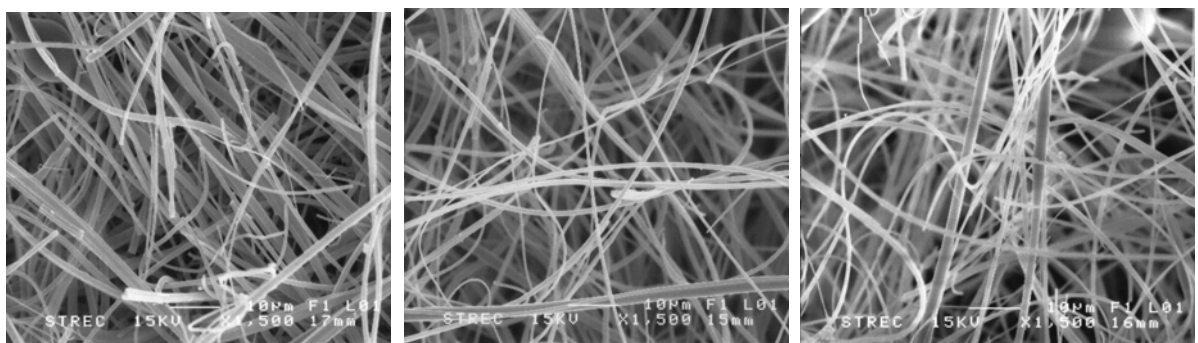
ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่มีตัวรองรับเป็นเส้นใยซิลิกาจะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย SEM ที่กำลังขยาย 1500 เท่า เพื่อดูลักษณะโครงสร้างทางกายภาพ โดยผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 5-7



รูปที่ 5 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา (กำลังขยาย 1,500 เท่า) โดยการสังเคราะห์ด้วยนิเกิลคลอไรด์

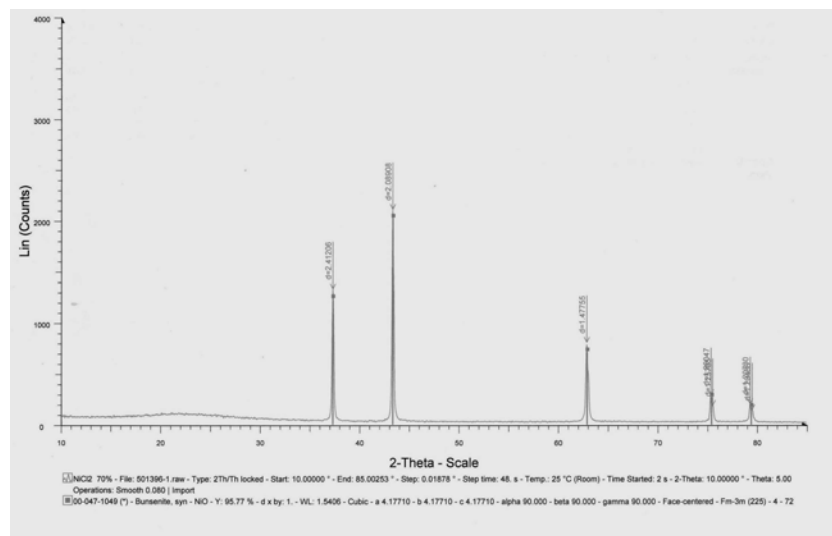


รูปที่ 6 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา (กำลังขยาย 1,500 เท่า) โดยการสังเคราะห์ด้วยนิเกิลไนเตรท

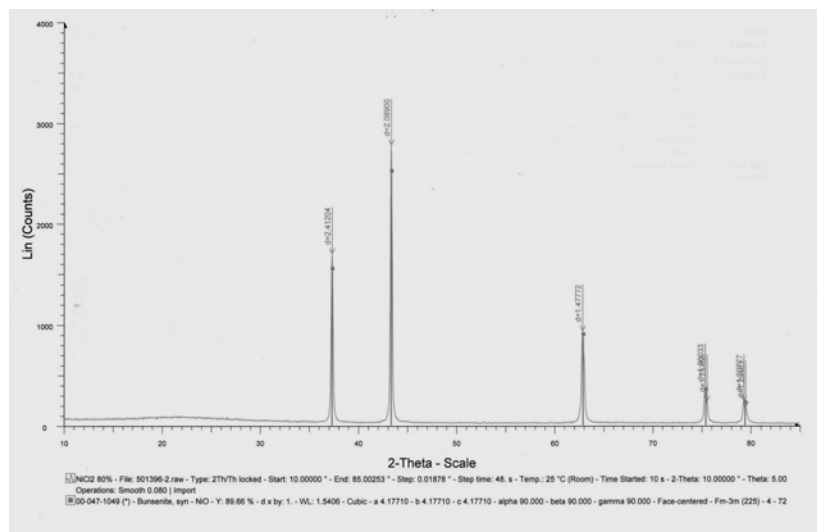


รูปที่ 7 โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา (กำลังขยาย 1,500 เท่า) โดยการสังเคราะห์ด้วยนิเกิลซัลเฟต

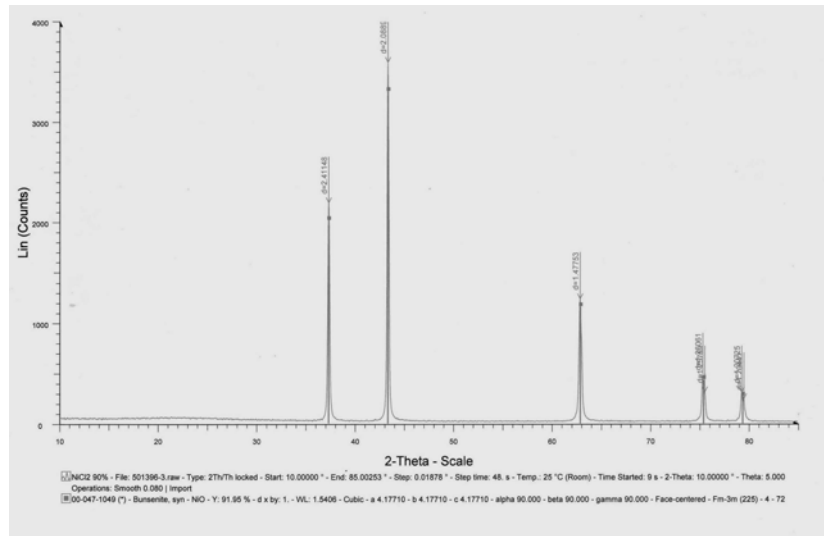
จากรูปที่ 5-7 จากการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ส่องผ่านด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 1,500 เท่า พบว่าพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยามีความขรุขระมากขึ้นเมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni ต่อ Si เพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดจากการฟอร์มตัวขึ้นของสารประกอบออกไซด์ และจากการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่ามีความใกล้เคียงกันในแต่ละตัวอย่าง ซึ่งสามารถวัดออกมาเป็นค่าเฉลี่ยได้ $0.38 \mu\text{m}$ ในส่วนของการวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) เอกซ์-เรย์ดิฟแฟรคชันเป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อหาโครงสร้างหรือชนิดของผลึก โดยโครงสร้างของนิกเกิลออกไซด์ (NiO) ที่ปรากฏให้เห็นนั้นแสดงพีคขึ้นมาที่ค่า 2-theta เท่ากับ 43.5° ยกเว้นในกรณีที่ตัวเร่งปฏิกิริยานั้นถูกเตรียมจากสารละลายนิกเกิลซัลเฟต (NiSO_4) กลับไม่ปรากฏโครงสร้างของ NiO หรือ NiO_2 ซึ่งเป็นหมู่ทำหน้าที่ที่มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ดังแสดงได้จากรูปที่ 8-16



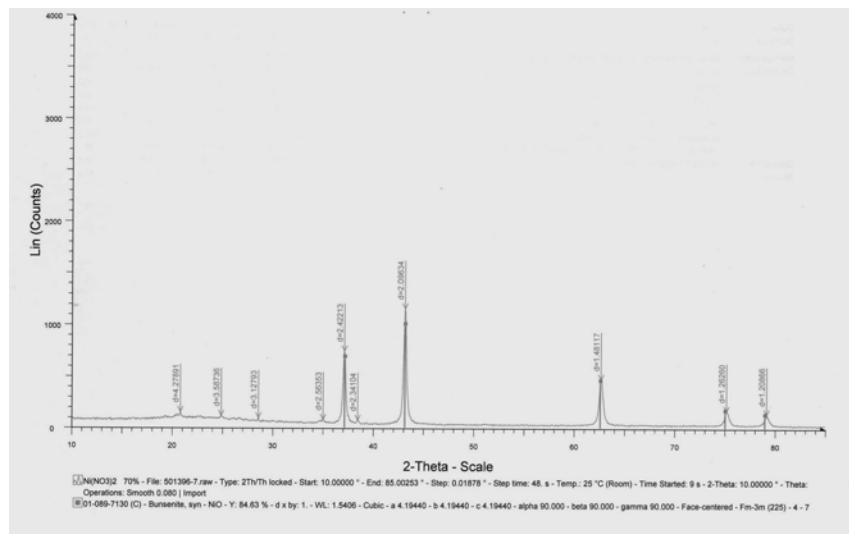
รูปที่ 8 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ ที่เตรียมจาก NiCl_2 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 7:3



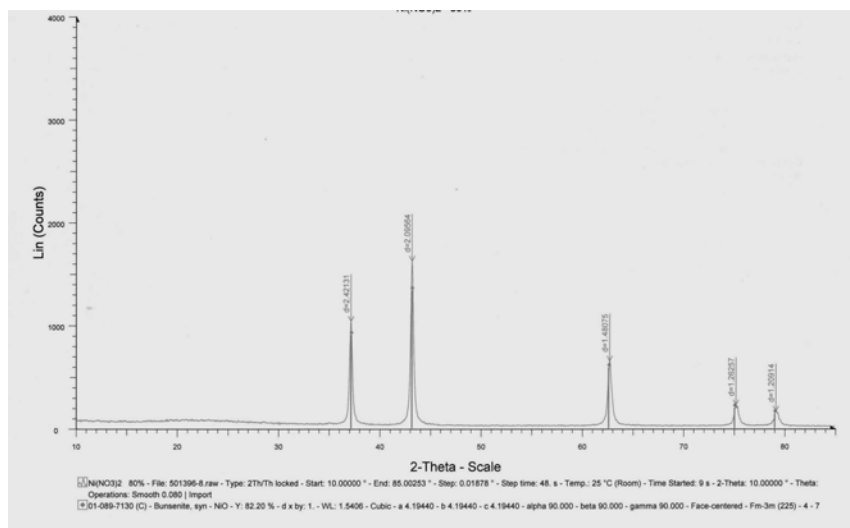
รูปที่ 9 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ ที่เตรียมจาก NiCl_2 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 8:2



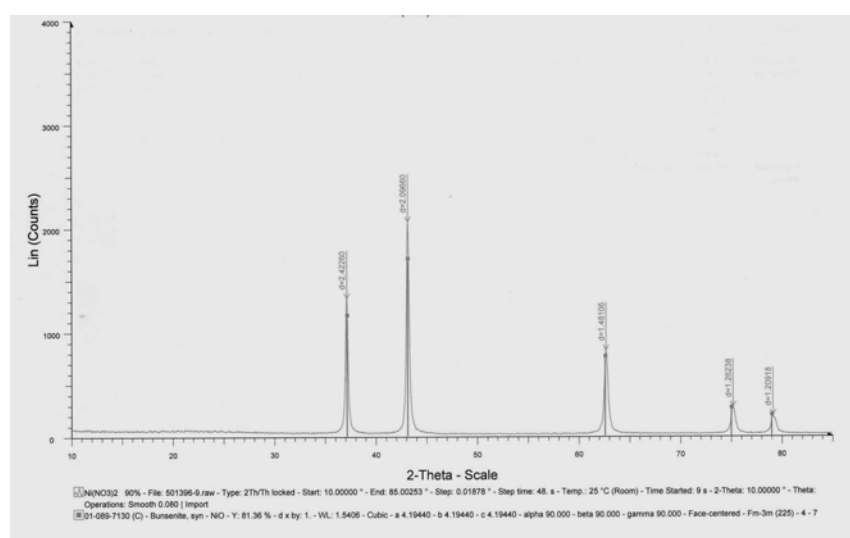
รูปที่ 10 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก NiCl_2 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 9:1



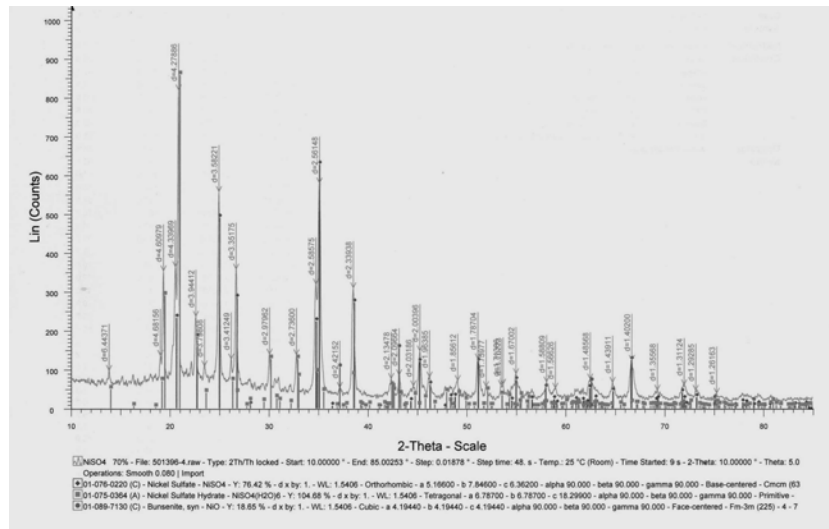
รูปที่ 11 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 7:3



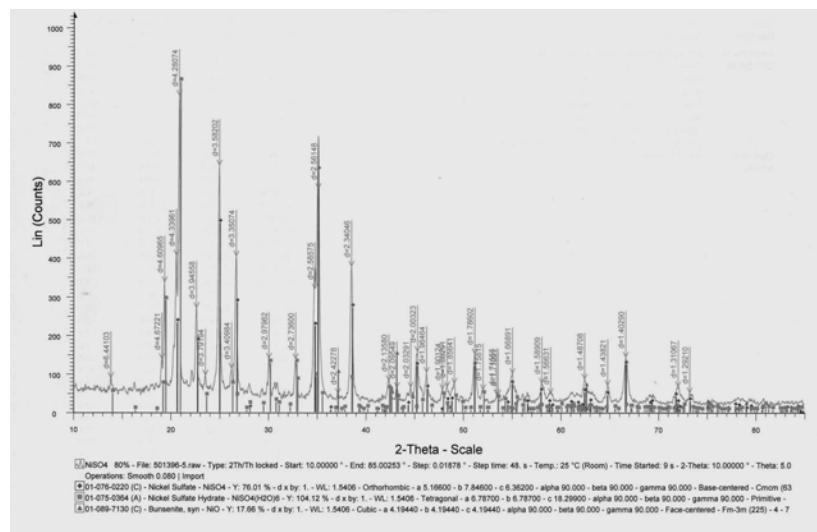
รูปที่ 12 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 8:2



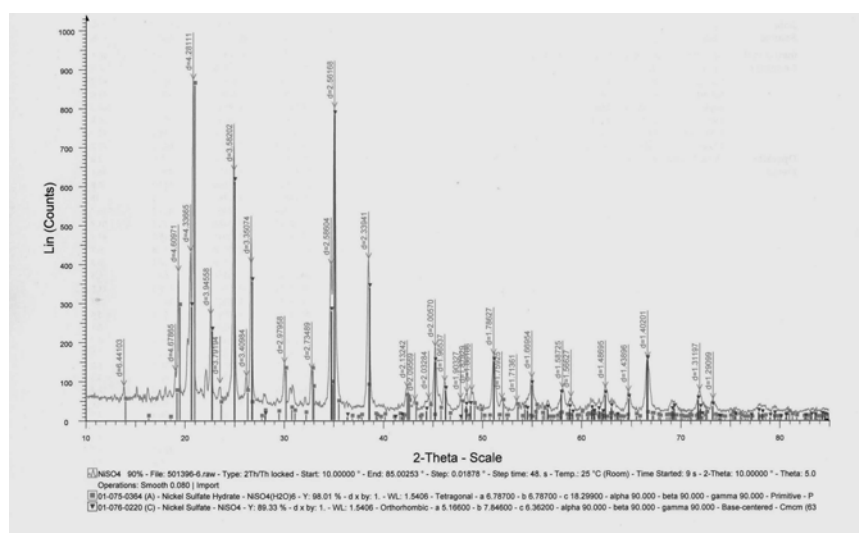
รูปที่ 13 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 9:1



รูปที่ 14 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก NiSO_4 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 7:3



รูปที่ 15 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก NiSO_4 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 8:2



รูปที่ 16 XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมจาก NiSO_4 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni : Si เป็น 9:1

ข้อมูลจากเครื่อง XRD ต้องได้รับการยืนยันผลจากเครื่อง X-ray Fluorescence (XRF) โดยตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่มีตัวรองรับเป็นเส้นใยซิลิกาทั้ง 9 ตัวอย่าง จะถูกนำไปวิเคราะห์หาสัดส่วนปริมาณของนิกเกิลออกไซด์ ผลที่ได้มีความสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD กล่าวคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย NiCl_2 จะมีปริมาณ NiO เพิ่มขึ้นจาก 57.19%, 70.88% และ 87.71% เมื่ออัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni:Si มากขึ้น และมีปริมาณ NiO เป็น 71.04%, 79.84% และ 89.08% สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ แต่กลับไม่พบ Stretching ของ NiO ถ้าเตรียมจากสารละลาย NiSO_4 ในทุกๆความเข้มข้นที่เปลี่ยนไป แต่กลับยังคงพบปริมาณของ NiSO_4 ตกค้างอยู่บนเส้นใยจำนวนมากซึ่งสามารถแสดงค่าได้ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 1 ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%) ที่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย NiCl_2

หมู่ทำหน้าที่	ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%)		
	สัดส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni:Si		
	7:3	8:2	9:1
NiO	57.19	70.88	87.71
Al_2O_3	1.18	0.68	0.23
SiO_2	40.91	28.02	11.78
SO_3	0.27	0.24	0.28

ตารางที่ 2 ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%) ที่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$

หมู่ทำหน้าที่	ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%)		
	สัดส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni:Si		
	7:3	8:2	9:1
NiO	69.04	79.84	89.08
Al_2O_3	0.77	0.58	0.28
SiO_2	27.22	18.90	10.17
SO_3	0.58	0.32	-

ตารางที่ 3 ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%) ที่ปรากฏบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารละลาย NiSO_4

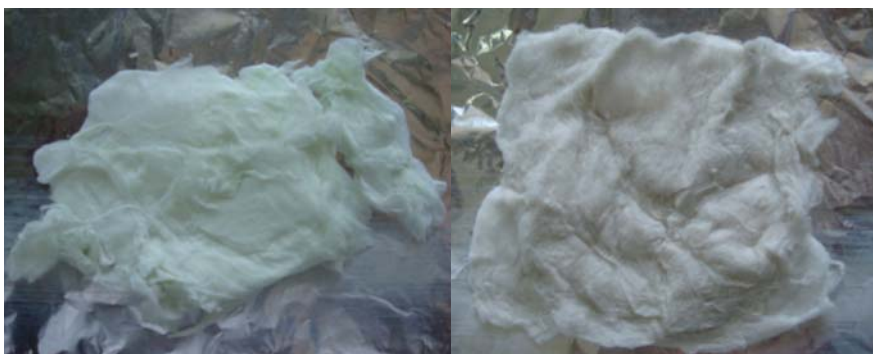
หมู่ทำหน้าที่	ปริมาณหมู่ทำหน้าที่ (%)		
	สัดส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Ni:Si		
	7:3	8:2	9:1
NiSO_4	81.80	87.82	94.45
SiO_2	16.77	11.79	5.29

4.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์แบบเส้นใยแบบขั้นตอนเดียว

จากการทดลองโดยชุดอิเล็กทรอนิกส์สามารถฉีดสารละลายโซลให้เป็นเส้นใยได้โดยใช้อัตราส่วนเชิงโมลของ TEOS:EtOH:H₂O:HCl ที่อัตราส่วน 1:2:2:0.01 โดยใช้อัตราการป้อนสาร 10.0 ml/h และความต่างศักย์ 15.0 kV โดยใช้สารประกอบนิกเกิล 3 ชนิด คือ นิกเกิลคลอไรด์ นิกเกิลไนเตรด และนิกเกิลอะซิเตด ที่มีการแปรผันร้อยละโดยน้ำหนักของนิกเกิลบนเส้นใยซิลิกาที่ร้อยละ 2.5, 5 และ 10 ตามลำดับ จะพบว่าลักษณะของเส้นใยที่ได้มีสีขาวจนเขียว ลักษณะคล้ายใยแมงมุมหรือสาหร่าย โดยเมื่อทำการเพิ่มร้อยละโดยน้ำหนักของนิกเกิลมากขึ้น เส้นใยก็จะมีสีที่ชัดเจนมากยิ่งขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายนิกเกิลมีสีเขียว การที่เส้นใยมีสีเขียวแสดงให้เห็นว่าตัวรองรับเส้นใยซิลิกามีนิกเกิลติดอยู่บนพื้นผิวหรือภายในของเส้นใย และเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 800°C พบว่าเส้นใยจะมีลักษณะเหมือนเดิมแต่สีของเส้นใยที่ได้จะเป็นสีเทา ดังแสดงในรูปที่ 17-20 โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีร้อยละโดยน้ำหนักของนิกเกิลเพิ่มขึ้นจะมีสีที่เข้มกว่า ทั้งนี้เนื่องจากเกิดการเปลี่ยนรูปของสารตั้งต้นไปเป็นนิกเกิลออกไซด์



รูปที่ 17 เส้นใยซิลิกา ก่อนและหลังการแคลไซต์



รูปที่ 18 ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมที่ปริมาณ Ni ร้อยละ 2.5 ก่อนและหลังการแคลไซต์

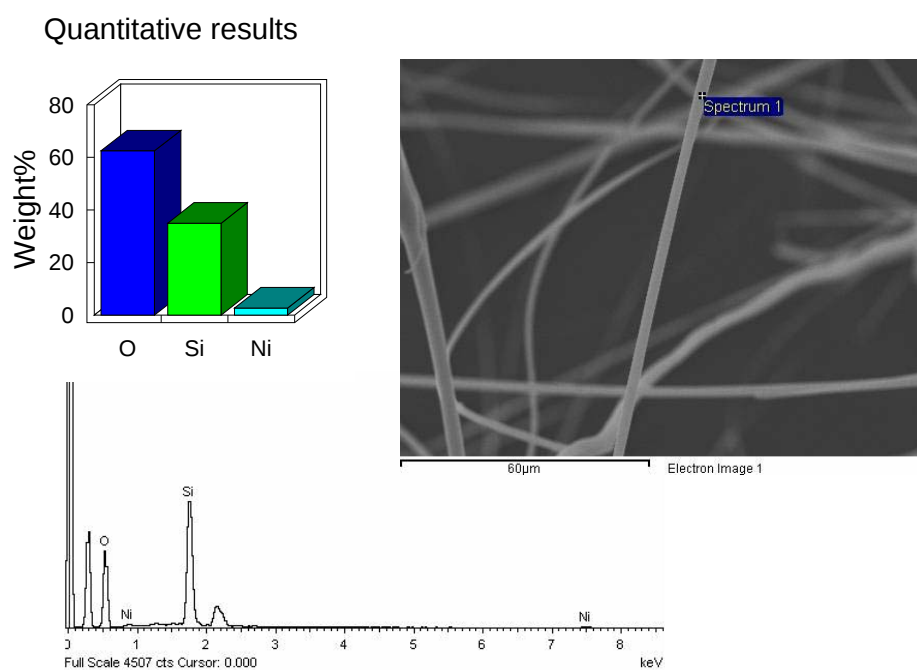


รูปที่ 19 ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมที่ปริมาณ Ni ร้อยละ 5.0 ก่อนและหลังการแคลไซต์

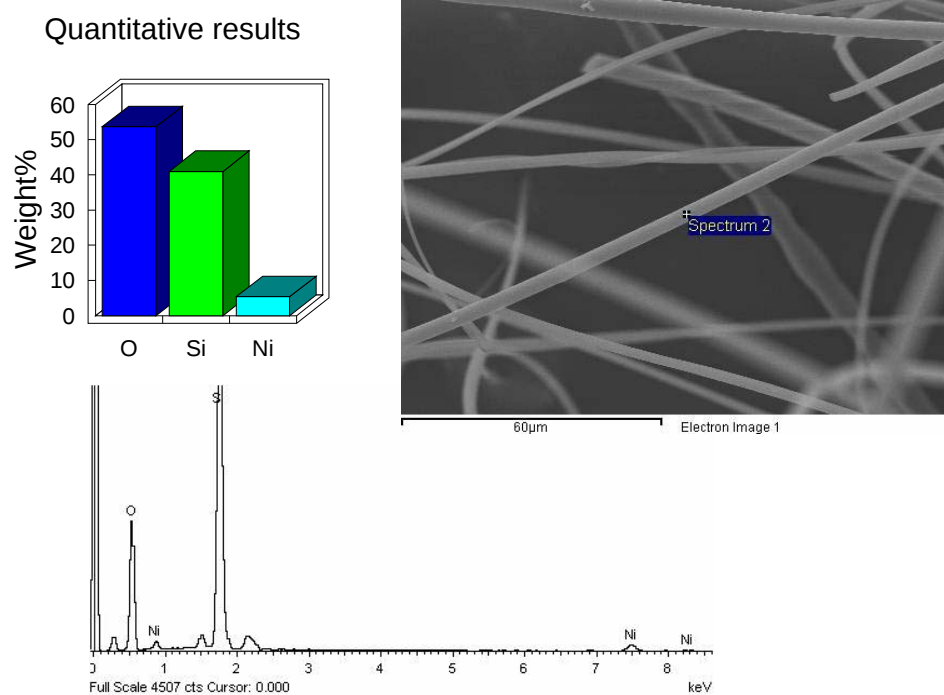


รูปที่ 20 ตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมที่ปริมาณ Ni ร้อยละ 10.0 ก่อนและหลังการแคลไซต์

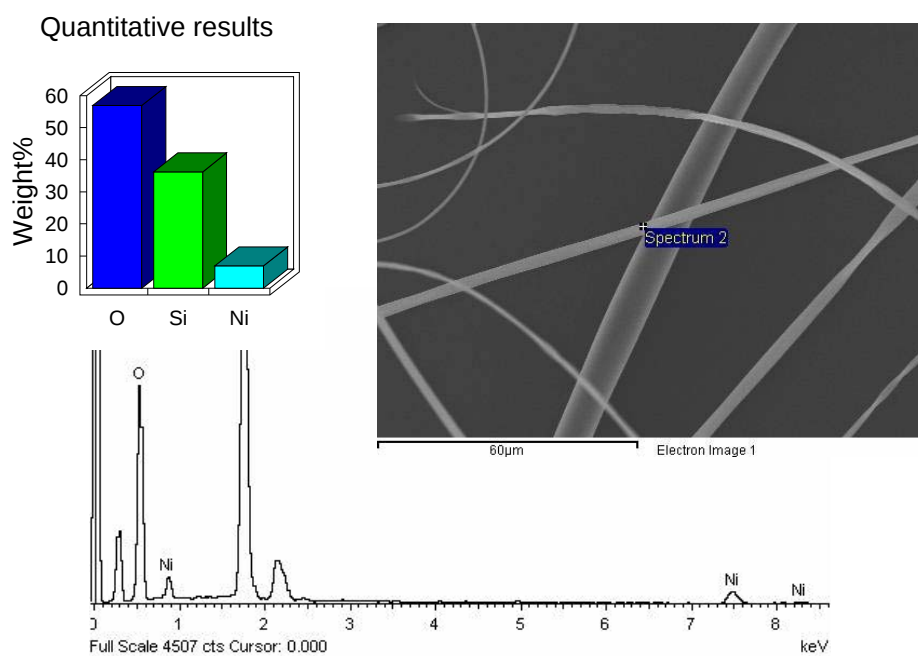
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถฉีดออกมาเป็นเส้นใยได้ในกรรมวิธีแบบขั้นตอนเดียวนี้ มีจำนวน 5 ตัวอย่าง ซึ่งทั้งหมดได้ถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง EDS ทำให้ทราบลักษณะทางกายภาพของโครงสร้าง และจำนวน Active site ที่เกิดขึ้นโดยสังเกตที่ปริมาณการเกิดขึ้นของ NiO ดังข้อมูลต่อไปนี้



รูปที่ 21 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COOH})$ ที่ Ni 2.5% wt

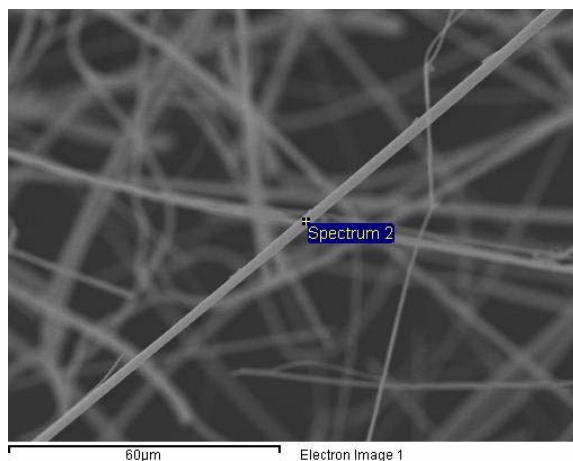
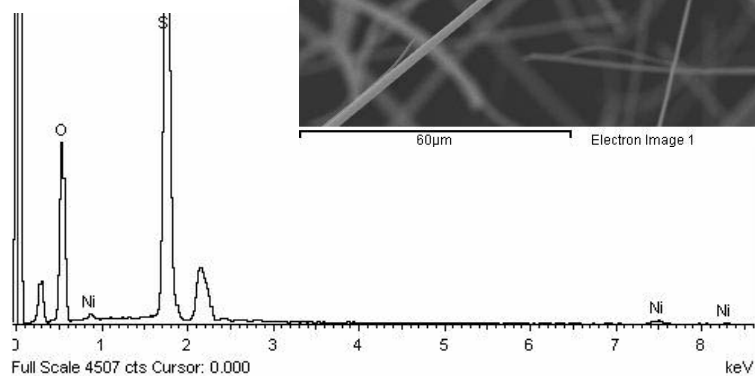
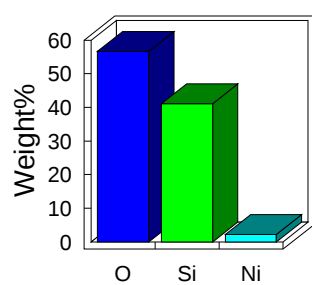


รูปที่ 22 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COOH})$ ที่ Ni 5.0% wt



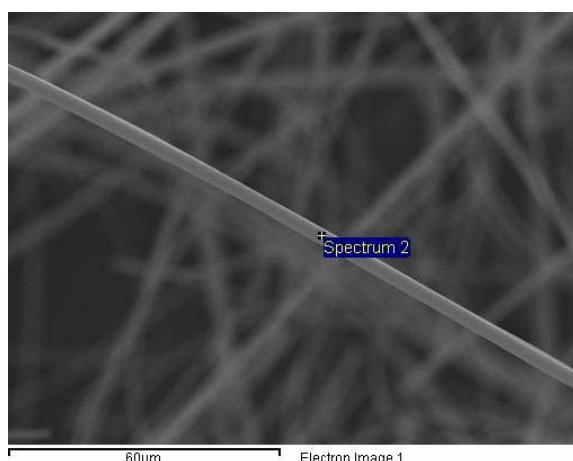
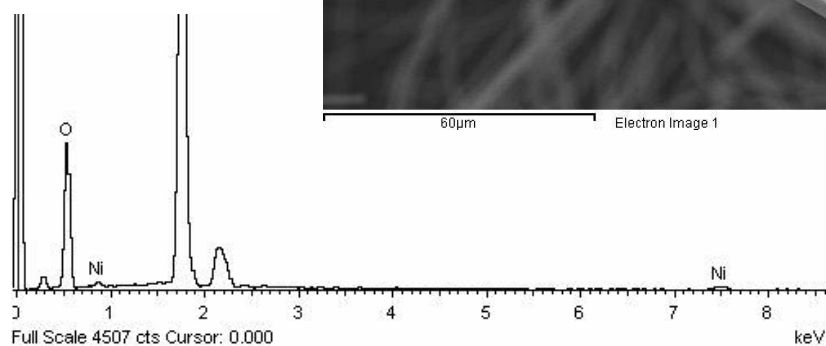
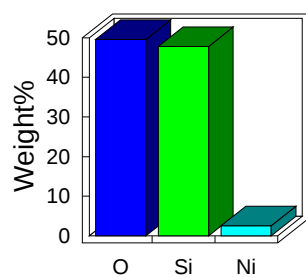
รูปที่ 23 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COOH})$ ที่ Ni 10.0% wt

Quantitative results



รูปที่ 24 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ที่ Ni 2.5% wt

Quantitative results



รูปที่ 25 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่เตรียมจาก NiCl_2 ที่ Ni 2.5% wt

จากรูป 21-25 จะพบว่าโครงสร้างของเส้นใยที่มีองค์ประกอบของนิเกิลนั้น พื้นผิวของเส้นใยจะมีความขรุขระมากกว่าเส้นใยซิลิกาเปล่า และเมื่อมีการเพิ่มองค์ประกอบของนิเกิลมากขึ้นจะยิ่งทำให้ผิวหน้าของเส้นใยมีความขรุขระมากขึ้น ซึ่งเกิดจากการพอร์มตัวขึ้นของสารประกอบออกไซด์และจากการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าขนาดที่ใกล้เคียงกันในแต่ละตัวอย่าง ซึ่งสามารถวัดออกมาเป็นค่าเฉลี่ยได้ประมาณ $2.0\ \mu\text{m}$ ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าตัวเร่งที่ผลิตจากวิธี 2 ขั้นตอน

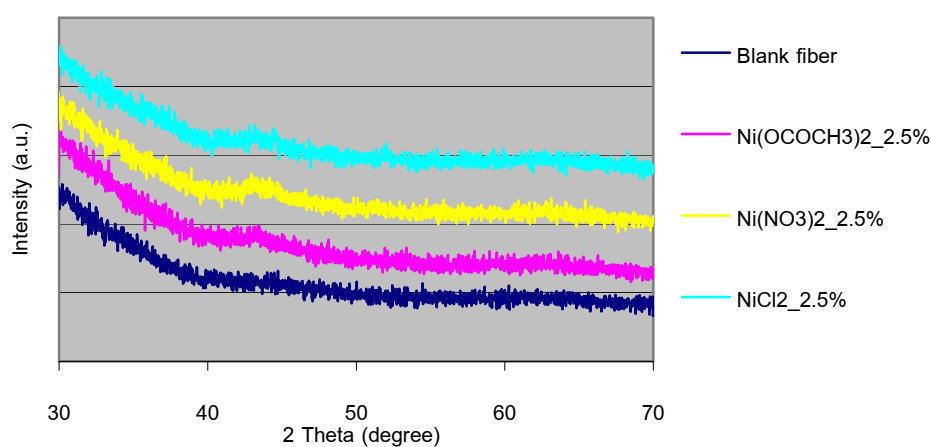
จากผลการทดลองที่ได้จากเครื่อง EDS ทำให้สามารถยืนยันการมีอยู่ของ Ni ขึ้นได้ โดยตัวอย่างแต่ละตัวจะถูกสุ่มตรวจประมาณ 3 บริเวณ ซึ่งค่าที่ได้จะสรุปออกมาเป็นปริมาณ Ni โดยน้ำหนักเทียบกับปริมาณ Si ซึ่งเป็นตัวรองรับ ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ร้อยละโดยน้ำหนักของ Ni/SiO₂ ที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง EDS

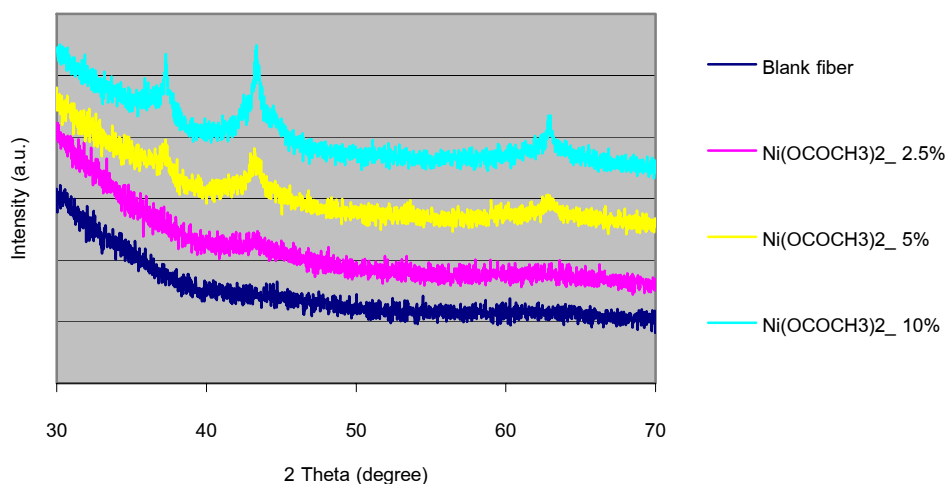
องค์ประกอบ	เส้นใย	ร้อยละโดยน้ำหนัก				
		ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 5	ร้อยละ 10
		NiCl ₂	Ni(NO ₃) ₂	Ni(COOCH ₃) ₂	Ni(COOCH ₃) ₂	Ni(COOCH ₃) ₂
O	55.15	52.49	62.98	62.39	54.26	60.67
Si	44.85	45.55	35.36	34.99	41.21	32.03
Ni	-	1.96	1.67	2.62	4.53	7.30

จากตารางที่ 4 จะแสดงได้ว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบขั้นตอนเดียวนั้น ปรากฏปริมาณ Ni ได้ใกล้เคียงกับปริมาณสารประกอบ Ni ที่เติมลงไปในช่วงขั้นตอนการเตรียมสารละลาย อย่างไรก็ตามการเตรียมตัวเร่งฯ ด้วยสารประกอบ Ni(NO₃)₂ และ NiCl₂ ไม่สามารถทำได้ที่สัดส่วน 5.0 และ 10.0 % โดยน้ำหนัก กล่าวคือสารละลายที่ผสมขึ้นมาในขั้นตอนดังกล่าวนี้ จะเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจลแข็งอย่างรวดเร็ว จึงไม่มีเวลาพอที่จะบรรจุสารละลายนี้ลงใน Syringe pump ก่อนนำไปฉีดขึ้นรูปเป็นเส้นใย

จากการวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาโดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชันเป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อหาโครงสร้างและปริมาณผลึกโดยโครงสร้างของซิลิกาออกไซด์และนิเกิลออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ดังรูปที่ 26 และ 27



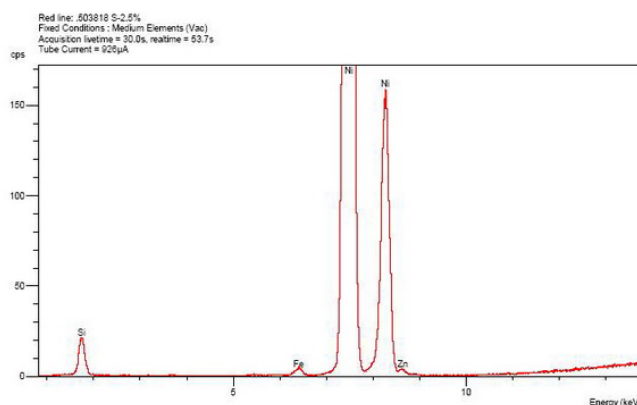
รูปที่ 26 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารประกอบ Ni ชนิดต่างๆ



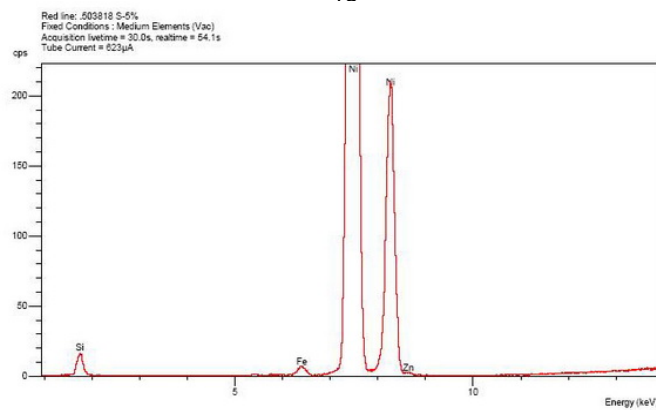
รูปที่ 27 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ ที่ปริมาณร้อยละต่างๆ

จากรูปที่ 26 แสดงรูปแบบ XRD ที่มีโครงสร้างของ SiO_2 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาที่ใช้สารละลายนิกเกิลชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับเส้นใย SiO_2 พบว่าในตัวเร่งที่มีการเพิ่มสารละลายนิกเกิลลงไปทั้ง 3 ชนิด จะปรากฏรูปแบบพีคที่ 2θ เท่ากับ 42 ซึ่งแสดงให้เห็นโครงสร้างของ NiO ไม่ชัดเจน ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณนิกเกิลที่ใส่มีความเข้มข้นน้อยเกินไป สำหรับรูปที่ 27 แสดงรูปแบบ XRD ที่มีโครงสร้างของ NiO ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาที่ใช้สารละลายนิกเกิลอะซิเตรดที่มีการแปรผันร้อยละโดยน้ำหนักของนิกเกิลเปรียบเทียบกับเส้นใย SiO_2 ที่ไม่มีการเติมนิกเกิล พบว่า เมื่อความเข้มข้นของนิกเกิลอะซิเตรดเพิ่มมากขึ้นรูปแบบของพีคที่แสดงโครงสร้างของ NiO จะเด่นชัดมากขึ้นด้วย สังเกตได้จากความสูงของพีค โดยพีคที่แสดงโครงสร้างของ NiO คือพีคที่ 2θ เท่ากับ 37.28 43.23 และ 62.84 สำหรับนิกเกิลออกไซด์ที่ได้นั้นจะอยู่ในรูปของ NiO ซึ่งเกิดจากอุณหภูมิในการเผาที่มีความเหมาะสมทำให้สามารถเปลี่ยนรูปเป็น NiO ตามที่ต้องการได้ ซึ่งพีคที่ได้จากการสังเคราะห์จะมีลักษณะเดียวกันกับรูปที่ 27 และพีคที่ได้จะสูงขึ้นเมื่อมีการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายนิกเกิล แต่จะพบว่าพีคของนิกเกิลออกไซด์ที่ได้จะไม่สูงมากนัก ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณนิกเกิลที่ฝังตัวลงไปบนตัวรองรับเส้นใยซิลิกามีปริมาณน้อย ดังนั้นผลจากเครื่อง XRD สรุปได้ว่าโครงสร้างหลักที่พบบนตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดนั้น ประกอบไปด้วย SiO_2 และ NiO แต่การที่จะจำแนกในเชิงปริมาณนั้น จะต้องใช้การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF ดังนี้

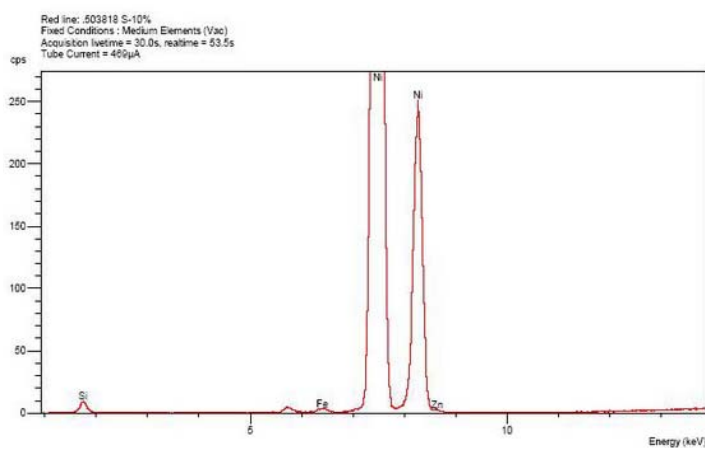
ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์ที่มีตัวรองรับเป็นเส้นใยซิลิกาทั้ง 5 ตัวอย่าง นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF เพื่อหาปริมาณของธาตุนิกเกิล ดังรูปที่ 4.8 แสดงพีคของนิกเกิลอะซิเตรดที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2.5 ของ Ni/SiO_2 โดยน้ำหนัก ส่วนตัวอย่างอื่น ๆ ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ อีก 4 ตัวอย่างจะมีลักษณะเดียวกันนี้ดังรูปที่ 28 – 32



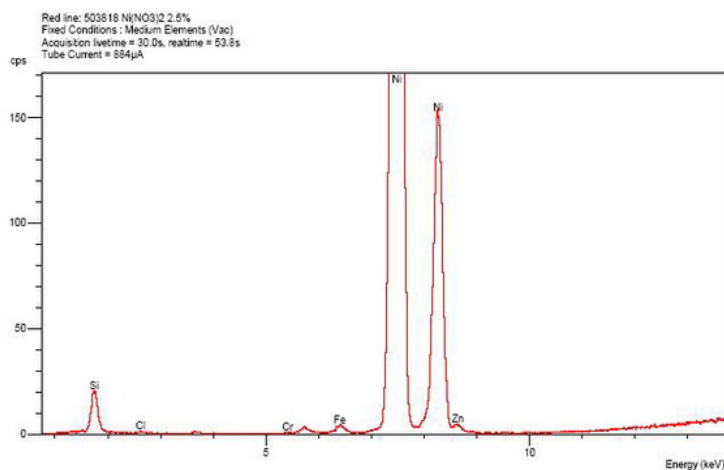
รูปที่ 28 รูปแบบ XRF ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ร้อยละ Ni 2.5 โดยน้ำหนัก



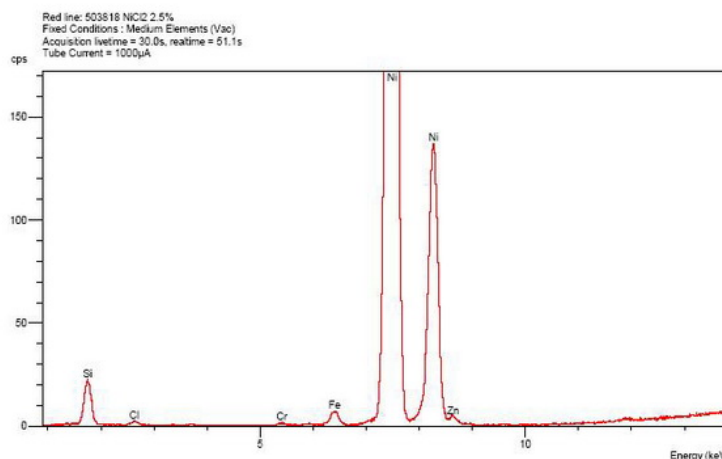
รูปที่ 29 รูปแบบ XRF ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ร้อยละ Ni 5.0 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 30 รูปแบบ XRF ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ร้อยละ Ni 10 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 31 รูปแบบ XRF ที่เตรียมจาก $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ ร้อยละ Ni 2.5 โดยน้ำหนัก



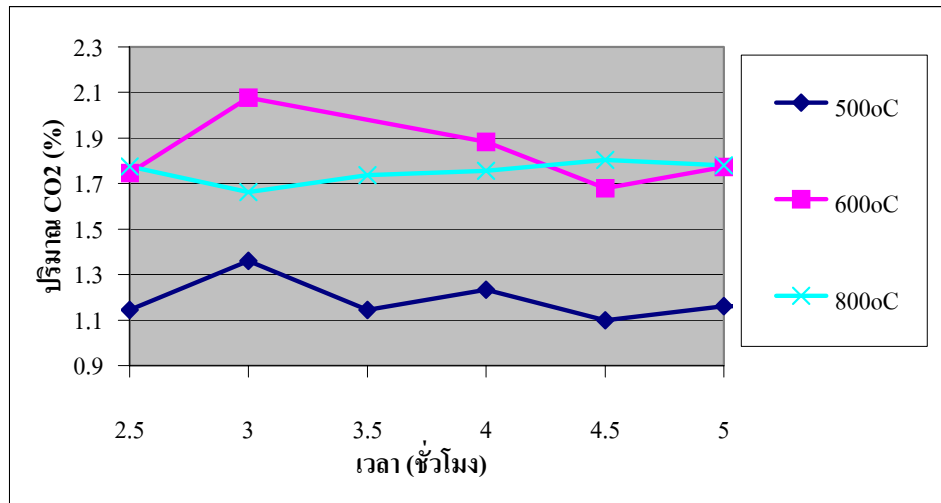
รูปที่ 32 รูปแบบ XRF ที่เตรียมจาก NiCl_2 ร้อยละ Ni 2.5 โดยน้ำหนัก

จากตารางที่ 5 แสดงให้เห็นว่าองค์ประกอบของนิเกิลที่ทำการสังเคราะห์จากสารละลายนิเกิลอะซิเตด เท่ากับร้อยละ 2.5, 5.0 และ 10 พบว่ามีปริมาณนิเกิลออกไซด์ (NiO) เท่ากับร้อยละ 3.61 6.93 และ 11.44 ตามลำดับ ในขณะที่ตัวเร่งที่เตรียมจากสารละลายนิเกิลไนเตรด และนิเกิลคลอไรด์ จะให้ค่าเท่ากับ 3.22 และ 3.70 ตามลำดับ นั่นคือองค์ประกอบของนิเกิลที่วิเคราะห์ได้จะมีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของนิเกิลที่ทำการสังเคราะห์มากขึ้น

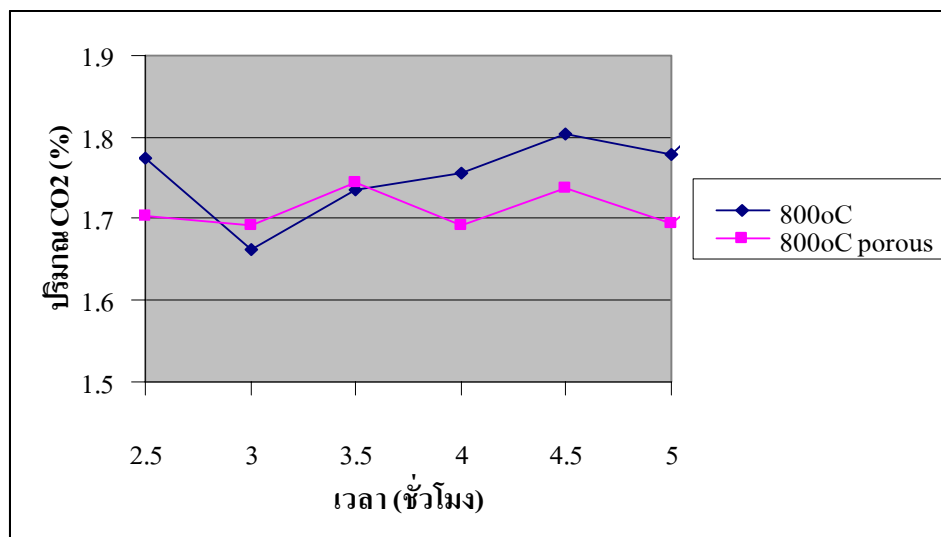
ตารางที่ 5 ร้อยละโดยน้ำหนักของ Ni/SiO_2 ที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง XRF

องค์ประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก				
	ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 2.5	ร้อยละ 5	ร้อยละ 10
	NiCl_2	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Ni}(\text{COOCH}_3)_2$	$\text{Ni}(\text{COOCH}_3)_2$	$\text{Ni}(\text{COOCH}_3)_2$
SiO_2	96.78	96.30	96.39	93.07	88.56
NiO	3.22	3.70	3.61	6.93	11.44

ตัวเร่งปฏิกิริยาจากกระบวนการสังเคราะห์ในขั้นตอนเดี่ยวนั้น ถูกนำมาทดสอบการใช้งานจริงกับปฏิกิริยาอีพอกไซด์กับไดออลในเครื่องปฏิกรณ์ ซึ่งในกระบวนการรีฟอร์มมิ่งด้วยไอน้ำของกลีเซอรอล เราได้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยานิเกิลออกไซด์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกา ที่เตรียมโดยใช้สารประกอบนิเกิลอะซิเตด ที่มีร้อยละ 10.0 โดยน้ำหนัก ที่การแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และศึกษาผลของรูปแบบของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง จากการทดลอง รูปที่ 33 ได้แสดงการเปรียบเทียบปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับค่าของเวลาที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 500°C , 600°C และ 800°C พบว่าที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 600°C มีปริมาณเปอร์เซ็นต์ของ CO_2 ในแก๊สผลิตภัณฑ์มากกว่าที่อุณหภูมิ 500°C โดยที่การทำปฏิกิริยาทั้งสองช่วงอุณหภูมิปริมาณ CO_2 จะเพิ่มขึ้นในช่วงแรกและมีแนวโน้มลดลงหลังจากชั่วโมงที่ 3 และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอีกหลังจากชั่วโมงที่ 4.5 ส่วนการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 800°C ช่วงแรกเปอร์เซ็นต์การเกิดของ CO_2 ในแก๊สผลิตภัณฑ์จะมีแนวโน้มลดลงและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นหลังจากชั่วโมงที่ 3 แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาทั้ง 2 รูปแบบคือ แบบเส้นใย และแบบรพูน ที่อุณหภูมิ 800°C พบว่าตัวเร่งแบบเส้นใยให้ปริมาณ CO_2 มากกว่าตัวเร่งแบบมีรพูน ดังรูปที่ 34

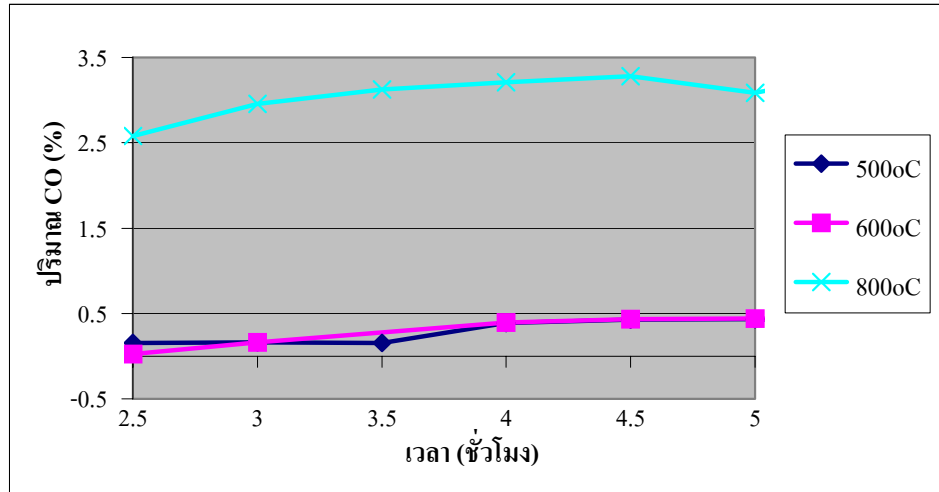


รูปที่ 33 ปริมาณ CO₂ ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 500 600 และ 800°C ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

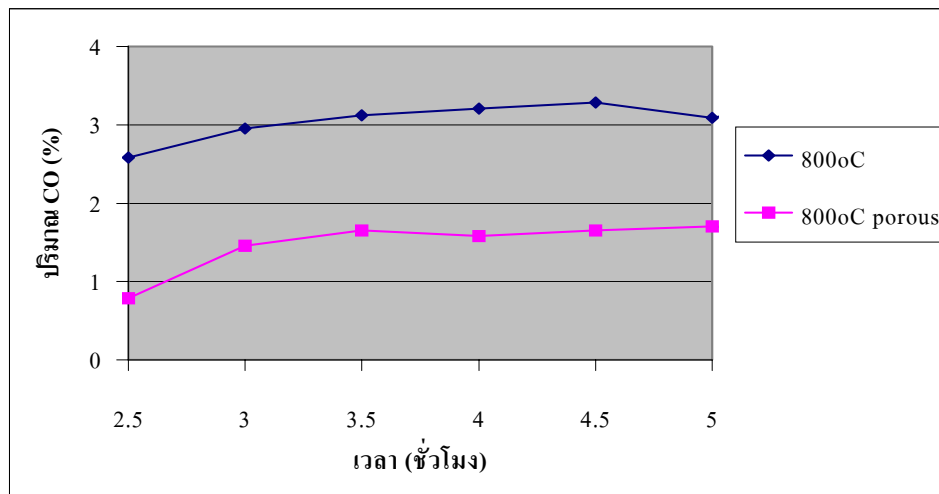


รูปที่ 34 ปริมาณ CO₂ ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 800°C ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย และแบบรูพรุน ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

สำหรับผลการทดลองในการเกิดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ในแก๊สผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 500 600 และ 800°C พบว่า ที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 500 และ 600°C มีแนวโน้มปริมาณเปอร์เซ็นต์ของ CO ในแก๊สผลิตภัณฑ์ใกล้เคียงกัน แต่น้อยกว่าเปอร์เซ็นต์ของ CO ในแก๊สผลิตภัณฑ์ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 800°C โดยปริมาณการเกิด CO มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาดังรูปที่ 35 และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณ CO ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับเวลาที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่ง 2 ชนิดที่อุณหภูมิ 800°C พบว่าตัวเร่งแบบเส้นใยให้ปริมาณ CO มากกว่าตัวเร่งแบบมีรูพรุน ซึ่งแสดงให้เห็นดังรูปที่ 36

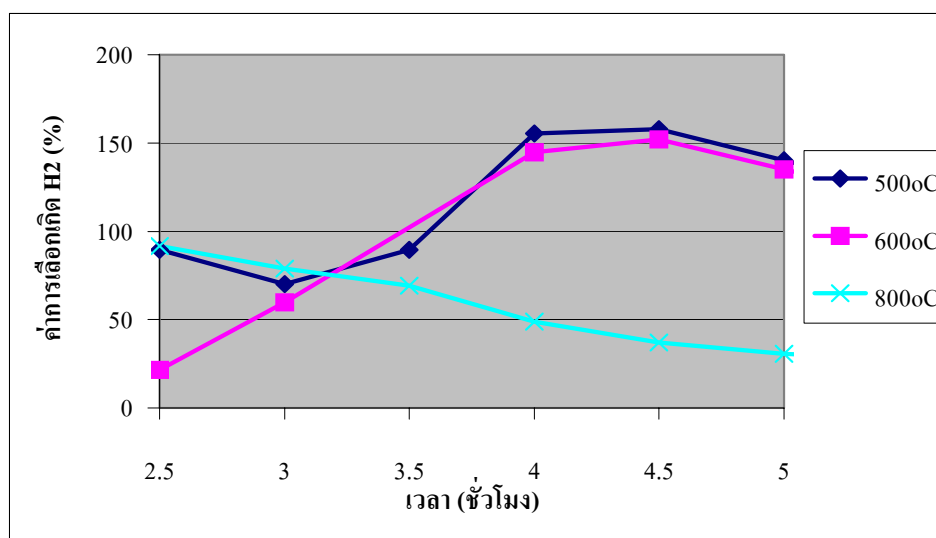


รูปที่ 35 ปริมาณ CO ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 500 600 และ 800°C ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

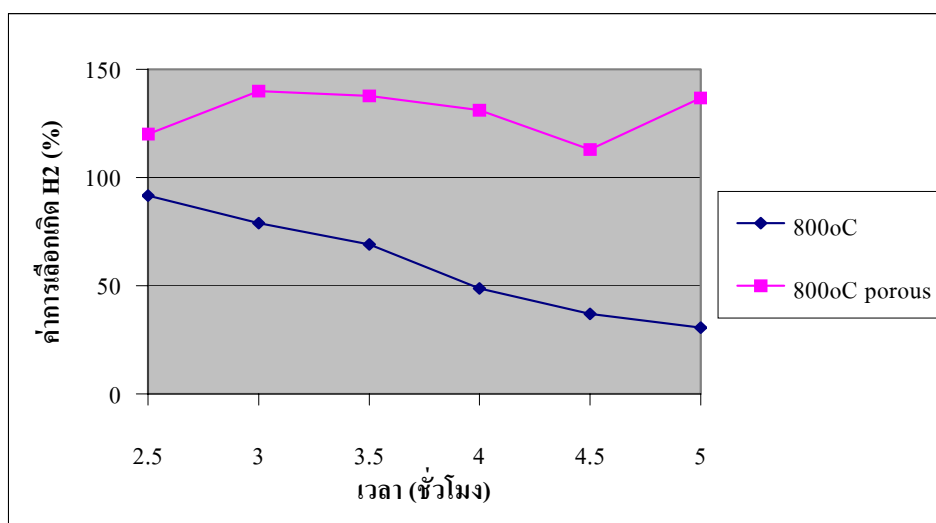


รูปที่ 36 ปริมาณ CO ในแก๊สผลิตภัณฑ์กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่ 800°C ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยและแบบรูพรุน ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

การเลือกเกิดของแก๊สไฮโดรเจน (H_2) กับเวลาที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 500 600 และ 800°C พบว่าที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาที่ 500 และ 600°C ค่าการเลือกเกิดของ H_2 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลา แต่จะเริ่มลดลงหลังจากชั่วโมงที่ 4.5 ส่วนการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 800°C พบว่า ค่าการเลือกเกิด H_2 มีแนวโน้มลดลงตามเวลา ดังรูปที่ 37 และเมื่อเปรียบเทียบการเลือกเกิด H_2 กับเวลาของตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดที่อุณหภูมิ 800°C พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุนจะให้ค่าให้ค่าการเลือกเกิด H_2 เพิ่มขึ้นตามเวลา แต่ตัวเร่งแบบเส้นใยจะให้ค่าการเลือกเกิด H_2 ลดลงตามเวลา และค่าการเลือกเกิด H_2 ของตัวเร่งแบบมีรูพรุนจะให้ค่าสูงกว่าตัวเร่งแบบเส้นใย ดังรูปที่ 38

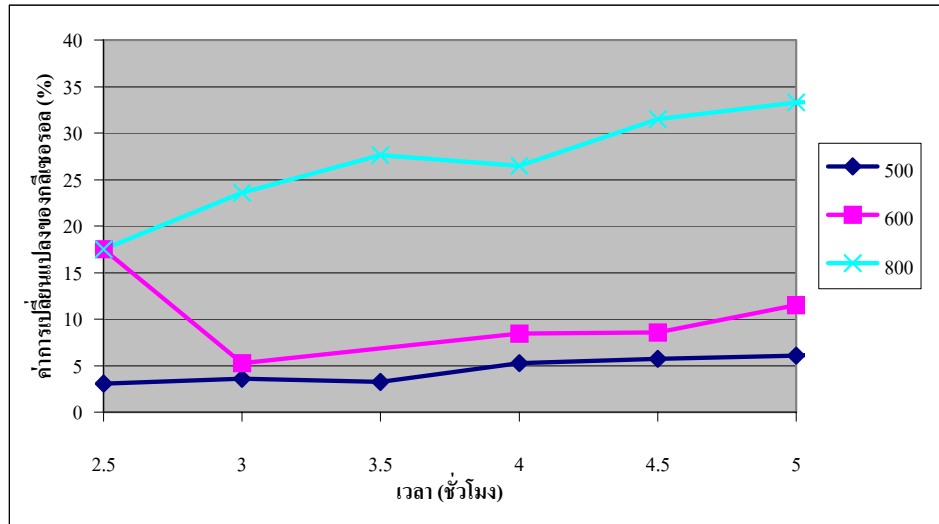


รูปที่ 37 ค่าการเลือกเกิด H₂ กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 500 600 และ 800°C ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

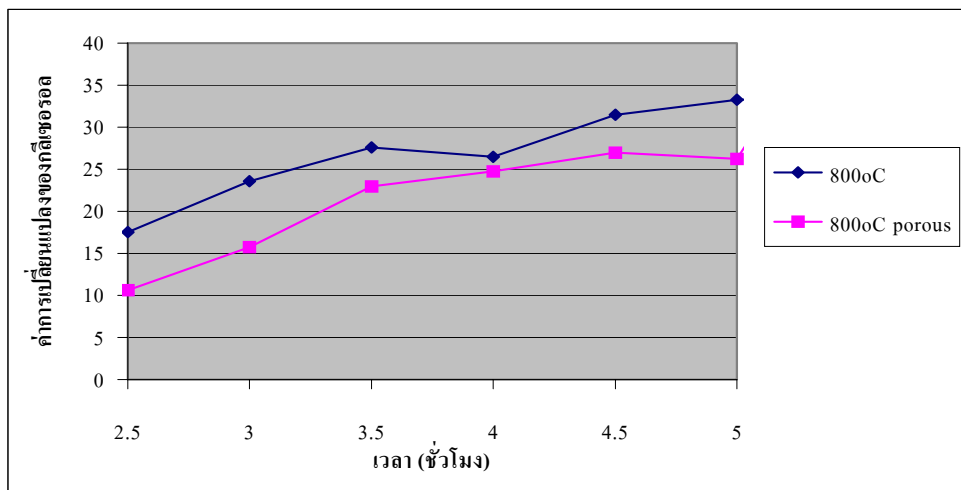


รูปที่ 38 ค่าการเลือกเกิด H₂ กับเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 800°C ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยและแบบรูพรุน ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

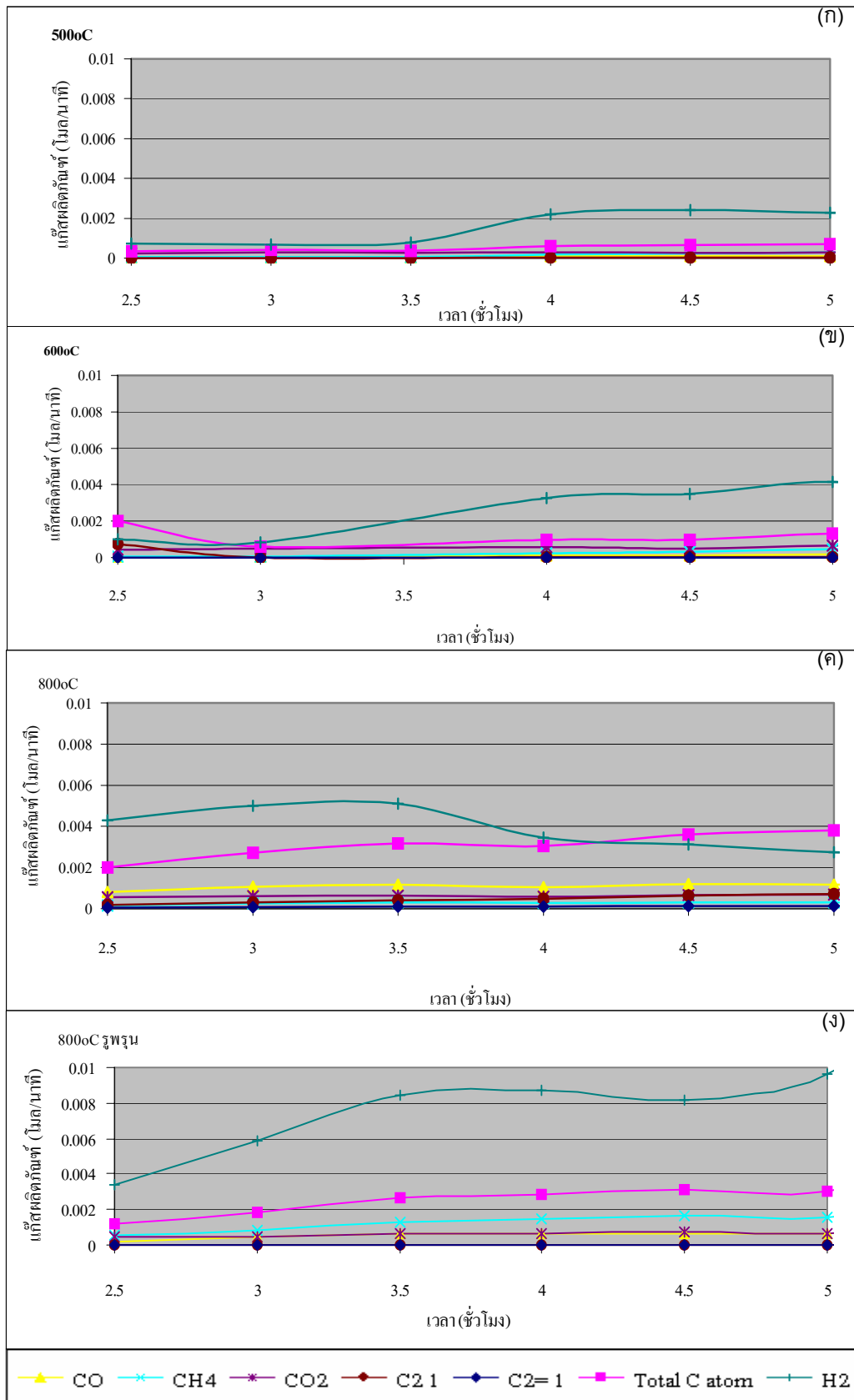
ในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำของกลีเซอรอล การเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลเมื่อทำการเปรียบเทียบ กับเวลาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในการทำปฏิกิริยา คือ 500 600 และ 800°C พบว่าค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลมี แนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิของการทำปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้น และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาแสดงผลดังรูปที่ 39 และเมื่อ เปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลกับเวลาของตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดที่อุณหภูมิ 800°C พบว่าตัวเร่งทั้ง 2 ชนิดให้ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้นตามเวลา และค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลของตัวเร่งแบบเส้น ใยมีค่าสูงกว่าของตัวเร่งแบบมีรูพรุนดังรูปที่ 40



รูปที่ 39 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลกับเวลาที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 500 600 และ 800°C ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min



รูปที่ 40 ค่าการเปลี่ยนแปลงของกลีเซอรอลเวลาในการทำปฏิกิริยาฟอรัมมิ่งด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 800°C ของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยและแบบรูพรุน ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min



รูปที่ 41 แก๊สผลิตภัณฑ์ต่างๆ จากกระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำของกลีเซอรอลกับเวลาในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยที่อุณหภูมิ (ก) 500°C (ข) 600°C (ค) 800°C และ (ง) 800°C แบบรูปพรุน ที่อัตราการไหลของกลีเซอรอล 0.03 ml/min

จากรูปที่ 41 แสดงการกระจายตัวของแก๊สผลิตภัณฑ์ของการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำของกลีเซอรอลกับเวลา พบว่าองค์ประกอบของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ทำปฏิกิริยาในช่วงอุณหภูมิต่างๆ มีองค์ประกอบในแก๊สขาออกเหมือนกันดังนี้ คือ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) แก๊สมีเทน (CH_4) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) แก๊สอีเทน (C_2H_6) และแก๊สอีทีน (C_2H_4) ยกเว้นในช่วงอุณหภูมิ 500°C จะไม่เกิดแก๊สอีทีน โดยในช่วงอุณหภูมิ 500 และ 600°C ของตัวเร่งแบบเส้นใย การเกิดแก๊สไฮโดรเจนมีแนวโน้มที่จะมีปริมาณมากกว่าคาร์บอนรวมในแก๊สผลิตภัณฑ์ ส่วนที่อุณหภูมิ 800°C ช่วงแรกการเกิดแก๊สไฮโดรเจนมีแนวโน้มมากกว่าการเกิดคาร์บอนรวมในแก๊สผลิตภัณฑ์ แต่หลังจากชั่วโมงที่ 4 แก๊สไฮโดรเจนมีแนวโน้มที่จะมีปริมาณน้อยกว่าคาร์บอนรวมในแก๊สผลิตภัณฑ์ เปรียบเทียบกับแก๊สผลิตภัณฑ์ขาออกพบว่าเกิดการเกิดไฮโดรเจนมีแนวโน้มมากกว่าการเกิดคาร์บอนรวมในแก๊สผลิตภัณฑ์

ตารางที่ 6 องค์ประกอบของแก๊สขาออกของตัวเร่งนิเกิลบนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 800°C

อุณหภูมิ ($^\circ\text{C}$)	องค์ประกอบของแก๊สขาออก (Vol %)						ค่าการเลือก เกิด H_2 (%)	H_2/CO_2
	H_2	CO	C_1	CO_2	C_2	$\text{C}_2=$		
500	9.48	0.43	1.16	1.16	0.07	-	140	8.16
600	11.26	0.44	1.23	1.77	0.07	-	135	6.35
800	7.19	3.09	0.78	1.78	1.89	0.32	31	4.04
800 porous	24.23	1.71	4.01	1.69	0.02	0.08	137	14.3

จากตารางที่ 6 แสดงองค์ประกอบของแก๊สขาออกของตัวเร่งนิเกิลบนตัวรองรับซิลิกา พบว่าค่าการเลือกเกิด H_2 และค่าสัดส่วน H_2/CO_2 มีค่าสูงสุดในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 500°C และจะมีค่าลดลงตามอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้น เมื่อทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยกับแบบมีรูพรุนที่อุณหภูมิเดียวกัน คือที่อุณหภูมิ 800°C พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบมีรูพรุนให้ค่าการเลือกเกิด H_2 และค่าสัดส่วน H_2/CO_2 มากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย ทั้งนี้เนื่องจากเวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยเกินกว่าที่จะสามารถวัดผลของเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยคาดว่าหากเวลาผ่านไปตัวเร่งปฏิกิริยาแบบรูพรุนจะมีเสถียรภาพลดลงมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยและผลจากการวิเคราะห์จากเครื่อง SEM/EDS หรือ XRF นั้นไม่สามารถวัดได้ว่าปริมาณโลหะนิเกิลที่วัดค่าได้นั้นอยู่บริเวณพื้นผิวหรือภายในตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใย ทำให้ผลที่ได้ไม่แน่ชัด จึงควรทำการตรวจสอบวิเคราะห์เพิ่มเติมเพื่อความถูกต้องมากยิ่งขึ้น

5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยใน 2 ขั้นตอน พบว่าตัวเร่งที่ผลิตได้มีรูปร่างที่สม่ำเสมอซึ่งสามารถวัดค่าเส้นผ่านศูนย์กลางได้เท่ากับ 380 nm และปริมาณ Ni ที่ปรากฏหลังจากผ่านการสังเคราะห์แล้วมีปริมาณใกล้เคียงกับ Ni ที่เติมลงไปในตอนเริ่มต้น อย่างไรก็ตามจากเครื่อง XRF แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจาก NiSO_4 ไม่ปรากฏการเกิดขึ้นของหมู่ NiO หลังจากผ่านการแคลซ์ต์ ในขณะที่การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบขั้นตอนเดียว เตรียมจากสารประกอบนิเกิล 3 ชนิด คือ นิเกิลคลอไรด์ (NiCl_2) นิเกิลไนเตรด ($\text{Ni(NO}_3)_2$) และนิเกิลอะซิเตด ($\text{Ni(CH}_3\text{COOH)}$) และมีการแปรผกผันร้อยละโดยน้ำหนักของนิเกิลบนเส้นใยซิลิกาที่ร้อยละ 2.5, 5.0 และ 10.0 พบว่าตัวเร่งที่เตรียมจากสารละลายนิเกิลอะซิเตดให้ผลในการขึ้นรูปเส้นใยได้ทุกร้อยละโดยน้ำหนัก ในทางกลับกันสารละลายที่เตรียมจากสารละลายนิเกิลไนเตรด และนิเกิลคลอไรด์จะสามารถขึ้นรูปได้ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของนิเกิลบนเส้นใย ซิลิกาเท่ากับร้อยละ 2.5 เท่านั้น จากการวิเคราะห์โครงสร้างของนิเกิลออกไซด์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกาโดยใช้ Scanning electron microscopy with X-ray microanalysis (SEM/EDS) พบว่าเมื่อเส้นใยซิลิกามีองค์ประกอบของนิเกิล ผิวของเส้นใยจะมี

ความขรุขระ ถ้าเพิ่มองค์ประกอบของนิเกิลมากขึ้นก็จะทำให้ผิวหน้าของเส้นใยมีความขรุขระเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยซิลิกา มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 2000 nm และองค์ประกอบของนิเกิล ที่วิเคราะห์ได้จะมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นเมื่อร้อยละโดยน้ำหนักของนิเกิลที่ทำการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น

ในส่วนของการวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ได้ค่า 2 θ เท่ากับ 37.28 43.23 และ 62.84 และนิเกิลออกไซด์ที่ได้อยู่ในรูปของ NiO และปริมาณนิเกิลที่ฝังตัวลงไปบน ตัวรองรับเส้นใยซิลิกาพบว่ามีความใกล้เคียงกับที่ต้องการเตรียมที่ร้อยละโดยน้ำหนักต่างๆ ซึ่งสามารถดูผลได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence (XRF) โดยมีองค์ประกอบของนิเกิลเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของนิเกิลที่ทำการสังเคราะห์มากขึ้นจากการศึกษาผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการผลิตไฮโดรเจนในกระบวนการรีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำของกลีเซอรอล พบว่าองค์ประกอบของแก๊สผลิตภัณฑ์ที่ทำปฏิกิริยาในช่วงอุณหภูมิต่างๆ มีองค์ประกอบในแก๊สขาออกเหมือนกันดังนี้ คือ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) แก๊สมีเทน (CH₄) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) แก๊สอีเทน (C₂H₆) และแก๊สฮีทรีน (C₂H₄) ยกเว้นอุณหภูมิ 500°C จะไม่เกิดแก๊สฮีทรีน ซึ่งที่อุณหภูมินี้ให้ค่าการเลือกเกิด H₂ และค่าสัดส่วน H₂/CO₂ มากที่สุด ซึ่งค่าการเลือกเกิด H₂ และค่าสัดส่วน H₂/CO₂ นี้จะมีแนวโน้มลดลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งแบบเส้นใยกับแบบมีรูพรุนที่อุณหภูมิเดียวกัน คือ 800°C พบว่าตัวเร่งแบบมีรูพรุนให้ค่าการเลือกเกิด H₂ และค่า H₂/CO₂ มากกว่าตัวเร่งแบบเส้นใย

6. ข้อเสนอแนะ

ผู้วิจัยมีความคิดเห็นว่าควรมีการทดลองเปลี่ยนสารที่จะใช้ผลิตเป็นตัวรองรับที่ต่างจาก TEOS เนื่องจากในบางกรณี TEOS ให้ผลให้การก่อพันธะรวดเร็วมาก ส่งผลให้ปริมาณในการสังเคราะห์เส้นใยในแต่ละครั้งทำได้น้อย ซึ่งถ้าจะพิจารณาถึงปริมาณในการผลิตที่มากขึ้น การเลือกใช้สารละลาย Polymer ก็เป็นทางเลือกที่น่าสนใจ อย่างไรก็ตาม TEOS ก็ยังเป็นแนวทางที่ดีถ้าพิจารณาในด้านความบริสุทธิ์ของซิลิกาออกไซด์ที่ได้ นอกจากนี้ผู้วิจัยมีความเชื่ออย่างแรงกล้าว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ น่าจะมีความเหมาะสมกับปฏิกิริยาบางชนิด แต่ต้องใช้เวลาในการทดสอบมากกว่านี้ ซึ่งผลการทดลองที่ได้นำมาทดสอบกับปฏิกิริยารีฟอร์มมิงด้วยไอน้ำของกลีเซอรอล ก่อนข้างดีในระดับหนึ่งแต่ยังต้องอาศัยการปรับเปลี่ยนตัวแปรต่อไป เพื่อให้ได้ผลที่ดีมากขึ้น

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

1. ส่วนหนึ่งของงานวิจัยนี้ถูกส่งไปเผยแพร่ในงานประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทยครั้งที่ 17 ระหว่างวันที่ 29-30 ตุลาคม 2550 ณ จังหวัดเชียงใหม่ ในหัวข้อ “การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลออกไซด์บนตัวรองรับเส้นใยซิลิกา”
2. ส่วนหนึ่งของงานวิจัยและตัวอย่างจากงานวิจัยนี้ถูกนำไปแสดงในงาน งานเทคโนโลยีและนวัตกรรมของไทย ประจำปี 2550 ระหว่างวันที่ 4 – 7 ตุลาคม 2550 ณ อิมแพคเมืองทองธานี ในหัวข้อ “Synthesis of Silica Fiber with Sol-Gel Method by Electro-spinning Technique”
3. ส่วนหนึ่งของงานวิจัยนี้ถูกส่งไปเผยแพร่ในงานประชุม Catalysis for Society 2008 ระหว่างวันที่ 11-15 พฤษภาคม 2551 ณ โรงแรม Qubus เมือง Krakow ประเทศ Poland ในหัวข้อ “Processing and characterization of electrospun NiO-doped SiO₂ fibers”
4. ส่วนหนึ่งของงานวิจัยนี้ถูกส่งไปเผยแพร่ในงานประชุม 1st Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering “A New Paradigm Emerging from Fluidized-Bed and Three-Phase Reactors” ระหว่างวันที่ 31 สิงหาคม 2551 - 3 กันยายน 2551 ณ Hokkaido University, Sapporo ประเทศ Japan ในหัวข้อ “Electrospun NiO/SiO₂ fibers as a steam reforming catalyst: Preparation and characterization”