

出國報告（出國類別：研究）

赴美國參訪 Ralph T. Yang 教授於
University of Michigan 以及 Angela D.
Lueking 教授於 Pennsylvania State
University 之儲氫研究實驗室-出國報告

服務機關：核能研究所

姓名職稱：莊浩宇

派赴國家：美國

出國期間：99年11月15日~99年11月26日

報告日期：99年12月10日

摘要

本次赴美國參訪分爲兩個地點：11 / 16 ~ 11 / 18 前往 University of Michigan (UM)，參訪 Ralph T. Yang 教授之儲氫研究實驗室，除研習氫外溢現象(Hydrogen Spillover Phenomenon)、活性碳載體參混白金觸媒(AC-Pt)儲氫材料的製備技術、體積法(Volumetric Measurement)儲氫量測技術之外，更有助於了解目前國際儲氫發展現況，並促進學術交流，進而精進本所儲氫研發，拓展與國際間交流之潛能；11 / 19 ~ 11 / 23 則前往 Pennsylvania State University (PSU)，參訪 Angela D. Lueking 教授之儲氫研究實驗室，討論目前利用重量法(Gravimetric Measurement)合作量測之結果，規劃未來有關利用變動流動量測模式(Fluctuant Flow Mode)增加吸氫效果相關研究之可能，以強化目前合作之深度，並探討 Hydrogen Spillover Phenomenon、AC-Pt 儲氫材料之製備、Volumetric Measurement 量測技術，以增進學術交流與儲氫技術研發。

關鍵字：氫外溢現象(Hydrogen Spillover Phenomenon)、活性碳載體參混白金觸媒(AC-Pt)儲氫材料、體積法(Volumetric Measurement)儲氫量測技術、重量法(Gravimetric Measurement) 儲氫量測技術、變動流動量測模式(Fluctuant Flow Mode)。

目 次

摘 要

(頁碼)

一、目 的	01
二、過 程	02
三、心 得	15
四、建 議 事 項	41

圖 目 次

(頁碼)

圖 1. G. G. Brown 大門與我	02
圖 2. Ralph T. Yang 教授實驗室之 AC-Pt 樣品合成中照片	03
圖 3. Ralph T. Yang 教授實驗室之 Volumetric Measurement 儲氫量測系統	03
圖 4. Ralph T. Yang 教授實驗室之壓力計	03
圖 5. Lifeng Wang 博士與我的合照	04
圖 6. Cheng-Yu Wang 先生與我的合照	05
圖 7. Angela D. Lueking 教授之實驗室成員合照	05
圖 8. Angela D. Lueking 教授實驗室之 Micromeritics ASAP 2020 低壓氫氣吸附量測系 統	06
圖 9. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測 系統	06
圖 10. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測 系統之運作程式與示意圖	07
圖 11. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統	07
圖 12. Angela D. Lueking 教授實驗室之 AC-Pt 樣品合成中照片	08
圖 13. Angela D. Lueking 教授實驗室之儲氫待測樣品前處理設備	08
圖 14. Angela D. Lueking 教授實驗室之 Raman Microscope 分析儀器	09
圖 15. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析使用之 Sample Chamber	09

圖 16. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析法所使用之入射光源	10
圖 17. Angela D. Lueking 教授實驗室之管型加熱爐	12
圖 18. TAVERN 餐廳外觀	13
圖 19. TAVERN 餐廳內部，Angela D. Lueking 教授(左)與我(右)的合照	13
圖 20. AC-Pt 材料之 TEM 分析	15
圖 21. AC-Pt 材料之 Volumetric Measurement 儲氫量測分析	16
圖 22. Ralph T. Yang 教授實驗室的 Volumetric Measurement 儲氫量測系統	20
圖 23. Ralph T. Yang 教授實驗室 Volumetric Measurement 儲氫量測系統之壓力計顯示表	21
圖 24. Ralph T. Yang 教授實驗室 Volumetric Measurement 儲氫量測系統之電偶感應式溫度計裝設位置	21
圖 25. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統示意圖	22
圖 26. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統照片	23
圖 27. Valve Effect 之推導內容	25
圖 28. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統架構示意圖	26
圖 29. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統管線運作流程示意圖	27
圖 30. Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統之 Sample Chamber 內部構造	29
圖 31. AC-Pt-0406 樣品之 IGA 儲氫量測分析	32
圖 32. AC-Pt-0406 與 AC-Pt-0603 樣品之 IGA 儲氫量測分析	33

圖 34. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析之相關構造 圖	34
圖 35. Angela D. Lueking 教授實驗室所合成之 AC-Pt 樣品的 In-situ Raman Microscope 分 析	35
圖 36. 停放於 PSU 校園中之氫能源車	36
圖 37. UM 建築系館外的石碑	37
圖 38. Angela D. Lueking 教授實驗室之 TPD 分析儀器	38
圖 39. Angela D. Lueking 教授實驗室氣體鋼瓶端所使用之閥件組	39
圖 40. Angela D. Lueking 教授實驗室使用之電動抽氣 Pump 照片	40

一、目的

本所目前正積極進行儲氫材料研究計畫，開發具有潛力之儲氫材料及建立儲氫量測相關技術。美國密西根大學化學工程系(Department of Chemical Engineering, University of Michigan) Ralph T. Yang 教授其團隊於室溫下藉由氫外溢現象(Hydrogen Spillover Phenomenon)強化儲氫材料吸氫能力之發展研究，以及體積法(Volumetric Measurement)量測氫外溢現象吸氫行為的相關技術已具規模，於儲氫方面之研究成果已躍居世界領導地位。Ralph T. Yang 教授除了是相關機制之開創者外，同時亦為美國能源部(Department of Energy)氫能計畫(Hydrogen Energy Program)合作團隊主要負責人。藉由前往該研究機構參訪學習，當有助於了解目前國際發展現況並促進學術交流，能幫助精進本所儲氫研發，並拓展與國際間交流之潛能。

而美國賓州州立大學能源材料工程系(Department of Energy and Mineral Engineering, The Pennsylvania State University) Angela D. Lueking 教授之研究團隊，於儲氫材料發展研究以及重量法(Gravimetric Measurement)儲氫量測相關技術已有相當成果，Angela D. Lueking 教授同時亦與本所儲氫研究團隊有互相合作量測儲氫之關係。藉由前往該研究機構參訪，探討目前利用 Gravimetric Measurement 合作量測之結果，並規劃未來有關利用變動流動量測模式(Fluctuant Flow Mode)增加吸氫效果相關研究之可能，以強化目前合作之深度，當有益於增進學術交流與儲氫技術發展。

由於本計畫研發儲氫研發成果優異受到國際重視，有幸能接獲 Ralph T. Yang 教授及 Angela D. Lueking 教授之邀請函，因此前往該研究單位參訪交流相關研究工作，進而強化雙方合作管道。

二、過 程

由於參訪兩個地點，因此過程將以日期為單位，實際描述每日參訪之內容，並且分別敘述如下：

11 / 15 (一) 去程

- 出發前，再次聯繫美國當地參訪單位之相關聯絡人，UM 為 Lifeng Wang 博士，PSU 為 Cheng-Yu Wang 先生，確認此趟訪美行程無虞。並聯繫住宿地點與交通之相關聯絡人，確認前往美國後之住宿與交通沒有疑慮。
- 台灣時間 23：40 由桃園中正機場(TPE)出發，搭乘中華航空 CI-8 班機，於美西時間 19：05 抵達洛杉磯機場(LAX)，航程 11 小時 25 分鐘。入境通過海關與安檢之後，步行前往 LAX 第五航廈 DELTA 航空進行轉機手續，等待轉機時間 4 小時。美西時間 22：59 出發，搭乘 DELTA 航空 DL-1406 班機，美東時間 11 / 16 (二) 07：30 才抵達底特律機場 (DTW)，原本航程應該為 4 小時 21 分鐘，但是實際上班機延誤了約 1 小時。

11 / 16 (二) 轉機前往 UM 並熟悉參訪地點附近之交通狀況

- 美東時間 07：30 抵達 DTW 機場後，搭車前往 UM 附近的住宿處，安頓好之後，聯繫 UM 之聯絡人 Lifeng Wang 博士，預定美東時間 11 / 17 (三) 10：30 ~ 11：00 間參訪其實驗室，正式拜會 Ralph T. Yang 教授，展開此次於 UM 之訪問行程。
- 安頓好，聯繫好之後，下午外出覓食，並嘗試自行走路前往 Ralph T. Yang 教授位於 G. G. Brown (Department of Chemical Engineering 系館，系館大門如圖 1. 所示)之實驗室，住宿地至實驗室路程約 3 km，為明日訪問先做好探路準備，並熟悉 G. G. Brown 附近之交通狀況。美東時間 19：30 步行回到住宿處，準備明日參訪時之報告，休息。



圖 1. G. G. Brown (Department of Chemical Engineering 系館)大門與我。

11 / 17 (三) 參訪 Ralph T. Yang 教授於 UM 之實驗室

- 美東時間 10:15 步行到達 Ralph T. Yang 教授位於 G. G. Brown 之實驗室，正式展開本次訪問行程。與 Ralph T. Yang 教授會談至美東時間 12:00，內容著重於本次參訪之主要目的，包括：Hydrogen Spillover Phenomenon、AC-Pt 儲氫材料的製備技術、Volumetric Measurement 儲氫量測技術、商業化儲氫材料與技術之建議、當前國際儲氫發展現況以及核研所儲氫計畫未來展望，並向 Ralph T. Yang 教授致謝，感激給予核研所此次參訪其實驗室之機會。
- 由於 Ralph T. Yang 教授下午需進行大學部上課及考試等事務，所以下午我則與 Lifeng Wang 博士進行會談，報告我所準備之投影片「Synthesis and Characterization of AC-Pt Materials and Effect on Hydrogen Storage Rate」，AC-Pt 儲氫材料的製備技術以及 Volumetric Measurement 儲氫量測技術。
- 與 Lifeng Wang 博士會談結束後，參訪實驗室，觀摩其樣品合成，如圖 2. 所示，以及 Volumetric Measurement 儲氫量測系統，如圖 3. 所示，Reference Cell 體積約為 4 mL，Sample Cell 體積約為 8 mL，壓力計解析度可達 0.01 mbar，如圖 4. 所示。
- 參訪實驗室直到美東時間 18:30，才離開實驗室，步行回到住宿處，晚餐及休息。



圖 2. Ralph T. Yang 教授實驗室之 AC-Pt 樣品合成中照片。



圖 3. Ralph T. Yang 教授實驗室之 Volumetric Measurement 儲氫量測系統。



圖 4. Ralph T. Yang 教授實驗室之壓力計。

11 / 18 (四) 參訪 Ralph T. Yang 教授於 UM 之實驗室

- 美東時間 10:20 步行到達 Ralph T. Yang 教授之實驗室，延續昨日之訪問行程。再次與 Ralph T. Yang 教授會談至美東時間 12:30，內容著重於昨日參訪實驗室之後的心得，包括：AC-Pt 儲氫材料的製備技術、Volumetric Measurement 儲氫量測技術以及核研所儲氫計畫可以嘗試改進的內容。會談結束後，因為明日將離開 UM 前往 PSU，因此先向 Ralph T. Yang 教授道別，並再一次感謝 Ralph T. Yang 教授提供核研所參訪之機會，以及學習到許多儲氫相關技術的內容。
- 由於 Ralph T. Yang 教授下午仍需進行大學部上課及考試等事務，所以下午我則與 Lifeng Wang 博士進行更詳細的會談，延續昨日的研討內容，包括 AC-Pt 儲氫材料的製備技術、Volumetric Measurement 儲氫量測技術以及核研所所採用的 Gravimetric Measurement 儲氫量測技術，並討論核研所儲氫研究能夠改進的內容與細節部份的探討。
- 與 Lifeng Wang 博士研討至美東時間 18:30，向其致謝與道別，並拍攝合照，如圖 5. 所示。離開實驗室，步行回到住宿處，晚餐及休息，收拾行李，並聯繫 PSU 之聯絡人 Cheng-Yu Wang 先生，確認明日離開 UM 搭機轉往 PSU 的行程。



圖 5. Lifeng Wang 博士(右)與我(左)的合照，白板上為我們討論時所留下之註解內容。

11 / 19 (五) 轉機前往 PSU 並先行拜會 Angela D. Lueking 教授

- 上午搭車前往 DTW 機場，美東時間 10：48 出發，搭乘 DELTA 航空 DL-3754 班機，於美東時間 12：09 抵達大學城(SCE)機場，航程 1 小時 21 分鐘。PSU 之聯絡人 Cheng-Yu Wang 先生(如圖 6. 所示)前來接機，搭乘其便車前往 PSU，先行拜會 Angela D. Lueking 教授。



圖 6. Cheng-Yu Wang 先生(右)與我(左)的合照。

- 拜會 Angela D. Lueking 教授，會談至美東時間 13：30，內容為本次參訪之主要目的以及寒暄，包括：目前以 Gravimetric Measurement 儲氫量測技術合作之成果概況、美國儲氫領域對於 Gravimetric Measurement 儲氫量測的看法、Volumetric Measurement 儲氫量測技術、Hydrogen Spillover Phenomenon、當前國際儲氫發展現況以及核研所儲氫計畫未來展望，並向 Angela D. Lueking 教授致謝，感激給予核研所此次參訪其實驗室與學習之機會。
- 由 Cheng-Yu Wang 先生介紹實驗室其他成員： Xiaoming Liu 博士後研究員 (以 In-situ Raman Microscope 分析法驗證 spillover 儲氫行爲)、Qixiu Li 博士研究生(材料合成與 Gravimetric Measurement 量測)、Sarmishtha Sircar 博士研究生(Volumetric Measurement 量測)、Cheng-Yu Wang 博士研究生(材料合成與 Volumetric Measurement 量測)，見圖 7. 。



圖 7. Angela D. Lueking 教授之實驗室成員合照，由左至右分別為：Sarmishtha Sircar 小姐、本人、Angela D. Lueking 教授、Qixiu Li 小姐、Xiaoming Liu 博士。

11 / 20 (六) 參訪 Angela D. Lueking 教授於 PSU 之實驗室

- 美東時間 08:30 左右到達實驗室，由於是週六，Angela D. Lueking 教授沒有來 PSU，由 Cheng-Yu Wang 先生帶領參觀實驗室內部，詳細介紹各項儀器，包括低壓氫氣吸附量測系統(Micromeritics ASAP 2020，圖 8.)、壓差體積法儲氫量測系統(Differential Pressure Volumetric Measurement，圖 9. 與圖 10.)、智慧型重量法儲氫量測系統(Intelligent Gravimetric Analyzer，IGA，圖 11.)以及樣品合成(圖 12.)。並研究討論各項儀器與核研所儲氫量測系統相同與差異之處，以及其對於儲氫分析結果上可能的影響。



圖 8. Angela D. Lueking 教授實驗室之 Micromeritics ASAP 2020 低壓氫氣吸附量測系統。

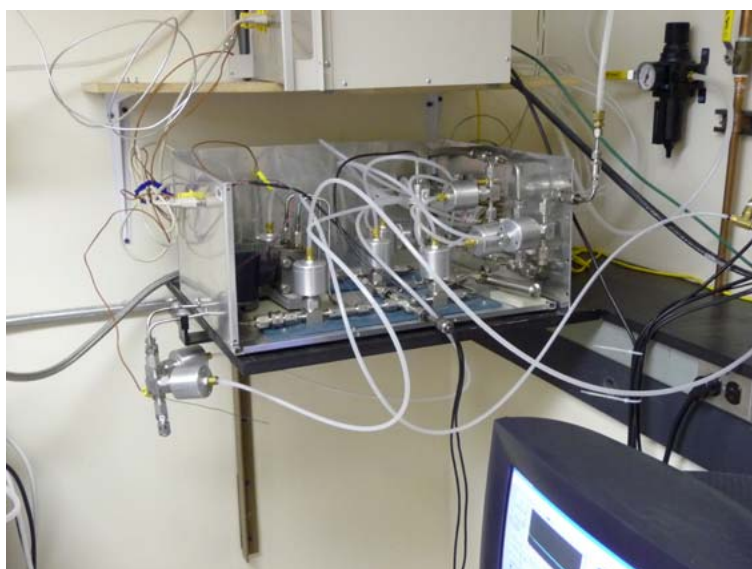


圖 9. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統。

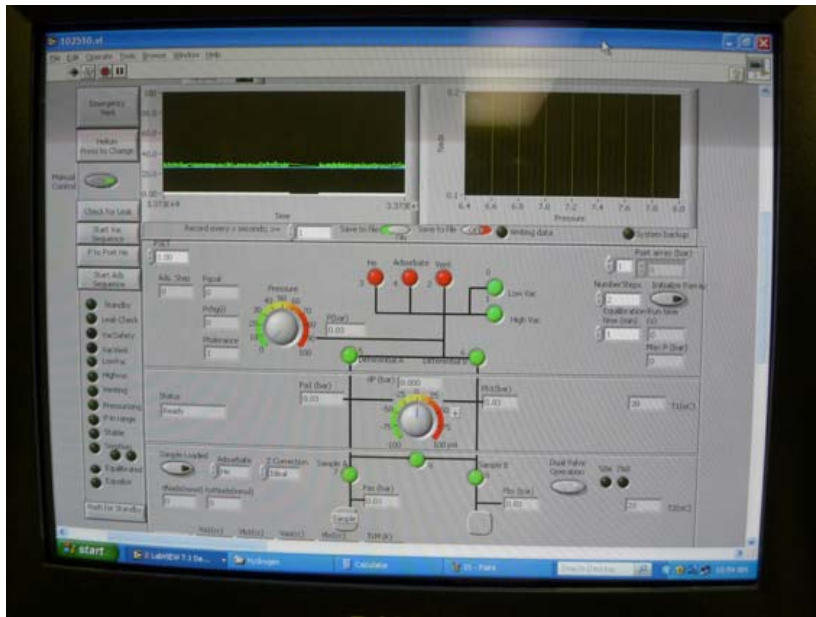


圖 10. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統之運作程式與示意圖。



圖 11. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統。



圖 12. Angela D. Lueking 教授實驗室之 AC-Pt 樣品合成中照片。

- 觀摩學習 Cheng-Yu Wang 先生進行 Strem Chemicals AC-Pt 材料之前處理動作，直到美東時間 20:00 左右，內容包括秤重、抽真空至 10^{-5} mbar 及 200°C 加熱除氣 12 小時(degas) 等步驟，前處理設備如圖 12.所示，以便明日進行該樣品的 Volumetric Measurement 儲氫量測分析。

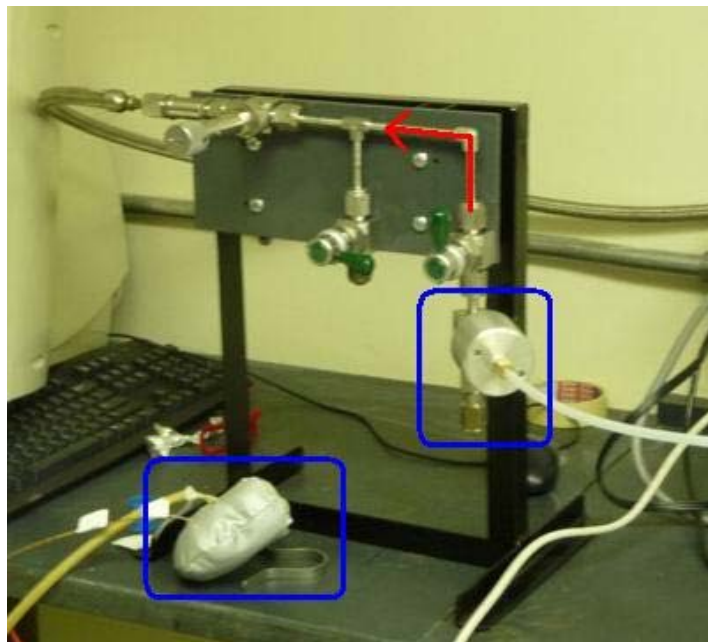


圖 13. Angela D. Lueking 教授實驗室之儲氫待測樣品前處理設備，左下角藍色方框內為加熱包，右邊藍色方框內為 Sample Cell(內含約 200 mg 之 Strem Chemicals AC-Pt 材料粉體)與氣動閥，紅色箭頭則為抽真空時氣體運動之方向。

- 隨後，由 Xiaoming Liu 博士帶領 Cheng-Yu Wang 先生與我前往物理系的實驗室，觀摩 Raman Microscope 分析儀器，如圖 14.、圖 15. 與圖 16. 所示，並簡單介紹如何利用該儀器以 In-Situ 之分析方法來驗證 Spillover 儲氫行爲。直到美東時間 21：00 左右，離開實驗室，由 Xiaoming Liu 博士作東，招待 Cheng-Yu Wang 先生與我吃一頓晚餐，約美東時間 22：30 回住宿處休息。



圖 14. Angela D. Lueking 教授實驗室之 Raman Microscope 分析儀器。



圖 15. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析使用之 Sample Chamber。



圖 16. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析法所使用之入射光源。

11 / 21 (日) 參訪 Angela D. Lueking 教授於 PSU 之實驗室

- 美東時間 08:30 左右到達實驗室，由於是週日，Angela D. Lueking 教授沒有來 PSU，觀摩學習 Cheng-Yu Wang 先生利用 Differential Pressure Volumetric Measurement 系統，進行昨日已前處理之 Strem Chemicals AC-Pt 材料的儲氫量測分析。先將 Differential Pressure Volumetric Measurement 系統進行氫氣淨化以及粗抽真空處理共約 2 小時，並將含有已前處理之 Strem Chemicals AC-Pt 材料的 Sample Cell 裝上系統，同時安裝另一個空的 Sample Cell 於系統上，填充氫氣至不同的適當壓力(0、20、40、60、80 bar)，等待系統達平衡(每個量測點之壓力平衡時間為 2 小時)，分析記錄兩個 Sample Cell 壓力差值變化。藉由比較有樣品與無樣品的 Sample Cell 於不同氫氣壓力下平衡後的壓力差值變化，即可量測分析出該樣品的儲氫效果，經由計算後可得到儲氫量。
- 與負責 IGA 儲氫量測系統分析之 Qixiu Li 小姐詳談，討論目前利用 Gravimetric Measurement 合作量測之結果，並研究 IGA 儲氫量測系統搭配 Fluctuant Flow Mode 來增加吸氫效果的可能性，理論性的比較 Static Mode 與 Flow Mode 充氫模式的不同，可能對於儲氫能力所造成的影響，並討論核研所目前利用 HP-TGA 搭配 Fluctuant Flow Mode 所量測的結果加以比較驗證。同時討論關於 IGA 儀器的細節，研究探討該儀器與核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統相似與不同之處，以及其對於儲氫量測分析結果可能之影響。約美東時間 22:00 回住宿處休息。

11 / 22 (一) 參訪 Angela D. Lueking 教授於 PSU 之實驗室

- 美東時間 08:30 左右到達實驗室，今日屬於正式拜訪 Angela D. Lueking 教授，於美東時間 09:00 進行正式研討會議，會議持續至美東時間 13:30 左右結束，演講者與內容依順序分述如下：
 1. 由本人分享「Synthesis and Characterization of AC-Pt Materials and Effect on Hydrogen Storage Rate」議題，針對共同合作量測之樣品，提出核研所目前利用 HP-TGA 搭配 fluctuant flow mode 所量測分析之結果，提出相關疑問與請教，盼請 Angela D. Lueking 教授給予相關的建議與回覆。並再一次向 Angela D. Lueking 教授致謝，感激給予核研所此次參訪其實驗室與學習之機會。
 2. 由 Qixiu Li 小姐詳細介紹其實驗室之 IGA 儲氫量測系統：量測樣品重量為 200 mg，解析度可達 $0.2 \mu\text{g}$ ，可量測之最大氫氣壓力值為 20 bar，程式自動計算浮力校正，已利用 LaNi_5 金屬氫化物化學性吸附、AX31 活性碳物理性吸附、Pd 金屬氫化物化學性吸附進行系統校正，不過目前由於壓力計損壞，因此只能取得過去的一些共同合作量測數據，該儀器暫時無法提供進一步的分析，需等待維修處理之後才能繼續運作。此外，亦詳細討論研究目前利用該系統所合作量測分析之結果，延續昨日討論之內容，進一步探討相關細節。
 3. 由 Cheng-Yu Wang 先生介紹 Micromeritics ASAP 2020 低壓氫氣吸附量測系統，可觀察出 Spillover 儲氫過程中所引起的 Slow Kinetic 現象。並分享說明 AC-Pt 材料合成的議題，Angela D. Lueking 教授實驗室所合成出之 AC-Pt 樣品，其材料特性與儲氫量測分析結果已經能夠再現 Ralph T. Yang 教授實驗室之結果，同時也驗證了 Spillover 儲氫行為，於利用 Spillover 儲氫的研究領域中為一重大突破。
 4. 由 Sarmishtha Sircar 小姐介紹解說其實驗室之 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統：兩個 Reference Cell 體積分別為 37.5 mL 與 38.18 mL，兩個 Sample Cell 體積分別為 7.27 mL 與 7.41 mL，壓差計解析度可達 1 mbar，量測誤差隨試樣重量而有所變化(50 mg 時誤差約為 16.4 %、200 mg 時誤差約為 3.0 %)。此 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統架設至今已近七年，Angela D. Lueking 教授花費了近六年半的時間對此系統作校正與驗證的實驗，這半年來才開始有信心可以精確的量測出精準的儲氫量，利用此系統已經能夠再現 Ralph T. Yang 教授實驗室之相關分析結果，驗證了 Spillover 儲氫行為對於儲氫效能的提升影響。
 5. 由 Xiaoming Liu 博士說明利用 Raman Microscope 儀器以 In-Situ 之分析方法來驗證 Spillover 儲氫行為的概念與相關實驗內容，目前已有初步的研究發現，但還無法完全再現 Spillover 儲氫行為，精確的驗證還需要繼續努力，未來將盡可能改善實驗上需注意的事項與設備，並利用核研所共同合作之樣品加以驗證 Spillover 儲氫現象。
 6. 由 Angela D. Lueking 教授作總結，說明其實驗室目前研究成果以及未來努力方向，並指出當下國際間對於 Spillover 儲氫研究的看法，強調美國還是以 Volumetric Measurement 儲氫量測分析作為儲氫成果的主要依據，而 Gravimetric Measurement 儲氫量測分析目前

仍有許多地方需要釐清。然而，當下最主要的研究目標，則以更確切更全面性的驗證 Spillover 儲氫行為機制為主，並進一步研究其對於儲氫效能的影響。最後，Angela D. Lueking 教授也給予核研所於儲氫研究發展上的相關建議與展望。

- 下午則延續上午與中午的討論，再次與 Qixiu Li 小姐更進一步討論了共同合作量測的相關內容，試著釐清各個部份對於儲氫量測結果的影響，並建議嘗試不同的 Fluctuant Flow Mode 模式進行量測，期望未來能夠以此驗證 Spillover 儲氫機制以及提升儲氫效能。之後又再次與 Xiaoming Liu 博士討論 In-Situ Raman Microscope 分析驗證 Spillover 儲氫現象的內容，我建議使用 D_2 代替 H_2 更能夠直接觀察到 Spillover 儲氫現象的證據。約美東時間 20:30 回住宿處休息。

11 / 23 (二) 參訪 Angela D. Lueking 教授於 PSU 之實驗室

- 美東時間 09:00 左右到達實驗室，觀摩學習 Cheng-Yu Wang 先生於 Differential Pressure Volumetric Measurement 系統，對已裝有 Strem Chemicals AC-Pt 材料的 Sample Cell 進行體積量測，取得其數據以便進行後續儲氫量的估算。先將 Differential Pressure Volumetric Measurement 系統進行粗抽真空處理約 1 小時，填充氫氣至不同的適當壓力一個循環(0、10、20、30、40、50、60、70、80、70、60、50、40、30、20、10、0 bar)，等待系統達平衡(每個量測點之壓力平衡時間為 10 分鐘)，分析記錄各次數據，進行含有 Strem Chemicals AC-Pt 樣品之 Sample Cell 體積估算。
- 觀摩學習 Qixiu Li 小姐進行 AC-Pt 樣品合成中的乾燥(60 °C 水浴)以及高溫氫氣還原步驟(圖 17.)。氫氣最大流速為 40 mL/min，於 300 °C 下持續加熱還原 12 小時。之後通入氫氣，以最大流速 100 mL/min，持續潔淨樣品 5 小時。



圖 17. Angela D. Lueking 教授實驗室之管型加熱爐，紅色箭頭為通入氣體流動方向。

- 美東時間 18:00，受到 Angela D. Lueking 教授之邀請，於 TAVERN 餐廳聚餐，如圖 18. 與圖 19. 所示，為這次的參訪寫下完美的句點。約美東時間 20:30 回到住宿處，收拾整理型哩，準備明日搭機返台。



圖 18. TAVERN 餐廳外觀。



圖 19. TAVERN 餐廳內部，Angela D. Lueking 教授(左)與我(右)的合照。

11 / 24 (三) ~ 11 / 26 (五) 回程

- 美東時間 12：40 由 SCE 機場出發，搭乘 DELTA 航空 DL-4247 班機，於美東時間 14：00 抵達 DTW 機場，航程 1 小時 20 分鐘。於 DTW 機場等待約 3 小時半，於美東時間 17：35 由 DTW 機場出發，搭乘 DELTA 航空 DL-1919 班機，於美西時間 20：00 左右才抵達 LAX 機場，原本應該為航程 5 小時，但是實際上班機延誤了約 30 分鐘。
- 到達 LAX 機場後，由 LAX 第五航廈 DELTA 航空步行前往 E. M. Mcnamara 航廈，進行轉機飛回台灣之手續，加上出境通關與安檢，轉機等待時間約三小時半。於美西時間 23：25 出發，搭乘中華航空 CI-7 班機返台，台灣時間 11 / 26 (五) 06：30 才抵達 TPE 機場，原本航程應該為 14 小時 35 分鐘，但是實際上班機延誤了約 30 分鐘。
- 返台，回家，休息，調時差。

三、心得

本次赴美參訪 Ralph T. Yang 教授於 UM 之實驗室以及 Angela D. Lueking 教授於 PSU 之實驗室，主要重點在於 Spillover 儲氫現象的探討、AC-Pt 儲氫材料的合成、Volumetric Measurement 儲氫量測技術、Gravimetric Measurement 合作量測成果以及 In-situ Raman Microscope 分析，以下將以這幾項重點分別敘述討論其心得。

Spillover 儲氫現象與 AC-Pt 儲氫材料之間的關係

- Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授之實驗室，合成 AC-Pt 儲氫材料的方法，都是先利用涵浸法將 Pt 的前驅鹽分布於 AC 載體上，乾燥處理後，再通入流動氫氣，於高溫下持溫反應，將 Pt 觸媒完全還原於 AC 載體上，藉由精細的實驗技巧控制，得到顆粒小且分散佳的 Pt 奈米粒子，如圖 20.，因此能夠有效的引發 Spillover 儲氫行為，達到提升儲氫量的功效。

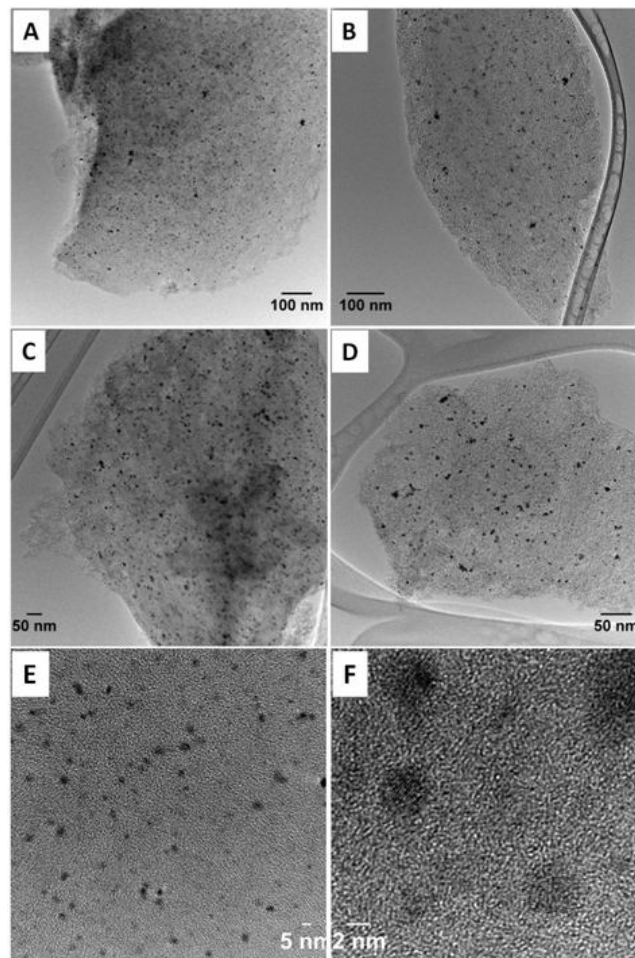


圖 20. AC-Pt 材料之 TEM 分析，黑點為 Pt 奈米粒子(< 2nm)，灰色則為 AC 片狀結構。

- Angela D. Lueking 教授於半年前曾派員(Qixiu Li 小姐、Sarmishtha Sircar 小姐、Cheng-Yu Wang 先生)前往 Ralph T. Yang 教授之實驗室，學習 AC-Pt 儲氫材料的合成方式與注意細項。經過研習訓練之後，Angela D. Lueking 教授實驗室已經能夠合成出與 Ralph T. Yang 教授實驗室 Pt 觸媒大小相近與特性相似的 AC-Pt 儲氫材料，於 Volumetric Measurement 儲氫量測分析中，同時能夠完整再現 Spillover 儲氫現象且提昇相同的儲氫效能，如圖 21. 所示。

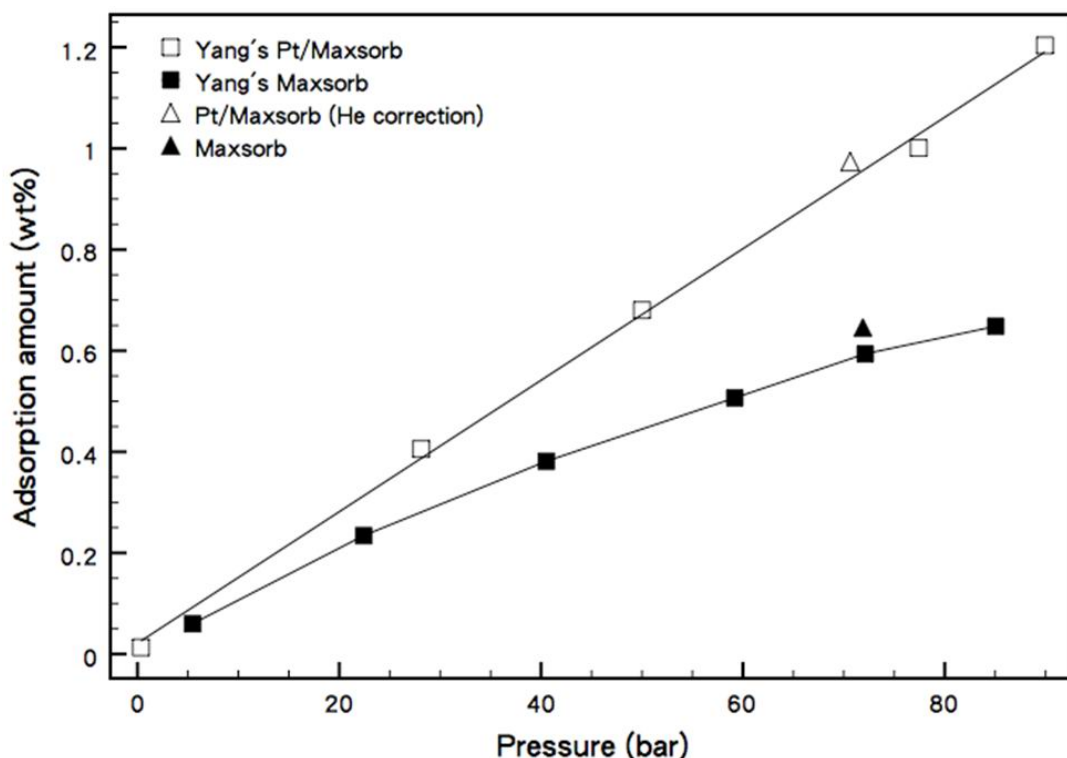


圖 21. AC-Pt 材料之 Volumetric Measurement 儲氫量測分析，三角型為 Angela D. Lueking 教授實驗室所合成之樣品，方型則為 Ralph T. Yang 教授實驗室所合成之樣品。

- 經過與 Lifeng Wang 博士與 Cheng-Yu Wang 先生的討論後，認為 Ralph T. Yang 教授實驗室合成 AC-Pt 材料的方式，有一些容易被忽略且需要特別注意的細節如下：
 - 所使用的溶劑(Acetone)必須儘可能不含水分：
由於 AC 的表面具有強烈的疏水性，所以無法非常均勻的分散在水中，倘若反應溶劑中含有些許水分，容易導致 AC 本身的聚集，因此 Pt 前驅鹽則無法均勻的分布於 AC 載體表面，會導致 Pt 分散性變差，相對影響了 Spillover 現象與儲氫效能。而 Ralph T. Yang 教授實驗室所使用之藥品，均為美國 Aldrich 藥廠所製之高純度(> 99.5 %)藥品。
 - Pt 前驅鹽需要緩慢滴入(Slowly Dropping)至 AC 的分散溶液中：
當 Pt 前驅鹽接觸 AC 載體的瞬間，Pt 前驅鹽會馬上被 AC 載體表面所吸附，如果 Pt 前驅鹽瞬間的濃度太大，則會局部集中吸附於 AC 載體表面的某個區域上，導致 Pt 前驅

鹽分散性變差許多，甚至會堵塞 AC 載體的孔洞結構，嚴重影響 Spillover 現象與儲氫效能。Slowly Dropping 的方式，可以讓很稀薄的 Pt 前驅鹽接觸 AC 載體，緩慢且依序的讓 Pt 前驅鹽能逐漸深入 AC 載體的內部孔洞中，使 Pt 前驅鹽達到良好分布的效果，高溫下通氫氣還原成 Pt 奈米粒子後，才能有效的展現 Spillover 現象並提升儲氫效能。而 Slowly Dropping 的方法，是利用滴管緩慢將 Pt 前驅鹽滴入 AC 的分散溶液中，速率約為 0.3 mL/min。

3. 需使用流動氫氣來進行還原反應，反應後仍需使用流動氫氣作潔淨的處理：

經過流動氫氣於高溫下還原反應之後，即使卸壓至常壓，仍然會有些許氫原子型態儲存於 AC-Pt 材料中，因此在取出材料前，需以流動氫氣的方式將 AC-Pt 材料徹底潔淨，避免殘存氫原子於 AC-Pt 材料中。否則氫原子與氧氣接觸，會產生劇烈的放熱反應，對 AC-Pt 材料造成嚴重影響，使其失去活性，無法有效展現 Spillover 儲氫行為。還原反應時參數為：氫氣最大流速 40 mL/min，於 300 °C 下持續加熱還原 12 小時。通氣流動潔淨參數為：氫氣最大流速 100 mL/min，持續潔淨樣品 5 小時。

- Ralph T. Yang 教授實驗室之 Lifeng Wang 博士表示，若要有效的引發 Spillover 儲氫行為，那麼對於 AC-Pt 材料的特性則有非常嚴苛的要求，因此，並非每次所合成出的 AC-Pt 樣品均能夠展現優異的儲氫效果，成功率其實不高，需要反覆的嘗試試驗，才能得到適當的合成參數與方法。然而，也無法保證每次依照相同參數，均能成功合成出具有優異儲氫效果之 AC-Pt 儲氫材料。整理相關資訊之後，我將所需之 AC-Pt 材料特性要求，分別敘述如下：

1. Pt 奈米粒子的顆粒一定要小：

最好能夠小於 2 nm，如此才能大幅度提升 Pt 觸媒的接觸面積，並裸露出能夠有效引發 Spillover 現象的 Pt(110)晶面，提升儲氫效能。倘若所合成出來的 Pt 觸媒粒徑大於 4 nm，則無法觀察出有效的 Spillover 現象，則此 AC-Pt 材料就無法從儲氫量測分析中觀察到因為 Spillover 現象所帶來的高儲氫效能。

2. Pt 奈米粒子的分布必須均勻且不能堵塞 AC 的孔洞：

因為 Spillover 現象產生時，氫原子 surface diffusion 的速率其實沒有很快，因此提昇氫原子 surface diffusion 的速率，或是增加氫原子 surface diffusion 的數量，將會是儲氫效能提升的決定性步驟。所以 Pt 奈米粒子必須很均勻的分布在 AC 的孔洞內側表面，才能讓更多的氫分子接觸 Pt 觸媒後，分離成氫原子，並且均勻的 surface diffusion 於 AC 的孔洞內側表面上，儘可能將更多的氫原子分布儲存於所有的 AC 孔洞內側表面，達到最快且最大的儲氫效能。而 Pt 奈米粒子不能堵塞 AC 的孔洞，否則氫分子無法有效 gas diffusion 至內部孔洞當中，無法於內部的孔洞進行 Spillover 儲氫行為，如此則浪費了許多 AC 內部孔洞的高比表面積，而無法大幅度提升儲氫量。

3. Pt 觸媒與 AC 載體必需要有良好的接觸固定(Anchoring)：

當氫分子碰觸到 Pt 觸媒後會分解成氫原子，而氫原子會由 Pt 觸媒的表面傳遞至 AC 載體的表面上，再藉由 surface diffusion 於 AC 的孔洞內側表面上。倘若 Pt 觸媒與 AC 載體

的 Anchoring 不好，兩者之間間隙(Gap)距離過大，則 Pt 觸媒表面所產生的氫原子無法順利傳遞至 AC 載體表面，即無法有效引發的 Spillover 儲氫行爲。因此，合成 AC-Pt 觸媒時，Pt 觸媒與 AC 載體之間的 Anchoring 必須良好，同時 Pt 奈米粒子的顆粒不宜太大，才能有效的提升儲氫效能。

4. AC-Pt 儲氫材料需要良好的保存以及審慎的前處理：

由於 Pt 奈米粒子活性甚高，必須儘可能的避免與空氣中的氧氣接觸，以免 Pt 觸媒被氧化而失去 Pt 金屬的觸媒活性。一般而言，AC-Pt 材料接觸過氫氣之後，即使卸壓至常壓，仍然會有部分氫原子型態儲存於 AC-Pt 材料中，因此在氫氣環境中取出樣品之前，必須通入氫氣，以流動氣體方式將 AC-Pt 材料徹底潔淨，儘可能避免殘存氫原子於 AC-Pt 材料中。否則氫原子一旦與空氣中的氧氣接觸，會產生劇烈的放熱反應，會對 AC-Pt 材料造成嚴重影響，使其失去活性，無法有效展現 Spillover 儲氫行爲。此外，在每次進行量測之前，也需要以流動氫氣的方式將 AC-Pt 材料徹底潔淨，排除所有殘存於 AC-Pt 材料中的氫分子與氫原子，才不會影響到量測分析出來的結果。

5. AC-Pt 儲氫材料中的氧官能基會幫助 Spillover：

AC-Pt 儲氫材料上如果有-OH 或-COOH 的氧官能基時，氫原子有可能以替換的方式，將氧官能基上的氫原子替換出來，並且往周圍移動，這樣的過程可以有效提升氫原子 surface diffusion 的速率與數量。倘若 AC 載體上之碳原子間有較大 Gap 時，氫原子本身無法以 surface diffusion 的方式跨越 Gap，而氧官能基所提供的替換作用，有機會將氫原子傳遞的距離延伸，使氫原子越過 Gap 進而儲存到更遠的地方。上述現象均能夠進而幫助加速 Spillover 儲氫行爲，提升儲氫效能。

- 核研所目前合成 AC-Pt 材料的方法，與 Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授之實驗室所採用的方法不同，核研所是在乙二醇(Ethylene Glycol, EG)液相系統中，利用緩慢加熱還原的方式，將 Pt 奈米粒子還原於 AC 載體的孔洞之中。藉由此 EG 液相還原法，核研所已經能夠合成出均勻分布於 AC 載體內部孔洞且不會堵塞的 Pt 觸媒(粒徑約 2 nm)，雖然方法與 Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授之實驗室不同，但是 AC-Pt 材料本身的特性卻很接近，因此能夠有效的引發 Spillover 現象，而大幅度提升儲氫效能。然而核研所使用的 EG 液相還原法，仍有無法完全將所有 Pt 還原於 AC 載體上的缺點，但是卻有能夠利用液相製程來進行量產的優點。相較之下，倘若合成參數控制得當，EG 液相還原法將是能夠應用於商業化量產的製程。

Volumetric Measurement 儲氫量測技術

- 當下美國儲氫研究領域對於儲氫量測技術仍有相當的主觀判斷，普遍都非常認同且信任 Volumetric Measurement 儲氫量測分析所得的結果，對於 Gravimetric Measurement 儲氫量測分析之數據，卻抱持著質疑的態度。而 Volumetric Measurement 儲氫量測系統的優點為：架設成本低，幾乎所有研究單位都能自行組裝，將耐高壓耐真空的管線閥件組合，外接高壓氣瓶與真空 Pump，搭配壓力計與溫度計測量即可，可自行設計系統管路自由度高。然而 Volumetric Measurement 儲氫量測系統的問題是，自行組裝誤差較大，必須經過長時間一連串的校正與測試，盡可能把量測誤差降到最低。此外，其量測數據仍需經過模擬真實氣體方程式的計算與處理，才能得到最後的儲氫量，因此每一個步驟都不能有太大的誤差，否則結果將會有嚴重的偏離。
- Ralph T. Yang 教授實驗室的 Volumetric Measurement 儲氫量測系統，均為美國專門製作 Volumetric Measurement 氣體吸附量測儀器公司(Micromeritics)之工程師 Anthony J. Lachawiec 博士，於 Ralph T. Yang 教授實驗室研讀博士班時所架設組裝。此後，Ralph T. Yang 教授實驗室的 Volumetric Measurement 儲氫量測系統，都是由 Anthony J. Lachawiec 博士負責校正、維修與保養。該儀器從架設完成、反覆校正測試、到可以開始精準的量測樣品，花費了數年時間(此研究為 Anthony J. Lachawiec 博士之畢業論文)。Volumetric Measurement 儲氫量測系統的校正與測試，是該系統最重要的關鍵。操作者必須對於該系統非常了解熟悉，才能夠將所有誤差降到最低，是非常倚賴操作者經驗的儀器。
- Ralph T. Yang 教授實驗室的 Volumetric Measurement 儲氫量測系統，值得注意的地方是：
 1. 系統總體積非常小：
如圖 22. 所示，Reference Cell 體積約為 4 mL，Sample Cell 體積約為 8 mL，整體系統體積只有約 12 mL。體積越小，對於氣體壓力的反應就越明顯，因此壓力計的讀值就會有更顯著的變化，因此能夠更靈敏的量測出儲氫時的細微變化。
 2. 壓力計解析度非常高：
如圖 23. 所示，其壓力計解析度可達 0.01 mbar(小數點以下第二位)。壓力計的讀值可以量測到很微小的數值，自然能夠靈敏的觀察到儲氫時的細微變化，也能把計算時被忽略的壓力值考慮進來，得到比較精準的分析結果。
 3. 每一個量測壓力點，都給予充足的平衡時間：
因為 Spillover 現象受到氫原子 surface diffusion 速率的限制，理論上屬於 Slow Kinetic 的儲氫行為，因此每一個量測壓力點，都必須給予充足的平衡時間，使其確實達到飽和，再進行下一個壓力點的量測分析。一般而言，純物理性吸附約幾分鐘之內可以達到飽和平衡，而藉由 Spillover 現象的儲氫行為，通常需要 4 ~ 6 小時才能達到飽和平衡。雖然 Ralph T. Yang 教授發表的文獻中顯示，量測的數據為平衡 2 小時(約已達 95 %的飽和量)，但 Lifeng Wang 博士表示實際上每個壓力點，都給予 6 ~ 12 小時充足的時間使其平衡，只是文獻中沒有必要浪費圖表空間放入那麼長久的數據，放上 2 小時後達 95 %飽和量的結果，已足夠顯示 Spillover 現象所提升的儲氫效能。

4. 裝設四個溫度計，來確實監控系統不同區域之溫度：

如圖 24. 所示，分別於壓力計 Transducer 口、壓力計 Transducer 下的管線、Sample Cell 上的管線以及 Sample Cell 本身分別裝設了四個電偶感應式溫度計，實際上在估算儲氫量時，所使用的溫度為此四個溫度計紀錄讀值的平均值，能夠完整且實際的表達出系統內管線的整體溫度狀態，也能降低許多因為溫度效應所造成的誤差。

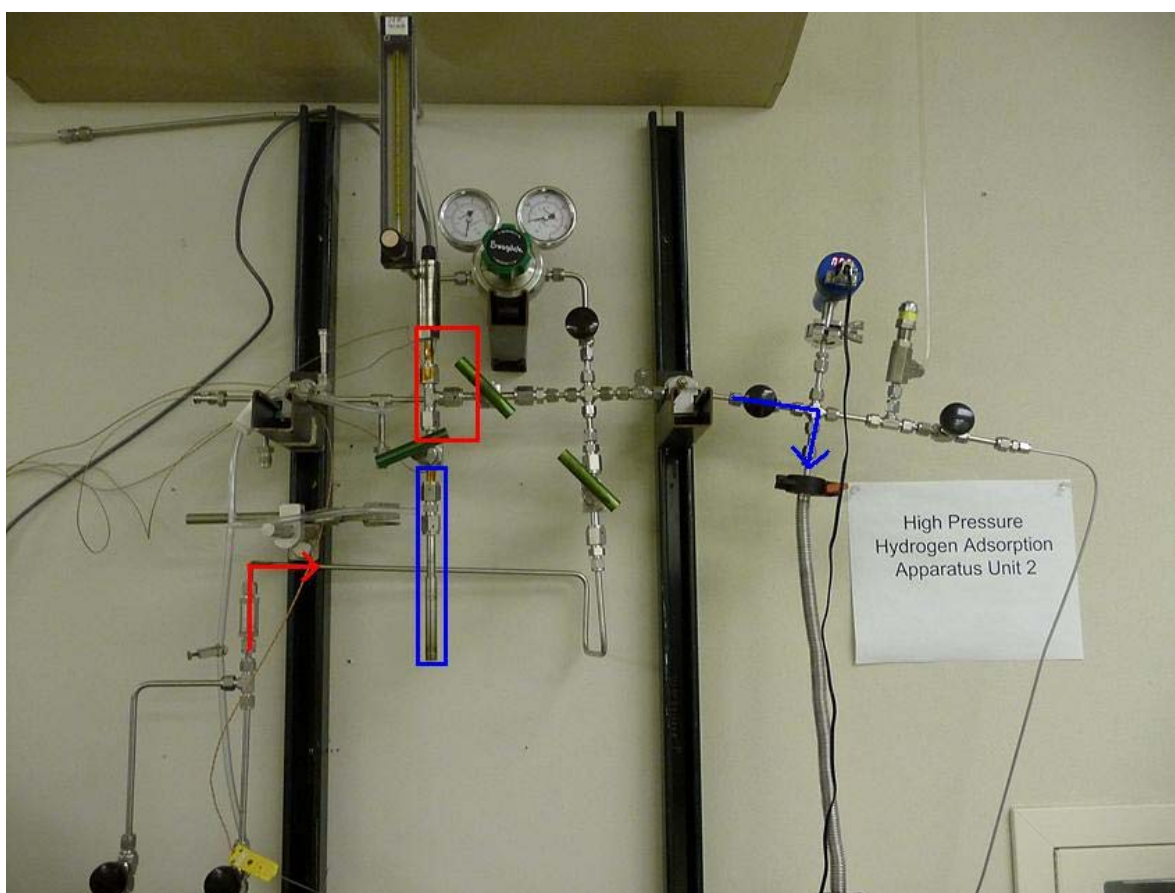


圖 22. Ralph T. Yang 教授實驗室的 Volumetric Measurement 儲氫量測系統，紅色方框內管線為 Reference Cell，藍色方框內管線為 Sample Cell (內含 Spacer 降低體積)，紅色箭頭為填充氣體時流入方向，藍色箭頭為抽真空時氣體流出方向。



圖 23. Ralph T. Yang 教授實驗室 Volumetric Measurement 儲氫量測系統之壓力計顯示表，紅色方框為當時壓力計實際讀值，解析度可達 0.01 mbar。

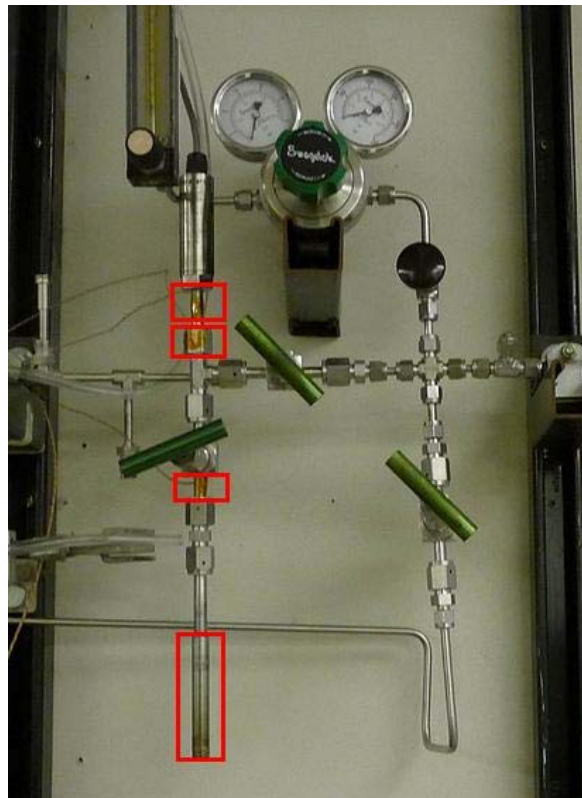


圖 24. Ralph T. Yang 教授實驗室 Volumetric Measurement 儲氫量測系統之電偶感應式溫度計裝設位置，如紅色方框所示，分別為裝設於壓力計 Transducer 口、壓力計 Transducer 下的管線、Sample Cell 上的管線以及 Sample Cell 本身。

- Angela D. Lueking 教授實驗室的 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統，示意圖如圖 25. 所示，其與一般 Volumetric Measurement 系統不同，其具有兩個 Sample Cell，其中一個含有樣品，其中一個不含樣品，理論上經過溫度校正的氫氣吸附平衡之後，含有樣品的 Sample Cell 氫氣壓力會改變，而不含樣品的 Sample Cell 氫氣壓力則不會有變化。因此，利用壓差計(如圖 25. 與圖 26. 所示)量測兩個 Sample Cell 的壓力差值，經過模擬真實氣體方程式的計算與處理後，即可得到受測樣品的儲氫量測分析結果。此 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統是由 Angela D. Lueking 教授本人親自架設，系統完成至今已近七年。然而，Angela D. Lueking 教授實驗室花費了近六年半的時間，對此系統作校正與驗證的實驗，這半年來才開始有信心可以精確的量測出精準的儲氫量。這樣的現象再一次說明了，Volumetric Measurement 儲氫量測系統的校正與測試，是最重要的關鍵，是非常倚賴操作者經驗的儀器。

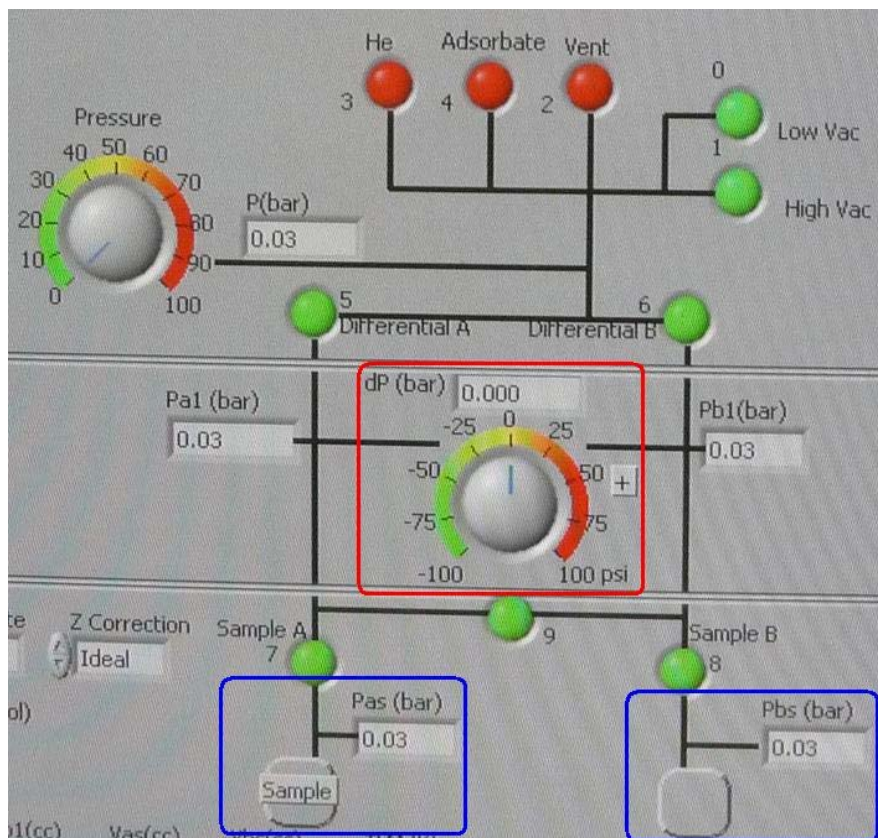


圖 25. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統示意圖，紅色方框內為壓差計，藍色方框內則為兩個 Sample Cell，左邊為內含樣品的 Sample Cell，右邊則為空的 Sample Cell。

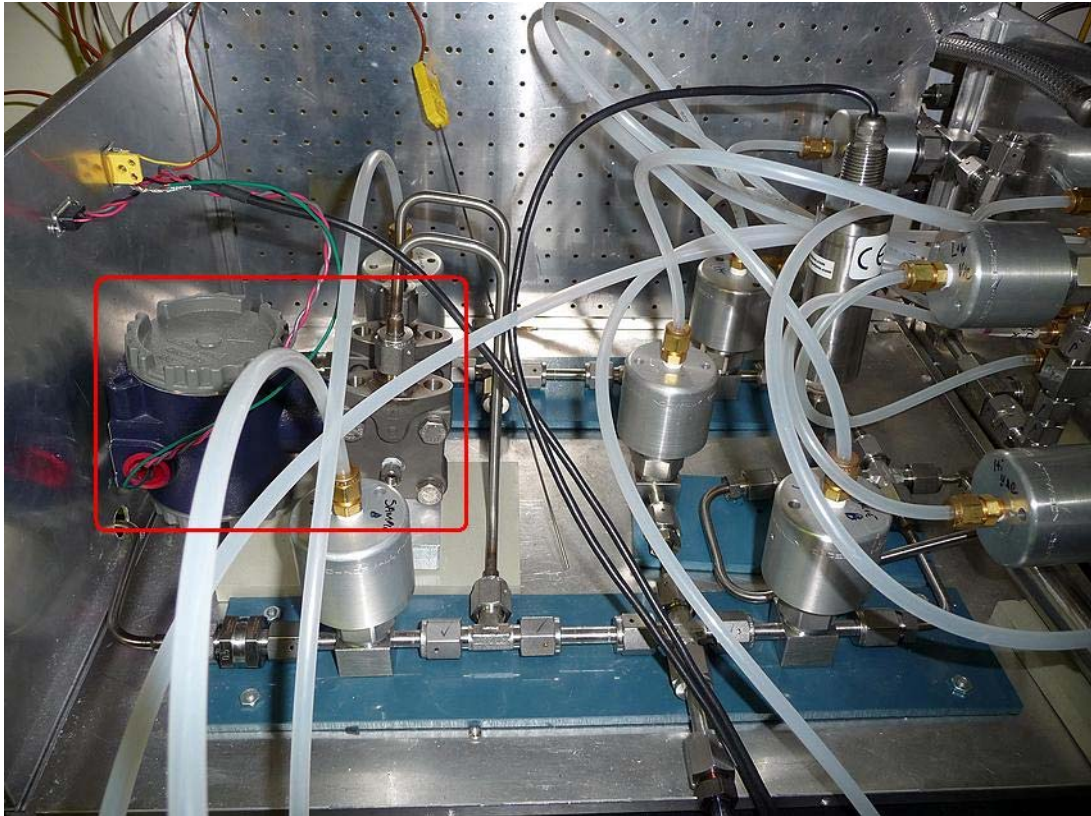


圖 26. Angela D. Lueking 教授實驗室 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統照片，紅色方框內為壓差計，分別連接兩個 Sample Cell 的管線以量測其壓力差。

- Angela D. Lueking 教授實驗室的 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統，值得注意的地方是：

1. 系統體積變化對量測結果的影響不大：

由於是使用壓差計直接讀取兩個 Sample Cell 的壓力差值，如圖 25. 與圖 26. 所示，而不需要分別量測其壓力值，利用互相扣除消去的方式，可以把利用不同壓力估算體積時的量測誤差消除。即使對於 Sample Cell 的體積量測不太精準，也因為是測量壓差然後對消的關係，再藉由模擬真實氣體方程式的計算與處理後，依然可以很精準的得到儲氫量。Cheng-Yu Wang 先生於理論計算程式當中，嘗試故意輸入錯誤的 Sample Cell 體積（縮小為原來的 1/2），然而計算出來的儲氫量結果卻沒有明顯的差異。所以 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統利用壓差計的分析方式，確實能夠將量測體積時所造成的誤差影響降低，提升 Volumetric Measurement 儲氫量測系統的精確度。

2. 壓差計解析度非常高，且整體誤差度(Full Scale Error)很小：

如圖 25. 所示，其壓差計解析度可達 1 mbar。利用壓差計可以直接量測出兩個 Sample Cell 之間的壓力差值，可以避免以往利用傳統壓力計量測整體壓力時所造成較大的 Full Scale Error，利用壓差計能夠把紀錄壓力的儀器誤差降到最低，而壓差計的讀值精準，可以量測到很微小的變化，很直觀的得到兩個 Sample Cell 互相扣除後的分析結果。

3. 儲氫量測分析之前，另外在別的設備中進行樣品的前處理作業：

在進行儲氫量測系統分析之前，樣品都必須先經過加熱抽真空 degas 的前處理作業。然而，與 Ralph T. Yang 教授實驗室之 Volumetric Measurement 儲氫量測系統不同的是，Angela D. Lueking 教授實驗室使用另外一個設備進行前處理作業，如圖 13. 所示(下面再放一次圖 13. 以便利讀者不用往前找尋)，而非直接於 Volumetric Measurement 系統的 Sample Cell 上進行加熱抽真空 degas 的動作。這樣子可以保護 Differential Pressure Volumetric Measurement 儲氫量測系統，避免加熱抽真空 degas 時所趕出的雜質與氣體污染整個系統管線，可以維持系統管線的純淨度，減少不必要的誤差所帶來的影響，更能夠延長系統的壽命。在移動含有樣品的 Sample Cell 時，是連上方的氣動閥一起移動，如圖 13. 所示(下面再放一次圖 13. 以便利讀者不用往前找尋)，樣品本身不會接觸大氣，因此不用擔心因為在不同設備上轉移時所造成的漏氣或污染。

4. 需考慮並扣除氫氣吸附所造成之影響：

量測含有樣品之 Sample Cell 體積時，一般都使用不會被樣品吸附的如氫氣進行估算。理論上將氫氣視為完全不會被吸附，但實際上卻仍有些微的吸附量，所以往往會低估待測樣品實際的儲氫量。因此，Angela D. Lueking 教授實驗室分析所得的儲氫量，都會先估算並將氫氣吸附所造成的偏差影響排除。而比表面積越大的樣品，其受到氫氣吸附影響的偏差也越大。依造 Cheng-Yu Wang 先生的量測分析經驗顯示，AC-Pt 之樣品受氫氣吸附的影響，其最大偏差可高達 0.6 wt.%。

5. 氣體閥件開關時的體積變化也會造成影響：

交流討論時 Cheng-Yu Wang 先生曾分享，Angela D. Lueking 教授實驗室在與美國 NREL(National Renewable Energy Laboratory)技術交流時，NREL 強調儲氫量測系統本身的氣體閥件，在開關時的內部體積會有所變化，因此會導致量測時壓力讀值或壓力差讀值的變化，致使體積估算時產生偏差，而影響儲氫量與放氫量的計算分析，統稱為 Valve Effect，推導內容如圖 27. 所示：儲氫吸附量測時，Sample Cell 之壓力小於 Reference Cell 之壓力，會導致真實體積低於觀察體積；放氫脫附分析時，Sample Cell 之壓力大於 Reference Cell 之壓力，會導致真實體積高於觀察體積。NREL 強調 Valve Effect 並非樣品吸附儲存或脫附釋放氫氣後所產生的改變，必須加以估算後將其排除。然而 Cheng-Yu Wang 先生表示，Angela D. Lueking 教授實驗室曾經將 Valve Effect 的因素仔細考慮並加以估算，實際上發現其實 Valve Effect 對於儲氫量測分析結果影響並不明顯，可以被忽略，因此往後的實驗與量測分析都沒有將 Valve Effect 納入考量。

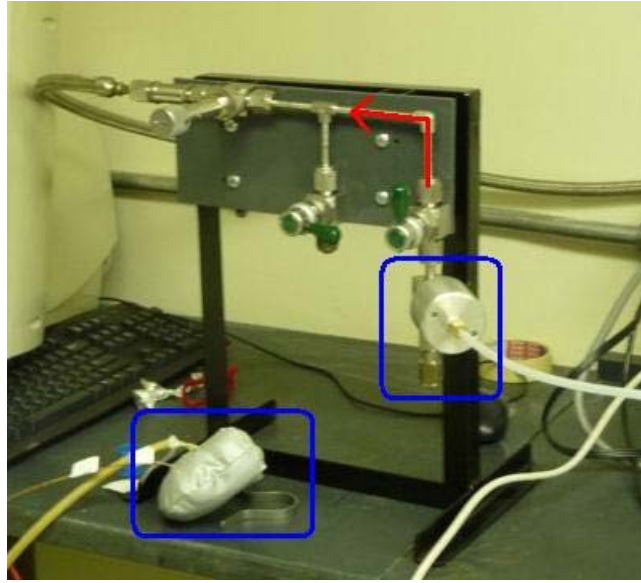


圖 13. 儲氫待測樣品前處理設備，左下角藍色方框內為加熱包，右邊藍色方框內為 Sample Cell(內含材料粉體)與氣動閥，紅色箭頭則為抽真空時氣體運動之方向。

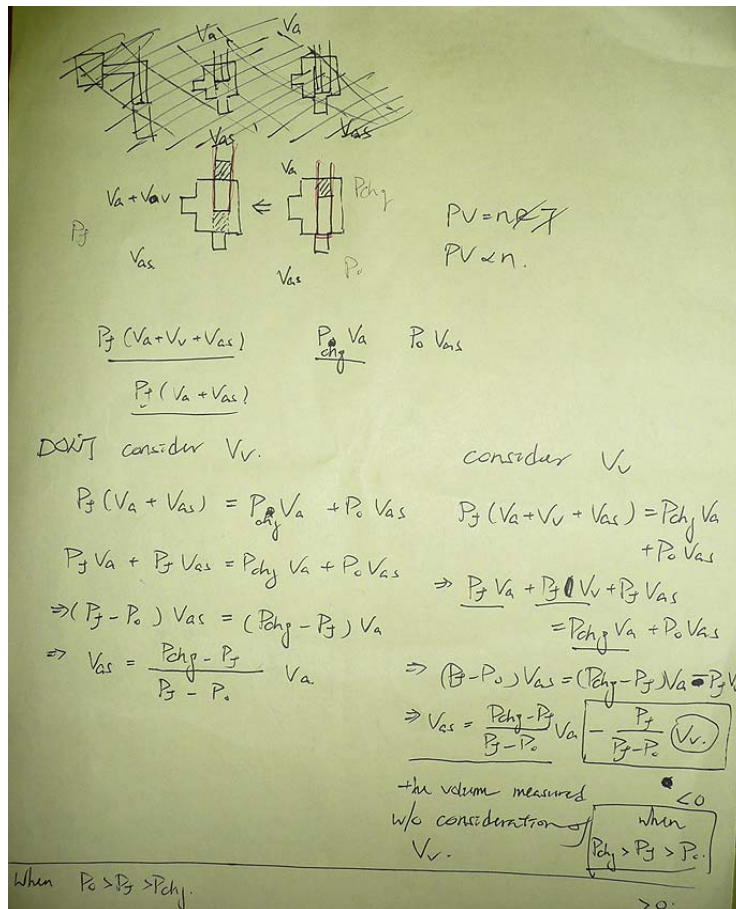


圖 27. Valve Effect 之推導內容，此圖片為 Cheng-Yu Wang 先生之筆記內容。

Gravimetric Measurement 合作量測成果

- Angela D. Lueking 教授實驗室之 Gravimetric Measurement 儲氫量測系統為智慧型重量法儲氫量測系統(Intelligent Gravimetric Analyzer, IGA), 其系統架構如圖 28. 所示, 其管線運作則如圖 29. 所示。顧名思義, 智慧型系統可以直接由電腦控制所有的步驟, 包括樣品前處理(加熱抽真空 degas)、不同壓力下儲氫時氫氣的填充、Fluctuant Flow Mode 時氫氣的流率...等等。然而, 只要填入適當的參數, 數據的紀錄與計算一樣是由電腦直接進行運算處理, 包括樣品體積估算、氣體牽引力校正、浮力校正、儲氫量計算...等等。在系統可運作範圍方面, 此 IGA 系統所能測量之最大壓力只能到 20 bar(核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統最大量測壓力為 1000 psi, 約 68 bar), 可量測重量變化範圍為 0 ~ 200 mg, 分析重量解析度可達 $0.2 \mu\text{g}$ 。在儲氫分析量測方面, 此 IGA 系統已利用 LaNi₅ 金屬氫化物化學性吸附、AX31 活性碳物理性吸附、Pd 金屬氫化物化學性吸附進行系統校正, 若為 100 mg 的樣品在 20 bar 的氫氣壓力下, 以 Static Mode 運作, 則此 IGA 系統之分析精準度可達 $\pm 0.01 \text{ wt } \%$ 。不過目前由於該系統內部之壓力計已損壞, 所以此趟參訪只取得過去的一些共同合作量測數據, 目前也只能針對這些許部分的分析結果進行研究討論, 相關探討內容會放在比較過 IGA 與核研所 HP-TGA 系統之不同後, 於後面的心得中進行詳細說明。然而該儀器暫時無法提供進一步的分析, 需等待維修處理之後才能繼續運作。

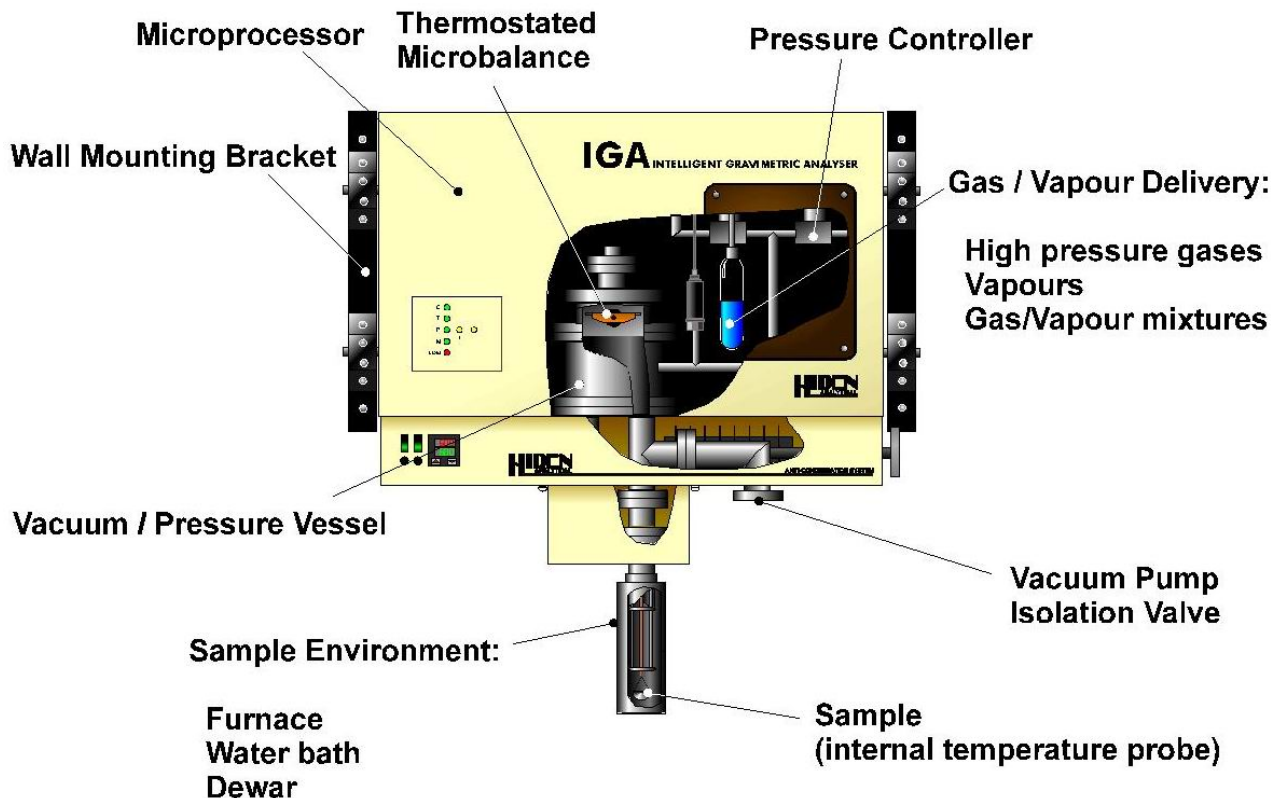


圖 28. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統架構示意圖。

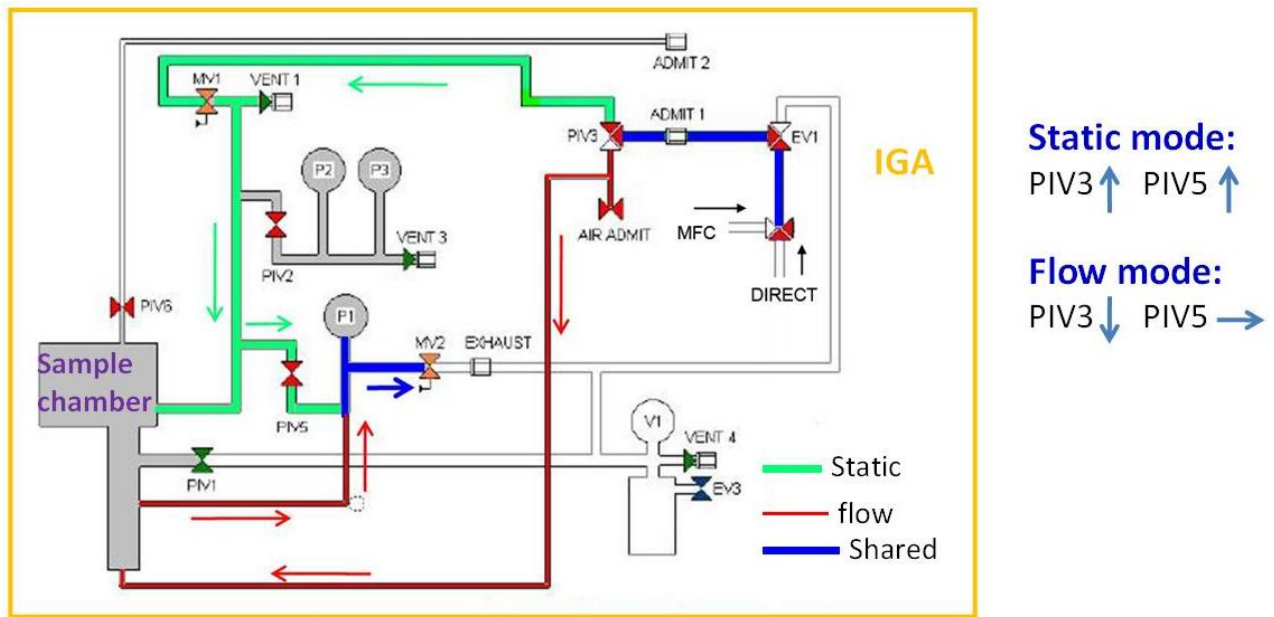


圖 29. Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統管線運作流程示意圖。

- 比較 Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統與核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統，可以發現一些不同之處，分別敘述如下：

1. 儲氫時之氫氣環境壓力不同：

Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統其最大儲氫壓力為 20 bar，而核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統最大儲氫壓力則為 1000 psi(約 68 bar)，兩者儲氫時的氫氣環境壓力有明顯的差異，對於最後儲氫量分析結果自然也會有顯著的不同。一般而言，儲氫時的氫氣環境壓力越大，儲氫量則越高。雖然最後的儲氫量數值不同，但是儲氫時所引發的 Spillover 儲氫行為，則不會有太大的改變，仍然可以藉由不同的系統，觀察到 Spillover 儲氫行為的 Slow Kinetic 現象。

2. Sample Holder 不同：

核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統所使用的 Sample Holder 為石英所製，除了上方開口外，其餘部分完全密合沒有空隙。而 Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統之 Sample Holder 則是使用不銹鋼網(mesh 20 μ m)所製，如圖 30. 所示，因此 Sample Holder 會有空隙，當 AC-Pt 樣品粉末顆粒小於 20 μ m 時，則有機會脫落離開 Sample Holder，有可能導致儲氫分析時重量的跳動誤差。此方面之影響，我已提供相關建議，例如改成使用石英製之 Sample Holder 搭配玻璃纖維製之蓋子，給予 Angela D. Lueking 教授及其實驗室同仁，希望能降低量測分析時的重重量誤差。

3. Sample Chamber 體積不同：

核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統之 Sample Chamber 體積較大，而 Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統之 Sample Chamber 體積較小。由於 Gravimetric Measurement 儲氫量測系統分析樣品之前處理是在 Sample Chamber 中進行，雖然對於 Gravimetric

Measurement 儲氫量測系統而言，Sample Chamber 體積的大小不會直接影響分析時重量變化，但是卻有可能影響樣品前處理時的狀態。在同樣高真空的環境下，Sample Chamber 體積較大或許可以提供更多的空間，使樣品中殘餘的氣體與雜質更容易釋放出來，因此前處理後可以得到更潔淨的樣品，儲氫分析時則能夠吸附儲存更多的氫氣。

4. 儲氫時填充氣體之流入方式不同：

核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統中，充填壓力時流入氣體之管線有兩個，分別位於 Sample Chamber 上端與下端的腔體內壁上，同時都分別經由流量控制器，使氫氣可以緩慢的填充進入 Sample Chamber 中，盡可能在填充氫氣時避免流動氣體直接影響到 Sample Holder，而使得重量有顯著的誤差變化。但是 Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統則有所不同，其填充氣體之管線是直接伸長進入 Sample Chamber 中，如圖 30. 所示，通入氣體管線剛好位於 Sample Holder 正上方，當填充氫氣的時候，氣流會直接面向 Sample Holder，有可能會造成重量分析上的誤差。所以在 Fluctuant Flow Mode 情況下，倘若氣體流入瞬間的流量與速度過大，有可能將 Sample Holder 的樣品粉末吹出，導致重量上的偏差；此外，也有能導致 Sample Holder 搖晃，若碰觸到旁邊的電偶感應式溫度計，也會造成量測分析上的誤差。

5. 儀器設計取向不同：

與 Qixiu Li 小姐仔細討論過後，發現 Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統原本是設計用於量測分析 Static Mode 下氣體吸附後所產生的重量變化。若要於 Fluctuant Flow Mode 環境下進行量測分析，除了外部管線須設計外，IGA 儲氫量測系統本身的自行運算參數也須進行調整，才能讓該系統自行計算出合理的儲氫分析結果。而核研所之 HP-TGA 儲氫量測系統已架設多年，設計上較適用於 Fluctuant Flow Mode 環境下之量測分析，內部與外部管線的規劃也比較不會造成太大的誤差。



圖 30. Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統之 Sample Chamber 內部構造，紅色圈內為不鏽鋼網狀 Sample Holder，藍色框框則為電偶感應式溫度計，紅色箭頭為填充氣體時流入方向，藍色箭頭為抽真空時氣體流出方向。

- 核研所儲氫計畫與 Angela D. Lueking 教授實驗室具有合作關係，核研所過去曾委託 Angela D. Lueking 教授實驗室使用 IGA 儲氫量測系統，幫忙量測核研所自行合成之 AC-Pt 樣品，樣品代號為 AC-Pt-0406 與 AC-Pt-0603。希望藉由不同的 Gravimetric Measurement 儲氫量測系統，加以驗證 Fluctuant Flow Mode 對於儲氫結果的影響。此合作儲氫量測分析是由 Qixiu Li 小姐所負責，結果如圖 31. 與圖 32. 所示。

◎圖 31. 為 Angela D. Lueking 教授實驗室 IGA 儲氫量測系統第一次嘗試於 Flow Mode 環境下分析之結果，Qixiu Li 小姐表示該次實驗為 Continuous Flow Mode 與 Fluctuant Flow Mode 交錯的方式，其分析結果之儲氫趨勢與核研所 HP-TGA 之結果相類似，均可觀察出 Spillover 儲氫行為所導致的 Slow Kinetic 現象。於開始後數分鐘內，當填充氫氣壓力達到 20 bar 後，可以觀察到儲氫量變化迅速陡峭的增加至約 0.25 wt%，這部分可視為

AC-Pt-0406 材料的物理性吸附，然而隨後卻呈現了長時間緩慢不斷上升的儲氫量變化，於 9000 min 時儲氫量約達到 0.6 wt.% 且尚未飽和，與核研所 HP-TGA 儲氫量測分析系統的趨勢與狀況相當類似，根據 Angela D. Lueking 教授與 Qixiu Li 小姐表示，這種 Slow Kinetic 趨勢就是 Spillover 儲氫行為所展現的現象。從儲氫分析結果來看，因 Spillover 現象所增加的儲氫量約為 $(0.6 - 0.25) = 0.35$ wt.%，意即 AC-Pt-0406 材料的 Spillover 現象展現了 $(0.35 / 0.25) = 140\%$ 的提升效果。但是由於該 IGA 儲氫量測系統最大儲氫壓力只能達到 20 bar (核研所 HP-TGA 儲氫量測系統之儲氫壓力設定於 1000 psi 約為 68 bar)，所以絕對儲氫量值並沒有非常高。但是將其結果與過去純 AC 樣品之結果互相比較，仍然可以發現 AC-Pt-0406 樣品之儲氫效能有非常顯著的提升。

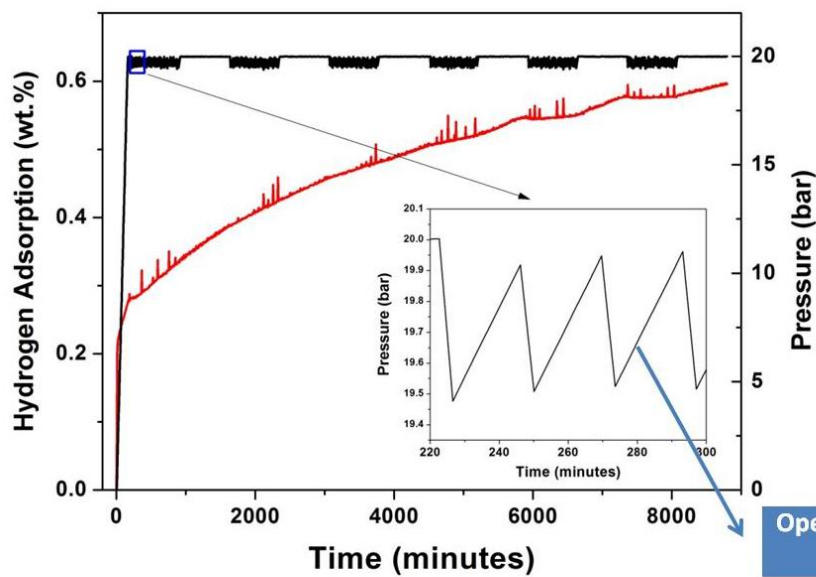
◎除此之外，還有一個值得注意的地方，由圖 31. 中可以發現：當 Continuous Flow Mode 時，儲氫量曲線較為平滑；而於 Fluctuant Flow Mode 支情況下，儲氫量曲線卻產生了些許跳動的偏差。詳細原因並不清楚，經過討論研究之後，個人推斷可能的原因眾多，敘述如下：在 Fluctuant Flow Mode 情況下，某些時段時氣體流量變化的瞬間，變換氣流速度與流量向下產生的壓力，使得重量讀值變大。此外，氣體流量變化也可能導致 Sample Holder 的樣品粉末受到影響被吹出，抑或造成 Sample Holder 搖晃，碰觸到旁邊的電偶感應式溫度計，因而致使量測分析時重量產生偏差。但是進入 Continuous Flow Mode 情況之後，通入氣流較為穩定，沒有流量變化的影響，因此量測分析時重量較穩定，計算後的曲線結果較為平滑。

◎圖 32. 則為 AC-Pt-0406 與 AC-Pt-0603 樣品於 Flow Mode 環境下量測分析的結果，其中 IGA No. 320 之分析曲線與圖 31. 為相同的分析曲線。然而，這裡的縱軸原點 (Hydrogen Adsorption = 0) 是取一開始的重量當作原點。由圖 32. 可以明顯發現，在一開始 Fluctuant Flow Mode 情況下，重量值產生急劇瞬間向下的變化，然後才回升。倘若以一開始的重量當作原點，則會因為瞬間的急劇向下變化，因修正重量初始值之後的影響，導致儲氫量顯示結果隨之降低。理論上，當 AC-Pt 樣品開始儲氫時，重量只會上升，不應該有下降的情況產生，而 Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統量測分析結果中，卻發現此不合理之狀況。於此推測可能是因為此 IGA 儲氫量測系統本來就設計使用於 Static Mode，然而在 Fluctuant Flow Mode 的環境下，裝在不鏽鋼網 (mesh 20 μ m) 材質之 Sample Holder 中的 AC-Pt 樣品粉末 (部分顆粒直徑可能小於 20 μ m)，很可能受到變化氣流之影響而被吹出 Sample Holder，抑或造成 Sample Holder 搖晃，碰觸到旁邊的電偶感應式溫度計，因而導致量測分析時產生重量下降的偏差。這個部分雖然仍有待釐清，但 Qixiu Li 小姐表示過去曾發現該 IGA 儲氫量測系統 Sample Chamber 內部，有少許粉末殘餘，並隨管線延伸至天平另一端的腔體。這樣的狀況，的確可能是樣品粉末受到填充氫氣氣流影響，而被吹出 Sample Holder 的一個間接性證據。這方面之改善，我已提供相關建議，給予 Angela D. Lueking 教授及其實驗室同仁，例如改成使用石英製之 Sample Holder 搭配玻璃纖維製之蓋子，希望能降低量測分析時的重量誤差。由於目前該 IGA 儲氫量測系統之壓力計損壞，所以暫時無法進行改善過後的測量分析，Angela

D. Lueking 教授表示會盡快將其修復，再進行相關考量並嘗試改善系統，避免相關誤差造成的影響。

◎雖然圖 32. 中初始重量下降的誤差已造成初始值設定上的影響，但是仍然可由整體儲氫曲線的趨勢發現 Spillover 行為所展現的 Slow Kinetic 現象。若將所有同是 AC-Pt-0406 樣品之儲氫量測分析結果 IGA No. 320 與 IGA No. 328 互相比較，確實可以顯著的發現 IGA No. 328 於純粹使用 Fluctuant Flow Mode 填充氫氣方式下，其後半段 Spillover 行為所造成的 Slow Kinetic 斜率較為陡峭；然而 IGA No. 320 在使用 Continuous Flow Mode 與 Fluctuant Flow Mode 交錯之填充氫氣模式下，其後半段 Spillover 現象所展現的 Slow Kinetic 斜率卻明顯較為平緩。這樣的結果說明了 Fluctuant Flow Mode 之填充氫氣模式，確實能夠明顯引發更多的 Spillover 現象，進而提升 AC-Pt 材料的儲氫效能。但由於目前該 IGA 儲氫量測系統之壓力計損壞，暫時無法進行 Static Mode 環境下之儲氫量測分析，無法直接比較 Fluctuant Flow Mode 與 Static Mode 填充氫氣方式對於儲氫效能的影響。由核研所過去實驗結果來看，根據合理的推測，相信 Fluctuant Flow Mode 與 Static Mode 填充氫氣方式的不同，其儲氫效能的影響差異會更大，亦即相同時間下之儲氫量結果應該會呈現 Fluctuant Flow Mode > Continuous Flow Mode > Static Mode 的趨勢。而 Angela D. Lueking 教授表示會盡快將其修復，接續進行此方面的量測分析與研究，以驗證核研所於這方面所觀察到的現象。

◎由圖 32. 中觀察所有 AC-Pt-0406 樣品之儲氫量測分析曲線，可以發現相同樣品在相同的 IGA 儲氫量測分析系統中居然得到了幾次不同的儲氫量結果，這暗指了該系統在 Flow Mode 下仍然存在著不穩定性。雖然絕對數值仍有誤差，但是確實能夠觀察到 Spillover 行為所導致的 Slow Kinetic 現象，表示了核研所儲氫計劃合成之樣品，不僅僅能在核研所 HP-TGA 系統觀察到儲氫量的提升，也在 Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 系統觀察到類似的趨勢，這表示了核研所儲氫計劃所合成之 AC-Pt 樣品的確有其功效，能夠引發 Spillover 現象並提升整體儲氫效能。

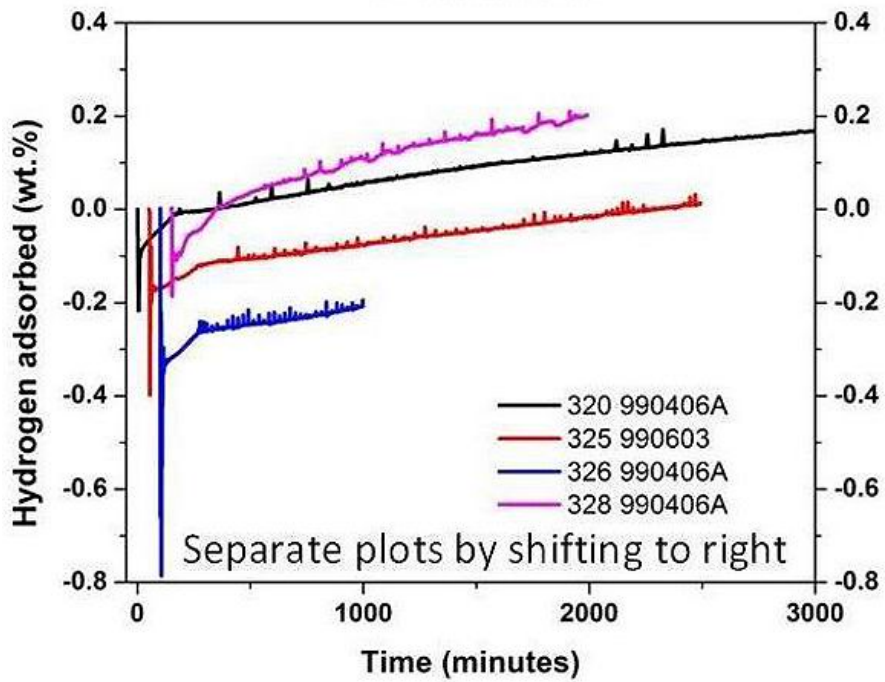
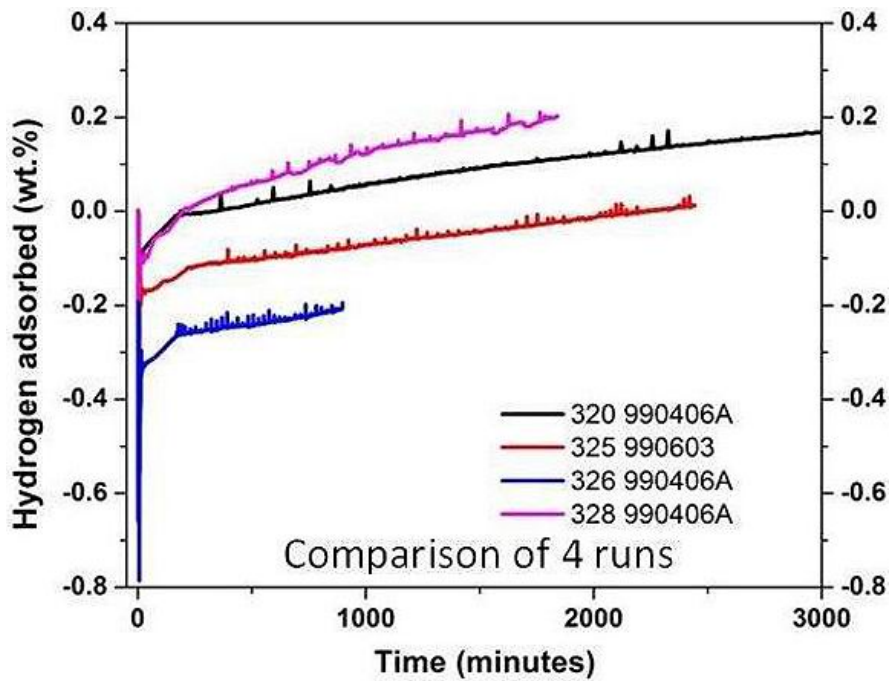


**Pretreatment condition:
Sample was outgassed at
200 °C (Ramp rate was 5
°C/min) for 2hrs before
hydrogen storage
experiment was conducted.**

Pressure sequence and hydrogen storage capacity of Pt/AC (990406A) at about 25 °C

Operation	P set (bar)	Flow rate (mL/min)	Time (mins)
Set-P/flow	19.5	150	1
Set-P/flow	20.0	30	22
Set-P/flow	19.5	150	1
Set-P/flow	20.0	30	22
...

圖 31. AC-Pt-0406 樣品之 IGA 儲氫量測分析(Continuous Flow Mode 與 Fluctuant Flow Mode 交錯)，紅線為儲氫量變化，黑線為氫氣壓力變化、黑色方框與右下角表格為 Fluctuant Flow Mode 之實際狀況。



IGA No.	Name	Pretreatment	Adsorption mode
320	990406A	Outgas at 200 °C for 2 hrs	fluctuant + continuous flow
325	990603 (new)	Outgas at 200 °C for 5 hrs	Only fluctuant flow
326	990406A	Outgas at 200 °C for 5 hrs	Only fluctuant flow
328	990406A	Outgas at 200 °C for 5 hrs	Only fluctuant flow

圖 32. AC-Pt-0406 與 AC-Pt-0603 樣品之 IGA 儲氫量測分析，上圖為各個分析結果疊圖比較，下圖則為將各個分析結果稍微右移錯開以利辨識，最下方表格則為各個樣品於 IGA 儲氫量測分析時之實驗參數設定，其中 IGA No. 320 之分析曲線與圖 31. 為相同的分析曲線。

In-situ Raman Microscope 分析

- Angela D. Lueking 教授實驗室嘗試利用 Raman Microscope 儀器以 In-Situ 之分析方法來驗證 Spillover 儲氫現象，由 Xiaoming Liu 博士負責此方面的研究。其作法是將具有 Spillover 現象能產生氫原子之 AC-Pt 樣品，分散於玻璃纖維毛細管中，將雷射聚焦於 Pt 奈米粒子上，於填充高壓氫氣的環境下，利用 Raman Microscope 觀察產生氫原子後所造成的變化，其相關構造如圖 34. 所示，目前已有初步研究成果。

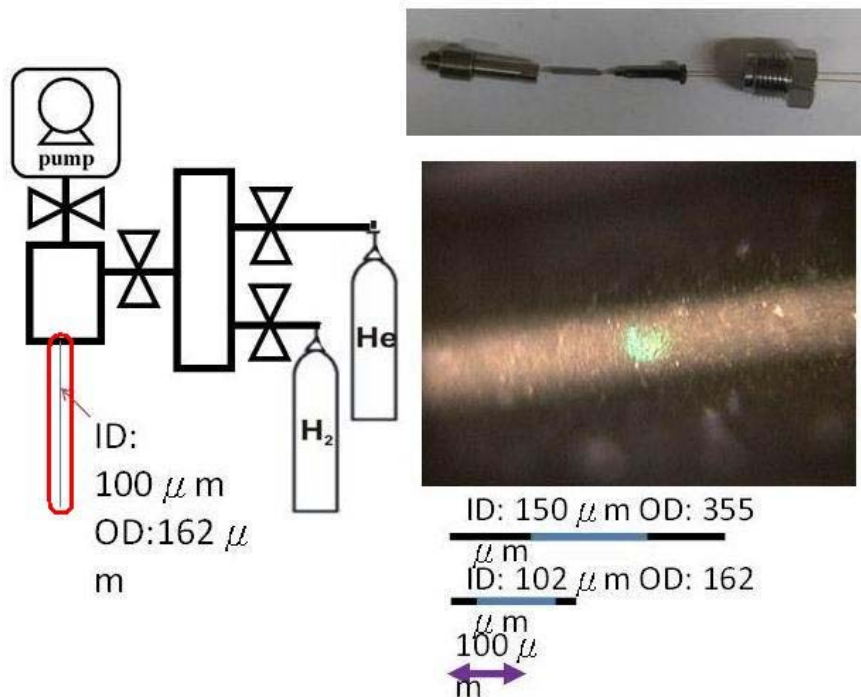


圖 34. Angela D. Lueking 教授實驗室之 In-situ Raman Microscope 分析之相關構造圖，左圖為整體管線架構，其中紅色方框內為裝有 AC-Pt 樣品顆粒之玻璃纖維毛細管，右上圖為將 AC-Pt 樣品分散於玻璃纖維毛細管時所使用之器具，右下圖則為 Raman Microscope 分析之入射光照射實況。

- 由圖 35. 之分析結果中可以清楚觀察到，當填充 120 bar 之氫氣於系統中(紅線)，2500 ~ 3500 cm⁻¹區域的 Raman 訊號開始有了變化，當填充 120 bar 之氫氣超過 72 小時後(藍線)，2500 ~ 3500 cm⁻¹區間內的 Raman 訊號強度非常顯著的降低了，這是由於 AC-Pt 樣品於高壓氫氣環境下，因 Spillover 現象產生氫原子所導致的變化。然而，在填充 120 bar 氫氣且於 200 °C 持溫加熱 24 小時之環境下(紫線)，2500 ~ 3500 cm⁻¹範圍中 Raman 訊號強度卻沒有太大的降幅，推斷可能原因是由於 200 °C 持溫加熱 24 小時，使得氫原子無法穩定存在於 AC-Pt 樣品中，同時該環境下 Pt 觸媒也非常有可能產生聚集變大的狀況，因此無法展現有效明顯的 Spillover 行為，因此 2500 ~ 3500 cm⁻¹區域內的 Raman 訊號強度不會有太大的變化。

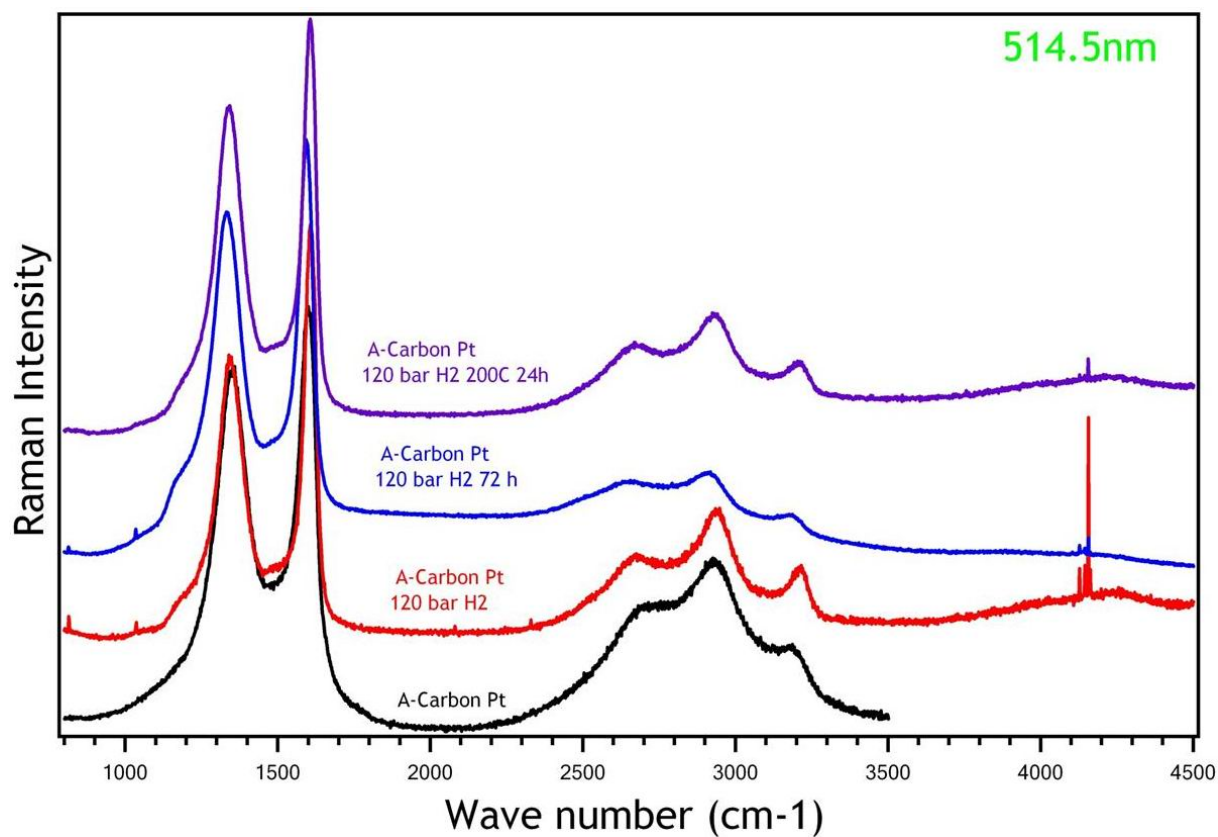


圖 35. Angela D. Lueking 教授實驗室所合成之 AC-Pt 樣品的 In-situ Raman Microscope 分析，右上角 514.5 nm 為入射光源之波長。

- 目前的實驗尚無法完全再現所有的 Spillover 儲氫行為，精確的驗證還需要繼續努力，未來將盡可能改善實驗上需注意的事項與設備，並利用核研所共同合作之樣品加以互相驗證 Spillover 儲氫行為。

其他心得

- 於 PSU 參訪時，在實驗室與校園停車場往返途中，發現了兩台以氫氣作為主要運作能源的汽車，如圖 36. 所示。這算是碰巧遇到的意外發現，此現象說明了在美國的環境中，雖然 PSU 只是學校研究單位，但仍積極的進行氫能源應用之研究發展，無形中強調了氫能源在未來新能源產業中確實佔有一席之地。目前整體氫能源發展領域當中，尤以儲氫為最重要的應用關鍵所在，因此美國 DOE 以及世界各研究機構，才會在儲氫研究上投入許多研發成本與人力，而核研所投入儲氫研究發展已有相當程度之成果，以新能源產業而言，核研所之儲氫計畫具備著非常好的潛能。



圖 36. 停放於 PSU 校園中之氫能源車，紅色圓圈放大圖為氫氣氣體開關之閥件。

- 因為這是我第一次自己一個人出國，而且是前往世界最強大的國家(美國)，拜訪儲氫領

域中的權威(Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授)，到達美國之後，看著這麼強盛的國家，更能感覺到自己的渺小。但是於 UM 參訪時，由於必須從住宿處步行走路約 3 公里，才能到達 Ralph T. Yang 教授之實驗室，其中會經過 UM 的校園，卻不經意的發現建築系館外面有樹立一個石碑，如圖 34. 所示，石碑上刻印著『ONE PERSON CAN MAKE A DIFFERENCE』。看到石碑上那個句子的當下，瞬間有所感悟，每個人雖然都很渺小，但所作所為都會影響這個世界，只要每個人都願意多付出一點心力，累積起來就會對世界帶來廣大積極的正面變化。對於研究來說也是如此，核研所中有許多人賣力於許多不同的研究內容，所有的研究，哪怕是一點點成果，都會對未來造成影響。人們不應該忽略自己的力量，要好好肯定自己，努力積極的為世界盡一份心力，才能讓世界變得更美好。

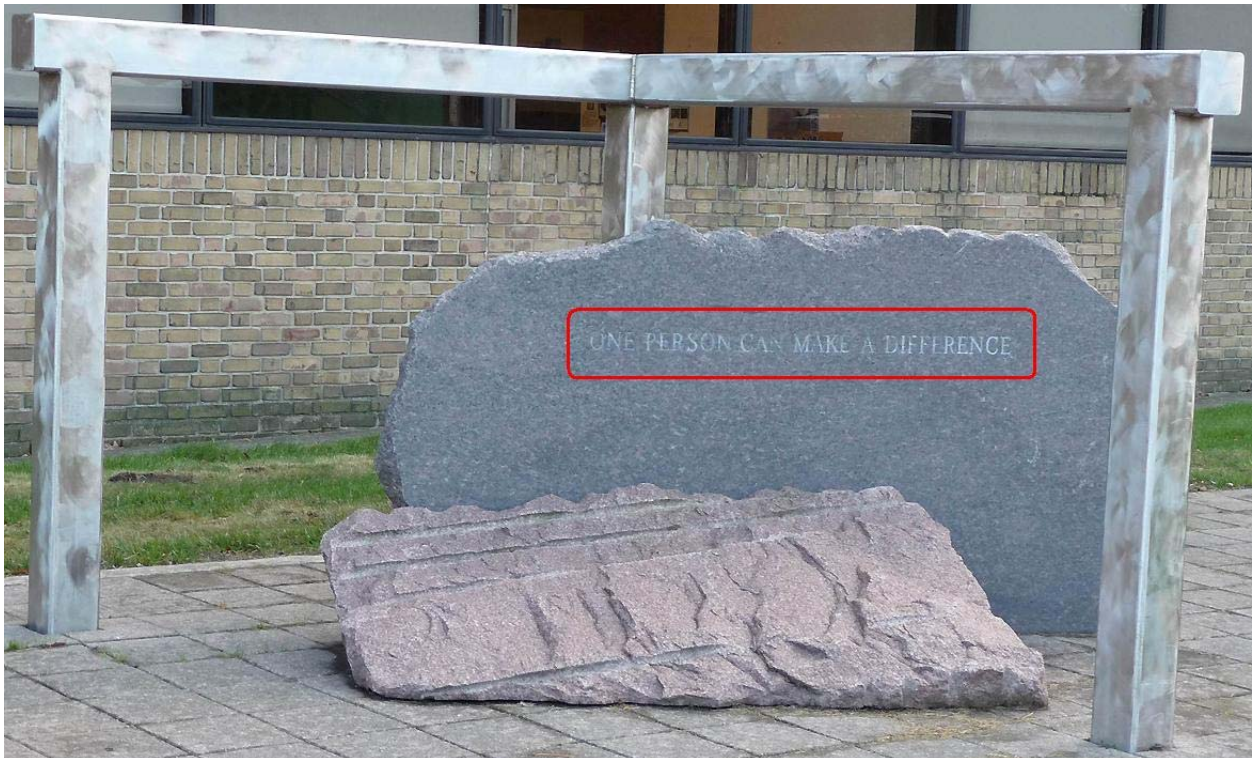


圖 37. UM 建築系館外的石碑，紅色方框中刻印著『ONE PERSON CAN MAKE A DIFFERENCE』。

- Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統，其系統的排氣後端連接著一台熱程

控脫附分析儀(Temperature Programmed Desorption, TPD), 如圖 38. 所示, 可以分析 IGA 儲氫量測系統出口端的氣體, 以驗證該 IGA 系統進行脫附實驗時, 所量測分析之樣品的確是進行氫氣脫附的反應, 而非放出水或是其他氣體。以此方法反推驗證該材料於儲氫量測分析時, 確實是進行儲氫反應, 而非因為吸水或是其他氣體才導致重量增加。核研所儲氫計畫或許也可以利用這樣的方法, 來驗證核研所所製備的 AC-Pt 材料於 HP-TGA 儲氫實驗時, 的確是進行儲存氫氣之反應, 而不是吸水或是其他氣體, 使得重量產生變化, 加以驗證後, 則更能提高 HP-TGA 儲氫分析系統所得數據之信任度與可靠性。



圖 38. Angela D. Lueking 教授實驗室之 TPD 分析儀器。

- 於 Angela D. Lueking 教授實驗室中, 發現其氣體鋼瓶端所使用的閥件組, 有特別再多加

一道開關閥連接於真空 pump，如圖 38. 所示。由於真空 pump 與 V2 閥相連接，因此在更換高壓氣瓶時，可以利用 V2 閥進行管線潔淨與抽真空之處理，避免因為更換鋼瓶時進入管線中的空氣，對整體系統量測分析造成影響與誤差。更換鋼瓶時，核研所儲氫計畫是於後端進行管線潔淨的動作，若能仿造 Angela D. Lueking 教授實驗室之方法，搭配真空 pump 處理，應該更能夠保證管線在鋼瓶更換時不會受到空氣進入的影響。

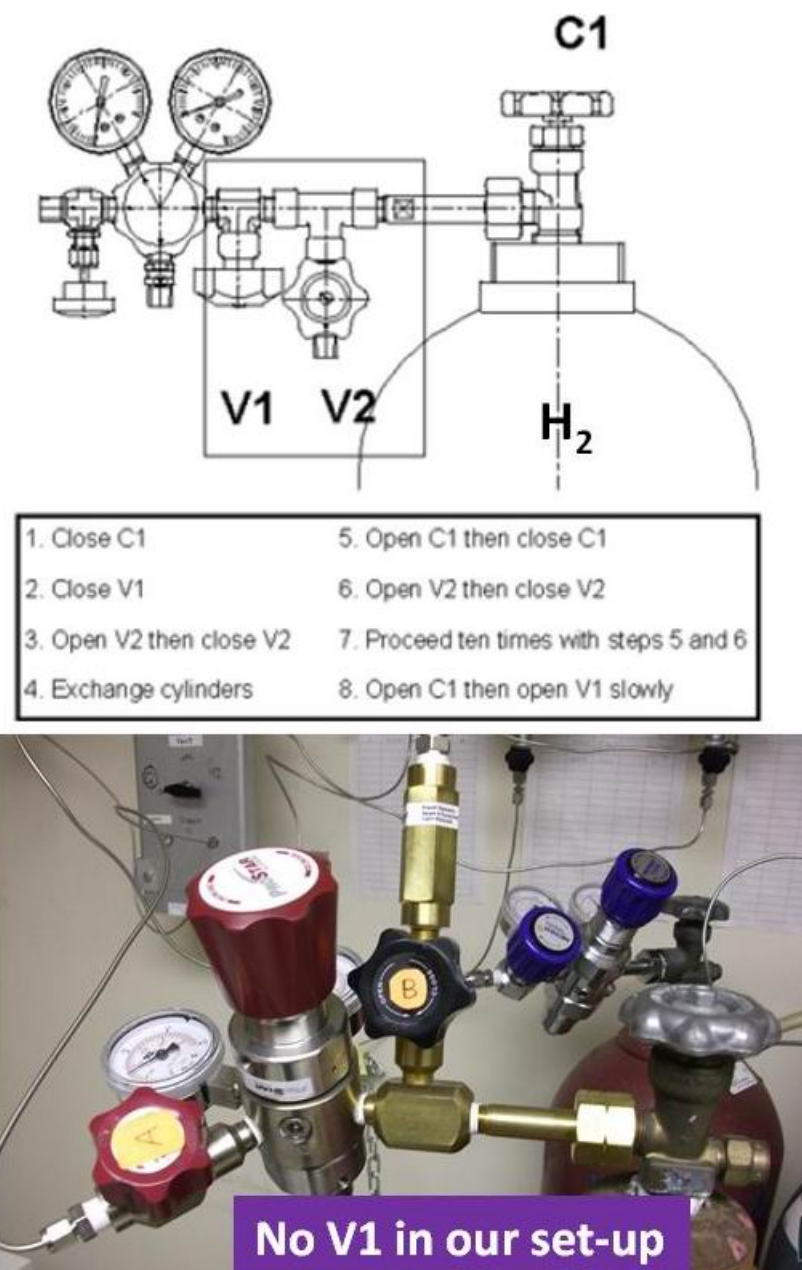


圖 39. Angela D. Lueking 教授實驗室氣體鋼瓶端所使用之閥件組，上圖為構造示意圖以及操作流程，下圖則為實際照片。

- Angela D. Lueking 教授實驗室進行樣品合成的過程中，利用電動抽氣 Pump(如圖 39.)對

材料進行過濾分離的步驟，該電動抽氣 Pump 設備並不昂貴，卻使用方便且不佔空間。而核研所儲氫計畫目前所使用的水流抽濾 Pump，使用時需要水龍頭與洗手台使水流抽濾 Pump 能夠循環使用，優點是能夠用於處理酸洗 AC 材料，避免強酸造成的腐蝕。但若使用於 AC-Pt 材料的過濾分離，則以電動抽氣 Pump 使用上較便利，使用空間不會受到水龍頭與洗手台的限制，也能讓不同的同仁於同時間進行不同樣品的分離實驗。



圖 40. Angela D. Lueking 教授實驗室使用之電動抽氣 Pump 照片，左圖為正面，右圖為側面。

四、建議事項

於前面的心得章節中已經討論了許多關於 Spillover 儲氫現象的探討、AC-Pt 儲氫材料的合成、Volumetric Measurement 儲氫量測技術、Gravimetric Measurement 重量測成果以及 In-situ Raman Microscope 分析等等重點，相關建議事項也已經於前面的心得章節中加以探討，以下的建議事項則著重於核研所儲氫研究中其他可以嘗試改進的部份，包括未來規劃與小型設備的建議。

- **往多元化不同的儲氫材料發展：**

此趟赴美參訪了 Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授之儲氫實驗室，發現兩個儲氫研究單位於不同儲氫材料的研發上，投注了許多心力。由於 Ralph T. Yang 教授實驗室與業界有許多合作案，因此所研發的材料相當廣泛，除了必須加熱才能應用的 Metal Hydride 之外，在載體上嘗試了 MOF、CNT、AC、Silica、Zeolite... 等不同的擔體，於觸媒上也試過 Pt、Pd、Ni... 等過渡金屬。而 Angela D. Lueking 教授實驗室則除了 AC-Pt 儲氫材料研發之外，也嘗試與 MOF 材料相混合。兩個儲氫研究單位都嘗試同時在不同的材料上尋找新的突破，倘若研發經費與研究方向允許，核研所儲氫計畫或許也能往不同的材料發展，尋找更適合於實際應用的儲氫材料。

- **考慮以 Zeolite-Ni 作為低成本量產的商業化產品：**

因為 Ralph T. Yang 教授實驗室與業界有許多合作案，所以此趟拜訪行程中，我有特別向 Ralph T. Yang 教授尋求儲氫材料商業化產品的建議。Ralph T. Yang 教授表示，若重視商業化的需求，則降低成本是最重要的指導原則，若考量儲氫效能以及製備材料的成本，則以 Zeolite-Ni 儲氫材料會是比較合適的選擇，一來是能維持尚可的儲氫效能，而且相較之下成本稍微低於其他材料，是可以考慮量產的商業化產品。不過此 Zeolite-Ni 目前的製程良率仍有待改善，因為較不容易合成出小顆的 Ni 奈米粒子，而 Zeolite 的種類繁多，選擇上必須多加考量，因此想要以工廠模式商業化量產低成本的儲氫材料，仍需要一段時間的努力。

- **驗證 AC-Pt 儲氫材料所引發之 Spillover 現象：**

訪問 Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授時，兩人均強調美國還是以 Volumetric Measurement 儲氫量測分析作為儲氫成果的主要依據，而 Gravimetric Measurement 儲氫量測分析目前仍有許多地方需要釐清。然而，當下最主要的研究目標，則以更確切更全面性的驗證 Spillover 儲氫行為機制為主，並進一步研究其對於儲氫效能的影響，此方面的研究也比較能獲得學術上以及美國政府的支持。因此，核研所儲氫計畫未來也可以嘗試更多實驗，加以驗證 AC-Pt 儲氫材料所引發之 Spillover 現象，倘若在 Spillover 上的研發成果能獲得國際間的認同與肯定，或許有機會得到美國 DOE 青睞，進行更全面性的氫能源研究發展。

- **利用商業化儀器改裝進行低壓氫氣吸附量測：**

Ralph T. Yang 教授與 Angela D. Lueking 教授之儲氫實驗室，都利用商業化儀器 (Micromeritics ASAP 系列之低壓氣體吸附量測系統)，於低壓的氫氣環境下量測分析儲氫材料的 Spillover 現象。核研所內雖然有 Micromeritics ASAP 系列之低壓氣體吸附量測系統，但卻沒有支援氫氣吸附的分析模式，倘若未來能夠改善此設備，將能夠取得更確切的證據，來驗證核研所合成之儲氫材料確實能引發 Spillover 現象而提升儲氫效能。

- **Pt 奈米粒子之 HR-TEM 鑑定：**

於 Ralph T. Yang 教授實驗室參訪時，Lifeng Wang 博士表示，並非每次合成 AC-Pt 樣品均能夠展現優異儲氫效果，成功率其實不高。然而，進行儲氫量測，都需要長時間分析才能得到結果，為了避免時間浪費在失敗的 AC-Pt 樣品上，Ralph T. Yang 教授實驗室先將合成好的 AC-Pt 樣品，進行高解析度穿透式電子顯微鏡(HR-TEM)之分析，觀察該 t 樣品中 Pt 觸媒的顆粒大小與分散狀況，若 Pt 奈米粒子小於 2 nm、結構完整且分散性良好，再將該 AC-Pt 樣品進行後續的儲氫量測分析實驗，避免儲氫量測系統浪費時間在不必要的材料上。這方面核研所儲氫計畫採用的方式是，先將所合成之 AC-Pt 樣品進行 X 射線繞射光譜儀(XRD)、小角度 X 射線散射光譜儀(SAXS) 以及場放射掃描式電子顯微鏡(FE-SEM)之分析，XRD 可以粗略估算 Pt 奈米粒子的大小，SAXS 可以分析 Pt 奈米粒子於 AC 載體中分布的概況，FE-SEM 則能觀察 AC 載體表面上的 Pt 觸媒顆粒大小與分散性。雖然上述的分析可以間接了解 AC-Pt 材料的狀況，但是許多發表文獻還是會使用 HR-TEM 作為最直接的證據，因此建議若儲氫量測分析結果不錯的樣品，應該更進一步的進行 HR-TEM 的分析，加以輔佐驗證該 AC-Pt 儲氫材料所具備之優異性質。

- **增購較大容積之超音波振盪器：**

於 Ralph T. Yang 教授實驗室參訪時，Lifeng Wang 博士強調 AC-Pt 儲氫材料之製程中，常常使用超音波振盪器來幫助分散，而平時使用去離子水清洗實驗器材時，也利用超音波振盪器作更進一步的潔淨。雖然核研所儲氫計畫已有一台小型之超音波振盪器(容積為長 30 cm × 寬 15 cm × 高 10 cm)，若不同的同仁需要同時進行不同樣品之分散處理，抑或需要清洗實驗器材時，往往因為只有一台超音波振盪器且容積不大，所以必須排隊等待分工處理。由於超音波振盪器並不昂貴，因此建議希望能夠增購一台較大容積之超音波振盪器，以便利儲氫計畫之研究。

- **於儲放氫量測系統後端分析釋放之氣體，驗證儲氫反應：**

Angela D. Lueking 教授實驗室之 IGA 儲氫量測系統，其系統後端連接著熱程控脫附分析儀(Temperature Programmed Desorption, TPD)，可以分析 IGA 儲氫量測系統出口端的氣體，驗證該 IGA 系統進行脫附實驗時，所量測分析之樣品的確是進行氫氣脫附的反應，而非放出水或是其他氣體。以此方法反推驗證該材料於儲氫量測分析時，確實是進行儲氫反應，而非因為吸水或是其他氣體才導致重量增加。核研所儲氫計畫也可以嘗試這樣的方法，驗證 AC-Pt 材料於 HP-TGA 儲氫實驗時的確是進行儲存氫氣之反應，而不是吸水或是其他氣體，更能提高 HP-TGA 儲氫分析系統所得數據之信任度與可靠性。

- **於氣體鋼瓶前端加裝管線潔淨用閥件組合：**

於 Angela D. Lueking 教授實驗室中，發現其氣體鋼瓶端所使用的閥件組，有特別再多加一道開關閥連接於真空 pump。因此在更換高壓氣瓶時，可以利用該閥件組合進行管線潔淨與抽真空之處理，避免因為更換鋼瓶時進入管線中的空氣，對整體系統量測分析造成影響與誤差。更換鋼瓶時，核研所儲氫計畫是於後端進行管線潔淨的動作，若能仿造 Angela D. Lueking 教授實驗室之方法，搭配真空 pump 處理，應該更能夠保證管線在鋼瓶更換時不會受到空氣進入的影響。

- **增購電動抽氣 Pump：**

Angela D. Lueking 教授實驗室進行樣品合成的過程中，利用電動抽氣 Pump 對材料進行過濾分離的步驟，該電動抽氣 Pump 設備並不昂貴，卻使用方便且不佔空間。而核研所儲氫計畫目前所使用的水流抽濾 Pump，使用時需要水龍頭與洗手台使水流抽濾 Pump 能夠循環使用，優點是能夠用於處理酸洗 AC 材料，避免強酸造成的腐蝕。但若使用於 AC-Pt 材料的過濾分離，則以電動抽氣 Pump 使用上較便利，使用空間不會受到水龍頭與洗手台的限制，也能讓不同的同仁於同時間進行不同樣品的分離實驗。