

การเตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์
โดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

นางสาวนพวรรณ สายบัวทอง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2550
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF PLATINUM CATALYST ELECTRODE FOR PEM FUEL CELL
BY ELECTRODEPOSITION

Miss Noppawan Saibuathong

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2007

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์โดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า
โดย	นางสาวนพวรรณ สายบัวทอง
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. นิสิต ตัณฑวิเชียร
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พงษ์ชาติ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ หารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ดร. นิสิต ตัณฑวิเชียร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พงษ์ชาติ)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบุญ)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มะลิ หนูสม)

นางสาวนพวรรณ สายบัวทอง : การเตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า. (PREPARATION OF PLATINUM CATALYST ELECTRODE FOR PEM FUEL CELL BY ELECTRODEPOSITION) อาจารย์ที่ปรึกษา: ดร. นิลิต ตันทวีเชษฐ, อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม: รองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พุกษาท 145 หน้า.

การพอกพูนด้วยไฟฟ้าเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าสำหรับเอ็มอีของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการพอกพูนของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยไฟฟ้าบนผ้าคาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวให้มีปริมาณสารของชั้นที่มีคุณสมบัติชอบน้ำ 0.8 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ด้วยรูปแบบของการให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูนแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูน (i_{DC}) 5-40 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2-6 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในการพอกพูนแต่ละช่วง (i_p) 20-200 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร (Duty cycle ร้อยละ 5-50) ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ความถี่ 1-100 เฮิร์ตซ์ พบว่าเอ็มอีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสูงกว่าเอ็มอีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้า (อัดเอ็มอีเอง) และการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ โดยสามารถให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 318 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตรที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าจากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. ให้ค่าเพียง 258 และ 215 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ ที่ค่าความต่างศักย์เดียวกัน นอกจากนี้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วย SEM EDX TEM และ XRD ได้นำมาใช้เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

ภาควิชา...เคมีเทคนิค...

สาขาวิชา...เคมีเทคนิค...

ปีการศึกษา...2550...

ลายมือชื่อ นิลิต.....

ลายมือชื่อ อาจารย์ที่ปรึกษา.....

ลายมือชื่อ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

4872323423 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEY WORD: ELECTRODE / CATALYST / ELECTRODEPOSITION / PEM FUEL CELL

NOPPHAWAN SAIBUATHONG: PREPARATION OF PLATINUM CATALYST ELECTRODE FOR PEM FUEL CELL BY ELECTRODEPOSITION. THESIS ADVISOR: DR. NISIT TANTAVICHET, THESIS CO-ADVISOR: ASSOC. PROF. KEJVALEE PRUKSATHORN, Ph.D., 145 pp.

Electrodeposition technique has been reported to be able to produce uniform metal particle sizes and uniform metal distribution over the substrate. Moreover, it has various operating parameters to control the amount of deposited metal, desired metal particle sizes and desired metal structures. In this work, two electrodeposition techniques, direct current electrodeposition (DC) and pulse current electrodeposition (PC), were investigated and developed for the preparation of Pt-catalyst electrode using for membrane electrode assembly (MEA) of proton exchange membrane fuel cell (PEMFC). Platinum was electrodeposited onto a 0.8 mg/cm^2 hydrophilic layer carbon cloth electrode. The performances of the Pt-catalyst electrodes prepared under various conditions were then compared to the commercial electrode (Electrochem, Inc.). The results show that the pulse current electrodeposited electrode (318 mA/cm^2 at 0.6 V) provided higher current density than the direct current electrode (258 mA/cm^2 at 0.6 V) and the commercial one (215 mA/cm^2 at 0.6 V). The surface morphology of the prepared electrodes, particle size and a ratio of platinum on carbon surface are provided by scanning electron microscopy (SEM), or transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction (XRD) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), respectively.

Department...Chemical Technology...

Student's signature.....

Field of study...Chemical Technology...

Advisor's signature.....

Academic year...2007...

Co-advisor's signature.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีเพราะได้รับความกรุณาจากหลายๆ ฝ่าย ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณ ดร. นิสิต ตัณฑวิเชษฐ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พุกษาทร อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม เป็นอย่างสูง ที่กรุณาให้คำปรึกษาและการช่วยเหลืออย่างดียิ่งตลอดระยะเวลาในการทำวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี รวมถึงช่วยตรวจทานแก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มะลิ หุ่นสม ที่ได้กรุณารับเป็นกรรมการคุมสอบและให้คำแนะนำต่างๆ เพิ่มเติม รวมถึงคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้คำแนะนำในงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณความอนุเคราะห์ทางด้านเงินทุนในการทำวิจัยจากโครงการพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านเชื้อเพลิง ภายใต้โครงการพัฒนาบัณฑิตศึกษาด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ศูนย์ปิโตรเลียมและเทคโนโลยีปิโตรเคมีและทุนอุดหนุนวิทยานิพนธ์สำหรับบัณฑิต จากบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกการทำวิจัย

ขอขอบคุณ พี่ๆ และน้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจ จนงานวิจัยลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบคุณ คุณกุลภัสส์ วัฒนา ที่ให้ความช่วยเหลือในทุกๆ ด้านและเป็นกำลังใจที่สำคัญสำหรับผู้วิจัยตลอดระยะเวลาการทำวิจัยจนสำเร็จได้ด้วยดี

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้โอกาสและการสนับสนุนทางการศึกษาเป็นอย่างดี เข้าใจและเป็นกำลังใจให้กับผู้วิจัยเสมอมา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญภาพ.....	ฒ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	3
2 วารสารปริทัศน์.....	5
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง.....	5
2.2 ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง.....	6
2.3 เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์.....	8
2.3.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์.....	9
2.3.2 ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์.....	11
2.3.3 ข้อเสียของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์.....	11
2.4 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์.....	12
2.4.1 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ.....	13
2.4.1.1 เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน.....	13
2.4.1.2 ขั้วไฟฟ้า.....	15
2.5 การเตรียมชิ้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า.....	20

	หน้า
2.5.1	การพอกพูนด้วยไฟฟ้า..... 20
2.5.2	การเตรียมพื้นผิวขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า..... 22
2.5.3	ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะการพอกพูนด้วย..... 23
2.5.3.1	รูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน..... 23
2.5.3.2	การเคลื่อนที่ของสารละลาย..... 27
2.5.3.3	คุณสมบัติในสารละลาย..... 27
2.5.3.4	การเกิดแก๊สระหว่างการพอกพูน..... 27
2.6	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง..... 28
2.6.1	โพลาริเซชัน..... 28
2.6.2	ความต้านทานเชิงซ้อน..... 31
2.7	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 34
3	วิธีการดำเนินงานวิจัย..... 37
3.1	สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย..... 37
3.1.1	แก๊ส..... 37
3.1.2	สารเคมีและครุภัณฑ์..... 37
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย..... 38
3.3	เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์..... 38
3.4	ตัวแปรที่ศึกษา..... 39
3.5	วิธีดำเนินการวิจัย..... 39
3.5.1	การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอน..... 39
3.5.1.1	ชั้นที่ไม่ชอบน้ำ..... 39
3.5.1.2	ชั้นที่ชอบน้ำ..... 41
3.5.2	การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า..... 42
3.5.3	การปรับปรุงคุณภาพของเมมเบรน..... 44
3.5.4	การเตรียมเอ็มไอ..... 45
3.6	การวิเคราะห์สมบัติของขั้วไฟฟ้า..... 46
3.6.1	การวิเคราะห์หาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา..... 46
3.6.2	การวิเคราะห์การกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา..... 46

	หน้า
3.6.3	การวิเคราะห์หาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า..... 47
3.6.4	การหาขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา..... 47
3.6.5	การหาพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า..... 47
3.7	การวัดสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวส์สำหรับเซลล์เดี่ยว..... 48
3.7.1	ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว..... 48
3.7.1.1	เซลล์เชื้อเพลิงฟิวส์แบบเซลล์เดี่ยว..... 50
3.7.1.2	ระบบการไหลของแก๊ส..... 51
3.7.1.3	หน่วยควบคุมอุณหภูมิ..... 52
3.7.1.4	หน่วยให้ความชื้นกับแก๊ส..... 52
3.7.1.5	หน่วยควบคุมความดันแก๊ส..... 52
3.7.1.6	เครื่อง Potentiostat/Galvanostat..... 52
3.7.2	การประกอบเซลล์เดี่ยวของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวส์..... 53
3.7.3	ขั้นตอนก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง..... 54
3.7.3.1	ขั้นตอนการ Break-In..... 55
3.7.4	ขั้นตอนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง..... 56
3.7.4.1	การทดสอบหาโพลาริเซชัน (Polarization) ของเชื้อเพลิง... 56
3.7.4.2	การทดสอบหาความต้านทานของเซลล์เชื้อเพลิง..... 56
3.7.5	ขั้นตอนภายหลังการทดสอบสมรรถนะ..... 57
4	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง..... 58
4.1	การเตรียมพื้นผิวขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า..... 58
4.1.1	ผลของตัวรองรับและชั้นแพร่ผ่านของแก๊ส..... 58
4.1.2	ผลของปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำ..... 63
4.2	ผลของการรีดิวซ์ขั้วไฟฟ้าด้วยแก๊สไฮโดรเจน..... 68
4.3	ผลการศึกษารูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา แพลทินัม..... 72
4.3.1	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยการให้กระแสแบบคงที่..... 73
4.3.1.1	ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน ตัวเร่งปฏิกิริยา..... 74

หน้า

4.3.1.2	ผลของความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	83
4.3.2	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยการให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ	89
4.3.2.1	ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด.....	90
4.3.2.2	ผลของความถี่ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา.....	93
4.3.2.3	ผลของระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า.....	95
4.4	การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม.....	101
5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	110
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	110
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	111
	รายการอ้างอิง.....	113
	ภาคผนวก.....	117
	ภาคผนวก ก การคำนวณในการเตรียมปริมาณสารในชั้นที่มีคุณสมบัติชอบน้ำ.....	118
	ภาคผนวก ข การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า.....	120
	ข.1 การคำนวณปริมาณแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX.....	120
	ข.2 การคำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูน ด้วยไฟฟ้า.....	127
	ภาคผนวก ค ผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction.....	129
	ภาคผนวก ง ผลการคำนวณหาพื้นที่ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าจากการ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV).....	131
	ภาคผนวก จ ข้อมูลการทดลอง.....	134
	ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	145

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	เปรียบเทียบสมบัติและการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทต่างๆ..... 7
2.2	ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นในเซลล์เชื้อเพลิงประเภทต่างๆ..... 8
2.3	สมบัติทั่วไปของกระดาษและผ้าคาร์บอนที่ใช้เส้นใยคาร์บอนเป็นวัสดุหลัก..... 16
2.4	ภาวะในการใช้งานสารละลายโลหะแพลทินัมจากสารประกอบแพลทินัมชนิดต่างๆ.... 21
2.5	องค์ประกอบของวงจรสมมูลทางไฟฟ้า..... 34
4.1	ปริมาณแพลทินัมและสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์และผ่านการรีดิวซ์..... 72
4.2	ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่..... 73
4.3	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..... 76
4.4	ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm^2 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..... 78
4.5	เปรียบเทียบผลการคำนวณปริมาณแพลทินัมของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..... 81
4.6	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ..... 85
4.7	ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ..... 87
4.8	ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วไฟฟ้า โดยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ.... 89
4.9	ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..... 91

ตารางที่	หน้า
4.10 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ.....	92
4.11 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² ที่ความถี่ต่างๆ.....	95
4.12 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยการหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่เวลาต่างๆ.....	97
4.13 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ด้วยการหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่เวลาต่างๆ.....	98
4.14 ขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการทดสอบโดยใช้เทคนิค TEM และ XRD.....	100
4.15 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้และขั้วไฟฟ้าทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V.....	103
4.16 เปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ค่าศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้และขั้วไฟฟ้าทางการค้า.....	105
4.17 พื้นที่ผิวในเกิดปฏิกิริยา ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้และเอ็มอีเอทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V.....	108
4.18 เปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V กับงานวิจัยอื่นๆ ที่มีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า.....	109
ก.1 ผลการวิเคราะห์ความหนาแน่นขั้วไฟฟ้าที่มีปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำแตกต่างกันบนผ้าคาร์บอนโดยไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา.....	119
ก.2 ผลการวิเคราะห์สภาพความต้านทานของขั้วไฟฟ้าที่มีปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำแตกต่างกันบนผ้าคาร์บอนโดยไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา.....	119
ข.1 ข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX.....	121
ข.2 ข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า.....	128

ตารางที่	หน้า
ค.1	ข้อมูลการคำนวณขนาดอนุภาคพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย X-rays diffraction... 130
ง.1	ข้อมูลการคำนวณพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าจากการวิเคราะห์ด้วย Cyclic voltammetry..... 133
จ.1	ภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าด้วยการให้กระแสไฟฟ้า แบบคงที่และการให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ..... 134
จ.2	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่น กระแส 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้า ที่มีตัวรองรับผงคาร์บอนและไม่มีตัวรองรับผงคาร์บอนบนพื้นผิวกระดาษคาร์บอน..... 135
จ.3	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่น กระแส 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้า ที่มีชั้นการแพร่ของแก๊สแตกต่างกัน..... 136
จ.4	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่มีการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่ 300°C นาน 2 ชั่วโมงกับขั้วไฟฟ้า ที่ไม่มีการรีดิวซ์ จากการเตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความ หนาแน่นกระแส 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² 137
จ.5	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่น กระแส 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้า ที่มีปริมาณสารในชั้นที่ขบน้ำแตกต่างกัน..... 138
จ.6	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่น ประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² และความหนาแน่นกระแสแตกต่างกันจาก 5-40 mA/cm ² 139
จ.7	ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่น กระแส 10 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกันจาก 2-4 C/cm ² 140

ตารางที่	หน้า
๑.8 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความถี่ 10 Hz และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดแตกต่างกันจาก 20-200 mA/cm ² (5-50% duty cycle).....	141
๑.9 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนา แน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 mA/cm ² (5% duty cycle) ที่ความถี่แตกต่างกันจาก 1-100 Hz.....	142
๑.10 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ของ ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วย ไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 mA/cm ² เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที และเวลา ในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าแตกต่างกันจาก 0.45-1.95 วินาที.....	143
๑.11 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ ของขั้วไฟฟ้าทางการค้าและเอ็มอีเเคทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc.....	144

สารบัญภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	5
2.2	10
2.2	11
2.4	12
2.5	14
2.6	16
2.7	19
2.8	21
2.9	23
2.10	24
2.11	25
2.12	26
2.13	27
2.14	29
2.15	31
2.16	32
3.1	43
3.2	44
3.3	45
3.4	46
3.5	47
3.6	49

รูปที่	หน้า
3.7	ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยว..... 49
3.8	เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยว (PEM single cell) ของบริษัท Electrochem... 50
3.9	(ก) แผ่นสะสมกระแสและการไหลของแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง; (ข) ช่องทางการไหลของแก๊ส แบบ Serpentine..... 51
3.10	เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PGSTAT30 ของบริษัท Autolab..... 53
3.11	ภาพจำลองของแต่ละชั้นในการประกอบเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยว..... 53
4.1	ภาพถ่าย SEM (x 5000) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบน: (ก) ผิวกระดาษคาร์บอนที่ไม่มีตัวรองรับ; (ข) ผิวหน้ากระดาษคาร์บอนที่มีตัวรองรับ..... 59
4.2	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² บนกระดาษคาร์บอนที่ไม่มีตัวรองรับและมีตัวรองรับ..... 60
4.3	ภาพถ่าย SEM (x 50) ของพื้นผิว: (ก) ผ้คาร์บอน; (ข) กระดาษคาร์บอน..... 61
4.4	ภาพถ่าย SEM (x 300) แบบ Cross-section ของ: (ก) ผ้คาร์บอน; (ข) กระดาษคาร์บอน..... 62
4.5	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² บนชั้นการแพร่แก๊สที่แตกต่างกัน..... 63
4.6	ผลของปริมาณสารในชั้นที่ขบน้ำต่อความหนาแน่นของขั้วไฟฟ้า (อัตราส่วนกลีเซอรอลต่อเนฟิออน เท่ากับ 1:1)..... 64
4.7	ผลของปริมาณสารในชั้นที่ขบน้ำต่อค่าความต้านทานของขั้วไฟฟ้า..... 65
4.8	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระแสไฟฟ้าบนพื้นผิวที่มีปริมาณสารในชั้นที่ขบน้ำแตกต่างกัน..... 66
4.9	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 V กับปริมาณสารในชั้นที่ขบน้ำที่ปริมาณต่างๆ..... 67
4.10	ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออน: (ก) น้อยเกินไป; (ข) เหมาะสม; (ค) มากเกินไป..... 68

รูปที่	หน้า
4.11 การวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมจากการพอกพูนด้วย กระแสไฟฟ้าบนกระดาษคาร์บอน: (ก) ไม่ผ่านการรีดิวซ์; (ข) ผ่านการรีดิวซ์ด้วย แก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	69
4.12 การวิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วย EDX ของขั้วไฟฟ้า: (ก) ไม่ผ่าน การรีดิวซ์; (ข) ผ่านการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	70
4.13 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์และผ่านการ รีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	71
4.14 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² ที่ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าต่างๆ.....	74
4.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้า แบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..	75
4.16 ภาพ SEM (x 15000) ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนา แน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 5 mA/cm ² ; (ข) 10 mA/cm ² ; (ค) 20 mA/cm ² ; (ง) 40 mA/cm ²	77
4.17 ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมที่ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 5 mA/cm ² ; (ข) 10 mA/cm ² ; (ค) 20 mA/cm ² ; (ง) 40 mA/cm ²	78
4.18 ตัวอย่างกราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่น ประจุไฟฟ้า 4 C/cm ² และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ²	79
4.19 ตัวอย่างการวิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วย EDX ของขั้วไฟฟ้าที่ เตรียมโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm ²	80

รูปที่	หน้า
4.20	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วย การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² ที่ความ หนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ..... 83
4.21	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ของเอ็มอีเอทีประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้า แบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า แตกต่างกันจาก 2- 6 C/cm ²84
4.22	ภาพ SEM (x 5000) ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนา แน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 2 C/cm ² ; (ข) 4 C/cm ² ; (ค) 6 C/cm ²86
4.23	ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมที่ค่าความหนา แน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 2 C/cm ² ; (ข) 4 C/cm ² ; (ค) 6 C/cm ² 88
4.24	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า แบบเป็นช่วงๆ ที่ความถี่ 10 เฮิร์ตซ์ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ..... 90
4.25	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า แบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² ที่ความถี่ต่างๆ..... 93
4.26	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² ที่ความถี่ต่างๆ..... 94
4.27	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า แบบเป็นช่วงๆ ที่ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที ที่ระยะเวลาในการ หยุดให้กระแสไฟฟ้าต่างๆ.....96
4.28	ภาพจาก SEM (x 5000) แสดงขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของโลหะแพลทินัม จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า: (ก) แบบคงที่ (10 mA/cm ² , 2 C/cm ²); (ข) แบบ เป็นช่วงๆ (200 mA/cm ² , 2 C/cm ² , 1 Hz)..... 99

รูปที่	หน้า
4.29	ภาพจาก TEM แสดงขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า: (ก) แบบคงที่ (10 mA/cm^2 , 2 C/cm^2); (ข) แบบเป็นช่วงๆ (200 mA/cm^2 , 2 C/cm^2 , 1 Hz).....100
4.30	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc..... 102
4.31	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc..... 102
4.32	กราฟอิมพีแดนซ์ที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 V ของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.....104
4.33	กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการพอกพูนด้วยไฟฟ้ากับเอ็มอีเอทีทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc..... 106
4.34	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการพอกพูนด้วยไฟฟ้ากับเอ็มอีเอทีทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc..... 107
ข.1	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 5 mA/cm^2 ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 122
ข.2	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 122
ข.3	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2 ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 123
ข.4	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 40 mA/cm^2 ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 123

รูปที่	หน้า
ข.5	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² ความหนาแน่นประจุ 2 C/cm ² 123
ข.6	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm ² ความหนาแน่นประจุ 2 C/cm ² 124
ข.7	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² (5% duty cycle) ความถี่ 10 Hz..... 124
ข.8	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 50 mA/cm ² (20% duty cycle) ความถี่ 10 Hz..... 124
ข.9	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm ² (50% duty cycle) ความถี่ 10 Hz..... 125
ข.10	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 50 mA/cm ² (20% duty cycle) ความถี่ 1 Hz..... 125
ข.11	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 50 mA/cm ² (20% duty cycle) ความถี่ 100 Hz..... 125
ข.12	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² เวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.45 s.. 126
ข.13	EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm ² เวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 1.95 s.. 126
ง.1	การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนภายในเซลล์เชื้อเพลิง..... 131

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พลังงานเป็นสิ่งจำเป็นในการดำเนินชีวิตของมนุษย์ ความเจริญก้าวหน้าอย่างรวดเร็วทางด้านเทคโนโลยี ด้านเศรษฐกิจและสังคมในปัจจุบัน ล้วนส่งผลให้ความต้องการในการใช้พลังงานเพิ่มสูงขึ้นอย่างมาก โดยในช่วงศตวรรษที่ผ่านมาแหล่งพลังงานที่ใช้ส่วนใหญ่มักได้มาจากปิโตรเลียม เช่น ถ่านหิน น้ำมัน และแก๊สธรรมชาติ เป็นต้น ซึ่งแหล่งพลังงานเหล่านี้จัดอยู่ในกลุ่มพลังงานสิ้นเปลือง เนื่องจากเป็นเชื้อเพลิงที่ใช้แล้วหมดไปและมีอยู่ในปริมาณจำกัด จึงอาจก่อให้เกิดปัญหาการขาดแคลนพลังงานได้ อีกทั้งกระบวนการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ของเชื้อเพลิงจากปิโตรเลียมจะผลิตแก๊สและกากของเสียที่เป็นพิษ (เช่น แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น) ซึ่งเป็นอันตรายทั้งต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ส่งผลให้เกิดปัญหาสภาวะแวดล้อมทางอากาศที่เสื่อมโทรมลง ปัจจุบันปัญหาเหล่านี้ได้ทวีความรุนแรงมากขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงมีการศึกษาค้นคว้าและพัฒนาหาแหล่งพลังงานใหม่เพื่อทดแทนแหล่งพลังงานเดิมจากเชื้อเพลิงปิโตรเลียม [1] ซึ่งควรเป็นพลังงานที่สะอาด ไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ (Renewable energy) โดยมีประสิทธิภาพใกล้เคียงหรือดีกว่าแหล่งพลังงานเดิม ซึ่งทางเลือกหนึ่งก็คือการใช้เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) เป็นเทคโนโลยีใหม่อีกชนิดหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจ เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงเป็นกระบวนการเปลี่ยนรูปพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงไปเป็นพลังงานไฟฟ้าโดยตรง โดยอาศัยกลไกทางเคมีไฟฟ้า ไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาไหม้ ผลที่ได้คือความร้อนและน้ำเท่านั้น ทำให้เครื่องยนต์ที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงนี้ไม่ก่อมลภาวะทางอากาศ ทั้งยังมีประสิทธิภาพที่สูงกว่าเนื่องจากมีการสูญเสียในกระบวนการน้อยกว่าต่างจากกระบวนการผลิตพลังงานโดยทั่วไปที่ใช้เชื้อเพลิงปิโตรเลียมที่ต้องเปลี่ยนพลังงานเคมีไปเป็นพลังงานความร้อนและพลังงานกลก่อนจะเปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้า ซึ่งมีการเปลี่ยนรูปพลังงานหลายขั้นตอนมากกว่า จึงมีการสูญเสียในกระบวนการมากกว่าและผลจากกระบวนการจะได้ ความร้อน น้ำและแก๊ส

คาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบการปล่อยแก๊สพิษต่างๆ (เช่น CO₂, NO_x, Sox) กับเซลล์เชื้อเพลิงแล้วจะพบว่าเซลล์เชื้อเพลิงมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมากกว่า [2, 3]

เซลล์เชื้อเพลิงมีหลายรูปแบบ โดยทั่วไปนิยมจัดแบ่งตามประเภทของอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงชนิดที่คาดว่าจะเข้ามามีบทบาทกับการใช้งานในชีวิตประจำวันของมนุษย์อย่างมากคือ เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม (Proton exchange membrane fuel cells, PEMFC) โดยใช้พอลิเมอร์เมมเบรนเป็นอิเล็กโทรไลต์ ดังนั้นจึงนิยมเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า Polymer exchange membrane fuel cell เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีภาวะในการทำงานที่อุณหภูมิต่ำประมาณ 60-100 องศาเซลเซียส ความดันประมาณ 1-2 บรรยากาศ สามารถผลิตให้มีขนาดเล็กและน้ำหนักเบาได้จึงเหมาะกับการใช้งานที่ต้องมีการเคลื่อนที่ เช่น รถยนต์ ไทคัทที่มีมือถือ และคอมพิวเตอร์พกพา เป็นต้น เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ใช้เมมเบรน (Membrane) แลกเปลี่ยนโปรตอนเป็นอิเล็กโทรไลต์วางอยู่ระหว่างขั้วไฟฟ้าแบบพอร์ที่มีแพลทินัม (Pt) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองขั้ว ซึ่งมีข้อได้เปรียบเหนือเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอื่น คือ ไม่มีการรั่วของอิเล็กโทรไลต์และไม่มีปัญหาการกัดกร่อนน้อย เนื่องจากอิเล็กโทรไลต์อยู่ในรูปของแข็ง ปัจจุบันพอลิเมอร์เมมเบรนที่นิยมใช้ คือ ซัลโฟเนตพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Sulphonated polytetrafluoroethylene) มีชื่อทางการค้าว่า เนฟิออน (Nafion) ซึ่งมีคุณสมบัติในการยอมให้โปรตอน (H⁺) ผ่านได้ แต่ไม่ยอมให้อิเล็กตรอนผ่าน

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีหลายประการด้วยกัน อาทิเช่น ประสิทธิภาพสูง ความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้าสูง กระบวนการไม่ซับซ้อน มีขนาดกะทัดรัด ทำงานที่อุณหภูมิต่ำ มีอายุการใช้งานยาวนาน เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมากกว่าเมื่อเทียบกับเชื้อเพลิงจากแหล่งพลังงานอื่น [3, 4] อีกทั้งเซลล์เชื้อเพลิงยังสามารถนำมาต่อเข้าด้วยกันเพื่อเพิ่มกำลังการผลิตกระแสไฟฟ้าหรือให้มีศักยภาพไฟฟ้าที่สูงขึ้น แต่อย่างไรก็ตามเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ยังไม่เป็นที่แพร่หลาย เนื่องจากข้อจำกัดด้านต้นทุนในการผลิต อาทิเช่น แก๊สไฮโดรเจนที่ใช้เป็นเชื้อเพลิงต้องมีความบริสุทธิ์สูง รวมทั้งแพลทินัมที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดต่างมีราคาสูงมาก จึงจำเป็นต้องมีการศึกษาวิจัยเพื่อพัฒนาเทคโนโลยีเซลล์เชื้อเพลิง เพื่อให้ต้นทุนในการผลิตลดลงเหมาะสำหรับการใช้งานสำหรับคนทั่วไปและสามารถใช้งานได้จริงในชีวิตประจำวัน

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นที่จะศึกษาพัฒนาเทคนิคการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า โดยใช้วิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition) ในการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้เกิดการพอกพูนของโลหะแพลทินัม ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนพื้นผิวคาร์บอน (ผ้านคาร์บอนหรือกระดาษคาร์บอน) เนื่องจากเทคนิคนี้ทำได้ง่าย ไม่ขึ้นกับรูปร่างของพื้นผิวชิ้นงาน อีกทั้งสามารถควบคุม

ขนาดและรูปร่างของโลหะที่จะถูกพอกพูนลงไปได้ง่ายโดยการควบคุมศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้า และระยะเวลาที่ใช้ในการพอกพูน [5, 6]

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาการเตรียมขั้วไฟฟ้าและหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า
2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมรรถนะการทำงานของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า ซึ่งจะเป็นแนวทางในการปรับปรุงการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มสำหรับใช้งานในอนาคต

1.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. ค้นคว้าข้อมูล ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
2. ศึกษาวิธีการทดลอง และการใช้เครื่องมือต่างๆ
3. จัดเตรียมสารเคมี อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆ ที่ต้องใช้ในการทดลอง
4. เตรียมขั้วไฟฟ้าที่มีโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมขั้วไฟฟ้า
 - ชั้นแพร่ผ่านของแก๊ส (Gas diffusion layer; GDL)
 - การรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจน
 - ปริมาณสารละลายเนฟิออนในชั้นที่ขอบน้ำ
 - ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่

- ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (Peak current density) หรือร้อยละดีวตี้ไซเคิล (Duty cycle) ความถี่ (Frequency) และระยะเวลาหยุดให้กระแสไฟฟ้าของการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ
5. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า
 - โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา
 - ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา
 - ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า
 - พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้า
 6. เตรียมหน่วยเยื่อแผ่นและอิเล็กโทรด แล้วทดสอบสมรรถนะการทำงานในหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์แบบชนิดเซลล์เดี่ยว
 7. วิเคราะห์ข้อมูลและสรุปผลการทดลอง
 8. เขียนวิทยานิพนธ์

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) [2, 3]

เซลล์เชื้อเพลิง คือ เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่ใช้ผลิตกระแสไฟฟ้าโดยการเปลี่ยนรูปพลังงานเคมี (Chemical energy) ของเชื้อเพลิงไปเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical reaction) โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาไหม้ ผลพลอยได้ คือ ความร้อนและน้ำเท่านั้น จึงทำให้การผลิตกระแสไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม อีกทั้งกระบวนการแปรรูปพลังงานของเซลล์เชื้อเพลิงยังแตกต่างจากกระบวนการแปรรูปพลังงานทั่วๆ ไปที่จะทำการเปลี่ยนพลังงานเคมีไปเป็นพลังงานความร้อนก่อน จากนั้นจึงทำการเปลี่ยนความร้อนไปเป็นพลังงานกลก่อนจะเปลี่ยนพลังงานกลไปเป็นพลังงานไฟฟ้า ดังรูปที่ 2.1 โดยวิธีการดังกล่าวจะมีการสูญเสียค่อนข้างมาก เนื่องจากมีขั้นตอนในการแปรรูปแบบพลังงานหลายขั้นตอน โดยเฉพาะอย่างยิ่งขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงจากพลังงานเคมีเป็นพลังงานความร้อนมีการสูญเสียศักยภาพเชิงพลังงานค่อนข้างมาก ดังนั้นกระบวนการแปรรูปพลังงานทั่วๆ ไปจึงมีประสิทธิผลต่ำกว่ากระบวนการของเซลล์เชื้อเพลิง

เชื้อเพลิง (พลังงานเคมี) → พลังงานความร้อน → พลังงานกล → พลังงานไฟฟ้า
(กระบวนการทั่วไป เช่นที่ใช้ในโรงไฟฟ้า)

เชื้อเพลิง (พลังงานเคมี) → พลังงานไฟฟ้า
(กระบวนการเซลล์เชื้อเพลิง)

รูปที่ 2.1 ขั้นตอนการแปลงพลังงานโดยกระบวนการทั่วไปและโดยกระบวนการเซลล์เชื้อเพลิง

2.2 ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง [7]

เซลล์เชื้อเพลิงมีหลายประเภท ซึ่งวิธีจำแนกประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงที่ง่ายที่สุดคือการจัดแบ่งตามประเภทของสารอิเล็กโทรไลต์ โดยการจัดแบ่งแบบนี้สามารถแบ่งเซลล์เชื้อเพลิงเป็น 5 ประเภท คือ

- 1) เซลล์เชื้อเพลิงแอลคาไลน์ (Alkaline Fuel Cell, AFC)
- 2) เซลล์เชื้อเพลิงพื้อเอ็ม (Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC)
- 3) เซลล์เชื้อเพลิงกรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid Fuel Cell, PAFC)
- 4) เซลล์เชื้อเพลิงคาร์บอเนตหลอม (Molten Carbonate Fuel Cell, MCFC)
- 5) เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แข็ง (Solid Oxide Fuel Cell, SOFC)

นอกจากนี้เซลล์เชื้อเพลิงยังสามารถแบ่งตามภาวะของอุณหภูมิในการทำงานได้ ดังนี้

- 1) เซลล์เชื้อเพลิงแบบอุณหภูมิต่ำ (ทำงานที่อุณหภูมิ 80-200 องศาเซลเซียส) ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงแอลคาไลน์และเซลล์เชื้อเพลิงพื้อเอ็ม เหมาะสำหรับการใช้งานที่มีการเคลื่อนที่ เช่น คอมพิวเตอร์พกพา รถยนต์และยานอวกาศ เป็นต้น
- 2) เซลล์เชื้อเพลิงแบบอุณหภูมี่ปานกลาง (ทำงานที่อุณหภูมิ 150-220 องศาเซลเซียส) ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงกรดฟอสฟอริก เหมาะสำหรับการใช้งานในโรงไฟฟ้าขนาดเล็ก
- 3) เซลล์เชื้อเพลิงแบบอุณหภูมิสูง (ทำงานที่อุณหภูมิ 600-1000 องศาเซลเซียส) ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงคาร์บอเนตหลอมและเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์แข็ง ซึ่งเหมาะสำหรับการผลิตกระแสไฟฟ้าและให้ความร้อนในปริมาณมาก

นอกจากเซลล์เชื้อเพลิงที่กล่าวมาแล้วข้างต้น ยังมีเซลล์เชื้อเพลิงอีกชนิดที่มีหลักการทำงานคล้ายคลึงกับ เซลล์เชื้อเพลิงพื้อเอ็ม นั่นคือ เซลล์เชื้อเพลิงเมทานอล (Direct Methanol Fuel Cell, DMFC) [8] เนื่องจากมีการใช้เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนเป็นอิเล็กโทรไลต์และมีไฮโดรเจนไอออนหรือโปรตอน (H^+) เป็นตัวนำประจุ แต่สิ่งที่แตกต่างกัน คือ เซลล์เชื้อเพลิงเมทานอลนั้นจะใช้สารละลายของเมทานอลในน้ำซึ่งอยู่ในสถานะของเหลวเป็นเชื้อเพลิงของเซลล์เชื้อเพลิงโดยตรง โดยไม่ผ่านขั้นตอนการแปรรูปเป็นแก๊สไฮโดรเจนก่อน (Reforming process) ในขณะที่เชื้อเพลิงของเซลล์เชื้อเพลิงพื้อเอ็ม คือ แก๊สไฮโดรเจน

เพื่อให้เห็นถึงความแตกต่างของเซลล์เชื้อเพลิงแต่ละชนิด จึงได้เปรียบเทียบสมบัติและการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทต่างๆ ดังตารางที่ 2.1 และ 2.2

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบสมบัติและการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทต่างๆ [7, 9]

ประเภทเซลล์เชื้อเพลิง	อิเล็กโทรไลต์	ไอออนที่เคลื่อนที่ (ตัวนำไฟฟ้า)	อุณหภูมิที่ใช้ดำเนินการ	การนำไปใช้ประโยชน์
AFC	โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	OH^-	50-200 °C	ยานอวกาศและกระสวยอวกาศ
PEMFC	เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน	H^+	60-100 °C	ยานพาหนะหรืออุปกรณ์ที่เคลื่อนที่ได้และกระบวนการผลิตไฟฟ้าและความร้อนร่วมแบบกำลังต่ำ
DMFC	เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน	H^+	20-90 °C	อุปกรณ์ไฟฟ้าหรืออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็กและขนาดกลาง
PAFC	กรดฟอสฟอริก (เข้มข้น 100%)	H^+	150-220 °C	กระบวนการผลิตไฟฟ้าและความร้อนร่วมขนาด 200 kW
MCFC	ของผสมของอัลคาไลน์คาร์บอเนตหลอม	CO_3^{2-}	~650 °C	กระบวนการผลิตไฟฟ้าและความร้อนร่วมขนาดกลางถึงขนาดใหญ่หลาย kW
SOFC	เซรามิกซ์ (เช่น YSZ*)	O^{2-}	500-1000 °C	กระบวนการผลิตไฟฟ้าและความร้อนร่วมทุกขนาดตั้งแต่ 2 kW ถึง หลาย kW

*YSZ หมายถึง Ytria-stabilised zirconia

ตารางที่ 2.2 ปฏิกริยาเคมีที่เกิดขึ้นในเซลล์เชื้อเพลิงประเภทต่างๆ [7]

ประเภทเซลล์ เชื้อเพลิง	ปฏิกริยาที่ขั้วแอโนด	ปฏิกริยาที่ขั้วแคโทด
AFC	$H_2 + 2OH^- \rightarrow 2H_2O + 2e^-$	$1/2O_2 + H_2O + 2e^- \rightarrow 2OH^-$
PEMFC	$H_2 \rightarrow 2H^+ + 2e^-$	$1/2O_2 + 2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2O$
DMFC	$CH_3OH + H_2O \rightarrow CO_2 + 6H^+ + 2e^-$	$3/2O_2 + 6H^+ + 6e^- \rightarrow 3H_2O$
PAFC	$H_2 \rightarrow 2H^+ + 2e^-$	$1/2O_2 + 2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2O$
MCFC	$H_2 + CO_3^{2-} \rightarrow H_2O + CO_2 + 2e^-$	$1/2O_2 + CO_2 + 2e^- \rightarrow CO_3^{2-}$
SOFC	$H_2 + O^{2-} \rightarrow H_2O + 2e^-$	$1/2O_2 + 2e^- \rightarrow O^{2-}$

เนื่องจากการวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ ดังนั้นจะกล่าวถึงรายละเอียดเฉพาะในส่วนของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์เท่านั้น

2.3 เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ [7, 10]

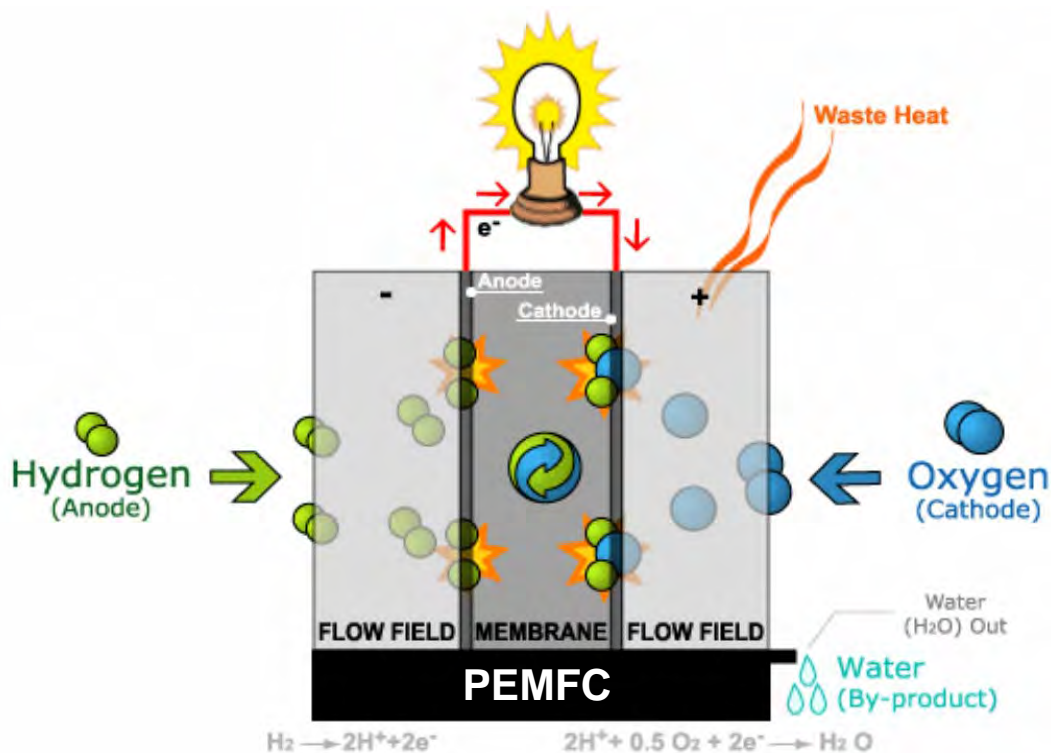
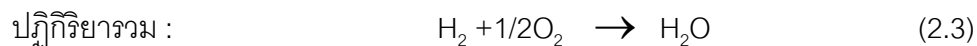
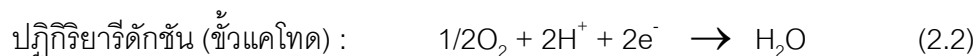
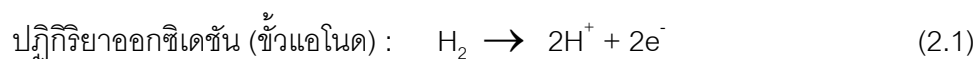
เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์หรือเรียกอีกอย่างว่า เซลล์เชื้อเพลิงพอลิเมอร์ของแข็ง (Solid Polymer Fuel Cell, SPFC) เนื่องจากมีการใช้พอลิเมอร์เมมเบรนเป็นอิเล็กโทรไลต์ เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ได้ถูกพัฒนาขึ้นครั้งแรกโดยบริษัท General Electric ประเทศสหรัฐอเมริกา ในปี ค.ศ. 1960 [11] เพื่อใช้งานในโครงการยานอวกาศของสหรัฐอเมริกาหรือองค์การนาซ่า (NASA) เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีภาวะในการทำงานที่อุณหภูมิต่ำประมาณ 60-100 องศาเซลเซียส ความดันประมาณ 1-2 บรรยากาศ สามารถผลิตให้มีขนาดเล็กและน้ำหนักเบาได้จึงเหมาะสมสำหรับเป็นแหล่งให้พลังงานกับอุปกรณ์ที่มีการเคลื่อนที่ เช่น รถยนต์ ไทโรลท์มือถือ และคอมพิวเตอร์พกพา เป็นต้น อีกทั้งยังให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูง (Power density) เริ่มการทำงานได้รวดเร็วและมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม

เมมเบรนที่ใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์ในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการแลกเปลี่ยนโปรตอน โดยเมมเบรนจะถูกวางอยู่ระหว่างขั้วไฟฟ้าแบบพอร์ที่มีแพลทินัม (Pt) เป็นตัวเร่งปฏิกริยาทั้งสองขั้ว ซึ่งมีข้อได้เปรียบเหนือเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอื่น คือ ไม่มีการรั่วของอิเล็กโทรไลต์และมีปัญหาการกัดกร่อนน้อย เนื่องจากอิเล็กโทรไลต์อยู่ในรูปของแข็ง ปัจจุบัน

พอลิเมอร์เมมเบรนที่นิยมใช้ คือ ซัลโฟเนตพอลิเตตระฟลูออโรเอธิลีน (Sulphonated polytetrafluoroethylene) มีชื่อทางการค้าว่า เนฟลอน ซึ่งมีคุณสมบัติในการยอมให้โปรตอนผ่านได้ แต่ไม่ยอมให้อิเล็กตรอนผ่าน น้ำที่เกิดจากกระบวนการเคมีไฟฟ้าจะถูกกำจัดออกจากเซลล์มา กับแก๊สทางด้านแคโทด ส่วนความร้อนที่เกิดขึ้นจะถูกดึงออกโดยระบบหล่อเย็น ประสิทธิภาพของเมมเบรนจะขึ้นอยู่กับความสามารถในการส่งถ่ายไอออนของไฮโดรเจน ดังนั้นแก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนที่ใช้ต้องทำให้มีความชื้น เพราะกระบวนการนำไอออนของเมมเบรนจะเกิดได้ยากหากเมมเบรนไม่มีน้ำ นอกจากนั้นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ไม่สามารถทนต่อแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ เนื่องจากมีความเป็นพิษต่อตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม

2.3.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีซีเอ็ม

หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีซีเอ็มแสดงดังรูปที่ 2.2 โดยเซลล์เชื้อเพลิงจะประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว คือ ขั้วแอโนดและขั้วแคโทด วางประกบกันโดยตรงกลางจะมีแผ่นพอลิเมอร์ของแข็งซึ่งเป็นสารอิเล็กโทรไลต์ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการแลกเปลี่ยนโปรตอน ขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 ขั้ว ซึ่งจะต้องมีความพรุนสูงและมีตัวเร่งปฏิกิริยาเกาะอยู่ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สำหรับขั้วไฟฟ้าจะต้องสามารถทำหน้าที่เร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันและปฏิกิริยารีดักชันได้ดี เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยาจำพวกโลหะมีตระกูล อาศัยเชื้อเพลิง คือ แก๊สไฮโดรเจน (H_2) และสารออกซิไดซ์เป็นแก๊สออกซิเจน (O_2) บริสุทธิ์หรืออากาศ (Air) เป็นแหล่งกำเนิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า โดยแก๊สไฮโดรเจนจะถูกป้อนเข้าที่ขั้วแอโนดซึ่งทำหน้าที่เป็นขั้วลบโดยใช้ความดันเมื่อแก๊สไปสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกิดการแตกตัวได้ผลิตภัณฑ์เป็นโปรตอนและอิเล็กตรอนตามปฏิกิริยาที่ (2.1) หรือเรียกว่าการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) ของไฮโดรเจน โปรตอนที่เกิดขึ้นจะถูกส่งผ่านเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนไปยังขั้วแคโทดซึ่งจะไปรวมตัวกับอิเล็กตรอนที่ไหลผ่านวงจรไฟฟ้าภายนอกมาที่ขั้วแคโทด ที่ขั้วแคโทดซึ่งเป็นขั้วบวกจะมีการป้อนแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์หรืออากาศเข้าไป โดยอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกิดการแตกตัวของออกซิเจนเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ร่วมกับโปรตอนและอิเล็กตรอนที่มาจากขั้วแอโนด ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและความร้อนดังสมการที่ (2.2) และปฏิกิริยารวมเขียนได้ดังสมการ (2.3)

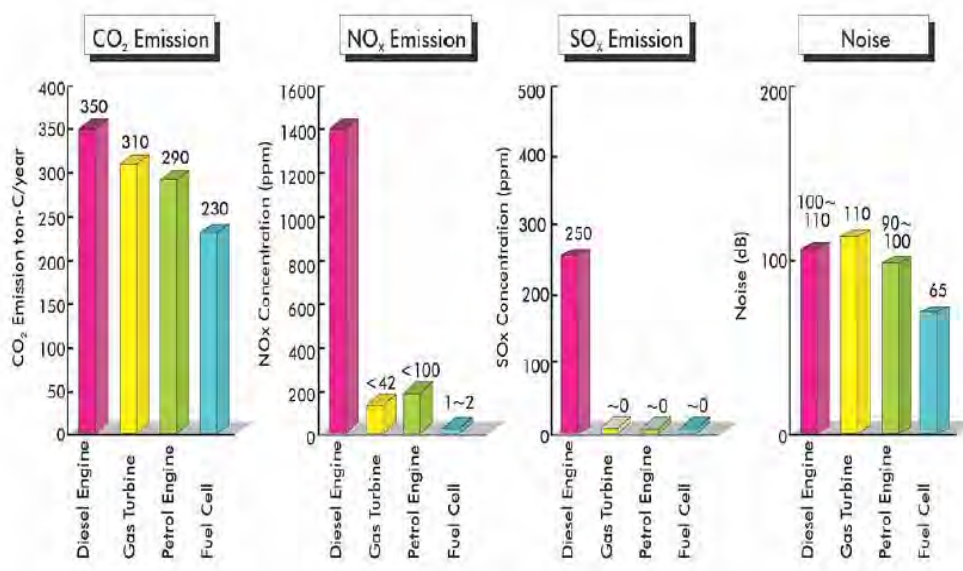


รูปที่ 2.2 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีดีเอ็ม [12]

จากกระบวนการเกิดปฏิกิริยาจะก่อให้เกิดไฟฟ้ากระแสตรง โดยที่ขั้วไฟฟ้าทำหน้าที่เสมือนเป็นแหล่งปฏิกิริยา (Reaction sites) เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีไฟฟ้าของตัวเชื้อเพลิงและตัวออกซิไดซ์ โดยขั้วแอโนดและขั้วแคโทดที่ใช้ในระบบเซลล์เชื้อเพลิงจะต้องมีคุณสมบัติในการยอมให้แก๊สซึมผ่าน (Permeable property) และนำกระแสไฟฟ้าได้ดี ในทางตรงกันข้ามอิเล็กโทรไลต์จะต้องไม่ยอมให้อิเล็กตรอนผ่านขณะที่สามารถถ่ายเทโปรตอนได้ดี

2.3.2 ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์

- ขนาดเล็กกะทัดรัด
- ให้พลังงานสูงเมื่อเทียบกับน้ำหนัก
- เริ่มการทำงานได้อย่างรวดเร็ว
- อายุการทำงานยาวนาน
- ประสิทธิภาพสูง (50%) เมื่อเทียบกับเครื่องยนต์ (15%)
- เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่าเมื่อเทียบกับแหล่งกำเนิดพลังงานชนิดอื่น ดังรูปที่ 2.3



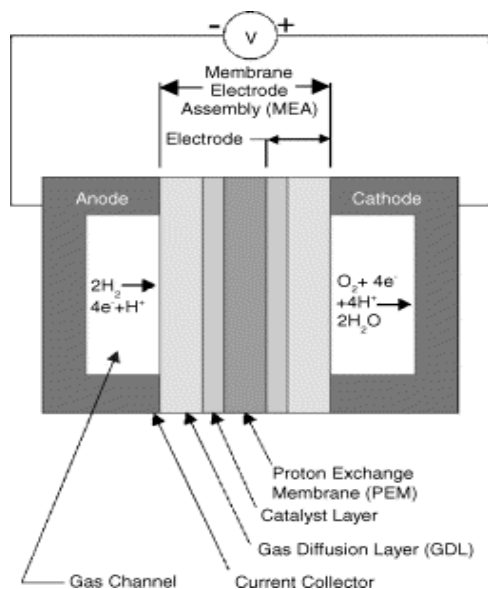
รูปที่ 2.3 เปรียบเทียบการปล่อย CO₂, NO_x, SO_x และเสียงของแหล่งพลังงานอื่นๆ กับเซลล์เชื้อเพลิง [13]

2.3.3 ข้อเสียของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์

- ต้นทุนการผลิตมีราคาสูง โดยเฉพาะโลหะแพลทินัมที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาแพง
- ต้องการแก๊สเชื้อเพลิงที่บริสุทธิ์ (H₂)
- ต้องการระบบจัดการน้ำที่ดี

2.4 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ [7]

องค์ประกอบหลักของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์แสดงดังรูปที่ 2.4 ซึ่งประกอบด้วย



รูปที่ 2.4 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ชนิดเซลล์เดี่ยว (Single cell) [8]

- (i) ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ (Membrane Electrode Assembly, MEA)
- (ii) แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า (Current Collector Plate) ซึ่งจะมีช่องทางการไหลของแก๊ส ทำหน้าที่ทำหน้าที่กระจายแก๊สเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนท์ภายในเซลล์เป็นตัวกั้นระหว่างเซลล์ภายในแถวเซลล์ เป็นตัวพากระแสไฟฟ้าออกจากแต่ละเซลล์ และเป็นตัวพาน้ำที่เกิดขึ้นภายในเซลล์ออกจากเซลล์ วัสดุที่นิยมใช้ คือ แกรไฟต์ เนื่องจากมีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูง แต่มีข้อเสียคือราคาแพงและเปราะ
- (iii) แผ่นกันรั่ว (Seal) เนื่องจากขั้วไฟฟ้ามีความพรุนเพื่อให้แก๊สไหลผ่านได้เข้าทำปฏิกิริยา ซึ่งอาจส่งผลให้เกิดการรั่วไหลของแก๊สไปด้านนอกเซลล์ จึงจำเป็นต้องมีการใช้แผ่นกันรั่ว เพื่อป้องกันการรั่วไหลของแก๊ส และควรมีความยืดหยุ่นพอสมควร เช่น สารจำพวกยาง (Rubber)

โดยในที่นี้จะกล่าวถึงรายละเอียดเฉพาะส่วนของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือ เอ็มอีเอเท่านั้นเนื่องจากเป็นส่วนที่กำลังศึกษาในงานวิจัยนี้

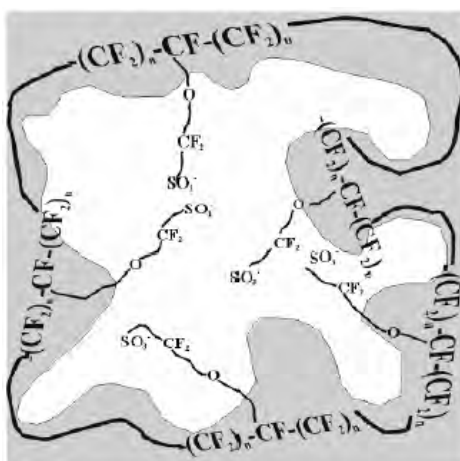
2.4.1 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ (Membrane Electrode Assembly, MEA) [14]

เอ็มอีเอถือเป็นหัวใจสำคัญต่อการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีซีเอ็ม เนื่องจากเป็นส่วนที่เกิดปฏิกิริยาและการถ่ายโอนประจุของเซลล์เชื้อเพลิง เอ็มอีเอประกอบด้วย 2 ส่วนหลักๆ คือ เมมเบรนซึ่งทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์และขั้วไฟฟ้าที่มีชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเกาะอยู่บนชั้นการแพร่ของแก๊ส การประกอบเอ็มอีเอทำได้โดยการนำขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว (ขั้วแอโนดและขั้วแคโทด) มาประกบเข้ากับเมมเบรน โดยใช้วิธีการอัดด้วยความร้อน (Hot pressing) จะได้เอ็มอีเอ 1 ชุด เพื่อประกอบเป็นเซลล์เดี่ยว (Single cell) สำหรับนำไปใช้ในระบบเซลล์เชื้อเพลิง โดยแต่ละส่วนมีองค์ประกอบและหน้าที่ดังนี้

2.4.1.1 เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton Exchange Membrane) [7]

เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน ทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์โดยยอมให้ไอออนบวกหรือโปรตอนเกิดการเคลื่อนที่ เมมเบรนชนิดนี้จะมีลักษณะเหมือนแผ่นฟิล์มพลาสติกที่ใช้ห่ออาหารในครัวเรือน เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่มีในทางการค้าชนิดแรกถูกพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ. 1967 โดยบริษัท Dupont ซึ่งรู้จักในนามของเนฟลอน โครงสร้างประกอบด้วยไปด้วยโครงร่างพอลิเมอร์ ดังรูปที่ 2.5 ซึ่งแบ่งเป็น 3 ส่วนใหญ่ๆ คือ

- (i) พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE) ทำหน้าที่เป็นแกนหลักของพอลิเมอร์ ซึ่งมีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic region)
- (ii) สายโซ่ $-O-CF_2-CF-O-CF_2-CF_2-$ ทำหน้าที่เชื่อมระหว่างแกนหลักกับกลุ่มของไอออน
- (iii) กลุ่มของไอออน (Ion cluster) ซึ่งประกอบด้วยไอออนของกรดซัลโฟนิก (Sulfonic acid ion) ซึ่งเป็นส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic region)



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของเนฟออนเมมเบรน (Nafion membrane) [15]

เมื่อเมมเบรนเปียกน้ำ โปรตอนในส่วนที่ (iii) จะเคลื่อนที่โดยการสร้างพันธะกับโมเลกุลของน้ำและเคลื่อนที่ไปมาในบริเวณที่เป็นหมู่ซัลโฟนิก เป็นผลให้มีการดูดซึมน้ำไว้ในอิเล็กโทรไลต์ และแรงพันธะในการยึดกันระหว่างหมู่ซัลโฟนิกกับโปรตอนอ่อนลง ทำให้โปรตอนสามารถเคลื่อนที่ได้

เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่ทำหน้าที่เป็นสารอิเล็กโทรไลต์จะต้องมีสมบัติดังต่อไปนี้ [16]

- 1) มีค่าการนำไอออนสูงแต่มีค่าการนำอิเล็กตรอนต่ำ
- 2) มีค่าการแพร่ของแก๊สต่ำ
- 3) มีขนาดที่แน่นอน
- 4) มีค่าความแข็งแรงเชิงกลสูง
- 5) มีการแพร่ของน้ำต่ำ
- 6) มีความต้านทานต่อการสูญเสียน้ำ (Dehydration)
- 7) มีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชัน รีดักชันและไฮโดรไลซิส
- 8) มีค่าการถ่ายเทไอออนบวก (Cation) สูง
- 9) พื้นผิวของเมมเบรนต้องสามารถเชื่อมตัวเร่งปฏิกิริยาให้เกาะบนพื้นผิวได้ดี

2.4.1.2 ขั้วไฟฟ้า (Electrode)

ขั้วไฟฟ้าเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ชั้นการแพร่ของแก๊สและชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยแต่ละส่วนมีรายละเอียดดังนี้

1) ชั้นการแพร่ของแก๊ส (Gas diffusion layer, GDL) [10, 14]

เป็นชั้นที่อยู่ระหว่างชั้นตัวเร่งปฏิกิริยากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า เป็นตัวกำหนดทิศทางการไหลและความสม่ำเสมอของแก๊สเชื้อเพลิงที่จะเข้าไปทำปฏิกิริยาที่ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทั่วไปนั้นกระแสไฟฟ้าจะส่งผ่านพื้นผิวเกรไฟต์ที่ทำหน้าที่เป็นแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า แต่ชั้นการแพร่จะสามารถช่วยส่งเสริมให้การกระจายกระแสไฟฟ้าเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ ณ บริเวณชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใกล้เคียงกัน โดยชั้นการแพร่ของแก๊สมีความสำคัญต่อการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงดังนี้

- **การซึมผ่านของสารตั้งต้น:** เป็นทางผ่านของแก๊สเชื้อเพลิง จากช่องทางกรไหลของแก๊ส (Flow field channel) ไปยังชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา
- **การซึมผ่านของผลิตภัณฑ์:** เป็นทางผ่านสำหรับน้ำที่เกิดขึ้นจากบริเวณชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา กลับไปยังช่องทางกรไหลของแก๊ส
- **การนำอิเล็กตรอน:** เป็นทางผ่านของอิเล็กตรอนจากชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาไปยังแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าเพื่อเกิดเป็นกระแสไฟฟ้า
- **การนำความร้อน:** เป็นตัวกลางเพื่อช่วยระบายความร้อนจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของเอ็มอีเอไปยังแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า

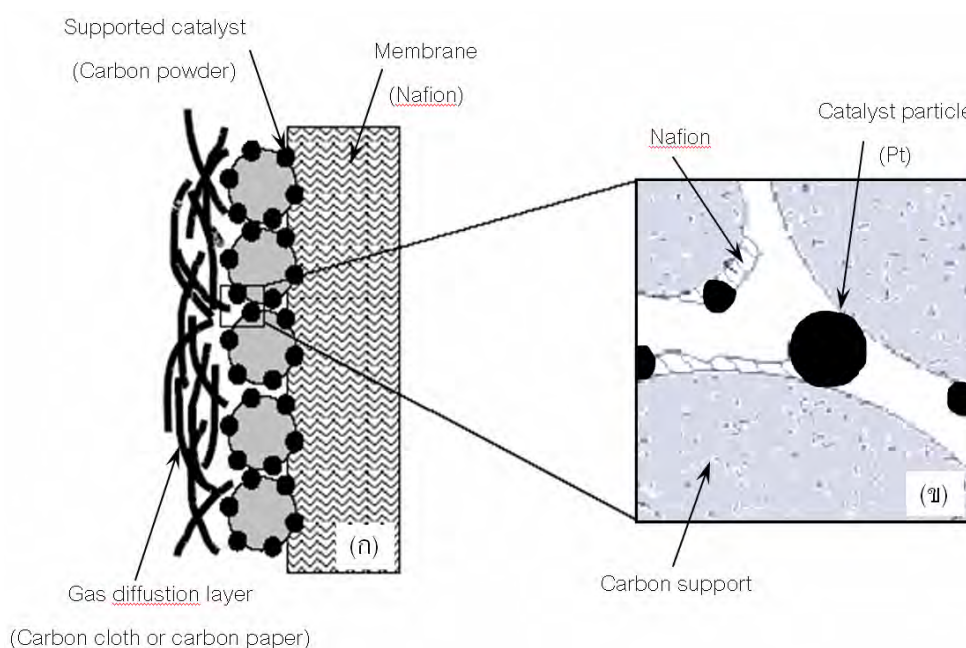
โดยทั่วไปชั้นการแพร่ของแก๊สจะนิยมใช้เส้นใยคาร์บอน (Carbon fiber) เป็นวัสดุหลัก เนื่องจากมีความพรุนสูงและนำไฟฟ้าได้ดี ในทางการค้ามี 2 ประเภทใหญ่ คือ กระดาษคาร์บอน (Carbon paper) และผ้าคาร์บอน (Carbon cloth) สมบัติทั่วไปของวัสดุทั้งสองประเภทนี้แสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 สมบัติทั่วไปของกระดาษและผ้าคาร์บอนที่ใช้เส้นใยคาร์บอนเป็นวัสดุหลัก [17]

สมบัติ	กระดาษคาร์บอน	ผ้าคาร์บอน
ความหนา (มิลลิเมตร)	0.19	0.38
น้ำหนัก (กรัมต่อตารางเมตร)	85	118
ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เมตร)	0.45	0.31
การซึมผ่านของแก๊ส (ดาร์ซี)	8	55
ความต้านทานไฟฟ้า (โอห์มต่อตารางเซนติเมตร)	0.009	0.005

2) ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst layer)

เป็นชั้นที่จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สเชื้อเพลิง ปัจจุบันตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ทั้งในด้านแคโทดและแอโนดคือ โลหะแพลทินัม (Pt) ที่เคลือบอยู่บนผงคาร์บอน โดยผงคาร์บอนที่นิยมใช้ คือ XC72 ของบริษัท Cabot



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของเอ็มอีเอ: (ก) อุดมคติ; (ข) Three phase region [7]

จากรูปที่ 2.6 แสดงโครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงในอุดมคติซึ่งประกอบด้วยชั้นเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาและชั้นการแพร่ของแก๊สเชื้อเพลิง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาบนผิวด้านคาร์บอนบางส่วนจะสัมผัสโดยตรงกับเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนและเกิดการสัมผัสโดยตรงกับแก๊สเชื้อเพลิง เรียกบริเวณนี้ว่า “Three-phase region” ซึ่งพฤติกรรมดังกล่าวจะทำให้ประสิทธิภาพของเอมไอเอสูงขึ้น ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจะประกอบด้วยส่วนสำคัญของสองส่วน คือ ตัวรองรับและตัวเร่งปฏิกิริยา

➤ ตัวรองรับ (Support) [18]

เป็นส่วนที่มีไว้เพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะมากระจายตัวอยู่บนตัวมัน ทั้งนี้ก็เพื่อเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวทั้งหมดให้กับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยส่วนใหญ่ตัวรองรับมักเป็นสารจำพวกที่มีรูพรุนอยู่เป็นจำนวนมาก โดยหน้าที่ของตัวรองรับมีดังนี้

- 1) ทำให้เกิดการกระจายตัวของโลหะ
- 2) เพิ่มความแข็งแรงให้กับตัวเร่งปฏิกิริยาบางตัวที่มีโครงสร้างไม่แข็งแรง
- 3) เพิ่มความเสถียรให้กับโครงสร้างของตำแหน่งว่องไว (Active sites) ในการเกิดปฏิกิริยา
- 4) เพิ่มความสามารถในการต้านทานภาวะการรวมตัวกันเนื่องจากความร้อน

สำหรับตัวรองรับที่นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม คือ ผงคาร์บอน (Carbon powder) เพราะมีความสามารถในการนำไฟฟ้า มีความพรุนสูงและมีพื้นที่ผิวมาก ช่วยในการเคลื่อนที่ของเชื้อเพลิงและโปรตอนได้ง่าย ช่วยดูดซับน้ำภายในระบบเพื่อป้องกันการเกิดชั้นฟิล์มของน้ำที่ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งจะทำให้ความต้านทานในระบบมีมากขึ้น แต่การเพิ่มตัวรองรับเข้าไปในขั้วไฟฟ้าอาจมีส่วนทำให้ความต้านทานเพิ่มขึ้นเล็กน้อยและทำให้ความหนาของขั้วไฟฟ้าเพิ่มขึ้น มีผลทำให้การแพร่ของเชื้อเพลิงไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกิริยายากขึ้นทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาช้าลง ดังนั้น ปริมาณของตัวรองรับที่ใช้ควรมีความเหมาะสมกับขั้วไฟฟ้าที่ต้องการใช้งาน

➤ ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) [19]

ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ สารที่เติมลงไปในปฏิกิริยาในปริมาณที่น้อยมากเมื่อเทียบกับสารตั้งต้น แล้วทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยา (Reaction rate) เร็วขึ้น โดยที่สารนั้นไม่เกิดการ

เปลี่ยนแปลงทางเคมีหลังปฏิกิริยาเสร็จสิ้น กล่าวคือ ตัวเร่งปฏิกิริยามีบทบาทหน้าที่ในการเร่งปฏิกิริยาให้เร็วขึ้นได้โดยการเปลี่ยนแปลงกลไกในการเกิดปฏิกิริยาทำให้พลังงานกระตุ้น (Activation energy, E_a) ที่ต้องการสำหรับการเกิดปฏิกิริยาลดต่ำลง

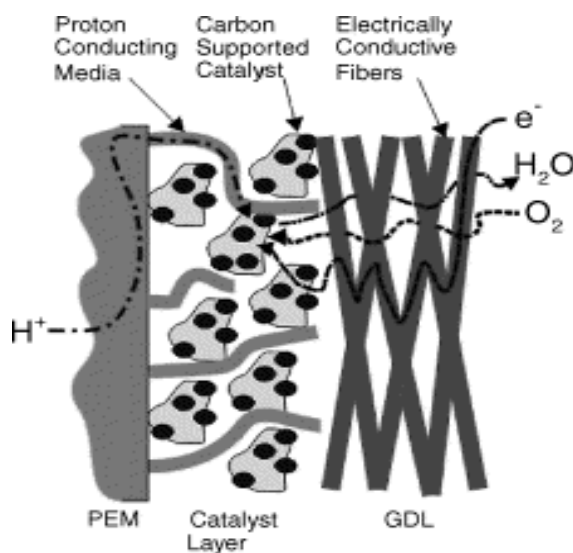
การเกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงที่อุณหภูมิปกติจะไม่เกิดขึ้น เพราะโมเลกุลของไฮโดรเจนและออกซิเจนมีความเสถียรมาก จึงต้องมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อช่วยให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้เป็นโลหะในตระกูลสูง (Noble metal) เช่น แพลทินัม (Pt) พาลลาเดียม (Pd) หรือ นิกเกิล (Ni) เป็นต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงฟUEL CELL มากที่สุด เนื่องจากแพลทินัมสามารถทนต่อการกัดกร่อนและทำให้สมรรถนะการทำงานของขั้วไฟฟ้าเสถียรและว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของแก๊สออกซิเจนและไฮโดรเจนได้ดีกว่าโลหะอื่นๆ ในตระกูลเดียวกัน

ขั้วไฟฟ้าที่ดีต้องมีความต้านทานต่ำ (Low resistance) หรือความสามารถในการนำกระแสไฟฟ้าสูง (High conductivity) ต้องเป็นทางผ่านของส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic pathways) เพื่อช่วยกำจัดน้ำที่เป็นผลิตภัณฑ์ออกไป สำหรับอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาจะต้องนำอิเล็กตรอน เพื่อเชื่อมโยงกับวงจรไฟฟ้าภายนอก และต้องมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพื่อส่งผ่านแก๊สเชื้อเพลิงและให้แก๊สแพร่กระจายไปยังอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาและต้องมีความพรุนสูงเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้าและช่วยให้การเคลื่อนที่ของเชื้อเพลิงไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาเป็นไปด้วยดี

ปกติการเกิดปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงในเซลล์เคมีไฟฟ้าจะผ่าน 3 ขั้นตอนหลักดังต่อไปนี้ [20]

- (i) โมเลกุลของแก๊สเคลื่อนที่จากชั้นการแพร่ของแก๊สไปยังบริเวณผิวหน้าระหว่างขั้วตัวเร่งปฏิกิริยาและอิเล็กโทรไลต์
- (ii) เกิดการดูดซับของแก๊สบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการดูดซับจะขึ้นกับพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (Specific surface area) ของตัวเร่งปฏิกิริยา
- (iii) โมเลกุลของแก๊สเกิดการถ่ายเทอิเล็กตรอนบนตัวเร่งปฏิกิริยา ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า โดยผลผลิตที่เป็นไอออนบวกหรือโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปอีกด้านหนึ่งของขั้วไฟฟ้า ซึ่งการเคลื่อนที่ของโปรตอนจะขึ้นอยู่กับความหนาของอิเล็กโทรไลต์

นอกจากนี้ควรมีกระบวนการถ่ายโอนมวลและประจุที่ดีในขณะที่เซลล์เชื้อเพลิงกำลังทำงานแสดงดังรูปที่ 2.7 ดังนี้



รูปที่ 2.7 การถ่ายโอนของแก๊ส โปรตอนและอิเล็กตรอนในขั้วไฟฟ้า [8]

กระบวนการถ่ายโอนของแก๊สเชื้อเพลิง โปรตอนและอิเล็กตรอนในขั้วไฟฟ้า มีขั้นตอนเป็นดังนี้

1. โปรตอนเคลื่อนที่จากเมมเบรนไปยังตัวเร่งปฏิกิริยา
2. อิเล็กตรอนจากแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าเคลื่อนที่ไปยังตัวเร่งปฏิกิริยาผ่านทางชั้นการแพร่ของแก๊ส
3. แก๊สเชื้อเพลิงตั้งต้น (แก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจน) และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา (น้ำ) จะเคลื่อนที่เข้าและออก จากตัวเร่งปฏิกิริยาทางช่องทางเดินแก๊ส

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะเห็นว่า ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นส่วนที่มีความสำคัญโดยตรงต่อการเกิดปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งเทคนิคในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าถือว่าเป็นขั้นตอนที่สำคัญ และมีผลโดยตรงต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์

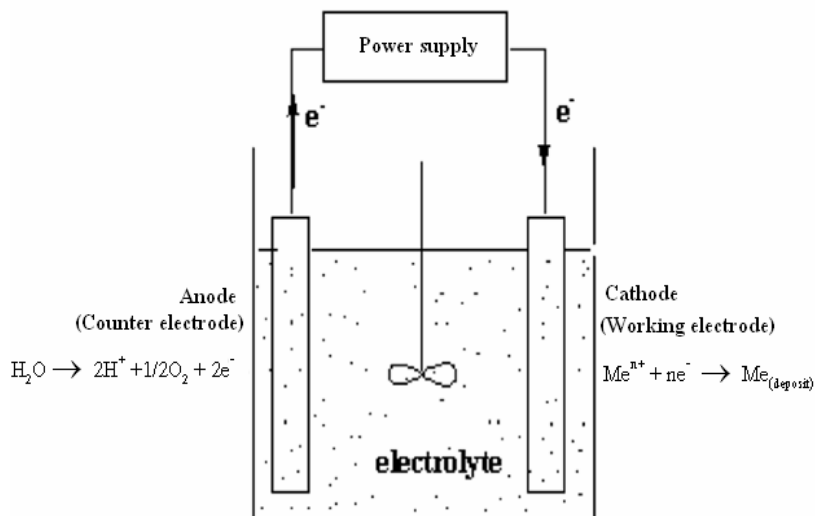
2.5 การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับขั้วไฟฟ้าสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีการสเปรย์ (Spray) วิธีการพิมพ์หรือการระบาย (Painting or Brushing) วิธีการพอกพูนโลหะโดยไม่ใช้ไฟฟ้า (Electroless deposition) และวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition) เป็นต้น ซึ่งแต่ละวิธีมีการเตรียมและองค์ประกอบที่แตกต่างกันออกไป โดยลักษณะการเตรียมและองค์ประกอบของสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมจะมีผลต่อคุณสมบัติของขั้วไฟฟ้าที่ได้ เช่น ความหนา ความพรุน การนำไฟฟ้าและความต้านทาน ซึ่งสมบัติดังกล่าวมีผลต่อสมรรถนะการทำงานของขั้วไฟฟ้า โดยในที่นี้จะขกกล่าวถึงการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าเท่านั้น เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้ในงานวิจัยนี้

2.5.1 การพอกพูนด้วยไฟฟ้า [18, 21, 22]

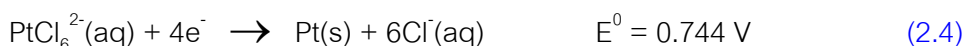
การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าอาศัยหลักการทางเคมีไฟฟ้า คือ การทำให้โลหะไปเกาะบนผิวหน้าชิ้นงาน โดยการจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายของโลหะที่ต้องการให้เกิดการพอกพูน โดยทั่วไปโลหะที่ต้องการพอกพูนควรจับบนผิวชิ้นงานได้แน่นเรียบ สม่ำเสมอ เพื่อให้สามารถนำชิ้นงานที่ผ่านการพอกพูนโลหะแล้วไปล้างให้ปราศจากไอออนต่างๆ ทำให้แห้งและชั่งน้ำหนัก ซึ่งข้อดีของการเตรียมด้วยวิธีนี้คือทำได้ง่าย อนุภาคมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ไม่ขึ้นกับรูปร่างของพื้นผิวที่ใช้เป็นตัวรองรับและมีความแข็งแรงในการยึดติด [5] อีกทั้งสามารถควบคุมขนาดและรูปร่างของโลหะที่จะถูกพอกพูนลงไปได้ง่ายโดยการปรับเวลา ศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน [6]

ปัจจุบันการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับขั้วไฟฟ้าในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มนั้น นิยมใช้สารละลายของโลหะแพลทินัมเพื่อให้เกิดการพอกพูนของโลหะแพลทินัมบนกระดาษคาร์บอนหรือผ้าคาร์บอน การต่อเซลล์ไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า แสดงดังรูปที่ 2.8 สารอิเล็กโทรไลต์คือสารละลายของโลหะที่ต้องการให้พอกพูน ขั้วแอโนดนิยมใช้ตาข่ายแพลทินัม (Pt gauze) และขั้วแคโทดคือชิ้นงาน (เช่น กระดาษคาร์บอนหรือผ้าคาร์บอน) ซึ่งเป็นส่วนที่จะมีการพอกพูนของโลหะเกิดขึ้นบนผิวหน้า โดยมีการต่อเซลล์เข้ากับเครื่องให้กระแสไฟฟ้าเพื่อทำหน้าที่ให้กระแสในกระบวนการพอกพูน



รูปที่ 2.8 การต่อเซลล์ไฟฟ้าสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า [22]

เป็นที่ทราบกันดีว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวส์คือ โลหะแพลทินัม ซึ่งสามารถเตรียมได้จากสารละลายของสารประกอบโลหะแพลทินัมหลายชนิด[22] เช่น H_2PtCl_6 , $(NH_4)_2PtCl_6$, $PtCl_4$, $K_2Pt(OH)_6$, $Pt(NH_3)_2(NO_2)$ และ $H_2Pt(NO_2)_2(SO_4)$ เป็นต้น โดยแต่ละชนิด จะมีภาวะในการใช้งานที่แตกต่างกันไป ดังที่แสดงในตารางที่ 2.4 โดยสารประกอบแพลทินัมที่ นิยมนำมาใช้เตรียมเป็นสารละลายในการพอกพูนโลหะแพลทินัมมากที่สุด คือ ไฮโดรเจนเฮกซะ คลอโรแพลทินิก (H_2PtCl_6) [23] ซึ่งมีสมการเคมีไฟฟ้างดังสมการที่ (2.4)



ตารางที่ 2.4 ภาวะในการใช้งานสารละลายโลหะแพลทินัมจากสารประกอบแพลทินัมชนิดต่างๆ [22]

Platinum source	Concentration as Pt metal (g/l)	Other main electrolyte in (g/l)	Medium	Current density (A/dm ²)	Temperature (°C)
H_2PtCl_6	5-25	HCl, 180-300 ml	A	2.5-3.5	45-90
$(NH_4)_2PtCl_6$	6	Sodium citrate, 100	N	0.5-1.0	80-90
$PtCl_4$	3	Na_2HPO_4 , 100	B	0.3-1.0	70-90
$K_2Pt(OH)_6$	10	K_2SO_4 , 40	B	0.3-1.0	70-90
$Pt(NH_3)_2(NO_2)$	5-10	Ammonia, 50	B	0.3-2.0	90-95
$H_2Pt(NO_2)_2(SO_4)$	5.7	H_2SO_4 , to pH 2	A	2.5	30-70

A = acidic, B = basic, N = neutral.

2.5.2 การเตรียมพื้นผิวขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

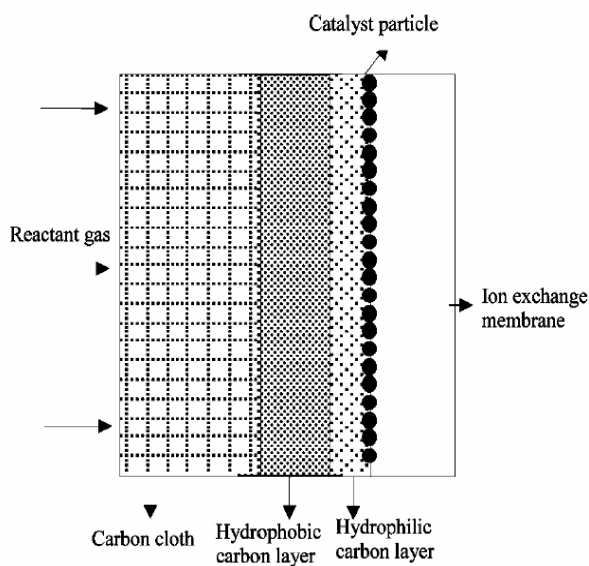
พื้นผิวของขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนนั้นควรมีความหนาและเรียบสม่ำเสมอ เนื่องมาจากมีความสำคัญต่อการกระจายตัวของอนุภาคโลหะที่จะยึดเกาะบนผิวหน้า สำหรับพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนด้วยไฟฟ้าสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์นั้นประกอบด้วยชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำและชั้นที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำ [24] ดังต่อไปนี้

(1) ชั้นที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic Layer)

เป็นส่วนที่ไม่ชอบน้ำประกอบด้วยผงคาร์บอน ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาและช่วยในการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาและส่วนของพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE) ที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำจึงช่วยป้องกันไม่ให้น้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงท่วมเซลล์ ปริมาณของผงคาร์บอนที่ใช้ไม่ควรมากเกินไปเพราะ จะทำให้ขั้วไฟฟ้ามีความหนามากขึ้น ส่งผลให้ความต้านทานของขั้วไฟฟ้าสูงขึ้นได้

(2) ชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilic layer)

เป็นส่วนที่ชอบน้ำประกอบด้วยสารละลายเนฟิออน มีหน้าที่ช่วยให้โปรตอนเคลื่อนที่ผ่านเมมเบรนเข้าทำปฏิกิริยารีดักชันที่ฝั่งแอโนด โดยในการเตรียมพื้นผิวจะมีการทำสารละลายเนฟิออนไว้บนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าคาร์บอนก่อนที่จะทำการพอกพูน เพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างผงคาร์บอน อนุภาคโลหะและเนฟิออน (Three phase region) เมื่อเริ่มการพอกพูนไอออนโลหะของสารละลายจะแพร่ผ่านชั้นเนฟิออนเข้าไปยึดเกาะบนผิวของขั้วไฟฟ้าคาร์บอน [25] ซึ่งลักษณะชั้นของขั้วไฟฟ้าแสดงดังรูปที่ 2.9 ดังนั้นในการเตรียมพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าปริมาณเนฟิออนที่ใช้ควรมีความเหมาะสม ไม่มากเกินไปเพราะจะทำให้การแพร่ผ่านของไอออนโลหะเกิดได้ยากและยังเป็นการเพิ่มความหนาของขั้วไฟฟ้าอีกด้วย แต่ก็ไม่ควรน้อยเกินไปเพราะจะทำให้การเคลื่อนที่ของโปรตอนและพื้นที่ผิวที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาลดต่ำลง



รูปที่ 2.9 ภาพจำลองลักษณะชั้นต่างๆ ของขั้วไฟฟ้า [24]

2.5.3 ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะการพอกพูนด้วยไฟฟ้า [18]

ปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อลักษณะการพอกพูนด้วยไฟฟ้า ได้แก่

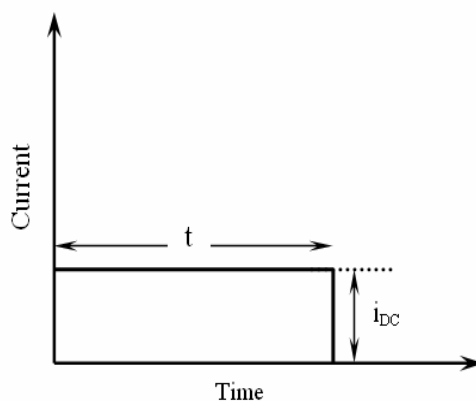
2.5.3.1 รูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน

การพอกพูนโดยวิธีการทางเคมีไฟฟ้าสามารถทำได้โดยการควบคุมศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าระหว่างการเกิดปฏิกิริยา โดยการควบคุมกระแสไฟฟ้าจะใช้กันทั่วไปในอุตสาหกรรมเนื่องจากควบคุมได้ง่ายแต่มีข้อเสียคือ เมื่อสมบัติของสารละลายเปลี่ยนไปจะทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงอื่นได้ ส่งผลให้ประสิทธิภาพลดลง ส่วนการควบคุมศักย์ไฟฟ้าจะใช้เมื่อต้องการให้เกิดปฏิกิริยาใดปฏิกิริยาหนึ่งเท่านั้น ซึ่งการควบคุมต้องใช้เครื่องเฉพาะที่เป็นการควบคุมค่าศักย์ไฟฟ้าที่ขั้วไฟฟ้าเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง จึงไม่เป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมทั่วไป ซึ่งในงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงเฉพาะการพอกพูนโดยวิธีเคมีไฟฟ้า โดยการควบคุมกระแสไฟฟ้าเท่านั้น ซึ่งการควบคุมกระแสไฟฟ้าสามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น

(1) การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (Direct current electrodeposition, DC)

[5, 18]

เป็นการให้กระแสไฟฟ้าที่ค่าใดค่าหนึ่งตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน ซึ่งการให้กระแสไฟฟ้าเช่นนี้ลักษณะของการพอกพูนจะขึ้นกับปัจจัยที่สำคัญ คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน [5] แสดงดังสมการที่ (2.5)-(2.6) และรูปที่ 2.10 โดยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์ไม่ควรมากจนเกินไป เพราะจะเป็นการเร่งการพอกพูนของสารและทำให้เกิดการพอกพูนแบบการควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร (Mass transfer control) ทำให้การพอกพูนของสารไม่เรียบและโลหะที่พอกพูนได้ไม่สามารถยึดเกาะติดได้ดี



รูปที่ 2.10 การพอกพูนโดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่

$$q = i_{DC} t \quad (2.5)$$

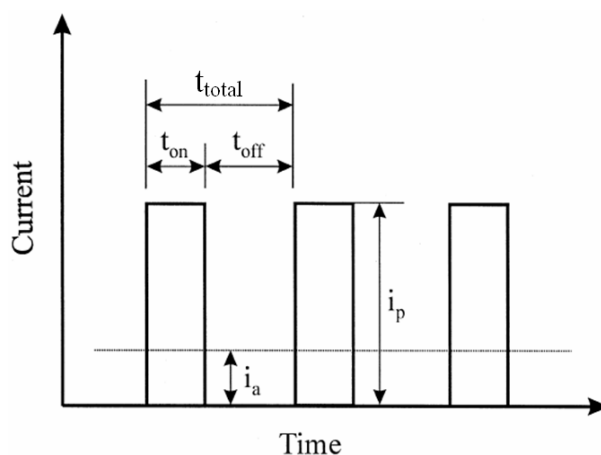
$$i_{DC} = \frac{I}{A} \quad (2.6)$$

โดยที่	q	คือ	ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า (คูลอมบ์ต่อตารางเซนติเมตร)
	i_{DC}	คือ	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
	I	คือ	กระแสไฟฟ้า (แอมแปร์)
	t	คือ	ระยะเวลาการให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูน (วินาที)
	A	คือ	พื้นที่ผิวของชิ้นงานที่ต้องการพอกพูน (ตารางเซนติเมตร)

(2) การให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ (Pulse current electrodeposition, PC)

[5, 26]

กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนแบบนี้จะมีการให้กระแสไฟฟ้าสลับกับการหยุดให้กระแสไฟฟ้าตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน โดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบนี้พบว่าพื้นผิวการพอกพูนสามารถจัดเรียงตัวหรือจัดเรียงสมดุผิวหน้าขึ้นงานได้ใหม่ ซึ่งจะทำให้การยึดเกาะเกิดได้ดีขึ้น โดยลักษณะของพื้นผิวที่ได้จากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ จะขึ้นกับ 3 ปัจจัยหลักคือ ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า (t_{on}) ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า (t_{off}) และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในแต่ละช่วง (i_p) [5] ดังแสดงในรูปที่ 2.11 และตัวแปรต่างๆ เกี่ยวข้องดังสมการที่ (2.7)-(2.11)



รูปที่ 2.11 การพอกพูนโดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ [5]

$$i_{DC} = i_{avg} \quad (2.7)$$

$$i_p = \frac{i_{avg}}{\theta} \quad (2.8)$$

$$\theta = \frac{t_{on}}{t_{on} + t_{off}} = \frac{t_{on}}{t_{total}} \quad (2.9)$$

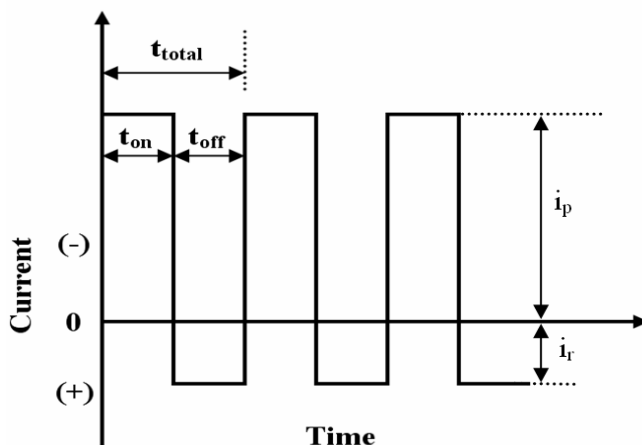
$$t_{total} = t_{on} + t_{off} \quad (2.10)$$

$$\text{frequency} = \frac{1}{t_{total}} \quad (2.11)$$

โดยที่	i_{avg}	คือ	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
	i_p	คือ	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในแต่ละช่วง (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
	i_{DC}	คือ	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
	θ	คือ	ดิวตีไซเคิล (Duty cycle)
	t_{on}	คือ	ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าแต่ละช่วง (วินาที)
	t_{off}	คือ	ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าแต่ละช่วง (วินาที)
	t_{total}	คือ	ระยะเวลาทั้งหมดของการให้กระแสไฟฟ้าใน 1 ช่วง (วินาที)
			โดยที่ $t_{total} = t_{on} + t_{off}$
	frequency	คือ	ความถี่ (เฮิรตซ์)

(3) การให้กระแสไฟฟ้าเป็นช่วงๆ แบบตรงข้าม (Reverse pulse current electrodeposition)

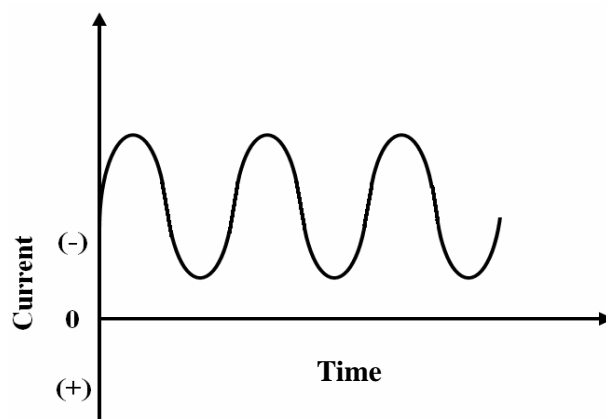
กระแสที่ใช้ในการพอกพูนแบบนี้จะมีการให้กระแสไฟฟ้าเพื่อให้เกิดการพอกพูน (i_p) สลับกับการให้กระแสเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ (i_r) แสดงดังรูปที่ 2.12 ซึ่งจะส่งผลให้ชิ้นงานมีการพอกพูนโลหะบนผิวหน้าชิ้นงานก่อน หลังจากนั้นเมื่อมีการให้กระแสแบบย้อนกลับ โลหะที่พอกพูนจะละลายออกไปบางส่วน เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวของผิวหน้าชิ้นงาน ซึ่งจะให้ผลของการชุบคล้ายกับการให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ



รูปที่ 2.12 การพอกพูนโดยการให้กระแสไฟฟ้าเป็นช่วงๆ แบบตรงข้าม [27]

(4) การให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นคลื่น (Sinusoidal pulse current electrodeposition)

กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนแบบนี้จะมีการให้กระแสไฟฟ้าสูงๆ สลับกับการให้กระแสไฟฟ้าต่ำๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.13 เป็นผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการพอกพูนเกิดเร็วและซ้ำเป็นจังหวะ



รูปที่ 2.13 การพอกพูนโดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นคลื่น [28]

2.5.3.2 การเคลื่อนที่ของสารละลาย

การที่ไอออนโลหะในสารละลายมีการเคลื่อนไหวตลอดเวลาด้วยแรงกวนสารละลายหรือการหมุนของขั้วไฟฟ้า มีส่วนช่วยให้การพอกพูนของสารเป็นไปได้ดีและสม่ำเสมอ เนื่องจากการถ่ายเทมวลสารของไอออนโลหะจากสารละลายไปยังผิวของอิเล็กโทรด ทำให้มีการพอกพูนโลหะดีขึ้น

2.5.3.3 อุณหภูมิในสารละลาย

การเพิ่มอุณหภูมิในสารละลายในระหว่างการพอกพูน มีส่วนช่วยในการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลาย เร่งการพอกพูนสารที่ขั้วไฟฟ้า แต่ทั้งนี้ขึ้นกับลักษณะและภาวะในการเกิดปฏิกิริยาของสาร

2.5.3.4 การเกิดแก๊สระหว่างการพอกพูน

สาเหตุหนึ่งของการทำให้การพอกพูนสารไม่เรียบและหลุดง่าย เนื่องมาจากแก๊สที่เกิดขึ้นระหว่างการพอกพูน การเกิดคาร์บอนไดออกไซด์ให้แก๊สไฮโดรเจนหรือเกิดออกซิเดชันของน้ำให้แก๊สออกซิเจนในระหว่างการพอกพูน ถึงแม้ว่าฟองแก๊สจะทำให้การพาไอออนดีขึ้นแต่ในขณะเดียวกัน

ก็จะสกัดกั้นการพอกพูนของสารบนขั้วไฟฟ้า จึงส่งผลให้การเกาะตัวของสารไม่เรียบและหลุดออกได้ง่าย

2.6 สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (Performance)

การศึกษาสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสามารถศึกษาได้จากโพลาริเซชันและค่าความต้านทานเชิงซ้อน

2.6.1 โพลาริเซชัน (Polarization) [14, 18]

โพลาริเซชันเป็นการศึกษาสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง โดยดูจากกราฟโพลาริเซชัน (Polarization curve) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่ผลิตจากเซลล์เชื้อเพลิง เมื่อเซลล์เชื้อเพลิงถูกต่อเข้ากับวงจรภายนอกและมีการป้อนแก๊สเชื้อเพลิงให้กับเซลล์เชื้อเพลิง เซลล์เชื้อเพลิงจะผลิตกระแสไฟฟ้าจ่ายให้กับอุปกรณ์ไฟฟ้านั้นๆ แต่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากเซลล์เชื้อเพลิงจะมีค่าที่ลดลงไม่เท่ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าทางทฤษฎี หรือที่ได้จากกระบวนการผันกลับได้ (Reversible process) ซึ่งในเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้แก๊สไฮโดรเจนกับแก๊สออกซิเจนจะได้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าตามทฤษฎีประมาณ 1.229 โวลต์ ซึ่งผลต่างระหว่างค่าความต่างศักย์จริงที่จ่ายให้กับวงจรภายนอกกับค่าความต่างศักย์ตามกระบวนการผันกลับได้ตามหลักของอุณหพลศาสตร์ เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าส่วนเกิน (Over potential, η) การลดลงของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าจากค่าจริงเกิดในกระบวนการที่เรียกว่า โพลาริเซชัน ซึ่งจะเกิดขึ้นทั้งที่ขั้วแอโนดและขั้วแคโทดทำให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ได้ลดลงโดยศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ที่ได้จริง (E_{cell}) สามารถเขียนได้ดังสมการที่ 2.12

$$E_{cell} = E_{cell}^0 - \eta_{act} - \eta_{ohm} - \eta_{conc} \quad (2.12)$$

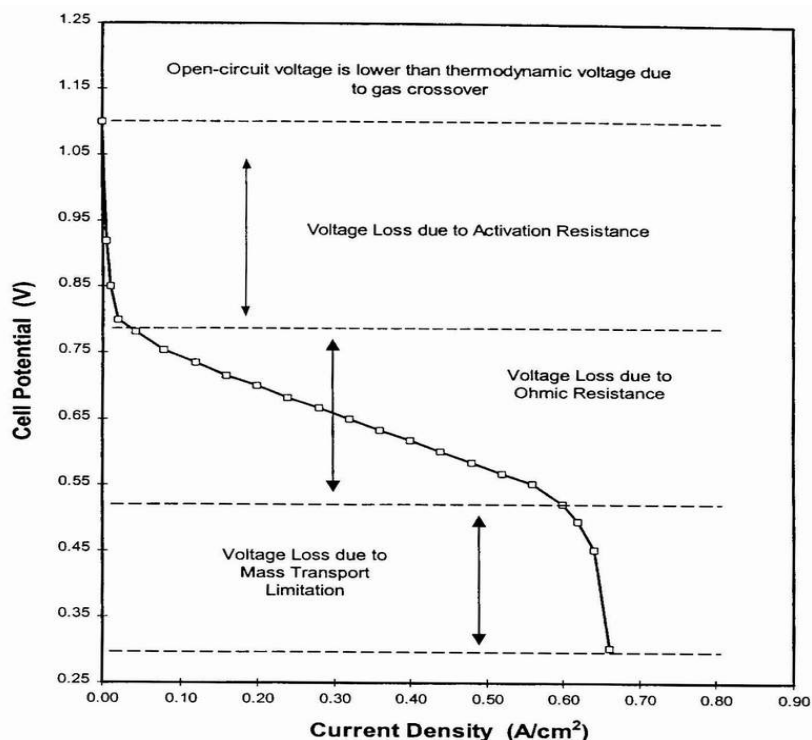
โดยที่ E_{cell}^0 คือ ศักย์ไฟฟ้ามาตรฐานเมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน (โวลต์)

η_{act} คือ ศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินเนื่องจากปฏิกิริยาทางเคมีของทั้งขั้วแอโนดและขั้วแคโทด (โวลต์)

η_{ohm} คือ ศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินเนื่องจากความต้านทาน (โวลต์)

η_{conc} คือ ศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินเนื่องจากความเข้มข้น (โวลต์)

เมื่อนำค่าศักย์ไฟฟ้ากับค่าความหนาแน่นกระแสที่ได้จากเซลล์เชื้อเพลิง มาเขียนกราฟ โพลลาไรเซชันจะแสดงได้ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 โพลลาไรเซชันของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [29]

จากรูปที่ 2.14 จะพบว่าเมื่อค่าความหนาแน่นกระแสเท่ากับศูนย์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้จะมีค่าน้อยกว่าค่าศักย์ไฟฟ้าตามทฤษฎี โดยเรียกค่าศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้ว่า ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (Open-circuit potential) ซึ่งความแตกต่างนี้เกิดจากการแพร่ข้ามฝั่งของแก๊ส (Crossover) ระหว่างขั้วแอโนดและขั้วแคโทดผ่านเมมเบรน เมื่อแก๊สข้ามไปยังอีกฝั่งหนึ่งจะมีการเกิดปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนทางฝั่งแคโทด จึงเกิดปฏิกิริยารีดักชันภายในขั้วแคโทดเดียวกัน ส่งผลให้เกิดกระแสภายใน (Internal current) [7] ทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินขึ้นที่ขั้วแคโทด เช่นเดียวกับกับฝั่งแอโนดที่มีการแพร่ข้ามของแก๊สออกซิเจน ก็จะทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินที่ขั้วแอโนดเช่นเดียวกัน จึงทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้มีค่าลดลงและเมื่อค่าความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น พบว่าจะเกิดการลดลงของศักย์ไฟฟ้าเนื่องจากการสูญเสียพลังงานจากกลไกต่างๆ โดยเมื่อสังเกตจากกราฟจะพบว่าสามารถแบ่งช่วงการเกิดโพลลาไรเซชันได้เป็น 3 ช่วง ได้แก่

1) **โพล่าไรเซชันทางเคมี (Chemical Polarization)** หรือ Activation losses เป็นค่าการสูญเสียพลังงาน เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของแก๊สเชื้อเพลิงบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ลดลงไปเนื่องมาจากการเอาชนะพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ซึ่งมีหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี เช่น อุณหภูมิ ตัวเร่งปฏิกิริยา และความดัน ถ้าอัตราเร็วของปฏิกิริยาเคมีมีค่าต่ำจะเกิดโพล่าไรเซชันทางเคมีมาก การลดค่าโพล่าไรเซชันทางเคมีสามารถทำได้โดยการเพิ่มอุณหภูมิในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูง การเพิ่มความดัน เป็นต้น

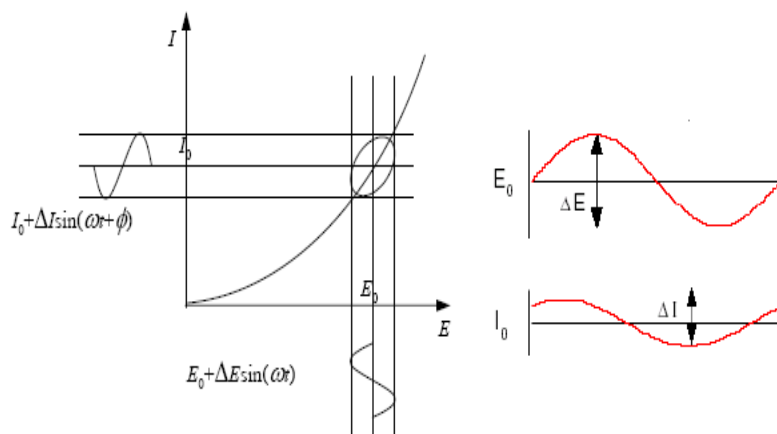
2) **โพล่าไรเซชันเนื่องจากความต้านทาน (Resistance Polarization)** หรือ Ohmic resistance เกิดจากความต้านทานในแต่ละองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง เช่น การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่บริเวณขั้วไฟฟ้าและที่บริเวณแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า ความต้านทานในการเคลื่อนที่ของโปรตอนผ่านเมมเบรน ตลอดจนความต้านทานที่บริเวณรอยต่อต่างๆ การลดค่าโพล่าไรเซชันนี้ทำได้โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ผงคาร์บอน ตัวสะสมกระแสไฟฟ้าที่มีค่าการนำกระแสไฟฟ้าสูงๆ และใช้อิเล็กโทรไลต์ที่มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงและบาง เพื่อลดระยะทางในการเคลื่อนที่ของโปรตอนหรือเพิ่มความชื้นในอิเล็กโทรไลต์ [30] ตลอดจนการเตรียมเอมิอีเอภายใต้ภาวะที่เหมาะสม ซึ่งเป็นการลดค่าความต้านทานตามบริเวณรอยต่อของชิ้นส่วนต่างๆ ของเซลล์เชื้อเพลิง

3) **โพล่าไรเซชันเนื่องจากความเข้มข้น (Concentration Polarization)** หรือ Mass transfer เกิดเนื่องจากปริมาณเชื้อเพลิงหรือตัวออกซิไดซ์ถูกใช้ไปอย่างรวดเร็วจนไม่เพียงพอสำหรับการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณขั้วไฟฟ้า ทำให้ความเข้มข้นหรือความดันของสารตั้งต้นขาดแคลน เป็นผลทำให้ศักย์ไฟฟ้าลดลงตามสมการของเนินสต์ ในกรณีที่ใช้แก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์มักจะไม่มีปัญหานี้เกิดขึ้น แต่เมื่อใช้อากาศเป็นตัวออกซิไดส์จะเกิดปัญหานี้ขึ้นเนื่องจากในอากาศมีความเข้มข้นของออกซิเจนน้อยกว่ามาก ดังนั้นเมื่อใช้อากาศเป็นสารออกซิไดซ์จำเป็นจะต้องมีออกแบบช่องทางเดินแก๊สให้อากาศสามารถสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าได้อย่างเต็มที่ เพื่อให้ออกซิเจนที่อยู่ในอากาศสามารถแพร่เข้าไปยังบริเวณขั้วไฟฟ้าให้มากที่สุด ทางด้านไฮโดรเจนก็มีโอกาสที่ทำให้เกิดโพล่าไรเซชันเนื่องจากความเข้มข้นได้เช่นกัน อาจเกิดจากกรณีที่ไฮโดรเจนที่ใช้ได้มาจากกระบวนการรีฟอร์มมิง (Reforming) โดยกระบวนการผลิตไม่สามารถผลิตแก๊สไฮโดรเจนให้กับระบบได้อย่างต่อเนื่องทำให้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนบริเวณขั้วไฟฟ้าลดลงทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินมากขึ้น

2.6.2 ความต้านทานเชิงซ้อน (Impedance) [14, 30]

การวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนในเซลล์เชื้อเพลิงทำได้โดยใช้เทคนิคอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อการวิเคราะห์ระบบเคมีไฟฟ้า เพื่อศึกษาสมบัติต่างๆ ทางไฟฟ้าของวัสดุ

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EIS ทำได้โดยการป้อนสัญญาณกระตุ้นของแรงเคลื่อนไฟฟ้าในรูปฟังก์ชันไซน์ที่มีค่าแอมพลิจูดต่ำไปยังระบบภายใต้การวิเคราะห์และวัดการตอบสนองในรูปของกระแสไฟฟ้า ศักย์ไฟฟ้า หรือสัญญาณอื่นๆ ที่สนใจ จากรูปที่ 2.15 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้า ของระบบไฟฟ้าเคมีในเชิงทฤษฎี โดยที่ I_0 คือ กระแสไฟฟ้า กระแสตรง E_0 คือ ศักย์ไฟฟ้ากระแสตรง ω คือ ความถี่เชิงมุม t คือ เวลา และ ϕ คือ การเลื่อนเฟส (Phase shift)



รูปที่ 2.15 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าของระบบเคมีไฟฟ้าในเชิงทฤษฎี [30]

ค่าอิมพีแดนซ์เป็นปริมาณเชิงซ้อนระหว่างขนาดและการเลื่อนเฟสซึ่งขึ้นกับความถี่ของสัญญาณ โดยทั่วไปในระบบเคมีไฟฟ้าจะใช้ช่วงความถี่ประมาณ 100 กิโลเฮิรตซ์ ไปจนถึง 0.1 เฮิรตซ์ โดยสามารถเขียนได้ดังสมการที่ (2.13)

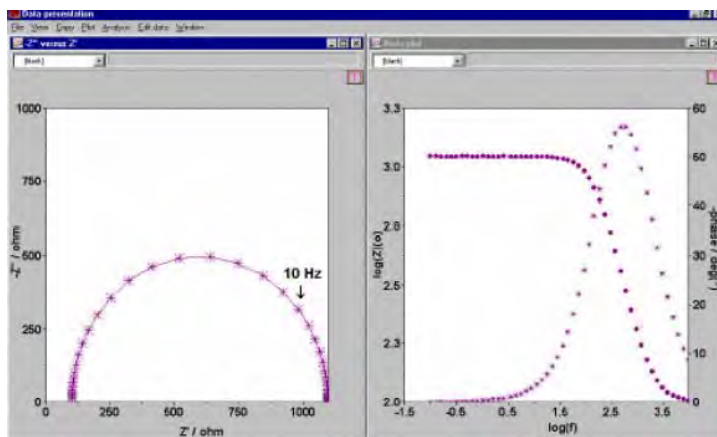
$$Z(\omega) = |Z(\omega)|e^{j\phi(\omega)} \quad (2.13)$$

เมื่อ $|Z(\omega)|$ คือขนาดของอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ ω และ $\phi(\omega)$ คือ การเลื่อนเฟสที่ความถี่ ω สำหรับพิกัดคาร์ทีเซียน อิมพีแดนซ์เขียนได้ดังสมการที่ (2.14)

$$Z(\omega) = Z_r(\omega) + jZ_i(\omega) \quad (2.14)$$

เมื่อ $Z_r(\omega)$ คือส่วนจริง (Real part) ของอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ ω และ $Z_i(\omega)$ คือส่วนจินตภาพ (Imaginary part) ที่ความถี่ ω

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างส่วนจริงกับส่วนจินตภาพของอิมพีแดนซ์ เรียกว่า Nyquist plot ดังแสดงในรูปที่ 2.16 (ก) ข้อดีของ Nyquist plot คือสามารถแสดงภาพรวมของข้อมูลได้อย่างรวดเร็วและยังสามารถอธิบายได้ในเชิงคุณภาพ โดยที่แกนของส่วนจริงจะมีค่าเท่ากับแกนของส่วนจินตภาพเพื่อจะไม่ไปปิดเป็นรูปร่างของเส้นกราฟ ทั้งนี้รูปร่างของเส้นกราฟมีความสำคัญในการอธิบายเชิงคุณภาพของข้อมูล ข้อเสียของ Nyquist plot คือการไม่ได้แสดงมิติของความถี่ ทางหนึ่งที่จะช่วยแก้ปัญหานี้สามารถทำได้โดยการระบุค่าความถี่ลงบนกราฟ ส่วนค่าสัมบูรณ์ของอิมพีแดนซ์และการเลื่อนของเฟสจะเขียนได้ในรูปฟังก์ชันของความถี่โดยทั้งสองกราฟสามารถเขียนรวมกันได้ในรูปแบบของ Bode plot ดังแสดงในรูปที่ 2.16 (ข) ซึ่งจะทำให้ซึ่งจะทำให้การแสดงผลของข้อมูลมีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น



รูปที่ 2.16 (ก) Nyquist plot และ (ข) Bode plot [30]

เซลล์เคมีไฟฟ้าพื้นฐานที่สุดที่ใช้ในการทดลองอิมพีแดนซ์ จะประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้าจำนวน 2 ขั้ว โดยปกติขั้วไฟฟ้าภายใต้การวิเคราะห์จะเรียกว่า ขั้วไฟฟ้าทำงาน (Working

Electrode) และขั้วไฟฟ้าที่ทำให้วงจรไฟฟ้าครบวงจรเรียกว่า ขั้วไฟฟ้าสมทบ (Counter Electrode) ขั้วไฟฟ้ามักจะจุ่มอยู่ในสารพาประจุที่เป็นของเหลว สำหรับระบบของแข็งก็อาจใช้สารพาประจุที่เป็นของแข็งหรืออาจไม่มีสารพาประจุก็ได้

ในที่นี้จะขอล่าวถึงโครงสร้างของเซลล์เคมีไฟฟ้าที่ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ขั้ว ซึ่งเป็นเซลล์ที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลายที่สุด ขั้วไฟฟ้าชนิดที่สามนี้ คือขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) ซึ่งถูกนำมาใช้ในการกำหนดศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าทำงานให้มีความแน่นอน เนื่องจากค่าศักย์ไฟฟ้าสัมบูรณ์ของขั้วไฟฟ้าเดี่ยวไม่สามารถวัดค่าได้ การวัดค่าศักย์ไฟฟ้าในระบบเคมีไฟฟ้าจึงใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็นหลักในการทำงาน เพราะฉะนั้นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงจึงควรมีความผันกลับ (Reversible) ไปมาได้ และศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าอ้างอิงควรมีค่าคงที่ตลอดระยะเวลาที่ทำการวัด

โดยทั่วไปการทดลองอิมพีแดนซ์จะทำได้การควบคุมศักย์ไฟฟ้า ซึ่งในงานวิจัยก็ใช้วิธีการนี้ รูปแบบของการวัดศักย์ไฟฟ้าจะทำการทดลองโดยการกำหนดศักย์ไฟฟ้าคงที่ค่าหนึ่ง แล้วเพิ่มศักย์ไฟฟ้าในรูปฟังก์ชันไซน์เข้าไปรบกวนศักย์ไฟฟ้าและนำไปใช้กับเซลล์ ค่ากระแสไฟฟ้าจะถูกวัดเพื่อนำไประบุค่าอิมพีแดนซ์ของระบบ

เครื่องวิเคราะห์การตอบสนองของค่าความถี่จะทำงานในรูปกระแสไฟฟ้าสลับ โดยทั่วไปการวัดจะทำในรูปแบบของฟังก์ชันไซน์ฟังก์ชันเดียว แต่หากใช้ฟังก์ชันไซน์แบบหลายฟังก์ชันจะช่วยให้ประหยัดเวลาเมื่อทำการวัดที่ความถี่ต่ำมากๆ โดยสัญญาณกระตุ้นที่ใช้มักมีขนาดเล็กๆ ประมาณ 10 มิลลิโวลต์ ภายใต้ช่วงความถี่ที่ใช้ถูกกำหนดโดยข้อจำกัดของเครื่องมือและระบบระยะเวลาที่ใช้ในการวัดของแต่ละค่าความถี่คือส่วนกลับของค่าความถี่นั่นเอง ดังนั้น เมื่อความถี่ต่ำมากๆ จะใช้เวลาอย่างมากเช่นกันในการอ่านข้อมูลอย่างสมบูรณ์ เช่น การวัดข้อมูลที่ค่าความถี่ 1 มิลลิเฮิรตซ์ จะใช้เวลา 1000 วินาที โดยทั่วไปความถี่ที่ใช้จะอยู่ในช่วง 100 กิโลเฮิรตซ์ ถึง 0.1 เฮิรตซ์ ซึ่งจะใช้เวลาในการวัดทั้งสิ้นประมาณ 10 นาที อิมพีแดนซ์ที่ได้สามารถแปลให้อยู่ในรูปของวงจรสมมูลทางไฟฟ้า (Equivalent circuit) และแบบจำลองของกระบวนการ ซึ่งจะทำให้สามารถประมาณขอบเขตที่ใช้อธิบายข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้อย่างเหมาะสม และยังสามารถช่วยในการคาดการณ์พฤติกรรมของระบบภายใต้ภาวะที่หลากหลายได้

วงจรสมมูลทางไฟฟ้าได้รับความนิยมเป็นอย่างสูงในการแปลข้อมูลอิมพีแดนซ์ โดยวงจรสมมูลทางไฟฟ้าสร้างขึ้นมาจากองค์ประกอบที่เป็นที่รู้จักกันดี เช่น ความต้านทาน ตัวเก็บประจุ และ ขดลวดเหนี่ยวนำ รวมไปถึงองค์ประกอบอื่นๆ เช่น Constant Phase Element อิมพีแดนซ์

แบบวาเบิร์กและอิมพีแดนซ์แบบแทนเจนต์ ซึ่งองค์ประกอบเหล่านี้จะต่อกันแบบอนุกรมหรือขนาน เพื่อให้วงจรสมมูลทางไฟฟ้ามีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น ทั้งนี้องค์ประกอบต่างๆ แสดงดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 องค์ประกอบของวงจรมูลทางไฟฟ้า [14]

องค์ประกอบของวงจร	อิมพีแดนซ์	การเลื่อนของเฟส
ความต้านทาน (Resistance, R)	R	0
ตัวเก็บประจุ (Capacitance, C)	$\frac{1}{j\omega C}$	-90
ขดลวดเหนี่ยวนำ (Inductance, L)	$j\omega L$	+90
Constant Phase Element, CPE	$\frac{1}{(j\omega C)^\alpha}$	-
อิมพีแดนซ์แบบวาเบิร์ก (Warburg Impedance)	$\frac{R}{\sqrt{j\omega}}$	-
อิมพีแดนซ์แบบแทนเจนต์ (Tangent Impedance)	$R \frac{\tanh \sqrt{j\omega\tau}}{\sqrt{\tau}}$	-

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Choi และคณะ [5] ศึกษาการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับพื้ไอเอ็ม ด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า โดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ เทียบกับการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจะถูกพอกพูนที่อุณหภูมิห้องจากสารละลาย $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ เข้มข้น 18 มิลลิโมลาร์ บนผ้าคาร์บอนที่ผ่านการอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 12 ชั่วโมง โดยมีตาข่ายแพลทินัมเป็นขั้วแอโนด คาร์บอนเป็นขั้วแคโทด จากการให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูนที่แตกต่างกัน ให้ผลในการทดสอบประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงจากมากไปน้อยเป็นดังนี้ $20 \text{ mA/cm}^2 > 10 \text{ mA/cm}^2 > 25 \text{ mA/cm}^2 > 50 \text{ mA/cm}^2$ และจากการใช้ช่วงเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า (on-time) และหยุดให้กระแสไฟฟ้า (off-time) ที่แตกต่างกันให้ประสิทธิภาพจากมากไปน้อยเป็นดังนี้ $100 \text{ ms} / 300 \text{ ms} > 10 \text{ ms} / 30 \text{ ms} > 1 \text{ s} / 3 \text{ s} > \text{DC}$

Qian และคณะ [6] ศึกษาการเตรียมแพลทินัมที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนบนพื้นผิว Indium-doped tin oxide (ITO) ด้วยวิธีการพอกพูนด้วยศักย์ไฟฟ้าจากสารละลาย H_2PtCl_6 เข้มข้น 1 มิลลิโมลาร์กับกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เข้มข้น 1 โมลาร์ ที่ศักย์ไฟฟ้า -0.2 โวลต์ ใช้แพลทินัมฟอยล์ (Pt foil) เป็นขั้วแอโนด และโพแทสเซียมคลอไรด์เป็นขั้วอ้างอิง โดยภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Field-emitted scanning microscopy (FE-SEM) แสดงอนุภาคแพลทินัมขนาดเล็กระดับ 80-120 นาโนเมตร โดยพบว่าเวลาที่มีผลต่อขนาดอนุภาคของแพลทินัมเนื่องจากเมื่อใช้เวลาในการให้ศักย์ไฟฟ้านานขึ้นขนาดอนุภาคของแพลทินัมจะใหญ่มากกว่าการให้ศักย์ไฟฟ้าที่ระยะเวลาสั้นกว่า

สุกัญญา ทองคำ [18] เปรียบเทียบสมรรถนะของขั้วไฟฟ้าจากการเตรียมที่ต่างกัน 2 วิธี คือ การพิมพ์และการพอกพูนด้วยไฟฟ้า พบว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าเมื่อมีปริมาณแพลทินัมเพิ่มมากขึ้นความต้านทานจะมีค่าเพิ่มขึ้นเพราะแพลทินัมไม่ได้เกาะอยู่ในรูปลีกและไม่ได้สัมผัสโดยตรงกับชั้นอิเล็กโทรไลต์ทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ยากและพบว่าสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงของโลหะชนิดต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าจากมากไปน้อยเป็นดังนี้ $\text{Pt/C} > \text{Pt-Ru/C} > \text{Pt-Co/C} > \text{Pt-Ni/C}$ แต่ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงโดยรวมยังคงให้กระแสไฟฟ้าต่ำกว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์ แต่อย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้ไม่ได้เน้นการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

Thompson และคณะ [23] ศึกษาการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม โดยพยายามเพิ่มระดับการใช้ประโยชน์ของแพลทินัม โดยใช้วิธีการ Ion-exchange/electroreduction ในการเตรียมเพื่อให้มีการสัมผัสกันระหว่างทั้ง 3 ส่วนมากขึ้นคือ เชื้อเพลิง ตัวเร่งปฏิกิริยา (Pt) และ พอลิเมอร์เมมเบรน (Nafion) โดยการเตรียมขั้วไฟฟ้าจะใช้ปริมาณเนฟิออนที่แตกต่างกันดังนี้ 15 20 และ 29 ร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) พบว่ามีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 55 36 และ 19 ($\text{m}^2\text{Ptg}^{-1}$) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าปริมาณเนฟิออนมีผลต่อขนาดของแพลทินัมที่พอกพูน เห็นได้จากขั้วไฟฟ้าที่มีปริมาณเนฟิออนต่ำ จะไปจำกัดการโตขึ้นของขนาดอนุภาคแพลทินัม ส่งผลให้แพลทินัมมีพื้นที่ผิวที่สูงกว่าการใช้เนฟิออนในปริมาณมากและปริมาณแพลทินัมที่พอกพูนจะมากขึ้นตามจำนวนครั้งในการทำ Ion-exchange/electroreduction ซึ่งถ้าหากจำนวนครั้งมากเกินไปอาจจะส่งผลให้พื้นที่ผิวลดลงได้เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคแพลทินัม

Kim และคณะ [26] ศึกษาการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าโดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบต่อเนื่องที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 50 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เทียบกับการให้กระแสไฟฟ้าเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ช่วงเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 5.2 มิลลิวินาที หยุดให้กระแสไฟฟ้า 70 มิลลิวินาที และให้ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าของทั้งสองวิธีเท่ากันที่ 6 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ผลจากการทดสอบประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงพบว่า การเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าเป็นช่วงๆ ให้ประสิทธิภาพที่สูงกว่าการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ซึ่งความแตกต่างนี้เป็นผลเนื่องจากขนาดอนุภาคของโลหะที่พอกพูน โดยภาพจาก SEM แสดงให้เห็นว่าขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมที่เตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่มีขนาดใหญ่กว่า จึงส่งผลให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามีน้อยกว่า

Duarte และคณะ [31] ศึกษาการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากสารละลายเฮกซะคลอโรแพลทินิก (H_2PtCl_6) บนคาร์บอนที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ Glassy carbon (GC) Graphite fiber (GF) และ Graphite fiber cloth (GFC) โดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า พบว่า ศักย์ไฟฟ้าและเวลามีอิทธิพลต่อขนาดอนุภาคและปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูน เมื่อใช้ SEM เพื่อดูลักษณะพื้นผิวการกระจายตัวและขนาดของอนุภาคแพลทินัม พบว่าเมื่อระยะเวลาในการให้ศักย์ไฟฟ้านานขึ้นขนาดอนุภาคก็จะใหญ่มากขึ้นและการใช้ศักย์ไฟฟ้าแบบ Double step จะให้การกระจายตัวของอนุภาคมีความสม่ำเสมอมากกว่าการใช้ศักย์ไฟฟ้าแบบ Single step ความแตกต่างของขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของโครงสร้างแพลทินัมจะสังเกตได้ชัดเจนเมื่อแพลทินัมถูกพอกพูนบน Graphite fiber เนื่องจากเมื่อทำการให้ศักย์ไฟฟ้าแบบ Double step ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่พอกพูนบนพื้นผิว Graphite fiber จะมีขนาดเล็กและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอมากกว่าการใช้ศักย์ไฟฟ้าแบบ Single step มาก ผลจากการทดสอบปฏิกิริยาการออกซิเดชันของเมทานอล พบว่าแอคติวิตี (Activity) เรียงจากมากไปน้อยเป็นดังนี้ GC > GFC > GF และยังพบว่าแอคติวิตีจะลดลงเมื่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคแพลทินัมใหญ่ขึ้น เนื่องจากอนุภาคที่ใหญ่จะส่งผลให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาลดลง

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 แก๊ส

ชื่อแก๊ส	บริษัท
แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen, ความบริสุทธิ์ 99.999%)	Praxair
แก๊สออกซิเจน (Oxygen, ความบริสุทธิ์ 99.999%)	Linde
แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen, ความบริสุทธิ์ 99.99%)	Praxair

3.1.2 สารเคมีและครุภัณฑ์

ชื่อสารเคมี/ครุภัณฑ์	บริษัท
กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก ($H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$)	Fluka
สารละลายเนฟิออน (5%wt. Nafion 117)	Fluka
พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (60%wt. Polytetrafluoroethylene, PTFE)	Aldrich
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2 30%W/V.)	Fluka
กรดซัลฟูริก (H_2SO_4 98% W/V.)	Fluka
ไอโซโพรพานอล (Isopropanol)	Fluka
กลีเซอรอล (Glycerol)	Fluka
ผงคาร์บอน (Vulcan XC-72)	Cabot
ผ้าคาร์บอน (Carbon cloth)	Electrochem
กระดาษคาร์บอน (Carbon paper)	Electrochem
เนฟิออนเมมเบรน (Nafion 115 membrane)	Electrochem
ขั้วไฟฟ้าทางการค้า (Commercial electrode Pt/C 10%wt. 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร)	Electrochem

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- ตู้อบไฟฟ้า (Oven) ยี่ห้อ Binder รุ่น F115
- เตาเผา (Muffle Furnace) ยี่ห้อ PHOENIK รุ่น 2
- เครื่องชั่งสารความละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Satorius รุ่น 1712
- ไมโครปิเปต (Micro pipett) ยี่ห้อ Labnet รุ่น BP10/ 0.5-10 μL
- โถดูดความชื้น (Descicator)
- อ่างอัลตราโซนิก (Ultrasonics bath) ยี่ห้อ CREST รุ่น 575DAE
- เครื่องอ่างไอน้ำ (Water bath) ยี่ห้อ Heto รุ่น SBD-50
- แท่นกวน (Stirrer plate) ยี่ห้อ Nuova II
- เครื่องกดอัดด้วยความร้อน (Compression Mould) ยี่ห้อ LABTECH รุ่น LP20
- ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) บริษัท Radiometer Analytical S.A.
- ตาข่ายไทเทเนียม (Ti gauze)
- มัลติมิเตอร์ (Multimeter) ยี่ห้อ Fluke (USA) รุ่น 189
- ไมโครมิเตอร์ (Micrometer) บริษัท Beta Utensili S.P.A.
- ชุดถ้วยแก้วสำหรับประกอบเซลล์เพื่อใช้ในการพอกพูนด้วยไฟฟ้า
- เครื่องแก้วอื่นๆ ในห้องปฏิบัติการ

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- X-Ray Diffractometer (XRD) บริษัท JEOL รุ่น JDX-3530
จากศูนย์วิจัยโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)
- Scanning Electron Microscope (SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-6400
จากศูนย์วิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- Transmission Electron Microscope (TEM) บริษัท JEOL รุ่น JEM-2100
จากศูนย์วิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- Potentiostat/Galvanostat บริษัท Autolab รุ่น PGSTAT30
จากภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 ตัวแปรที่ศึกษา

1. ความแตกต่างของชั้นแพร่ผ่านของแก๊ส (Gas diffusion layer; GDL) โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบระหว่างกระดาษคาร์บอนกับผ้าคาร์บอน
2. ปริมาณสารละลายเนฟิออนที่เหมาะสมของชั้นที่ขอบน้ำสำหรับการนำไปเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า
3. ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (Direct current, DC)
4. ความแตกต่างของการรีดิวซ์และไมรีดิวซ์ขั้วไฟฟ้าด้วยแก๊สไฮโดรเจน
5. ความถี่ (Frequency) ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า (off time) และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (Peak current density) ที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ (Pulse current plating, PC)

3.5 วิธีดำเนินการวิจัย

3.5.1 การเตรียมขั้วไฟฟ้าคาร์บอน (Uncatalyst Carbon Electrode)

ในขั้นตอนนี้จะเป็นการเตรียมพื้นผิวของผ้าคาร์บอนหรือกระดาษคาร์บอนให้มีความเหมาะสมก่อนจะนำไปเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า โดยพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนนี้จะแบ่งออกเป็นสองชั้นคือ ชั้นที่ขอบน้ำและชั้นที่ไม่ขอบน้ำ ซึ่งทั้งสองชั้นนี้มีสมบัติและหน้าที่ในปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงที่แตกต่างกัน

3.5.1.1 ชั้นที่ไม่ขอบน้ำ

องค์ประกอบของสารเคมีในชั้นนี้จะมีสมบัติที่ไม่ขอบน้ำ ซึ่งจะสามารถช่วยป้องกันไม่ให้น้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาเข้าท่วมเซลล์ได้ ในงานวิจัยนี้จะเตรียมในส่วน of ชั้นที่ไม่ขอบให้มีปริมาณคงที่เท่ากับ 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ในทุกการทดลอง (มีอัตราส่วนของพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนกับผงคาร์บอนเท่ากับ 70 ต่อ 30) โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. อบผงคาร์บอน (Vulcan XC-72) ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสิ่งเจือปน เมื่ออบเสร็จแล้วเก็บในโถดูดความชื้นเพื่อรอการใช้งาน
2. บีบน้ำปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วตัวอย่างที่มีฝาปิด
3. ใช้ไมโครปิเปต บีเบตสารละลายพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน เข้มข้นร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก (มีสมบัติไม่ชอบน้ำ) ลงในขวดตัวอย่าง 12.66 ไมโครลิตร
4. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
5. บีเบตไอโซโพรพานอลปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในขวดตัวอย่าง รีบปิดฝาอย่างรวดเร็วเพื่อป้องกันการระเหยของไอโซโพรพานอล
6. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
7. ชั่งผงคาร์บอน (Vulcan XC-72) น้ำหนัก 26.6 มิลลิกรัม (ผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนแล้ว จากข้อ 1) ลงในขวดตัวอย่าง
8. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้สารละลายและผงคาร์บอนผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
9. ตัดผ้าคาร์บอนให้มีขนาดกว้าง-ยาว ด้านละ 2.25 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักก่อนการทำสารละลาย
10. ใช้ฟู่กันจุ่มสารละลายในขวดตัวอย่าง ทาลงบนผ้าคาร์บอน (ทราบน้ำหนักที่แน่นอนแล้ว) ทิ้งให้แห้งแล้วจึงทำซ้ำทำเช่นนี้จนได้น้ำหนักที่ต้องการ
11. ชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่เตรียมได้ เพื่อกำหนดหาปริมาณของชิ้นที่ไม่ชอบน้ำว่าได้ปริมาณตามที่ต้องการหรือไม่
12. นำชิ้นตัวอย่างที่ได้อบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่เจือปน
13. เก็บชิ้นงานในโถดูดความชื้นเพื่อรอการนำไปเตรียมชิ้นที่ชอน้ำต่อไป

3.5.1.2 ชั้นที่ชอบน้ำ

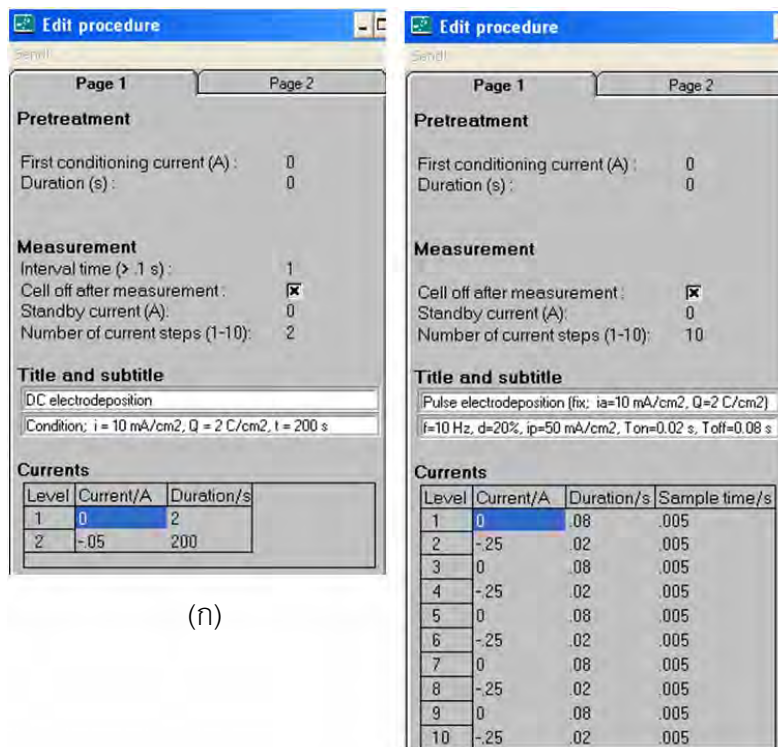
องค์ประกอบของสารเคมีในชั้นนี้จะมีสมบัติที่ชอบน้ำ มีหน้าที่ช่วยให้เมมเบรนมีความชื้นเพียงพอที่จะให้โปรตอนเคลื่อนที่เข้าทำปฏิกิริยา แต่ถ้าหากปริมาณของสารในชั้นที่ชอบน้ำมีมากเกินไปอาจส่งผลให้น้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาเข้าท่วมเซลล์ได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำนี้ด้วย โดยให้มีปริมาณที่แตกต่างกัน 3 อัตราส่วนคือ 0.4, 0.8 และ 1.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร (มีอัตราส่วนของเนฟออนและกลีเซอรอลเท่ากับ 1 ต่อ 1) โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. ใช้ไมโครปิเปต ปิเปตกลีเซอรอลตามปริมาณที่ต้องการลงในขวดแก้วตัวอย่างที่มีฝาปิด
2. ใช้ไมโครปิเปต ปิเปตสารละลายเนฟออน 117 เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักลงในขวดตัวอย่าง
3. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
4. ใช้ฟุ้งกันจุ่มสารละลายในขวดตัวอย่างทาลงบนผ้าคาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวของชั้นที่ไม่ชอบน้ำแล้ว (จากหัวข้อ 3.5.1.1)
5. นำชิ้นตัวอย่างที่ได้อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่เจือปน
6. ชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่เตรียมได้ เพื่อกำหนดหาปริมาณของชั้นที่ชอบน้ำว่าได้ปริมาณตามที่ต้องการหรือไม่
7. เก็บชิ้นงานในโถดูดความชื้นเพื่อรอการนำไปเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าต่อไป

3.5.2 การเตรียมขั้วแรงปฏิบัติการของขั้วไฟฟ้า

การเตรียมขั้วแรงปฏิบัติการของขั้วไฟฟ้ามีด้วยกันหลายวิธี แต่ในงานวิจัยนี้ได้เลือกศึกษาการเตรียมขั้วแรงปฏิบัติการด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าเท่านั้น เนื่องจากวิธีนี้สามารถเตรียมได้ง่ายและรวดเร็ว อีกทั้งสามารถควบคุมปริมาณและขนาดอนุภาคของขั้วแรงปฏิบัติการได้โดยการควบคุมกระแสไฟฟ้าหรือระยะเวลาที่ใช้ในการพอกพูน โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. เตรียมสารละลายเฮกซะคลอโรแพลตินิกัมเข้มข้น 0.02 โมลลาร์
2. ใช้ผ้าคาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้วจากขั้นตอนที่ 3.5.1.2 เป็นขั้วแคโทด (Working electrode)
3. ใช้ตาข่ายไทเทเนียม (Ti gauze) เป็นขั้วแอนโนด (Counter electrode)
4. ใช้ขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) เป็นขั้วอ้างอิง (Reference electrode)
5. เปิดสวิตช์เครื่อง Potentiostat/Galvanostat เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 30 นาที ก่อนทำการทดลอง โดยกดปุ่ม Cell Enable ให้อยู่ในตำแหน่งปิด
6. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์สำหรับทำหน้าที่บันทึกข้อมูลจากเครื่อง Potentiostat/Galvanostat โดยใช้โปรแกรม GPES
 - **การพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่** เลือกวิธีแบบ Chrono methods (interval time > 0.1 sec) และเลือกวิธีแบบ Potentiometry (galvanostatic) แล้วจึงตั้งค่ากระแสไฟฟ้าและเวลาที่จะใช้ในการพอกพูนตามต้องการ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ก)
 - **การพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วง ๆ** เลือกวิธีแบบ Chrono methods (interval time < 0.1 sec) และเลือกวิธีแบบ Potentiometry (galvanostatic) แล้วจึงตั้งค่ากระแสไฟฟ้ากับเวลาในช่วงที่มีการให้กระแสไฟฟ้าและช่วงที่ไม่มีกระแสไฟฟ้า และจำนวนรอบ (Number Cycle) ที่จะใช้ในการพอกพูน ดังแสดงในรูปที่ 3.1 (ข)



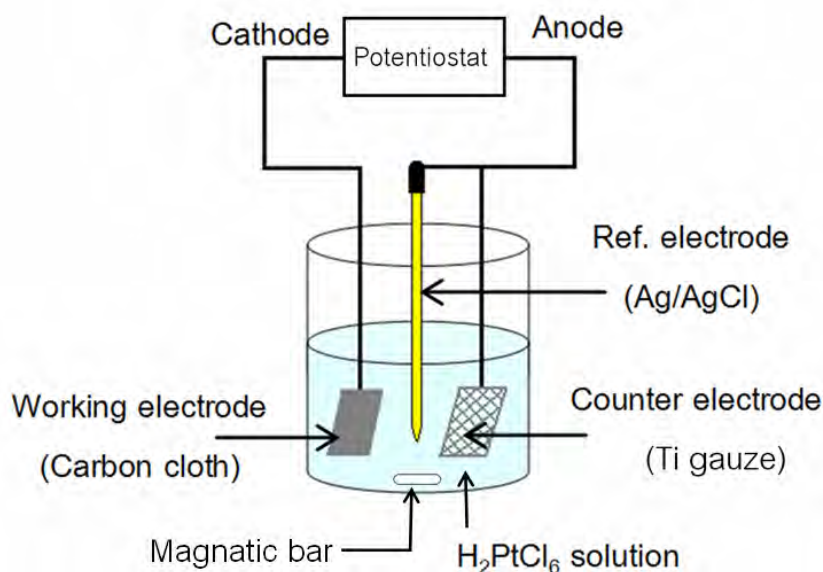
(ก)

(ข)

รูปที่ 3.1 ตัวอย่างการตั้งค่ากระแสไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ในการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้า

(ก) แบบคงที่; (ข) แบบเป็นช่วงๆ

7. ต่อเซลล์สำหรับการพอกพูนด้วยไฟฟ้าตามรูปที่ 3.2 พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
8. เมื่อจะเริ่มกระบวนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า กด Cell Enable ให้อยู่ในตำแหน่งเปิด และกดปุ่ม Start ที่โปรแกรมเพื่อเริ่มทำการพอกพูนโลหะ
9. เมื่อทำการพอกพูนเสร็จให้ปิด Cell Enable ที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat เพื่อหยุดการทำงานของเซลล์
10. ถอดเซลล์ออกจากระบบ นำผ้าคาร์บอนที่ผ่านการพอกพูนด้วยแพลทินัมไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
11. ชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่เตรียมได้ เพื่อคำนวณหาปริมาณของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูน
12. เก็บขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อรอการใช้งานต่อไป



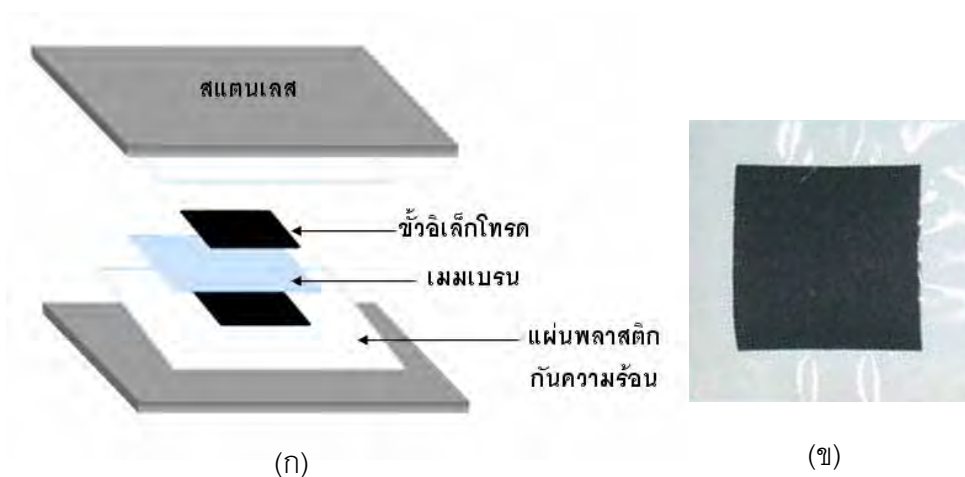
รูปที่ 3.2 การต่อเซลล์ไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมขั้วไฟฟ้า โดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

3.5.3 การปรับปรุงคุณภาพของเมมเบรน [18]

1. ตัดเมมเบรน ให้มีขนาดกว้าง-ยาว ด้านละ 5 เซนติเมตร นำไปแช่ในน้ำกลั่น ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
2. นำเมมเบรนจากขั้นตอนที่ 1 แช่ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ต้มที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์
3. นำเมมเบรนจากขั้นตอนที่ 2 แช่ในสารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ที่มีความเข้มข้น 0.5 โมลลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ต้มที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดไอออนของโลหะ
4. นำเมมเบรนจากขั้นตอนที่ 3 แช่ในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร ต้มที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยทำซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อล้างคลอไรด์ไอออน
5. เก็บเมมเบรนที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วโดยการแช่ไว้ในน้ำกลั่น (เมื่อจะใช้งานให้นำเมมเบรนออกมาวางบนผ้าสะอาด เช่น สำลีหรือกระดาษทิชชู่ ที่งไว้ให้แห้งก่อนจะนำไปใช้งาน)

3.5.4 การเตรียมเอ็มอีเอ (Membrane Electrode Assembly; MEA)

1. นำขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ และขั้วไฟฟ้าทางการค้ามาประกบทั้งสองด้านของเมมเบรนที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วในลักษณะแซนด์วิช (Sandwich) นำแผ่นพลาสติกกันความร้อนรองด้านนอกของขั้วไฟฟ้า ประกบอีกครั้งด้วยแผ่นสแตนเลส ดังรูปที่ 3.3 (ก)



รูปที่ 3.3 (ก) ภาพจำลองลักษณะชั้นในการเตรียมเอ็มอีเอ และ
(ข) ตัวอย่างชิ้นงานเอ็มอีเอที่เตรียมได้

2. วางแผ่นสแตนเลสบนแท่นกดอัดของเครื่องกดอัดด้วยความร้อน
3. อัดด้วยความร้อนและความเย็น โดยใช้ความดัน 65 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร ที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที [32]
4. นำเอ็มอีเอที่เตรียมได้ออกจากเครื่องกดอัดด้วยความร้อนและเก็บไว้เพื่อรอการทดสอบสมรรถนะต่อไป

3.6 การวิเคราะห์สมบัติของข้าวไฟฟ้า

3.6.1 การวิเคราะห์หาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา

ศึกษาโครงสร้างผลึกของสาร วิเคราะห์หาเฟสและขนาดผลึกโดยประมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนข้าวไฟฟ้าด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) โดยใช้วัดหาค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุม 2θ ตั้งแต่ 30-80 องศา



รูปที่ 3.4 เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น JDX-3530 ของบริษัท JEOL

3.6.2 การวิเคราะห์การกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา

ศึกษาการกระจายตัวของโลหะแพลทินัมที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) โดยวิเคราะห์ที่ 15 kV เพื่อถ่ายภาพพื้นผิว ลักษณะอนุภาคและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่กำลังขยายต่างๆ และทำ Mapping เพื่อดูการกระจายตัวของโลหะแพลทินัม



รูปที่ 3.5 Scanning Electron Microscope รุ่น JSM-6400 ของบริษัท JEOL

3.6.3 การวิเคราะห์หาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า

ศึกษาการหาปริมาณร้อยละของแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้าโดยการทำ EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy) เพื่อวิเคราะห์ธาตุในเชิงปริมาณ โดยที่ปริมาณแพลทินัมทั้งหมดที่พอกพูนได้สามารถคำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักขั้วไฟฟ้าก่อนและหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า [24]

3.6.4 การหาขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา

ศึกษาการกระจายตัวและขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้า โดยใช้เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM)

3.6.5 การหาพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า [14]

ศึกษาการหาพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical active surface, EAS หรือ Specific area, S) โดยวิเคราะห์จาก Cyclic Voltammetry (CV) โดยพื้นที่ผิวหน้าของปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าคำนวณจากความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวหน้าและการดูดซับประจุของแก๊สไฮโดรเจน โดยประจุของการดูดซับแก๊สไฮโดรเจนบนขั้วไฟฟ้าที่มีแพลทินัมในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เรียบคือ 210 ไมโครคูลอมปต์ต่อตารางเซนติเมตรแพลทินัม ($\text{mC}/\text{cm}^2\text{Pt}$)

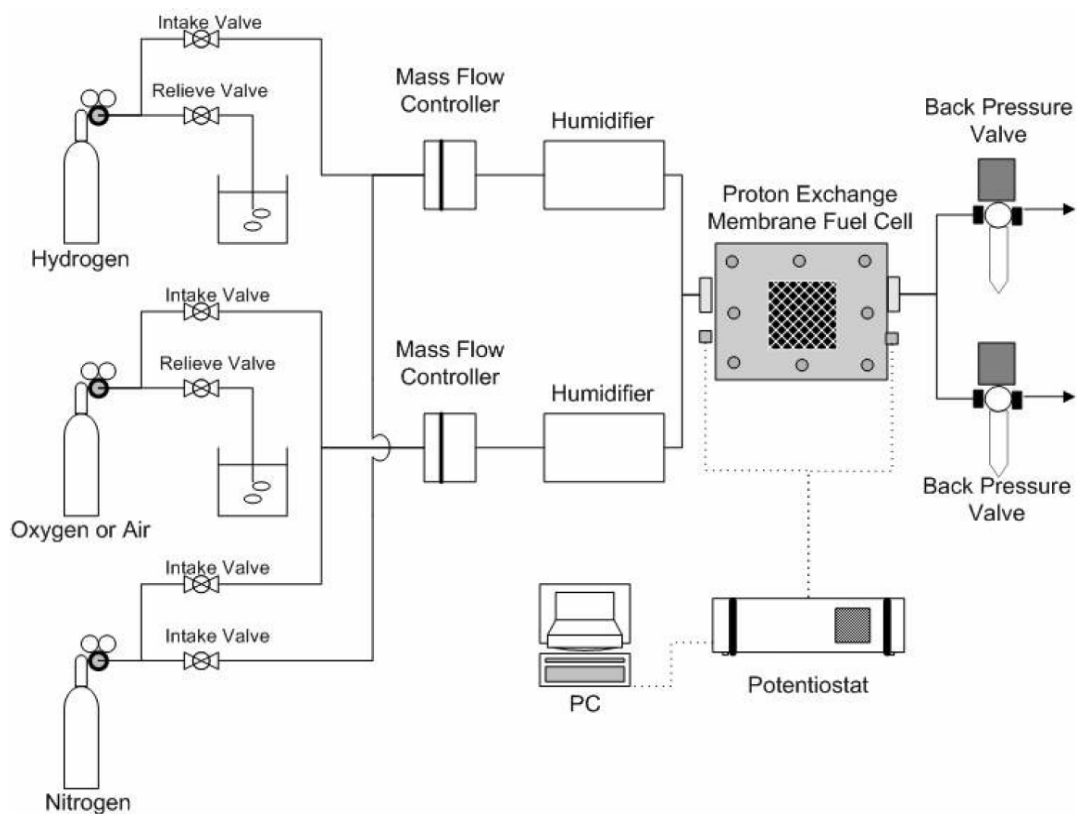
ขั้นตอนการทดสอบทำโดยนำเอมีไอโอมมาประกอบเป็นเซลล์เดี่ยว แล้วทำตามขั้นตอนดังนี้

1. ตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่หัวแอโนดและแก๊สไนโตรเจนที่หัวแคโทด 100 มิลลิลิตรต่อนาที
2. ทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้องทั้งอุณหภูมิเซลล์และอุณหภูมิของหม้อความชื้น
3. เปิดสวิตช์เครื่อง Potentiostat/Galvanostat เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 30 นาที ก่อนทำการทดลอง โดยกดปุ่ม Cell Enable ให้อยู่ในตำแหน่งปิด
4. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์สำหรับทำหน้าที่บันทึกข้อมูลจากเครื่อง Potentiostat/Galvanostat โดยใช้โปรแกรม GPES เลือกวิธีแบบ Cyclic voltammetry (staircase) และเลือกวิธีแบบ Normal จากนั้นตั้งช่วงความต่างศักย์และ Scan rate ที่จะใช้ในการวิเคราะห์แต่ละครั้ง
5. เปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สไนโตรเจนกด Cell Enable และปุ่ม Start เพื่อเริ่มทำการทำงาน
6. หลังจากการทดสอบเสร็จสิ้น ปิด Cell Enable ทำการบันทึกผล และสามารถหาค่าประจุไฟฟ้า จากหน้า Data presentation เลือก Analysis จากนั้นเลือก Integrate between markers และเลือกจุด 2 จุด เพื่อให้คอมพิวเตอร์ทำการอินทิเกรตหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) หน่วยเป็นคูลอมป์ และนำค่าประจุที่ได้ไปคำนวณหาค่า EAS (แสดงวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง)

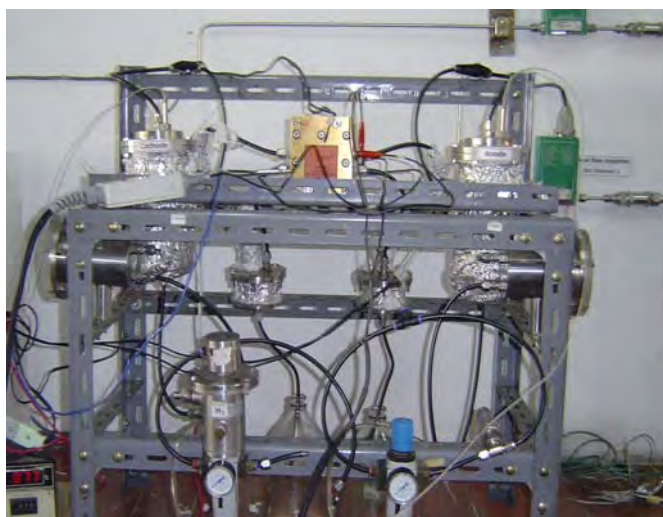
3.7 การวัดสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีไอเอ็มสำหรับเซลล์เดี่ยว

3.7.1 ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว [33]

ระบบการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีไอเอ็มสำหรับงานวิจัยนี้ ประกอบด้วยเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยว (PEM single cell) จากบริษัท Electrochem, Inc. ระบบการไหลของแก๊ส (Gas flow system) หน่วยควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Controller) หน่วยให้ความชื้นกับแก๊ส (Humidifier) หน่วยควบคุมความดันแก๊ส (Back pressure) และเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งได้แก่ เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PGSTAT30 ของบริษัท Autolab ซึ่งควบคุมการทำงานและเก็บข้อมูลด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์โดยใช้โปรแกรม Electrochemical Spectroscopy (GPES) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และ 3.7



รูปที่ 3.6 แผนภาพจำลองระบบการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยว [34]



รูปที่ 3.7 ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยว

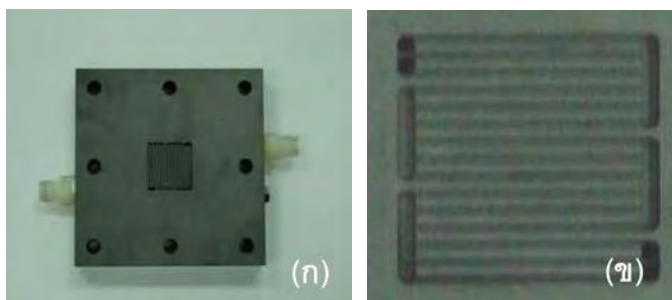
3.7.1.1 เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์แบบเซลล์เดี่ยว (PEM single cell)

เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ เป็นเซลล์เชื้อเพลิงของบริษัท Electrochem, Inc. จากประเทศสหรัฐอเมริกา รุ่น FC05-01SP-REF ขนาดพื้นที่ 5 ตารางเซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 3.8 สำหรับใส่เอ็ลล์เอเพื่อทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง



รูปที่ 3.8 เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์แบบเซลล์เดี่ยว (PEM single cell) ของบริษัท Electrochem

โดยภายในมีส่วนประกอบที่สำคัญคือ แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าและการไหลของแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง (Flow field plate) ทำจากแกรไฟต์ มีช่องทางการไหลของแก๊สแบบ Serpentine อยู่บริเวณหัวไฟฟ้า ลักษณะการไหลของช่องทางการไหลของแก๊ส แสดงดังรูปที่ 3.9 ภายนอกมีข้อต่อเทฟลอน (Teflon) สำหรับข้อต่อแก๊สขาเข้าและขาออกมีขั้วต่อสำหรับใช้วัดค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่ได้ พร้อมช่องใส่เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) เพื่อใช้วัดอุณหภูมิภายในเซลล์เชื้อเพลิงและด้านนอกจะมีแผ่นโลหะประกบอีกชั้นหนึ่ง โดยมีแผ่นให้ความร้อนติดอยู่ทั้งสองข้าง เพื่อทำหน้าที่ให้ความร้อนแก่เซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งแผ่นให้ความร้อนจะต่อกับส่วนควบคุมอุณหภูมิเพื่อควบคุมอุณหภูมิภายในเซลล์เชื้อเพลิง



รูปที่ 3.9 (ก) แผ่นสะสมกระแสและการไหลของแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง
(ข) ช่องทางการไหลของแก๊ส แบบ Serpentine

3.7.1.2 ระบบการไหลของแก๊ส (Gas flow system)

ระบบการไหลของแก๊สจากรูปที่ 3.6 มีส่วนประกอบดังนี้

(i) ถังแก๊ส ซึ่งประกอบด้วย

- แก๊สไฮโดรเจน ใช้เป็นเชื้อเพลิงด้านแอโนด
- แก๊สออกซิเจน ใช้เป็นเชื้อเพลิงด้านแคโทด
- แก๊สไนโตรเจน ใช้ในการไล่แก๊ส (purge) ในระบบ

แก๊สทุกถังจะติดตั้งเครื่องควบคุมความดันแก๊ส (Pressure Regulator) การปรับความดันโดยหมุนตัวปรับความดันทวนเข็มนาฬิกาเพื่อลดความดัน และหมุนตามเข็มนาฬิกาเพื่อเพิ่มความดันของแก๊ส

(ii) เครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส (Mass flow controller) ของบริษัท MKS Instrument รุ่น MKS Type M100B จากประเทศสหรัฐอเมริกา โดยจะติดตั้งเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สไว้ถัดจากวาล์วขาเข้า มี 2 เครื่องสำหรับแก๊สขาเข้าทางด้านแอโนดและแคโทด ตั้งค่าและอ่านค่าอัตราการไหลจากเครื่องวัดอัตราการไหลแบบ 4 ช่องควบคุม รุ่น MKS Type 247D Four-Channel Readout

(iii) ชูตวาล์วขาเข้า (Intake valve) และวาล์วขาออก (Relieve valve) ซึ่งอยู่ในตำแหน่งระหว่างถังแก๊สกับเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส โดยวาล์วขาเข้ามีหน้าที่ป้องกันการไหลย้อนกลับของแก๊สในกรณีที่ความดันในระบบมากกว่าภายในถังแก๊สและช่วยป้องกันการปะปนกันของแก๊ส

และวาล์วขาออกมีหน้าที่ช่วยลดความดันภายในท่อระหว่างถังแก๊สกับ
เครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส

3.7.1.3 หน่วยควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)

หน่วยควบคุมอุณหภูมิทำหน้าที่ควบคุมการจ่ายไฟให้ตัวทำความร้อนใน 3 ส่วนได้แก่
ที่เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบเซลล์เดี่ยวและส่วนให้ความชื้นกับแก๊สทั้ง 2 ตัวคือ ด้านแอโนดและ
แคโทด

3.7.1.4 หน่วยให้ความชื้นกับแก๊ส (Humidifier)

หน่วยให้ความชื้นกับแก๊ส ทำหน้าที่เพิ่มความชื้นให้แก๊สก่อนเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิงเนื่องจาก
ความชื้นเป็นปัจจัยสำคัญต่อการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

3.7.1.5 หน่วยควบคุมความดันแก๊ส (Back pressure)

หน่วยควบคุมความดันแก๊ส ทำหน้าที่ในการปรับความดันของแก๊สภายในระบบ เพื่อ
ควบคุมให้ความดันของแก๊สเชื้อเพลิงทั้งสองชนิดภายในเซลล์ให้มีความเท่ากัน

3.7.1.6 เครื่อง Potentiostat/Galvanostat

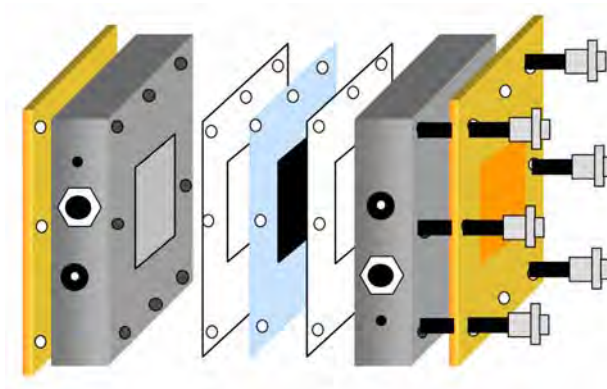
เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PGSTAT 30 ของบริษัท Autolab แสดงดังรูปที่
3.10 ใช้สำหรับศึกษาเคมีไฟฟ้าในงานวิจัยนี้ 2 ส่วน คือ ใช้ในกระบวนการพอกพูนโลหะแพลทินัม
ด้วยไฟฟ้าและใช้ในการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง โดยการควบคุมด้วย
โปรแกรม General Purpose Electrochemical System (GPES; Version 4.9.007)



รูปที่ 3.10 เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PGSTAT30 ของบริษัท Autolab

3.7.2 การประกอบเซลล์เดี่ยวของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์

1. ประกอบเอ็มอีเอทีเตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.5.5 เข้ากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าโดยวางให้ส่วนของขั้วไฟฟ้าตรงกับช่องทางเดินของแก๊สทั้งสองด้าน (แอโนดและแคโทด) โดยมีแผ่นซิลิโคนบางวางคั่นระหว่างเมมเบรนกับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้งสองด้าน เพื่อป้องกันการรั่วของแก๊ส
2. ยึดตรึงแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าที่ประกบกับแผ่นเอ็มอีเอทีทั้งสองด้านเข้าด้วยกันโดยใช้หนีตและถัดจากแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าจะมีแผ่นปิดท้ายประกบอยู่ทั้งสองด้าน ดังรูปที่ 3.11 จากนั้นจึงใช้ประแจปอนด์เพื่อทำการอัดส่วนต่างๆเข้าด้วยกันโดยใช้โมเมนต์การหมุนที่ 40 ปอนด์แรงนิ้ว



รูปที่ 3.11 ภาพจำลองของแต่ละชั้นในการประกอบเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์แบบเซลล์เดี่ยว

3. นำเซลล์เดี่ยวที่ได้ไปติดตั้งในหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง (Test station) เพื่อรอทำการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง โดยให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เป็นขั้วแคโทดและขั้วไฟฟ้าทางการค้าเป็นขั้วแอโนด

3.7.3 ขั้นตอนก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง [18]

1. ตรวจสอบวาล์วขาเข้าของแก๊สแต่ละชนิดให้ปิดเปิดอยู่ในทิศทางตามต้องการ เพื่อป้องกันการไหลปนกันของแก๊สชนิดต่างๆ และวาล์วขาออกให้อยู่ในตำแหน่งปิด
2. ตรวจสอบความเรียบร้อยของข้อต่อต่างๆ ในหน่วยทดสอบให้อยู่ในสภาพที่พร้อมทำการทดลอง
3. ตรวจสอบระดับน้ำภายในส่วนระเหยน้ำของระบบให้มีความชื้น โดยดูจากส่วนจัดหาน้ำให้อยู่ในระดับที่เหมาะสม
4. ตรวจสอบเครื่องควบคุมความดันที่หัวถังแก๊สทุกถังให้อยู่ในตำแหน่งปิด
5. ตรวจสอบสายไฟที่ต่อจากขั้วไฟฟ้าที่เซลล์เชื้อเพลิงทั้ง 2 ขั้วที่ต่อมายังเครื่อง Potentiostat/Galvanostat ว่าให้อยู่ในสภาพที่ต่อเรียบร้อย
6. ตรวจสอบเทอร์มิคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงให้อยู่ในช่องวัดอุณหภูมิ
7. เปิดเครื่องตรวจแก๊สไฮโดรเจนเพื่อตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สในกรณีที่เกิดการรั่วของแก๊สไฮโดรเจน
8. เปิดสวิตช์หลักของเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊ส เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 15 นาทีก่อนทำการทดลอง
9. เปิดสวิตช์เครื่อง Potentiostat/Galvanostat เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 30 นาที ก่อนทำการทดลอง กดปุ่ม Cell Enable ให้อยู่ในตำแหน่งปิด จากนั้นเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์สำหรับทำหน้าที่บันทึกข้อมูลจากเครื่อง Potentiostat/Galvanostat
10. เปิดสวิตช์ที่แผงสวิตช์ควบคุมแหล่งกระแสไฟฟ้าที่สวิตช์หลัก แล้วจึงเปิดสวิตช์ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง แล้วจึงตั้งค่าอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง 60 องศาเซลเซียส และเปิดสวิตช์ของตัวให้ความร้อนทุก

ตัวภายในหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง ตั้งค่าอุณหภูมิของส่วนระเหยน้ำของด้านแอโนด 65 องศาเซลเซียสและแคโทด 60 องศาเซลเซียส รอจนกระทั่งอุณหภูมิได้ตามค่าที่ตั้งไว้

11. ตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและแก๊สไฮโดรเจนที่ 100 มิลลิลิตรต่อนาทีทั้งสองแก๊ส ที่เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊ส ส่วนแก๊สไนโตรเจนจะใช้ช่องทางการไหลเดียวกันกับของแก๊สออกซิเจนและแก๊สไฮโดรเจน โดยการใช้วาล์วเข้าเป็นตัวควบคุมทิศทางการไหลของแก๊สที่ต้องการจะใช้งาน
12. เมื่อต้องการจะป้อนแก๊สให้กับเซลล์เชื้อเพลิงให้เปิดแก๊สที่ต้องการใช้ที่วาล์วหัวถังของแก๊ส แล้วจึงเปิดเครื่องควบคุมความดันที่หัวถังให้ได้ความดันขาออกตามต้องการ ซึ่งโดยปกติเท่ากับ 20 psi แล้วจึงมาเปิดสวิตช์วาล์วที่เครื่องวัดอัตราการไหลเพื่อให้แก๊สไหลเข้าสู่หน่วยทดสอบ
13. ก่อนจะทำการทดลอง ควรผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่ระบบทดสอบประมาณ 20 นาที ด้วยสาเหตุดังนี้
 - เพื่อเป็นการไล่สิ่งสกปรกค้างอยู่ภายในหน่วยทดสอบออกก่อน
 - เพื่อตรวจสอบการรั่วของแก๊สโดยใช้น้ำยาในการตรวจสอบการรั่วภายในหน่วยทดสอบ
 - เพื่อใช้วัดค่าความชื้นภายในแก๊สก่อนเข้าเซลล์เชื้อเพลิงที่ส่วนวัดความชื้น

โดยตั้งอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนทั้งด้านแคโทดและแอโนดไว้ที่ 100 มิลลิลิตรต่อนาที

14. ก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง ควรมีการทำให้เอ็มอีเอทีเตรียมได้นั้นมีความพร้อมก่อน โดยทำการ Break-In เพื่อให้เมมเบรนและอิเล็กโทรดมีความพร้อมหรือมีความชื้นเพียงพอก่อนการทดสอบจริง

3.7.3.1 ขั้นตอนการ Break-In [14]

การ Break-In มีวัตถุประสงค์เพื่อให้เมมเบรนและอิเล็กโทรดมีความพร้อมหรือมีความชื้นเพียงพอก่อนการทดสอบสมรรถนะจริง โดยจะทำการดึงกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า

0.5 โวลต์ นาน 4 ชั่วโมง เพียง Step เดียว ซึ่งการ Break-In นั้นจะทำให้ภาวะของระบบทดสอบเป็นดังนี้

- อุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง ส่วนระเหยน้ำทางด้านแอโนดและส่วนระเหยน้ำด้านแคโทดเท่ากับ 60 65 และ 60 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เช่นเดียวกับการทดสอบจริง
- เพิ่มความดันภายในระบบให้มีค่าประมาณ 14.7 psi โดยการหมุน Regulator ประมาณ 2 รอบ

จากนั้นเมื่อมีการป้อนแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิง รอจนกระทั่งค่าความต่างศักย์ในขณะที่ยังไม่มีการจ่ายกระแสไฟของเซลล์เชื้อเพลิง (Open circuit voltage) ที่ได้มีค่าคงที่ กดปุ่ม Cell Enable ที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat ให้อยู่ในตำแหน่งเปิด แล้วจึงกดปุ่ม start ที่โปรแกรม GPES เพื่อเริ่มบันทึกค่ากระแสที่ได้ ณ ที่ค่าความต่างศักย์ที่ตั้งไว้

3.7.4 ขั้นตอนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง [14]

ทำการศึกษาสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงใน 2 รูปแบบคือ

3.7.4.1 การทดสอบหาโพลาริเซชัน (Polarization) ของเชื้อเพลิง

การศึกษาโพลาริเซชัน เป็นการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า กับค่าความต่างศักย์ โดยใช้โปรแกรม GPES เลือกวิธีแบบ Chrono methods (interval time > 0.1 sec) และเลือกวิธีแบบ Amperometry แล้วจึงตั้งค่าความต่างศักย์ (ตั้งได้สูงสุด 10 ค่า ตั้งแต่ 1.00 – 0.10 โวลต์) เพื่อให้เครื่องวัดค่ากระแสไฟฟ้าจากเซลล์เชื้อเพลิงที่ค่าความต่างศักย์ต่างๆ ที่ตั้งไว้ จากนั้นจึงนำผลการทดลองที่ได้ไปสร้างความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสและความต่างศักย์

3.7.4.2 การทดสอบหาความต้านทานของเซลล์เชื้อเพลิง

การทดสอบหาความต้านทานของเซลล์เชื้อเพลิงเป็นการศึกษาในรูปของอิมพีแดนซ์ (Impedance) โดยใช้โปรแกรม Frequency Response Analyzer (FRA) เลือกวิธีแบบ Potential

และเลือกวิธีแบบ Single potential ตั้งช่วงความถี่ตั้งแต่ 10 mHz – 10 kHz ตั้งค่าศักย์ไฟฟ้าที่ 0.6 V จากนั้นกด Cell Enable และกด Start ที่ตัวโปรแกรม

3.7.5 ขั้นตอนภายหลังการทดสอบสมรรถนะ [18]

1. เมื่อเสร็จสิ้นการวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat ทำการบันทึกผลการทดลองที่ได้
2. ปิดสวิตช์วาล์วที่เครื่องวัดอัตราการไหล แล้วจึงปิดวาล์วที่หัวถังแก๊สทุกถัง
3. ปิดวาล์วขาเข้าทุกตัว และค่อยๆ เปิดวาล์วขาออกทีละตัว เพื่อลดความดันจากแก๊สที่ค้างอยู่ในท่อระหว่างถังแก๊สกับเครื่องวัดอัตราการไหล โดยที่วาล์วขาออกจะต่อท่อลงไปยังขวดที่มีน้ำอยู่เพื่อลดการแพร่กระจายของแก๊ส รอกจนกระทั่งมาตรวัดความดันที่เครื่องควบคุมความดันที่ถังแก๊สลดลงจนถึง 0 ทั้งขาเข้าและขาออก แล้วจึงเปิดวาล์วขาออกของแก๊สอีกถังหนึ่ง ทำในลักษณะเดียวกัน
4. เมื่อลดความดันในท่อแก๊สหมด จึงทำการปิดวาล์วขาออกของแก๊สทุกตัว
5. ปิดสวิตช์ของตัวให้ความร้อนทุกตัวที่แผงสวิตช์ควบคุมแหล่งกระแสไฟฟ้า
6. ปิดสวิตช์ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงที่แผงสวิตช์ควบคุมแหล่งไฟฟ้า แล้วจึงปิดสวิตช์หลัก
7. ปิดโปรแกรม GPES แล้วจึงปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ ต่อจากนั้นจึงปิดสวิตช์ที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาของซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สออกซิเจนสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ โดยศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัมด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า ภายใต้การควบคุมกระแสไฟฟ้าในรูปแบบที่แตกต่างกัน คือ การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ รวมถึงตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อลักษณะพื้นผิวของซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้า โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นการเตรียมพื้นผิวซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้า และส่วนที่สองเป็นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเริ่มจากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการพอกพูนแบบคงที่ ได้แก่ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน โดยพิจารณาจากสมรรถนะของเอมไอเอทีเตรียมจากซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าแบบชนิดเซลล์เดี่ยว หลังจากนั้นจึงนำภาวะที่ได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ต่อไป

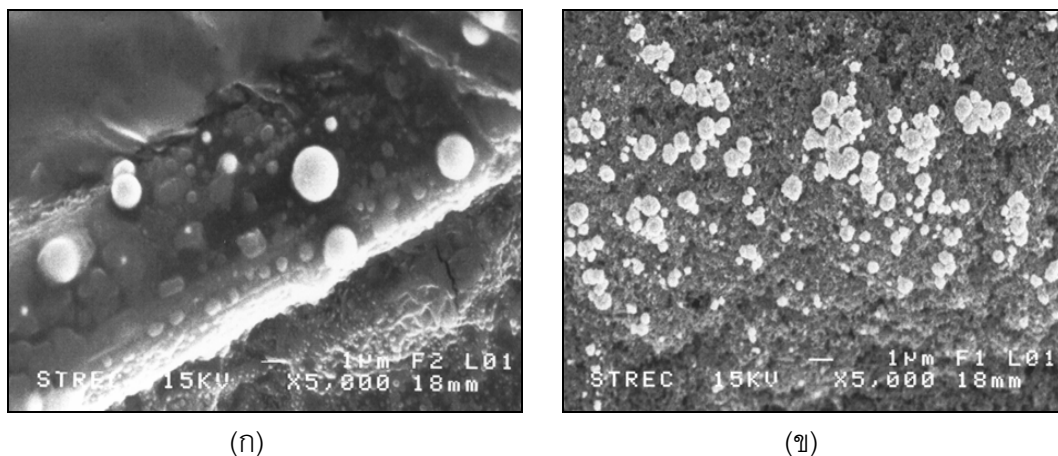
4.1 การเตรียมพื้นผิวซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

ขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวของซัลไฟไฟฟ้านำไปใช้ในการพอกพูนด้วยไฟฟ้านั้นมีความสำคัญต่อกระบวนการพอกพูนด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า เนื่องจากมีผลโดยตรงต่อการกระจายตัวของอนุภาคโลหะที่จะยึดเกาะบนผิวหน้า โดยตัวแปรที่สนใจศึกษาในงานวิจัยนี้คือ ตัวรองรับ ชนิดชั้นแพร่ผ่านของแก๊สและพื้นผิวในส่วนที่มีสมบัติชอบน้ำ

4.1.1 ผลของตัวรองรับและชั้นแพร่ผ่านของแก๊ส

ตัวรองรับที่นำมาใช้กับตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์นั้นควรเป็นวัสดุที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าและมีความพรุนสูง ซึ่งในการทดลองนี้ได้เลือกใช้ผงคาร์บอน (Vulcan XC-72) ที่ปริมาณ 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร [35] เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

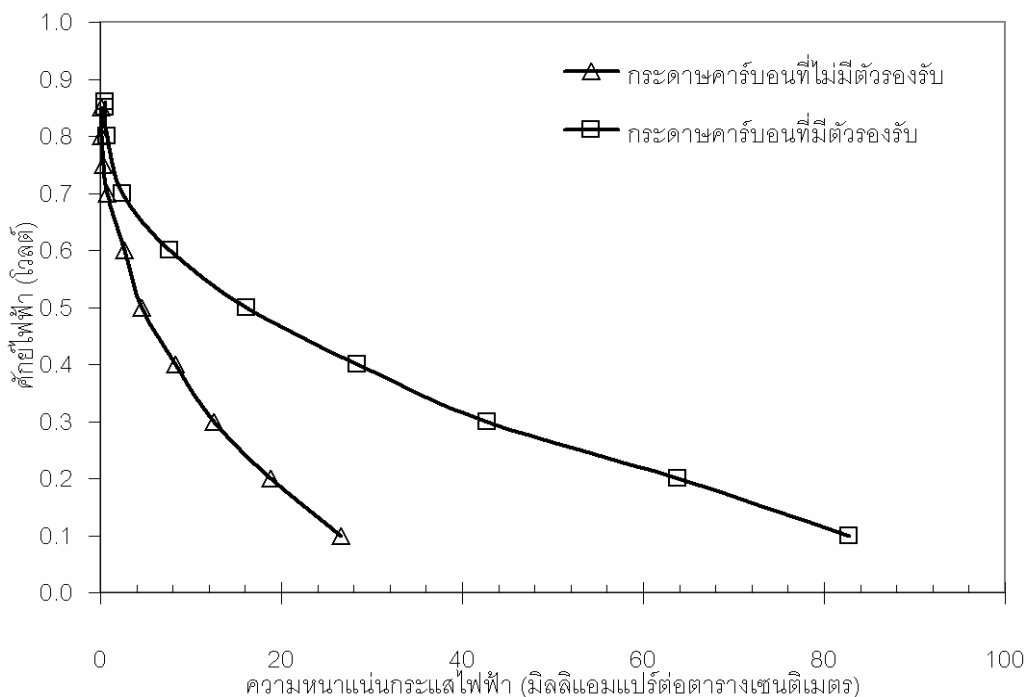
เปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้ตัวรองรับบนพื้นผิวกระดาษคาร์บอนที่ทำหน้าที่เป็นชั้นแพร่ผ่านแก๊ส เพื่อศึกษาผลของพื้นผิวที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า โดยภาวะที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาบนพื้นผิวทั้ง 2 แบบนั้นถูกควบคุมให้คงที่เหมือนกัน ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร [5] ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลตินิก ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง โดยวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ภาพถ่าย SEM (x 5000) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลตินัมบน: (ก) ผิวกระดาษคาร์บอนที่ไม่มีตัวรองรับ; (ข) ผิวหน้ากระดาษคาร์บอนที่มีตัวรองรับ

จากรูปที่ 4.1 พบว่าอนุภาคแพลตินัมที่พอกพูนได้บนกระดาษคาร์บอนที่ไม่มีตัวรองรับ (รูปที่ 4.1 (ก)) มีการยึดเกาะบนเส้นใยของกระดาษคาร์บอนโดยตรง มีการกระจายตัวที่ไม่ทั่วถึง เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคแพลตินัมที่พอกพูนได้บนกระดาษคาร์บอนที่มีผงคาร์บอนเป็นตัวรองรับ (รูปที่ 4.1 (ข)) และเมื่อนำไปทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเปรียบเทียบระหว่างเอมีเอที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่ไม่มีตัวรองรับกับขั้วไฟฟ้าที่มีการทาตัวรองรับผงคาร์บอนก่อนการพอกพูนในเซลล์เชื้อเพลิงพีเอเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยว โดยให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เป็นขั้วแคโทด และขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. ที่มีปริมาณแพลตินัม 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นขั้วแอโนด ที่ภาวะการทำงานของอุณหภูมิเซลล์ 60 องศา

เซลล์เชื้อเพลิง อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและแก๊สไฮโดรเจน 100 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความดันแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง 1 บรรยากาศ แสดงผลได้ดังรูปที่ 4.2

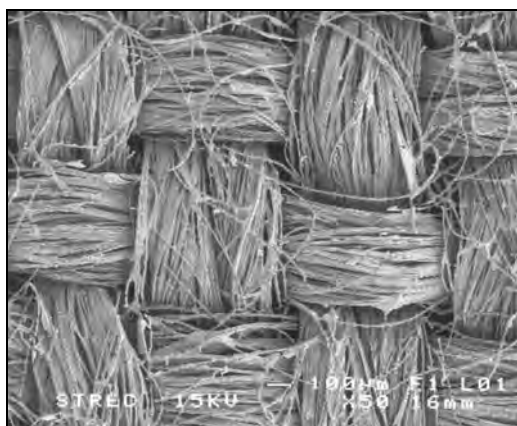


รูปที่ 4.2 กราฟโวลตาไรเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm² บนกระดาษคาร์บอนที่ไม่มีตัวรองรับและมีตัวรองรับ

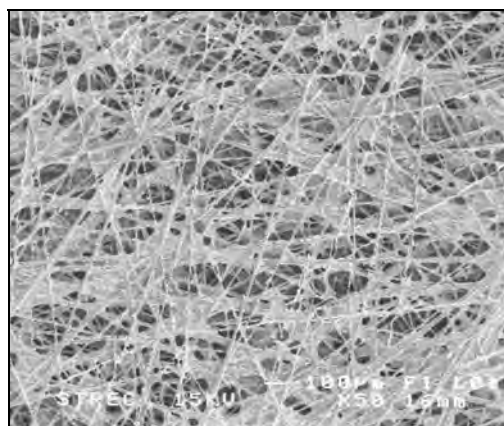
จากการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงในรูปที่ 4.2 ซึ่งแสดงกราฟโวลตาไรเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับความต่างศักย์ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนพื้นผิวที่มีผงคาร์บอนเป็นตัวรองรับเปรียบเทียบกับของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่ไม่มีตัวรองรับผงคาร์บอน พบว่าขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนพื้นผิวที่มีผงคาร์บอนจะให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงที่สูงกว่า ทั้งนี้เนื่องมาจากสมบัติในการเป็นตัวรองรับของผงคาร์บอนที่มีความพรุนและมีพื้นที่ผิวสูง [36] จึงสามารถช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น นอกจากนี้ชั้นการแพร่ของแก๊สที่ทำหน้าที่รองรับผงคาร์บอนก็มีส่วนสำคัญเช่นกัน เพราะเป็นตัวกำหนดทิศทางการไหลและความสม่ำเสมอของแก๊สเชื้อเพลิงที่จะเข้าไปทำปฏิกิริยาที่ชั้นตัวเร่ง

ปฏิกิริยาและสามารถช่วยเสริมให้การกระจายกระแสไฟฟ้าเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ บริเวณชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใกล้เคียงกัน โดยทั่วไปชั้นการแพร่ของแก๊สจะนิยมใช้เส้นใยคาร์บอน (Carbon fiber) เป็นวัสดุหลัก เนื่องจากมีความพรุนสูงและนำไฟฟ้าได้ดี ซึ่งในทางการค้ามี 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ กระดาษคาร์บอน (Carbon paper) และผ้าคาร์บอน (Carbon cloth)

ในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาสมบัติทางกายภาพของกระดาษคาร์บอนและผ้าคาร์บอนที่จะนำไปใช้เตรียมเป็นชั้นแพร่ผ่านของแก๊สโดยใช้ไมโครมิเตอร์ (Micrometer) วัดความหนาของกระดาษคาร์บอนและผ้าคาร์บอนก่อนที่จะนำไปใช้เตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งผลจากการวัดความหนาของกระดาษคาร์บอนและผ้าคาร์บอนที่ยังไม่ผ่านการใช้งานใดๆ ด้วยไมโครมิเตอร์พบว่ากระดาษคาร์บอนมีความหนา 208 ไมโครเมตร และผ้าคาร์บอนมีความหนา 365 ไมโครเมตร ซึ่งหนากว่ากระดาษคาร์บอนเกือบถึง 2 เท่า ถึงแม้ว่าความหนาจะมีผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและการแพร่ผ่านของแก๊ส แต่เมื่อเปรียบเทียบความพรุนและความเป็นเส้นใยของกระดาษคาร์บอนกับผ้าคาร์บอน จากภาพถ่ายพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 50 เท่า ในรูปที่ 4.3 และภาพถ่ายแบบ Cross-section ที่กำลังขยาย 300 เท่า ดังรูปที่ 4.4 จะพบว่าผ้าคาร์บอนมีความพรุนและมีความเป็นเส้นใยที่เหมาะสมกว่ากระดาษคาร์บอน ส่งผลให้มีพื้นที่รองรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากกว่าและมีการซึมผ่านของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ของการเกิดปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงเคลื่อนที่ได้ดีกว่าการเตรียมบนกระดาษคาร์บอน [37]

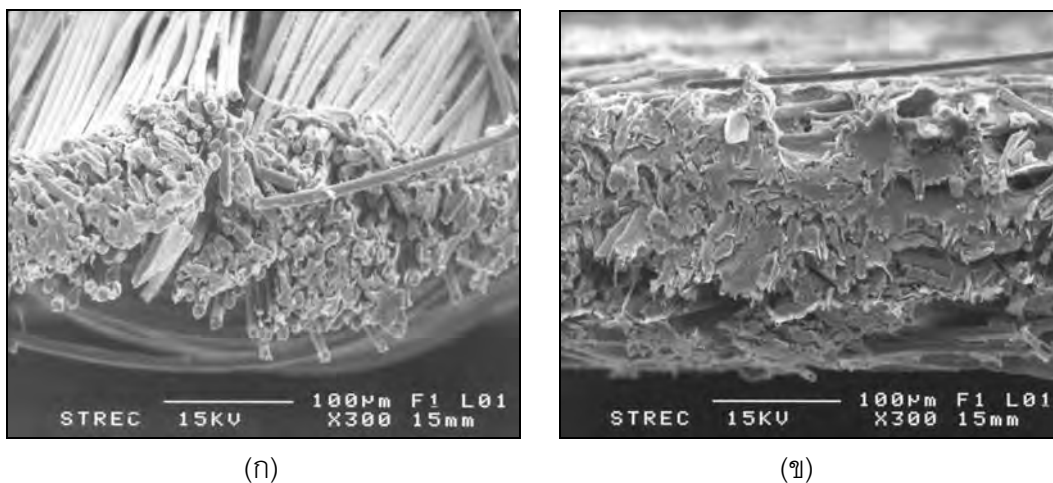


(ก)



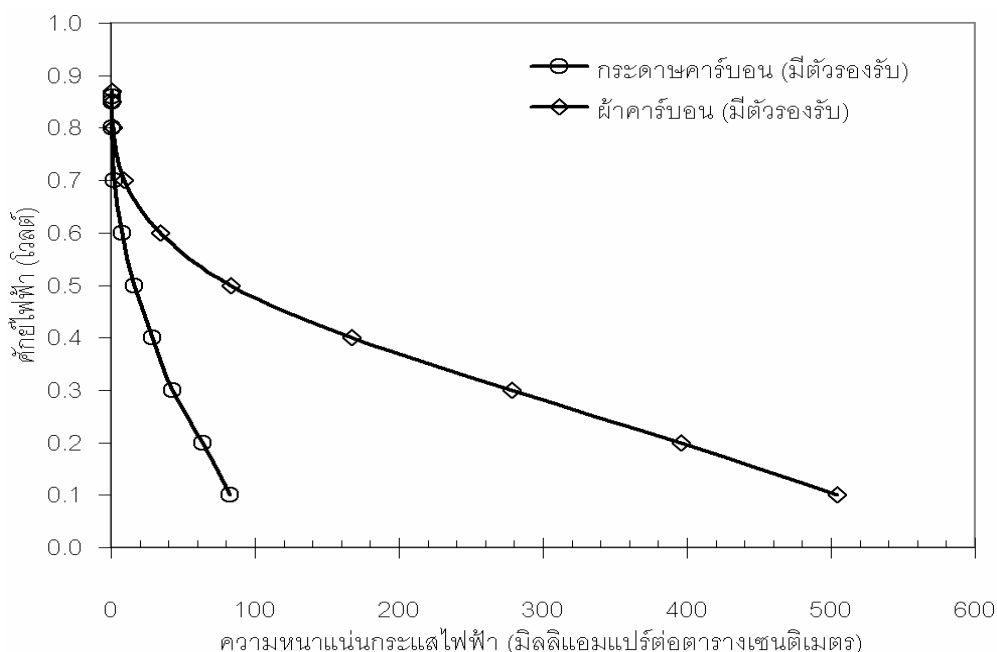
(ข)

รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย SEM (x 50) ของพื้นผิว: (ก) ผ้าคาร์บอน; (ข) กระดาษคาร์บอน



รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย SEM (x 300) แบบ Cross-section ของ:
(ก) ผ้าคาร์บอน; (ข) กระดาษคาร์บอน

จากนั้นทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยการพอกพูนด้วยไฟฟ้าบนชั้นการแพร์ที่แตกต่างกัน โดยมีการทาตัวรองรับผงคาร์บอนและควบคุมภาวะในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาให้คงที่เหมือนกัน คือ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ($H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งผลการทดสอบพบว่า การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนชั้นการแพร์ที่เป็นผ้าคาร์บอนจะให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงที่สูงกว่าและมีการจัดการน้ำที่ดีกว่าการเตรียมบนกระดาษคาร์บอน [38] ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนจากกราฟในส่วนของโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทาน ดังแสดงในรูปที่ 4.5



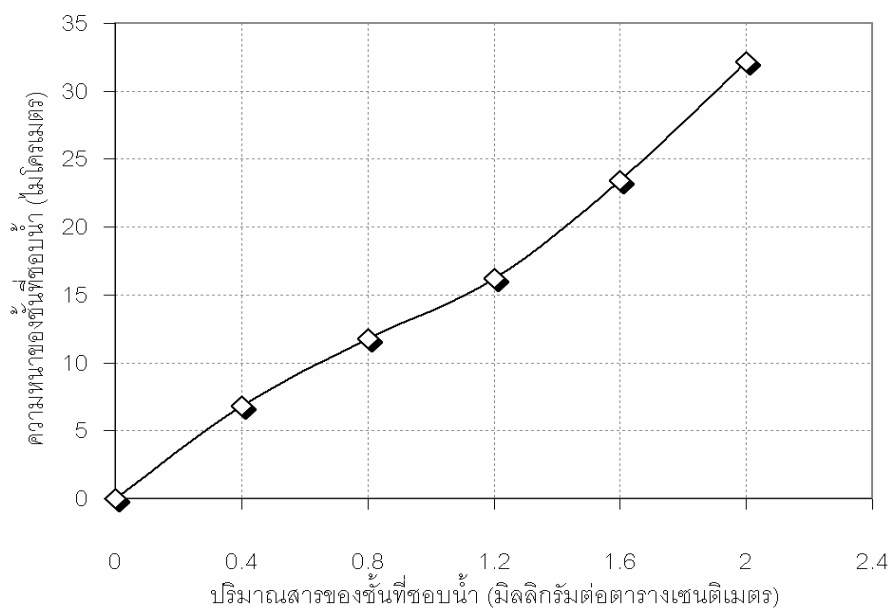
รูปที่ 4.5 กราฟโพลาร์ไรเซชันของเอมื่อเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าต่างชนิดกันที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 mA/cm^2 และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm^2 บนชั้นการแพร่แก๊สที่แตกต่างกัน

4.1.2 ผลของปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำ (Effect of Hydrophilic layer loading)

พื้นผิวของขั้วไฟฟ้าสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการพอกพูนด้วยไฟฟ้าประกอบด้วยชั้นที่มีคุณสมบัติแตกต่างกัน 2 ชั้น [24] คือ ชั้นแรกเป็นชั้นที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำประกอบด้วย ผงคาร์บอน ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาและช่วยในการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยาและส่วนของพอลิเตตระฟลูออโรเอธิลีนที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำจึงช่วยป้องกันไม่ให้น้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงท่วมเซลล์ โดยในงานวิจัยนี้จะควบคุมสารในชั้นที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำให้มีปริมาณ $1.9 \text{ มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร}$ [35] และชั้นที่สองเป็นชั้นที่มีคุณสมบัติชอบน้ำ ซึ่งมีเนฟิออนเป็นองค์ประกอบหลัก ทำหน้าที่ช่วยให้โปรตอนเคลื่อนที่ผ่านเมมเบรนเข้าทำปฏิกิริยารีดักชันที่ฝั่งแอโนด โดยมีการเติมกลีเซอรอลซึ่งมีสมบัติในการละลายน้ำลงไปผสมกับสารละลายเนฟิออนเพื่อช่วยเพิ่มความสามารถในการทาสารละลายให้ดียิ่งขึ้น (Improve paintability) [39]

ในขั้นตอนการเตรียมพื้นผิวขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา เริ่มจากการเตรียมพื้นผิวในชั้นที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำก่อน ซึ่งจะประกอบด้วยผงคาร์บอนและสารละลายพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) เป็นองค์ประกอบหลัก จากนั้นจึงเตรียมชั้นที่ชอบน้ำ โดยการผสมสารละลายเนฟิออนกับกลีเซอรอลในอ่างอัลตราโซนิก เพื่อให้ส่วนผสมทั้งสองเข้ากัน แล้วจึงใช้ฟุ้งกันทาสวนผสมดังกล่าวบนผ้าคาร์บอนที่มีการเตรียมพื้นผิวในชั้นที่ไม่ชอบน้ำแล้ว นำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้พื้นผิวในส่วนที่ชอบน้ำ

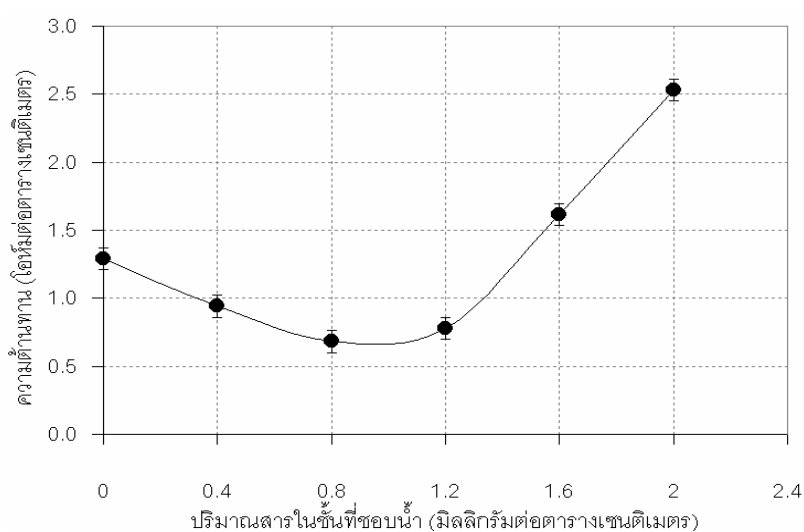
การศึกษาผลของปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำทำได้โดยการนำสารละลายผสมของเนฟิออนกับกลีเซอรอลในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 ไปทาบนผ้าคาร์บอนที่ปริมาณต่างๆ โดยไม่มีการผสมผงคาร์บอนและตัวเร่งปฏิกิริยา แล้วทำการวัดค่าความหนาด้วยไมโครมิเตอร์และค่าความต้านทานของขั้วไฟฟ้าด้วยมัลติมิเตอร์ (Multimeter) ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.6 และ 4.7 ตามลำดับ



รูปที่ 4.6 ผลของปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำต่อความหนาของขั้วไฟฟ้า
(อัตราส่วนกลีเซอรอลต่อเนฟิออน เท่ากับ 1:1)

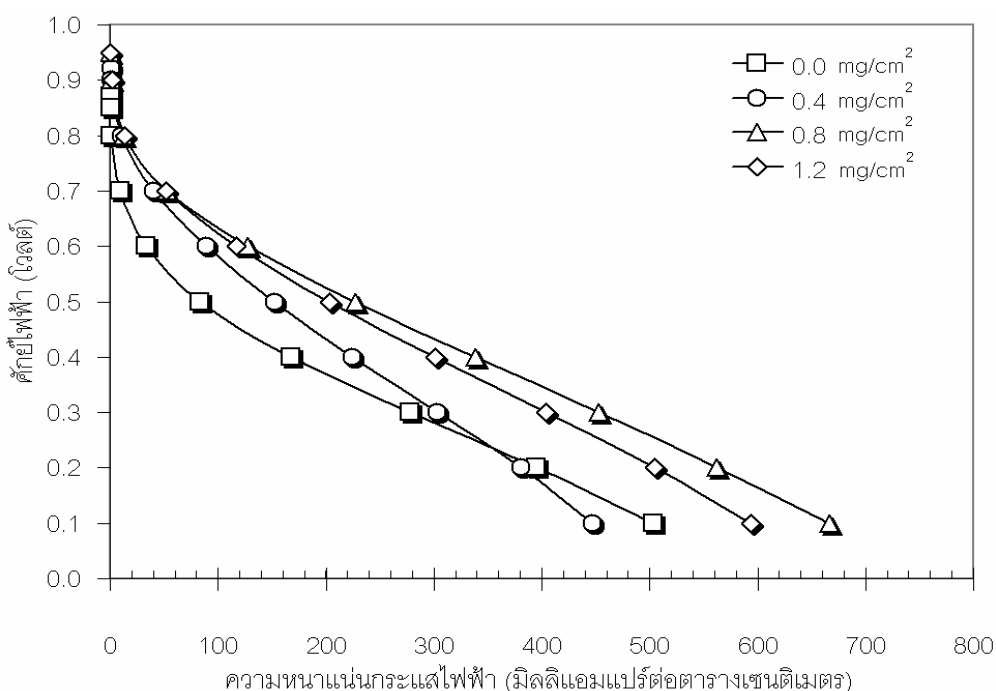
จากรูปที่ 4.6 แสดงผลของปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำต่อความหนาของขั้วไฟฟ้า พบว่าเมื่อปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำมีมากขึ้นจะส่งผลให้ความหนาของขั้วไฟฟ้าเพิ่มขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องมาจากปริมาณของสารผสมที่เคลือบอยู่บนผิวหน้าของผ้าคาร์บอนเพิ่มมากขึ้นนั่นเอง ซึ่ง

สอดคล้องกับผลงานวิจัยของ Taylor [25] ที่แสดงให้เห็นว่าปริมาณที่เพิ่มขึ้นของสารละลายเนฟิออนมีผลโดยตรงต่อค่าความหนาของชั้นไฟฟ้า นอกจากนี้เมื่อปริมาณเนฟิออนเพิ่มขึ้นจะกีดกันการเคลื่อนที่ของแก๊สเชื้อเพลิงไปยังบริเวณที่จะเกิดปฏิกิริยา ส่งผลให้การเคลื่อนที่ของแก๊สเข้าไปทำปฏิกิริยาได้ยาก โดยระบบจะถูกจำกัดด้วยการแพร่ของสารตั้งต้น (Reaction diffusion limitation) [40] และเมื่อพิจารณาผลของปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำต่อค่าความต้านทานของชั้นไฟฟ้าในรูปที่ 4.7 จะเห็นว่าการพล็อตมีลักษณะเป็นรูปพาราโบลาหงาย ซึ่งเป็นแนวโน้มเดียวกับการศึกษาของ Passalacqua [41] และสุกัญญา [18] ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าการเติมเนฟิออนในชั้นไฟฟ้าจะสามารถช่วยเชื่อมโยงเส้นทางการเคลื่อนที่ของไอออนและอิเล็กตรอนภายในชั้นไฟฟ้า ทำให้ชั้นไฟฟ้ามีสมบัติการนำไฟฟ้าดีขึ้น ส่งผลให้ค่าความต้านทานต่ำลง แต่ถ้าใช้ในปริมาณที่มากเกินไป (เกินกว่า 1.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร (รูปที่ 4.7)) พบว่าค่าความต้านทานจะมีค่าสูงขึ้นส่งผลให้ค่าการนำไฟฟาลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากชั้นไฟฟ้าที่มีปริมาณของเนฟิออนที่มากเกินไปจะทำให้ชั้นไฟฟ้ามีความหนาเพิ่มขึ้น (รูปที่ 4.6) พื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างผงคาร์บอนอนุภาคโลหะแพลทินัมและเนฟิออน (Three phase region) ลดต่ำลง ส่งผลให้การเคลื่อนที่ของไอออนและอิเล็กตรอนเป็นไปได้ยากขึ้น ค่าความต้านทานจึงสูงขึ้น จากการทดลองจะเห็นว่าเนฟิออนเป็นตัวแปรสำคัญในชั้นที่ขอบน้ำและควรมีปริมาณการใช้ที่เหมาะสมไม่มากหรือน้อยจนเกินไป เพื่อให้ได้ชั้นไฟฟ้าที่มีความต้านทานต่ำ การนำไฟฟ้าสูง จากการทดลองพบว่าปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำที่เหมาะสมในการนำมาเตรียมชั้นไฟฟ้าอยู่ในช่วง 0.4 - 1.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร เนื่องจากมีความต้านทานไฟฟ้าที่ค่อนข้างต่ำ ดังแสดงในรูปที่ 4.7

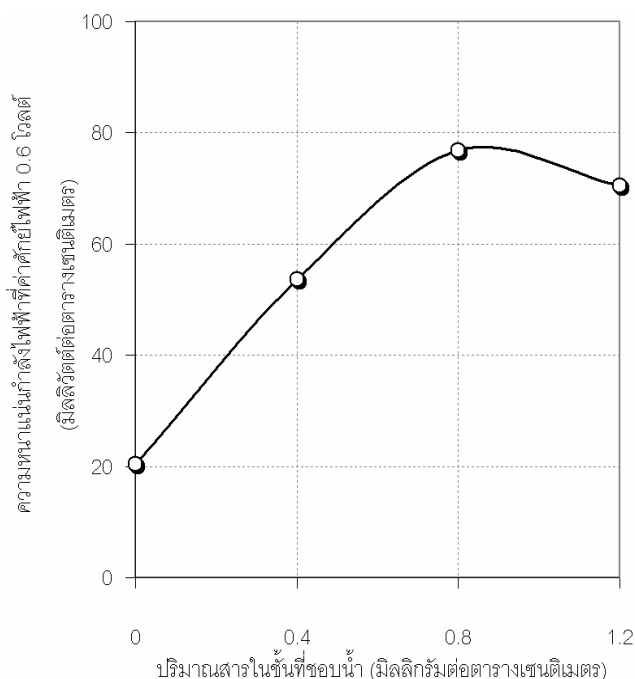


รูปที่ 4.7 ผลของปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำต่อค่าความต้านทานของชั้นไฟฟ้า

หลังจากนั้นจึงทดลองเตรียมขั้วไฟฟ้าให้มีปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำแตกต่างกันคือ 0.0, 0.4, 0.8 และ 1.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรบนผ้าคาร์บอน (มีการทาสารในชั้นที่ไม่ชอบน้ำ 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรแล้ว) แล้วทำการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยไฟฟ้า โดยควบคุมภาวะในการพอกพูนให้เหมือนกันที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ที่ 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูมอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง สามารถแสดงผลในรูปกราฟโพลาร์ไรเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.8 และความสัมพันธ์ของความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์กับปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำ ดังรูปที่ 4.9

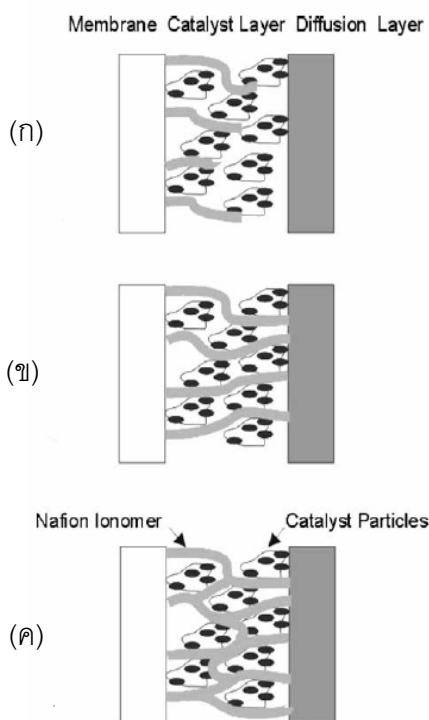


รูปที่ 4.8 กราฟโพลาร์ไรเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระแสไฟฟ้าบนพื้นผิวที่มีปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำแตกต่างกัน



รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 V กับปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำที่ปริมาณต่างๆ

จากรูปที่ 4.8 และรูปที่ 4.9 พบว่าเอมอีเอทีใช้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนชั้นที่ขอบน้ำในปริมาณ 0.8 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงและค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูงสุด ซึ่งเป็นไปตามแนวโน้มเดียวกับค่าความต้านทานเนื่องจากปริมาณของชั้นที่ขอบน้ำจะมีผลต่อการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยไฟฟ้า ซึ่งแพลทินัมไฮดรอกไซด์จะแพร่ผ่านชั้นของเนฟิออนและเกิดปฏิกิริยารีดักชันโลหะแพลทินัมที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าคาร์บอนในบริเวณที่มีการนำไฟฟ้า ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างผงคาร์บอน อนุภาคโลหะแพลทินัมและเนฟิออน (Three phase region) [25] แต่ถ้าปริมาณเนฟิออนมากเกินไปจะส่งผลให้ชั้นเนฟิออนมีความหนาแน่นมากขึ้นทำให้การแพร่ผ่านของแพลทินัมไฮดรอกไซด์เข้าสู่บริเวณที่เกิดปฏิกิริยาได้ยาก แต่ถ้าหากน้อยเกินไปจะทำให้การสัมผัสกันของเนฟิออน ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและผงคาร์บอนมีน้อย ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ [8, 41] ซึ่งอธิบายได้ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออน:

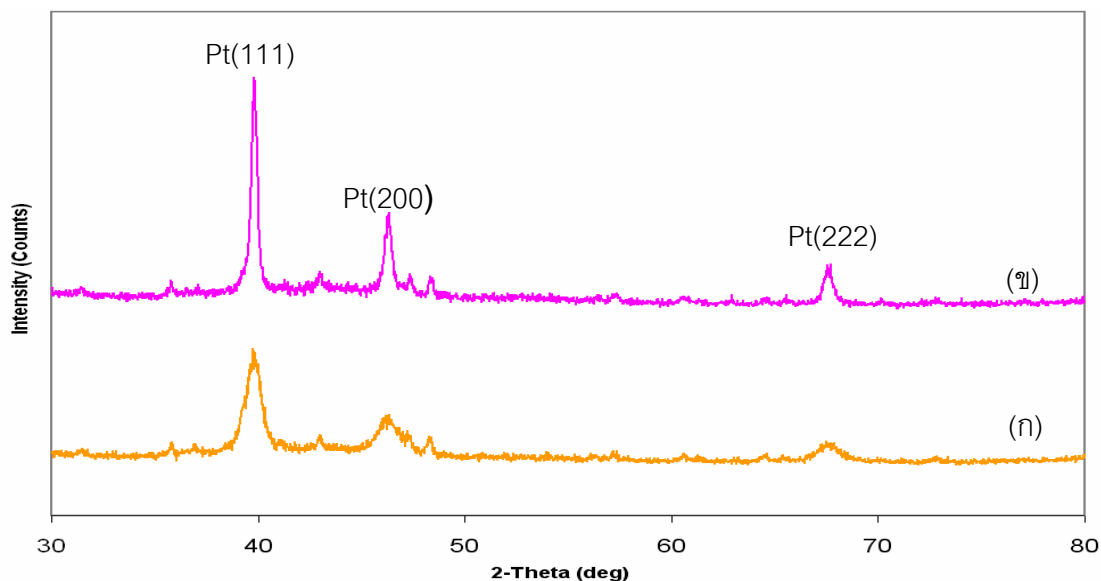
(ก) น้อยเกินไป; (ข) เหมาะสม; (ค) มากเกินไป [8]

จากการศึกษาผลของปริมาณสารในชั้นที่ขอบน้ำ แสดงให้เห็นว่าเนฟิออนเป็นองค์ประกอบสำคัญในการเตรียมขั้วไฟฟ้า ซึ่งมีผลต่อความหนา ความต้านทานไฟฟ้าและสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์

4.2 ผลของการรีดิวซ์ขั้วไฟฟ้าด้วยแก๊สไฮโดรเจน (Effect of Reducing)

ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้านั้น อนุภาคของแพลทินัมบางส่วนจะอยู่ในรูปของแพลทินัมไฮดรอกไซด์ซึ่งไม่สามารถช่วยในการเร่งปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงได้ การเผาหรือรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิสูง จะช่วยเปลี่ยนรูปแพลทินัมไฮดรอกไซด์ให้มาอยู่ในรูปของธาตุโลหะแพลทินัม [18] อีกทั้งยังช่วยทำให้สารประกอบอื่นที่เจือปนอยู่บนตัวเร่งปฏิกิริยาหลุดออกพร้อมกับไฮโดรเจน โดยอุณหภูมิที่ใช้ไม่ควรเกินกว่าอุณหภูมิที่ทำให้คาร์บอนเกิดการเผาไหม้

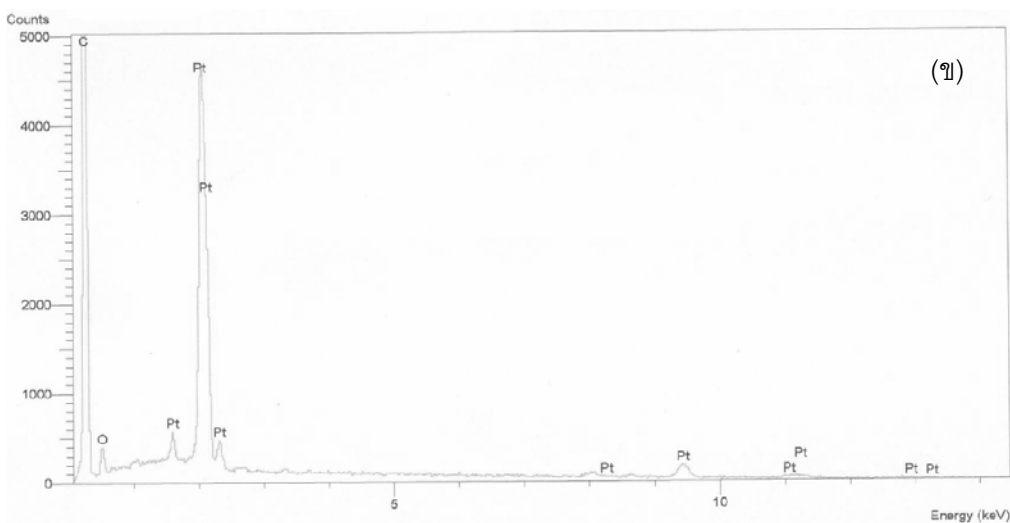
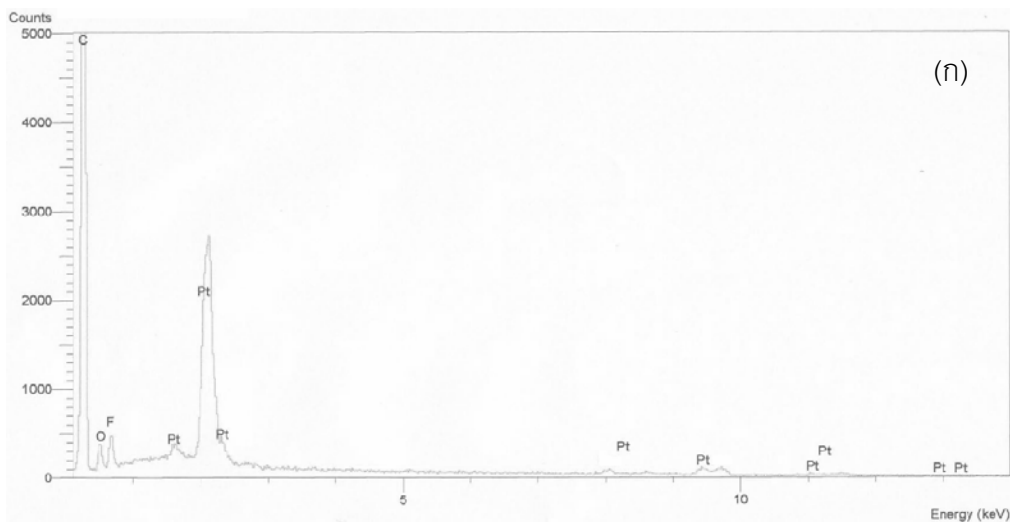
ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาผลของการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยไฟฟ้า โดยการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง [24, 26] ผลการรีดิวซ์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแก๊สไฮโดรเจนสามารถแสดงได้จากการวิเคราะห์ด้วย XRD และ EDX ดังรูปที่ 4.11 และ 4.12 ตามลำดับ



รูปที่ 4.11 การวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าบนกระดาษคาร์บอน: (ก) ไม่ผ่านการรีดิวซ์; (ข) ผ่านการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

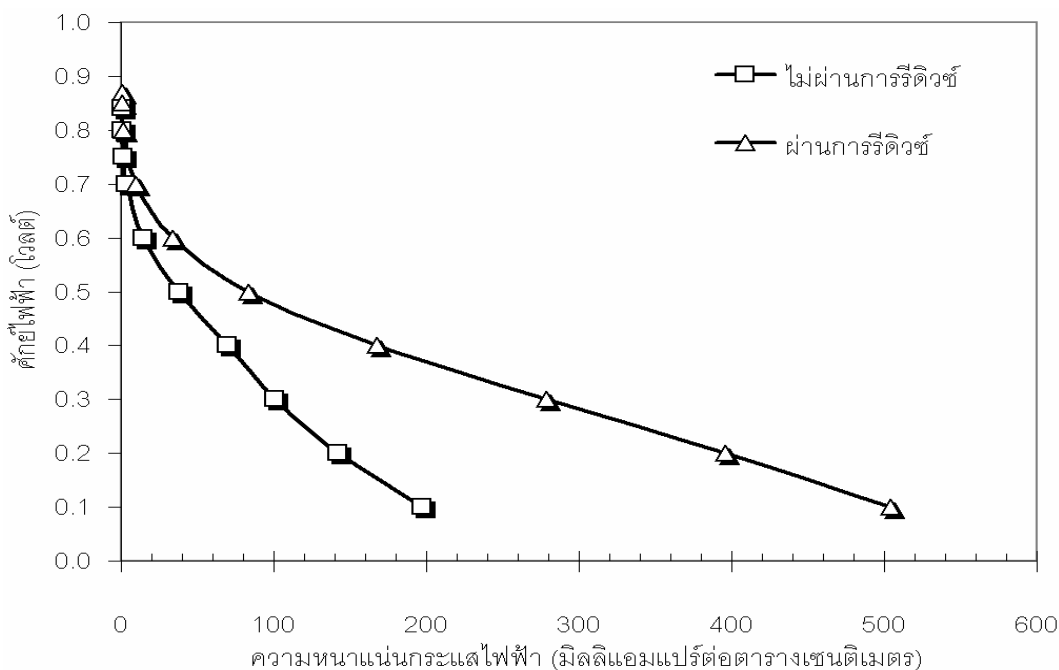
จากรูปที่ 4.11 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าบนกระดาษคาร์บอนที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง โดยไม่ผ่านการรีดิวซ์และผ่านการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน (Amorphous) มากกว่า สังเกตได้จากลักษณะของพีคที่ได้ค่อนข้างกว้างและมีความสูงของพีคต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการรีดิวซ์ ที่จะมีความสูงของพีคเพิ่มขึ้นและโครงสร้างแพลทินัมมีความเป็นผลึกมากขึ้นด้วยจากความกว้างของพีคที่แคบลง แสดงว่าแพลทินัมมีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบมาก

ขึ้นเมื่อผ่านการรีดิวซ์ นอกจากนี้ก็ยังพบว่าแพลทินัมจะมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นเมื่อผ่านการรีดิวซ์ โดยดูได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ดังรูปที่ 4.12 ที่พบว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจะเพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีการรีดิวซ์



รูปที่ 4.12 การวิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วย EDX ของข้าวไฟฟ้า: (ก) ไม่ผ่านการรีดิวซ์; (ข) ผ่านการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

และเมื่อนำขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการรีดิวซ์และไม่ผ่านการรีดิวซ์ไปทดสอบสมรรถนะการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิงแบบชนิดเซลล์เดี่ยว โดยให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เป็นขั้วแคโทดและขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. เป็นขั้วแอโนด สามารถแสดงผลการทดสอบในรูปโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.13 ซึ่งพบว่าเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการรีดิวซ์จะให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงกว่าเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์ โดยพิจารณาได้จากช่วงโพลาริเซชันทางเคมีและช่วงโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทานที่แสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการรีดิวซ์จะมีสมรรถนะดีกว่าขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์ ทั้งนี้เนื่องจากขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการรีดิวซ์จะมีโครงสร้างที่มีความเป็นผลึกสูงขึ้น (รูปที่ 4.11) ส่งผลให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนเกิดขึ้นได้ดีกว่าขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์ (การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเกิดได้ไม่ดีในโครงสร้างแบบอสัณฐาน) ซึ่งเห็นได้อย่างชัดเจนในช่วงโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทาน (รูปที่ 4.13) โดยขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการรีดิวซ์จะให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 34.05 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพียง 14.73 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ค่าศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.13 และตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.13 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าชนิดคาร์บอนที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์และผ่านการรีดิวซ์ด้วยแก๊สไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.1 ปริมาณแพลทินัมและสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์และผ่านการรีดิวซ์

ภาวะในการเตรียม	ร้อยละของแพลทินัม	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
		ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
ตัวเร่งปฏิกิริยา	จาก EDX (%)		
ไม่ผ่านการรีดิวซ์	26.24	14.73	8.84
ผ่านการรีดิวซ์ (ด้วยแก๊สไฮโดรเจน 300°C นาน 2 ชั่วโมง)	53.62	34.05	20.43

4.3 ผลการศึกษารูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม

เมื่อได้ภาวะในการเตรียมพื้นผิวขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนที่เหมาะสมแล้ว (ผ้คาร์บอนที่มีการทาสารในชั้นที่ไม่ชอบน้ำ 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเมตร และสารในชั้นที่ชอบน้ำ 0.8 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร) จึงศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม โดยในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งสามารถทำได้โดยการควบคุมศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้าเพื่อให้เกิดการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกศึกษาผลของการควบคุมกระแสไฟฟ้าเท่านั้น เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและสะดวกกว่าการควบคุมศักย์ไฟฟ้า โดยการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าจะอาศัยหลักการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของไฮดรอกไซด์ในสารละลายเคลื่อนที่ไปยังตะกาะบนชิ้นงานที่เป็นขั้วแคโทด ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้ผ้คาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้วเป็นขั้วแคโทด ใช้ตาข่ายไทเทเนียมเป็นขั้วแอโนด ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์เป็นขั้วอ้างอิงและใช้สารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิกเป็นอิเล็กโทรไลต์ โดยทำการศึกษาผลของการควบคุมกระแสไฟฟ้าที่แตกต่างกัน 2 รูปแบบ คือ การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนผ้คาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้ว โดยศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อสมบัติของขั้วไฟฟ้า เช่น ความหนาแน่น

กระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้า จากนั้นจึงนำภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่มาใช้ในการศึกษาการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ต่อไป

4.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่

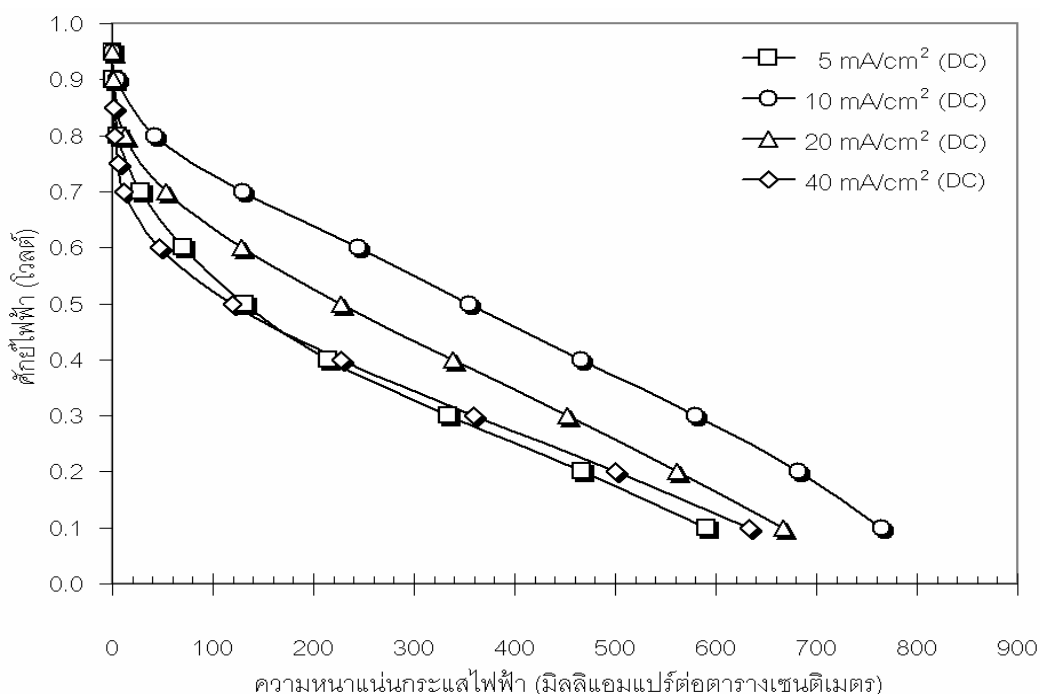
ในหัวข้อนี้เป็นการทดลองเพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ซึ่งเป็นการให้กระแสไฟฟ้าที่ค่าคงที่ค่าหนึ่งตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน ซึ่งการพอกพูนแบบนี้มี 2 ตัวแปรที่ศึกษา คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่

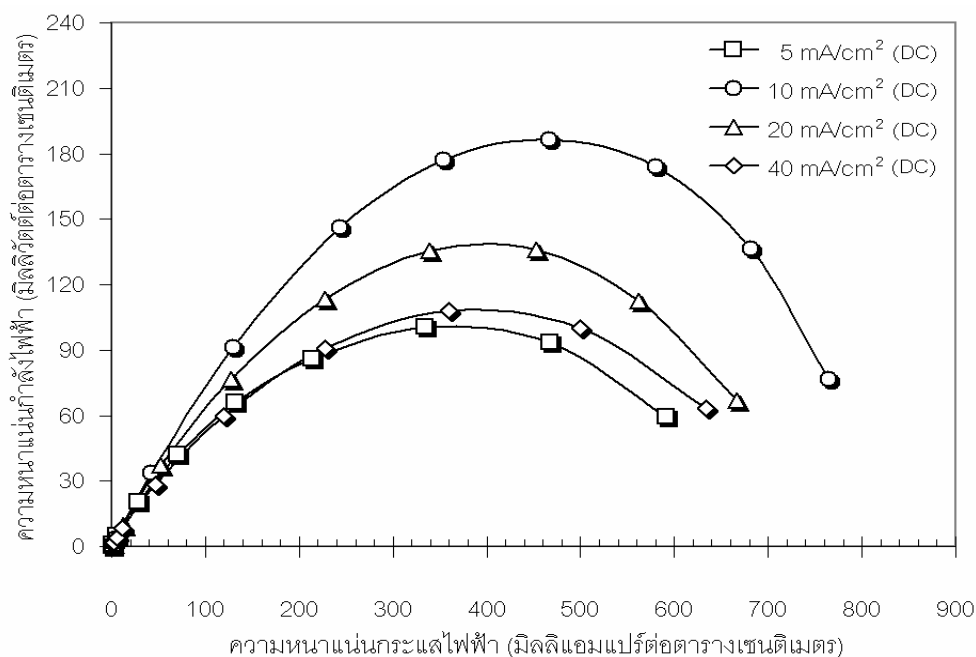
ขั้วไฟฟ้า	ภาวะที่ใช้ในการพอกพูน		
	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า	ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า	เวลา
	(mA/cm ²)	(C/cm ²)	(s)
DC-1	5	4	800
DC-2	10	4	400
DC-3	20	4	200
DC-4	40	4	100
DC-5	10	2	200
DC-2	10	4	400
DC-7	10	6	600

4.3.1.1 ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา

ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง สามารถแสดงผลในรูปโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้างดรูปที่ 4.14 และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ดงรูปที่ 4.15 โดยควบคุมความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ที่ 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในช่วง 5 ถึง 40 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร



รูปที่ 4.14 กราฟโพลาริเซชันของเอมอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm² ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ



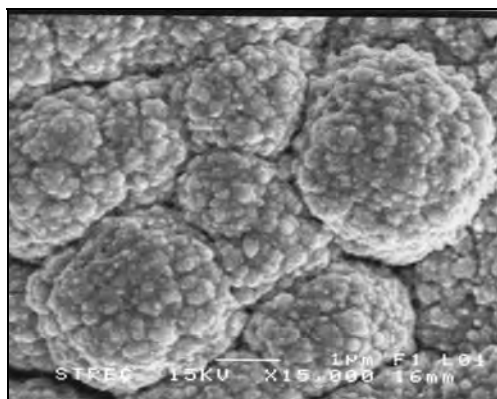
รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm^2 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

จากรูปที่ 4.14 แสดงกราฟโพลาไรเซชันความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับความต่างศักย์ไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ กัน (5-40 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร) ผลจากการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม พบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่แตกต่างกันมีผลต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงอย่างเห็นได้ชัด โดยเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่ใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูน 10 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงสุดโดยให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 243.80 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า 146.28 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ในขณะที่การใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูน 40 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำสุดคือ 47.06 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า 28.24 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน ดังสรุปในตารางที่ 4.3

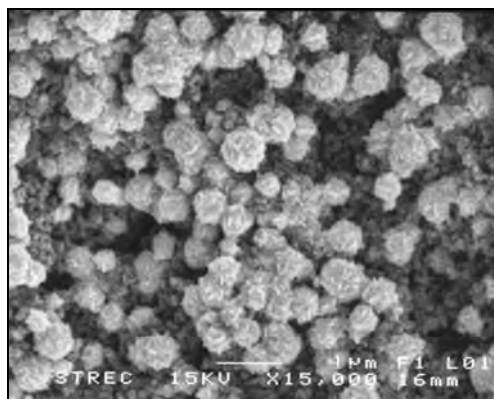
ตารางที่ 4.3 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ในการพอกพูน (mA/cm ²)	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
5	70.20	42.12
10	243.80	146.28
20	127.92	77.75
40	47.06	28.24

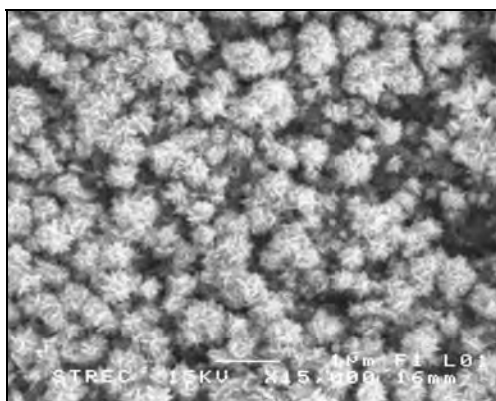
ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลการวิจัยของ Choi [5] ที่พบว่าการให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูนเกินกว่า 25 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร จะส่งผลให้อนุภาคแพลทินัมที่พอกพูนมีการเติบโตในลักษณะเป็นกิ่งก้านสาขา ดังแสดงในรูปที่ 4.16(ง) ซึ่งเป็นผลให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาลดลงได้ เนื่องจากการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ภาวะดังกล่าวเกิดขึ้นภายใต้การพอกพูนแบบควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร (Mass transfer control) ซึ่งสังเกตได้จากอนุภาคของโลหะแพลทินัมที่พอกพูนได้เกิดเป็นผลึกขนาดใหญ่และยึดเกาะกันเป็นกิ่งก้านสาขา ซึ่งจะทำให้ไม่เกาะติดแน่นบนขั้วไฟฟ้า ขณะเดียวกันการให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูนที่ต่ำเกินไป (ที่ 5 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร) จะให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่ต่ำ เนื่องจากอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้มีขนาดใหญ่ ซึ่งเป็นผลมาจากการพอกพูนภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำจะส่งเสริมการให้เกิดการขยายตัวของอนุภาคเดิมที่มีอยู่ก่อนแล้วให้มีขนาดใหญ่ขึ้น (Growth of crystals) เนื่องจากการแพร่ที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้า (Surface diffusion) มากกว่าการเกิดนิวเคลียส (Nuclease) ใหม่ของอนุภาคโลหะที่พอกพูน [26] ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำ (รูปที่ 4.16 (ก)) จึงมีอนุภาคขนาดใหญ่กว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าภายใต้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูง (รูปที่ 4.16(ข) และ 4.16(ค)) ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง (รูปที่ 4.14)



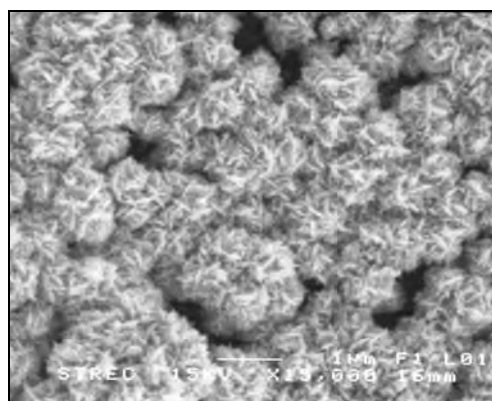
(ก)



(ข)



(ค)

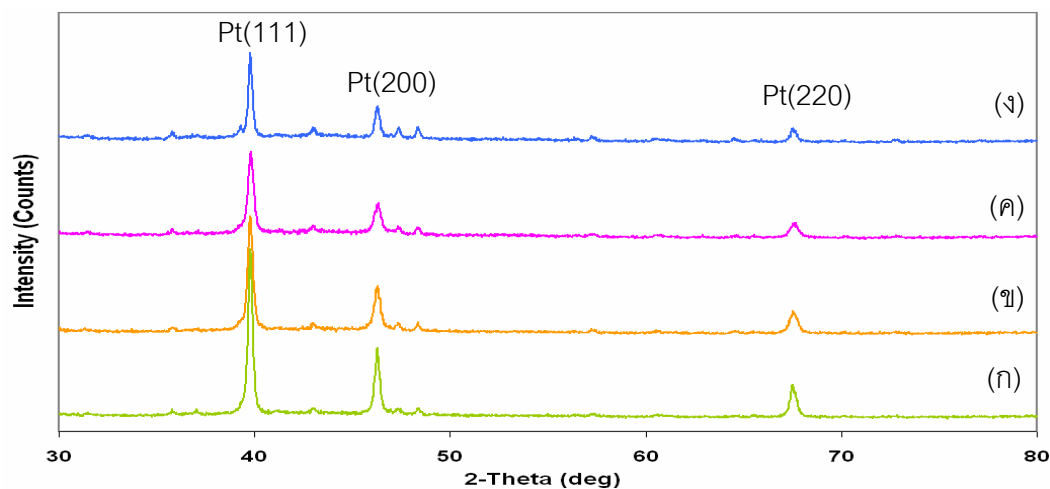


(ง)

รูปที่ 4.16 ภาพ SEM ($\times 15000$) ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่น
ประจุไฟฟ้า 4 C/cm^2 และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 5 mA/cm^2 ;
(ข) 10 mA/cm^2 ; (ค) 20 mA/cm^2 ; (ง) 40 mA/cm^2

นอกจากนี้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่พอกพูนได้ยังสามารถหาได้จากการวิเคราะห์
ด้วยเทคนิค XRD โดยคิดจากพีคของแพลทินัมที่เกิดขึ้นดังรูปที่ 4.17 ซึ่งจะเห็นได้ว่ามีตำแหน่ง
ของพีคแพลทินัมหลายตำแหน่ง ทั้งนี้เนื่องมาจากแพลทินัมมีการจัดเรียงตัวหลายรูปแบบ
คือ (111), (200) และ (220) แต่โครงสร้างแบบ (111) จะมีมากที่สุด ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอม
จะมีผลต่อขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา การจัดเรียงตัวแบบ 111 อะตอมจะ
ใกล้ชิดกัน ระยะระหว่างแกนสั้นกว่าการจัดเรียงตัวแบบอื่น ดังนั้นการจัดเรียงตัวแบบ (111) จะมี
ขนาดอนุภาคเล็กกว่าและมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าการจัดเรียงตัวแบบ (200) และ
(220) [42] ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้พีคของแพลทินัม (111) ในการคำนวณหาขนาดอนุภาค

ของแพลทินัม แสดงดังตารางที่ 4.4 ซึ่งแสดงถึงแนวโน้มเดียวกันกับภาพถ่ายจาก SEM (แสดงการคำนวณขนาดอนุภาคแพลทินัมในภาคผนวก ค)



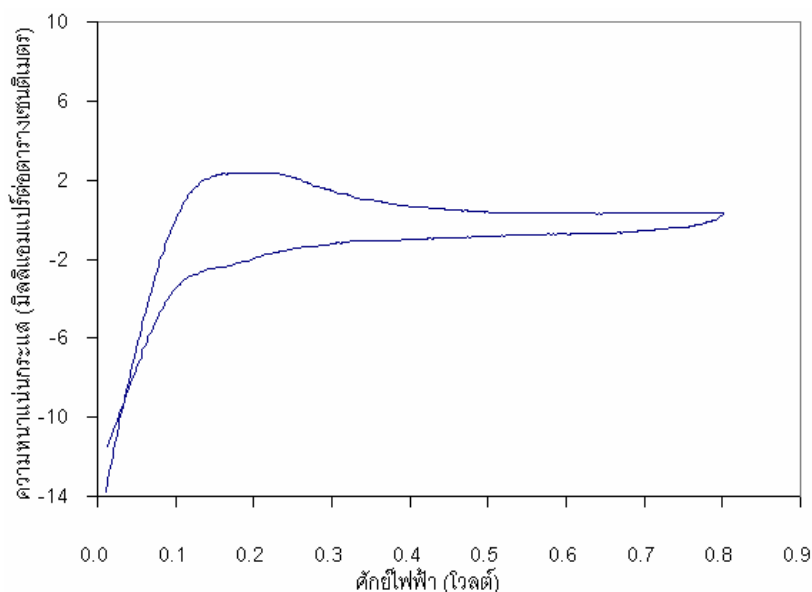
รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 5 mA/cm²; (ข) 10 mA/cm²; (ค) 20 mA/cm²; (ง) 40 mA/cm²

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm² ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ในการพอกพูน (mA/cm ²)	XRD*	CV
	ขนาดอนุภาคแพลทินัม (nm)	พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (m ² /g)
5 (DC)	46.40	3.56
10 (DC)	33.40	12.46
20 (DC)	35.78	11.64
40 (DC)	39.52	9.71

หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของแพลทินัมสามารถคำนวณได้จากการทำ Cyclic Voltammetry (CV) โดยวัดจากการดูดซับแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิงแบบชนิดเซลล์เดี่ยวที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้อัตราการเปลี่ยนความต่างศักย์ (Scan rate) ที่ 50 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ในช่วงค่าศักย์ไฟฟ้า 0.01-0.8 โวลต์ ผลที่ได้แสดงตัวอย่าง ดังรูปที่ 4.18

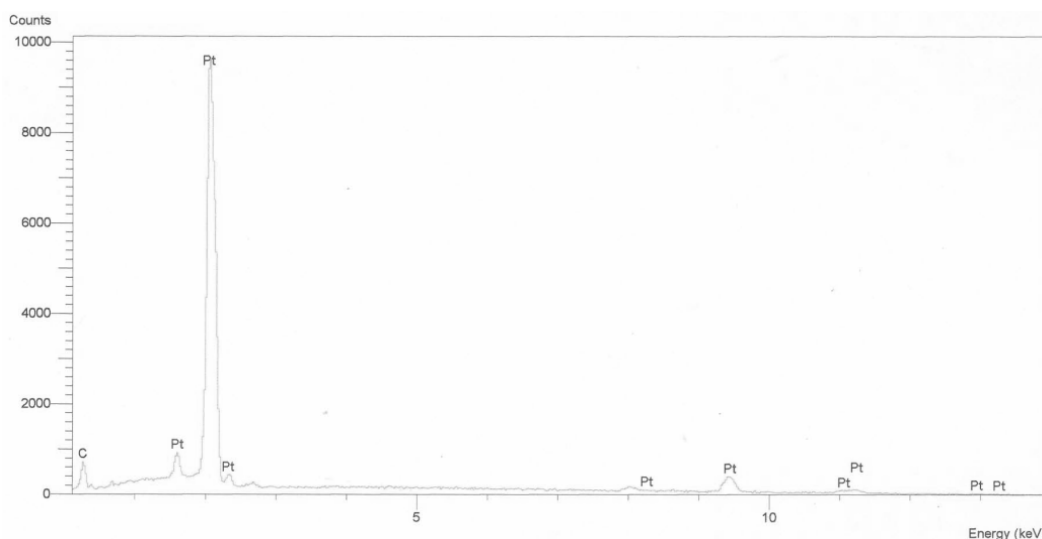


รูปที่ 4.18 ตัวอย่างกราฟ CV ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm^2 และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2

จากรูปที่ 4.18 แสดงตัวอย่างผลจากการวิเคราะห์ด้วย Cyclic voltammogram (CV) ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร การคำนวณพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (Electrochemical active surface, EAS หรือ Specific surface, S) จะคำนวณโดยการนำพื้นที่ใต้กราฟไปคำนวณหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) แล้วนำค่าประจุไฟฟ้าไปคำนวณหา EAS [43] แสดงดังตารางที่ 4.4 (แสดงการคำนวณในภาคผนวก ง) ซึ่งขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจาก XRD และพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าจาก CV มีผลที่สอดคล้องกันคือ เมื่อขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาจะลดลง ซึ่งส่งผลให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำลง แต่เมื่อขนาดอนุภาคเล็กลงพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาจะสูงขึ้น เนื่องจากมีพื้นที่ผิวในการสัมผัสกันระหว่างแก๊สเชื้อเพลิงกับตัวเร่งปฏิกิริยา

มากขึ้น ซึ่งส่งผลให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงขึ้น โดยพบว่าการเตรียมที่ภาวะการพอกพูน 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร มีขนาดอนุภาคจากการวิเคราะห์ด้วย XRD เล็กที่สุดและมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากที่สุด ซึ่งเป็นไปในทางเดียวกันกับผลจาก SEM และสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

การวิเคราะห์ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้าสามารถทำได้ 2 วิธีด้วยกัน คือ การคำนวณจากการวิเคราะห์ด้วย EDX โดยตัวอย่างการวิเคราะห์ด้วย EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ ความหนาแน่นประจุ 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร แสดงดังรูปที่ 4.19 และการคำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา [24] โดยผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูนได้ทั้ง 2 วิธี แสดงดังตารางที่ 4.5



รูปที่ 4.19 ตัวอย่างการวิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วย EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm²

จากรูปที่ 4.19 แสดงตัวอย่างผลการวิเคราะห์ด้วย EDX ซึ่งแสดงชนิดและปริมาณของสารที่มีอยู่บนขั้วไฟฟ้า โดยพบว่าประกอบด้วยคาร์บอนและแพลทินัมเป็นองค์ประกอบสำคัญ ซึ่งองค์ประกอบเหล่านี้มาจากส่วนประกอบต่างๆ ในขั้นตอนการเตรียมขั้วไฟฟ้า นอกจากนั้นยัง

พบว่า มีพีคของแพลทินัมด้วยกันหลายตำแหน่ง เนื่องมาจากแพลทินัมมีระดับพลังงานหลายค่า จึงเกิดสเปกตรัมของแพลทินัมได้หลายตำแหน่ง [18] โดยในการวิเคราะห์หาปริมาณแพลทินัมนั้น จะนำพื้นที่ใต้กราฟทั้งหมดของพีคแพลทินัมมารวมกันและคิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก (แสดงการคำนวณในภาคผนวก ข.1)

ตารางที่ 4.5 เปรียบเทียบผลการคำนวณปริมาณแพลทินัมของขั้วไฟฟ้าและประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm^2 ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ในการพอกพูน (mA/cm^2)	ปริมาณโลหะแพลทินัม (mg/cm^2)		ประสิทธิภาพเชิง กระแสไฟฟ้า* (%)
	EDX	จากการชั่งน้ำหนัก	
5 (DC)	1.04	1.24	51.49
10 (DC)	0.51	0.62	25.25
20 (DC)	0.32	0.39	15.84
40 (DC)	0.25	0.27	12.38

หมายเหตุ* ใช้ปริมาณโลหะแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย EDX ในการคำนวณประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้า

ผลจากการวิเคราะห์ปริมาณแพลทินัมในตารางที่ 4.5 แสดงให้เห็นว่าปริมาณแพลทินัมที่ได้จาก EDX และจากความแตกต่างของน้ำหนักมีค่าค่อนข้างใกล้เคียงกัน โดยปริมาณแพลทินัมที่คำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักอาจมีค่ามากกว่าค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDX เล็กน้อยซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากความชื้นในอากาศขณะทำการทดลอง โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้จะมีค่าลดลงเมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนสูงขึ้น ถึงแม้ว่าจะควบคุมความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ที่ 4 C/cm^2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในทุกการทดลอง ซึ่งผลที่น่าจะเป็นผลเนื่องมาจาก เมื่อใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้นจะมีผลทำให้ปฏิกิริยาข้างเคียง (ปฏิกิริยาการเกิดแก๊สไฮโดรเจน) เกิดขึ้นในอัตราที่เร็วขึ้นเช่นกัน ทำให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ให้เพื่อใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาบางส่วนถูกนำไปใช้ในปฏิกิริยาข้างเคียงนั้นด้วย [5] อีกทั้งปฏิกิริยาการเกิดแก๊สไฮโดรเจนยังส่งผลให้ในระบบมีฟองแก๊ส

เกิดขึ้นในปริมาณมาก ซึ่งฟองแก๊สเหล่านี้อาจไปบดบังพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า เป็นผลให้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูนได้น้อยลง และนอกจากนั้นโลหะแพลทินัมยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีสำหรับการเกิดแก๊สไฮโดรเจน ดังนั้นจึงทำให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ให้สำหรับการพอกพูนถูกนำไปใช้ในการเกิดปฏิกิริยาของไฮโดรเจนมากขึ้นเมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้อยู่ในช่วงของการพอกพูนแบบการควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร (เช่นที่ 20 และ 40 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร) ซึ่งสอดคล้องกันกับผลการคำนวณประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้า (Current efficiency) จากกฎของฟาราเดย์ดังสมการที่ (4.1)-(4.2) ที่แสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้าในการพอกพูนจะลดลงเมื่อมีการใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูนที่สูงขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 4.5

$$m = \frac{Mit}{nF} \quad (4.1)$$

$$\text{Current efficiency}(\%) = \frac{\text{Mass(Actual)}}{\text{Mass(Theoretical)}} \times 100 \quad (4.2)$$

โดยที่ m = มวลของสารที่ได้ตามทฤษฎี (กรัม)

M = มวลโมเลกุล ($Pt = 195.08 \text{ g/mol}$)

i = ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)

t = เวลาในการพอกพูน (วินาที)

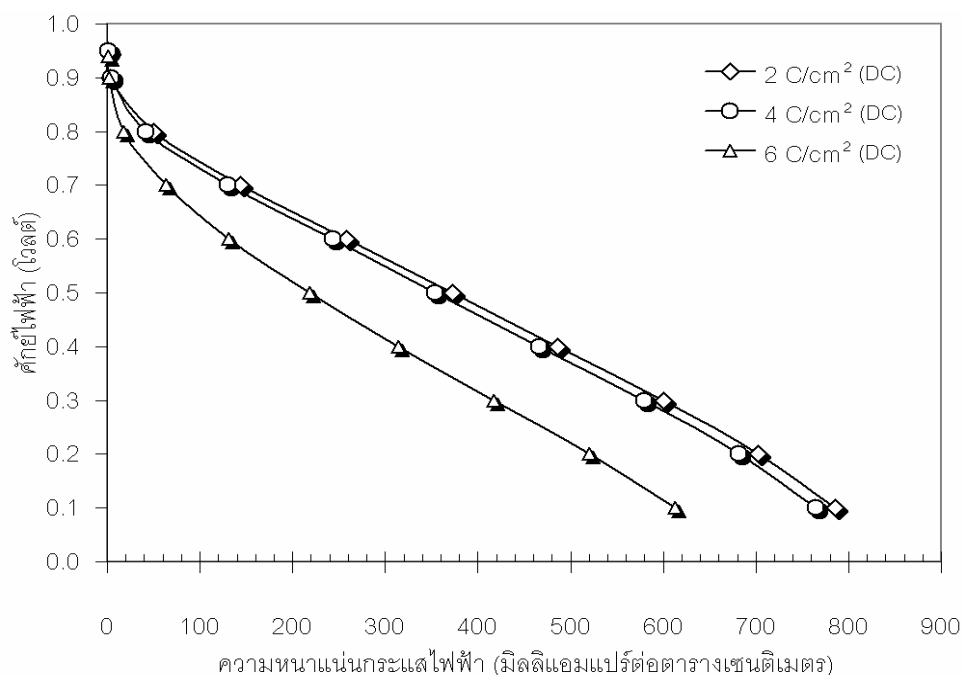
$it = q$ = ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า (คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร)

n = จำนวนอิเล็กตรอน

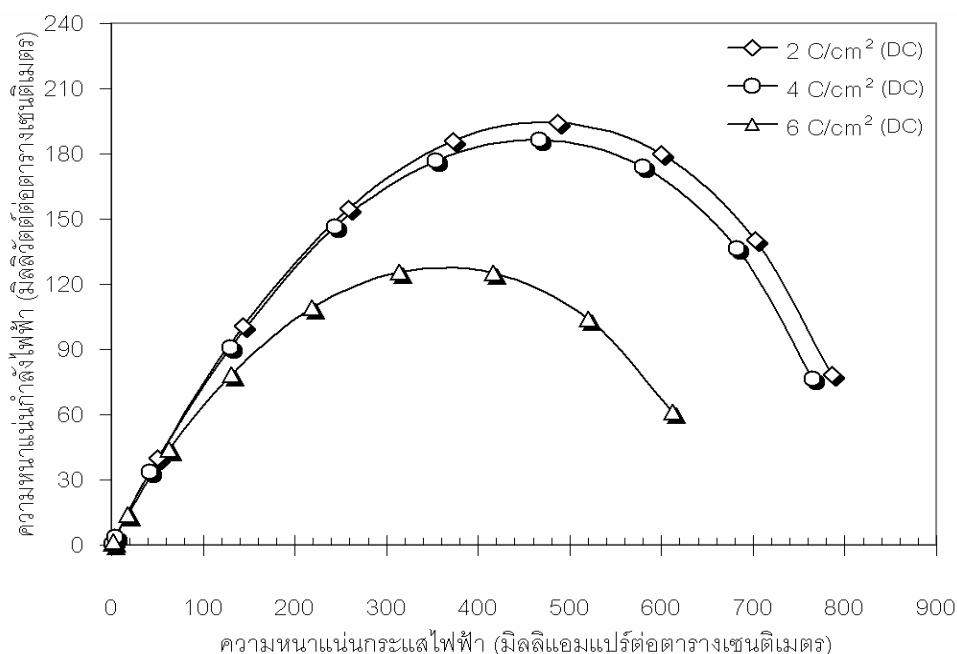
F = ค่าคงที่ฟาราเดย์ ($96,500 \text{ คูลอมป์}$)

4.3.1.2 ผลของความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา

เพื่อศึกษาผลของความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาจึงทดลองเตรียมขั้วไฟฟ้าจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2-6 คุลอมป์ ต่อตารางเซนติเมตร โดยควบคุมความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ให้เท่ากันคือที่ 10 มิลลิแอมแปร์ ต่อตารางเซนติเมตร (ภาวะที่ดีที่สุดจากการศึกษาในหัวข้อ 4.3.1.1) โดยเวลาที่ใช้ในการพอกพูน จะถูกปรับเพื่อให้ได้ความหนาแน่นประจุตามที่ต้องการ ผลจากการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง สามารถแสดงผลในรูปแบบโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้างดรูปที่ 4.20 และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.21



รูปที่ 4.20 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm² ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกันจาก $2\text{-}6 \text{ C/cm}^2$

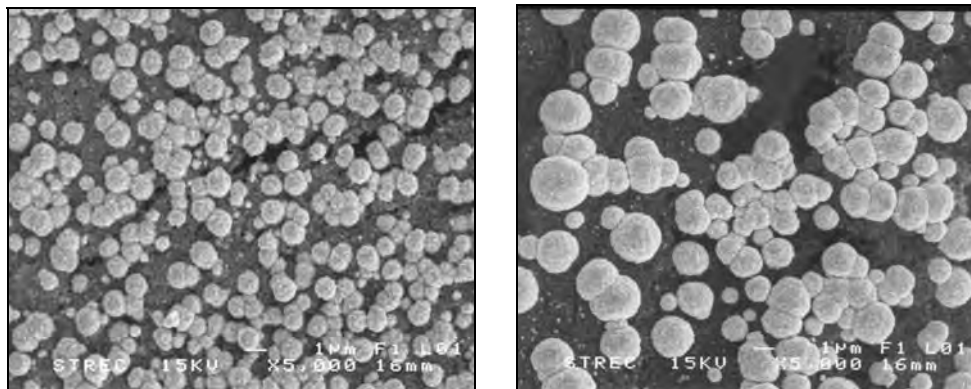
จากรูปที่ 4.20 กราฟโพลาร์ไรเซชันแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับความต่างศักย์ไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่ค่าความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ กัน ผลจากการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ พบว่าเอ็มอีเอทีที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ใกล้เคียงกับขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุ 4 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร โดยสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร มีค่าสูงกว่าเล็กน้อย ดังแสดงในตารางที่ 4.6 (ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า $258.30 \text{ มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร}$ เทียบกับ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า $243.80 \text{ มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร}$ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์) โดยจะเห็นได้ว่าสมรรถนะของขั้วไฟฟ้าทั้งสองสูงกว่าสมรรถนะของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 6 คุลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า $130.68 \text{ มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร}$ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์)

ตารางที่ 4.6 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า ในการพอกพูน (C/cm ²)	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
2	258.30	154.98
4	243.80	146.28
6	130.68	78.41

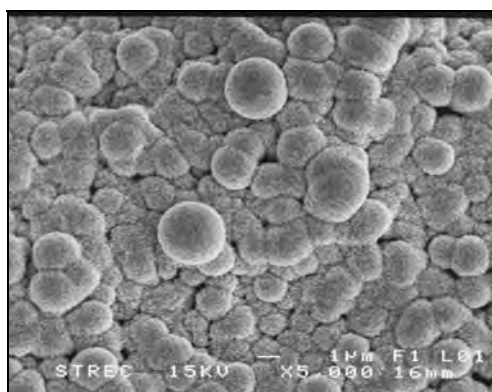
เนื่องจากกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนถูกควบคุมคงที่ (10 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร) การเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายจึงมีรูปแบบที่เหมือนกัน เช่นเดียวกับขั้นตอนการเกิดนิวเคลียส ซึ่งเป็นผลโดยตรงจากความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม โดยจะต่างกันเพียงแค่ประจุไฟฟ้าในการพอกพูนซึ่งเป็นผลโดยตรงจากระยะเวลาที่ใช้ในการพอกพูนแพลทินัมให้มีปริมาณที่แตกต่างกันและขั้นตอนการโตของอนุภาคที่แตกต่างกันหลังจากการเกิดนิวเคลียส โดยภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังรูปที่ 4.22 แสดงให้เห็นว่าการใช้ความหนาแน่นประจุที่สูงขึ้นจะส่งผลให้อนุภาคแพลทินัมมีปริมาณสูงขึ้น โดยปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ กันวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค EDX และจากการชั่งน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสดงในตารางที่ 4.7 ซึ่งสามารถเห็นได้ว่าเมื่อใช้ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่สูงขึ้น (ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเดียวกัน) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ก็จะเพิ่มขึ้นเช่นกันตามกฎของฟาราเดย์ [26] เมื่อพิจารณาสมรรถนะของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ พบว่า ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุสูงเกินไป (6 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร) จะส่งผลให้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูนได้มีปริมาณสูง ซึ่งนอกจากเป็นการสิ้นเปลืองแพลทินัมซึ่งเป็นโลหะที่มีราคาแพงแล้วยังเป็นการขัดขวางการเข้าถึงของเชื้อเพลิงและสารตั้งต้นไปยังบริเวณที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ไม่สามารถใช้งานได้สูงสุด ถึงแม้จะมีตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณมากที่สุดก็ตาม นอกจากนั้นความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่สูงยังทำให้อนุภาคที่พอกพูนได้มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุที่ต่ำกว่า เนื่องจากมีกระบวนการขยายตัวของอนุภาคที่นานขึ้นและยังเกิด

การรวมตัวกันของอนุภาค จึงทำให้อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้มีขนาดใหญ่ [26] จากปัจจัยที่กล่าวมาข้างต้น จึงส่งผลให้พื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยาลดลง (ตารางที่ 4.7) ซึ่งเป็นผลโดยตรงต่อสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (รูปที่ 4.20)



(ก)

(ข)



(ค)

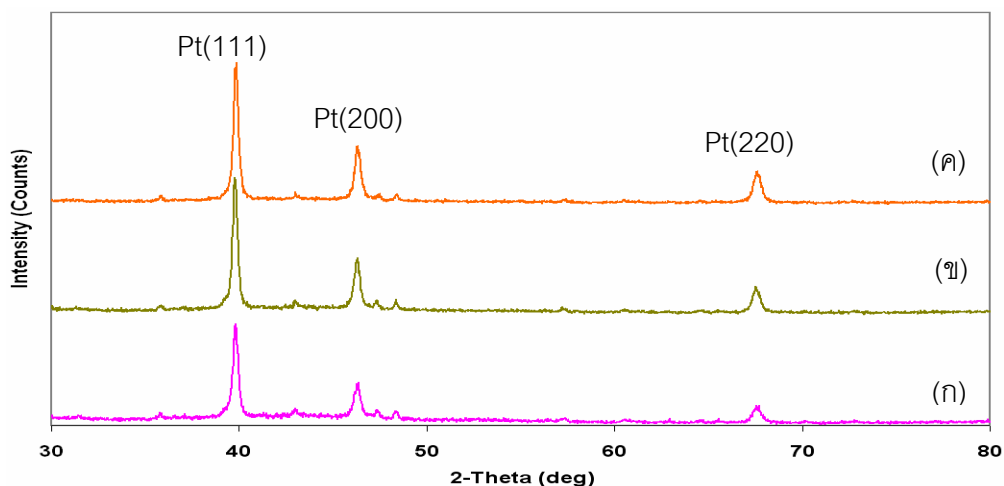
รูปที่ 4.22 ภาพ SEM (x 5000) ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm^2 และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 2 C/cm^2 ; (ข) 4 C/cm^2 ; (ค) 6 C/cm^2

ตารางที่ 4.7 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 mA/cm² ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่น ประจุไฟฟ้า (mA/cm ²)	ปริมาณโลหะแพลทินัม (mg/cm ²)		XRD*	CV
	EDX	จากการชั่งน้ำหนัก	ขนาดอนุภาค แพลทินัม (nm)	พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยาเคมี (m ² /g)
2	0.34	0.37	31.28	16.71
4	0.51	0.62	33.40	12.46
6	1.25	1.44	46.30	3.68

หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

เมื่อเปรียบเทียบขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุ 2 และ 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร จะเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร มีขนาดเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตรเล็กน้อย ดังแสดงในรูปที่ 4.22 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร จะมีค่าสูงกว่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตรเล็กน้อย ซึ่งส่งผลให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร มีสมรรถนะสูงกว่าขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตรเล็กน้อยเช่นกัน แต่เมื่อพิจารณาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ จากการวิเคราะห์ด้วย EDX (ตารางที่ 4.7) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร มีปริมาณมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เกือบ 2 เท่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าถึงแม้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจะเพิ่มขึ้นจาก 0.34 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็น 0.51 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร แต่ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เพิ่มขึ้นไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงอย่างมีประสิทธิภาพ เนื่องจากอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการขัดขวางของตำแหน่งในการเกิดปฏิกิริยากันเอง ตามเหตุผลที่กล่าวข้างต้น



รูปที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมที่ค่าความหนาแน่นประจุไฟฟ้าแตกต่างกัน: (ก) 2 C/cm^2 ; (ข) 4 C/cm^2 ; (ค) 6 C/cm^2

ผลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ดังรูปที่ 4.23 แสดงให้เห็นพีคของแพลทินัมที่สูงขึ้นเมื่อมีการใช้ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าในการพอกพูนมากขึ้น ซึ่งแสดงว่าแพลทินัมที่มีการจัดเรียงตัวแบบโครงสร้าง (111) สูงขึ้นเมื่อมีการใช้ความหนาแน่นประจุไฟฟ้ามากขึ้น โดยสามารถคำนวณหาปริมาณแพลทินัมที่เพิ่มขึ้นได้จากการวิเคราะห์ด้วย EDX ขนาดอนุภาคของแพลทินัมและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งสรุปผลได้ดังในตารางที่ 4.7

จากผลการทดลองข้างต้น สามารถสรุปได้ว่าการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร มีความเหมาะสมในการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าสูงสุด เนื่องจากใช้ปริมาณแพลทินัมในการเกิดปฏิกิริยาต่ำ พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูง ขนาดอนุภาคเล็ก และให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงสุด

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ภาวะการเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าที่ความหนาแน่นประจุ 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เป็นภาวะมาตรฐานในการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมโดยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ต่อไป

4.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ

ในหัวข้อนี้เป็นการทดลองเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วไฟฟ้าจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ บนผ้าคาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้ว ซึ่งกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนในรูปแบบนี้จะเป็นการให้กระแสไฟฟ้าสลับกับการหยุดให้กระแสไฟฟ้าตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน โดยมีตัวแปรที่เกี่ยวข้อง คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (Peak current density, i_p) ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า (On time, t_{on}) และระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า (Off time, t_{off}) [5] (รูปที่ 2.11) โดยสามารถนำความสัมพันธ์ของตัวแปรดังกล่าวมาคำนวณหา Duty cycle (%) และความถี่ได้ดังสมการที่ (2.7)-(2.11) (ในบทที่ 2)

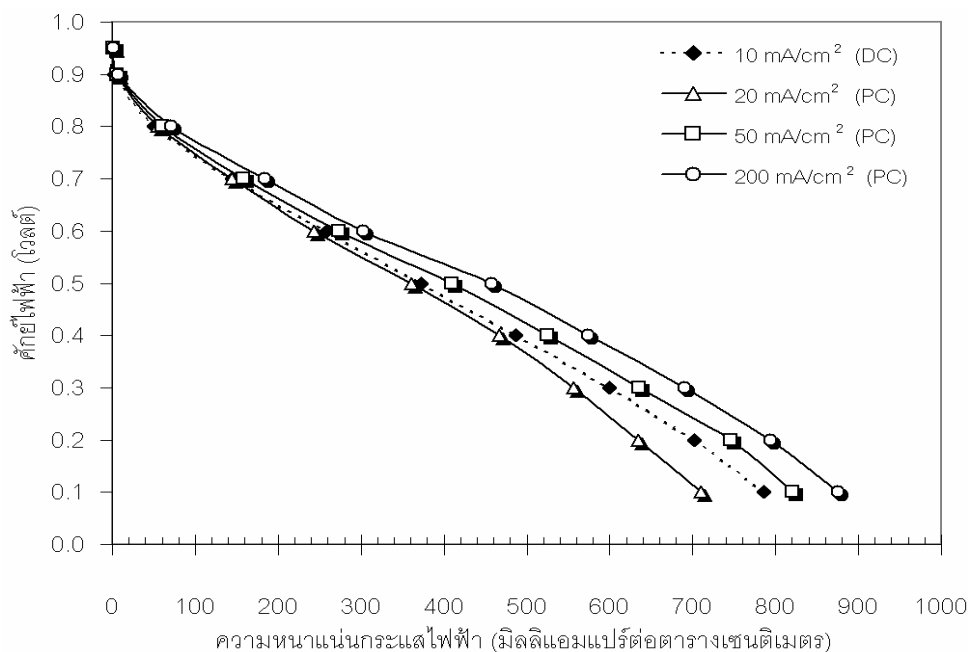
โดยในการทดลองจะทำการศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเป็นช่วงๆ โดยการควบคุมความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ดีที่สุดจากภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (i_{avg}) 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในทุกภาวะการทดลอง โดยมี 2 ตัวแปรที่ศึกษา คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดและความถี่ที่ใช้ในการพอกพูน แสดงดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วไฟฟ้า โดยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ

ขั้วไฟฟ้า	ภาวะที่ใช้ในการพอกพูน				
	ความถี่ (Hz)	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด, i_p (mA/cm ²)	Duty cycle (%)	เวลาให้กระแสไฟฟ้า, t_{on} (s)	เวลาหยุดให้กระแสไฟฟ้า, t_{off} (s)
PC-1	10	200	5	0.005	0.095
PC-2	10	50	20	0.02	0.08
PC-3	10	20	50	0.05	0.05
PC-4	1	200	5	0.05	0.95
PC-1	10	200	5	0.005	0.095
PC-5	100	200	5	0.0005	0.0095
PC-6	2	200	10	0.05	0.45
PC-4	1	200	5	0.05	0.95
PC-7	0.5	200	2.5	0.05	1.95

4.3.2.1 ผลของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด

จากความสัมพันธ์ของ duty cycle กับระยะเวลาในการพอกพูนตามสมการที่ 4.1 และ 4.3 แสดงให้เห็นว่า duty cycle จะสัมพันธ์กับระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า (t_{on}) ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า (t_{off}) และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (i_p) ในงานวิจัยนี้จึงได้ทดลองเตรียมขั้วไฟฟ้าโดยใช้ duty cycle ที่แตกต่างกันจากร้อยละ 5 ถึง 50 ซึ่งเป็นผลให้ระยะเวลาและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดที่ใช้ในการพอกพูนในแต่ละช่วงแตกต่างกันด้วย (จาก 20-200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร) ดังแสดงในตารางที่ 4.8 ผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยวที่ภาวะการทำงานของอุณหภูมิเซลล์ 60 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและไฮโดรเจน 100 มิลลิลิตรต่อนาที ร้อยละความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 100 ที่ความดันแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง 1 บรรยากาศ สามารถแสดงผลในรูปแบบโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้างดรูปที่ 4.24



รูปที่ 4.24 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความถี่ 10 Hz ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ตารางที่ 4.9 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	เวลาให้ กระแสไฟฟ้า (s)	เวลาหยุดให้ กระแสไฟฟ้า (s)	Duty cycle (%)	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
				ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่น กำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
10 (DC)	200	-	-	258.30	154.98
20 (PC)	0.05	0.05	50	243.00	145.8
50 (PC)	0.02	0.08	20	273.20	163.92
200 (PC)	0.005	0.095	5	302.20	181.32

ผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเอมีโอไอโนเซลล์เชื้อเพลิงพื้เอมี จากกราฟโพลาริเซชันรูปที่ 4.24 พบว่าในช่วงของโพลาริเซชันทางเคมีและโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทาน เอมีโอไอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยการให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงโดยรวมสูงกว่าการเตรียมด้วยวิธีการให้กระแสแบบคงที่ เนื่องจากการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ สามารถให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูนที่สูงกว่าการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ เนื่องการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ จะมีช่วงเวลาของการหยุดให้กระแสไฟฟ้าซึ่งจะเป็นช่วงเวลาที่มีการเคลื่อนที่ของไอออนแพลทินัมจากสารละลายมายังบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำให้ความเข้มข้นของไอออนของแพลทินัมในสารละลายที่บริเวณผิวขั้วไฟฟ้าสูงขึ้น จึงทำให้สามารถให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาสูงขึ้นได้โดยไม่เกิดการพอกพูนแบบควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร [26] โดยในการทดลองได้ทำการปรับค่า Duty cycle ในช่วงร้อยละ 5-50 ซึ่งเป็นผลให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดอยู่ในช่วง 50-200 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร โดยที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ที่ 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร (ซึ่งเป็นผลให้ระยะเวลารวมในการพอกพูนเท่ากัน) และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเฉลี่ย (i_{avg}) คงที่ที่ 10 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร (คือ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการพอกพูนแบบกระแสไฟฟ้าคงที่ ในหัวข้อ 4.3.1)

เมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นโดยที่การพอกพูนยังไม่เข้าสู่ภาวะการพอกพูนโดยการควบคุมการถ่ายเทมวลสาร กระบวนการเกิดนิวเคลียสใหม่จะเกิดขึ้นได้ดีกว่ากระบวนการขยายหรือรวมตัวของอนุภาคที่เกิดขึ้นก่อนแล้ว ทำให้ได้อนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเล็กกว่าอนุภาคที่พอกพูนด้วยกระแสแบบคงที่ [26] โดยพบว่าที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนสูงสุด (200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร หรือ 5% Duty cycle) จะให้แพลทินัมที่มีขนาดเล็กสุดและมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงสุดดังแสดงในตารางที่ 4.10 ซึ่งส่งผลให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ภายใต้ภาวะดังกล่าวมีสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสูงสุด (รูปที่ 4.24) ถึงแม้จะมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนได้ต่ำกว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ที่ภาวะอื่น ในขณะที่การพอกพูนด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (50% Duty cycle) จะให้แพลทินัมที่มีขนาดอนุภาคใหญ่และพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาต่ำสุด ซึ่งสอดคล้องกันกับผลการทดสอบโพลาริเซชันดังรูปที่ 4.24

ดังนั้นในการศึกษาขั้นต่อไปจะทำการควบคุมความหนาแน่นกระแสสูงสุดไว้ที่ 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (5% Duty cycle) โดยที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเฉลี่ยคงที่ที่ 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ที่ 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร

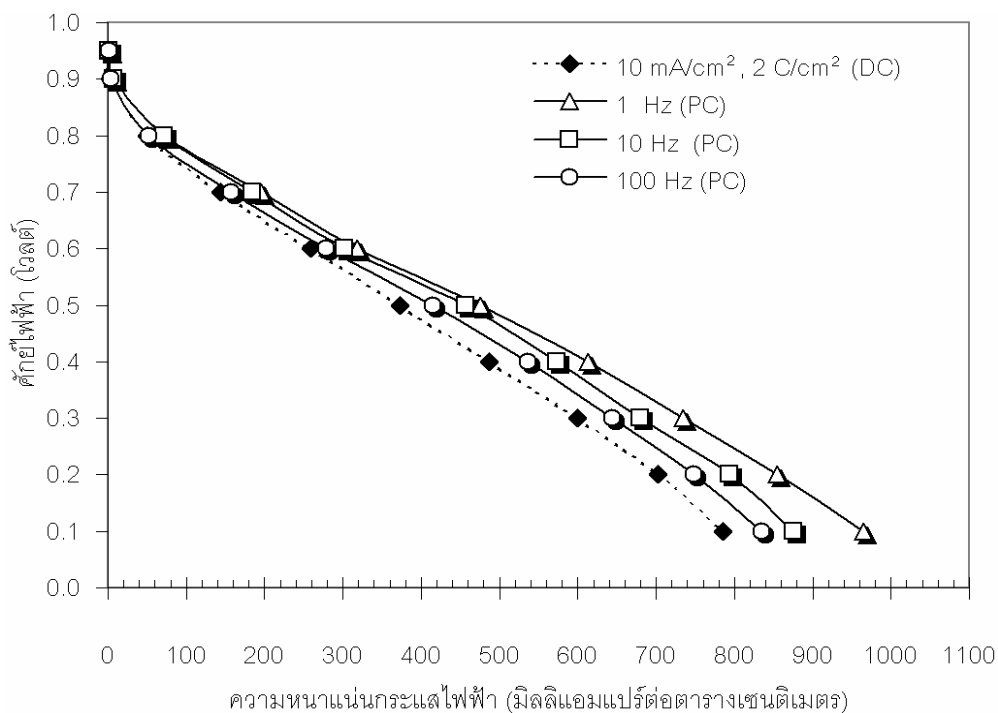
ตารางที่ 4.10 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่างๆ

ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ปริมาณโลหะแพลทินัม (mg/cm ²)		XRD*	CV
	EDX	จากการชั่งน้ำหนัก	ขนาดอนุภาค แพลทินัม (nm)	พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยาเคมี (m ² /g)
10 (DC)	0.34	0.37	31.28	16.71
20 (PC)	0.46	0.48	33.38	12.73
50 (PC)	0.37	0.42	27.39	17.71
200 (PC)	0.31	0.38	24.00	21.34

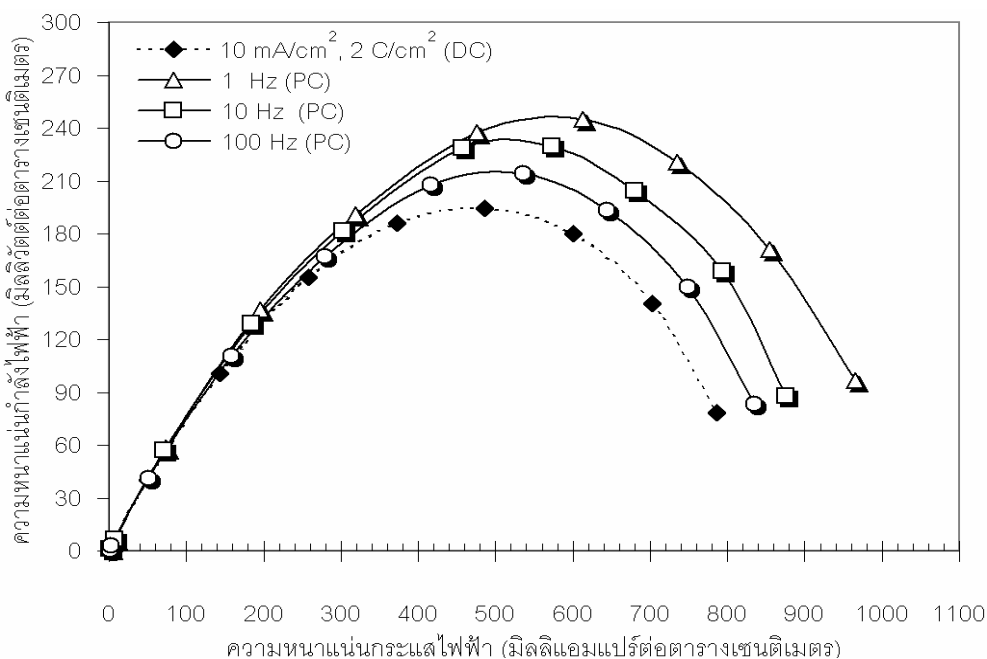
หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

4.3.2.2 ผลของความถี่ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยา

เพื่อศึกษาถึงความถี่ที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาจากการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ จึงได้ทดลองเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ความถี่แตกต่างกันจาก 1-100 เฮิร์ตซ์ โดยควบคุมความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (i_p) ที่ 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (5% Duty cycle) และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในทุกการทดลอง ผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง แสดงผลในรูปโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.25 และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.26



รูปที่ 4.25 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีเตรียมจากพัลส์ไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm² ที่ความถี่ต่างๆ



รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm^2 ที่ความถี่ต่างๆ

จากรูปที่ 4.25 ซึ่งแสดงผลโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 mA/cm^2 (5% duty cycle) และความถี่แตกต่างกันจาก 1-100 เฮิร์ตซ์ พบว่าการใช้ความถี่ในการพอกพูนที่ 1 เฮิร์ตซ์ ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงสุด คือ ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 318.30 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า 190.98 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ ซึ่งผลของความถี่ที่ใช้น่าจะมีผลต่อโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่พอกพูนได้ เนื่องจากการใช้ความถี่ต่ำ (1 เฮิร์ตซ์) จะทำให้มีระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าและหยุดให้กระแสไฟฟ้านานกว่าการใช้ความถี่สูงๆ จึงส่งผลให้ในกระบวนการพอกพูนมีช่วงเวลาในการเกิดอนุภาคใหม่และมีการจัดเรียงตัวของอนุภาคโลหะแพลทินัมที่มีความเหมาะสมมากกว่าการใช้ความถี่สูงๆ (100 เฮิร์ตซ์) ซึ่งเป็นในแนวโน้มนี้นี้เดียวกับการวิเคราะห์พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าด้วย CV ที่แสดงผลการวิเคราะห์ว่าขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยการใช้ความถี่ต่ำจะมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าการใช้ความถี่สูงๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 200 mA/cm² ที่ความถี่ต่างๆ

ความถี่ (Hz)	ปริมาณโลหะแพลทินัม (mg/cm ²)		XRD*	CV
	EDX	จากการชั่งน้ำหนัก	ขนาดอนุภาค แพลทินัม (nm)	พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยาเคมี (m ² /g)
1	0.29	0.32	23.30	26.13
10	0.38	0.42	24.00	21.34
100	0.35	0.41	25.70	18.88

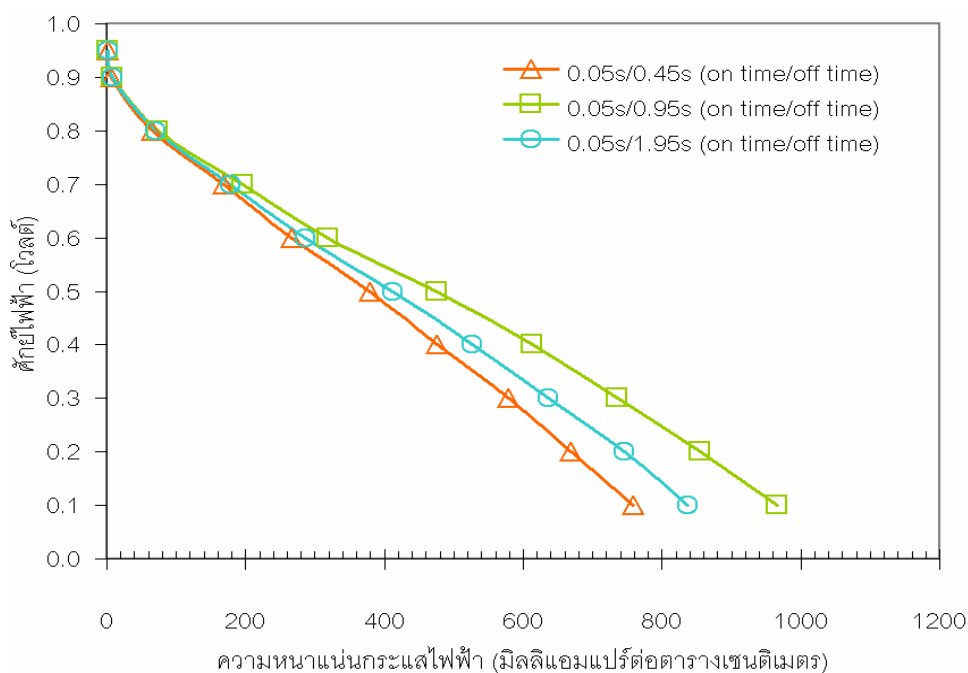
หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

และเมื่อเพิ่มความถี่ที่ใช้ในการพอกพูนพบว่าสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจะลดลง (รูปที่ 4.25) เนื่องจากการใช้ความถี่สูงๆ จะมีระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าและหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่เร็วกว่าการใช้ความถี่ต่ำๆ จึงอาจส่งผลให้มีช่วงเวลาในการเกิดอนุภาคใหม่น้อยเกินไปและการถ่ายเทของไอออนของโลหะในสารละลายมายังผิวหน้าขั้วไฟฟ้ามีน้อย และอาจเป็นไปได้ว่าเมื่อความถี่สูงขึ้น อาจมีผลทำให้รูปแบบของการให้กระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนเข้าใกล้รูปแบบของการพอกพูนในรูปแบบกระแสไฟฟ้าคงที่มากขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อมีความถี่สูงๆ จึงทำให้ประโยชน์ที่ได้จากการใช้รูปแบบของกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ลดน้อยลง ทำให้ได้สมรรถนะของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ที่ความถี่สูงมีสมรรถนะต่ำลงเล็กน้อย แต่ในภาพรวมแล้วสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจากการเตรียมด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ยังคงสูงกว่าการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่

4.3.2.3 ผลของระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า

ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ พบว่าระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าและหยุดให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูนมีส่วนสำคัญต่อลักษณะและสมบัติของโลหะแพลทินัมที่มาพอกพูนบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า โดยช่วงเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าจะเป็นช่วงเวลาในการเกิดอนุภาคใหม่ของโลหะแพลทินัม ในขณะที่ช่วงเวลาในการหยุด

กระแสไฟฟ้าเป็นช่วงที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อกระบวนการพอกพูน [26] เนื่องจากเป็นช่วงเวลาที่เกิดการฟื้นฟูของแพลทินัมไอออนที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้า โดยไอออนของโลหะจะมีการถ่ายเทจากสารละลาย (Bulk solution) มายังผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า จึงสามารถช่วยป้องกันไม่ให้ระบบเข้าใกล้การพอกพูนแบบควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร นอกจากนี้ยังเป็นช่วงเวลาที่มีการจัดเรียงสมดุใหม่ของอนุภาคโลหะแพลทินัมที่พอกพูนได้จากตอนให้กระแสไฟฟ้าเพื่อให้มีความเหมาะสมสำหรับการเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นการทดลองในส่วนนี้จึงทำการศึกษาผลของระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าต่อสมบัติทางกายภาพและสมรรถนะการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิง โดยให้ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าอยู่ในช่วง 0.45-1.95 วินาที โดยควบคุมระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้าคงที่ที่ 0.05 วินาที ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดคงที่ที่ 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ที่ 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง แสดงผลในรูปแบบโพลาริเซชันของความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 กราฟโพลาริเซชันของเอมอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที ที่ระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าต่างๆ

ตารางที่ 4.12 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยการหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่เวลาต่างๆ

เวลาหยุดให้ กระแสไฟฟ้า (s)	เวลาให้ กระแสไฟฟ้า (s)	ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
			ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่น กำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
			0.45	0.05
0.95	0.05	200	318.30	190.98
1.95	0.05	200	285.50	171.30

ผลการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเอมีโอในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม จากกราฟโพลาริเซชันรูปที่ 4.27 และตารางที่ 4.12 พบว่าเมื่อลดระยะเวลาการหยุดให้กระแสไฟฟ้าจาก 0.95 วินาที เป็น 0.45 วินาที สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจะลดต่ำลง เนื่องจากการลดระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า จะส่งผลให้ไอออนของโลหะแพลทินัมในสารละลายมีการถ่ายเทมาบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าน้อยลง ทำให้ปริมาณของไอออนโลหะไม่เพียงพอสำหรับการเกิดปฏิกิริยาในช่วงที่มีการให้กระแสไฟฟ้า ส่งผลให้การพอกพูนเข้าใกล้การพอกพูนแบบถูกควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีอัตราการเกิดเป็นโลหะบนขั้วไฟฟ้าต่ำลง และมีขนาดอนุภาคใหญ่ ดังแสดงในตารางที่ 4.13 ซึ่งสอดคล้องกันกับผลการทดสอบโพลาริเซชันที่แสดงให้เห็นว่ามีสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำที่สุด (รูปที่ 4.27) ในทางตรงกันข้ามการเพิ่มระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าจาก 0.95 วินาที เป็น 1.95 วินาที จะส่งผลให้เกิดการถ่ายเทมวลสารของไอออนของโลหะไปสู่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าได้มากขึ้น ทำให้มีไอออนของโลหะเพียงพอในการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้ามากขึ้น จึงทำให้ไม่เกิดการพอกพูนแบบถูกควบคุมโดยการถ่ายเทมวลสาร แต่การหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่นานเกินไปอาจส่งผลอัตราการเกิดอนุภาคใหม่ของโลหะลดต่ำลง และอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ อาจเกิดการรวมตัวกันส่งผลให้มีอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้น พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาจึงลดต่ำลง เมื่อเทียบกับการหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่ 0.95 วินาที

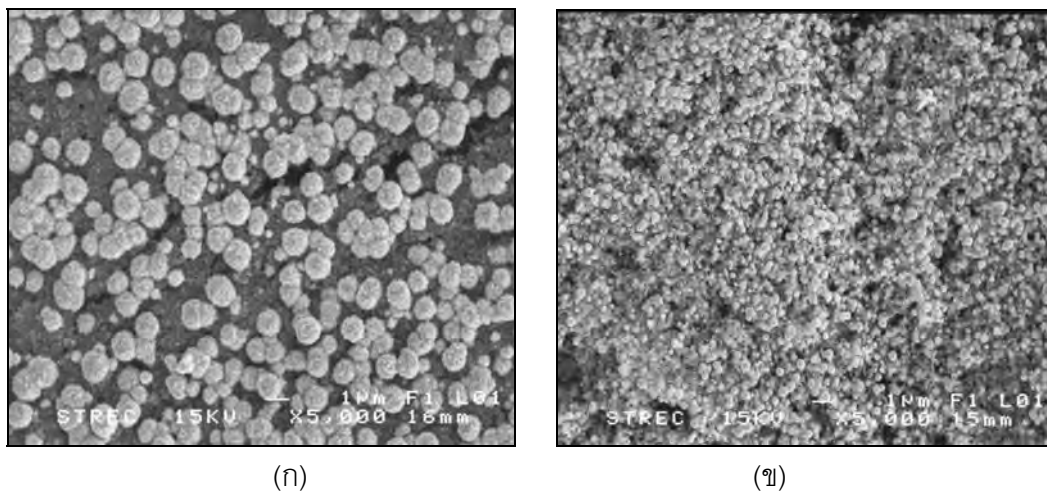
ที่มีขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมเล็กและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่า ดังแสดงในตารางที่ 4.13

ตารางที่ 4.13 ปริมาณแพลทินัม ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ด้วยการหยุดให้กระแสไฟฟ้าที่เวลาต่างๆ

เวลาหยุดให้ กระแสไฟฟ้า (s)	ปริมาณโลหะแพลทินัม (mg/cm ²)		XRD*	CV
	EDX	จากการชั่งน้ำหนัก	ขนาดอนุภาค แพลทินัม (nm)	พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยาเคมี (m ² /g)
0.45	0.27	0.29	26.31	18.59
0.95	0.29	0.32	23.30	26.13
1.95	0.30	0.33	25.14	20.80

หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

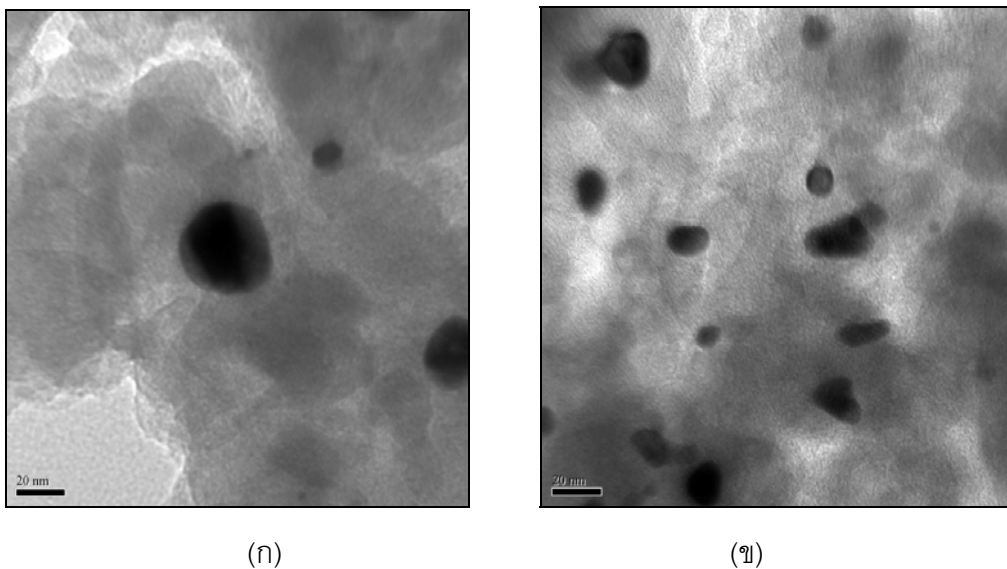
จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัมจากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ได้ดีกว่าการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ซึ่งสามารถยืนยันผลการทดลองได้โดยใช้เทคนิค SEM และ TEM ในการวิเคราะห์เพื่อศึกษาการกระจายตัวและหาขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าในรูปแบบที่แตกต่างกันดังรูปที่ 4.28 และ 4.29 ตามลำดับ



รูปที่ 4.28 ภาพจาก SEM (x 5000) แสดงขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของโลหะแมกนีเซียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า: (ก) แบบคงที่ (10 mA/cm^2 , 2 C/cm^2); (ข) แบบเป็นช่วงๆ (200 mA/cm^2 , 2 C/cm^2 , on time/off time 0.05/0.95 s)

จากรูปที่ 4.28 แสดงการกระจายตัวของโลหะแมกนีเซียมบนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ที่ภาวะที่เหมาะสมของการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร) และกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที และเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.95 วินาที) จากการทดสอบโดยใช้เทคนิค SEM พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแมกนีเซียมที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ มีการกระจายตัวของโลหะแมกนีเซียมบนขั้วไฟฟ้าดีกว่าจากการเตรียมด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และสามารถยืนยันถึงขนาดอนุภาคของโลหะแมกนีเซียมได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ดังแสดงในรูปที่ 4.29 โดยจุดสีดำในรูปนั้นคือ โลหะแมกนีเซียม ซึ่งขนาดอนุภาคของโลหะแมกนีเซียมสามารถหาได้โดยการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของจุดแต่ละจุดแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย โดยมีค่าขนาดอนุภาคแมกนีเซียมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย XRD เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบ ซึ่งจะเห็นว่าขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้งสองแบบมีแนวโน้มเช่นเดียวกัน คือ ขนาดอนุภาค

ของโลหะแพลทินัมที่ได้จากที่ได้การพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ มีขนาดเล็กกว่า ดังแสดงในตารางที่ 4.14



รูปที่ 4.29 ภาพจาก TEM แสดงขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า: (ก) แบบคงที่ (10 mA/cm^2 , 2 C/cm^2); (ข) แบบเป็นช่วงๆ (200 mA/cm^2 , 2 C/cm^2 , on time/off time 0.05/0.95 s)

ตารางที่ 4.14 ขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการทดสอบโดยใช้เทคนิค TEM และ XRD

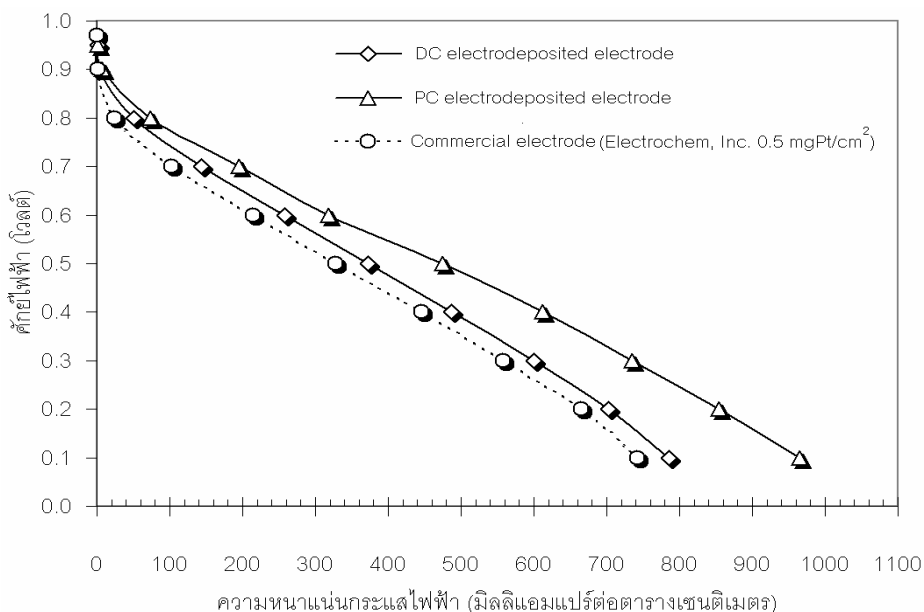
ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัม (นาโนเมตร)	
	TEM	XRD*
การพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (DC)	28.69	31.28
การพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ (PC)	13.96	23.30

หมายเหตุ * ผลการวิเคราะห์ XRD คัดจาก Pt(111)

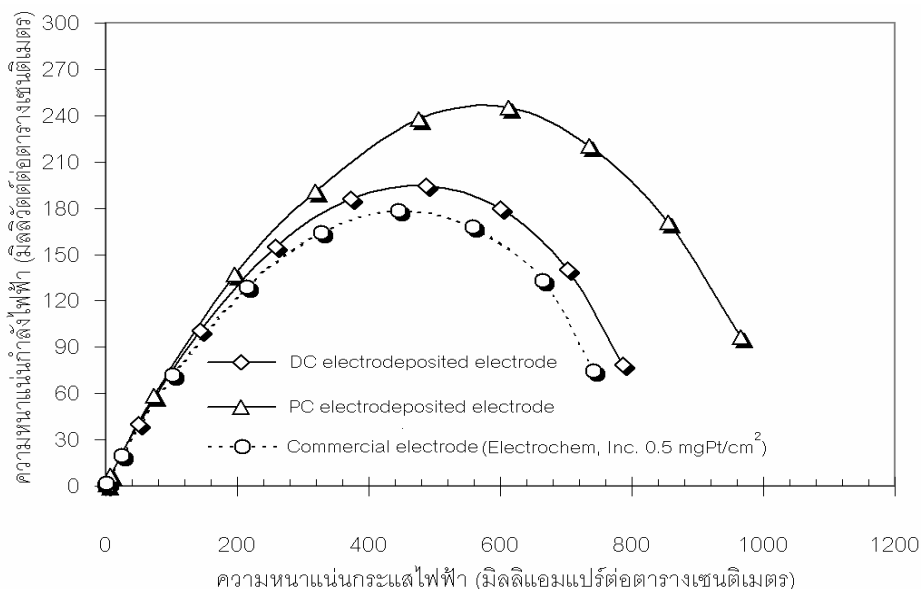
4.4 การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

เพื่อเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพและประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัมของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ที่ภาวะที่เหมาะสมของการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร) และกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที และเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.95 วินาที) กับขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. ที่มีโลหะแพลทินัมปริมาณ 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร โดยใช้เทคนิค SEM และ TEM ในการวิเคราะห์เพื่อศึกษาการกระจายตัวและหาขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้ และทดสอบสมรรถนะการทำงานของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับขั้วไฟฟ้าทางการค้าที่นำมาประกอบเป็นเอ็มอีเอเองในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยว ด้วยการศึกษโพลาริเซชันและความต้านทานเชิงซ้อน

การทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สออกซิเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆทำได้โดยการนำขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้มาประกอบเป็นเอ็มอีเอ โดยให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้เป็นขั้วแคโทด และขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. เป็นขั้วแอโนด และเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยากับขั้วไฟฟ้าทางการค้าซึ่งเตรียมได้จากการนำขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. (0.5 mg/cm^2) มาทำการประกอบเอ็มอีเอเอง (ที่ภาวะเดียวกันกับการเตรียมเอ็มอีเอจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัย) โดยให้ขั้วไฟฟ้าทางการค้าทำหน้าที่เป็นทั้งขั้วแอโนดและขั้วแคโทด แล้วทำการทดสอบสมรรถนะการทำงานของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าต่างๆ กัน ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยว ที่ภาวะการทำงานของอุณหภูมิเซลล์ 60 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของส่วนให้ความชื้นด้านแอโนดและแคโทด 65 และ 60 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและแก๊สไฮโดรเจน 100 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความดันแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิง 1 บรรยากาศ โดยผลการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงศึกษาในรูปโพลาริเซชัน (Polarization curve) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้า กับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังรูปที่ 4.30 โดยความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า แสดงดังรูปที่ 4.31



รูปที่ 4.30 กราฟโพลาร์ไรเซชันของเอมอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอมอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.



รูปที่ 4.31 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอมอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอมอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.

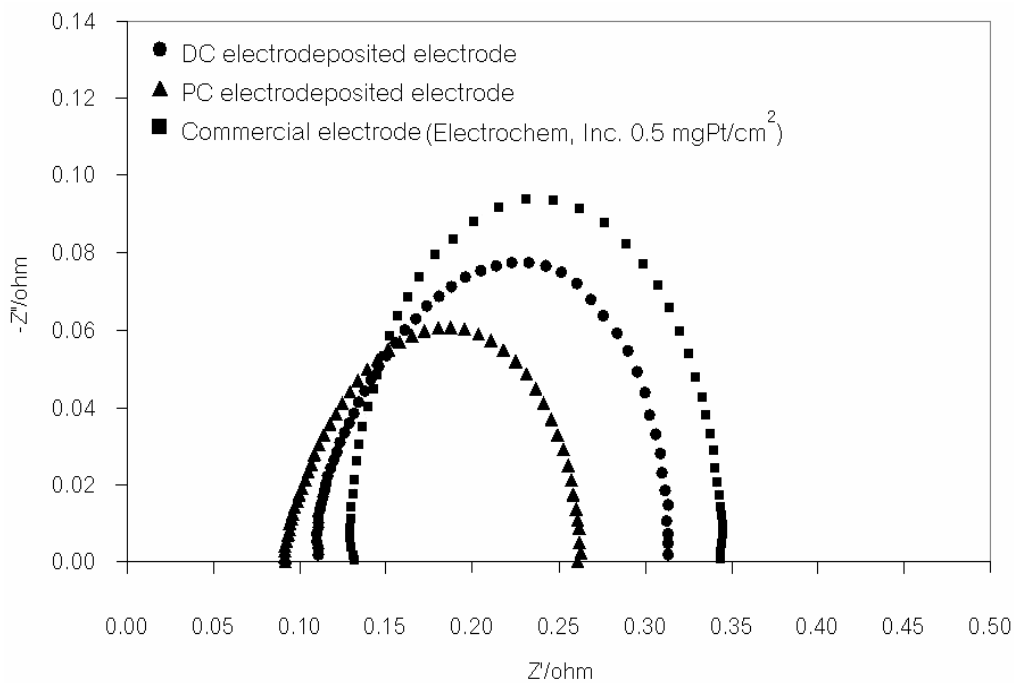
รูปที่ 4.30 แสดงกราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอทีที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากภาวะที่เหมาะสมของการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. และรูปที่ 4.31 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้กับเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. เมื่อพิจารณาในส่วนของโพลาริเซชันทางเคมีและในช่วงโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทาน พบว่าเอ็มอีเอทีที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงกว่าเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. ซึ่งผลจากการทดลองแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมได้โดยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงได้สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้า โดยสามารถให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ดังสรุปในตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้และขั้วไฟฟ้าทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V

ขั้วไฟฟ้า	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
พอกพูนด้วยกระแสแบบคงที่ (DC)	258.30	154.98
พอกพูนด้วยกระแสแบบเป็นช่วงๆ (PC)	318.30	190.98
ขั้วไฟฟ้าทางการค้า (Electrochem, Inc.)	214.50	128.70

นอกจากนี้ การทดสอบสมรรถนะการทำงานของเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้กับขั้วไฟฟ้าทางการค้าจากบริษัท Electrochem, Inc. ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มสามารถทำได้โดยการวิเคราะห์ค่าความต้านทานเชิงซ้อน โดยเทคนิคอิมพีแดนซ์ในรูปแบบ

อิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) โดยใช้โปรแกรม Frequency Respond Analyzer (FRA) ดังแสดงในรูปที่ 4.32



รูปที่ 4.32 กราฟอิมพีแดนซ์ที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 V ของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.

จากรูปที่ 4.32 แสดงผลการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อน ด้วยกราฟอิมพีแดนซ์ (Nyquist plot) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานจินตภาพ ($-Z''$) กับค่าความต้านทานจริง (Z') ของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ กับเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. ในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์แบบชนิดเซลล์เดี่ยว โดยการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม FRA ในช่วงความถี่ 10 mHz–10 kHz ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ที่อุณหภูมิและภาวะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเช่นเดียวกับการศึกษาในรูปแบบโพลาริเซชัน จากกราฟ (รูปที่ 4.30) สามารถอ่านค่าความต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance, R_Ω) ได้จากแกน x หรือแกนค่าความต้านทานจริง จากค่า 0 ไปยังจุดตัดแกน x ด้านซ้ายสุดของครึ่งวงกลม และค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่าย

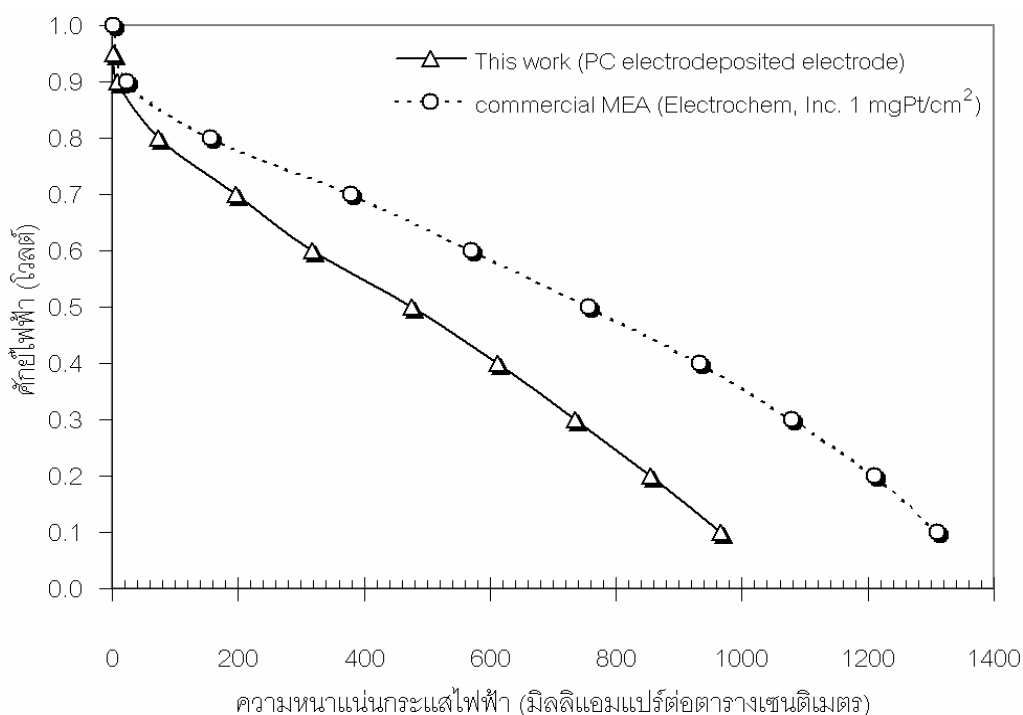
ไอออนประจุ (Cathode Faradic resistance, $R_{f,c}$) สามารถอ่านได้จากขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูปครึ่งวงกลม ดังแสดงผลการคำนวณในตารางที่ 4.16 ซึ่งพบว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และแบบเป็นช่วงๆ มีค่าความต้านทานโอห์มมิกใกล้เคียงกัน คือประมาณ 0.09-0.11 โอห์ม ทั้งนี้เนื่องจากมีการเตรียมที่ภาวะเดียวกัน [30] และเมื่อเรียงลำดับค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายไอออนประจุของขั้วไฟฟ้าชนิดต่างๆ จากมากไปน้อยสามารถเรียงลำดับได้ดังนี้ ขั้วไฟฟ้าทางการค้า (Electrochem, Inc.) ขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่และขั้วไฟฟ้าที่พอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ตามลำดับ ซึ่งแสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่ได้จากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ สามารถเร่งปฏิกิริยารีดักชันของแก๊สออกซิเจนได้สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. ซึ่งผลการทดลองสอดคล้องกับผลการทดสอบโพลาริเซชัน

ตารางที่ 4.16 เปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ค่าศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้และขั้วไฟฟ้าทางการค้า

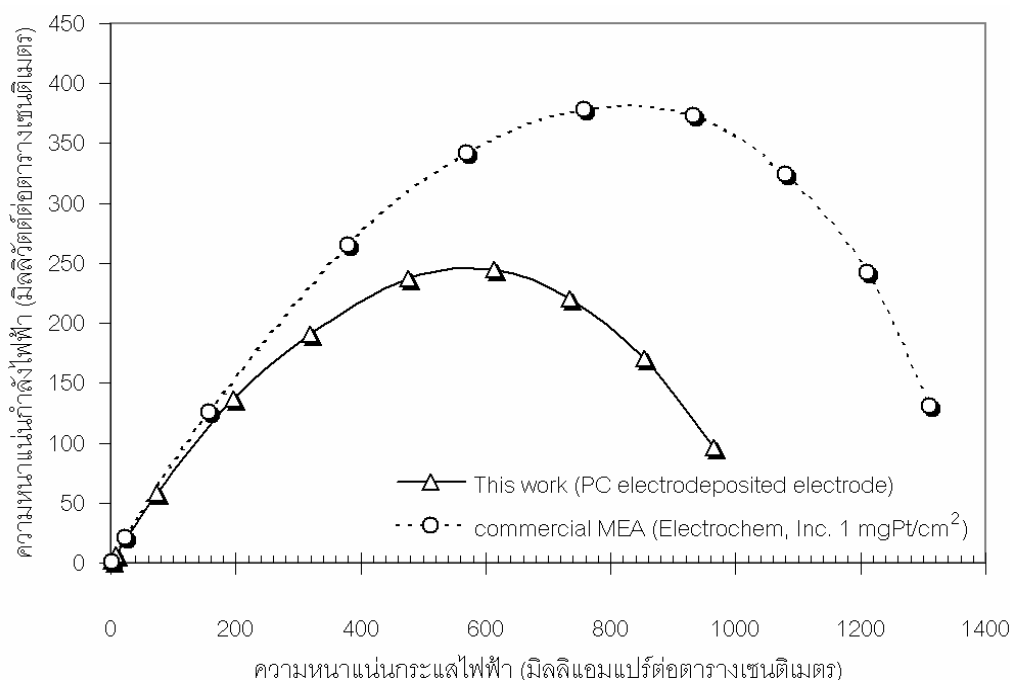
ความต้านทาน (โอห์ม, Ω)	ชนิดของขั้วไฟฟ้า		
	พอกพูนด้วย กระแสแบบ คงที่	พอกพูนด้วย กระแสแบบ เป็นช่วงๆ	ทางการค้า (Electrochem, Inc.)
ความต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance, R_{Ω})	0.11	0.09	0.13
ความต้านทานเนื่องจากการถ่ายไอออนประจุ (Cathode Faradic resistance, $R_{f,c}$)	0.20	0.17	0.22

จากนั้นนำเอมอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ (จากภาวะที่เหมาะสมที่สุด) คือ การพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในการพอกพูนแต่ละช่วง 200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (5% Duty cycle) ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที

และเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.95 วินาที ที่ความถี่ในการพอกพูน 1 เฮิรตซ์) เปรียบเทียบสมรรถนะการทำงานกับเอ็มอีเอทางการค้า (Commercial MEA) จากบริษัท Electrochem, Inc. ที่มีปริมาณโลหะแพลทินัม 1 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ในเซลล์เชื้อเพลิงพีซีเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยว ที่อุณหภูมิและภาวะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเช่นเดียวกันกับการศึกษาในรูปแบบโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ (รูปที่ 4.30) โดยผลการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงศึกษาในรูปแบบโพลาริเซชัน ดังรูปที่ 4.33 และ 4.34



รูปที่ 4.33 กราฟโพลาริเซชันของเอ็มอีเอที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ จากภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการพอกพูนด้วยไฟฟ้ากับเอ็มอีเอทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.



รูปที่ 4.34 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการพอกพูนด้วยไฟฟ้ากับเอ็มอีเอทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc.

รูปที่ 4.33 กราฟโพลาริเซชันแสดงความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า และรูปที่ 4.34 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้จากภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. (1 mgPt/cm^2) เมื่อพิจารณาในส่วนของโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทานพบว่าเอ็มอีเอทางการค้าให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ โดยสามารถให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 569.80 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า 341.88 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ในขณะที่เอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพียง 318.30 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า 190.98 มิลลิวัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิค CV ที่แสดงผลการวิเคราะห์หว่าเอ็มอีเอ

ทางการค้ามีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ ดังแสดงในตารางที่ 4.17

ตารางที่ 4.17 พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าของเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้และเอ็มอีเอทีทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V

ขั้วไฟฟ้า	CV พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยา (m ² /g)	สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V)	
		ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า (mA/cm ²)	ความหนาแน่น กำลังไฟฟ้า (mW/cm ²)
งานวิจัยนี้ (ภาวะที่ดีที่สุด)	26.13	318.30	190.98
เอ็มอีเอทีทางการค้า (Electrochem, Inc.)	55.18	569.80	341.88

ผลจากการทดลองแสดงให้เห็นว่าเอ็มอีเอทีทางการค้ามีสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสูงกว่าเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้ ซึ่งสาเหตุดังกล่าวอาจเนื่องมาจากขั้นตอนในการอัดเอ็มอีเอทีจะส่งผลโดยตรงต่อการโพลาไรเซชันเนื่องจากความต้านทาน (เช่น การเคลื่อนที่ของโปรตอนผ่านเมมเบรน) ซึ่งเห็นได้จากกราฟโพลาไรเซชันในรูปที่ 4.33 ที่แสดงให้เห็นว่าเอ็มอีเอทีเตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีการลดลงของค่าศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินเนื่องจากความต้านทานค่อนข้างสูง (η_{ohm}) ดังนั้นขั้นตอนการเตรียมเอ็มอีเอทีจึงเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญและควรศึกษาเพิ่มเติมเพื่อช่วยพัฒนาสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงให้ดียิ่งขึ้น และเพื่อเปรียบเทียบผลการทดลองของงานวิจัยนี้กับงานวิจัยในอดีตที่มีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยไฟฟ้า จึงได้สรุปค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ของงานวิจัยอื่นๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.18

ตารางที่ 4.18 เปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V กับงานวิจัยอื่นๆ
ที่มีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

ผู้วิจัย	รูปแบบของ กระแสไฟฟ้า ที่ใช้ในการพอกพูน	ปริมาณ แพลทินัม (mg/cm ²)	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V (mA/cm ²)
Choi และคณะ (1998)	แบบคงที่	-	420.00
	แบบเป็นช่วงๆ	-	460.00
Stab และคณะ (2001)	แบบคงที่	-	680.00
Kim และคณะ (2004)	แบบคงที่	-	780.00
	แบบเป็นช่วงๆ	0.32	1580.00
สุกัญญา (2547)	แบบคงที่	0.37	0.109
งานวิจัยนี้	แบบคงที่	0.34	258.30
	แบบเป็นช่วงๆ	0.29	318.30
ซีวไฟฟ้าทางการค้า (Electrochem, Inc.)	-	0.50	214.50
เอ็มอีเอทางการค้า (Electrochem, Inc.)	-	1.00	569.80

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมของซัฟไฟต์ด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้า เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและรวดเร็ว โดยเลือกศึกษารูปแบบของการให้กระแสไฟฟ้าในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน 2 รูปแบบ คือ การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูน (i_{DC}) 5-40 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2-6 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในการพอกพูนแต่ละช่วง (i_p) 20-200 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (5-50% Duty cycle) ความถี่ 1-100 เฮิร์ตซ์ ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้าคงที่ ที่ 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร โดยเริ่มจากการศึกษาพื้นที่ผิวที่เหมาะสมของซัฟไฟต์ก่อนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งพบว่า การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนกระดาษคาร์บอนจะให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำกว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาบนผ้าคาร์บอน เนื่องจากผ้าคาร์บอนมีความพรุนมากกว่าจึงสามารถช่วยให้การเคลื่อนที่ของแก๊สเชื้อเพลิงเข้าทำปฏิกิริยาได้ดีกว่า อีกทั้งการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัมบนตัวรองรับผงคาร์บอนสามารถช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในส่วนที่มีความเหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาให้สูงขึ้น และผลจากการศึกษาปริมาณสารในชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำพบว่า มีความเหมาะสมที่ปริมาณ 0.8 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งถ้าหากเกินกว่านี้จะส่งผลให้ค่าความต้านทานของซัฟไฟต์สูงขึ้นและค่าการนำไฟฟ้าต่ำลง นอกจากนี้การรีดิวซ์ซัฟไฟต์ที่ผ่านการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแล้วที่ 300 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไฮโดรเจนจะสามารถช่วยเพิ่มความเป็นผลึกและปริมาณของโลหะแพลทินัมที่มีโครงสร้างเหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาให้สูงขึ้น ส่งผลให้มีสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงที่สูงกว่าซัฟไฟต์ที่ไม่ผ่านการรีดิวซ์

ผลการศึกษารูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนพบว่า ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ คือ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูน (i_{DC}) 10 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อ

ตารางเซนติเมตร และภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ คือ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในการพอกพูนแต่ละช่วง (i_p) 200 มิลลิแอมแปร์ ต่อตารางเซนติเมตร (5% Duty cycle) ที่ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 2 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที เวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.95 วินาที และความถี่ 1 เฮิร์ตซ์ ผลจากการทดสอบสมรรถนะการทำงานของของเอ็มอีเอทีที่ประกอบจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแบบชนิดเซลล์เดี่ยว โดยการศึกษาในรูปโพลาริเซชัน (Polarization curve) จากความสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้ากับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ภาวะการทำงานของอุณหภูมิเซลล์ 60 องศาเซลเซียส อุณหภูมิของส่วนให้ความชื้นด้านแอโนด และแคโทด 65 และ 60 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและไฮโดรเจน 100 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความดัน 1 บรรยากาศ เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. (0.5 mgPt/cm^2) ที่นำมาอัดเอ็มอีเอเองและเอ็มอีเอทางการค้าของบริษัท Electrochem, Inc. (1 mgPt/cm^2) พบว่าเอ็มอีเอทางการค้าให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสูงที่สุด คือ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 569.80 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ และเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่มีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ให้สมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสูงกว่าเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าทางการค้าและเอ็มอีเอทีที่เตรียมจากขั้วไฟฟ้าที่เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ โดยสามารถให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 318.30 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ ในขณะที่ขั้วไฟฟ้าจากการเตรียมด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และขั้วไฟฟ้าทางการค้าให้ค่าเพียง 258.30 และ 214.50 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ ที่ค่าความต่างศักย์เดียวกัน ซึ่งยังคงมีสมรรถนะค่อนข้างต่ำกว่า เอ็มอีเอทางการค้าอยู่พอสมควร

5.2 ข้อเสนอแนะ

นอกจากเทคนิคและวิธีการในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า องค์ประกอบอื่นๆ บนขั้วไฟฟ้าสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มก็มีความสำคัญเช่นกัน โดยเฉพาะองค์ประกอบของสารในชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำ เนื่องจากสามารถส่งผลกระทบต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงได้ เช่น หากมีปริมาณน้อยเกินไปพื้นที่ผิวสัมผัสของส่วนที่รองรับในการเกิดปฏิกิริยาจะลดลงหรือถ้ามากเกินไปอาจทำให้เป็นตัวขัดขวางตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยา ขัดขวางรูพรุนของขั้วไฟฟ้า ลด

ความสามารถในการซึมผ่านของแก๊สเชื้อเพลิง ดังนั้นการศึกษาถึงปริมาณและสัดส่วนของสารในชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำน่าจะเป็นแนวทางหนึ่งในการพัฒนาเทคนิคการเตรียมขั้วไฟฟ้าสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป นอกจากนี้ยังมีขั้นตอนการอัดเอมื่อที่ควรศึกษาเพิ่มเติมเพื่อช่วยพัฒนาสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงให้ดียิ่งขึ้น เนื่องจากเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญสามารถช่วยลดในส่วนของกรโพลาริเซชันเนื่องจากความต้านทานให้ต่ำลงได้

1. ปริมาณและสัดส่วนของสารในชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำ ซึ่งได้แก่ อัตราส่วนของปริมาณของเนฟลอนต่อปริมาณกลีเซอรอล
2. ภาวะที่ใช้ในการเตรียมเอมื่อ เนื่องจากภาวะเดิมที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นภาวะในการเตรียมเอมื่อจากกระดาษคาร์บอนของบรยงค์ (2547) ที่ได้ทำการศึกษาไว้ แต่ในงานวิจัยนี้ได้เปลี่ยนจากกระดาษคาร์บอนมาใช้เป็นผ้าคาร์บอน ดังนั้นภาวะดังกล่าว (อุณหภูมิ ความดันและเวลา) จึงอาจไม่มีความเหมาะสมในการใช้งาน

รายการอ้างอิง

- [1] ยุทธศาสตร์พลังงานทดแทน (ออนไลน์). แหล่งที่มา:
<http://www.dede.go.th/dede/index.php?id=331> [12 กรกฎาคม 2550]
- [2] เซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา: <http://www.wikipedia.com> [12 กรกฎาคม 2550]
- [3] พลังงานไฮโดรเจนและเซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา:
<http://www.dede.go.th/dede/index.php?id=176> [12 กรกฎาคม 2550]
- [4] รัฐสุภานันท์ ฤทธิกริกไกร, เซลล์เชื้อเพลิง, วารสารโลกพลังงาน (เมษายน-มิถุนายน, 2545): 39-44.
- [5] Choi, K.H., Kim H.S., and Lee T.H., Electrode fabrication for proton exchange membrane fuel cell by pulse electrodeposition, Journal of Power Sources. 75 (1998): 230-235.
- [6] Qian, L., Liu, Y., Song, Y., Li, Z., and Yang, X., Electrodeposition of Pt nanoclusters on the surface modified by monolayer poly(amidoamine) dendrimer film, Electrochemistry Communications. 7 (2005):1209-1212.
- [7] Larminie, J., and Simader, G., Fuel cell system explained. Chichester: John Willey & Sons, 2000.
- [8] Litster, S., and Mclean G., PEM fuel cell electrode, Journal of Power Sources. 130 (2004): 61-76.
- [9] เซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา:
<http://www.greenjobs.com/Public/info/industry.aspx?id=12> [10 สิงหาคม 2550]
- [10] Barbir, F., PEM fuel cells. California: Elsevier Academic Press, 2005.
- [11] Watkin, D.S., Fuel cell System. New York: Plenum Press, 1993.
- [12] เซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา: http://www.eere.energy.gov/.../fuelcell/fc_types.htm/
[10 สิงหาคม 2550]
- [13] มลภาวะทางด้านสิ่งแวดล้อม (ออนไลน์). แหล่งที่มา:
http://www.siliconchip.com.au/cms/A_30527/article.html [10 สิงหาคม 2550]
- [14] ศศิกานต์ เอ็นดู, ผลของตัวแปรต่อการเตรียมเอมอีไอในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
- [15] เซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา: <http://www.wikipedia.com> [10 สิงหาคม 2550]

- [16] สุภาภรณ์ เทอดเทียนวงษ์ และคณะ, เซลล์เชื้อเพลิงแบบพอลิเมอร์ของแข็ง การประชุมผู้เชี่ยวชาญเซลล์เชื้อเพลิง ครั้งที่ 1, สถาบันพัฒนาและฝึกอบรมโรงงานต้นแบบ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2543
- [17] เซลล์เชื้อเพลิง (ออนไลน์). แหล่งที่มา: <http://www.etek-inc.com/faq/index.php> [10 สิงหาคม 2550]
- [18] สุภัฏญา ทองคำ, ผลของขั้วไฟฟ้าแบบมีตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนโปรตอน, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [19] Metha, V., and Cooper J.S., Review and analysis of PEM fuel cell design and Manufacturing, Journal of Power Sources. 114 (2003): 32-53.
- [20] Appleby, A.J., and Foulkes, F.R., Fuel cell handbook New York: Van Nostrand Reinhold, 1989
- [21] เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า, พิมพ์ครั้งที่ 2 กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [22] Rao, C.R.K., and Trivedi, D.C., Chemical and electrochemical depositions of platinum group metals and their applications, Coordination Chemistry Reviews. 249 (2005): 613-361.
- [23] Thompson, S.D., Jordan, L.R., and Forsyth, M., Platinum electrodeposition for polymer electrolyte membrane fuel cell, Electrochimica Acta. 46 (2001): 1657-1663.
- [24] Kim, H., and Popov, B.N., Development of novel methode for preparation of PEMFC electrodes, Electrochemical and Solid-State Letters. 7(4) (2004): A71-A74.
- [25] Taylor, E.J., Anderson, E.B., and Vilambi, N.R.K., Preparation of high-platinum-utilization gas diffusion electrode for proton exchange membranr fuel cells, Electrochemical Society Letters. 139(5) (1992): L45-L46.
- [26] Kim, H., Subramanian, N.P., and Popov, B.N., Preparation of PEM fuel cell electrodes using pulse electrodeposition, Journal of Power Sources. 138 (2004): 14-24.
- [27] Fei, J.Y., and Wilcox, G.D., Electrodeposition of Zn-Co alloys pulse containing reverse current, Electrochimica Acta. 50 (2005): 1693-2698.
- [28] Sine wave (ออนไลน์). แหล่งที่มา: http://en.wikipedia.org/wiki/Sine_wave [28 สิงหาคม 2550]

- [29] Wood, D.L., Yi, J.S., and Nguyen, T.V., Effect of direct liquid water injection and interdigitated flow field on the performance of proton exchange membrane fuel cells, Electrochimica Acta. 43 (1998): 3795-3809.
- [30] ชนนิกันต์ เล็กขาว, การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าโลหะผสมแพลทินัมสำหรับออกซิเจนรีดักชันในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2548.
- [31] Duarte, M.M.E., Pilla, A.S., Sieben, J.M., and Mayer, C.E., Platinum particles electrodeposition on carbon substrates, Electrochemistry Communications. 8 (2006): 159-164.
- [32] Banyong, N., Kejvalee, P., Pornpote, P., Optimum condition of membrane electrode assembly fraction for PEM fuel cell, Korean J. Chem. Eng. 23(4) (2004): 570-575.
- [33] กาญจนา พงษ์ศักดิ์, การปรับปรุงสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับขั้วแอโนดเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มที่ทนทานคาร์บอนมอนอกไซด์, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [34] พัฒนพงษ์ สงวนรักษ์, การออกแบบหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงแบบเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนโปรตอน, วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2545.
- [35] Jordan, L.R., Shukla, A.K., Behring, T., Avery, N.R., Muddle, B.C., and Forsyth, M., Diffusion layer parameters influencing optimal fuel cell performance, Journal of Power Sources. 86 (2000): 250-254.
- [36] Mizuhata, H., Nakao, S., and Yamaguchi, T., Morphological control of PEMFC electrode by graft polymerization of polymer electrode onto platinum supported carbon black, Journal of Power Sources. 138 (2004): 25-30.
- [37] Jiabin, G., Andrew, H., and Hongtan, L., Effect of gas diffusion layer compression on PEM fuel cell performance, Journal of Power Sources. 159 (2006): 922-927.
- [38] Wang, Y., Wang, C.Y., and Chem, K.S., Elucidating differences between carbon paper and carbon cloth in polymer electrolyte fuel cells, Electrochimica Acta. 52 (2007): 3965-3975.

- [39] Chun, Y.G., Kim, C.S., Peck, D.H., and Shin, D.R., Performance of a polymer electrode membrane fuel cell with thin film catalyst electrode, Journal of Power Sources. 71 (1998): 174-178.
- [40] Wolf, V., Hubert, A.G., and Arnold, L., Handbook of fuel cells-Fundamentals Technology and Application, Vol.2: Electrocatalysis. New York: John Willey & Sons, 2003.
- [41] Passalacqua, E., Lufrano, F., Squadrito, G., Patti, A., and Giorgi, L., Nafion content in the catalyst layer of polymer electrolyte fuel cell: effect on structure and performance, Electrochimica Acta. 46 (2001): 799-805.
- [42] Lipkowski, J., and Ross, P.N., Electrocatalysis. New York: John Willey & Sons, 1998.
- [43] Alvisi, M., Galtieri, G., Giorgi, L., Giorgi, R., Serra, E., and Signore, M.A., Sputter deposition of Pt nanoclusters and thin films on PEM fuel cell electrodes, Surface & Coating Technology. 200 (2005): 1325-1329.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การคำนวณในการเตรียมปริมาณสารในชั้นที่มีสมบัติชอบน้ำ
(Hydrophilic layer loading)

การคำนวณปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำให้มีอัตราส่วนของกลีเซอรอลและเนฟิออนในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 มีตัวอย่างการคำนวณดังนี้

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำ 0.4 mg/cm^2 (บนขั้วไฟฟ้าพื้นที่ 5 cm^2)

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณสารผสมที่ต้องใช้} &= \text{พื้นที่} \times \text{ปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำ} \\ &= 5 \times 0.4 = 2 \text{ มิลลิกรัม} \end{aligned}$$

การเตรียมเนฟิออนต่อกลีเซอรอลในอัตราส่วน 1:1 แสดงว่า ในสารผสมทั้งหมด 2 มิลลิกรัม จะมีปริมาณเนฟิออนร้อยละ 50 และกลีเซอรอลร้อยละ 50

$$\text{➤ ปริมาณเนฟิออนที่ใช้} = \frac{50}{100} \times 2 = 1 \text{ มิลลิกรัม}$$

โดยเตรียมจากสารละลายเนฟิออน 5 wt% ($\rho_{\text{Nafion}} = 0.87 \text{ g/mL}$)

เนฟิออน 5 มิลลิกรัม อยู่ในสารละลายเนฟิออน 100 มิลลิกรัม

เนฟิออน 1 มิลลิกรัม อยู่ในสารละลายเนฟิออน 20 มิลลิกรัม หรือเท่ากับ 0.02 กรัม

$$\text{ดังนั้น ปริมาณเนฟิออนที่ใช้} = \frac{0.02}{0.87} = 0.022989 \text{ มิลลิลิตร หรือเท่ากับ } 22.99 \text{ ไมโครลิตร}$$

$$\text{➤ ปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้} = \frac{50}{100} \times 2 = 1 \text{ มิลลิกรัม หรือเท่ากับ } 0.001 \text{ กรัม}$$

($\rho_{\text{Glycerol}} = 1.261 \text{ g/mL}$)

$$\text{ดังนั้น ปริมาณกลีเซอรอลที่ใช้} = \frac{0.001}{1.261} = 0.000793 \text{ มิลลิลิตร หรือเท่ากับ } 0.793 \text{ ไมโครลิตร}$$

∴ ปริมาณสารในชั้นที่ชอบน้ำ 0.4 mg/cm^2 บนผ้าคาร์บอนขนาด 5 ตารางเซนติเมตร ต้องใช้สารผสมเนฟิออน 22.99 ไมโครลิตรและกลีเซอรอล 0.793 ไมโครลิตร

ตารางที่ ก.1 ผลการวิเคราะห์ความหนาชั้นไฟฟ้าที่มีปริมาณสารในชั้นที่ซอบน้ำแตกต่างกันบนผ้าคาร์บอนโดยไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา

ปริมาณสารในชั้นที่ซอบน้ำ (mg/cm ²)	ความหนา (μm)						ความหนาของชั้นที่ซอบน้ำ (μm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	เฉลี่ย	
0.4	370.0	370.0	372.0	374.0	370.0	371.2	6.8
0.8	378.0	375.0	375.0	375.0	378.0	376.2	11.8
1.2	385.0	380.0	380.0	378.0	380.0	380.6	16.2
1.6	388.0	390.0	388.0	388.0	385.0	387.8	23.4
2	395.0	395.0	395.0	400.0	398.0	396.6	32.2
ผ้าคาร์บอน	364.0	365.0	363.0	365.0	365.0	364.4	

ตารางที่ ก.2 ผลการวิเคราะห์สภาพความต้านทานของชั้นไฟฟ้าที่มีปริมาณสารในชั้นที่ซอบน้ำแตกต่างกันบนผ้าคาร์บอนโดยไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา

ปริมาณสารในชั้นที่ซอบน้ำ (mg/cm ²)	ความต้านทาน (ohm)						ความต้านทาน (ohm/cm ²)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	เฉลี่ย	
0.4	4.79	4.68	5.12	4.63	4.32	4.71	0.9416
0.8	3.45	3.25	3.32	3.5	3.53	3.41	0.6820
1.2	3.68	3.52	3.96	3.94	4.36	3.89	0.7784
1.6	7.62	8.36	8.49	8.08	7.86	8.08	1.6164
2	14.55	12.56	11.49	13.79	10.94	12.67	2.5332
Carbon cloth	5.97	6.13	6.36	6.77	7.09	6.46	1.2928

หมายเหตุ สารละลายเนฟิออน 5%wt. และพื้นที่ของอิเล็กโทรดเท่ากับ 5 ตารางเซนติเมตร

ภาคผนวก ข

การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า

การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าทำได้ 2 วิธี คือ คำนวณจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX และการคำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักขั้วไฟฟ้าก่อนและหลังการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพอกพูนด้วยไฟฟ้า ซึ่งทั้ง 2 วิธีมีตัวอย่างการคำนวณดังนี้

ข.1 การคำนวณปริมาณแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX

การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งในที่นี้ คือ แพลทินัม จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX สามารถคำนวณได้ดังสมการที่ (ข.1)

$$\text{Pt loading} = \frac{(\%Pt)(CL)_{\text{actual}}}{(A)(100)} \quad (\text{ข.1})$$

โดยที่ Pt loading คือ ปริมาณแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้า (มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร)
 %Pt คือ ร้อยละของแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย EDX
 $(CL)_{\text{actual}}$ คือ น้ำหนักของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้า (มิลลิกรัม)
 A คือ พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้า (ตารางเซนติเมตร)

ตัวอย่างข้อมูลจากการทดลองของขั้วไฟฟ้า PC-4

ร้อยละของแพลทินัมจาก EDX; (%Pt)	90.72	
น้ำหนักของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา; $(CL)_{\text{actual}}$	2.2	มิลลิกรัม
พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้า; (A)	6.9	ตารางเซนติเมตร

$$\text{Pt loading} = \frac{(90.72)(2.2)}{(6.9)(100)} = 0.29 \text{ mg/cm}^2$$

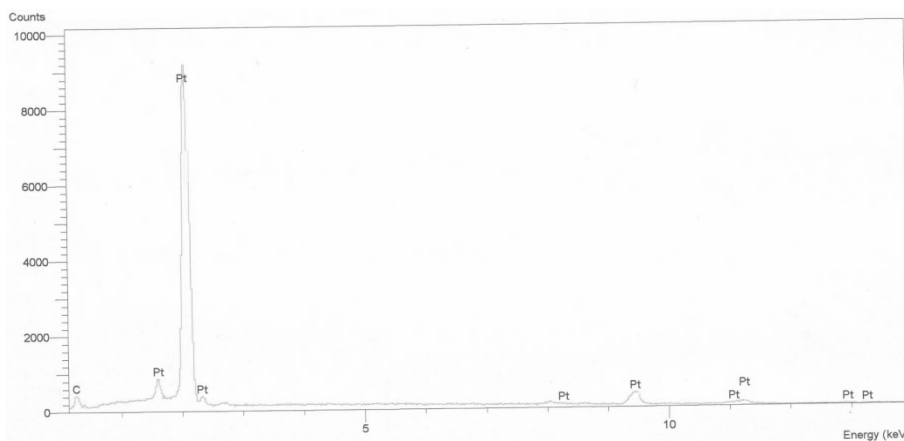
∴ ปริมาณแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้าเท่ากับ 0.29 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร

โดยข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย EDX แสดงในตารางที่ ข.1 และผลการวิเคราะห์ด้วย EDX แสดงดังในรูปที่ ข.1-ข.11

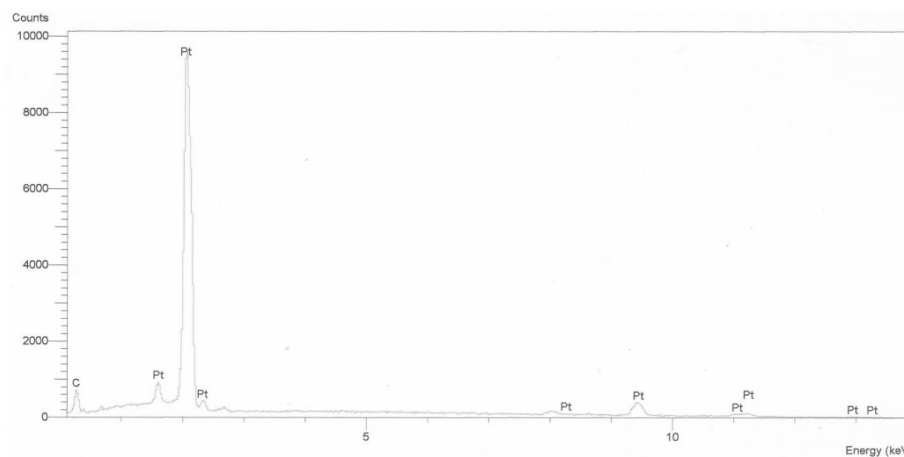
ตารางที่ ข.1 ข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX

ขั้วไฟฟ้า	พื้นที่ (ตารางเซนติเมตร)	น้ำหนักผ้าคาร์บอน ก่อนการพอกพูน ด้วยไฟฟ้า (มิลลิกรัม)	น้ำหนักผ้าคาร์บอน หลังการพอกพูน ด้วยไฟฟ้า (มิลลิกรัม)	น้ำหนัก แพลทินัม (มิลลิกรัม)	ร้อยละโดยน้ำหนักของแพลทินัมจาก EDX				ปริมาณแพลทินัม บนขั้วไฟฟ้า (มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร)
					จุดที่ 1	จุดที่ 2	จุดที่ 3	เฉลี่ย	
DC-1	6.9	128.5	137.0	8.5	84.42	84.38	84.00	84.27	1.04
DC-2	6.9	130.6	134.9	4.3	81.84	81.82	81.79	81.82	0.51
DC-3	6.9	128.0	130.6	2.7	81.78	81.76	81.72	81.75	0.32
DC-4	6.9	140.8	142.7	1.9	90.68	90.43	90.75	90.62	0.25
DC-5	6.9	140.3	142.9	2.5	93.84	92.85	93.12	93.27	0.34
DC-6	6.9	132.9	142.9	10.0	87.12	86.78	86.87	86.92	1.26
PC-1	6.9	138.4	141.0	2.6	82.27	83.02	82.32	82.54	0.31
PC-2	6.9	139.4	142.3	2.9	88.95	89.11	89.51	89.19	0.37
PC-3	6.9	136.8	140.1	3.3	96.18	95.75	96.41	96.11	0.46
PC-4	6.9	142.3	144.5	2.2	90.18	91.02	90.95	90.72	0.29
PC-5	6.9	140.0	142.8	2.8	86.24	86.88	86.19	86.44	0.35
PC-6	6.9	140.5	142.6	2.1	90.15	90.65	90.00	90.27	0.27
PC-7	6.9	142.3	144.6	2.3	91.22	91.54	91.68	91.48	0.30

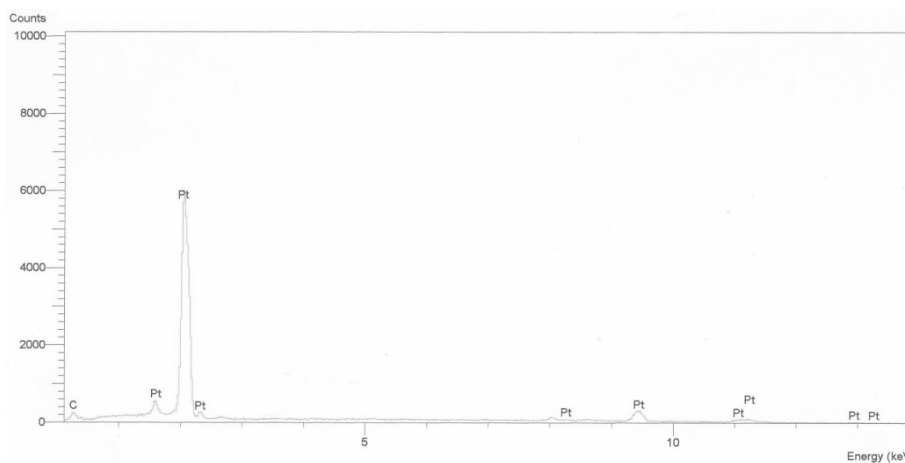
ผลการวิเคราะห์ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง EDX



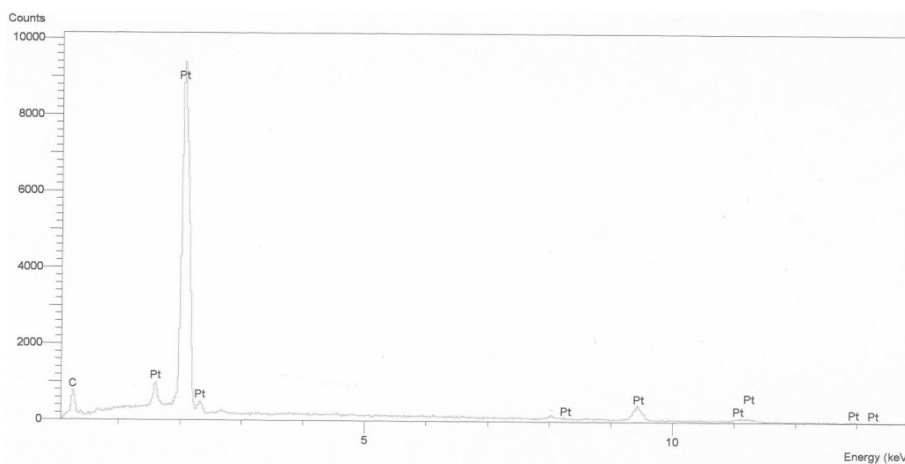
รูปที่ ข.1 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่มีความหนาแน่นกระแส 5 mA/cm² ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm² (DC-1)



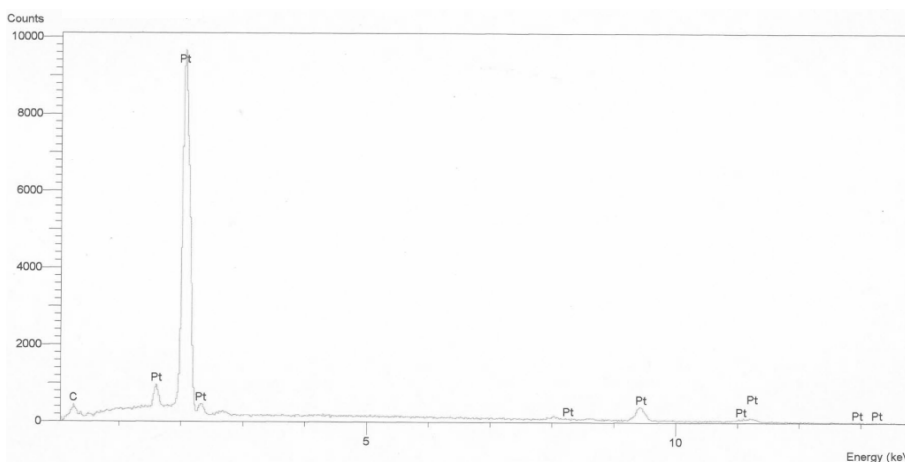
รูปที่ ข.2 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่มีความหนาแน่นกระแส 10 mA/cm² ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm² (DC-2)



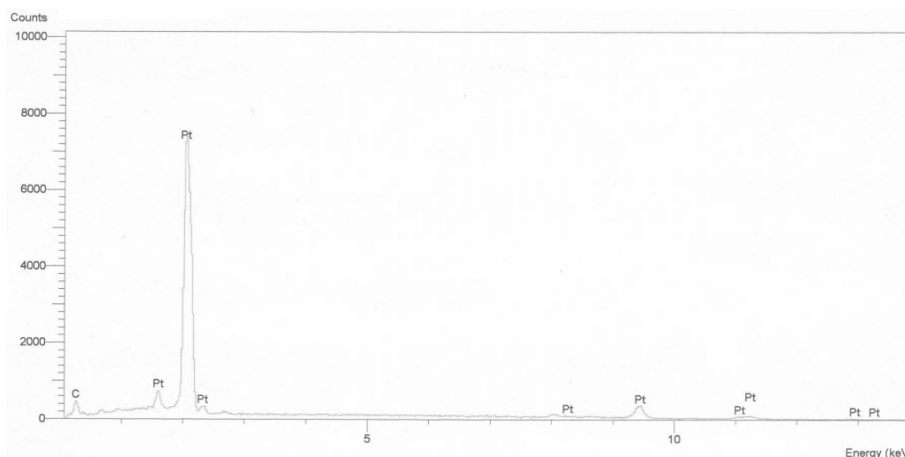
รูปที่ ข.3 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่ความหนาแน่นกระแส 20 mA/cm² ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm² (DC-3)



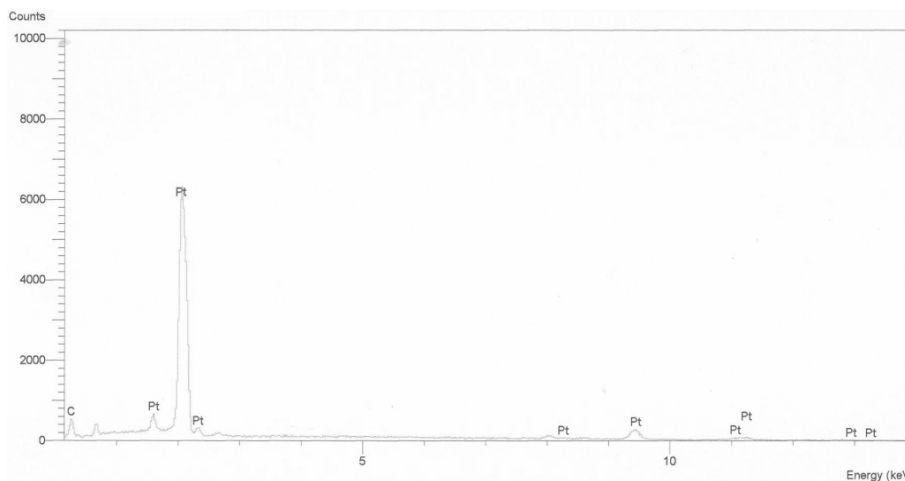
รูปที่ ข.4 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่ความหนาแน่นกระแส 40 mA/cm² ความหนาแน่นประจุ 4 C/cm² (DC-4)



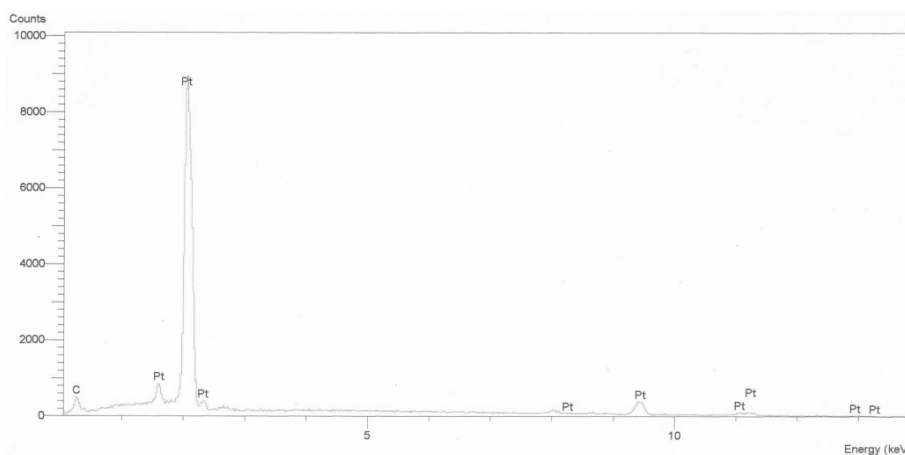
รูปที่ ข.5 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่ความหนาแน่นกระแส 10 mA/cm² ความหนาแน่นประจุ 2 C/cm² (DC-5)



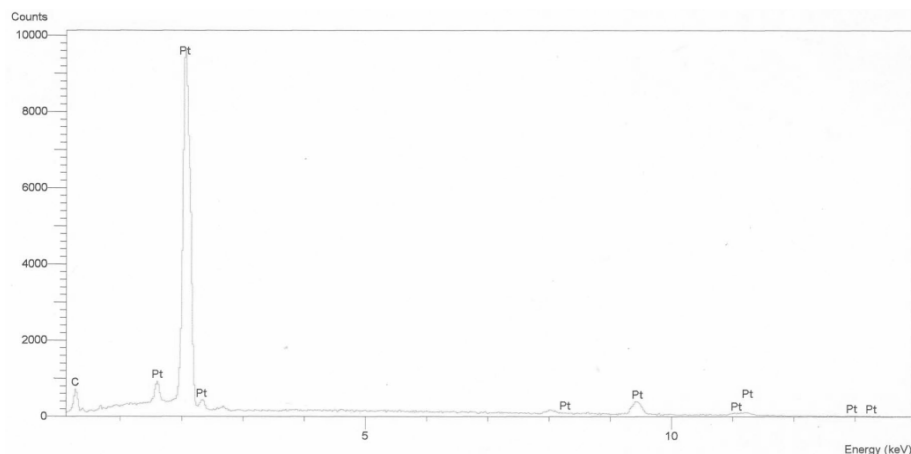
รูปที่ ข.6 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่
ที่ความหนาแน่นกระแส 10 mA/cm^2 ความหนาแน่นประจุ 6 C/cm^2 (DC-6)



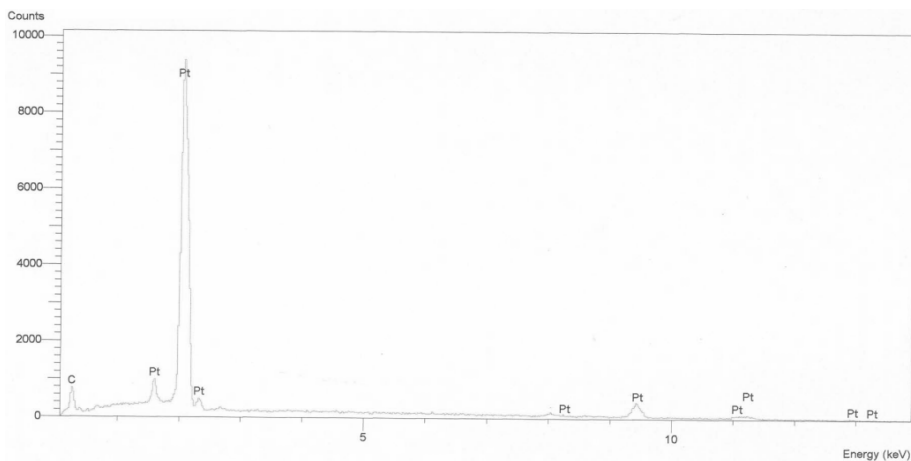
รูปที่ ข.7 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ
ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 (5% duty cycle) ความถี่ 10 Hz (PC-1)



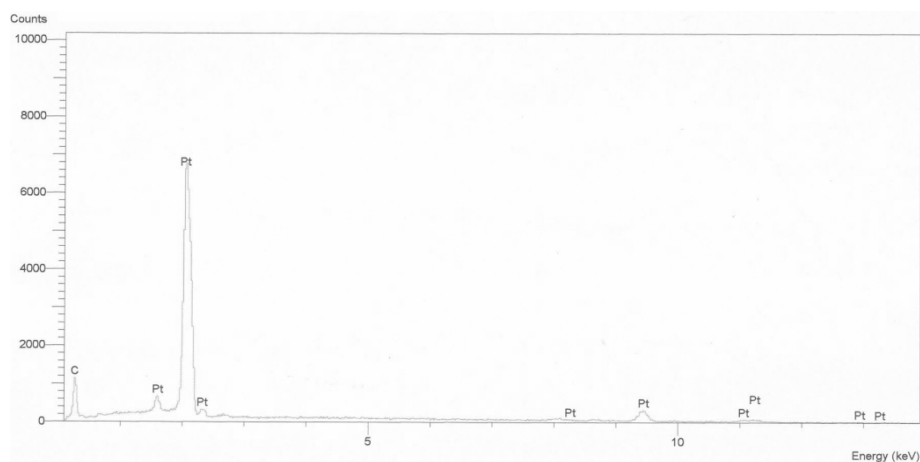
รูปที่ ข.8 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ
ที่ความหนาแน่นกระแส 50 mA/cm^2 (20% duty cycle) ความถี่ 10 Hz (PC-2)



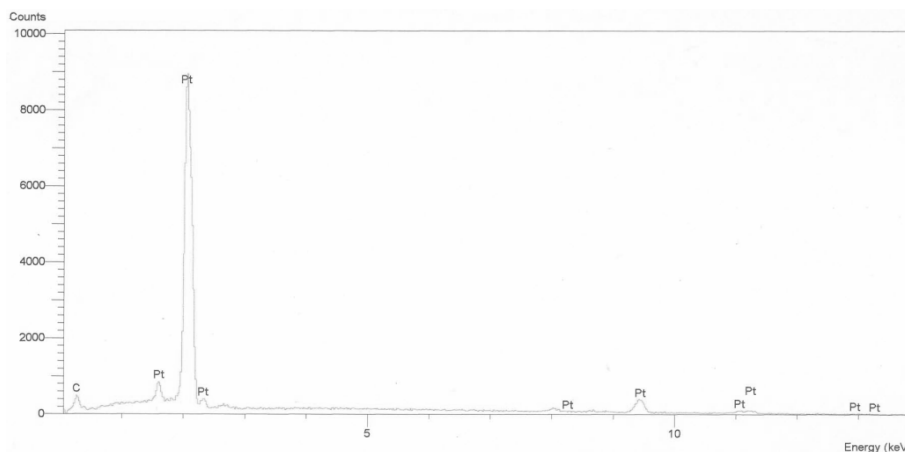
รูปที่ ข.9 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแส 20 mA/cm² (50% duty cycle) ความถี่ 10 Hz (PC-3)



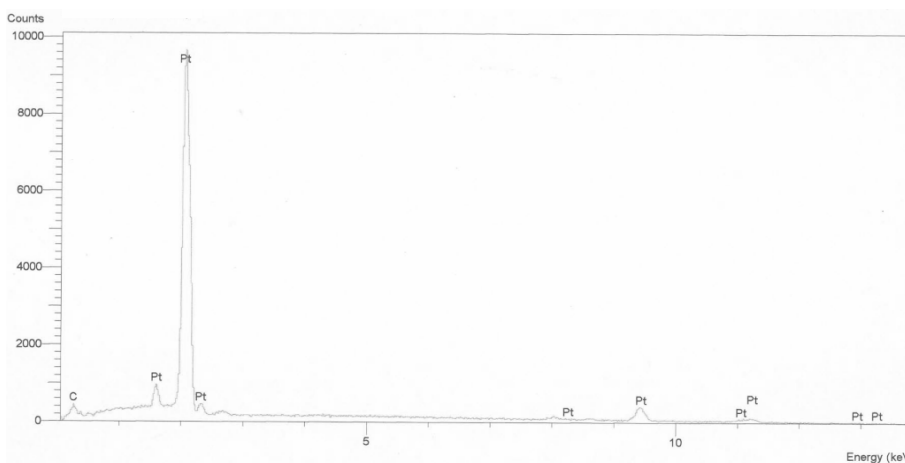
รูปที่ ข.10 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² (5% duty cycle) ความถี่ 1 Hz (PC-4)



รูปที่ ข.11 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm² (5% duty cycle) ความถี่ 100 Hz (PC-5)



รูปที่ ข.12 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 เวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 0.45 s (PC-6)



รูปที่ ข.13 EDX ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากการพอกพูนด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแส 200 mA/cm^2 เวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า 1.95 s (PC-7)

ข.2 การคำนวณจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

ก่อนทำการพอกพูนขั้วไฟฟ้าในแต่ละครั้งให้ทำการชั่งน้ำหนักของขั้วไฟฟ้าก่อนและเมื่อทำการพอกพูนด้วยไฟฟ้าเสร็จจะต้องชั่งน้ำหนักของขั้วไฟฟ้าด้วยน้ำกลั่นเพื่อล้างสารละลายแพลทินัมส่วนเกินออกแล้วนำขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการอบไล่ความชื้นแล้วไปชั่งน้ำหนักของขั้วไฟฟ้าหลังการพอกพูนบนสมมติฐานที่ว่า น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นมาหลังจากการพอกพูนด้วยไฟฟ้า คือ น้ำหนักของโลหะแพลทินัมที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่มายึดเกาะบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า

$$\text{Pt loading} = \frac{\text{wt. electrode}_{\text{after electrodeposition}} - \text{wt. electrode}_{\text{before electrodeposition}}}{\text{Area of electrode}}$$

ตัวอย่างข้อมูลจากการทดลองของขั้วไฟฟ้า PC-4

น้ำหนักขั้วไฟฟ้าก่อนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า	142.3	มิลลิกรัม
น้ำหนักขั้วไฟฟ้าหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า	144.5	มิลลิกรัม
พื้นที่ผิวของขั้วไฟฟ้า	6.9	ตารางเซนติเมตร

$$\text{Pt loading} = \frac{144.5 - 142.3}{6.9} = 0.32 \text{ mg / cm}^2$$

∴ ปริมาณแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้าเท่ากับ 0.32 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร

โดยข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า แสดงในตารางที่ ข.2

ตารางที่ ข.2 ข้อมูลการคำนวณปริมาณแพลทินัมจากความแตกต่างของน้ำหนักก่อนและหลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า

ขั้วไฟฟ้า	พื้นที่ (ตารางเซนติเมตร)	น้ำหนักผ้าคาร์บอน ก่อนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า (มิลลิกรัม)				น้ำหนักผ้าคาร์บอน หลังการพอกพูนด้วยไฟฟ้า (มิลลิกรัม)				น้ำหนักแพลทินัม (มิลลิกรัม)	ปริมาณแพลทินัม บนขั้วไฟฟ้า (มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร)
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย		
DC-1	6.9	128.8	128.1	128.5	128.5	136.7	136.9	137.4	137.0	8.5	1.24
DC-2	6.9	131.1	130.6	130.2	130.6	134.8	135.2	134.7	134.9	4.3	0.62
DC-3	6.9	127.5	128.3	128.1	128.0	130.7	130.2	131.0	130.6	2.7	0.39
DC-4	6.9	141.1	140.8	140.5	140.8	142.5	142.9	142.6	142.7	1.9	0.27
DC-5	6.9	140.2	140.5	140.3	140.3	142.9	142.6	143.1	142.9	2.5	0.37
DC-6	6.9	132.9	133.4	132.4	132.9	144.1	143.3	141.2	142.9	10.0	1.44
PC-1	6.9	138.5	138.2	138.4	138.4	141.1	141.2	140.7	141.0	2.6	0.38
PC-2	6.9	139.4	139.6	139.1	139.4	142.3	142.1	142.4	142.3	2.9	0.42
PC-3	6.9	136.7	137.0	136.8	136.8	140.0	140.3	140.1	140.1	3.3	0.48
PC-4	6.9	142.3	142.1	142.4	142.3	144.5	144.7	144.2	144.5	2.2	0.32
PC-5	6.9	140.1	139.9	140.0	140.0	142.8	142.9	142.7	142.8	2.8	0.41
PC-6	6.9	140.3	140.5	140.8	140.5	142.8	142.4	142.5	142.6	2.0	0.29
PC-7	6.9	142.1	142.5	142.3	142.3	144.5	144.8	144.7	144.6	2.3	0.33

ภาคผนวก ค

ผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction

การคำนวณขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการวิเคราะห์ X-rays diffraction สามารถคำนวณได้จาก Debye-Scherrer Equation ดังสมการที่ (ค.1) โดยเลือกใช้พีคของแพลทินัม (111) ในการคำนวณหาขนาดอนุภาคของแพลทินัม เนื่องจากเป็นโครงสร้างที่มีความเหมาะสมที่สุดในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์

$$L = \frac{0.9\lambda_{kal}}{\beta_{2\theta} \cos \theta_{max}} \quad (\text{ค.1})$$

โดยที่	L	คือ	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)
	λ_{kal}	คือ	ความยาวคลื่นของ X-rays ในที่นี้คือ 1.54056 \AA หรือ 0.154056 นาโนเมตร
	$\beta_{2\theta}$	คือ	ความกว้างที่ความเข้มครึ่งหนึ่งของพีค Pt(111) (เรเดียน)
	θ	คือ	Bragg angle ของการสะท้อนของรังสี (เรเดียน)

ตัวอย่างการคำนวณขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากข้อมูลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-rays diffraction ของขั้วไฟฟ้า PC-4 เป็นดังนี้

$$\begin{aligned} \beta_{2\theta} &= 0.341 \text{ องศา หรือ } 0.005952 \text{ เรเดียน} \\ 2\theta &= 39.60 \text{ องศา ดังนั้น } \theta = 19.80 \text{ องศา หรือ } 0.3456 \text{ เรเดียน} \\ \cos \theta &= \cos(0.3456) = 0.999982 \end{aligned}$$

แทนค่าในสมการที่ (ค.1)

$$L = \frac{0.9 \times 0.154056}{0.005952 \times 0.999982} = 23.30 \text{ นาโนเมตร}$$

โดยข้อมูลการคำนวณขนาดอนุภาคแพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย X-rays diffraction แสดงในตารางที่ ค.1

ตารางที่ ค.1 ข้อมูลการคำนวณขนาดอนุภาคพลทินัมจากการวิเคราะห์ด้วย X-rays diffraction

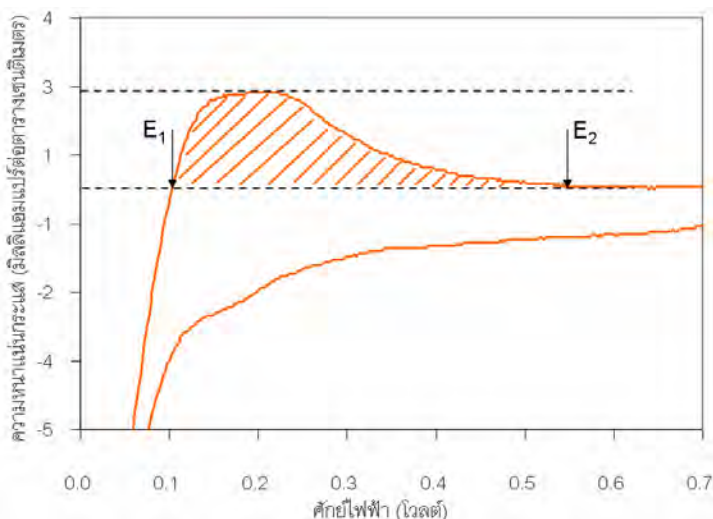
ขั้วไฟฟ้า	Angle 2θ	d-value	Intensity	$\beta_{2\theta}$	ขนาดอนุภาค
	(องศา)	(Å)	(Counts/sec)	(เรเดียน)	(นาโนเมตร)
DC-1	39.70	2.27	94.00	0.003508	46.40
DC-2	39.76	2.27	72.00	0.004660	33.40
DC-3	39.64	2.27	86.00	0.003875	35.78
DC-4	39.78	2.26	554.00	0.003508	39.52
DC-5	38.82	2.26	674.00	0.004433	31.28
DC-6	39.82	2.26	542.00	0.003526	46.30
PC-1	39.74	2.27	62.00	0.005777	24.00
PC-2	39.80	2.26	411.00	0.005061	27.39
PC-3	39.78	2.26	1018.00	0.004154	33.38
PC-4	39.60	2.27	63.00	0.005952	23.30
PC-5	39.78	2.26	473.00	0.005393	25.71
PC-6	39.621	2.27	299	0.005271	26.31
PC-7	39.801	2.26	717	0.005515	25.14

ภาคผนวก ง

ผลการคำนวณหาพื้นที่ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry (CV)

การวิเคราะห์ Cyclic Voltammetry เป็นการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าบนขั้วไฟฟ้า โดยทางด้านแอโนดป้อนแก๊สไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที ทางด้านแคโทด ป้อนแก๊สไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที ภาวะที่ใช้ในการทดลอง คือ ช่วง ความต่างศักย์ 0.01-0.8 โวลต์ อัตราการเปลี่ยนความต่างศักย์ (scan rate) เท่ากับ 50 มิลลิโวลต์ ต่อวินาที ที่อุณหภูมิห้อง

ประจุไฟฟ้าสามารถหาได้จากพื้นที่ใต้กราฟของพีคที่เกิดการออกซิเดชัน ดังแสดงในรูปที่ ง.1 โดยใช้คอมพิวเตอร์ในการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟจากการเลือก Analysis แบบ Integrate between markers และเลือกจุด 2 จุด คอมพิวเตอร์จะทำการอินทิเกรตหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) หน่วยเป็นคูลอมป์ จากนั้นนำค่าประจุไฟฟ้าที่ได้ไปคำนวณหาค่าพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (Electrochemical active surface (EAS) หรือ Specific surface (S)) [43] ตามสมการที่ ง.1



รูปที่ ง.1 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนภายในเซลล์เชื้อเพลิง

$$EAS(\text{cm}^2 \text{Ptg}^{-1} \text{Pt}) = \frac{\text{charge}(\mu\text{C cm}^{-2})}{210(\mu\text{C cm}^{-2} \text{Pt}) \times \text{catalyst loading}(\text{gPt cm}^{-2})} \quad (\text{ง.1})$$

ข้อมูลการทดลองของขั้วไฟฟ้า PC-4

จากการอินทิเกรตพื้นที่ใต้กราฟ ได้ค่าประจุไฟฟ้าเท่ากับ 0.079580 คูลอมป์

พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าเท่ากับ 5 ตารางเซนติเมตร

ดังนั้น ประจุไฟฟ้าจะเท่ากับ 0.015916 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร

หรือ เท่ากับ 15,916 ไมโครคูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร นำไปแทนค่าในสมการ (ง.1) จะได้

$$EAS(cm^2 Ptg^{-1} Pt) = \frac{15916 \mu C cm^{-2}}{210(\mu C cm^{-2} Pt) \times 0.00029(gPt cm^{-2})} = 261346.47 cm^2 / g$$

∴ พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าเท่ากับ 261,346.47 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม
หรือเท่ากับ 26.13 ตารางเมตรต่อกรัม

โดยข้อมูลการคำนวณพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าจากการวิเคราะห์ด้วย
Cyclic voltammetry แสดงในตารางที่ ง.1

ตารางที่ ง.1 ข้อมูลการคำนวณพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าจากการวิเคราะห์ด้วย Cyclic voltammetry

ขั้วไฟฟ้า	พื้นที่ได้กราฟจาก CV	ประจุไฟฟ้า (Q_H) (C/cm ²)	Pt loading (mg/cm ²)	พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (EAS) (m ² /g)
DC-1	0.038830	0.007766	1.04	3.56
DC-2	0.066750	0.013350	0.51	12.46
DC-3	0.039120	0.007824	0.32	11.64
DC-4	0.025500	0.005100	0.25	9.71
DC-5	0.059670	0.011934	0.34	16.71
DC-6	0.048730	0.009746	1.26	3.68
PC-1	0.069470	0.013894	0.31	21.34
PC-2	0.068800	0.013760	0.37	17.71
PC-3	0.061510	0.012302	0.46	12.73
PC-4	0.079580	0.015916	0.29	26.13
PC-5	0.069394	0.013879	0.35	18.88
PC-6	0.052715	0.010543	0.27	18.59
PC-7	0.065518	0.013104	0.30	20.80
ขั้วไฟฟ้าทางการค้า	0.089763	0.017953	0.50	17.10
เฮมิโอเอทางการค้า	0.579400	0.115880	1.00	55.18

จากความสัมพันธ์ของสมการที่ (2.5)-(2.11) สามารถคำนวณภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าบนขั้วไฟฟ้า ได้ดังตารางที่ จ.1

ตารางที่ จ.1 ภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้าด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่และการให้กระแสแบบเป็นช่วงๆ

	Electrode	i_{dc} (mA/cm ²)	i_p (mA/cm ²)	Q (C/cm ²)	t_{total} (s)	t_{on} (s)	t_{off} (s)	Number cycle	Duty cycle (%)	Frequency (Hz)
Direct current Electrodeposition	DC-1	5	-	4	800	800	-	1	-	-
	DC-2	10	-	4	400	400	-	1	-	-
	DC-3	20	-	4	200	200	-	1	-	-
	DC-4	40	-	4	100	100	-	1	-	-
	DC-5	10	-	2	200	200	-	1	-	-
	DC-6	10	-	6	600	600	-	1	-	-
Pulse current electrodeposition	PC-1	10	200	2	0.1	0.005	0.095	400	5	10
	PC-2	10	50	2	0.1	0.02	0.08	400	20	10
	PC-3	10	20	2	0.1	0.05	0.05	400	5	10
	PC-4	10	200	2	1	0.05	0.95	40	5	1
	PC-5	10	200	2	0.01	0.0005	0.0095	4000	5	1
	PC-6	20	200	2	0.5	0.05	0.45	40	10	2
	PC-7	5	200	2	2	0.05	1.95	40	2.5	0.5

ตารางที่ จ.3 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบคงที่ ที่ค่าความหนาแน่นกระแส 20 mA/cm² และความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 C/cm² บนพื้นผิวขั้วไฟฟ้าที่มีชั้นการแพร่ของแก๊สแตกต่างกัน

อัตราการไหลของไฮโดรเจน = 100 sccm

อุณหภูมิของระบบให้ความชื้นด้านแอโนด = 65 °C

อัตราการไหลของออกซิเจน = 100 sccm

อุณหภูมิของระบบให้ความชื้นด้านแคโทด = 60 °C

ความดัน = 1 บรรยากาศ

อุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง = 60 °C

Potential (V)	Carbon paper		Potential (V)	Carbon cloth	
	Current density (mA/cm ²)	Power density (mW/cm ²)		Current density (mA/cm ²)	Power density (mW/cm ²)
0.9	0.57	0.49	0.9	0.64	0.56
0.85	0.55	0.47	0.85	0.75	0.64
0.8	0.70	0.56	0.8	1.25	1.00
0.7	2.45	1.71	0.7	9.33	6.53
0.6	7.63	4.58	0.6	34.05	20.43
0.5	16.16	8.08	0.5	83.50	41.75
0.4	28.36	11.34	0.4	167.40	66.96
0.3	42.80	12.84	0.3	278.47	83.54
0.2	63.84	12.77	0.2	395.60	79.12
0.1	82.80	8.28	0.1	504.04	50.40

ตารางที่ ๑.10 ปริมาณความหนาแน่นกระแสและความหนาแน่นกำลังไฟฟ้ากับความต่างศักย์ของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าแบบเป็นช่วงๆ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 200 mA/cm² เวลาในการให้กระแสไฟฟ้า 0.05 วินาที และเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้าแตกต่างกันจาก 0.45-1.95 วินาที

อัตราการไหลของไฮโดรเจน = 100 sccm

อุณหภูมิของระบบให้ความชื้นด้านแอโนด = 65 °C

อัตราการไหลของออกซิเจน = 100 sccm

อุณหภูมิของระบบให้ความชื้นด้านแคโทด = 60 °C

ความดัน = 1 บรรยากาศ

อุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง = 60 °C

Potential (V)	Off time (for PC electrodeposition)							
	0.45 s (PC-6)		Potential (V)	0.95 s (PC-4)		Potential (V)	1.95 s (PC-7)	
	Current density (mA/cm ²)	Power density (mW/cm ²)		Current density (mA/cm ²)	Power density (mW/cm ²)		Current density (mA/cm ²)	Power density (mW/cm ²)
0.95	1.34	1.28	0.95	1.34	1.27	0.95	1.40	1.33
0.9	6.41	5.77	0.9	7.57	6.81	0.9	7.63	6.87
0.8	64.58	51.66	0.8	73.18	58.54	0.8	70.68	56.54
0.7	168.16	117.71	0.7	195.74	137.02	0.7	178.96	125.27
0.6	266.80	160.08	0.6	318.30	190.98	0.6	285.50	171.30
0.5	379.80	189.90	0.5	475.30	237.65	0.5	411.90	205.95
0.4	475.00	190.00	0.4	612.60	245.04	0.4	527.20	210.88
0.3	578.40	173.52	0.3	735.00	220.50	0.3	635.50	190.65
0.2	669.20	133.84	0.2	854.50	170.90	0.2	744.88	148.98
0.1	757.80	75.78	0.1	965.40	96.54	0.1	836.91	83.69

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวนพวรรณ สายบัวทอง เกิดวันที่ 8 สิงหาคม 2526 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนชินนรสถวิทยาลัย จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ในปีการศึกษา 2547 ก่อนเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเมื่อ ปีการศึกษา 2548