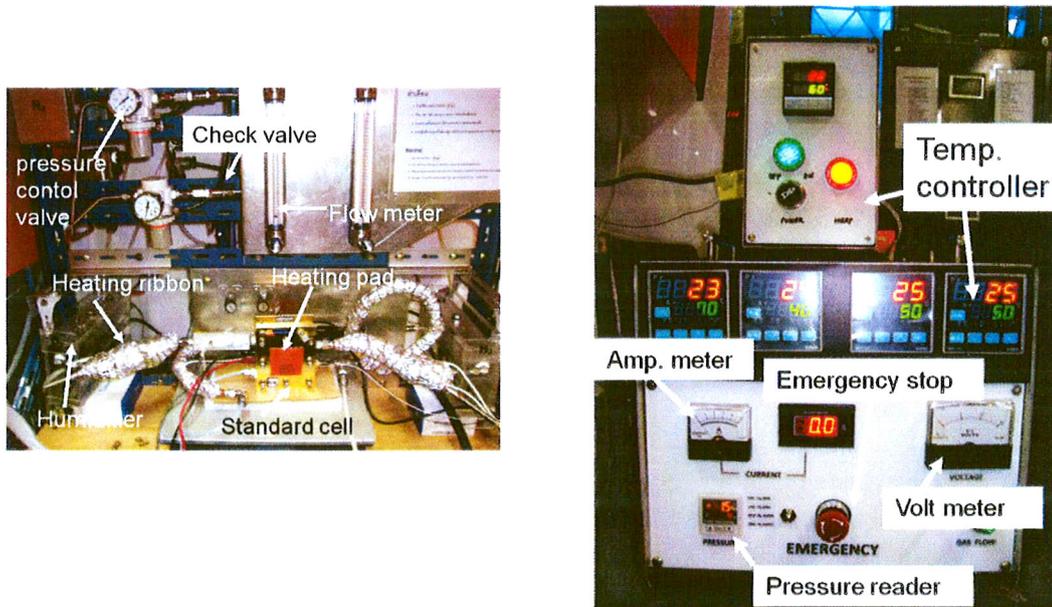


บทที่ 3 ผลการทดลอง

กิจกรรมที่ 1 เครื่องทดสอบประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิง

องค์ประกอบหลักของเครื่องทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงเป็นดังรูปที่ 20



รูปที่ 20 องค์ประกอบหลักของเครื่องทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

ส่วนประกอบ และหน้าที่ของอุปกรณ์ในรูปที่ 20 ซ้ายมือ เป็นดังนี้

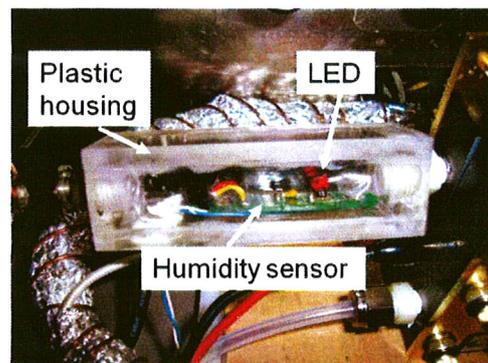
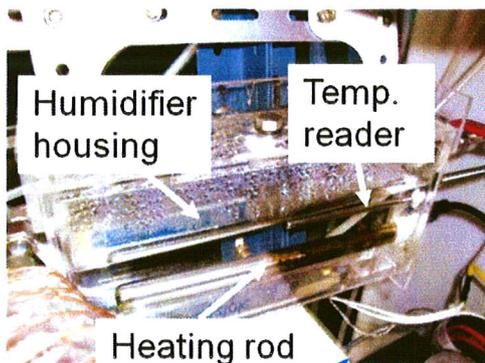
- Pressure control valve ทำหน้าที่ควบคุมความดันก๊าซ
- Check valve ทำหน้าที่ป้องกันการไหลย้อนกลับของก๊าซ
- Flow meter ทำหน้าที่ในการควบคุมปริมาตรการไหลของก๊าซ ในเครื่องทดสอบนี้ได้มีการลดต้นทุนการผลิตโดยใช้ Flow meter แทน Mass flow controller แต่มีข้อเสียคือ ปริมาตรก๊าซที่ยอมให้ไหลผ่านมีค่าจำกัดอยู่ที่ 150 SCCM
- Heating pad เป็นฮีตเตอร์ซึ่งทำจากยางซิลิโคน ทำหน้าที่ให้ความร้อนแก่เซลล์
- Heating ribbon เป็นขดลวดความร้อนอยู่ในไฟเบอร์กลาส สามารถนำมาพันรอบท่อได้ ในที่นี้มีการพันอะลูมิเนียมฟอยล์รอบผิววนนอกอีกชั้นเพื่อกันเศษไฟเบอร์กลาสที่ร่วงหล่น การพันท่อมี่สิ่งทีควรระวังคือผ้าไฟเบอร์ต้องพันแบบเหลื่อมกันในแนวยาวและต้องแนบกับผิวท่อ ส่วนเทอร์โมคัปเปิลที่ตรวจอุณหภูมิท่อที่ถูกให้ความร้อนต้องแนบกับท่อเช่นกันและต้องถูกทำการตรวจสอบทุกครั้งเพื่อกันไม่ให้ Heating ribbon ให้ความร้อนแก่ท่อเกินที่ตั้งไว้ซึ่งอาจทำให้ไฮโดรเจนเกิดการจุดประกายไฟด้วยตัวเอง (Self ignite) ที่อุณหภูมิสูงได้

ส่วนประกอบ และหน้าที่หลักของอุปกรณ์ในรูปที่ 20 ขวามือ เป็นดังนี้

- Temperature controller ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิของ Heating ribbon และ Heating pad
- Emergency stop เป็นปุ่มกดเพื่อหยุดการปล่อยก๊าซจากถัง ปุ่มนี้ต่อกับโซลีนอยด์วาล์วที่ติดกับตัวถังไฮโดรเจน
- Volt meter และ Ampmeter ทำหน้าที่อ่านค่าแรงดันและกระแสที่ตกคร่อมเซลล์

ส่วนประกอบ และหน้าที่หลักของอุปกรณ์ในรูปที่ 21 เป็นดังนี้

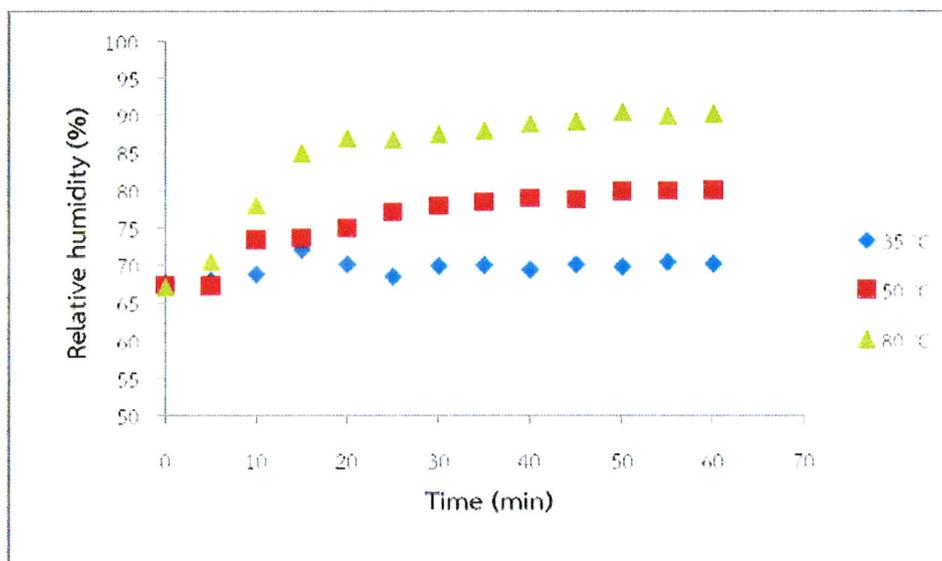
- Humidifier อุปกรณ์สร้างความชื้น ดังแสดงในรูปที่ 21 (ซ้าย) ทำโดยการให้ความร้อนแก่น้ำโดยใช้ฮีตเตอร์อ่างปลา
- Modified humidity sensor เซนเซอร์วัดความชื้น แสดงไว้ดังรูปที่ 21 (ขวา) สามารถต่อเข้าโดยตรงกับท่อเซนเซอร์ประยุกต์จากเซนเซอร์วัดความชื้นที่มีขายในท้องตลาด แต่มีการให้ความร้อนด้วยหลอด LED เพื่อป้องกันการควบแน่นของน้ำที่หัวอ่าน



รูปที่ 21 เครื่องทำความชื้นอย่างง่าย (ซ้าย) และอุปกรณ์สำหรับวัดความชื้นในท่อ (ขวา)

เครื่องทำความชื้นอย่างง่ายแบบให้ความร้อนที่สร้างขึ้นมีประโยชน์ คือ เป็นการให้ความชื้นและความร้อนแก่ก๊าซ (Gas preheat) ที่จะผ่านเข้าไปในเซลล์ PEM ซึ่งทำงานได้ดีอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 50-80 °C เมื่อใช้ Nafion เป็นอิเล็กโทรไลต์ ข้อเสียของไอน้ำคือสามารถควบแน่นได้ง่าย ดังนั้นบริเวณท่อที่ไอน้ำจะไหลผ่านต้องให้ความร้อนด้วย จึงทำให้เป็นการเพิ่มค่าใช้จ่ายในส่วนของการเพิ่มอุปกรณ์ที่เป็นฮีตเตอร์สำหรับพื้นที่ท่อและระบบควบคุมความร้อน

ปกติแล้วเครื่องวัดความชื้นในท่อมิราคาแพง ส่วนประกอบสำคัญคือแผ่นให้ความร้อน ซึ่งต้องติดตั้งไว้ใกล้กับหัววัดเพื่อป้องกันการควบแน่นของน้ำซึ่งจะทำให้หัววัดอ่านค่าผิดพลาดหรือพังได้ ทางผู้วิจัยได้ลองออกแบบเครื่องวัดความชื้นอย่างง่ายโดยการนำหลอด LED มาให้ความร้อนแก่หัววัดและทำการอ่านค่าความชื้นซึ่งแปรผันตามเวลาดังรูปที่ 22 โดยสภาวะที่ทำการวัด คือ ปริมาตรการไหลของอากาศเท่ากับ 100 SCCM ทำการให้ความร้อนกับน้ำเป็น 35, 50 และ 80 °C ตามลำดับ



รูปที่ 22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง เวลา และความชื้นที่วัดได้

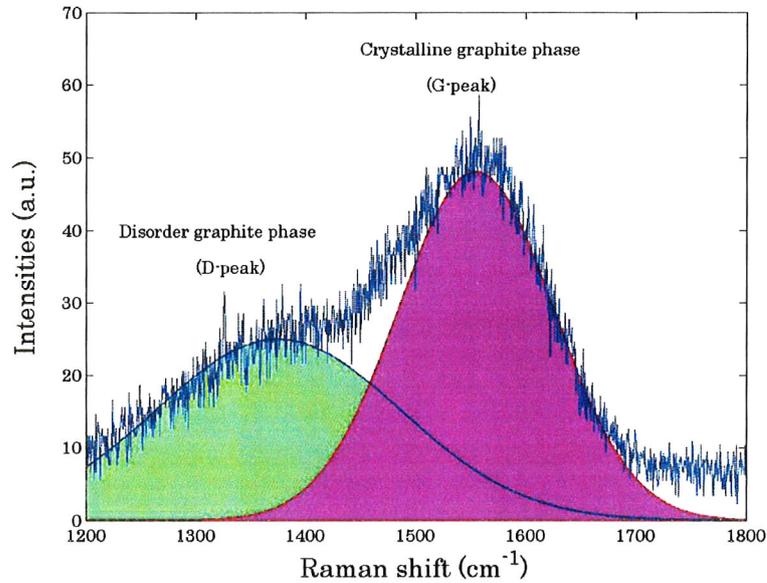
เครื่องวัดความชื้นถูกติดตั้งไว้ที่ก่อนทางเข้าเซลล์ ขดลวดความร้อนถูกตั้งไว้ที่อุณหภูมิ 50 °C ความชื้นที่วัดได้ตามเวลาเริ่มเข้าสู่จุดสมดุล ที่ค่าประมาณ 70 %, 80 % และ 90 % ณ เวลาประมาณ 20, 35 และ 50 นาที เมื่ออุณหภูมิให้ความร้อนแก่น้ำเป็น 35, 50 และ 85 °C ตามลำดับ การที่เวลาเข้าสู่จุดสมดุลมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิเนื่องจาก ไอร้อนที่อุณหภูมิสูงมีการควบแน่นออกมาเป็นน้ำที่ด้านข้างของภาชนะและทำให้ปริมาณไอน้ำที่จะถูกพาไปโดยก๊าซลดลง

เครื่องทำความชื้นนี้สามารถทำความชื้นได้สูงสุด 90 % สำหรับอัตราการไหลของก๊าซ 100 SCCM และไม่เหมาะสำหรับการใช้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 95 °C เพราะจะมีผลต่อเสถียรภาพของกาวที่ยึดโครงสร้าง ในการทดลองเพื่อหาค่าสมรรถภาพของเซลล์ ความร้อนที่ถูกเลือกใช้ในการให้ความร้อนกับเครื่องทำความชื้น คือ 80 °C

กิจกรรมที่ 2 คุณสมบัติของฟิล์ม DLC

2.1 การวัดอัตราส่วนความเป็นเพชร-แกรไฟต์ในฟิล์ม DLC จากรามานสเปกตรัม

หลังจากทำการวิเคราะห์โครงสร้างฟิล์มด้วยรามานสเปกโทรสโคปีจะได้อรามานสเปกตรัมที่ประกอบขึ้นจาก 2 พีค (Peak) อันเกิดจากการกระเจิงของแสงจากโครงสร้างแบบ Graphite (sp^2) และ Disorder graphite (sp^3) ดังแสดงในรูปที่ 23

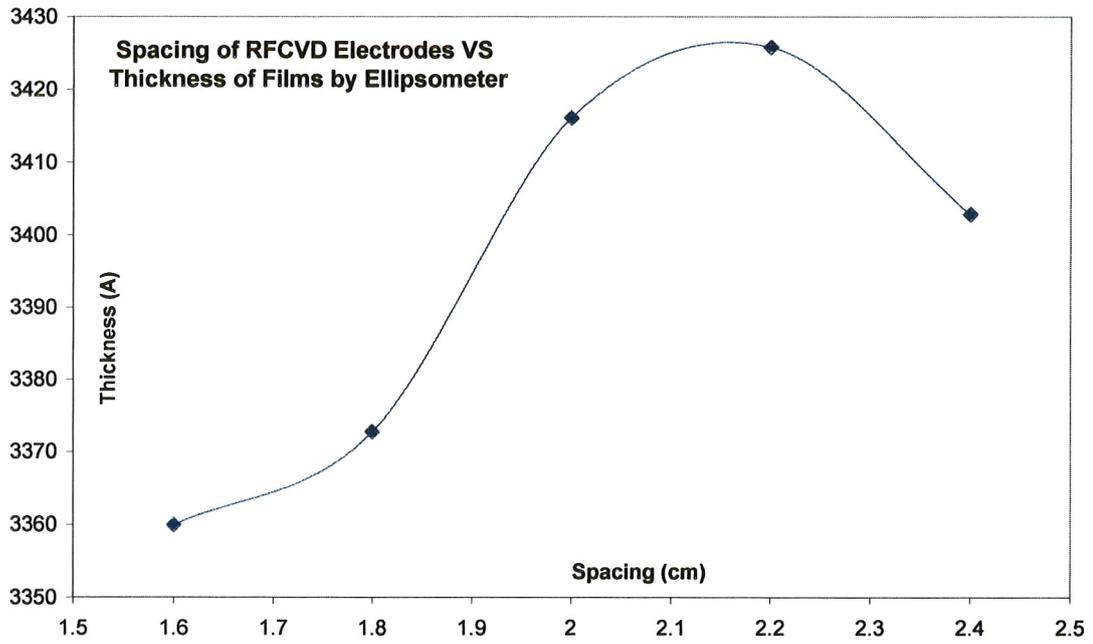


รูปที่ 23 ลักษณะของ Raman spectrum ของฟิล์มเงื่อนไขการเคลือบที่ใช้ 0 % N_2 เป็นเวลา 15 นาที

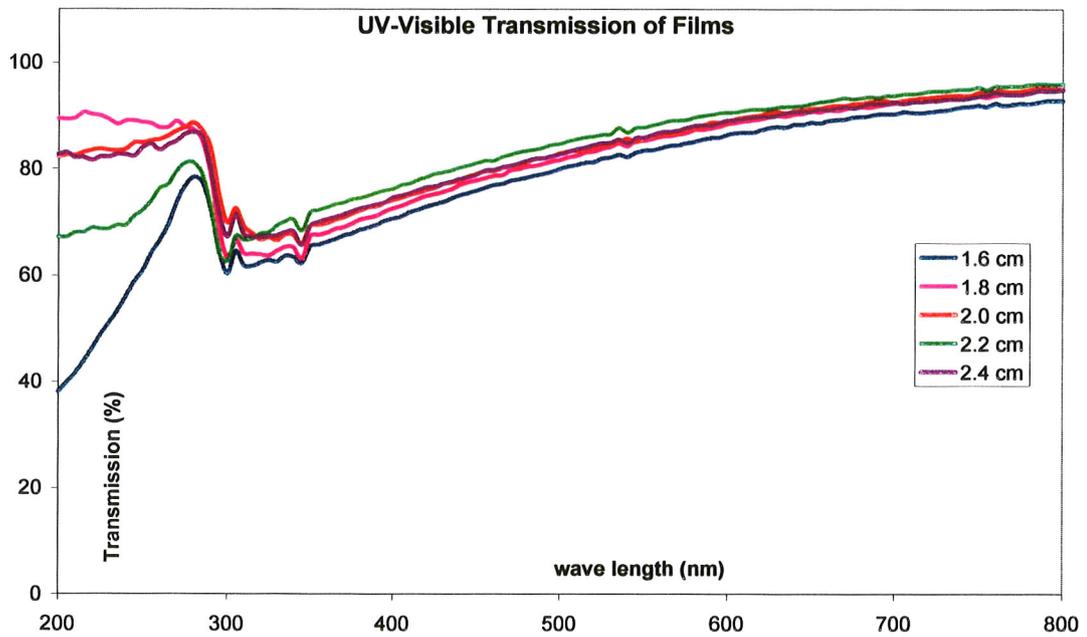
จากรามานสเปกตรัมของฟิล์มจากเงื่อนไขการเคลือบที่ใช้ 0 % N_2 เป็นเวลา 15 นาที และสำหรับที่เงื่อนไขอื่นๆ จะมีลักษณะที่คล้ายกันเพียงแต่มีความสูงพีคที่ต่างกันจึงไม่ได้แสดง ณ ที่นี้ และจากรามานสเปกตรัมซึ่งเป็นการสัมพันธ์ระหว่างความเข้มโฟตอนที่กระเจิงออกมา และ Raman shift (cm^{-1}) จะได้ว่าเมื่อทำการ deconvolution ออกมาจะได้พีคออกมา 2 ตำแหน่งที่สัมพันธ์กับโครงสร้าง sp^2 และ sp^3 ในฟิล์ม และพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากแต่ละพีค (ให้เป็น I_G และ I_D ตามลำดับ) เป็นปริมาณที่บ่งบอกว่ามีความหนาแน่นของธาตุคาร์บอนที่สร้างพันธะแบบ sp^2 และ sp^3 มากน้อยเพียงใด ในปริมาตรที่ได้ทำการพิจารณา (ประมาณ 1 ลูกบาศก์ไมครอน ซึ่งเป็นขนาดลำเลเซอร์ของเครื่องรามานที่ทะลุลงไป) ซึ่งหากพื้นที่ใต้กราฟของโครงสร้างพันธะแบบใดมีค่ามาก แสดงว่ามีสัดส่วนในโครงสร้างสูง และเมื่อหาค่าอัตราส่วน I_D/I_G ของฟิล์มแต่ละเงื่อนไขออกมาจะทำให้สามารถระบุคุณภาพของฟิล์มว่ามีความเป็นเพชรมากหรือน้อยเพียงใด และน่าจะมีส่วนด้านทานไฟฟ้าเป็นอย่างไร และความหนาแน่นของธาตุคาร์บอนที่สร้างพันธะแบบ sp^2 และ sp^3 ของฟิล์มที่ทำการเคลือบด้วยเวลา 15 นาที สัดส่วนการผสมก๊าซไนโตรเจนที่ต่างกัน ซึ่งแสดงผลเป็นปริมาณของพื้นที่ใต้กราฟ (I_G และ I_D ตามลำดับ)

2.2 ค่าความหนาและคุณสมบัติการส่องผ่านของแสงของฟิล์ม DLC ที่ยังไม่ได้โอบและปลุกที่อุณหภูมิห้อง

ผลการวัดด้วยเครื่อง Ellipsometer ทำให้เราได้ความหนาของฟิล์มในเงื่อนไขของระยะห่างระหว่างขั้วที่เปลี่ยนไปดังกราฟในรูปที่ 24 และจากการวัดด้วยเครื่อง UV - Visible ได้ผลดังกราฟในรูปที่ 25



รูปที่ 24 ความหนาของฟิล์มเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้าของ RFCVD วัดด้วยเครื่อง Ellipsometer



รูปที่ 25 เปอร์เซนต์การทะลุผ่านของแสงในย่าน UV - Visible ของฟิล์ม

จากการทดลองได้ทำการวัดค่าความหนาจากเครื่อง Ellipsometer ได้ผลดังกราฟในรูปที่ 24 พบว่าเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้า ความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มระยะห่างระหว่างขั้ว แต่ลดลงเมื่อระยะห่างเกิน 2.2 เซนติเมตร อาจมีสาเหตุมาจากความเข้มของพลาสมาลดลงเมื่อระยะห่างเพิ่มขึ้น ทำให้อัตราการเกิดฟิล์มลดลงทำให้ฟิล์มบางลง และจากการวัดเปอร์เซ็นต์การทะลุผ่านของแสงในย่าน UV - Visible ได้ผลดังกราฟในรูปที่ 25 พบว่าเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะห่างระหว่างขั้ว แสงสามารถทะลุผ่านได้มากขึ้นเมื่อระยะห่างระหว่างขั้วมากขึ้น แต่ลดลงเมื่อระยะห่างเกิน 2.2 เซนติเมตร ซึ่งขัดแย้งกับความหนาของฟิล์ม อาจมีสาเหตุมาจากระยะห่างระหว่างขั้วมีผลให้ความเข้มของพลาสมาเปลี่ยนไป ซึ่งอาจจะส่งผลให้ความหนาแน่นของฟิล์มเปลี่ยนไป ทำให้การดูดกลืนแสงเปลี่ยนไป

2.3 ค่าความต้านทานของฟิล์ม DLC ที่ยังไม่ได้โคบและปลูกที่อุณหภูมิห้อง

ค่าความต้านทานของฟิล์ม DLC ที่ยังไม่ได้โคบทุกความหนา มีค่าความนำไฟฟ้าอยู่ที่ประมาณ $7.5 - 9 \times 10^{-4} \text{ S cm}^{-1}$ ซึ่งมีค่าสูงเกินที่จะนำมาใช้งาน แนวทางในการแก้ไขคือ ทำการหาสภาวะที่ปลูกฟิล์มแล้วได้เฟสของกราฟาไฟต์เพิ่มขึ้น อย่างเช่น ปลูกที่อุณหภูมิสูงขึ้น หรือ การเติมธาตุเจือ อย่างเช่น ไนโตรเจน แต่ทางคณะผู้วิจัยไม่สามารถทำการพัฒนาต่อได้เนื่องจากไบพัดและแบร์ริงของเทอร์โบปั๊มเกิดการเสียหาย

กิจกรรมที่ 3 เคลือบอนุภาคนาโนของเหล็กบนแผ่นขั้วไฟฟ้าด้วยกระบวนการ Electrophoretic deposition (EPD)

ผลพวงต่อเนื่องมาจากกิจกรรมที่ 2 คือ ความต้านทานของฟิล์ม DLC มีค่าสูง ทำให้ไม่เหมาะสมสำหรับการเคลือบคะตะลิสต์ด้วยวิธี Electrophoretic deposition ซึ่งต้องใช้ฟิล์ม DLC เป็นขั้วไฟฟ้า และวิธีเคลือบฟิล์มแบบ EPD มีข้อเสียคือสามารถเคลือบฟิล์มได้ในบริเวณที่จำกัด

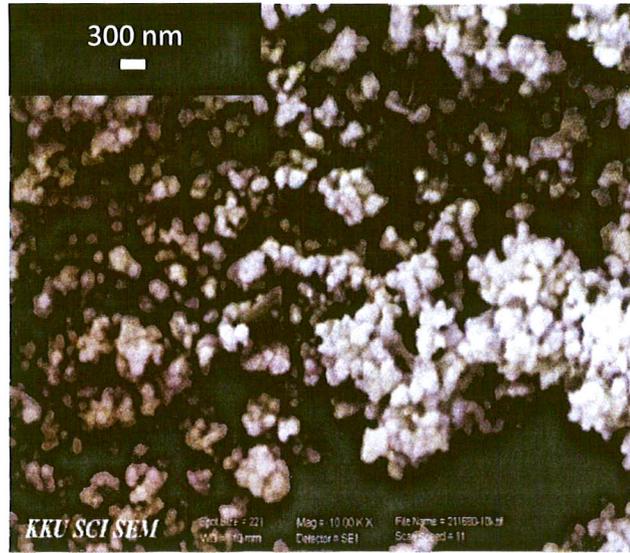
กิจกรรมที่ 4 เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ปลูกได้วิธี CVD

4.1 การปลูก และการศึกษาคุณลักษณะและโครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโนคาร์บอน

สำหรับเงื่อนไขที่ดีที่สุดในการปลูกเส้นใยคาร์บอนนาโนนั้น จะพิจารณาจากโครงสร้างของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยอาศัยผลจากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ในเรื่องของขนาด และการกระจายตัวของเส้นใยนาโนคาร์บอนเป็นหลัก

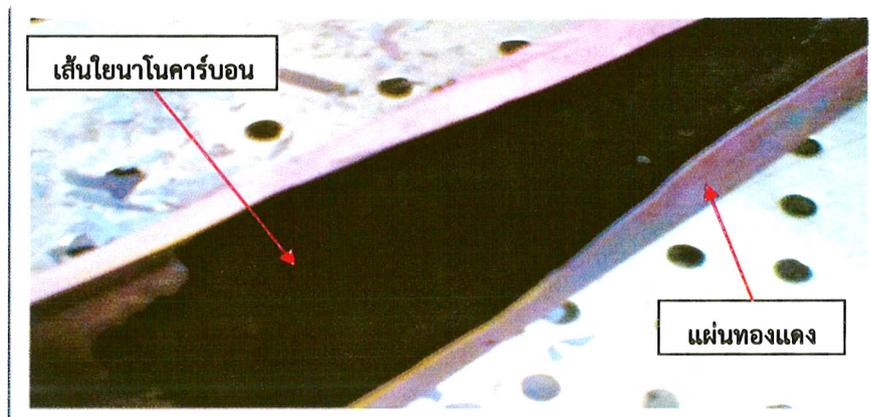
4.1.1 คะตะลิสต์ที่ใช้

คะตะลิสต์ที่ใช้ในการช่วยปลูกเส้นใยคาร์บอนนาโนสำหรับงานวิจัยนี้ คือ ผงนิกเกิลนาโน ซึ่งซื้อมาจากบริษัท Quantum Enterprise จำกัด จากภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 26 พบว่า ผงนิกเกิลนาโนมีขนาดอนุภาคประมาณ 50 - 150 nm และมีการเกาะตัวกันอยู่เป็นกลุ่มก้อน ในการนำผงนิกเกิลนาโนมาใช้เป็นคะตะลิสต์ในการปลูกเส้นใยนาโนคาร์บอนนั้น จะต้องนำมันมาผสมเข้ากับเอทานอลบริสุทธิ์ ก่อนที่จะทาลงบนขั้วทองแดง



รูปที่ 26 ภาพถ่าย SEM ของผงนิกเกิลนาโนที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

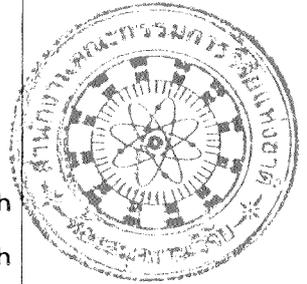
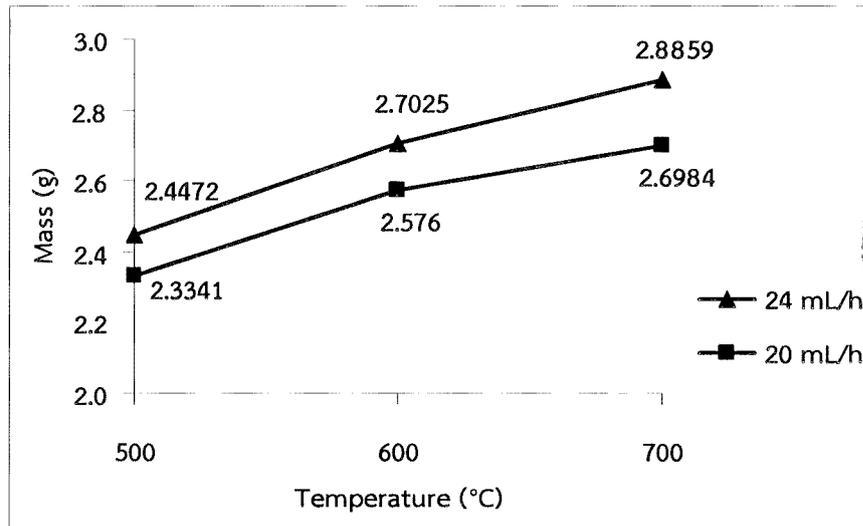
4.1.2 ลักษณะและปริมาณของเส้นใยนาโนคาร์บอน เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ปลูกได้มีลักษณะเป็นผงฟูสีดำ ดังแสดงในรูปที่ 27



รูปที่ 27 เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกสะสมไอเคมี (CVD)

น้ำหนักโดยเฉลี่ยของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละเงื่อนไขแสดงไว้ดังกราฟในรูปที่ 28 ซึ่งพบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ปริมาณของเส้นใยโดยน้ำหนักที่สังเคราะห์ได้ก็จะเพิ่มขึ้นตามไปด้วย สำหรับแผ่นทองแดงที่ใช้

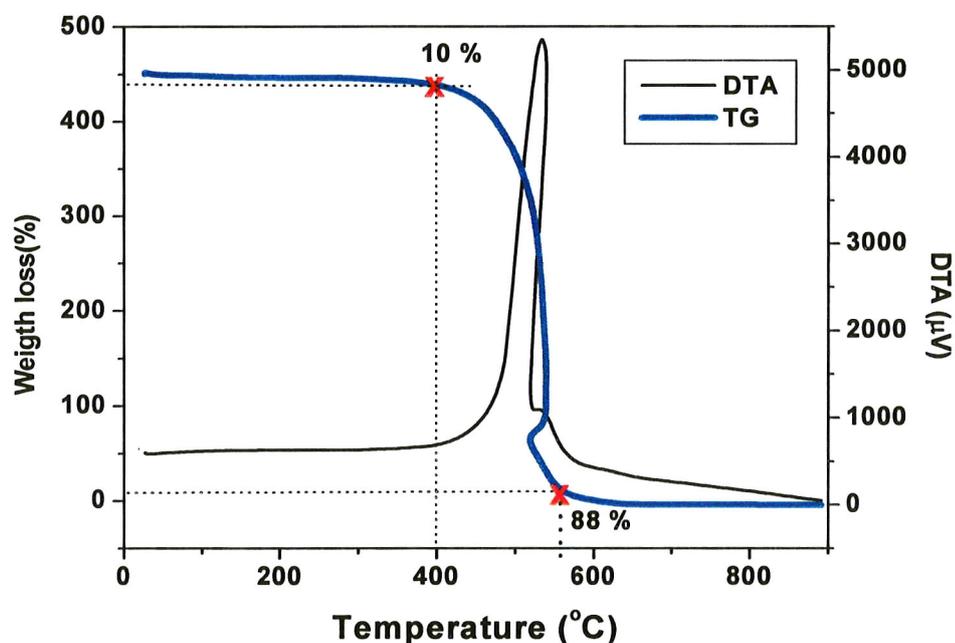
รองรับเส้นใยคาร์บอนจะถูกออกซิไดซ์เป็นออกไซด์ในระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ ทำให้มีความเปราะบางเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 28 น้ำหนักโดยเฉลี่ยของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C อัตราการไหลของเอทานอล 20 และ 24 mL/h เป็นเวลา 9 ชั่วโมง

4.1.3 การศึกษาคุณสมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยนาโนคาร์บอนโดยเทคนิค TG-DTA

เส้นใยนาโนคาร์บอนที่ถูกนำมาศึกษาคุณสมบัติเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TG/DTA (Thermogravimetry/Differential thermal analysis) จะเป็นเส้นใยที่ได้จากเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด ในการศึกษาด้วยเทคนิค TG/DTA นี้จะใช้อุณหภูมิในช่วง 30 - 900 °C ภายใต้บรรยากาศของ dried air และใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5 °C/นาที ซึ่งจะได้กราฟของความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของสารที่เปลี่ยนแปลง (คิดเป็นเปอร์เซ็นต์) กับอุณหภูมิ (°C) (กราฟ TG) และกราฟของความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงพลังงาน (μV) กับอุณหภูมิ (°C) (กราฟ DTA) ดังรูปที่ 29 จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่ากราฟ TG ในช่วงแรกที่ตำแหน่งอุณหภูมิระหว่าง 30-400 °C น้ำหนักของเส้นใยนาโนจะลดลงประมาณ 10 % เมื่อเทียบกับน้ำหนักเริ่มต้น ซึ่งเป็นผลมาจากการสูญเสียความชื้น หลังจากนั้นในช่วงตำแหน่งอุณหภูมิระหว่าง 400-560 °C พบว่าน้ำหนักของเส้นใยนาโนลดลงอย่างรวดเร็วคิดเป็นประมาณ 88 % ของน้ำหนักเริ่มต้น ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากที่อุณหภูมินี้คาร์บอนได้กลายเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และในช่วงท้ายของกราฟที่อุณหภูมิตั้งแต่ 560 °C เป็นต้นไป พบว่าน้ำหนักของเส้นใยนาโนค่อนข้างคงที่ ซึ่งจะสอดคล้องกับกราฟ DTA ที่พบว่าในช่วงตำแหน่งอุณหภูมิ 400-560 °C มีการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบดูดความร้อนเกิดขึ้น

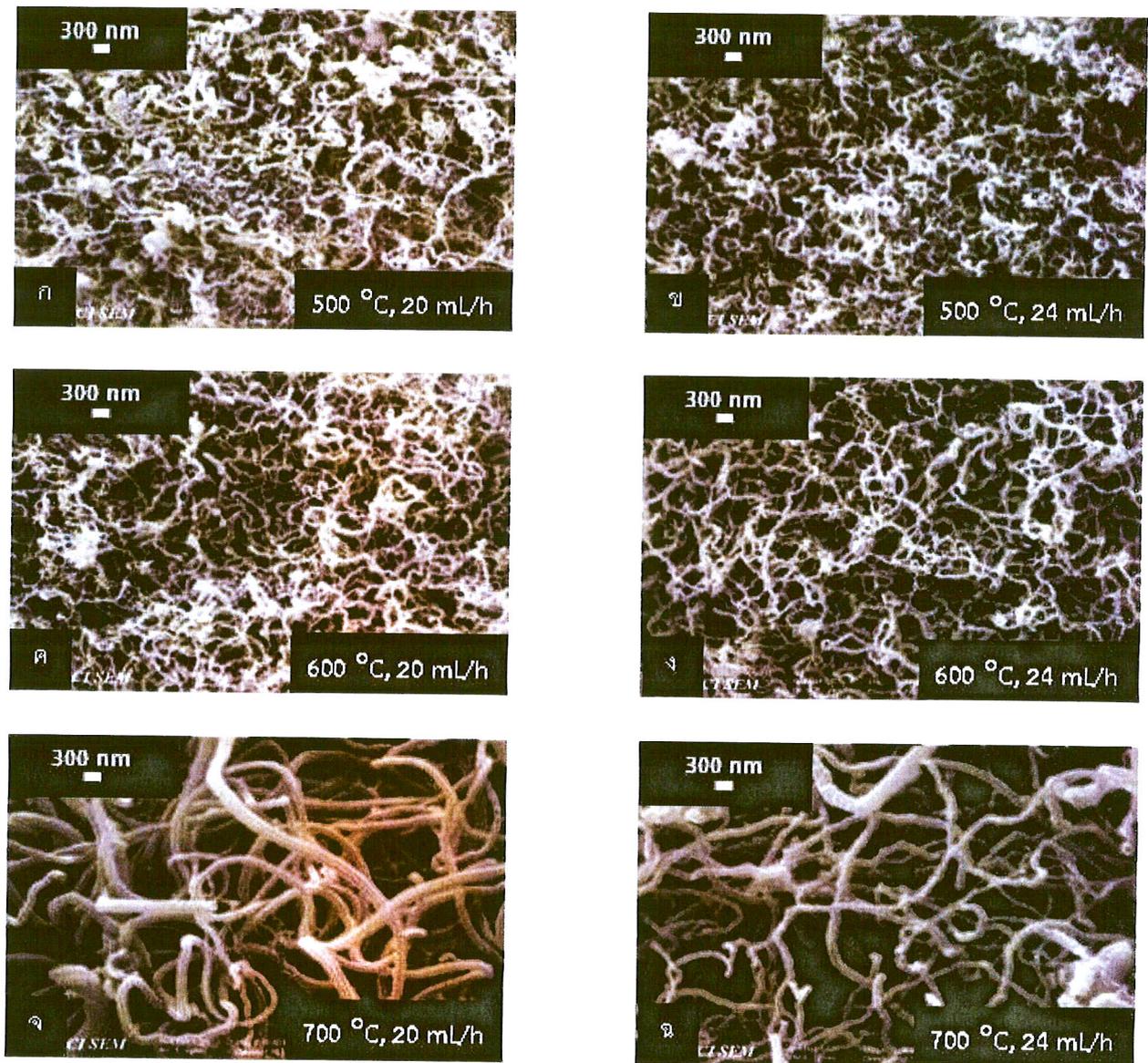


รูปที่ 29 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยนาโนคาร์บอนโดยเทคนิค TG/DTA (อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 °C/นาที) ภายใต้บรรยากาศของ dried air

4.1.4 การศึกษาลักษณะพื้นฐานและขนาดอนุภาคของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค SEM

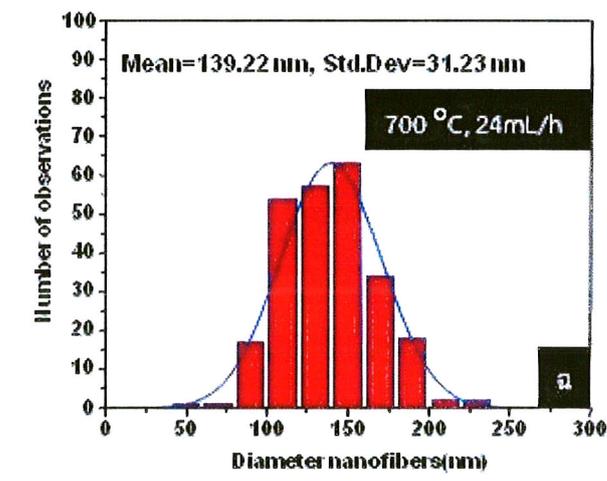
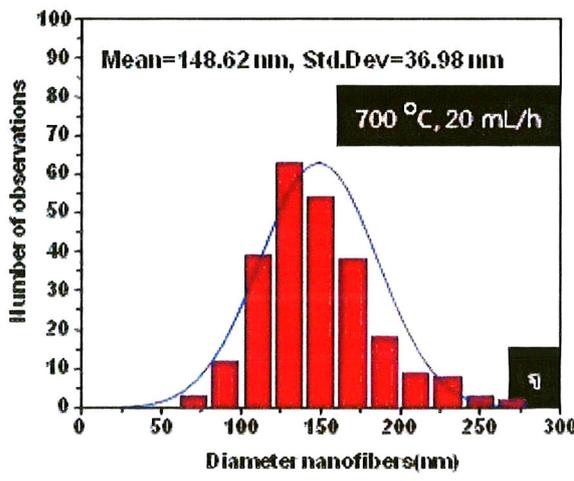
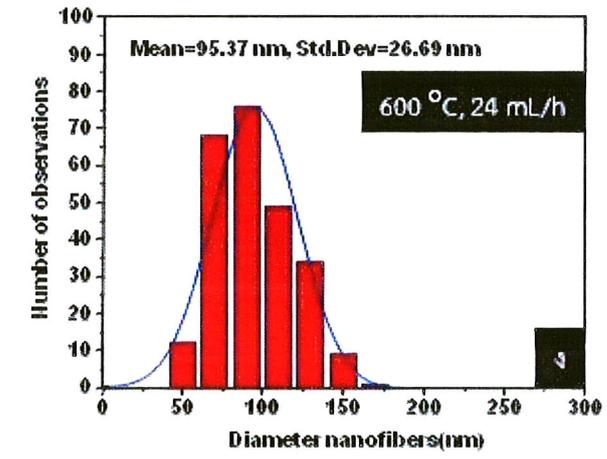
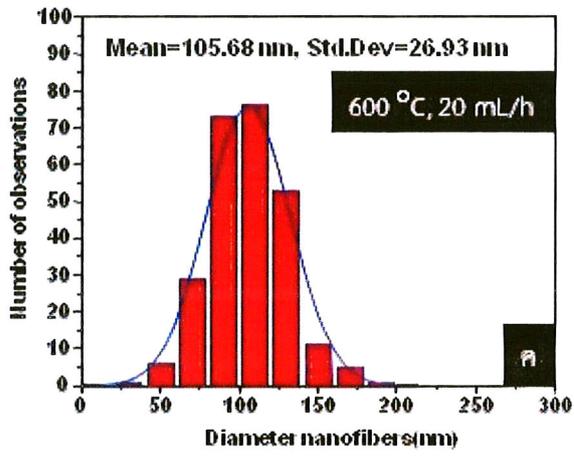
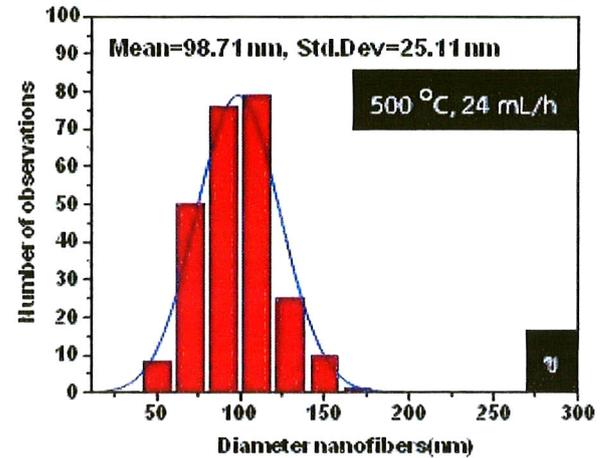
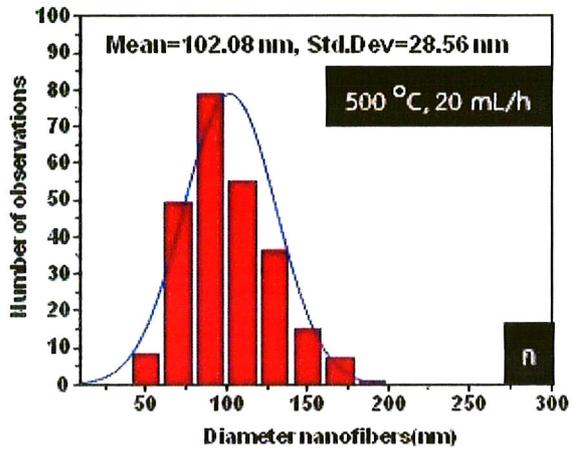
จากภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากเงื่อนไขต่างๆ (รูปที่ 30ก - ฉ) พบว่าลักษณะพื้นฐาน และขนาดของเส้นใยนาโนคาร์บอนเป็นดังนี้

- ที่อุณหภูมิ 500 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 20 mL/h ดังรูปที่ 30ก พบว่าเส้นใยที่ได้มีเส้นผ่าศูนย์กลางค่อนข้างคงที่ มีการกระจายตัวสม่ำเสมอ และมีขนาดเฉลี่ย 102.08 ± 28.56 nm
- ที่อุณหภูมิ 500 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 24 mL/h ดังรูปที่ 30ข พบว่าเส้นใยที่ได้เริ่มมีขนาดเล็กลงเมื่อเทียบกับรูปที่ 30ก โดยมีขนาดเฉลี่ย 98.71 ± 25.11 nm และมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ
- ที่อุณหภูมิ 600 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 20 mL/h ดังรูปที่ 30ค พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเฉลี่ย 105.68 ± 26.93 nm และมีการกระจายตัวสม่ำเสมอ
- ที่อุณหภูมิ 600 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 24 mL/h ดังรูปที่ 30ง พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเฉลี่ย 95.37 ± 26.69 nm ซึ่งถือเป็นเงื่อนไขในการสังเคราะห์ที่ดี ดังจะเห็นได้ว่าเส้นใยมีขนาดเล็ก และมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอมากพอสมควร
- ที่อุณหภูมิ 700 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 20 mL/h ดังรูปที่ 30จ พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นมากเมื่อเทียบกับเงื่อนไขที่ผ่านมาเนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์สูงขึ้น โดยมีขนาดเฉลี่ย 148.62 ± 36.98 nm และมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ
- ที่อุณหภูมิ 700 °C, อัตราการไหลของเอธานอล 24 mL/h ดังรูปที่ 30ฉ พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นโดยมีขนาดเฉลี่ย 139.22 ± 31.23 nm ส่วนการกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ

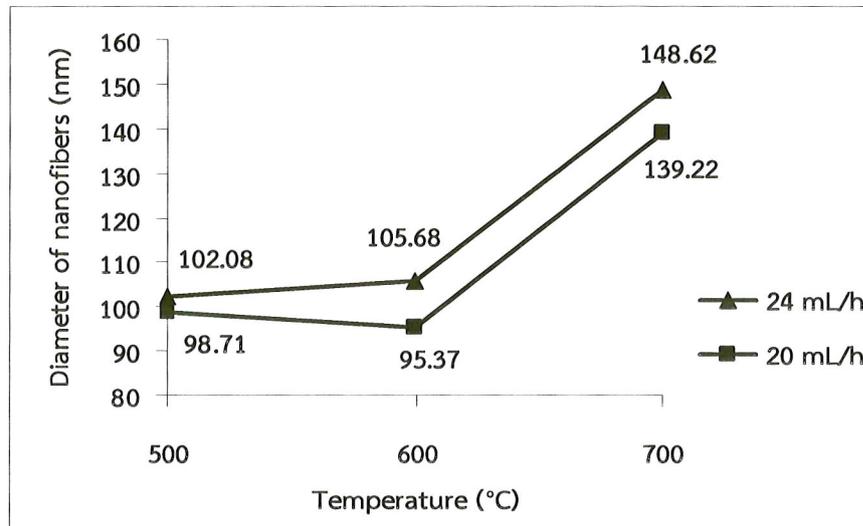


รูปที่ 30 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะสัณฐานของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C เป็นระยะเวลา 9.30 ชั่วโมง ที่อัตราการไหลของเอทานอล 20 และ 24 mL/h ตามลำดับ (กำลังขยาย 10,000 เท่า)

จากฮีสโตแกรมแสดงการกระจายตัวของขนาดของเส้นใยนาโนคาร์บอน (รูปที่ 31) และจากกราฟแสดงขนาดเฉลี่ยของเส้นใยนาโนคาร์บอน (รูปที่ 32) ที่สังเคราะห์ได้จากแต่ละเงื่อนไข พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยใช้ อุณหภูมิที่สูงขึ้นขนาดของเส้นใยจะใหญ่ขึ้นโดยเฉพาะที่ 700 °C ทั้งนี้การวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดเส้นใยนาโนคาร์บอนในงานวิจัยนี้ สามารถทำได้โดยใช้โปรแกรม image analyst ซึ่งเขียนโดยนายรัฐการ เย็นเสนาะ นักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น



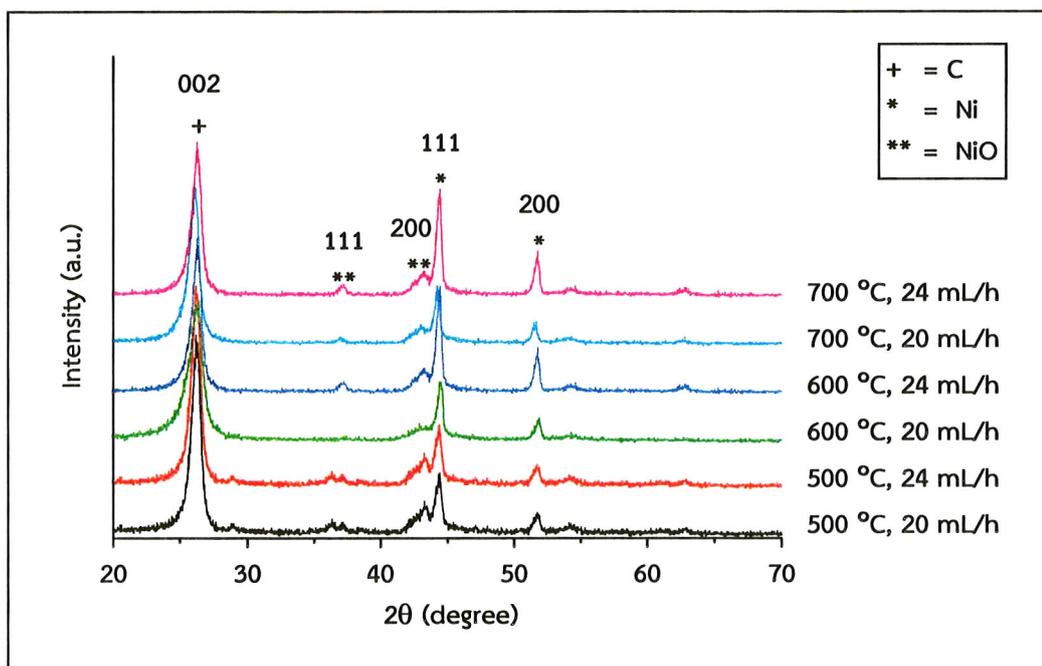
รูปที่ 31 ฮิสโตแกรมแสดงการกระจายตัวของขนาดของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C เป็นระยะเวลา 9.30 ชั่วโมง ที่อัตราการไหลของเอทานอล 20 และ 24 mL/h ตามลำดับ



รูปที่ 32 ขนาดของเส้นใยนาโนคาร์บอนโดยเฉลี่ยที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C อัตราการไหลของเอธานอล 20 และ 24 mL/h เป็นเวลา 9.30 ชั่วโมง ตามลำดับ

4.1.5 การศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค XRD

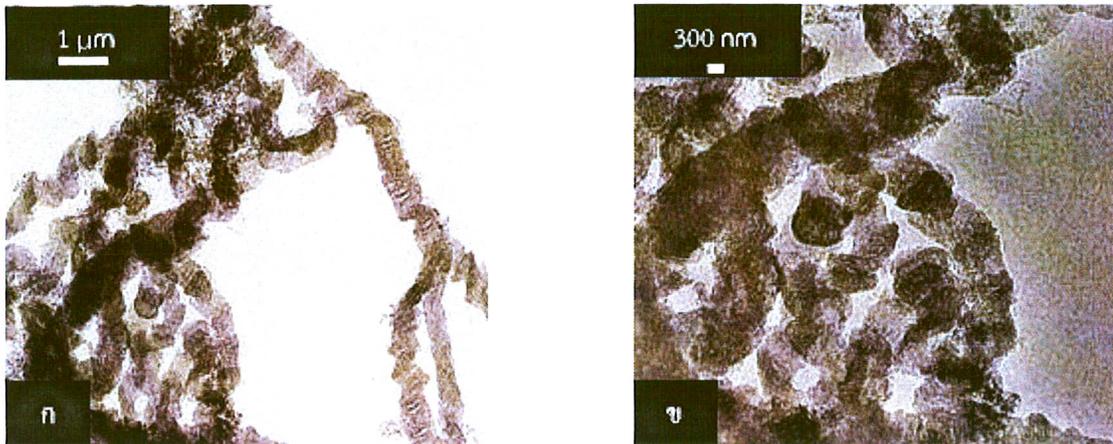
จากการวิเคราะห์โครงสร้างของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C อัตราการไหลของเอธานอล 20 และ 24 mL/h ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer: XRD) ดังรูปที่ 33 พบว่า เส้นใยคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จากทุกเงื่อนไขมีองค์ประกอบของ คาร์บอน (C) นิกเกิล (Ni) และนิกเกิลออกไซด์ (NiO) ซึ่งคาร์บอนมีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) แบบ Primitive (JC-PDS-87-0721) นิกเกิล มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบลูกบาศก์ (Cubic) แบบ Face-centered (FCC) (JC-PDS-87-0712) และนิกเกิลออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบลูกบาศก์ (Cubic) แบบ Face-centered (FCC) (JC-PDS-78-0429) การที่มีนิกเกิลออกไซด์เป็นส่วนประกอบด้วยนั้น เนื่องจากการทำปฏิกิริยารวมตัวกันของนิกเกิลที่ใช้เป็นคะตะลิสต์กับออกซิเจนที่เจือปนอยู่ในระหว่างการสังเคราะห์ ผลการศึกษาเฟสของโครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโนคาร์บอน พบว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นขนาดของพีคคาร์บอนจะสูงขึ้น แสดงว่าอนุภาคของเส้นใยนาโนคาร์บอนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นดังนั้นขนาดของผลึกจึงมีค่ามากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่พบว่า เมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้นเส้นใยนาโนคาร์บอนจะมีขนาดใหญ่ขึ้น



รูปที่ 33 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C อัตราการไหลของเอธานอล 20 และ 24 mL/h ตามลำดับ

4.1.6 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคภายในของเส้นใยนาโนคาร์บอนโดยเทคนิค TEM

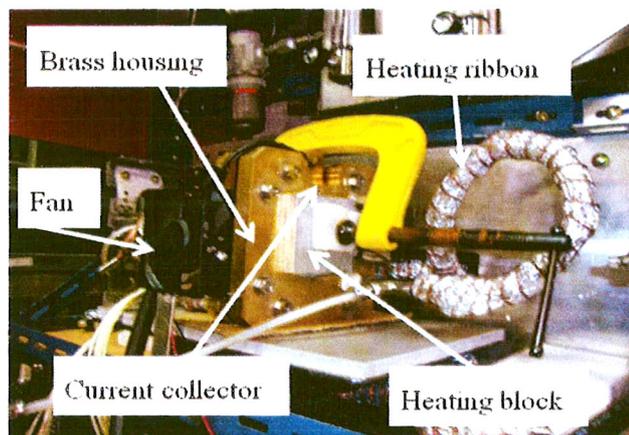
จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคภายในของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 °C อัตราการไหลของเอธานอล 24 mL/h ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 9.30 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope: TEM) ดังแสดงในรูปที่ 34 พบว่าเส้นใยคาร์บอนขนาดนาโนที่ได้มีลักษณะเป็นท่อตันที่มีอนุภาคของโลหะคะตะลิสต์นิกเกิล (อนุภาคสีดำ) ถูกห่อหุ้มเอาไว้ภายใน เส้นใยจำนวนมากมีลักษณะขดเป็นเกลียว เส้นใยนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นี้สามารถนำไปใช้ในการเพิ่มพื้นที่สัมผัสให้กับคะตะลิสต์ในเซลล์เชื้อเพลิงได้



รูปที่ 34 ก และ ข ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 °C อัตราการไหลของเอทานอล 24 mL/h เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 9.30 ชั่วโมง

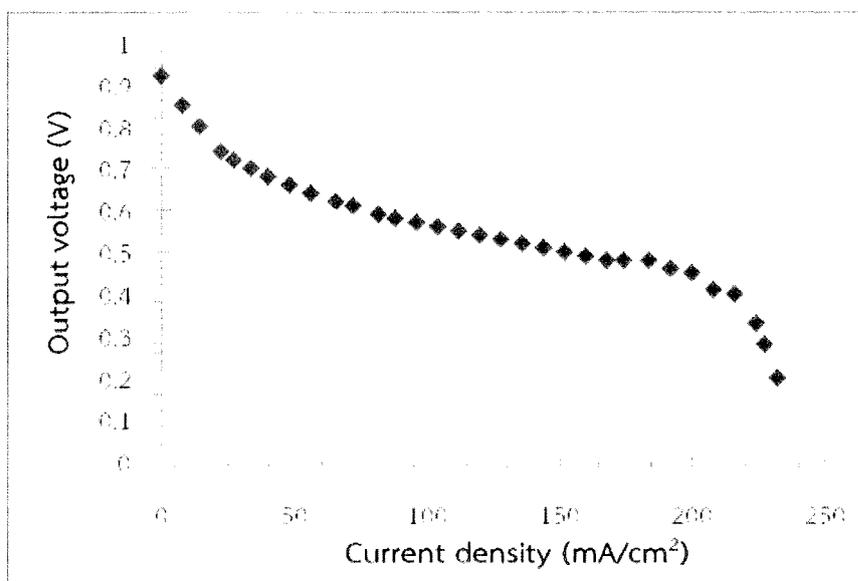
กิจกรรมที่ 5 ผลการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงเซลล์เดี่ยวที่ได้รับจากทางคณะของพลอากาศโท มรกต

คณะผู้วิจัยได้นำเซลล์เดี่ยวที่ได้รับจากคณะของพลอากาศโทมรกตซึ่งประกอบด้วย Nafion อิเล็กโตรไลต์ที่ทำกรล่างด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น และขั้วที่ทำจากผ้ากราไฟต์ที่เติมคะตะลิสต์แพลทินัมเรียบร้อยแล้วมาทำการทดสอบประสิทธิภาพของเซลล์ที่จุดสมดุ่ยการทำงาน โดยประกบเข้ากับแผ่นกราไฟต์ Bipolar แผ่นเก็บกระแส (Current collector) และ housing ที่ทำขึ้นใหม่จากทองเหลือง นอกจากนี้ยังได้ประกบฮีตเตอร์เพื่อให้ความร้อนกับเซลล์โดยตรงดังแสดงในรูปที่ 35



รูปที่ 35 เซลล์เชื้อเพลิงเซลล์เดี่ยวขณะถูกทดสอบ

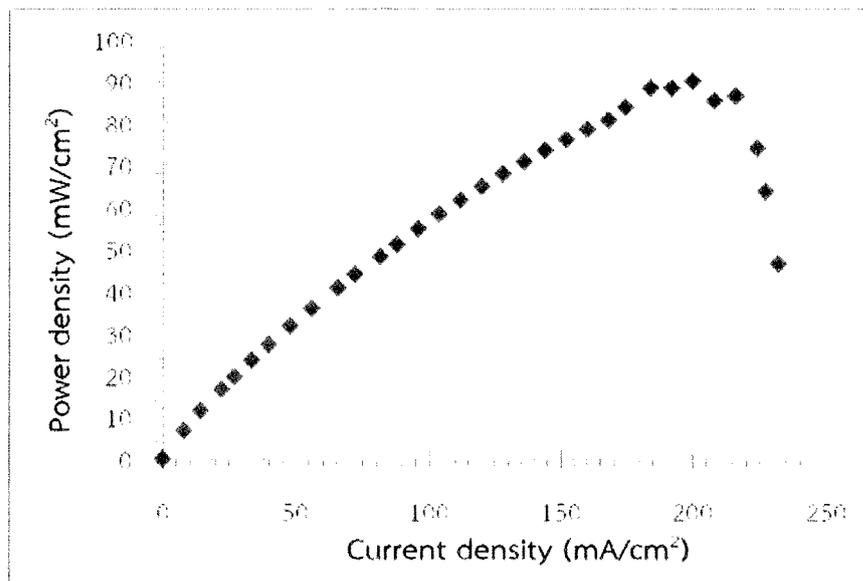
ตัวแปรควบคุมในการทดลองมีดังนี้คือ ด้านแอโนดของเซลล์ให้มีการผ่านของไฮโดรเจนบริสุทธิ์ที่มีอัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจนเท่ากับ 100 SCCM ส่วนด้านแคโทดให้มีการผ่านอากาศเข้าไปในเซลล์ โดยใช้พัดลมขนาดเล็กเป็นแหล่งกำเนิดลม ท่อทางเข้าและออกถูกให้ความร้อนเท่ากับ 50 °C และเซลล์ถูกควบคุมให้ความร้อนอยู่ที่ประมาณ 50 °C ความชื้นสัมพัทธ์ในท่อทางเข้ามีค่าประมาณ 90 % และพื้นที่ทำปฏิกิริยาของเยื่อเลือกผ่านมีค่าเท่ากับ 9 ซม²



รูปที่ 36 กราฟแสดงความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า (mA/cm²) และความต่างศักย์ตกคร่อมเซลล์ (Volt)

จากกราฟในรูปที่ 36 ค่าความต่างศักย์เปิดวงจร (Open circuit voltage: OCV) มีค่าประมาณ 0.92 V ซึ่งต่ำกว่าค่าทางทฤษฎีคือ ประมาณ 1.2 V ปกติแล้วค่า OCV ในการทดลองควรมีค่าอยู่ระหว่าง 1.0-1.1 V ช่วง Activation loss ที่เกิดจากความเข้มข้นของการเปลี่ยนก๊าซเป็นไอออนเนื่องจากปฏิกิริยาเคมีมีค่าอยู่ในช่วงความหนาแน่นกระแสระหว่าง 0-27 mA/cm² และความต่างศักย์ระหว่าง 0.7-0.92 V ความสูญเสียที่เกิดขึ้นนี้มีค่าค่อนข้างมากเนื่องจากความต่างศักย์ตกลงไปต่ำกว่า 0.8 V ซึ่งโดยปกติแล้วสำหรับเซลล์ที่จะให้กำลังไฟสูงความต่างศักย์ที่เป็นช่วงต่อระหว่างช่วง Activation loss และ Ohmic loss ไม่ควรอยู่ต่ำกว่า 0.8 V ส่วนค่าความต้านทานในเซลล์ที่ทำได้จากช่วง Ohmic loss (0.4 < V < 0.7) มีค่าอยู่ประมาณ 0.001 Ω-cm² ซึ่งถือว่ามีความค่อนข้างสูง และเป็นผลส่วนหนึ่งเกิดมาจากการประกบกันที่ไม่สมบูรณ์ของชิ้นส่วนประกอบเซลล์ และออกซิเจนจากพัดลมที่เข้าไปทำปฏิกิริยามีปริมาณน้อยเนื่องจากอากาศที่มีความดันไม่เพียงพอถูกใช้เป็นแหล่งของออกซิเจน ปัญหาการประกบกันของเซลล์ที่ไม่สมบูรณ์เกิดขึ้นเนื่องจากความบกพร่องของการเจาะร่องของแผ่น Bipolar และอีกส่วนหนึ่งมาจากขั้นตอนการประกอบเซลล์ก่อนทำการทดลอง เมื่อความหนาแน่นกระแสถูกดึงมากขึ้นจนถึงค่ามีค่ามากกว่า 170 mA/cm² เมื่อค่ากระแสเพิ่มขึ้นจากค่าดังกล่าว ค่าแรงดันตกคร่อมเซลล์จะลดลงอย่างรวดเร็ว ซึ่งถือว่าช่วงนี้ได้รับอิทธิพลจาก transportation loss

ผลคูณระหว่างค่าความต่างศักย์ที่ตกคร่อมเซลล์ (Voltage) และความหนาแน่นของกระแส (Current density) ที่ได้ถูกนำไปคำนวณเป็นค่าความหนาแน่นของกำลังไฟฟ้า (Power density) ที่สร้างจากเซลล์เดี่ยว ดังแสดงไว้ในรูปที่ 37 ค่าความหนาแน่นของกำลังสูงสุดอยู่ที่ประมาณ 90 mW/m^2 และที่ความต่างศักย์ 0.7 โวลต์ กำลังไฟฟ้าที่ผลิตได้ มีค่าประมาณ 33 mW/m^2 ค่านี้น้อยกว่าเพราะทางคณะต้องวัดที่แรงดันของก๊าซไฮโดรเจนต่ำกว่า 2 psi และให้ออกซิเจนจากอากาศโดยใช้พัดลมเป่าซึ่งถือเป็นระบบเปิด สำหรับเซลล์มาตรฐาน (ผลแสดงไว้ในภาคผนวก ก) จะเป็นการให้ก๊าซออกซิเจนในระบบปิด



รูปที่ 37 กราฟแสดงความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า (mA/cm²) และกำลังไฟฟ้าที่ผลิตได้ของเซลล์เดี่ยว (mW/cm²)