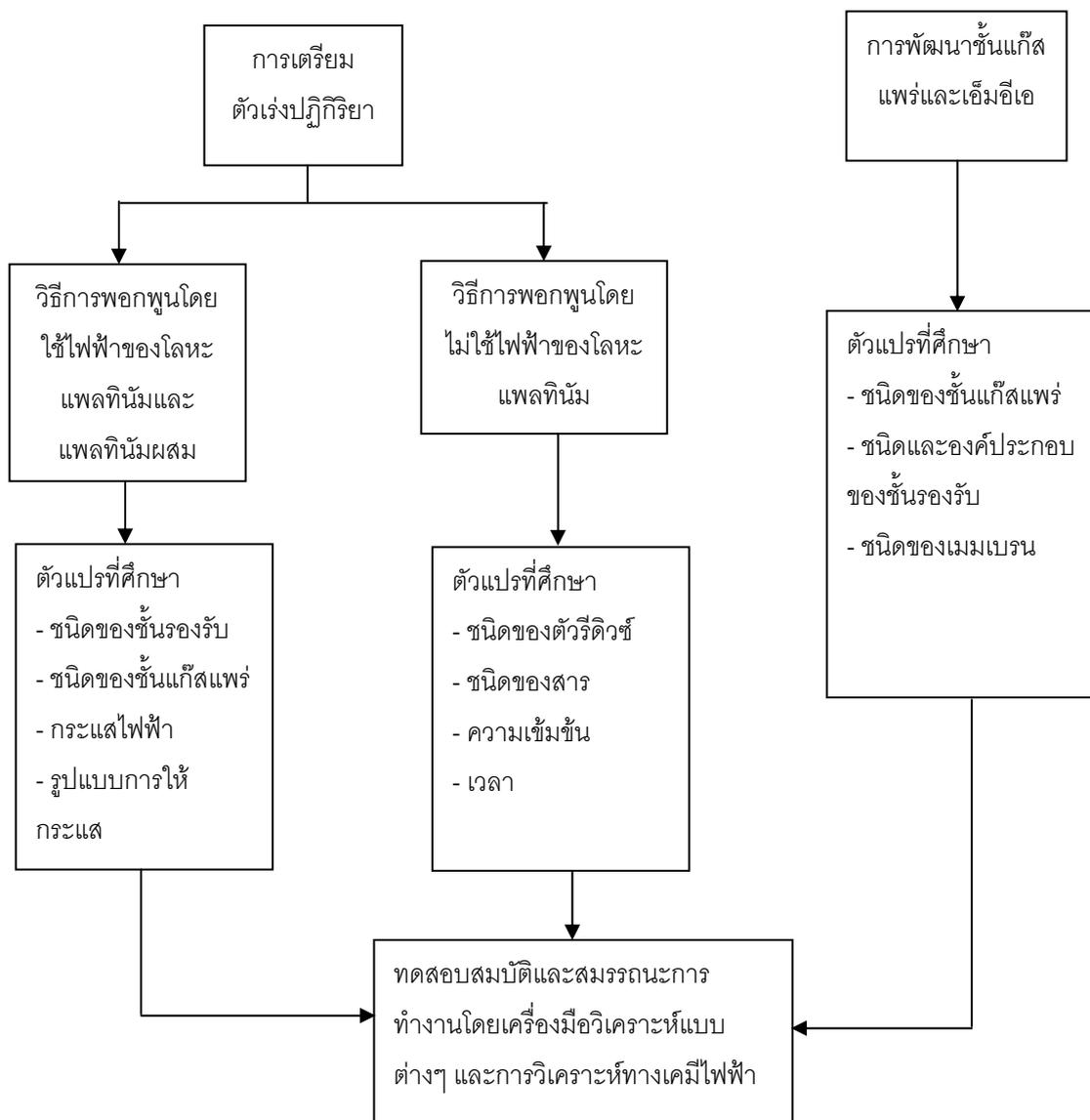


## บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการเตรียมและพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีต่างๆ และการพัฒนาชั้นแก๊สแพร่และเอมไอเอที่มีประสิทธิภาพสูง โดยภาพรวมของการศึกษาแสดงได้ดังแผนภูมิในรูปที่ 2.1 โดยรายละเอียดของแต่ละส่วนจะกล่าวต่อไป



รูปที่ 2.1 แผนภาพขั้นตอนการดำเนินการวิจัย



## 2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัม และโลหะผสมแพลทินัม-โคบอลต์ด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า

### 2.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า

#### วัสดุและสารเคมี

1. กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก (Hexachloroplatinic acid Hydrate, 98%)
2. โคบอลต์ซัลเฟตเฮกซะไฮเดรต
3. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, 98%)
4. สารละลายเนฟิออน (Nafion 117 solution, 5%wt)
5. พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนอิมัลชัน (Polytetrafluoroethylene emulsion, PTFE 60%wt.)
6. ไอโซโพรพานอล (Isopropanol)
7. กลีเซอรอล (Glycerol)
8. ผงคาร์บอน (Vulcan XC-72)
9. กระดาษคาร์บอน (Toray Carbon paper) และผ้าคาร์บอน (Carbon cloth)

#### อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่อง Potentiostat/Galvanostat: Autolab Module PGSTAT30
2. ขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl)
3. ไทเทเนียม (Ti gauze)
4. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
5. ตู้อบไฟฟ้า (Oven)
6. เตาเผา (Muffle furnace)
7. อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
8. มัลติมิเตอร์ (Multimeter)
9. ไมโครมิเตอร์ (Micrometer)
10. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
11. โถดูดความชื้น (Desiccator)
12. เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ

### 2.1.2 การศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า

#### การศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัม



- การศึกษาผลของชั้นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการศึกษาผลของชั้นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาได้เลือกใช้ผงคาร์บอนวัลแคน (Vulcan XC-72) ที่ปริมาณ 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร (Jordan, 2000) อัตราส่วนระหว่างผงคาร์บอนกับพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) เท่ากับ 70 : 30 เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเปรียบเทียบกับกรณีที่ไม่ใช้ตัวรองรับบนพื้นผิวกระดาษคาร์บอนที่ทำหน้าที่เป็นชั้นแพร่ผ่านของแก๊สเพื่อศึกษาผลของพื้นผิวที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า โดยภาวะที่ใช้ในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาบนพื้นผิวทั้ง 2 แบบนั้นถูกควบคุมให้คงที่เหมือนกันคือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในการพอกพูนที่ 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นประจุไฟฟ้าเท่ากับ 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร (Choi 1998) ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง

- การศึกษาผลของชนิดของชั้นแก๊สแพร่

เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้เมื่อใช้กระดาษคาร์บอนและผ้าคาร์บอนเป็นชั้นแก๊สแพร่ โดยมีชั้นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นผงคาร์บอนและควบคุมภาวะในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาให้คงที่เหมือนกัน คือ ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 20 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ความหนาแน่นประจุไฟฟ้า 4 คูลอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ในสารละลายไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง

- การศึกษาผลของรูปแบบของกระแสไฟฟ้า

ได้ศึกษารูปแบบของกระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า ได้แก่ การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ และการให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วง ดังรายละเอียดต่อไปนี้ คือ

- การให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ เป็นการทดลองเพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่ ซึ่งเป็นการให้กระแสไฟฟ้าที่ค่าคงที่ค่าหนึ่งตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน ซึ่งการพอกพูนแบบนี้มี 2 ตัวแปรที่ศึกษา คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูน แสดงดังตารางที่ 2.1



ตารางที่ 2.1 ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดโดยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบคงที่

ขั้วอิเล็กโทรด	ภาวะที่ใช้ในการพอกพูน		
	ความหนาแน่น	ความหนาแน่น	เวลา (วินาที)
	กระแสไฟฟ้า (มิลลิแอมแปร์ ต่อตารางเซนติเมตร)	ประจุไฟฟ้า (คูลอมบ์ต่อ ตารางเซนติเมตร)	
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

- การให้กระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วง เป็นการทดลองเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดจากการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วง บนผ้าคาร์บอนที่ผ่านการเตรียมพื้นผิวแล้ว ซึ่งกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการพอกพูนในรูปแบบนี้จะเป็นการให้กระแสไฟฟ้าสลับกับการหยุดให้กระแสไฟฟ้าตลอดระยะเวลาของกระบวนการพอกพูน โดยมีตัวแปรที่เกี่ยวข้อง คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (Peak current density,  $i_p$ ) ระยะเวลาในการให้กระแสไฟฟ้า (On time,  $t_{on}$ ) และระยะเวลาในการหยุดให้กระแสไฟฟ้า (Off time,  $t_{off}$ ) โดยสามารถนำความสัมพันธ์ของตัวแปรดังกล่าวมาคำนวณหาร้อยละรอบการทำงาน (Duty cycle) และความถี่ได้ดังสมการ

$$\text{รอบการทำงาน } (\theta) = \frac{t_{on}}{t_{on} + t_{off}}$$

$$\text{ความถี่} = \frac{1}{t_{on} + t_{off}}$$

โดยในการทดลองจะศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเป็นช่วง โดยการควบคุมความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความหนาแน่นประจุไฟฟ้าที่ดีที่สุดจากภาวะการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการให้กระแสไฟฟ้าแบบคงที่ (จากการทดลองข้างต้น) ในทุกภาวะการทดลอง โดยมี 2 ตัวแปรที่ศึกษา คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดและความถี่ที่ใช้ในการพอกพูน แสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ภาวะต่างๆ ในการเตรียมขั้วอิเล็กโทรด โดยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าแบบเป็นช่วง

ขั้วอิเล็กโทรด	ความถี่ (เฮิร์ตซ์)	ภาวะที่ใช้ในการพอกพูน			
		ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าสูงสุด, $i_p$ (มิลลิแอมแปร์ ต่อตารางเซนติเมตร)	ร้อยละ รอบการทำงาน	เวลาให้ กระแสไฟฟ้า, $t_{on}$ (วินาที)	เวลาหยุดให้ กระแสไฟฟ้า, $t_{off}$ (วินาที)
PC-1	10	200	5	0.005	0.095
PC-2	10	50	20	0.020	0.080
PC-3	10	20	50	0.050	0.050
PC-4	1	200	5	0.050	0.950
PC-1	10	200	5	0.005	0.095
PC-5	100	200	5	0.0005	0.0095
PC-6	2	200	10	0.050	0.450
PC-4	1	200	5	0.050	0.950
PC-7	0.5	200	2.5	0.050	1.950

#### การศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมแพลทินัม-โคบอลต์ (Pt-Co)

จากการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมแพลทินัมด้วยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้าข้างต้น ทำให้ได้ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า ดังนั้น จึงนำภาวะดังกล่าวมาใช้ในการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมแพลทินัม-โคบอลต์บนขั้วอิเล็กโทรดด้วยการพอกพูนด้วยกระแสไฟฟ้า โดยทำในสารละลายผสมไฮโดรเจนเฮกซะคลอโรแพลทินิก ( $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ) เข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร กับโคบอลต์ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ ) เข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้องพร้อมทั้งกวนสารละลายตลอดเวลา จากนั้นจึงนำตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสมแพลทินัม-โคบอลต์ที่พอกพูนได้มาวิเคราะห์องค์ประกอบโดยเทคนิค EDX ต่อไป

## 2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพอกพูนโดยไม่ใช้กระแสไฟฟ้า

ในการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยไม่ใช้กระแสไฟฟ้านี้จะแบ่งการศึกษาเป็น 2 ส่วน ได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีรีดักชันด้วยแอลกอฮอล์ และวิธีรีดักชันด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ ดังรายละเอียดต่อไปนี้



### 2.2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีดักชั้นด้วยแอลกอฮอล์

#### วัสดุและสารเคมี

1. กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก (Hexachloroplatinic acid Hydrate, 98%)
2. ผงคาร์บอนวัลแคน (Carbon Vulcan XC-72)
3. เมทานอล (Methanol, 99.8%)
4. เอทานอล (Ethanol, 99.9%)
5. 2-โพรพานอล (2-propanol, 99.99%)
6. กรดฟอร์มิก (Formic acid, 99%)
7. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid, 98%)
8. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, 37%)
9. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, anhydrous)
10. แอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium Chloride, anhydrous)

#### อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ตู้อบ
2. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
3. ไมโครปิเปต
4. โถดูดความชื้น
5. อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิค (Ultra sonic water bath)
6. pH Meter รุ่น CG840 ของบริษัท SCIENTIFIC PROMOTION
7. เครื่องแก้วอื่น ๆ ในห้องปฏิบัติการ

### 2.2.2 การศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยวิธีดักชั้นด้วยแอลกอฮอล์

การศึกษากการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนสำหรับปฏิกิริยาดักชั้นของออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน ได้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ชนิดของสารตั้งต้นแพลทินัม ชนิดของแอลกอฮอล์ ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลาย ความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ และเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ต่อสมรรถนะและประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเปรียบเทียบจากวิธีการเตรียม 3 วิธี คือ วิธีอิมเพกเนชันแบบธรรมดา วิธีดักชั้นด้วยกรดฟอร์มิก และวิธีดักชั้นด้วยแอลกอฮอล์ จากนั้นจะนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นไปวิเคราะห์ลักษณะสมรรถนะด้วยเครื่องมือต่างๆ

- การศึกษาผลของชนิดของสารตั้งต้นแพลทินัม  
สารตั้งต้นที่เลือกใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมมี 2 ชนิด คือ กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก และแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทินेट โดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นเท่ากับ 7 และใช้เวลาในการเตรียม 3 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของชนิดของแอลกอฮอล์  
แอลกอฮอล์ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้มี 3 ชนิดคือ เมทานอล (Methanol) เอทานอล (Ethanol) และ 2-โพรพานอล (2-propanol) โดยมีค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายเริ่มต้นเท่ากับ 7 ความเข้มข้นของแอลกอฮอล์เท่ากับ 5.0 โมลต่อลิตร และเวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดเท่ากับ 3 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลาย  
ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายที่ศึกษาในการทดลองนี้จะมีค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 9 เมื่อใช้เมทานอลเป็นสารรีดิวซ์และความเข้มข้นของเมทานอล 5.0 โมลต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 3 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของความเข้มข้นของแอลกอฮอล์  
ศึกษาผลของความเข้มข้นของแอลกอฮอล์โดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นระหว่าง 3.0-6.0 โมลต่อลิตร ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายที่เหมาะสมที่สุดจากการศึกษาผลของค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลาย และเวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา  
เวลาที่ศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 1 – 4 ชั่วโมง

### 2.2.3 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีดักชั้นด้วยฟอร์มัลดีไฮด์

#### วัสดุและสารเคมี

1. กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก (Hexachloroplatinic acid Hydrate, 98%)
2. ฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde, 40%)
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide)



## 4. ผงคาร์บอน (Vulcan XC-72)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ตู้อบไฟฟ้า (Oven)
2. อ่างอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
3. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
4. ไมโครปิเปต
5. โถดูดความชื้น
6. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
7. เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ

## 2.2.4 การศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีรีดักชันด้วยฟอร์มัลดีไฮด์

จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ฟอร์มัลดีไฮด์ (HCHO) เป็นสารรีดิวซ์ที่ดีสำหรับการพอกพูนแพลทินัมโดยไม่ใช้กระแสไฟฟ้า ตัวแปรที่ศึกษาคือ ผลของความเข้มข้นของสารละลายแพลทินัม ความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ (ฟอร์มัลดีไฮด์) และเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นไปวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเครื่องมือต่างๆ

- การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายแพลทินัม  
ศึกษาผลของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อใช้สารละลายแพลทินัมที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันคือ 5, 10 และ 15 กรัมต่อลิตร โดยใช้ความเข้มข้นของฟอร์มัลดีไฮด์ 0.15 โมลต่อลิตร และระยะเวลาในการพอกพูน 2 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารรีดิวซ์  
ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ฟอร์มัลดีไฮด์ที่แตกต่างกันในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 0.05, 0.10, 0.15 และ 0.25 โมลต่อลิตร โดยใช้อัตราส่วนการทำปฏิกิริยาระหว่างแพลทินัมกับฟอร์มัลดีไฮด์เป็น 1:2 ความเข้มข้นของสารละลายแพลทินัมเป็น 10 กรัมต่อลิตร และระยะเวลาในการพอกพูน 2 ชั่วโมง
- การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา  
ระยะเวลาในการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อปริมาณและขนาดของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา ในงานวิจัยนี้จะศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการพอกพูนแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนที่ 1, 2, 4 และ 6 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายแพลทินัมความเข้มข้น 10 กรัมต่อลิตร และฟอร์มัลดีไฮด์ความเข้มข้น 0.15 โมลต่อลิตร

- การศึกษาผลของจำนวนครั้งในการเติมสารรีดิวซ์  
รูปแบบการเติมสารรีดิวซ์อาจมีผลต่อลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นจึงศึกษาการเติมสารรีดิวซ์แบบค่อยๆ เติมจนครบตามต้องการ คือแบ่งการเติมเป็น 1, 3, 5, 7 และ 9 ครั้งตามลำดับ
- การศึกษาการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการแคลไซน์และการรีดิวซ์  
ศึกษาผลของการแคลไซน์และรีดิวซ์ที่มีต่อสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยการพอกพูนโดยไม่ใช้ไฟฟ้าที่ภาวะการเตรียม คือ ความเข้มข้นสารละลายแพลทินัม 10 กรัมต่อลิตร ความเข้มข้นฟอร์มัลดีไฮด์ 0.15 โมลต่อลิตร ระยะเวลาในการพอกพูน 2 ชั่วโมง และจำนวนครั้งในการเติมฟอร์มัลดีไฮด์ 1 ครั้ง

## 2.3 การพัฒนาชั้นแก๊สแพร่ และเอ็มอีเอ

### 2.3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือสำหรับศึกษาการพัฒนาชั้นแก๊สแพร่ และเอ็มอีเอ

#### วัสดุและสารเคมี

1. เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนเนฟลอน 115 และ 212 (Nafion membrane 115 และ 212)
2. กระดาษคาร์บอน (Toray Carbon paper) และผ้าคาร์บอน (Carbon cloth)
3. ผงคาร์บอนชนิดต่างๆ (RGN-C Vulcan XC-72 และ HICON Black)
4. สารละลายเนฟลอน 117 (Nafion 117 solution, 5%wt)
5. ไอโซโพรพานอล (Isopropanol)
6. 1,2-ไดเมทอกซีอีเทน (1,2-dimethoxyethane)
7. พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนอิมัลชัน (Polytetrafluoroethylene emulsion, PTFE 60% wt.)
8. สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยเตรียมจากสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 30 (Hydrogen peroxide, 30%)
9. สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร โดยเตรียมจากกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (Sulfuric acid, 98%)

#### อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องกดอัดด้วยความร้อนและความดัน (Compression mold) ของ LABTECH รุ่น LP20
2. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ
3. อ่างอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
4. ฟู่กั้น



5. พู่กันลม (Air brush) และปั๊มอากาศ
6. ตู้อบไฟฟ้า (Oven)
7. เครื่องแก้วในห้องปฏิบัติการ

### 2.3.2 การศึกษาพัฒนาชั้นแก๊สแพร่ และเอ็มอีเอ

- การศึกษาการเตรียมขั้วอิเล็กโทรด และเอ็มอีเอ โดยยังไม่มีชั้นรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา
 

ศึกษาการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดและเอ็มอีเอที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม 1.0 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า โดยศึกษาปริมาณเนฟลอนในการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ร้อยละ 10 และร้อยละ 20
- การศึกษาพัฒนาชั้นแก๊สแพร่ที่เหมาะสม
 

ชั้นแก๊สแพร่ที่มีคุณสมบัติที่เหมาะสมจะช่วยป้องกันชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจากปริมาณน้ำที่มากเกินไป ซึ่งจะไปบดบังพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้พื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาลดลงและส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิง งานวิจัยนี้จึงศึกษาการพัฒนาชั้นแก๊สแพร่ที่เหมาะสมด้วยการเพิ่มชั้นรองรับที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (sublayer or water management layer or microporous layer) เป็นผงคาร์บอนชนิดต่างๆผสมกับพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนบนชั้นแก๊สแพร่ที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ คือ ผงคาร์บอน และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้าเป็นแพลทินัมบนคาร์บอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนักในการเตรียมอิเล็กโทรด ตัวแปรที่ศึกษามีดังนี้

  - ชนิดของผงคาร์บอนที่ใช้เป็นชั้นรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ได้ศึกษาผลของผงคาร์บอน 3 ชนิด ได้แก่ RGN-C, Vulcan XC-72 และ HICON BLACK โดยนำมาเตรียมเป็นชั้นรองรับที่ภาวะดังนี้ คือ ปริมาณชั้นรองรับบนขั้วอิเล็กโทรด 1.9 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ปริมาณพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนร้อยละ 30 และเตรียมบนชั้นแก๊สแพร่ที่เป็นผงคาร์บอน (E-TEK) ส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนคาร์บอนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก (E-TEK) โดยมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนขั้ว อิเล็กโทรด 0.3 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ปริมาณเนฟลอนร้อยละ 33 แล้วนำขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมขึ้นนี้ประกอบเป็นขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนขนาดพื้นที่ 5 ตารางเซนติเมตร โดยใช้เมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนเป็นเนฟลอน 115
  - สัดส่วนระหว่างปริมาณพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนและปริมาณคาร์บอนที่เหมาะสมในชั้นรองรับ คือ ปริมาณพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนร้อยละ 3 ร้อยละ 6 ร้อยละ 10 และ ร้อยละ 30 ตามลำดับ

- การศึกษาผลของความหนาของเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน

ความหนาของเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนมีผลต่อสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน โดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วงการสูญเสียโอห์มมิก (Ohmic loss) งานวิจัยนี้ได้ศึกษาเพื่อเปรียบเทียบสมรรถนะของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนเมื่อใช้เมมเบรนที่มีความหนาแตกต่างกัน 2 ความหนา คือ เมมเบรนเนฟลอน 115 ซึ่งมีความหนา 5 มิล (127 ไม) และเมมเบรนเนฟลอน 212 ซึ่งมีความหนา 2 มิล (50.8 ไมโครเมตร)

## 2.4 การวิเคราะห์ ทดสอบ สมบัติและประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้วอิเล็กโทรดและเอ็มอีเอ

### 2.4.1 การวิเคราะห์ ทดสอบ สมบัติและประสิทธิภาพของชั้นแก๊สแพร่ และขั้วอิเล็กโทรด

- ศึกษาพื้นที่ผิวของผงคาร์บอนที่นำมาเตรียมเป็นชั้นรองรับด้วยเทคนิค BET surface area (เครื่อง Surface area and porosity analyzer)
- ศึกษาลักษณะพื้นผิวของชั้นแก๊สแพร่ และขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิค SEM (Scanning Electron Microscopy)
- การหาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยเทคนิค EDX (Energy Dispersive X-ray)
- ศึกษาพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical surface area, ECA) ของขั้วอิเล็กโทรดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (Cyclic voltammetry, CV)

### 2.4.2 การทดสอบประสิทธิภาพของเอ็มอีเอในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว

#### 2.4.2.1 วัสดุ สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว

##### วัสดุและสารเคมี

1. แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen 99.999%)
2. แก๊สออกซิเจน (Oxygen 99.999%)
3. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen 99.99%)



### อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดทดสอบประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยว
2. ระบบทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งประกอบด้วยหม้อความชื้น (Humidifier) อุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller) อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) และวาล์วควบคุมความดันย้อนกลับ (Back pressure regulator)
3. DC Electronic load
4. Potentiostat/Galvanostat: Autolab Module PGSTAT30
5. เครื่องคอมพิวเตอร์ พร้อมโปรแกรม General Purpose Electrochemical System (GPES) for Window-version 4.9.005 และโปรแกรม Frequency Response Analyzer (FRA) for Windows-version 4.9.005

#### 2.4.2.2 การทดสอบเอ็มอีเอ

- การทำให้ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนมีประสิทธิภาพสูงสุดก่อนการทดสอบจริง (Break-in)

การทำ Break-in มีวัตถุประสงค์เพื่อให้เมมเบรนและอิเล็กโทรดมีความชื้นเพียงพอก่อนการนำไปทดสอบสมรรถนะ กระบวนการ Break-in ควรทำที่ความดันของระบบ 2-8 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เกจ อุณหภูมิของเซลล์ 65-70 องศาเซลเซียส โดยให้ความชื้นทั้งทางด้านแอโนดและแคโทด และควรให้อุณหภูมิที่หม้อความชื้นของแอโนดสูงกว่าอุณหภูมิของเซลล์ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการทำ Break-in ควรจะมีค่ามากกว่า 0.6 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร โดยเฉพาะอย่างยิ่งควรจะมีค่ามากกว่า 0.8 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เนื่องจากจะทำให้เมมเบรนและขั้วอิเล็กโทรดมีความชื้นเพียงพอ

- ทดสอบพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนด้วยเทคนิค CV
- ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าหรือโพลาริเซชัน (Polarization)
- ทดสอบความต้านทานทางไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงด้วยเทคนิคอิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemical impedance spectroscopy, EIS) โดยใช้โปรแกรม Frequency Response Analyzer (FRA) เลือกรูปแบบ Potential และเลือกรูปแบบ Single potential ตั้งช่วงความถี่ตั้งแต่ 10 มิลลิเฮิร์ตซ์ – 10 กิโลเฮิร์ตซ์