



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ “การพอกพูนและการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและ
ประกอบสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ต”

โดย อาจารย์ ดร.คุณากร ภูจินดา และคณะ

กรกฎาคม 2555

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ “การพอกพูนและการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและ
ประกอบสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ต”

ผู้วิจัย

1. อาจารย์ ดร.คุณากร ภูจินดา
2. รองศาสตราจารย์ ดร.พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์

ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

และจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ: MRG5380149

ชื่อโครงการ: การพอกพูนและการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบสำหรับ
เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์โดยการพิมพ์อิงก์เจ็ต

ชื่อนักวิจัย และสถาบัน: อ.ดร.คุณากร ภูจินดา
ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อีเมลล์: kunakorn.p@chula.ac.th

ระยะเวลาโครงการ: 2 ปี

บทคัดย่อ:

งานวิจัยนี้พัฒนาการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเตรียมเยื่อแผ่นประกอบ
ขั้วไฟฟ้า (เอ็ลล์) ด้วยสามวิธีได้แก่ การพิมพ์อิงก์เจ็ตบนชั้นแพร์แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อ
แผ่น การถ่ายโอนรูปลอกของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนแผ่นเทฟลอน
ไปบนเยื่อแผ่น และการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นโดยตรง พบว่าการพิมพ์อิงก์เจ็ตใช้พอกพูนชั้น
ตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบได้โดยเกิดการสูญเสียวัสดุเพียงเล็กน้อยเนื่องจากหยดหมึกมี
ขนาดเล็กถึงระดับพิโกลิตรและไม่จำเป็นต้องใช้หน้ากากในการกำหนดรูปร่างของการพอกพูน
สำหรับการพอกพูนชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตาราง
เซนติเมตรทั้งด้านแอโนดและแคโทดของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ขนาด 5 ตารางเซนติเมตร การ
พิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นโดยตรงให้แรงดันวงจรเปิดสูงสุดและให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่
0.6 โวลต์สูงสุดคือ 475 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร เนื่องจากได้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีรู
พรุนและมีรูปร่างที่มีขอบเขตแน่นอน ส่วนการขยายส่วนเอ็ลล์โดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตจาก 5
เป็น 25 ตารางเซนติเมตรพบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าลดลงเพียงร้อยละ 10 นอกจากนี้
การเรียงลำดับความหนาแน่นของคาร์บอนออกไซด์จากมากไปน้อยของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้านแอโนดที่
เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นและมีปริมาณโลหะรวม 0.15 มิลลิกรัมต่อตาราง
เซนติเมตรเป็นดังนี้ ชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน/คาร์บอน ชั้นประกอบที่มีแพลทินัม/คาร์บอน/
คาร์บอนบนแพลทินัม/คาร์บอนโดยมีปริมาณโลหะแต่ละชั้นเท่ากัน และชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/
คาร์บอน ทั้งนี้การขยายส่วนชั้นแพลทินัม/คาร์บอนเป็น 100 ตารางเซนติเมตรในเซลล์
เชื้อเพลิงแก๊วลำดับทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสที่ 0.6 โวลต์เท่ากับ 237.8 ± 24.0 มิลลิ
แอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งมีความเบี่ยงเบนมาตรฐานเพียงร้อยละ 10 ของค่าเฉลี่ย

คำหลัก : เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ การขยายส่วน ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบ ความหนา
คาร์บอนออกไซด์ การพิมพ์อิงก์เจ็ต

Abstract

Project Code : MRG5380149

Project Title : Deposition and Scaling Up of Single and Composite Catalyst Layers for PEM Fuel Cell by Inkjet Printing

Investigator : Kunakorn Poochinda, Ph.D.
Department of Chemical Technology
Faculty of Science
Chulalongkorn University

E-mail Address : kunakorn.p@chula.ac.th

Project Period : 2 years

Abstract:

Inkjet printing of catalyst ink was developed for preparation of membrane electrode assemblies (MEAs) with three different procedures: inkjet printing onto gas diffusion layer followed by compression with membrane, decal transfer of inkjet-printed catalyst layer from Teflon sheet onto membrane, and direct inkjet printing onto membrane. Single and composite catalyst layers were deposited with little material loss because of the picoliter droplet size and the nonnecessity of deposition mask. It was found that for single 5 cm² Pt/C layer deposition of 0.15 mgPt/cm² loading on each electrode, the direct inkjet printing onto membrane gave the highest open-circuit voltage and the largest current density at 0.6 V of 475 mA/cm². Those may be due to the formation of a well-defined but porous catalyst layer. Scaling up an MEA by inkjet printing from 5 to 25 cm² resulted in a reduction in current density of only about 10 %. Finally, the degree of carbon monoxide-tolerance was found in the following order: single inkjet-printed PtRu/C layer, composite layers of equally loaded PtRu/C on Pt/C, and single Pt/C layer on the anode side, as the total metal loading of the anode was fixed at 0.15 mg/cm² by inkjet printing onto membrane. In addition, PtRu/C scale up to 100 cm² in array fuel cell brought about the current density at 0.6 V of 237.8 ± 24.0 mA/cm², where the standard deviation was only about 10% of the average value.

Keywords: PEM fuel cell, scaling up, composite catalyst layer, carbon monoxide-tolerance, inkjet printing

Executive Summary

รหัสโครงการ: MRG5380149

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การพอกพูนและการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์โดยการพิมพ์อิงค์เจ็ต

(ภาษาอังกฤษ) Deposition and Scaling Up of Single and Composite Catalyst Layers for PEM Fuel Cell by Inkjet Printing

ชื่อหัวหน้าโครงการ หน่วยงานสังกัด และที่อยู่

ชื่อ-สกุล อ.ดร.คุณากร ภูจินดา

หน่วยงาน ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ที่อยู่ ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ ๑ 10330

โทรศัพท์ 02-218-7523, 089-005-4474 โทรสาร 02-255-5831

Email address Kunakorn.P@Chula.ac.th

งบประมาณทั้งโครงการ 480,000 บาท

ระยะเวลาดำเนินงาน 2 ปี ตั้งแต่วันที่ 15 มิถุนายน 2553 ถึงวันที่ 14 มิถุนายน 2555

ปัญหาที่ทำวิจัยและความสำคัญ

เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์เป็นทางเลือกหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจสำหรับทดแทนการเผาไหม้เชื้อเพลิงฟอสซิล เนื่องจากมีประสิทธิภาพสูง เริ่มทำงานได้เร็ว มีภาวะดำเนินการที่ไม่รุนแรงและปราศจากการปล่อยแก๊สเรือนกระจก โดยเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์เปลี่ยนพลังงานเคมีของไฮโดรเจนเป็นไฟฟ้าโดยตรงและให้ผลพลอยได้เป็นน้ำและความร้อน ความท้าทายสำหรับการพัฒนาเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์ไปสู่การประยุกต์ในระดับอุตสาหกรรมมีหลายประการเช่น การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาให้มีความต้านทานต่อภาวะพิษของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งมักเจือปนอยู่ในแก๊สไฮโดรเจนที่ผลิตจากรีฟอร์มมิ่งด้วยไอน้ำของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนหรือจากแก๊สซิโกลีนของชีวมวล ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในปัจจุบันได้แก่แพลทินัมซึ่งมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงแต่ก็มีต้นทุนสูงและเสื่อมลงเมื่อสัมผัสกับคาร์บอนมอนอกไซด์ จึงต้องใช้ไฮโดรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูงทำให้ต้นทุนในการดำเนินการสูงตามไปด้วย นอกจากนี้การพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบดั้งเดิมใช้วิธีการทาด้วยพู่กันและการสเปรย์ ซึ่งทำให้ความสม่ำเสมอของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาและสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงขึ้นอยู่กับทักษะและความชำนาญของผู้ดำเนินการเป็นอย่างมาก นอกจากนี้วิธีดั้งเดิมดังกล่าวยังก่อให้เกิดการสูญเสียวัสดุในปริมาณมาก จึงเป็นอุปสรรคต่อการขยายส่วนเพื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าและลดต้นทุนในการผลิต

งานวิจัยนี้มุ่งพัฒนาการใช้เครื่องพิมพ์อิงค์เจ็ตในการพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบ เพื่อผลิตเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าให้มีสมรรถนะสูงหรือมีความทนคาร์บอนมอนอกไซด์เนื่องจากการพิมพ์อิงค์เจ็ตสามารถกำหนดลำดับการพอกพูนและรูปร่างของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา

โดยเตรียมหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาให้มีสมบัติเช่น ความหนืด แรงตึงผิวที่เหมาะสม และเปรียบเทียบกับสมรรถนะของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่ได้จากการพิมพ์อิงก์เจ็ทกับการสเปรย์ภายใต้ภาวะเดียวกัน รวมถึงทดสอบความสามารถในการขยายส่วนสำหรับทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงแบบแถวลำดับขนาด 100 ตารางเซนติเมตร เพื่อเปรียบเทียบสมรรถนะที่ตำแหน่งต่าง ๆ บนขั้วไฟฟ้า

ผลการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้พัฒนาการพิมพ์อิงก์เจ็ทของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเตรียมเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้า (เอ็มอีเอ) ด้วยสามวิธีได้แก่ การพิมพ์อิงก์เจ็ทบนชั้นแพร่แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่น การถ่ายโอนรูปลอกของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนแผ่นเทฟลอนไปบนเยื่อแผ่น และการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนเยื่อแผ่นโดยตรง พบว่าการพิมพ์อิงก์เจ็ทสามารถพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบได้โดยเกิดการสูญเสียวัสดุเพียงเล็กน้อยเนื่องจากหยดหมึกมีขนาดเล็กถึงระดับพิโกลิตรและไม่จำเป็นต้องใช้หน้ากากในการกำหนดรูปร่างของการพอกพูน สำหรับการพอกพูนชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตรทั้งด้านแอโนดและแคโทดของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มขนาด 5 ตารางเซนติเมตร การพิมพ์อิงก์เจ็ทบนเยื่อแผ่นโดยตรงให้แรงดันวงจรเปิดสูงสุดและให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์สูงสุดคือ 475 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เนื่องจากได้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีรูพรุนและมีรูปร่างที่มีขอบเขตแน่นอน รองลงมาคือการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนชั้นแพร่แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่น ซึ่งให้ความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 435 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร โดยสมรรถนะที่ต่ำกว่าเกิดขึ้นในช่วงการสูญเสียก่อนกัมมันต์สอดคล้องกับฐานฐานวิทยาที่พบจากการพิมพ์บนเยื่อแผ่นที่ให้การสัมผัสระหว่างองค์ประกอบของขั้วไฟฟ้าที่ดีกว่าการพิมพ์บนผ้าคาร์บอน และลำดับสุดท้ายคือการถ่ายโอนรูปลอกของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนแผ่นเทฟลอนไปบนเยื่อแผ่น ซึ่งให้ความหนาแน่นกระแสเพียง 320 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ส่วนการขยายส่วนเอ็มอีเอโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนชั้นแพร่แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่นจาก 5 เป็น 25 ตารางเซนติเมตร พบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ลดลงเพียงร้อยละ 10 จาก 435 เป็น 382 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร

การเรียงลำดับความหนาแน่นคาร์บอนออกไซด์จากมากไปน้อยของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้านแอโนดที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ทบนเยื่อแผ่นและมีปริมาณโลหะรวม 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรเป็นดังนี้ ชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน ชั้นประกอบที่มีแพลทินัม/คาร์บอนบนแพลทินัม/คาร์บอนโดยมีปริมาณโลหะแต่ละชั้นเท่ากับ 0.075 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร และชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน ทั้งนี้การขยายส่วนชั้นแพลทินัม/คาร์บอนเป็น 100 ตารางเซนติเมตรในเซลล์เชื้อเพลิงแถวลำดับทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสที่ 0.6 โวลต์เท่ากับ 237.8 ± 24.0 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร

นอกจากนี้ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 12-ฟอสโฟทังสเตนออกไซด์บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน (Vulcan XC-72) ที่ผ่านการปรับผิวด้วยกรดไนตริก ตามด้วยเทคนิคอิมเพร็กชัน (impregnation)

ของฟอสโฟทังสเตนไดออกไซด์ไฮเดรต เนื่องจากมีไอออนของฟอสโฟออกโซเมทัลเลตที่สามารถออกซิไดซ์คาร์บอนมอนอกไซด์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ได้ในภาวะที่มีน้ำ

สรุปผลการวิจัย

การพิมพ์อิงก์เจ็ตสามารถพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบได้โดยเกิดการสูญเสียวัสดุเพียงเล็กน้อยเนื่องจากหยดหมึกมีขนาดเล็กถึงระดับพิโกลิตรและไม่จำเป็นต้องใช้หน้ากากในการกำหนดรูปร่างของการพอกพูน สำหรับการพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตรขนาด 5 ตารางเซนติเมตร การพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์สูงถึง 475 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร

ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอนมีความทนคาร์บอนมอนอกไซด์มากกว่าชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบที่มีแพลทินัม/คาร์บอนบนแพลทินัม/คาร์บอนโดยมีปริมาณโลหะแต่ละชั้นเท่ากันและทนมากกว่าชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน ทั้งนี้การขยายส่วนชั้นแพลทินัม/คาร์บอนเป็น 100 ตารางเซนติเมตรในเซลล์เชื้อเพลิงแถวลำดับทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสที่ 0.6 โวลต์เท่ากับ 237.8 ± 24.0 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตรซึ่งมีความเบี่ยงเบนมาตรฐานเพียงร้อยละ 10 ของค่าเฉลี่ย

ข้อเสนอแนะ

1. เนื่องจากหยดหมึกขนาดพิโกลิตรให้การพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่น้อยมากในแต่ละรอบของการพิมพ์ และหากหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาไม่แห้งทันทีที่ต้องให้ความร้อนระหว่างรอบเป็นการเสียเวลา ทำให้การพิมพ์อิงก์เจ็ตเหมาะสมกับการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณน้อยๆ เท่านั้น
2. การเพิ่มความทนคาร์บอนมอนอกไซด์ให้ดีขึ้นอีกอาจต้องพัฒนาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใหม่ขึ้นมาเพราะตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้าของแพลทินัม/คาร์บอนบนคาร์บอนมีอัตราส่วนระหว่างแพลทินัมต่อรูทีเนียมเพียงหนึ่งต่อหนึ่งเท่านั้น

ผลงานทางวิชาการ

นำเสนอในการประชุมวิชาการ 2 ครั้ง ได้แก่

1. N. Kanlayakan, P. Piumsomboon and K. Poochinda, "Preparation of Catalyst Coated Membrane by Direct Inkjet Printing for PEM Fuel Cell", The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, 24 April 2012, Queen Sirikit National Convention Center, Bangkok.

2. S. Pongchaiphol, P. Piumsomboon and K. Poochinda, "Preparation of Catalyst-Coated Membrane for PEM Fuel Cell by Decal Transfer of Inkjet-Printed electrodes", The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, 24 April 2012, Queen Sirikit National Convention Center, Bangkok.

วัตถุประสงค์

1. พัฒนาการพอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยว เช่นแพลทินัมและแพลทินัมรูทีเนียม เป็นต้น และชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบ เช่นแพลทินัมรูทีเนียมบนแพลทินัมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ด
2. เปรียบเทียบสมรรถนะของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้า (MEA) ที่เตรียมได้จากการพิมพ์อิงก์เจ็ดกับที่เตรียมโดยการสเปรย์
3. พัฒนาชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ดให้มีความทนคาร์บอนมอนอกไซด์
4. ทดสอบความสามารถในการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ด

วิธีการทดลอง

1. การปรับสภาพเมมเบรนเนฟิออน

- 1.1 ตัดเยื่อแผ่นเนฟิออนเมมเบรน 115 (Electrochem) ขนาด 5×5 ตารางเซนติเมตร สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าขนาด 5 ตารางเซนติเมตร หรือขนาด 7×7 ตารางเซนติเมตร สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าขนาด 25 ตารางเซนติเมตร
- 1.2 นำเยื่อแผ่นไปแช่ในน้ำปราศจากประจุที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 1.3 แช่เยื่อแผ่นในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Carlo Erba) ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ปนเปื้อน
- 1.4 แช่เยื่อแผ่นในสารละลายกรดซัลฟิวริก (Lab-scan) ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดไอออนของโลหะ
- 1.5 แช่เยื่อแผ่นในน้ำปราศจากประจุที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อล้างสารตกค้าง
- 1.6 นำเนฟิออนเมมเบรนแช่เก็บไว้ในน้ำปราศจากประจุ เพื่อรอการใช้งานต่อไป

2. การเตรียมหมึกตัวเร่งปฏิกิริยา

- 2.1 ชั่งน้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน (แพลทินัมร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก, Electrochem) หรือตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน (Pt:Ru = 1:1 โดยโมล, โลหะทั้งหมดร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก, Etek) ปริมาณ 0.025 กรัมในขวดแก้วที่มีปริมาตรประมาณ 10 มิลลิลิตร
- 2.2 เติมน้ำ 1.2 ไอโซโพรพานไดออลปริมาตร 0.75 มิลลิลิตร
- 2.3 เติมน้ำปราศจากประจุปริมาตร 3.5 มิลลิลิตร
- 2.4 นำไปจุ่มในอ่างอัลตราโซนิกที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้หมึกผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2.5 เติมสารละลายเนฟิออน 117 (ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก, Fluka) ปริมาตร 0.283 มิลลิลิตร
- 2.6 เขย่าแล้วนำไปจุ่มในอ่างอัลตราโซนิกอีกครั้งที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วฉีดใส่ตลับหมึก

3. การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ดลงบนผ้าคาร์บอน

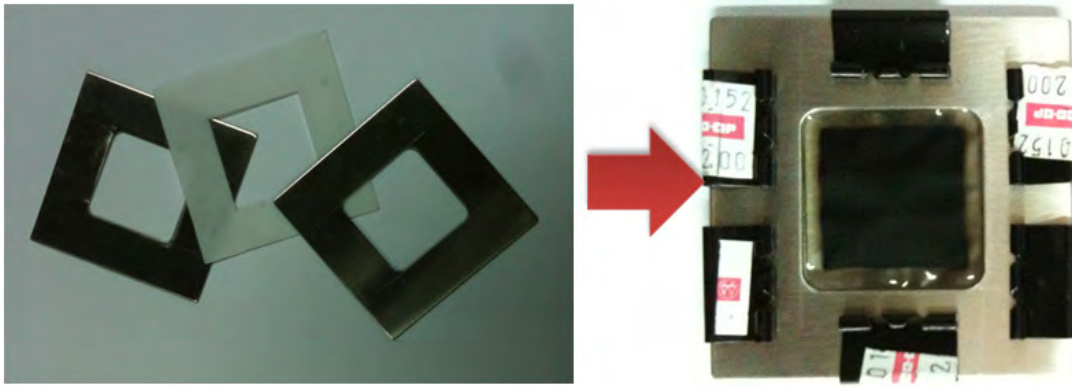
- 3.1 ตัดผ้าคาร์บอนขนาด 2.3×4.6 ตารางเซนติเมตร สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าขนาด 5 ตารางเซนติเมตร) หรือขนาด 5×10 ตารางเซนติเมตร สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าขนาด 25 ตารางเซนติเมตร)
- 3.2 นำผ้าคาร์บอนไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่งและบันทึกน้ำหนัก
- 3.3 นำผ้าคาร์บอนไปยึดติดกับกระดาษ A4 ด้วยกาวสองหน้า และวัดความหนาด้วยไมโครมิเตอร์ เพื่อกำหนดค่าความหนาของตัวรองรับในโปรแกรมการพิมพ์
- 3.4 นำกระดาษ A4 ที่มีผ้าคาร์บอนติดอยู่ไปวางบนแท่นพิมพ์ของเครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงค์เจ็ท ยี่ห้อ Dimatix รุ่น DMP 2831
- 3.5 เลือกแบบรูปการพิมพ์เป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดเท่ากับผ้าคาร์บอนและตั้งอุณหภูมิของแท่นพิมพ์เท่ากับ 60 องศาเซลเซียส แล้วสั่งพิมพ์
- 3.6 เมื่อพิมพ์เสร็จในแต่ละรอบ ใช้ไดร์เป่าผมให้ความร้อนแก่ขั้วไฟฟ้าบนผ้าคาร์บอนเพื่อให้หมึกตัวเร่งปฏิกิริยาแห้ง
- 3.7 เมื่อพิมพ์ซ้ำจนคาดว่าจะได้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการคือ 0.15 มิลลิกรัมโลหะต่อตารางเซนติเมตรแล้ว นำขั้วไฟฟ้าที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 3.8 นำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูน หากยังไม่ครบตามต้องการก็นำไปพิมพ์ซ้ำจนกว่าจะได้ปริมาณที่ต้องการ
- 3.9 นำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปแช่ในน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เพื่อกำจัด 1,2 โพรเพนไดออล จากนั้นนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียสอีกครั้ง เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ขั้วไฟฟ้างดงามดังแสดงในรูปที่ 1



รูปที่ 1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมเต็มพื้นที่ผิวบนผ้าคาร์บอน

- 3.10 ตัดครึ่งขั้วไฟฟ้าให้ขนานกับด้านสั้นของรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า เพื่อแบ่งครึ่งเป็นแอโนดและแคโทดรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส
- 3.11 ใช้ฟู่กันทาสารละลายเนฟิออน 117 ลงบนขั้วไฟฟ้าที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา

- 3.12 นำผ้าคาร์บอนเคลือบเนฟลอนสองแผ่นที่เตรียมได้มาอัดกับเยื่อแผ่นเนฟลอน 115 ที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียสและความดัน 65 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 2.5 นาที
4. การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยการถ่ายโอนรูปลอก
- 4.1 ทำความสะอาดแผ่นเทฟลอนแล้วอัดด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปยี่ห้อ Labtech ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสและความดัน 100 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้แผ่นเทฟลอนมีเสถียรภาพต่อการอัดต่อไป
- 4.2 วางแผ่นเทฟลอนบนแท่นพิมพ์ของเครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ต ยี่ห้อ Dimatix รุ่น DMP 2831
- 4.3 เลือกแบบรูปการพิมพ์สี่เหลี่ยมจัตุรัสกลางแผ่นเทฟลอนและตั้งอุณหภูมิของแท่นพิมพ์เท่ากับ 60 องศาเซลเซียส แล้วส่งพิมพ์
- 4.4 เมื่อพิมพ์เสร็จในแต่ละรอบ ใช้ไดร์เป่าผมให้ความร้อนแก่ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนแผ่นเทฟลอนให้แห้งเร็วขึ้น
- 4.5 เมื่อพิมพ์จนคาดว่าจะได้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการคือ 0.15 มิลลิกรัมโลหะต่อตารางเซนติเมตรแล้ว นำเยื่อแผ่นไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
- 4.6 นำเยื่อแผ่นที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูน หากยังไม่ครบตามต้องการก็นำไปพิมพ์ซ้ำจนกว่าจะได้ปริมาณที่ต้องการ
- 4.7 ล้างแผ่นเทฟลอนในน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 วินาที เพื่อกำจัด 1,2-โพรเพนไดออล แล้วอบแห้งอีกครั้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
- 4.8 ประกบเยื่อแผ่นเนฟลอน 115 กับแผ่นเทฟลอนที่เคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วสองแผ่นข้างละแผ่น
- 4.9 อัดด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียสและความดัน 30 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 5 นาที
- 4.10 ลอกแผ่นเทฟลอนออกจากเยื่อแผ่น
- 4.11 นำเอ็มอีเอที่เตรียมได้ไปอัดกับผ้าคาร์บอนเคลือบเนฟลอนสองแผ่นที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียสและความดัน 65 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 2.5 นาที
5. การเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตลงบนเนฟลอนเมมเบรน
- 5.1 นำเยื่อแผ่นเนฟลอนที่ผ่านการปรับสภาพแล้วมาวางบนจานเพาะเชื้อและเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำไปชั่งและบันทึกน้ำหนัก
- 5.2 นำเยื่อแผ่นไปประกบกับแผ่นไมลาร์และเหล็กกล้าไร้สนิม 2 แผ่นให้เยื่อแผ่นตึงแล้วหนีบด้วยตัวหนีบกระดาษดังรูปที่ 2 แล้วนำไปวางบน plate ของเครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ตในตำแหน่งที่ต้องการพิมพ์



รูปที่ 2 การซิงเยื่อแผ่นเนฟิออนกับแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

- 5.3 นำชิ้นงานไปวางบนแท่นพิมพ์ของเครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ต ยี่ห้อ Dimatix รุ่น DMP 2831
- 5.4 เลือกแบบรูปการพิมพ์สี่เหลี่ยมจัตุรัสกลางเยื่อแผ่นและตั้งอุณหภูมิของแท่นพิมพ์เท่ากับ 60 องศาเซลเซียส แล้วสั่งพิมพ์
- 5.5 เมื่อพิมพ์เสร็จในแต่ละรอบ ใช้ไดร์เป่าผมให้ความร้อนแก่ชิ้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นให้แห้งเร็วขึ้นและช่วยลดการบวมตัวของเยื่อแผ่นเนฟิออน
- 5.6 เมื่อพิมพ์จนคาดว่าจะได้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการคือ 0.15 มิลลิกรัมโลหะต่อตารางเซนติเมตรแล้ว นำเยื่อแผ่นไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 5.7 นำเยื่อแผ่นที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูน หากยังไม่ครบตามต้องการก็นำไปพิมพ์ซ้ำจนกว่าจะได้ปริมาณที่ต้องการ
- 5.8 กลับด้านของเยื่อแผ่น แล้วพิมพ์แบบเดียวกันอีกจะได้เยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้า
- 5.9 นำเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปแช่ในน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เพื่อล้างตัวทำละลาย แล้วนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 5.10 นำเอมีเอทีเตรียมได้ไปอัดกับผ้าคาร์บอนเคลือบเนฟิออนสองแผ่นที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียสและความดัน 65 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 2.5 นาที
6. การประกอบเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบแกวลำดับ
 - 6.1 เตรียมขั้วไฟฟ้าแพลทินัมบนคาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตร ขนาด 10x10 ตารางเซนติเมตร
 - 6.2 เตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นโดยตรงเป็น 5 แถว และ 5 หลัก ที่มีระยะห่างเท่ากันบนเยื่อแผ่นอีกด้าน รวม 25 ขั้ว โดยมีพื้นที่อย่างน้อยขั้วละ 0.713 ตารางเซนติเมตร

- 6.3 เจาะแผ่นไมลาร์รูปวงกลมที่มีขนาด 0.713 ตารางเซนติเมตร จำนวน 5 แถว แถวละ 5 ช่องออกโดยใช้เหล็กเจาะรูขนาด 3/8" และนำฟิล์มไมลาร์อีกแผ่นมาตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมขนาด 10x10 ตารางเซนติเมตรออก
- 6.4 นำกาวสองหน้ามาติดที่มุมทั้ง 4 ของแผ่นฟิล์มไมลาร์แผ่นที่เจาะเป็นรูปสี่เหลี่ยม แล้วนำไปติดลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมสำหรับการอัด
- 6.5 นำเอ็มอีเอทีเตรียมได้ ไปวางให้ตรงกับช่องในแผ่นฟิล์มไมลาร์ แล้วตัดผ้าคาร์บอนขนาดเท่ากันเคลือบสารละลายเนฟิออน 117 แล้ววางในช่องดังกล่าว
- 6.6 นำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมมาประกบทับผ้าคาร์บอนก่อนอัดด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปโดยใช้อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียส ความดัน 85 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เป็นเวลา 5 นาที จะได้ชิ้นงานดังรูปที่ 3

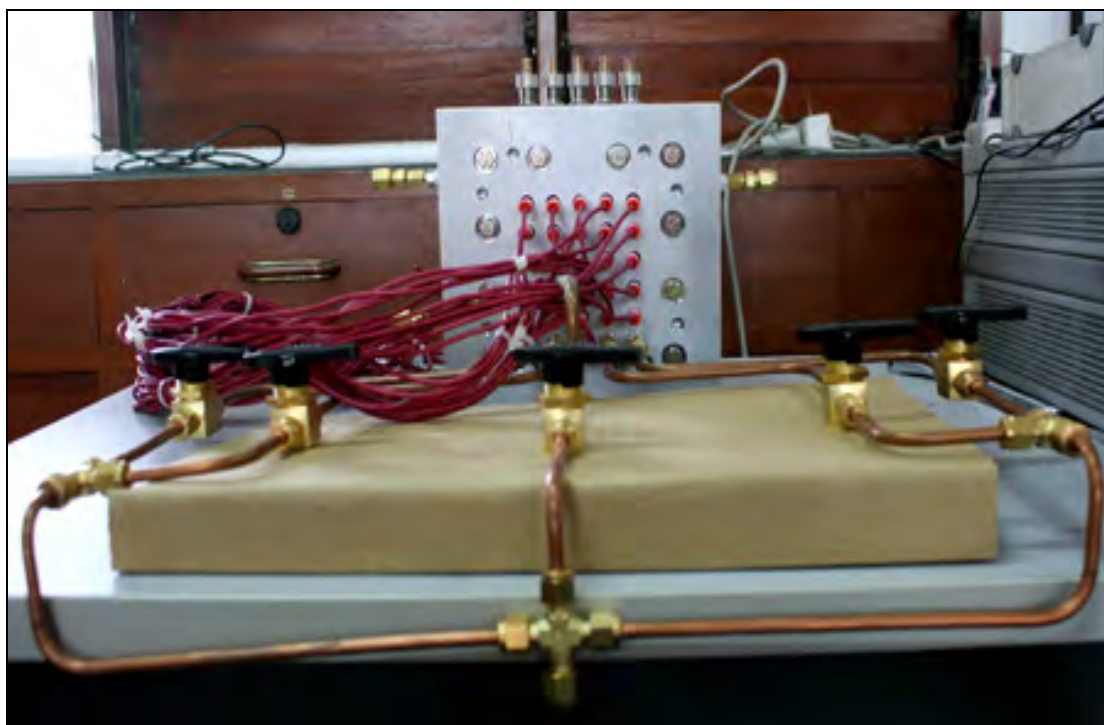


รูปที่ 3 เยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าแบบแถวลำดับ

7. การวัดสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

- 7.1 วางเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าบนแผ่นยางซิลิโคนและประกบกับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้งสองด้าน เพื่อป้องกันการรั่วของแก๊ส
- 7.2 ยึดแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้ากับแผ่นปิดท้าย (End plate) จากนั้นใช้ประแจปอนด์สลับอลอัดทุกส่วนเข้าด้วยกันจนได้โมเมนต์การหมุน 40 ปอนด์แรง-นิ้ว
- 7.3 นำเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวที่เตรียมได้ไปติดตั้งในสถานีทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

- 7.4 ตรวจสอบวาล์วขาเข้าของแก๊สทุกชนิดให้มีทิศทางการไหลของแก๊สเป็นไปตามที่ต้องการและไม่มีกการไหลปนกัน
- 7.5 ตรวจสอบสภาพข้อต่อต่างๆ รวมถึงระดับน้ำภายในระบบให้ความชื้นของสถานีทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงให้พร้อมทำการทดลอง
- 7.6 ตั้งอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงและหน่วยให้ความชื้น รอจนอุณหภูมิถึงค่าที่ตั้งไว้
- 7.7 ตั้งอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนและไฮโดรเจนเป็น 100 sccm
- 7.8 เปิดวาล์วให้แก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิงแทนก่อน เพื่อเป็นทดสอบการรั่วและไล่สิ่งตกค้าง
- 7.9 ปิดแก๊สไนโตรเจนและปรับทิศทางการไหลของแก๊สเปลี่ยนไปเปิดวาล์วขาเข้าเป็นแก๊สออกซิเจนและไฮโดรเจนแทน
- 7.10 ทำการ Run in ให้เซลล์เชื้อเพลิงและเยื่อแผ่นเข้าสู่ภาวะสมดุลกับไอน้ำ โดยตั้งค่าศักย์ไฟฟ้าที่ 0.2 โวลต์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นปรับเป็น 0.2 โวลต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 7.11 วัดกราฟโพลลาไรเซชันโดยการหมุนปรับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.1 จนถึง 0.9 โวลต์ เพื่อบันทึกค่ากระแสไฟฟ้าที่ได้ และทำการทดสอบซ้ำอีก 3-4 ครั้ง
- 7.12 การวัดสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงแบบแถวลำดับรูปที่ 4 ซึ่งมีช่องทางการไหลแบบขนาน ด้านแคโทดใช้ขั้วไฟฟ้าสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 100 ตารางเซนติเมตร ส่วนด้านแอโนดเป็นวงกลม 25 ช่อง มี 5 แถวและ 5 หลัก แต่ละช่องมีพื้นที่ขั้วไฟฟ้า 0.71 ตารางเซนติเมตร ใช้ขั้นตอนทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว



รูปที่ 4 ระบบท่อและระบบวัดสมรรถนะสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบแถวลำดับ

ผลการทดลอง

สูตรหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมต่อการพิมพ์อิงก์เจ็ต

เนื่องจากเครื่องพิมพ์แต่ละรุ่นต้องการหมึกที่มีสมบัติแตกต่างกันขึ้นอยู่กับกลไกในการฉีดหมึก เช่น แบบเทอร์มัลและแบบไฟโอโซอิลิกทริก ทั้งนี้สมบัติที่สำคัญได้แก่ความหนืดและแรงตึงผิว จึงจำเป็นต้องพัฒนาสูตรหมึกให้เหมาะสม โดยงานวิจัยนี้ใช้เครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ตยี่ห้อ Dimatix รุ่น DMP 2831 ซึ่งเป็นแบบไฟโอโซอิลิกทริก และได้แสดงสูตรหมึกที่ได้พัฒนาเทียบกับช่วงสมบัติที่เหมาะสมตามที่ระบุไว้โดยบริษัทผู้ผลิตเครื่องพิมพ์ในตารางที่ 1 พบว่าเมื่อใช้หมึกที่พัฒนาขึ้นสามารถฉีดหมึกเป็นหยดได้อย่างต่อเนื่องและมีวิถีการฉีดเป็นเส้นตรง ทั้งนี้งานวิจัยนี้เลือกใช้ 1,2-โพรเพนไดออลแทนการใช้ 2-โพรพานอลและเอทิลีนไกลคอล เนื่องจากมีอัตราการระเหยที่ต่ำกว่า ทำให้สมบัติของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยามีเสถียรภาพมากกว่าการใช้แอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำดังกล่าว นอกจากนี้ 1,2-โพรเพนไดออลยังมีความเป็นพิษน้อยกว่าเอทิลีนไกลคอลและสามารถล้างออกได้ง่ายโดยการแช่น้ำอุ่นเช่นกัน

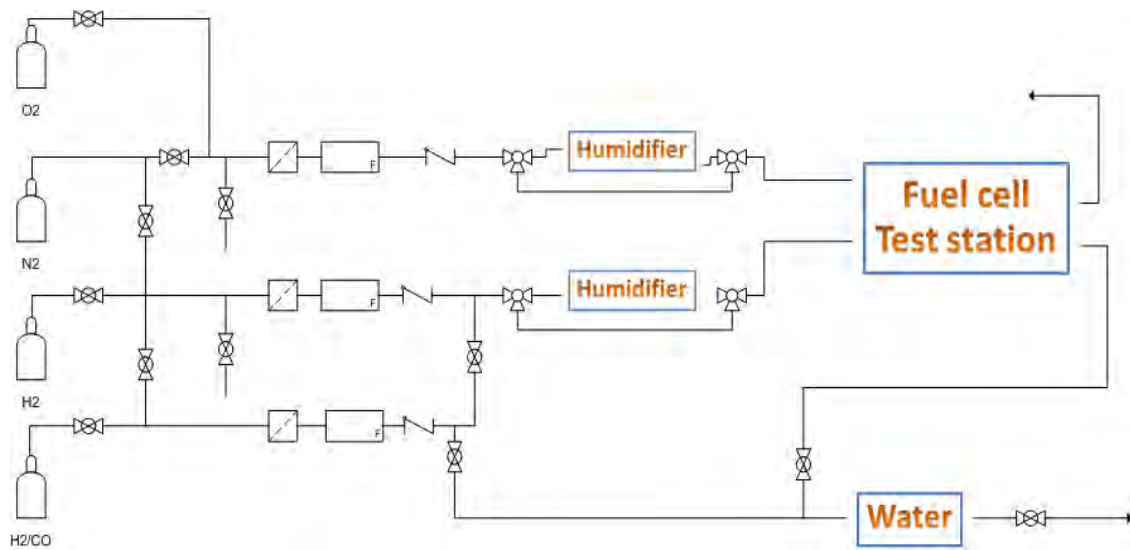
ตารางที่ 1 ส่วนประกอบและสมบัติของหมึกพิมพ์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่พัฒนาขึ้น

ส่วนประกอบ	ในงานวิจัยนี้	สมบัติที่เหมาะสม ระบุโดยบริษัทผู้ผลิต
ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวรองรับคาร์บอน, โลหะร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก (g)	0.05	
สารละลายเนฟิออน (ml)	0.568	
1,2-โพรเพนไดออล (ml)	4	
น้ำปราศจากประจุ (ml)	4	
ความหนืด (cP)	10.6	10.0-12.0
แรงตึงผิว (mN/m)	31.9	28.0-36.0

การออกแบบและติดตั้งระบบจ่ายแก๊สผสมคาร์บอนมอนอกไซด์/ไฮโดรเจนและไล่แก๊สตกค้างเข้ากับสถานีทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

ได้ออกแบบและติดตั้งระบบจ่ายแก๊สผสมคาร์บอนมอนอกไซด์/ไฮโดรเจนและระบบไล่แก๊สตกค้างเข้ากับสถานีทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงเดิม โดยเพิ่มท่อจ่ายแก๊สผสมจากถังแก๊สที่มี 100 ppm คาร์บอนมอนอกไซด์ในไฮโดรเจนเข้ากับท่อจ่ายไฮโดรเจนบริสุทธิ์ และติดตั้งเครื่องควบคุมอัตราการไหลโดยน้ำหนัก 2 ตัว เพื่อเจือจางคาร์บอนมอนอกไซด์ด้วยไฮโดรเจนบริสุทธิ์โดยสามารถจ่ายแก๊สผสมเข้าเซลล์เชื้อเพลิงได้ในช่วงความเข้มข้น 0-100 ppm คาร์บอนมอนอกไซด์ในไฮโดรเจน และติดตั้งระบบท่อไนโตรเจนให้เชื่อมทุกสายท่อเพื่อไล่แก๊สอันตรายออกให้หมด อีกทั้งท่อแก๊สทั้งที่มีไฮโดรเจนต้องผ่านน้ำก่อนปล่อยออกสู่บรรยากาศเพื่อป้องกันการเกิดเพลิง

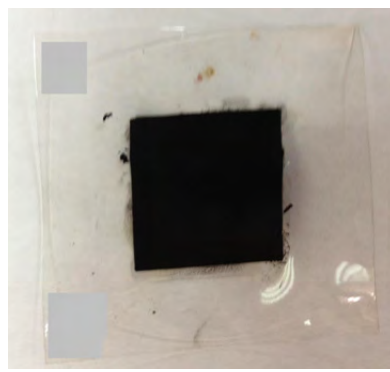
ใหม่และท่อแก๊สทิ้งที่มีคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ต่อไปทิ้งสู่บรรยากาศในบริเวณที่ปราศจากมนุษย์ เพื่อป้องกันอันตรายต่อสุขภาพ



รูปที่ 5 แผนภาพสถานีทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงที่ติดตั้งระบบจ่ายแก๊สผสม คาร์บอนมอนอกไซด์/ไฮโดรเจน

การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอก

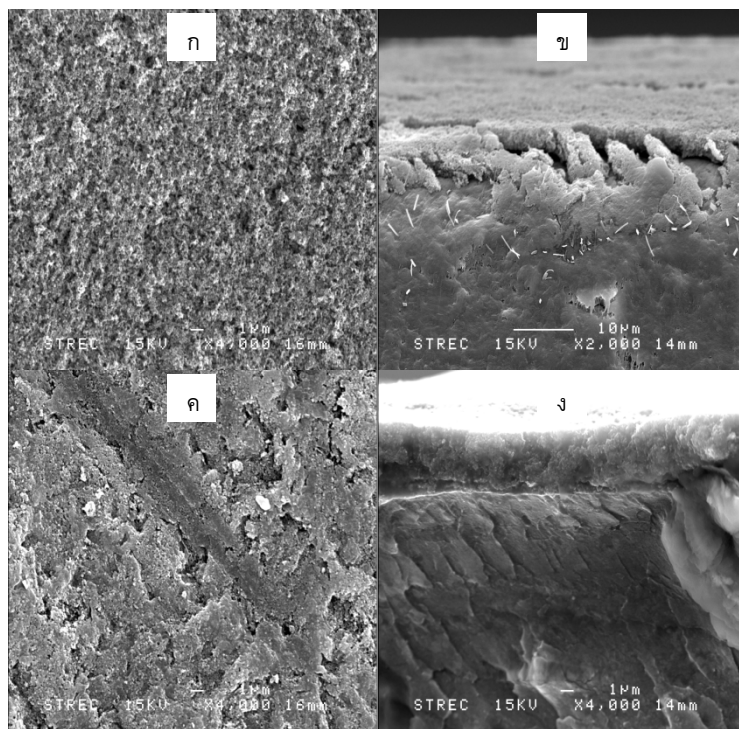
ภาพขั้วไฟฟ้าขนาด 5 ตารางเซนติเมตรที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนแผ่นเทฟลอนตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอกลงบนเยื่อแผ่นเนฟลอน 115 แสดงดังรูปที่ 6



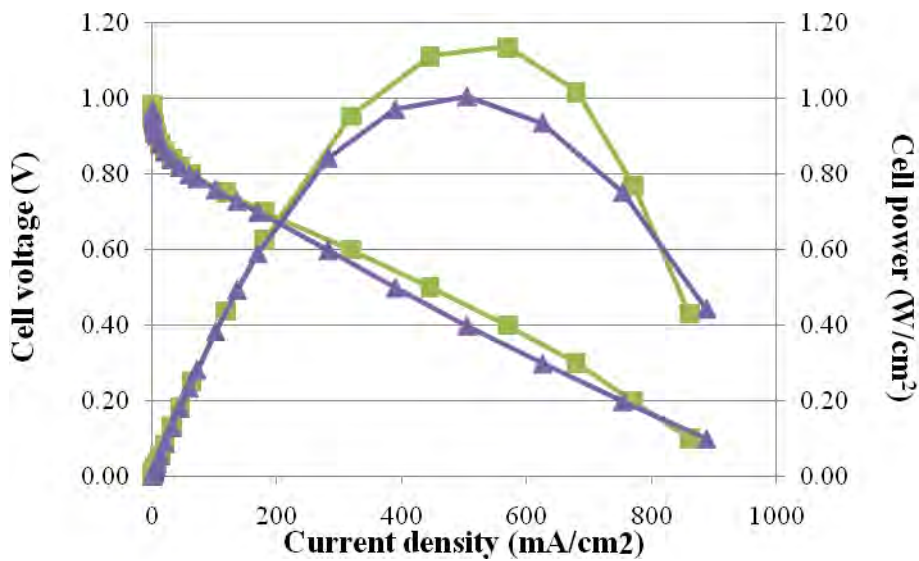
รูปที่ 6 ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอก

เมื่อตรวจวัดสัญญาณวิทยาตามที่แสดงในรูปที่ 7 พบว่าผิวของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้บนแผ่นเทฟลอนมีเกรนขนาดเล็กและผิวที่ขรุขระ และมีความหนาประมาณ 5 ไมโครเมตรดังรูปที่ 7 (ก) และ (ข) หลังจากการถ่ายโอนรูปลอกบนเยื่อแผ่นเนฟลอน ผิวที่เคยติดกับแผ่นเทฟ

ลอนกลับมาอยู่ด้านตรงข้ามกับเยื่อแผ่นดังรูปที่ 7 (ค) มีขนาดเกรนที่ใหญ่กว่าอีกด้านข้างต้นแต่ยังพบรูเข็มจำนวนมากซึ่งควรทำให้แก๊สแพร่เข้าถึงตำแหน่งกัมมันต์ (active site) ได้ดี และจากภาคตัดขวางในรูป 7 (ง) พบชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความหนาประมาณ 5 ไมโครเมตรเท่าเดิมโดยมีการยึดติดกับผิวเยื่อแผ่นได้ดีโดยไม่พบช่องว่างที่ผิวสัมผัส ดังนั้นการถ่ายโอนรูปลอกจึงควรให้ความต้านทานผิวสัมผัสที่น้อย ซึ่งสอดคล้องกับผลทดสอบสมรรถนะเปรียบเทียบแสดงในรูปที่ 8 พบว่าการพิมพ์อิงก์เจ็ตตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอกให้สมรรถนะที่สูงกว่าเนื่องจากมีความต้านทานโอห์มิกที่ต่ำกว่าการพันด้วยฟูกันลมบนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่น ทั้งนี้เนื่องจากการกดอัดเยื่อแผ่นเนฟลอนกับแผ่นเทฟลอนที่มีความเรียบมากกว่าผ้าคาร์บอนยอมให้แรงกดที่เท่ากันจึงให้ความต้านทานโอห์มิกน้อยกว่าการกดอัดบนผ้าคาร์บอนซึ่งมีรูพรุนอย่างไรก็ตามเอ็มอีเอทีเตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอกให้ความหนาแน่นกระแสเท่ากับเพียง 320 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งถือว่ายังอยู่ในเกณฑ์ต่ำสำหรับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ยังไม่คุ้มค่ากับขั้นตอนและเวลาที่เพิ่มขึ้นในการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคนี้ จึงไม่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบต่อไป



รูปที่ 7 ภาพ SEM ของ (ก) ผิวและ (ข) ภาคตัดขวางของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบบนผิวเทฟลอนหลังการพิมพ์อิงก์เจ็ต (ค) ผิว และ (ง) ภาคตัดขวางของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาหลังการถ่ายโอนรูปลอกลงบนเยื่อแผ่นเนฟลอน



รูปที่ 8 กราฟโวลตาไรเซชันและกำลังของเอ็มอีเอขนาด 5 ตารางเซนติเมตรที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้าข้างละ 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ที่เตรียมโดย (—■—) การพิมพ์อิงก์เจ็ตบนแผ่นเทฟลอนตามด้วยการถ่ายโอนรูปลอกบนเยื่อแผ่น และ (—▲—) การพ่นด้วยพู่กันลมบนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่น

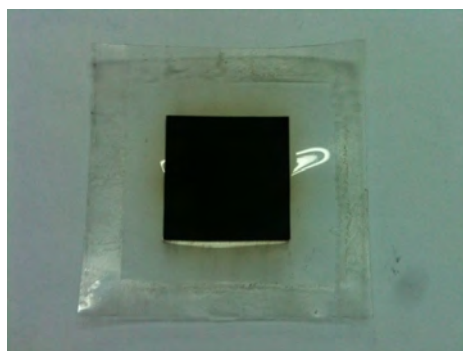
การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นเนฟลอนโดยตรง

ภาพตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C ขนาด 5 ตารางเซนติเมตร ที่เตรียมด้วยเครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ต Dimatix Material Printer ดังแสดงในรูปที่ 9 (ก) แสดงรูปร่างของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสี่เหลี่ยมที่มีขอบคมชัดกว่าการพ่นด้วยพู่กันลม (air brush) ในรูป 9 (ข) ทั้งๆที่การพิมพ์อิงก์เจ็ตไม่ได้ใช้หน้ากากสำหรับกำหนดขนาดในการพอกพูน (หน้ากากที่ใช้ซึ่งเยื่อแผ่นให้ตั้งมีขนาดช่องที่ใหญ่กว่าขนาดของรูปชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างเห็นได้ชัดตามรูปที่ 2 ซึ่งมีสาเหตุจากหยดหมึกขนาดเล็กระดับพิโกลิตรของการพิมพ์อิงก์เจ็ตและยังส่งผลให้เกิดการบวมตัวของเยื่อแผ่นที่น้อยกว่าการใช้พู่กันลมโดยตรงดังแสดงในรูปดังกล่าวด้วย นอกจากนี้ยังพบว่าต้องการปริมาณน้ำหมึกน้อยกว่าการพ่นด้วยพู่กันลมถึง 4 เท่าดังตารางที่ 2 แสดงว่าการพิมพ์อิงก์เจ็ตช่วยลดการสูญเสียหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าวิธีดั้งเดิมเป็นอย่างมาก

เมื่อเปรียบเทียบเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่น (MEA I) กับที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตโดยตรงบนเยื่อแผ่น (MEA II) ตามรูปที่ 10 และจากหลักฐานวิทยาของภาคตัดขวางแสดงในรูปที่ 11 พบว่าการพิมพ์โดยตรงบนเยื่อแผ่นให้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความพรุนและเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าการพิมพ์บนผ้าคาร์บอนซึ่งมีการซึมของตัวเร่งปฏิกิริยาลงไปในช่องว่างระหว่างเส้นใย เกิดการเคลือบที่มีความพรุนน้อยในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแต่แบบไม่สนิทที่ผิวสัมผัสกับเส้นใยคาร์บอน จึงอาจไม่เกิดขอบสามวัฏภาค (triple phase

boundary) ที่ดี เมื่อพิจารณาฝั่งที่ติดกับเยื่อแผ่นในเอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์บนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูป เห็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบบนผ้าคาร์บอนไม่สัมผัสกับเยื่อแผ่น

เมื่อนำเอ็มอีเอที่มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร บนขั้วไฟฟ้าแต่ละข้างเตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตทั้งสองแบบมาทดสอบสมรรถนะเปรียบเทียบกันดังแสดงในรูปที่ 12 เห็นว่าแรงดันวงจรเปิด (Open Circuit Voltage, OCV) ของการพิมพ์บนเยื่อแผ่นเท่ากับ 0.985 โวลต์ ซึ่งมากกว่าการพิมพ์บนผ้าคาร์บอน (0.967 โวลต์) เนื่องจากชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดจากการพิมพ์บนเยื่อแผ่นในรูปที่ 11 (ก) มีความเป็นชั้นหนาช่วยลดการตัดข้าม (crossover) ของไฮโดรเจนและออกซิเจน นอกจากนี้ที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ การพิมพ์บนเยื่อแผ่นให้ความหนาแน่นกระแส 475.2 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร และความหนาแน่นกำลัง 1.43 วัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งมากกว่าการพิมพ์บนผ้าคาร์บอน (434.8 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร, 1.30 วัตต์ต่อตารางเซนติเมตร) โดยสมรรถนะที่ดีกว่าเกิดขึ้นในช่วงการสูญเสียกักมันต์ (activation loss region) ซึ่งสอดคล้องกับสัจฐานวิทยาที่เกิดจากการพิมพ์บนเยื่อแผ่นที่ให้การสัมผัสระหว่างองค์ประกอบของขั้วไฟฟ้าที่ดีกว่า



(ก)

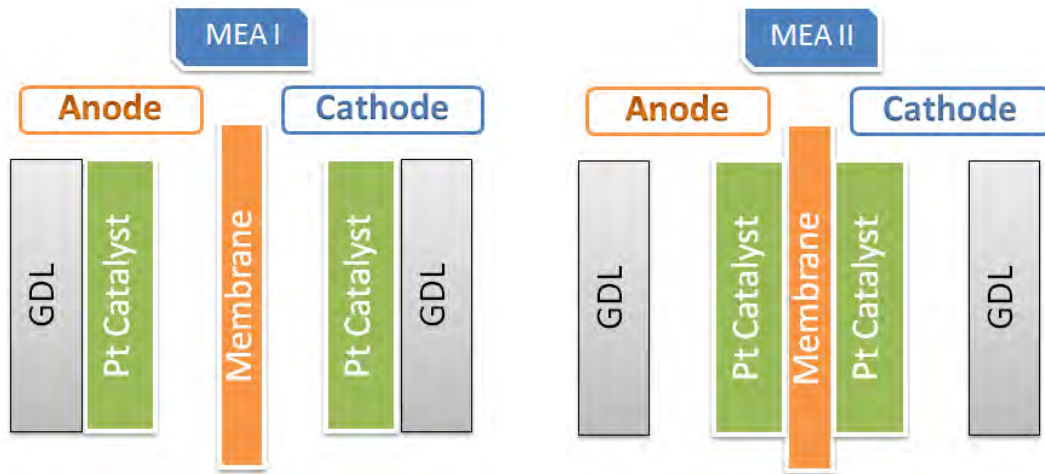


(ข)

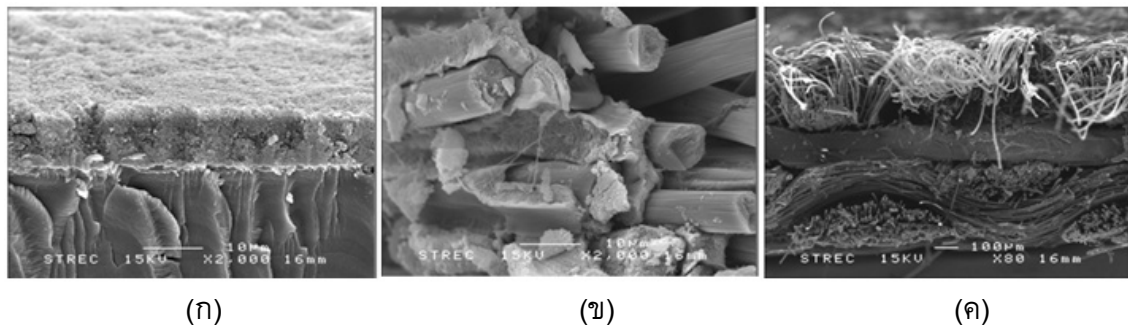
รูปที่ 9 ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จาก (ก) การพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นเนฟลอน และ (ข) การพ่นด้วยพู่กันลมบนเยื่อแผ่น

ตารางที่ 2 ปริมาตรหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องใช้เพื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C ปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร บนเยื่อแผ่นเนฟลอน

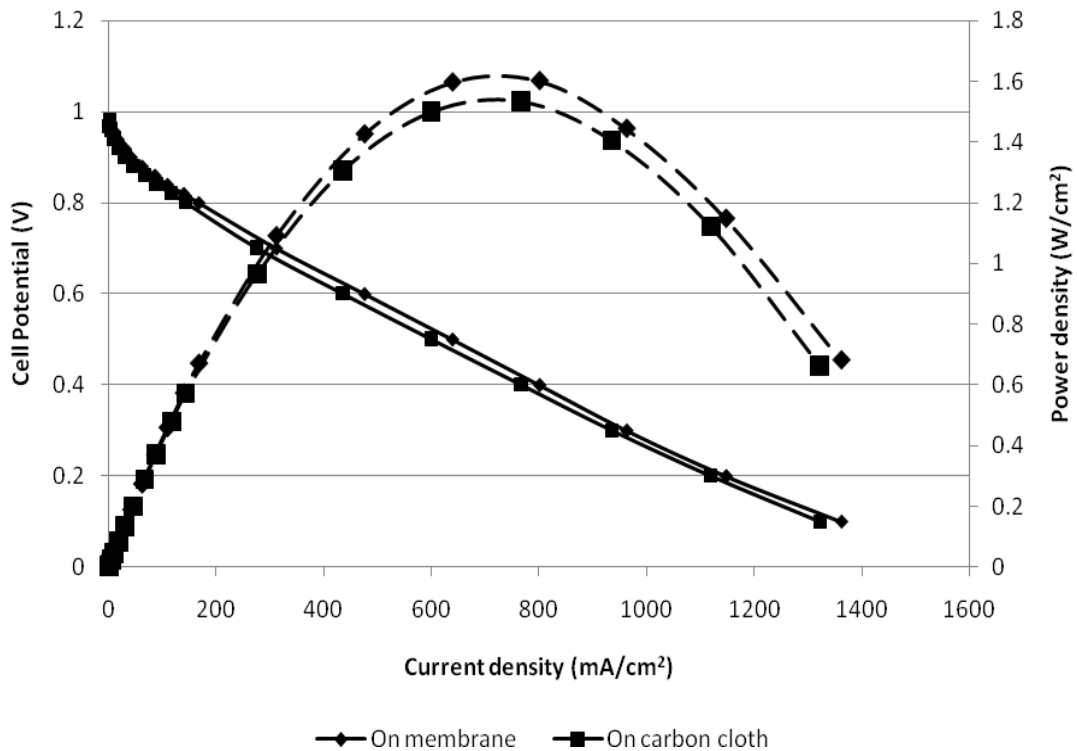
เทคนิคในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนเยื่อแผ่น	ปริมาตรหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องใช้เพื่อให้ได้ 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร (มิลลิลิตร)
การพิมพ์อิงก์เจ็ต	7
การพ่นด้วยพู่กันลม	28



รูปที่ 10 โครงสร้างของเอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์ตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C บนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่น (MEA I) และเอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตโดยตรงบนเยื่อแผ่น (MEA II)



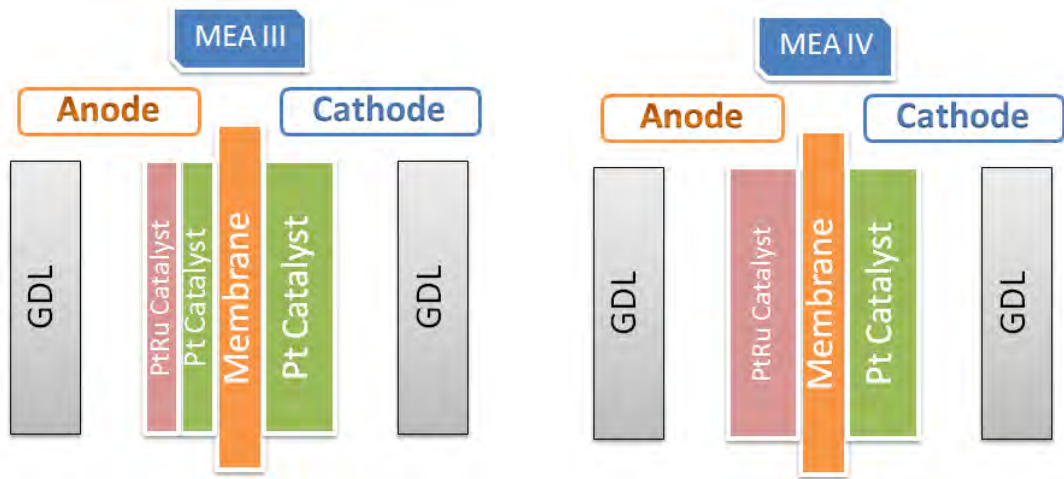
รูปที่ 11 ภาพ SEM ภาคตัดขวางของ (ก) ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตโดยตรงบนเยื่อแผ่นเนฟลอน (ข) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์บนผ้าคาร์บอน (ค) เอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์บนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่นเนฟลอน



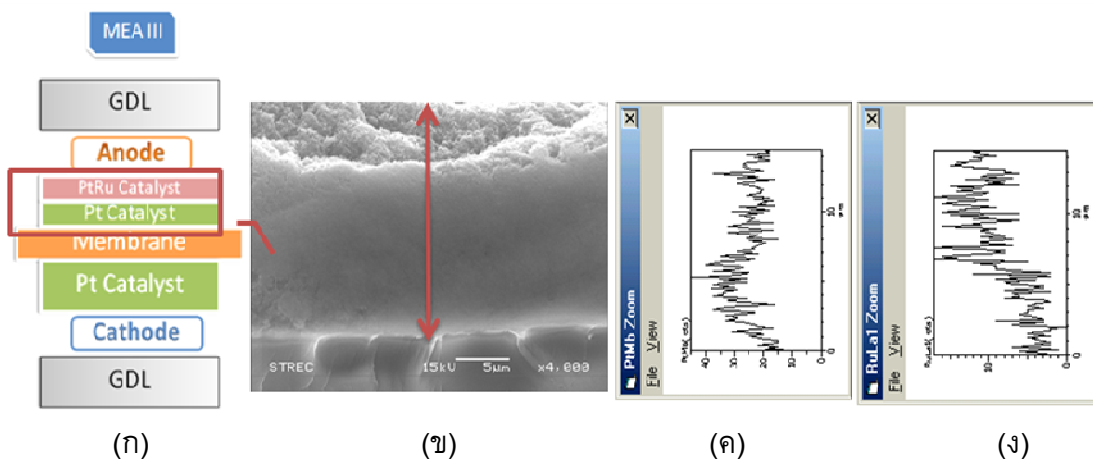
รูปที่ 12 กราฟความหนาแน่นกระแส (—) และความหนาแน่นกำลัง (---) ของเซลล์เชื้อเพลิงพอลิเมอร์ที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตโดยตรงบนเยื่อแผ่น (◆) และบนผ้าคาร์บอน (■)

ผลวิเคราะห์โครงสร้างและความหนาแน่นคาร์บอนนอกไซตของเอ็มอีเอทีเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นเป็นโครงสร้างแบบต่าง ๆ

งานวิจัยนี้ทดสอบความหนาแน่นคาร์บอนนอกไซตของเอ็มอีเอทีที่มีโครงสร้างแบบต่าง ๆ ตามรูปที่ 13 เปรียบเทียบกับ MEA II ข้างต้น ทั้งนี้ MEA III เกิดจากการพิมพ์อิงค์เจ็ตของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/รูทีเนียม/คาร์บอนซ้อนบนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/คาร์บอน โดยผลการวิเคราะห์ MEA III แสดงดังรูปที่ 14 และเห็นได้ชัดจากรูป 14 (ง) ว่าผลการสแกนความเข้มข้นสีเอกซ์ของรูทีเนียมตามความหนาแน่นของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบ พบความเข้มข้นสัมพัทธ์ของรูทีเนียมแตกต่างกันเป็นสองชั้น โดยชั้นบนมีความเข้มข้นอย่างน้อยสองเท่าของชั้นล่าง ซึ่งแสดงว่าการพิมพ์อิงค์เจ็ตของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/คาร์บอนโดยตรงบนเยื่อแผ่นตามด้วยการพิมพ์อิงค์เจ็ตของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/รูทีเนียม/คาร์บอนซ้อน สามารถสร้างชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบได้จริง



รูปที่ 13 โครงสร้างของเอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C และ PtRu/C บนเยื่อแผ่นเป็นชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบสำหรับฝั่งแคโทด (MEA III) และเอ็มอีเอที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงค์เจ็ตของตัวเร่งปฏิกิริยา PtRu/C บนเยื่อแผ่นเป็นชั้นเดี่ยวสำหรับฝั่งแคโทด (MEA IV)



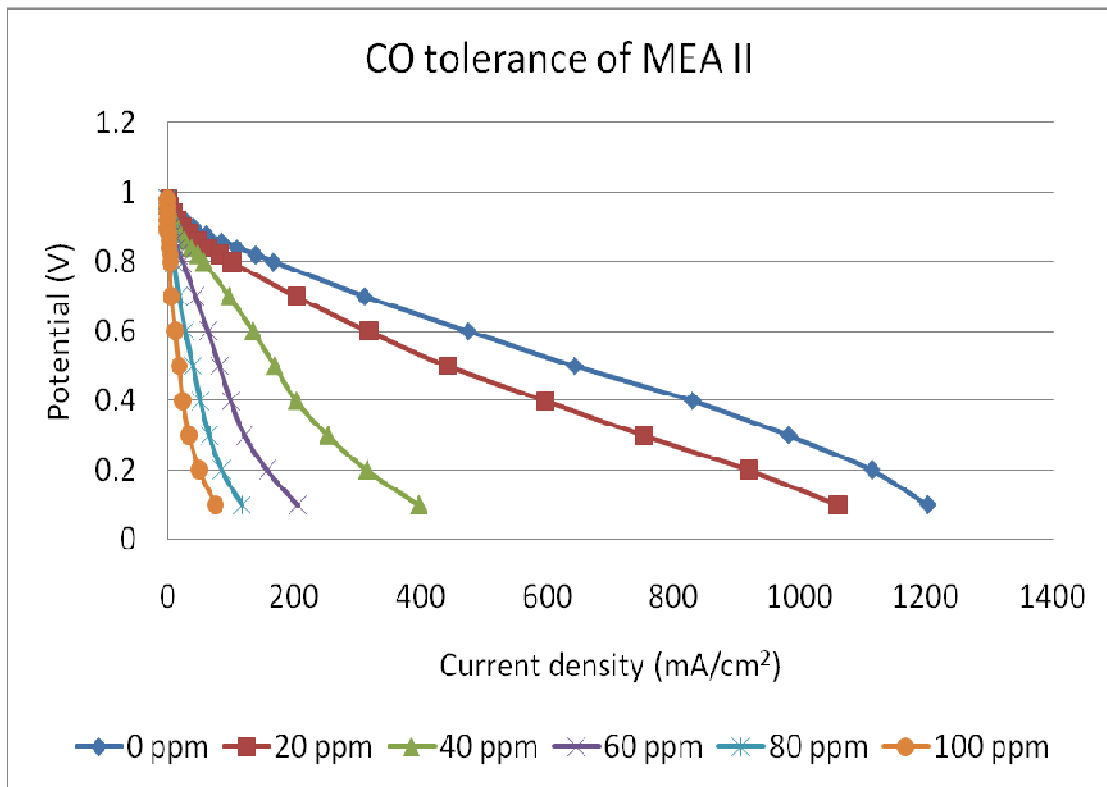
รูปที่ 14 (ก) แผนภาพ MEA III และผลวิเคราะห์ (ข) SEM ภาคตัดขวาง (ค) ความเข้มข้นสัมพัทธ์ของแพลทินัมจากการสแกน EDX เป็นเส้นตรงตามลูกศรสีแดงด้วยเทคนิค (ง) ความเข้มข้นสัมพัทธ์ของรูทีเนียม

โครงสร้างของแอโนดใน MEA II ประกอบด้วยชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนที่มีแพลทินัม 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งผลการทดสอบความทนคาร์บอนมอนอกไซด์แสดงดังรูปที่ 15 ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 475, 318, 136, 64, 28 และ 12 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เมื่อป้อนแก๊ส

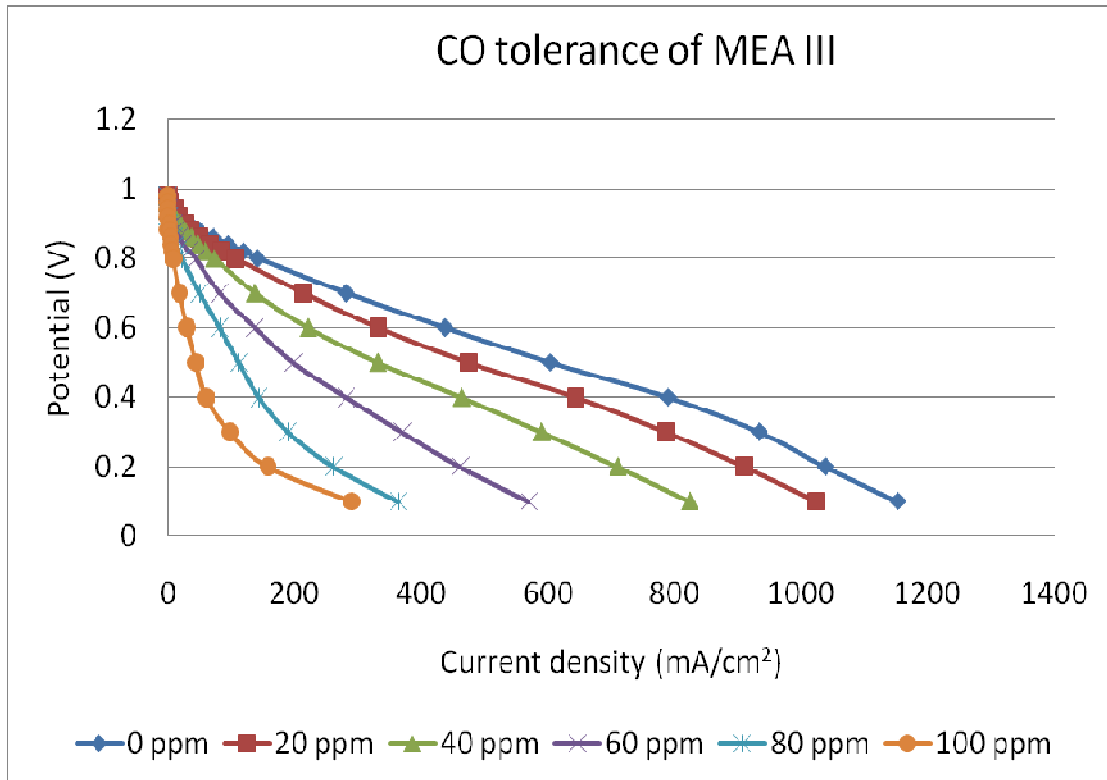
ไฮโดรเจนที่มีความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์ 0, 20, 40, 60, 80 และ 100 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ โดยเหลือความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าร้อยละ 100, 66.81, 28.57, 13.44, 5.88 และ 2.52 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเมื่อป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า MEA II มีสมรรถนะลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์ในแก๊สไฮโดรเจนที่ถูกป้อนเข้าไป เนื่องจากด้านแอโนดมีเพียงโลหะแพลทินัมเพียงอย่างเดียวซึ่งคาร์บอนมอนอกไซด์ดูดซับได้ดีกว่าไฮโดรเจน ทำให้พื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนลดลงตามความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นของคาร์บอนมอนอกไซด์

MEA III ประกอบด้วยชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอน 0.075 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรซึ่งอยู่ติดกับเมมเบรน และชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมบนตัวรองรับคาร์บอน 0.075 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรซ้อนทับอีกหนึ่งชั้น ซึ่งผลการทดสอบความทนคาร์บอนมอนอกไซด์แสดงดังรูปที่ 16 ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 438, 332, 222, 138, 82 และ 30 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เมื่อป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่มีความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์เป็น 0, 20, 40, 60, 80 และ 100 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ โดยเหลือความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าร้อยละ 100, 75.80, 50.68, 31.50, 18.72 และ 6.85 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า MEA III มีสมรรถนะลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์ในกระแสไฮโดรเจนที่ถูกป้อนเข้าไปเช่นเดียวกับ MEA II แต่ MEA III ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าที่ความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์เท่ากันระหว่าง 20 – 100 ส่วนในล้านส่วน เนื่องจากการที่โครงสร้างด้านแอโนดของ MEA III มีชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมเป็นชั้นกรองที่สามารถออกซิไดซ์คาร์บอนมอนอกไซด์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ ทำให้คาร์บอนมอนอกไซด์เหลือไปถึงชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนคาร์บอนที่อยู่ชั้นในในปริมาณที่น้อยลง จึงมีความทนคาร์บอนมอนอกไซด์เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามสำหรับการป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์ MEA III ยังให้สมรรถนะที่ต่ำกว่า MEA II เพราะมีปริมาณแพลทินัมน้อยกว่า ซึ่งแพลทินัมมีความว่องไวในการเกิดออกซิเดชันของไฮโดรเจนสูงกว่าแพลทินัมรูทีเนียม

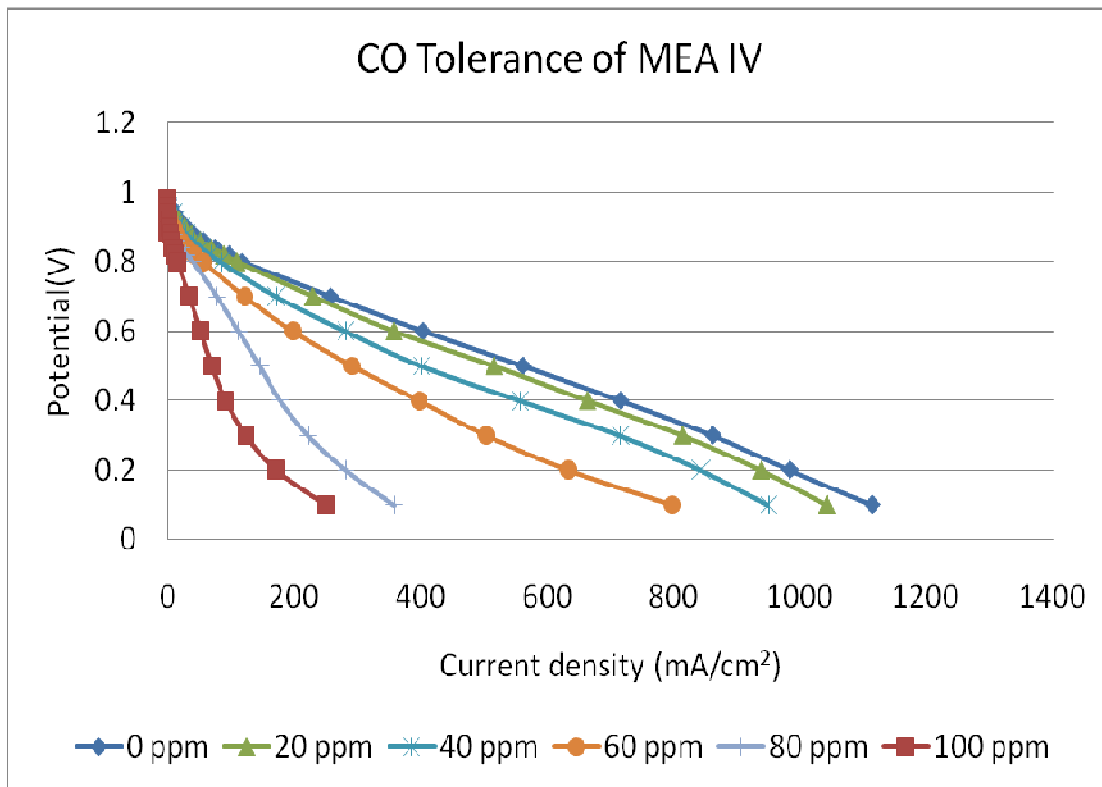
MEA IV ประกอบด้วยชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมบนตัวรองรับคาร์บอน 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรบนเยื่อแผ่น ซึ่งผลการทดสอบความทนคาร์บอนมอนอกไซด์แสดงดังรูปที่ 17 ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 404, 358, 282, 198, 112 และ 52 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เมื่อป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่มีความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์เป็น 0, 20, 40, 60, 80 และ 100 ส่วนในล้านส่วนตามลำดับ โดยเหลือความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าร้อยละ 100, 88.64, 69.82, 49.02, 27.72 และ 12.87 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของ MEA IV ลดลงเมื่อป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่มีความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์มากขึ้นเช่นเดียวกับ MEA II และ MEA III แต่ลดลงในอัตราที่ต่ำกว่า เนื่องจาก MEA IV มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมมากที่สุด จึงออกซิไดซ์คาร์บอนมอนอกไซด์ได้ดีที่สุด แต่ด้วยสาเหตุเดียวกันก็ทำให้ MEA IV มีสมรรถนะที่ต่ำที่สุดสำหรับไฮโดรเจนบริสุทธิ์



รูปที่ 15 ผลความทนคาร์บอนมอนอกไซด์ของ MEA II ที่ความเข้มข้น 0-100 ppm



รูปที่ 16 ผลความทนคาร์บอนมอนอกไซด์ของ MEA III ที่ความเข้มข้น 0-100 ppm

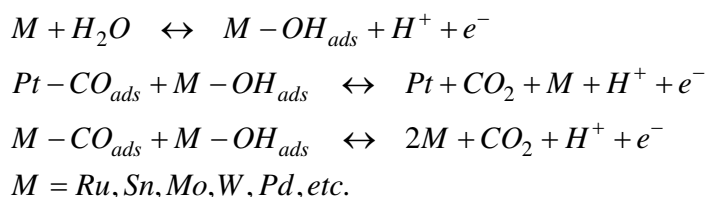


รูปที่ 17 ผลความทนคาร์บอนมอนอกไซด์ของ MEA IV ที่ความเข้มข้น 0-100 ppm

เมื่อพิจารณาร้อยละการฟื้นตัวของสมรรถนะที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์หลังจากป้อนไฮโดรเจนที่ปนเปื้อนคาร์บอนมอนอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ ระหว่าง 0 – 100 ส่วนในล้านส่วนเป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยการป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์เป็นเวลา 30 นาทีตามตารางที่ 3 เห็นว่า MEA II, MEA III และ MEA IV สามารถฟื้นฟูด้วยการป้อนแก๊สไฮโดรเจนบริสุทธิ์หลังจากป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่มีคาร์บอนมอนอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้ดี สำหรับความเข้มข้นคาร์บอนมอนอกไซด์ต่ำๆ แต่เมื่อป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่มีคาร์บอนมอนอกไซด์สูง ความสามารถในการฟื้นฟูจะลดลงเนื่องจากมีคาร์บอนมอนอกไซด์ในปริมาณมากเข้าไปยึดเกาะบนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและยากต่อการออกซิไดซ์ และเห็นว่า MEA IV ฟื้นฟูจนได้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดคือมากกว่าร้อยละ 75 ที่ความเข้มข้นคาร์บอนมอนอกไซด์ 100 ส่วนในล้านส่วน รองลงมาคือ MEA III และ MEA II ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณแพลทินัมที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด

โลหะผสมแพลทินัมรูทีเนียมมีความทนคาร์บอนมอนอกไซด์เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างอะตอมรูทีเนียมและอะตอมแพลทินัมที่อยู่ติดกันทำให้โครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ใน d-band ในแพลทินัมเปลี่ยนแปลงไป ยับยั้งการถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยัง π -orbital ของคาร์บอนมอนอกไซด์ ทำให้ความแข็งแรงของพันธะระหว่างแพลทินัมกับคาร์บอนมอนอกไซด์ลดลง [1-2] นอกจากนี้รูทีเนียมยังดูดซับหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับ

คาร์บอนมอนอกไซด์ที่ดูดซับอยู่บนผิวแพลทินัมเกิดเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ที่หลุดออกจากผิวแพลทินัมได้ง่าย ตามปฏิกิริยาดังนี้

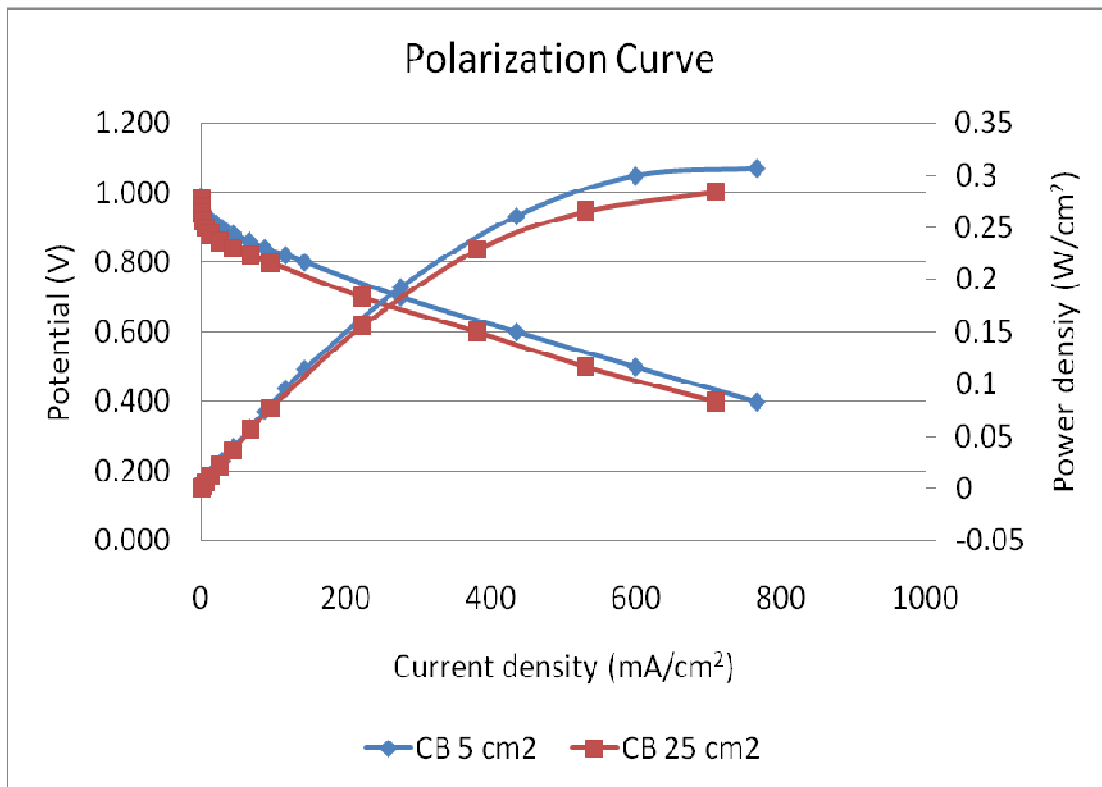


ตารางที่ 3 ร้อยละการฟื้นตัวของความหนาแน่นกระแสที่ 0.6 โวลต์ สำหรับเอ็มอีเอ โครงสร้างต่าง ๆ หลังการป้อนไฮโดรเจนที่ปนเปื้อนคาร์บอนมอนอกไซด์ ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ระหว่าง 0 - 100 ส่วนในล้านส่วนเป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยการป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์เป็นเวลา 30 นาที เมื่อเทียบกับความหนาแน่นกระแสที่ได้จากการป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์

ความเข้มข้นของคาร์บอนมอนอกไซด์ในไฮโดรเจน (ppm)	ร้อยละการฟื้นตัวของเอ็มอีเอที่ 0.6 โวลต์ หลังจากป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์ 30 นาที		
	MEA II	MEA III	MEA IV
20	93.70	94.98	97.03
40	85.71	90.87	93.07
60	73.95	84.93	88.12
80	61.76	78.08	82.18
100	49.16	68.95	75.25

ผลทดสอบการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนผ้าคาร์บอน

งานวิจัยนี้ได้ทดสอบความสามารถในการขยายส่วนการผลิตเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้า โดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/คาร์บอนลงบนผ้าคาร์บอนตามด้วยการอัดขึ้นรูปกับเยื่อแผ่น โดยใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/คาร์บอน 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร และทำการขยายส่วนขั้วไฟฟ้าจาก 5 ตารางเซนติเมตร เป็น 25 ตารางเซนติเมตร และนำไปทดสอบสมรรถนะได้ผลดังรูปที่ 18 พบว่าเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าขนาด 5 ตารางเซนติเมตร มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 434.8 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งสูงกว่าเมมเบรนประกอบขั้วไฟฟ้าขนาด 25 ตารางเซนติเมตรที่มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 381.8 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร คิดเป็นร้อยละ 12.31

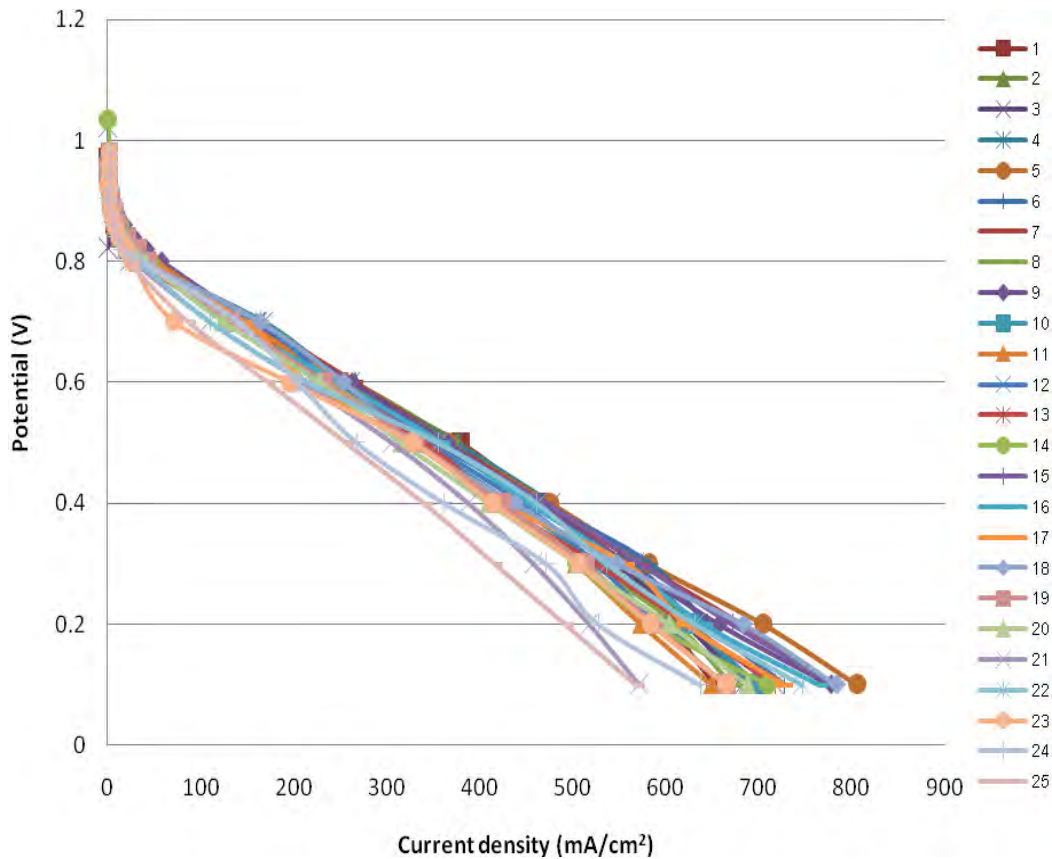


รูปที่ 18 สมรรถนะของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าขนาด 5 และ 25 ตารางเซนติเมตร ที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตรบนผ้าคาร์บอน

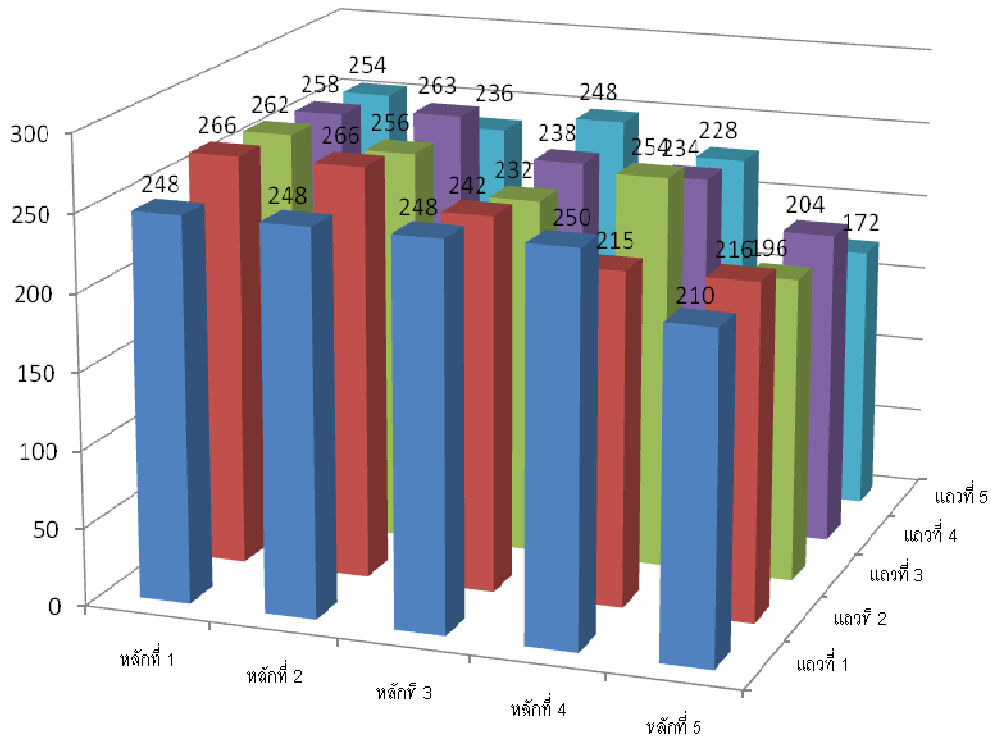
การขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นโดยตรงสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบแกวลำดับ

จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น พบว่าการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นโดยตรงให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่สูงที่สุด การทดลองนี้จึงทดสอบการขยายส่วนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมโลหะต่อตารางเซนติเมตร โดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาบนเยื่อแผ่นโดยตรงเป็นแอโนดสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบแกวลำดับขนาด 100 ตารางเซนติเมตร โดยการวัดสมรรถนะผ่านทั้ง 25 ช่องของแอโนด เมื่อป้อนไฮโดรเจนบริสุทธิ์ เพื่อบอกความแตกต่างกันของสมรรถนะที่จุดต่างๆ บนเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตโดยตรง ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 19 พบว่ากราฟโพลาริเซชันของแต่ละขั้วไฟฟ้ามีการกระจายตัวอยู่ในช่วงค่อนข้างแคบ ความแตกต่างที่พบมากที่สุดอยู่ในช่วงการสูญเสียกักกัมมันต์ ซึ่งมักขึ้นกับความไม่สม่ำเสมอของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่พอกพูนในแต่ละขั้ว ส่วนช่วงการสูญเสียโอห์มิก (ohmic loss region) และช่วงการสูญเสียความเข้มข้น (concentration loss region) ไม่แตกต่างกันมากนัก นอกจากนี้เมื่อพิจารณาที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ ดังรูปที่ 20 พบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเฉลี่ยเท่ากับ 237.8 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร โดยมีความเบี่ยงเบน

มาตรฐานเท่ากับ 24.0 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร หรือเพียงร้อยละ 10.1 ของค่าเฉลี่ย แสดงว่าการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดประมาณ 100 ตารางเซนติเมตร ด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นโดยตรงด้วยเครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ตนี้ ให้ความสม่ำเสมอของสมรรถนะในเกณฑ์ที่ยอมรับได้



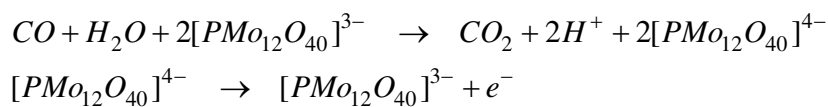
รูปที่ 19 สมรรถนะที่ตำแหน่งต่าง ๆ บนด้านแอโนดของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าแบบแกวลำดับที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียม/คาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัมโลหะบนเยื่อแผ่น



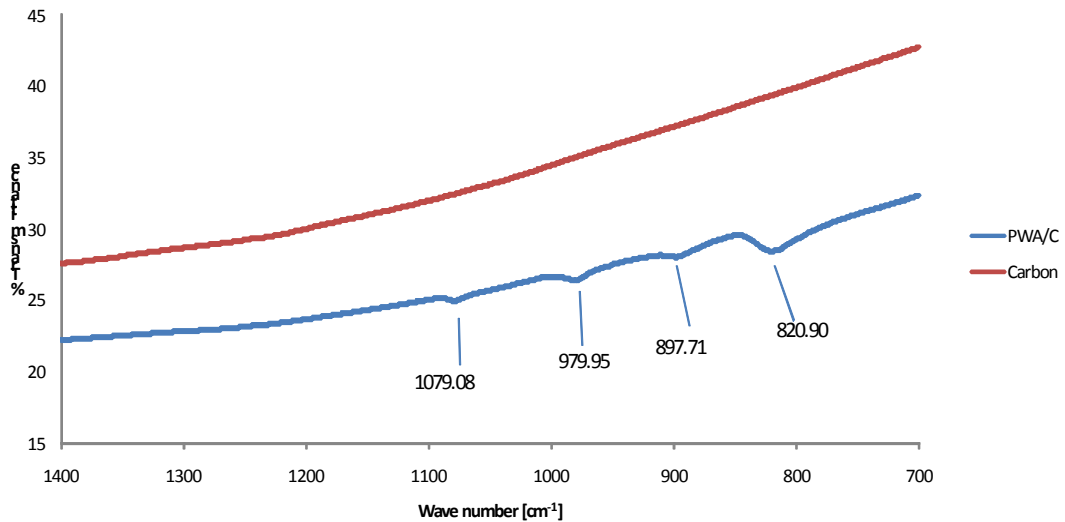
รูปที่ 20 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์กับตำแหน่งต่างบนแอโนดแบบแถวลำดับที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกแพลทินัมรูทีเนียม/คาร์บอนบนเยื่อแผ่นโดยตรง

งานอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 12-ฟอสโฟทังสเตนออกไซด์บนตัวรองรับคาร์บอน (PWA/C)

นอกจากแพลทินัมรูทีเนียม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่น่าสนใจอีกกลุ่มคือพอลิออกโซเมทัลเลต (polyoxometalate) ที่มีโมลิบดีนัมหรือทังสเตน มีฤทธิ์เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง [3-4] โดยมีไอออนของฟอสโฟออกโซเมทัลเลตที่สามารถออกซิไดซ์คาร์บอนมอนอกไซด์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ได้ในภาวะที่มีน้ำดังปฏิกิริยา



ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 12-ฟอสโฟทังสเตนออกไซด์บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน (Vulcan XC-72) ที่ผ่านการปรับผิวด้วยกรดไนตริก ตามด้วยเทคนิคอิมเพร็กเนชัน (impregnation) ของฟอสโฟทังสเตนออกไซด์ไฮเดรต แล้วนำไปทดสอบหาหมู่ฟังก์ชันด้วย Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ดังแสดงในรูปที่ 21 และหมู่ฟังก์ชันในตารางที่ 4 พบว่ามีตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับจริง



รูปที่ 21 ความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนคลื่นกับร้อยละการส่งผ่านจากการทดสอบ FTIR ของตัวเร่งปฏิกิริยา PWA/C

ตารางที่ 4 ความถี่การสั่นของหมู่ฟังก์ชันที่พบในตัวเร่งปฏิกิริยา PWA/C จากการทดสอบ FTIR

หมู่ฟังก์ชัน	ν_{W-O_d}	ν_{P-O_a}	ν_{W-O_b-W}	ν_{W-O_c-W}
จำนวนคลื่น [cm ⁻¹]	979.95	1079.08	897.71	820.90

โดย O_a คืออะตอมออกซิเจนใน $[WO_6]$ ทรงแปดหน้าที่ต่อกันแบบทรงสี่หน้า
 O_b คืออะตอมออกซิเจนที่โยงยึด $W-O_b-W$ ที่ต่อหน่วยย่อย W_3O_{10} เข้าด้วยกัน
 O_c คืออะตอมออกซิเจนที่โยงยึด $W-O_b-W$ ในหน่วยย่อย W_3O_{10}
 O_d คืออะตอมออกซิเจนที่ปลายยอดที่เกิดพันธะ $W=O_d$

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

งานวิจัยนี้พัฒนาการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเตรียมเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้า (เอ็มอีเอ) ด้วยสามวิธีได้แก่ การพิมพ์อิงก์เจ็ตบนชั้นแพร์แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่น การถ่ายโอนรูปลอกของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนแผ่นเทฟลอนไปบนเยื่อแผ่น และการพิมพ์อิงก์เจ็ตบนเยื่อแผ่นโดยตรง พบว่าการพิมพ์อิงก์เจ็ตใช้พอกพูนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเดี่ยวและประกอบได้โดยเกิดการสูญเสียวัสดุเพียงเล็กน้อยเนื่องจากหยดหมึกมีขนาดเล็กถึงระดับพิโกลิตรและไม่จำเป็นต้องใช้หน้ากากในการกำหนดรูปร่างของการพอกพูน สำหรับการพอกพูนชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอนปริมาณ 0.15 มิลลิกรัม

แพลทินัมต่อตารางเซนติเมตรทั้งด้านแอโนดและแคโทดของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มขนาด 5 ตารางเซนติเมตร การพื้มีฟังก์ชันเจ็ตบนเยื่อแผ่นโดยตรงให้แรงดันวงจรเปิดสูงสุดและให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์สูงสุดคือ 475 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร เนื่องจากได้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีรูพรุนและมีรูปร่างที่มีขอบเขตแน่นอน รองลงมาคือการพื้มีฟังก์ชันเจ็ตบนชั้นแพร์แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่น ซึ่งให้ความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 435 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร โดยสมรรถนะที่ต่ำกว่าเกิดขึ้นในช่วงการสูญเสียก๊อแกมมันต์สอดคล้องกับหลักฐานวิทยาที่พบจากการพื้มีบนเยื่อแผ่นที่ให้การสัมผัสระหว่างองค์ประกอบของขั้วไฟฟ้าที่ดีกว่าการพื้มีบนผ้าคาร์บอน และลำดับสุดท้ายคือการถ่ายโอนรูปผลของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยการพื้มีฟังก์ชันเจ็ตบนแผ่นเทฟลอนไปบนเยื่อแผ่น ซึ่งให้ความหนาแน่นกระแสเพียง 320 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ส่วนการขยายส่วนเอ็มอีเอโดยการพื้มีฟังก์ชันเจ็ตบนชั้นแพร์แก๊สตามด้วยการอัดกับเยื่อแผ่นจาก 5 เป็น 25 ตารางเซนติเมตรพบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ลดลงเพียงร้อยละ 10 จาก 435 เป็น 382 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร

นอกจากนี้การเรียงลำดับความหนาแน่นคาร์บอนออกไซด์จากมากไปน้อยของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาต้านแอโนดที่เตรียมโดยการพื้มีฟังก์ชันเจ็ตบนเยื่อแผ่นและมีปริมาณโลหะรวม 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรเป็นดังนี้ ชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน ชั้นประกอบที่มีแพลทินัม/คาร์บอนบนแพลทินัม/คาร์บอนโดยมีปริมาณโลหะแต่ละชั้นเท่ากับ 0.075 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร และชั้นเดี่ยวของแพลทินัม/คาร์บอน ทั้งนี้การขยายส่วนชั้นแพลทินัม/คาร์บอนเป็น 100 ตารางเซนติเมตรในเซลล์เชื้อเพลิงแกวลำดับทำให้ได้ความหนาแน่นกระแสที่ 0.6 โวลต์เท่ากับ 237.8 ± 24.0 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งมีความเบี่ยงเบนมาตรฐานเพียงร้อยละ 10 ของค่าเฉลี่ย อย่างไรก็ตามการขยายส่วนด้วยการพื้มีฟังก์ชันเจ็ตกลับใช้เวลานานเป็นวัน เนื่องจากหดยดหมีขนาดพิโกลิตรให้การพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณที่น้อยมากในแต่ละรอบของการพื้มี และหากหมีตัวเร่งปฏิกิริยาไม่แห้งทันทีต้องให้ความร้อนระหว่างรอบเป็นการเสียเวลา ทำให้การพื้มีฟังก์ชันเจ็ตเหมาะสมกับการพอกพูนตัวเร่งปฏิกิริยาในปริมาณน้อยๆ เท่านั้น ส่วนการเพิ่มความหนาแน่นคาร์บอนออกไซด์ให้ดีขึ้นอีกอาจต้องพัฒนาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใหม่ขึ้นมาเพราะตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้าของแพลทินัม/คาร์บอนมีอัตราส่วนระหว่างแพลทินัมต่อรูทีเนียมเพียงหนึ่งต่อหนึ่งเท่านั้น

ภาคผนวก

ก่อนที่งานวิจัยนี้จะใช้เครื่องพิมพ์วัสดุแบบอิงก์เจ็ต Dimatix ซึ่งมีหัวฉีดแบบไพโซอิเล็กทริก ได้ทดลองใช้เครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ตทั่วไปหลายยี่ห้อหลายรุ่น ได้แก่ ยี่ห้อ Brother รุ่น MFC-290C ยี่ห้อ Epson Stylus รุ่น T13 ยี่ห้อ Lexmark รุ่น Z1320 และรุ่น Z32 ทำให้ได้ผลการทดลองเบื้องต้นที่เกิดจากการใช้เครื่องพิมพ์ซึ่งมีหัวฉีดแบบเทอร์มัลยี่ห้อ Lexmark รุ่น Z1320 สำหรับเปรียบเทียบสมรรถนะของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตกับการเตรียมแบบดั้งเดิมได้แก่การใช้พู่กันทาด้วยมือและการใช้พู่กันลม และยี่ห้อ Lexmark รุ่น Z32 สำหรับการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบบนผ้าคาร์บอน อย่างไรก็ตามการใช้ 1,2-ไดเมทอกซีอีเทนเป็นตัวทำละลายส่งผลให้เกิดการกัดกร่อนของตลับหมึกอย่างรวดเร็ว ต้องเปลี่ยนตลับหมึกบ่อยครั้ง อีกทั้งมีผลต่อการทำลายวงจรของเครื่องพิมพ์ทำให้เครื่องพิมพ์ทั้งสองเครื่องเสียหายจนไม่อาจซ่อมได้ในที่สุด และไม่สามารถหาเครื่องพิมพ์รุ่นดังกล่าวในท้องตลาดได้อีก ประกอบกับเครื่องพิมพ์รุ่นใหม่ ๆ ยิ่งให้หยดหมึกที่มีขนาดเล็กลงอีก ซึ่งจะส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาอุดตันหัวฉีดได้ง่ายขึ้นอีก อย่างไรก็ตามการทดลองเบื้องต้นจากเครื่องพิมพ์แบบเทอร์มัลทั้งสองเครื่องให้ผลดังต่อไปนี้และส่งผลให้เกิดความชำนาญในการปรับสูตรหมึกและในการทดลองต่อไปเช่นการลดปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจาก 0.5 เป็น 0.15 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตรเพื่อลดต้นทุนแต่ไม่ทำให้สมรรถนะลดลงมากนัก ทั้งนี้หมึกพิมพ์ทางการค้าสำหรับเครื่องพิมพ์อิงก์เจ็ตทั่วไปมีความหนืดอยู่ในช่วง 1-4 cP และค่าแรงตึงผิว 30-35 mN/m [5]

ตาราง A ส่วนประกอบของหมึกพิมพ์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่พิมพ์ได้อย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องพิมพ์ยี่ห้อ Lexmark

ส่วนประกอบ	1	2	3	4
ตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับคาร์บอน (g)	0.05	0.05	0.05	0.05
สารละลายเนฟิออน (ml)	0.568	0.568	0.568	0.568
1,2-ไดเมทอกซีอีเทน (ml)	6	1.5	1.2	-
2-โพรพานอล (ml)	-	-	-	6
เอทิลีนไกลคอล (ml)	4	4	1	4
น้ำปราศจากประจุ (ml)	2.5	7	5	2.5

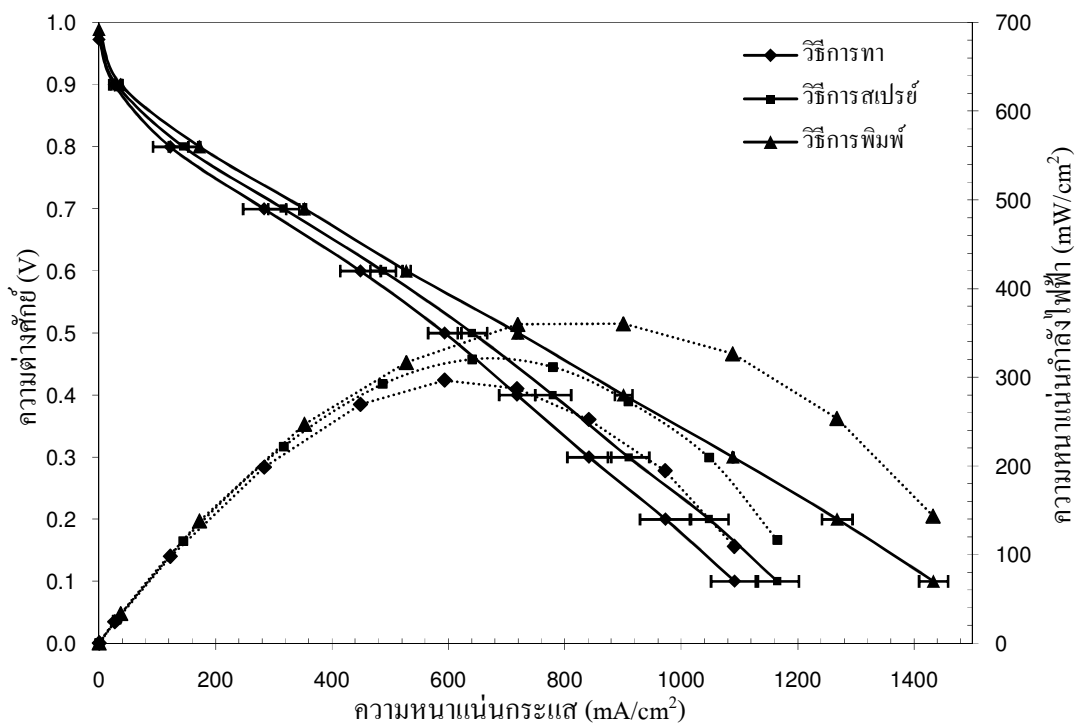
เมื่อนำเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าหรือเอ็มอีเอ (MEA) ที่เตรียมโดยวิธีการพิมพ์อิงก์เจ็ตของหมึกที่มีส่วนประกอบที่ 2 ด้วยเครื่อง Lexmark รุ่น Z1320 ไปทดสอบสมรรถนะเปรียบเทียบกับ MEA ที่เตรียมด้วยวิธีทาพู่กันและการใช้พู่กันลม (วิธีสเปรย์) โดยกำหนดปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอน (20%Pt โดยน้ำหนัก) เท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตร จากนั้นนำไปทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวดังแสดงในรูป A พบว่า MEA ที่เตรียมได้จากวิธีพิมพ์อิงก์เจ็ตมีความหนาแน่นกระแสสูงที่สุด คือ 537 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (ที่ 0.6 โวลต์) ให้ค่า OCV เท่ากับ 0.979 โวลต์ โดย MEA ที่

เตรียมได้จากทั้ง 3 วิธีมีค่า OCV ใกล้เคียงกัน วิธีสเปรย์ให้ค่าความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 487 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (ที่ 0.6 โวลต์) มีค่า OCV เท่ากับ 0.975 โวลต์ วิธีทาให้ค่าความหนาแน่นกระแสเท่ากับ 467 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (ที่ 0.6 โวลต์) มีค่า OCV เท่ากับ 0.974 โวลต์ และพบว่าสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ MEA ที่เตรียมด้วยวิธีทั้งสาม มีความแตกต่างกันใน 2 ช่วง คือ ช่วงของการสูญเสียเนื่องจากปฏิกิริยาเคมี (activation loss) และการสูญเสียโอห์มมิก (ohmic loss) โดยจากการวิเคราะห์ cyclic voltammetry รูป B พบว่าพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาของ MEA ที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา มากที่สุด คือ 23.21 ตารางเมตรต่อกรัม โดยการสเปรย์ให้ผลที่รองลงมามีค่า 20.62 ตารางเมตรต่อกรัม และการทามีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาน้อยที่สุดมีค่า 18.13 ตารางเมตรต่อกรัม

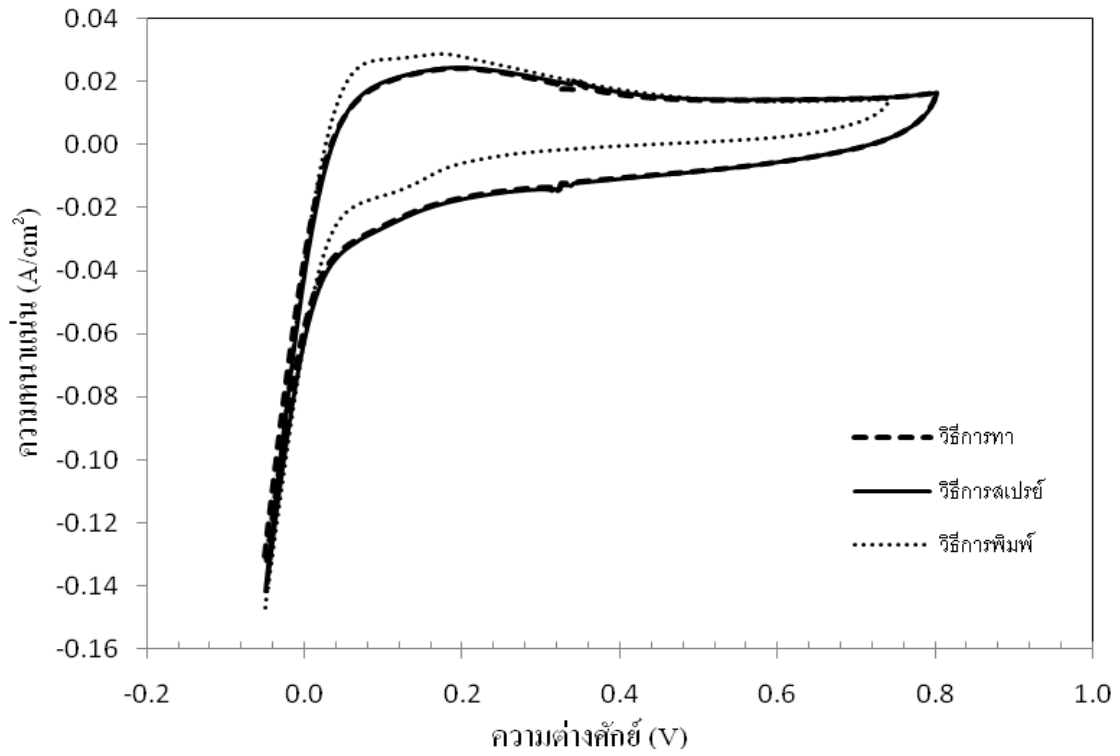
สำหรับการสูญเสียโอห์มมิกของ MEA ที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตมีความแตกต่างจากการเตรียมอีกสองวิธี อย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากการพิมพ์สามารถควบคุมการกระจายตัวของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีและไม่จับตัวเป็นกลุ่มก้อนทำให้ได้กลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเล็ก ได้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่บางกว่า โดยขั้วไฟฟ้าของ MEA ที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ตมีความหนาที่น้อยที่สุดคือ 0.709 ± 0.002 มิลลิเมตร (วัดด้วยไมโครมิเตอร์) ซึ่งสอดคล้องกับความต้านทานไฟฟ้าที่มีค่าน้อยที่สุดคือ 0.451 โอห์มต่อตารางเซนติเมตร ดังแสดงจากการวิเคราะห์อิมพีแดนซ์ ในรูป C ส่วนวิธีทาและวิธีสเปรย์ให้ความหนา 0.725 ± 0.013 และ 0.719 ± 0.012 มิลลิเมตรตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลอิมพีแดนซ์ที่พบว่าวิธีสเปรย์และวิธีทาให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ 0.548 และ 0.570 โอห์มต่อตารางเซนติเมตรตามลำดับ ทั้งนี้ได้ถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อศึกษาความหนาและสัญญาณวิทยาของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังแสดงในรูป D พบว่าที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เท่ากันการพิมพ์อิงก์เจ็ตให้ความสม่ำเสมอ (uniformity) สูงที่สุดและให้ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่บางที่สุด

เมื่อเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนด้านแคโทดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียม (20%PtRu โดยน้ำหนัก, Pt:Ru = 1:1 โดยโมล) ที่ปริมาณ 0.5 มิลลิกรัมโลหะต่อตารางเซนติเมตร แต่คงใช้ขั้วไฟฟ้าด้านแอโนดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนคาร์บอนที่เตรียมด้วยการพิมพ์อิงก์เจ็ต (20%Pt โดยน้ำหนัก) จากนั้นนำไปทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวขนาด 5 ตารางเซนติเมตรดังแสดงในรูป E พบว่า MEA ที่เตรียมได้จากวิธีพิมพ์อิงก์เจ็ตมีความหนาแน่นกระแสสูงที่สุด คือ 253 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร (ที่ 0.6 โวลต์) ซึ่งมากกว่า MEA ที่เตรียมด้วยวิธีสเปรย์ร้อยละ 20.5 และมากกว่าวิธีทาร้อยละ 36.0 และพบว่าสำหรับช่วงการสูญเสียทางปฏิกิริยาเคมีนั้น MEA ที่เตรียมด้วยวิธีพิมพ์และวิธีสเปรย์มีพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาที่ใกล้เคียงกัน ซึ่ง MEA ที่เตรียมด้วยวิธีพิมพ์อิงก์เจ็ตมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาที่ 9.40 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งมากกว่าการเตรียม MEA ด้วยวิธีสเปรย์เพียงเล็กน้อย โดยวิธีสเปรย์มีพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาอยู่ที่ 9.05 ตารางเมตรต่อกรัม แต่ MEA ที่เตรียมด้วยวิธีทานั้นมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาน้อยที่สุดอยู่ที่ 8.06 ตารางเมตรต่อกรัม ดังแสดงในรูปที่ F

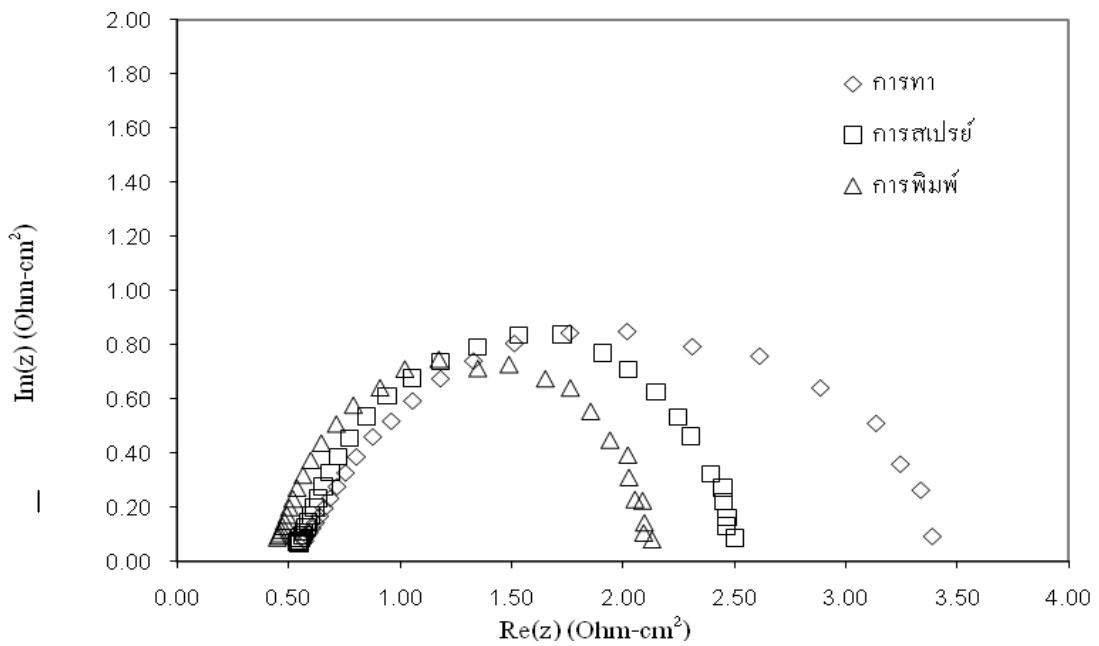
นอกจากนี้ได้เตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบแพลทินัม/แพลทินัมรูทีเนียมบนผ้าคาร์บอนโดยการพิมพ์อิงก์เจ็ตตามลำดับการพิมพ์ดังรูป G แต่เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และ energy dispersive x-ray spectroscopy (EDX) ดังแสดงในรูป F พบชั้นของรูทีเนียมกระจายตัวอยู่ในผ้าคาร์บอนส่วนล่าง แต่แพลทินัมกระจายตัวอยู่ทั้งหน้าตัดของผ้าคาร์บอนสอดคล้องกับลำดับของการพิมพ์อิงก์เจ็ต อย่างไรก็ตามตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดปะปนอยู่ในผ้าคาร์บอน โดยไม่ปรากฏการพอกพูนของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเหนือผ้าคาร์บอนอย่างชัดเจนตามรูป G ซึ่งหากตัวเร่งปฏิกิริยาเกาะกันเป็นกลุ่มที่มีความหนาแน่นสูงในชั้นของผ้าคาร์บอนอาจส่งผลกระทบต่อความสามารถในการแพร่แก๊สได้ จึงต้องศึกษาสมรรถนะและปรับแบบรูปของการพิมพ์ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบให้เหมาะสมต่อไป เช่น การพิมพ์ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนเมมเบรนเนฟลอนโดยตรง หรือการใช้เทคนิคถ่ายโอนรูปลอก เพื่อหาเทคนิคที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นชั้นๆที่แยกชั้นกันอย่างชัดเจน



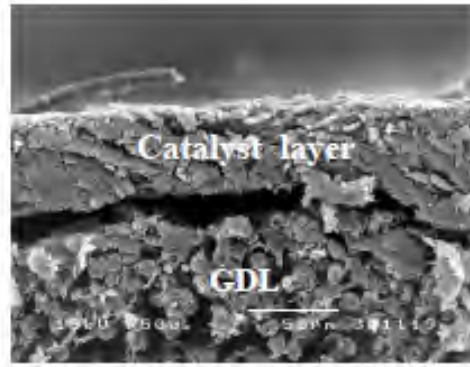
รูป A กราฟโพลาริเซชันของ MEA ขนาด 5 ตารางเซนติเมตรที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมโดยวิธีต่าง ๆ



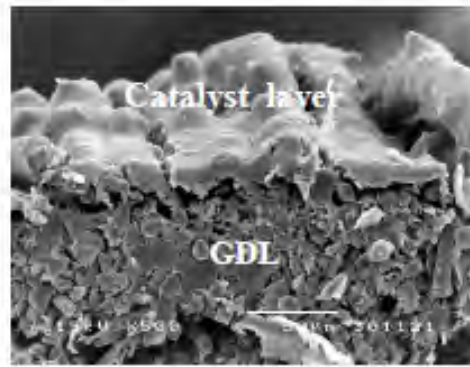
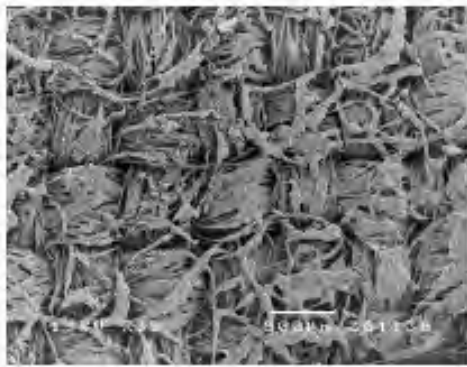
รูป B กราฟ cyclic voltammety แสดงพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาของ MEA ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมโดยวิธีต่าง ๆ



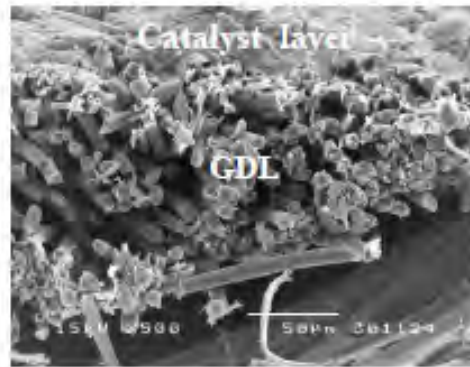
รูป C กราฟอิมพีแดนซ์แสดงความต้านทานของ MEA ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่เตรียมโดยวิธีต่าง ๆ



ก).

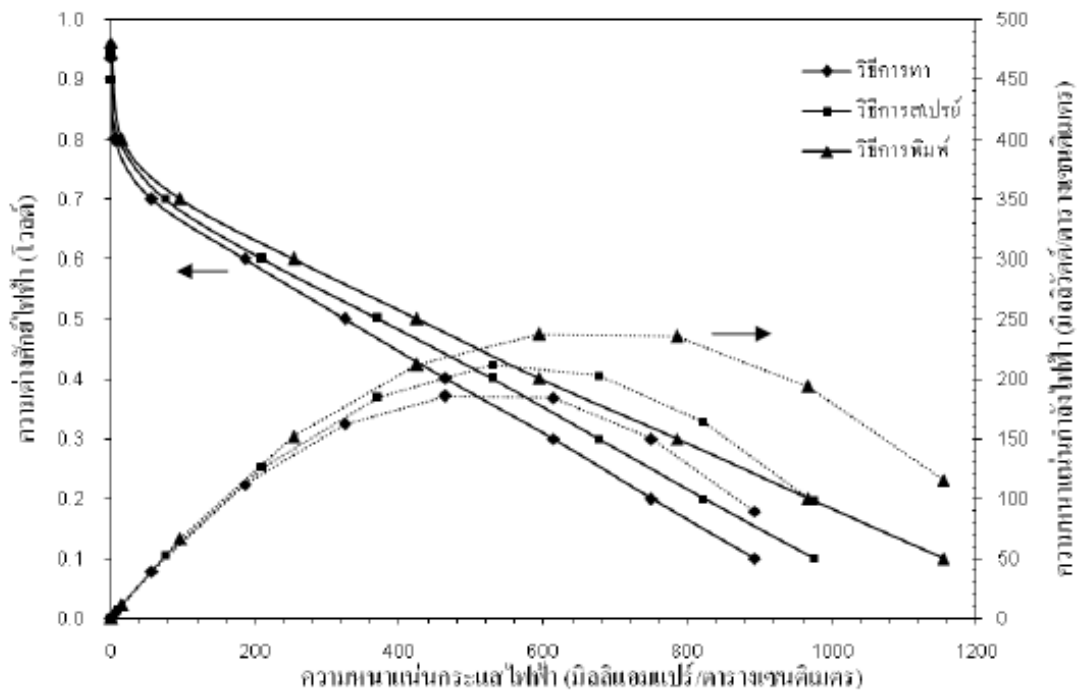


ข).

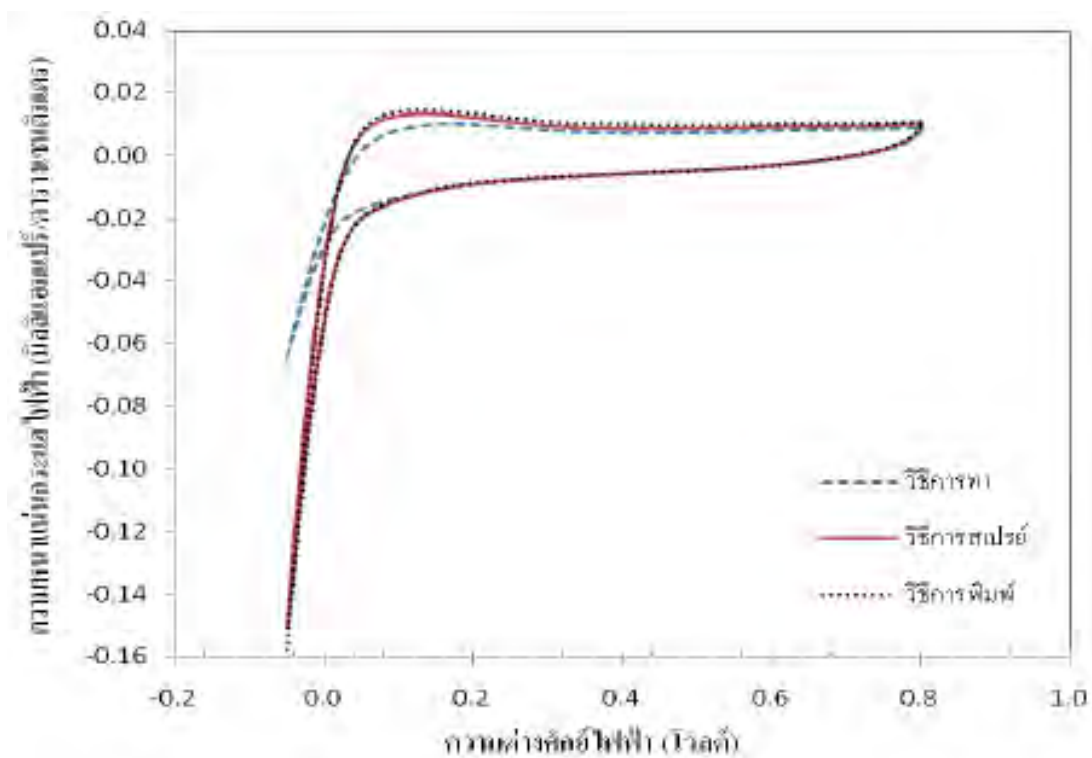


ค).

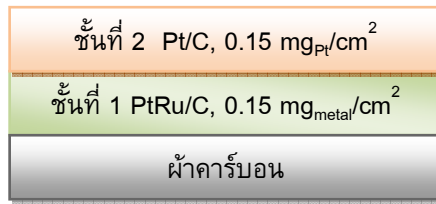
รูป D ภาพถ่ายด้านบนและภาพตัดขวางของขั้วไฟฟ้าที่เตรียมด้วยวิธีต่าง ๆ กันโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ก) วิธีทา (ข) วิธีสเปรย์ (ค) วิธีพิมพ์ อิงก์เจ็ต



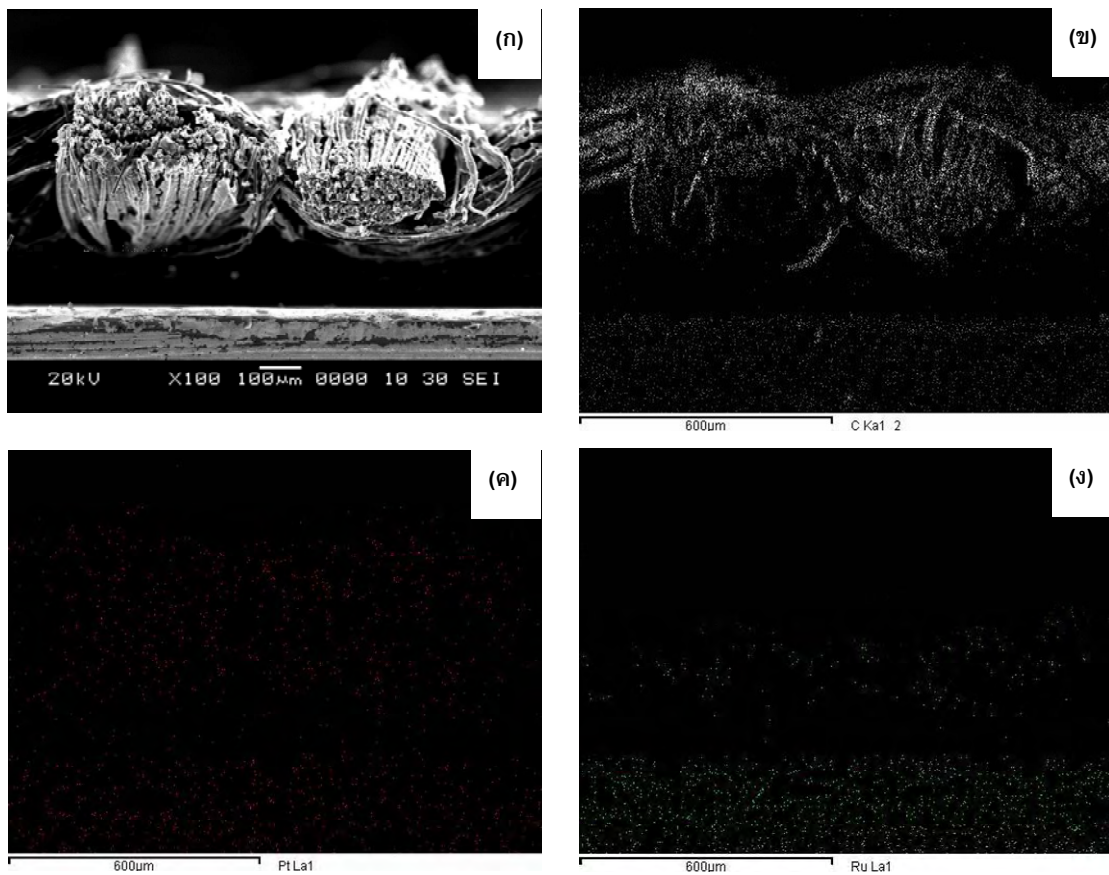
รูป E กราฟโพลาริเซชันของ MEA ขนาด 5 ตารางเซนติเมตรที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมที่เตรียมโดยวิธีต่าง ๆ



รูป F กราฟ cyclic voltammetry แสดงพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาของเยื่อแผ่นประกอบขั้วไฟฟ้าที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมรูทีเนียมความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ซึ่งเตรียมโดยวิธีต่าง ๆ



รูป G ลำดับการพิมพ์ตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนชั้นแพร่แก๊ส



รูป H ไมโครกราฟตัดขวางของ MEA ที่มีลำดับการพิมพ์ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาตามรูปที่ 3 จากการวิเคราะห์ด้วย SEM/EDX (ก) ภาพอิเล็กตรอนทุดิยภูมิ (ข) คาร์บอนโพรไฟล์ (ค) แพลทินัมโพรไฟล์ (ง) รูทีเนียมโพรไฟล์

เอกสารอ้างอิง

[1] Wee, J.-H. and Lee, K.-Y., Overview of the development of CO-tolerant anode electrocatalysts for proton-exchange membrane fuel cells. Journal of Power Sources 157 (2006): 128–135.

- [2] Giorgi, L., Pozio, A., Bracchina, C., Giorgi, R. and Turtu, S., H₂ and H₂/CO oxidation mechanism on Pt/C, Ru/C and Pt-Ru/C electrocatalysts, *Journal of Applied Electrochemistry* 31 (2001): 325-334.
- [3] Choi, S. M., Seo, M. H., Kim, H. J., Lim, E. J. and Kim, W. B., Effect of polyoxometalate amount deposited on Pt/C electrocatalysts for CO tolerant electrooxidation of H₂ in polymer electrolyte fuel cells, *International Journal of Hydrogen Energy* 35 (2010): 6853-6862.
- [4] Rafiee, E., Mahdavi, H. and Joshaghani, M., Supported heteropoly acids offering strong option for efficient and cleaner processing for the synthesis of imidazole derivatives under solvent-free condition, *Mol Divers* 15 (2011): 125-134.
- [5] Towne, S., Viswanathan, V., Holbery, J., and Rieke, P., Fabrication of polymer electrolyte membrane fuel cell MEAs utilizing inkjet print technology. *Journal of Power Sources* 171 (2007): 575–584.

Manuscripts for The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, 24 April 2012, Queen Sirikit National Convention Center, Bangkok.

PREPARATION OF CATALYST COATED-MEMBRANE BY DIRECT INKJET PRINTING FOR PEM FUEL CELL

*Narathip Kanlayakan^a, Pornpote Piumsomboon^{a,b}, Kunakorn Poochinda^{*a,b}*

^{a)} Department of Chemical Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

^{b)} Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

ABSTRACT

PEM (Proton Exchange Membrane) fuel cell is a clean and efficient energy conversion system from electrochemical reaction of hydrogen and oxygen into electricity. However, conventional catalyst loading methods, such as hand-painting and air-brushing, bring about a significant material loss and non-uniformed catalyst layer, which pose problems in capital cost and platinum utilization. This research has studied the preparation of catalyst coated-membrane by direct printing of Pt/C catalyst onto Nafion membrane, using a piezoelectric inkjet printer. The total volume of catalyst ink needed to obtain the same catalyst loading was reduced by 4 times, compared with the conventional methods. The small droplet size of 10 pL and programmable area printing help produce a well-defined shape of the catalyst layer without the need for a mask. The catalyst layer prepared by inkjet printing on membrane showed higher platinum utilization than the one prepared on carbon cloth. The current density of catalyst layer prepared by inkjet printing on carbon cloth and membrane were found to be 434.8 mA/cm² and 475.2 mA/cm² at 0.6 V. respectively.

***kunikorn.p@chula.ac.th**

INTRODUCTION

Proton-exchange membrane fuel cell (PEMFC) is one of the most promising fuel cells that has several advantages such as a low-operating temperature, sustained operation at high current density, low weight, possible low cost and volume, long stack life, fast start-up and compatibility with discontinuous operation. These advantages lend PEMFC to various power applications that range from portable/micro-power and transportation uses to large-scale stationary power.

PEMFC needs platinum (Pt) catalysts to work efficiently, but platinum is quite expensive. For a given Pt loading, almost all Pt catalyst particles should be effective in the electrochemical reactions. However, this is not always possible in conventional catalyst loading methods, such as hand painting and spraying, as human error and inconsistency results in a material loss and non-uniform catalyst layer.

Towne et al. (2007) reported that inkjet printing technology is one of the most popular forms of data imaging for home and small office applications that utilizes drop-on-demand technology to deposit various materials by placing tiny droplets of ink solution onto substrate without contact between the printer head and the substrate. Taylor and co-workers (2007) found that inkjet printing method works by placing tiny droplets of ink solution onto a substrate without having to depend on the high-speed operation of mechanical printing elements. Thus, this research has aimed at developing a direct inkjet printing method on the membrane to make a uniformed and high utilization catalyst layer for PEM fuel cell.

EXPERIMENTAL

A. Catalyst ink preparation for inkjet printing

A commercially available carbon-supported platinum catalyst (Pt/Vulcan XC72, Electrochem), with a platinum loading of 20% wt., was suspended in 1,2 propanediol and de-ionized water. Water and 1,2 propanediol were added to adjust the viscosity and surface tension. To form a homogeneous ink, the mixture was conditioned in an ultrasonic bath for 2 hours and later the solvent were added by Nafion 117 solution (Fluka) and sonicated in an ultrasonic bath again for 1 hour.

B. Preparation of Nafion Membranes

Nafion 115 membranes (Electrochem) were soaked for 1 hour in 100 ml de-ionized water at 80 °C, rinsed and then soaked in 100 ml 3 wt% H₂O₂ at 80 °C for 1 hour, boiled in 0.5M H₂SO₄ at 80 °C for 1 hour, rinsed and boiled three times in 80 °C de-ionized water for 1 hour.[3] The membranes were stored in de-ionized water until ready for use. Prior to printing, the membranes were dried in a dessicator for 12 hours and the membranes returned to its original dimension.

C. Preparation of the catalyst layer by inkjet printing method

The inkjet printing of catalyst layer was performed using a commercially available DMP 2831 piezoelectric Drop-on-Demand material inkjet printer (Dimatix-Fuji Film Inc.), equipped with a 10 pL cartridge.

For catalyst layer preparation on carbon cloths, which were the gas diffusion layers, the catalyst ink was printed directly on 2.3x4.6 cm² carbon cloths which were placed on a 60°C printing plate. Dimatix drop manager software was used to control the print parameters, apply voltage, drop watcher, substrate thickness, printing position and printing area to make a smooth and uniform catalyst layer. The catalyst loading of 0.15 mgPt/cm² was printed onto the carbon cloths, then the electrode was dried at 80 °C in an oven for 1 hour and was rinsed in de-ionized water at 60 °C for 10 minutes to remove 1,2-propanediol. Then it was dried again at 80 °C in an oven for 1 hour. The electrode was cut into two pieces to make two 5 cm² electrodes.

For catalyst layer preparation on membrane, the 5x5 cm² membrane was stretched between two stainless steel plates and placed on the 60°C printing plate. The catalyst ink was printing directly with 2.3x2.3 cm² area on the center of membrane without the need for a mask to define the shape of catalyst layer. The catalyst loading of 0.15 mgPt/cm² was applied on the membrane. As-printed catalyst layer is illustrated in Figure 1. Next, the electrodes were rinsed in de-ionized water at 60°C for 10 minutes and dried at 80 °C in an oven for 1 hour.

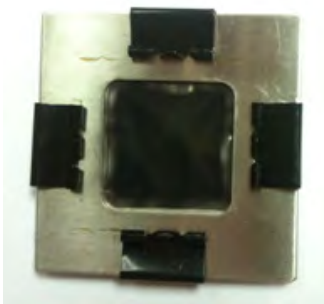


Fig. 1 As-printed catalyst layer on the membrane

D. Membrane electrode assembly (MEA)

The MEAs were fabricated by compression of an anode, electrolyte membrane, and cathode at 135°C, 65 kPa for 5 minutes in a LP 20 compression mould (LABTECH).

E. Fuel cell performance measurements

The polarization curve measurements were carried out by a PG STATO 30 Potentiostat/Galvanostat (Autolab), with the 60°C cell temperature , 100 sccm of O₂ saturated with water at 60°C on the cathode side, and 100 sccm of H₂ saturated with water at 65°C on the anode side .

RESULTS AND DISCUSSION

A. Comparison of ink needed to obtain a desired catalyst loading

Table 1. Ink volume needed to obtain the catalyst loading of 0.15 mgPt/cm²

Loading technique	Ink volume needed (mL)
Spraying	28
Inkjet printing	7

The volume of catalyst ink needed to obtain the desired loading of 0.15 mgPt/cm^2 , directly coated on Nafion membrane, is shown in Table 1. It is clear that the catalyst layer prepared by inkjet printing needed less ink volume than spraying by 4 times. This indicates that inkjet printing has a significantly lower material loss during the coating process than spraying.

B. Morphology of catalyst layers

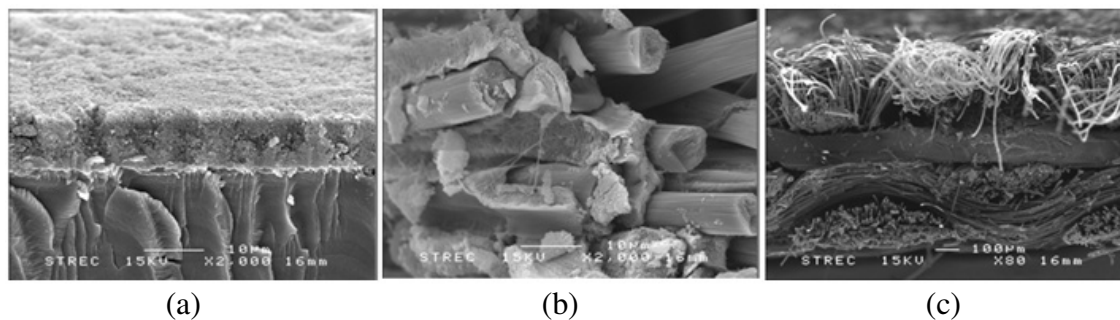


Fig. 2 SEM images of (a) catalyst layer inkjet-printed on Nafion membrane, (b) catalyst inkjet-printed on carbon cloth, (c) MEA cross-section with catalyst inkjet-printed on carbon cloths

SEM images in Fig. 2 shows the cross-section and surface morphology of catalyst prepared by inkjet printing on membrane and carbon cloth. The catalyst layer prepared by inkjet printing on membrane in Fig. 2 (a) shows smoother and more uniformed layer than that prepared by inkjet printing on carbon cloth. Fig. 2(b) shows the catalyst penetrated and filled some voids of the porous carbon cloth. However, there were some fractures in the catalyst phase and some gaps between the carbon fibers and the catalyst phase due to the difference in thermal expansion coefficients, which may prevent the formation of good triple-phase boundaries. Moreover, it is clear in Fig. 2(c) that the catalyst layer on membrane had a better contact with membrane than the MEA with catalyst initially inkjet-printed on carbon cloth.

C. Performance of single cells

The H_2/O_2 fuel cell performance of MEA prepared by inkjet printing on membrane (catalyst-coated membrane; CCM) and the one prepared by printing on carbon cloth (catalyst-coated substrate; CCS) were tested and plotted in Fig.3. The open circuit voltage (OCV) of CCM was 0.985 V , which was higher than 0.967 V measured from CCS. The dense Nafion-binded catalyst layer formed by inkjet printing on membrane, shown in Fig. 2(a), may help reduce the crossover of reactant gases through the membrane. Moreover, as illustrated in Fig. 3, the CCM provided a current density of 475.2 mA/cm^2 at the cell potential of 0.6 V , while CCS only yielded 434.8 mA/cm^2 . The peak power density of CCM was 1.43 W/cm^2 , while that of CCS was only 1.30 W/cm^2 . The results indicated that the MEA prepared by inkjet printing on membrane showed better performance, mainly in the activation region, than that printed on carbon cloth. This was consistent with the SEM images showing that the catalyst layer prepared by inkjet printing on membrane had a better contact among the electrode components and implying a better triple phase boundary. Park et al. (2010) previously reported similar results. They claim that the CCM process offers a better performance than the CCS process due to better interfacial properties. Applying the

catalyst layer to the membrane results in an efficient catalyst utilization and a better contact of the catalyst and the ionomer in the catalyst layer with the proton-conducting membrane.

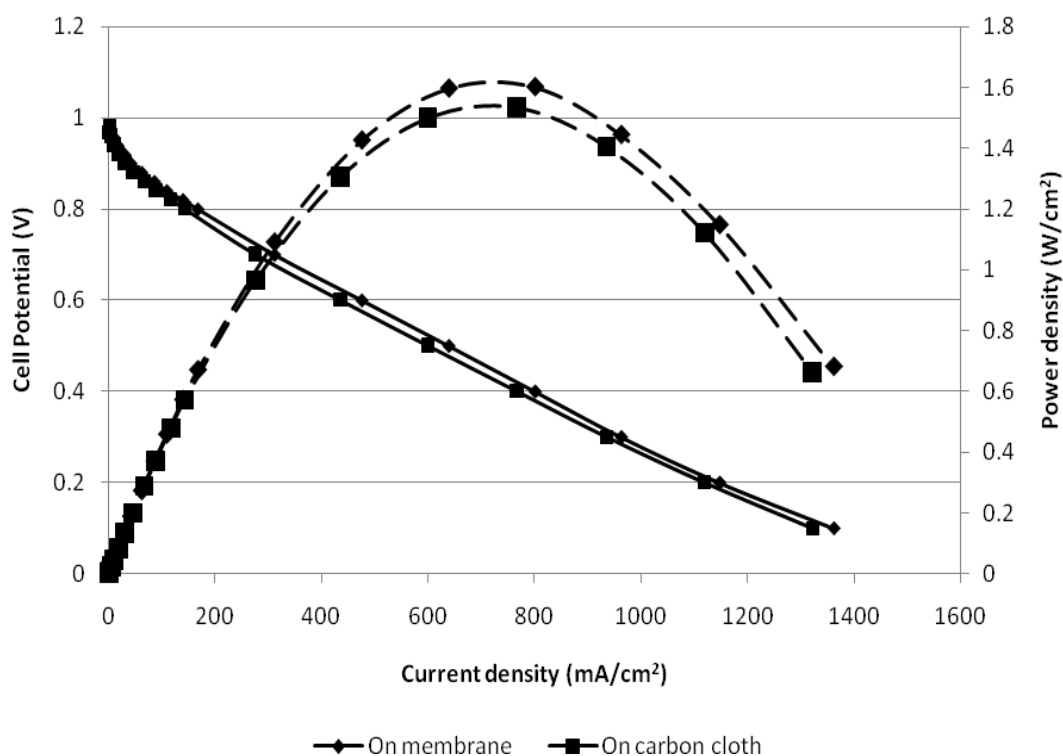


Fig. 3. Performance (—) and power density (---) curves of a single PEM fuel cell for MEAs prepared by inkjet printing method with catalyst printed on membrane (◆) and printed on carbon cloth (■)

CONCLUSIONS

Inkjet printing of catalyst ink on membrane provided a smooth, dense and uniformed catalyst layer. Furthermore, the catalyst layer prepared by inkjet printing on membrane had a better contact among the electrode components and showed better performance than catalyst layer prepared by inkjet printing on carbon cloth.

ACKNOWLEDGEMENTS

The research is sponsored by the Office of the Higher Education Commission and the Thailand Research Fund and partially supported by Ratchadapiseksompotch Fund and Energy Research Institute, Chulalongkorn University. The authors also thank the Thai Government Stimulus Package 2 (TKK2555), under the project for Establishment of Comprehensive Center for Innovative Food, Health Products and Agriculture (PERFECTA) for facility support.

REFERENCES

Park, I., Li, W., Manthiram, A. (2010) *J. Power Sources* **195**, 7078–7082.

Taylor, A. D., Kim, E. Y., Humes, V. P., Kizuka, J., Thompson, L. T. (2007) J. Power Sources **171**, 101–106.

Towne, S., Viswanathan, V., Holbery, J., Rieke, P. (2007) J. Power Sources **171**, 575–584.

PREPARATION OF CATALYST-COATED MEMBRANE FOR PEM FUEL CELL BY DECAL TRANSFER OF INKJET-PRINTED ELECTRODES

Suchat Pongchaiphol^a, Pornpote Piumsomboon^{a,b}, Kunakorn Poochinda^{,a,b}*

^a Department of Chemical Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

^b Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

ABSTRACT

A combination of inkjet printing and decal transfer is introduced for the fabrication of membrane electrode assembly (MEA). First, inkjet printing of catalyst ink could provide a uniform electrocatalyst layer, with a precisely-defined shape, onto Teflon sheet due to the small drop volume of 10 pL. Subsequent decal transfer of the electrocatalyst layer onto Nafion membrane by hot-press can be used to prepare the catalyst-coated membrane without membrane swelling in contrast to conventional methods of catalyst ink application onto membrane. In addition, MEAs prepared by the proposed technique gave a smaller ohmic resistance than that of MEAs prepared by catalyst ink application on the gas diffusion layer followed by hot-press with the membrane. That could be caused by the even compression force, resulting in a better adhesion and thinner catalyst layer, through smooth Teflon sheet as supposed to through porous structure of the gas diffusion layer.

***kunakorn.p@chula.ac.th**

INTRODUCTION

Proton exchange membrane or polymer electrolyte membrane (PEM) fuel cell is a clean power source for automotive and stationary applications because of its high energy conversion efficiency, possibility of using regenerative fuels, low or zero level of environmental pollutants emission, relatively low operating temperature and quick start-up.

In PEM fuel cells, the electrochemical reactions take place at the triple-phase boundary where the electrolyte, catalyst layer and gaseous fuel come into contact altogether in the MEA (Tang et al., 2007). An electrode with high quality triple-phase boundary promotes good gas and water diffusion and proton and electron transport to and from the catalytic sites. The quality of the three-phase boundary depends significantly on the fabrication procedure of the MEA.

Nowadays, many techniques have been employed to fabricate MEAs. For example, the electrocatalyst could be coated either onto a gas diffusion layer (GDL-based MEAs) or directly onto an electrolyte membrane (CCM-based MEAs). Although fabrications of both GDL-based MEAs and CCM-based MEAs methods have been widely adopted, they have their own limitations. In GDL-based MEAs, the catalyst layers coated on the GDL cannot be effectively transferred to the membrane during

the course of hot-pressing the MEA. In the case of CCM method, generally, the membrane undergoes serious swelling when spraying or applying the catalyst ink directly on the membrane since Nafion membrane has a high tendency to swell or wrinkle when it comes into contact with many solvents (Sun et al., 2010). In the light of these problems, both methods are not suitable for the large-scale MEA production required for PEM fuel cell commercialization (Rajalakshmi et al., 2007). An alternative approach of large-scale MEA production is the decal process. In the decal process, catalyst layers are primarily formed over the Teflon decal substrates, and they are subsequently transferred to a dry membrane during hot-pressing of the MEA.

In this work, MEAs were fabricated by inkjet printing of catalyst onto Teflon sheet, and then decal transfer technique was employed to deposit catalyst layer on Nafion membrane.

EXPERIMENTAL

A. Preparation of electrocatalyst ink

The electrocatalyst ink was prepared by mixing commercial Pt /C catalyst powder (20 wt.% Pt on carbon Vulcan, Fuel cell store) with 1,2-propanediol and deionized water, then sonicating at room temperature for 2 hours. Later Nafion solution (5% (w/v) Nafion117, Fluka) was added and sonicated at room temperature for 1 hour.

B. Preparation of MEA

To fabricate a catalyst-coated Teflon sheet, first, the Teflon sheet was cleaned and compressed using a LP 20 compression mold (Labtech) at 150 °C and 100 kg/cm² for 5 minutes to obtain a stable sheet dimension. Then the electrocatalyst ink was printed as a 5 cm² square directly onto the Teflon sheet using DMP 2831 piezoelectric Drop-on-Demand material inkjet printer (Dimatix-Fuji Film Inc.) repeatedly until the catalyst loading reached 0.15 mgPt/cm². After that, the coated sheet was dried at 100 °C for 30 minutes. Then, it was submerged in hot water (80 °C) for 30 seconds to eliminate 1,2-propanediol, and was subsequently dried at 100 °C for 30 minutes.

In the decal transfer technique, a Nafion membrane was sandwiched between two catalyst-coated Teflon sheets and compressed at 150 °C and 30 kg/cm² for 8 minutes. Subsequently, both catalyst layers on Teflon sheet were peeled away to form the electrocatalyst layer with coated membrane as demonstrated in Figure 1. Finally, the MEA is prepared by putting the coated membrane in between two Nafion solution-coated GDLs and pressed together by the compression mold under 65 kg/cm² for 2.5 minutes, while the temperature was maintained at 137 °C.

C. Single cell performance tests

The obtained MEA with an area of 5 cm² was mounted in commercial single cell hardware (Electrochem Inc.) and was tested in a custom-made test station. The cell performance was measured in the H₂/O₂ system at atmospheric pressure using 100 sccm of 100% humidified hydrogen and oxygen. The temperature of fuel cell, cathode, and anode humidifiers were at 60, 60 and 65 °C, respectively. The performance was evaluated in the form of polarization curves, monitored by the PG STATO 30 Potentiostat/Galvanostat (Autolab).

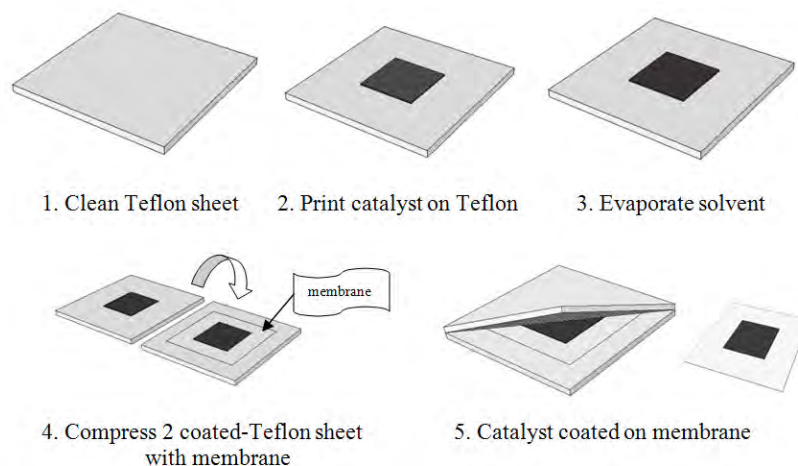


Figure 1 Steps in the decal transfer of inkjet-printed catalyst layer onto membrane.

RESULTS AND DISCUSSION

A. Characteristics of coated membrane

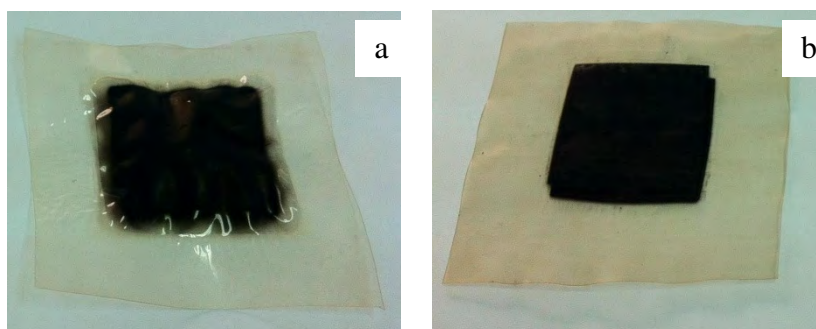


Figure 2 Images of (a) a catalyst-coated membrane by direct spraying and (b) a catalyst-coated membrane by inkjet printing of catalyst on Teflon sheet and then decal transfer on membrane.

Figure 2 showed the swollen catalyst-coated membrane by direct spraying, while the membrane obtained from printing catalyst layer on Teflon sheet and decal transfer method did not swell. With printing technique, the catalyst layer was dried on Teflon sheet and the membrane was not exposed by the solvent.

B. SEM analysis

From Figure 3a, the surface of catalyst layer on Teflon sheet showed small grains and rough surface, which would be in contact with the membrane after decal transfer. As shown in Figure 3b, the thickness of catalyst layer was about 5 micrometers. After decal transfer, the side facing up away from the membrane, as depicted in Figure 3c, showed a flatter surface but still with many pinholes, which should enable reactant gas to diffuse and reach active sites uniformly. The cross-sectional image of the coated membrane, as demonstrated in Figure 3d, still showed a uniform catalyst layer of about 5 micrometers thick with no gap at the interface between the catalyst layer and the membrane. However, in Figure 3e, when catalyst was loaded on the gas

diffusion layer first, the MEA had some gaps between the catalyst-penetrated carbon fiber and the membrane. The interfacial resistance has a major contribution on the total ohmic resistance of a PEM fuel cell.

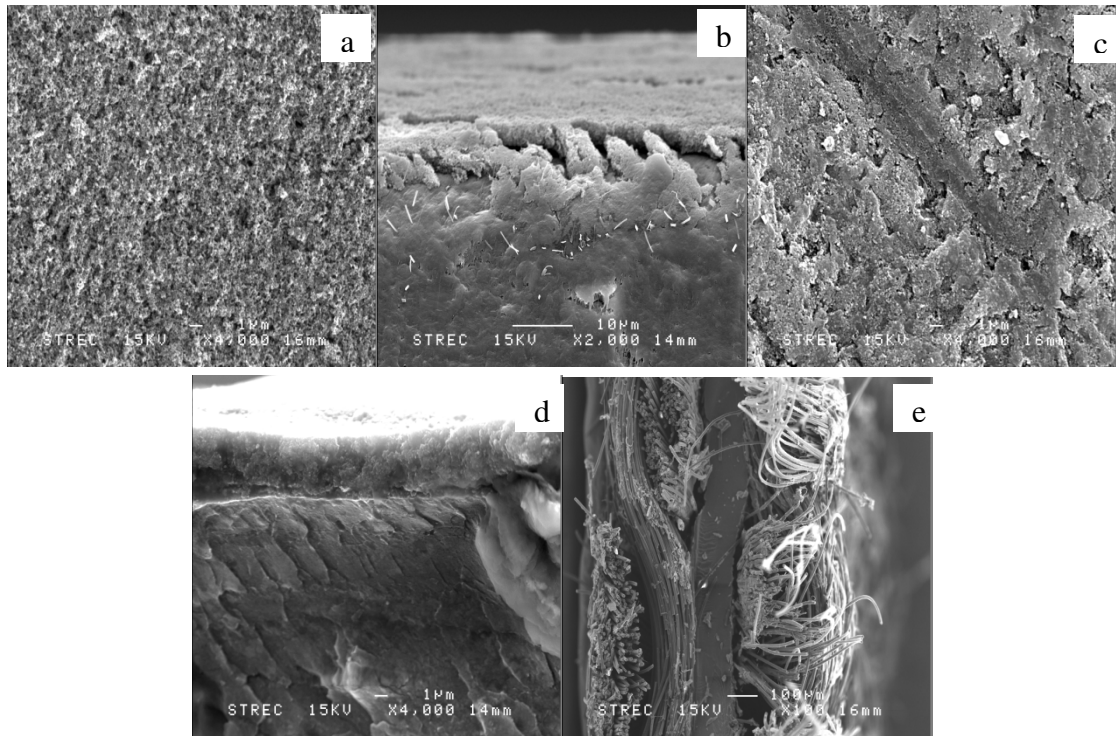


Figure 3 SEM images of (a) surface and (b) cross- section of the catalyst layer coated on Teflon sheet by inkjet printing (c) surface and (d) cross-section of the catalyst layer after decal transferred onto Nafion membrane (e) cross-section of MEA with catalyst loaded by inkjet printing on a gas diffusion layer

C. Performance test results

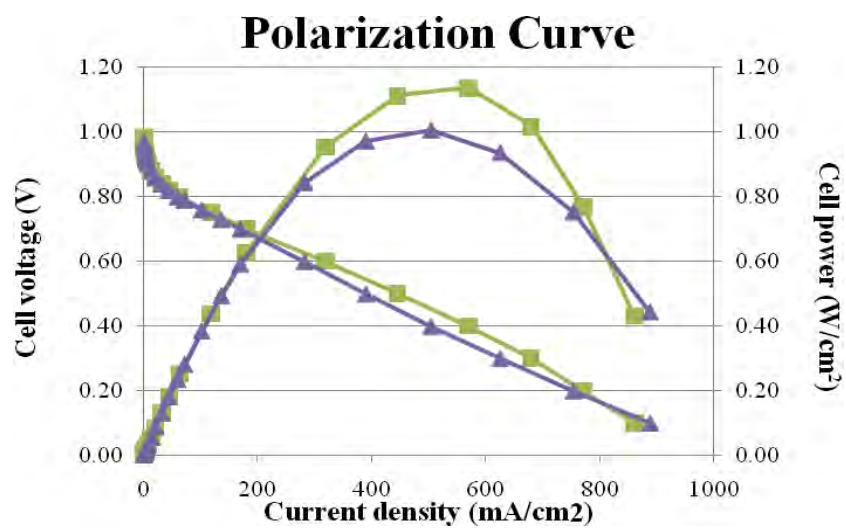


Figure 4 Polarization and power curves of 5 cm² MEAs with 0.15 mgPt/cm² prepared by inkjet printing followed by decal transfer (—■—) and by spraying on carbon cloth followed by hot-pressed with a membrane (—▲—)

To evaluate the performance, the polarization test was conducted by using H₂/O₂ gases on MEAs with an equal loading of 0.15 mgPt/cm² both at anode and cathode. As presented in Figure 4, the MEA prepared by inkjet printing followed by decal transfer had a better performance, especially in the ohmic region, than the MEA prepared by spraying on carbon cloth. The current densities obtained at 0.6 V were 320 and 280 mA/cm², respectively. The maximum power, found at the current density in the range of 400-700 mA/cm², were 0.955 and 0.844 W/cm², respectively. The reason was that the ohmic resistance of MEA prepared by inkjet printing followed by decal transfer was lower than that of MEA prepared by spraying on carbon cloth. That could be caused by the absence of any gap between the catalyst layer and Nafion membrane found only in decal transfer method, so proton could transfer easily. The neat interface may be a result of the even compression force through smooth Teflon sheet as supposed to through porous structure of the gas diffusion layer.

CONCLUSIONS

Membrane electrode assembly (MEA) prepared by inkjet printing, followed by decal transfer could provide a uniform electrocatalyst layer. Moreover, the shape of catalyst layer was well-defined with no significant membrane swelling. In addition, MEAs prepared by the proposed techniques gave a lower ohmic resistance than that of MEAs prepared by catalyst ink application on the gas diffusion layer followed by compression with the membrane.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are thankful for financial support from Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology. The research is sponsored by the Office of the Higher Education Commission and the Thailand Research Fund and partially supported by Ratchadapiseksompotch Fund and Energy Research Institute, Chulalongkorn University. The authors also thank the Thai Government Stimulus Package 2 (TKK2555), under the project for Establishment of Comprehensive Center for Innovative Food, Health Products and Agriculture (PERFECTA) for facility support.

REFERENCES

- Rajalakshmi, N., Dhathathreyan, K. S.** (2007) *Chemical Engineering Journal* **129** (1–3) 31-40.
- Sun, L., Ran, R., Shao, Z.** (2010) *International Journal of Hydrogen Energy* **35** (7) 2921-2925.
- Tang, H., Wang, S., Jiang, S. P., Pan, M.** (2007) *Journal of Power Sources* **170** (1) 140–144.

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

ยังไม่มี

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

เชิงวิชาการ ได้สร้างนักวิจัยใหม่ 3 คน ซึ่งเป็นนิสิตระดับปริญญาโทในสาขาวิชาเคมีเทคนิค และสาขาเทคโนโลยีเชื้อเพลิง

การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ

1. N. Kanlayakan, P. Piumsomboon and K. Poochinda, "Preparation of Catalyst Coated Membrane by Direct Inkjet Printing for PEM Fuel Cell", The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, 24 April 2012, Queen Sirikit National Convention Center, Bangkok.
2. S. Pongchaiphol, P. Piumsomboon and K. Poochinda, "Preparation of Catalyst-Coated Membrane for PEM Fuel Cell by Decal Transfer of Inkjet-Printed electrodes", The 3rd Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 18th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, 24 April 2012, Queen Sirikit National Convention Center, Bangkok.