

ผลของสารเสริมเสถียรภาพต่อสมรรถนะตัวเร่งปฏิกิริยา Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub>  
สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

นางสาวประภัสสร ศรีวงษ์ชัย



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)  
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF STABILIZER ON Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub> CATALYST PERFORMANCE  
FOR PEM FUEL CELL

Miss Prapassorn Sriwongchai



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology  
Department of Chemical Technology  
Faculty of Science  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2014  
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

ผลของสารเสริมเสถียรภาพต่อสมรรถนะตัวเร่งปฏิกิริยา

Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub> สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

โดย

นางสาวประภัสสร ศรีวงษ์ชัย

สาขาวิชา

เคมีเทคนิค

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร. เก็จวลี พุกษาทร

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง  
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ ทารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ

(อาจารย์ ดร. คุณากร ภูจินดา)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(รองศาสตราจารย์ ดร. เก็จวลี พุกษาทร)

.....กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร. มะลิ หุ่นสม)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(รองศาสตราจารย์ ดร. สุภาภรณ์ เทอดเทียนวงษ์)

ประภัสสร ศรีวงษ์ชัย : ผลของสารเสริมเสถียรภาพต่อสมรรถนะตัวเร่งปฏิกิริยา Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub> สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพือีเอ็ม (EFFECTS OF STABILIZER ON Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub> CATALYST PERFORMANCE FOR PEM FUEL CELL) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร. เก็จวดี พฤกษาทร, 112 หน้า.

ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือกเป็นโครงสร้างใหม่ที่นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน เนื่องจากมีโลหะส่วนแกนที่บางทำให้ลดต้นทุนในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา และสามารถควบคุมขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ เนื่องจากขนาดผลึกของแกนที่มีขนาดเล็กจะส่งผลให้ขนาดผลึกโลหะส่วนเปลือกมีขนาดเล็กด้วย ในงานวิจัยนี้ศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกต่อสมรรถนะในเซลล์เชื้อเพลิงพือีเอ็ม โดยเลือกสารเสริมเสถียรภาพทั้งหมด 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิร์โรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต เปลี่ยนแปลงสัดส่วนของสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 25:1 พบว่าชนิดและปริมาณของสารเสริมเสถียรภาพส่งผลต่อขนาดผลึกพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาและสมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงพือีเอ็ม โดยเมื่อเพิ่มสัดส่วนของสารเสริมเสถียรภาพ ขนาดผลึกของนิกเกิลที่ได้จะลดลงจนถึงค่าหนึ่งที่สารรวมตัวกันทำให้ขนาดผลึกเพิ่มขึ้น การใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตเป็นสารเสริมเสถียรภาพจะให้ขนาดของผลึกเล็กที่สุด ในภาวะที่ตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดผลึกเล็กส่งผลให้สมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงมีค่าสูงเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดใหญ่ ทดสอบความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด รอบที่ 500 พื้นที่การเกิดปฏิกิริยามีค่าน้อยกว่ารอบที่ 25 แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีความทนทานต่า นอกจากนี้พบว่าการคงเหลือของสารเสริมเสถียรภาพในตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลต่อสมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงด้วย

ภาควิชา เคมีเทคนิค

ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เคมีเทคนิค

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

ปีการศึกษา 2557

# # 5572032823 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORDS: CORE-SHELL / PROTON EXCHANGE MEMBRANE FUEL CELL (PEMFC) / STABILIZER

PRAPASSORN SRIWONGCHAI: EFFECTS OF STABILIZER ON Ni<sub>CORE</sub> – Pt<sub>SHELL</sub> CATALYST PERFORMANCE FOR PEM FUEL CELL. ADVISOR: ASSOC. PROF. DR. KEJVALEE PRUKSATHORN, Dr.de L'INPT, 112 pp.

Core-shell nanoparticles (NPs) are a novel structure of catalyst for application in Proton Exchange Membrane Fuel Cell (PEMFC). Core-shell structure with a very thin layer of noble metal shell have received considerable attention in electrocatalyst not only a great reduction of cost owing to a very low noble metal loading but also its unique properties. This research concentrates on the preparation of Ni<sub>core</sub>Pt<sub>shell</sub>/C catalyst using Polyvinylpyrrolidone (PVP) Hexadecyltrimethylammonium Bromine (CTAB) Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) as stabilizers and ratio of stabilizer to nickle (10:1 15:1 20:1 25:1 by weight). The results suggested that type and ratio of stabilizer used in the synthesis process had an effect on the crystallite size, the electrochemical active surface area (EAS) of the catalyst and the PEM single fuel cell performance. The crystallite size of Ni<sub>core</sub>Pt<sub>shell</sub> catalysts depend on the particle size of Ni<sub>core</sub>. The crystallite size was small owing to the small size of Ni<sub>core</sub>. It gave high PEM FC performance. SDS stabilizer provided the smallest crystallite size. The durability study of Ni<sub>core</sub>Pt<sub>shell</sub>/C catalyst using all types of stabilizer by potential cycling technique in 500<sup>th</sup> cycles had the EAS less than 25<sup>th</sup> cycle. It showed that durability of synthetic catalyst is poor. The remaining of the stabilizer on catalyst affects to the PEM FC performance.

Department: Chemical Technology Student's Signature .....

Field of Study: Chemical Technology Advisor's Signature .....

Academic Year: 2014

## กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.เก็จวลี พงุคชาทร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และคณาจารย์ทุกท่านในกลุ่มวิจัยเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็่ม ที่กรุณาให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือให้งานวิจัยลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณการสนับสนุนจากศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอกราบขอบพระคุณอาจารย์ ดร.คุณากร ภูจินดา ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร.มะลิ หุ่นสม และรองศาสตราจารย์ ดร.สุภาภรณ์ เทอดเทียนวงษ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณารับเชิญเป็นกรรมการสอบ ตลอดจนให้คำแนะนำ ข้อเสนอแนะและความคิดเห็นที่เป็นประโยชน์ต่อการทำวิทยานิพนธ์อย่างยิ่ง

ขอขอบพระคุณ คุณวราพร กิติเกียรติโสภณ และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่าน ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกตลอดการทำงานวิจัย

ขอขอบคุณ พี่ๆ และน้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจ จนงานวิจัยลุล่วงไปได้ด้วยดี สุดท้ายขอขอบพระคุณบิดามารดาและทุกคนในครอบครัวที่เป็นกำลังใจเข้าใจให้ความช่วยเหลือและให้การสนับสนุนเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

## สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	จ
กิตติกรรมประกาศ .....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ .....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.5 ขั้นตอนการวิจัย .....	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	5
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง .....	5
2.2 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ม (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) .....	7
2.3 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ม .....	7
2.3.1 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane electrode assembly, MEA).....	7
2.3.2 แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า (Flow field plate) .....	10
2.3.3 ตัวประสาน (Seal).....	11
2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electro-catalysts).....	13
2.4.1 ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	14
2.4.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา .....	15

2.4.3	วิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา .....	16
2.4.4	ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบต่างๆ .....	18
2.5	ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก (Core-Shell).....	19
2.5.1	วิธีพอลิโอด (Polyol method) หรือรีดักชันสองขั้นตอน (Two step reduction)...	20
2.5.2	วิธีพอลิโอดโดยใช้คลื่นเสียง (Ultrasound-assisted polyol synthesis, UPS) .....	21
2.6	สารเสริมเสถียรภาพ (Stabilizer).....	23
2.6.1	สารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ (Anionic stabilizer).....	24
2.6.2	สารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวก (Cationic stabilizer) .....	24
2.6.3	สารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุ (Nonionic stabilizer).....	24
2.7	พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinyl pyrrolidone) .....	25
2.8	เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammonium bromine, CTAB) .....	26
2.9	โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS).....	28
2.10	กระบวนการดูดซับ .....	29
2.10.1	ประเภทการดูดซับ .....	29
2.11	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง .....	31
บทที่ 3	.....	34
วิธีการดำเนินการวิจัย	.....	34
3.1	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย.....	34
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	35
3.3	เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ .....	36
3.4	ดำเนินการวิจัย.....	36
3.4.2	การเตรียมนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน .....	36



3.4.3 การเตรียมแพลทินัมเปลือบบนนิกเกิลแกนที่มีตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน.....	38
3.4.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกโดยเปลี่ยนแปลงสารเสริม เสถียรภาพและสัดส่วนต่างๆ.....	39
3.4.5 การเตรียมชั้นแพร่แก๊ส (Gas diffusion layer) โดยการทาผงคาร์บอน.....	40
3.4.6 การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพ่นละออง (Spray) ลงบนผ้าคาร์บอน.....	40
3.4.7 การปรับปรุงเมมเบรน.....	40
3.4.8 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane electrode assemblies: MEAs).....	41
3.4.9 การทดสอบการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิง.....	41
3.4.10 การวิเคราะห์แบบไซคลิกโวลแทมเมทรีในสารละลาย (Cyclic voltammetry, CV).....	43
3.4.11 การทดสอบความต้านทานในแนวระนาบด้วยเครื่อง Four points probe.....	44
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	45
4.1 ผลของสัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน.....	45
4.2 ผลของสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน.....	59
4.3 ผลของสัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน.....	70
4.4 การทดสอบความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือบบนตัวรองรับ คาร์บอนวัลแคน.....	82
4.5 การเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือบบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้สาร เสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด โดยใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	85
บทที่ 5.....	92
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	92
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	93
รายการอ้างอิง.....	94

ภาคผนวก.....	101
ภาคผนวก ก การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค X-rays diffraction (XRD).....	101
ภาคผนวก ข การหาพื้นที่ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี.....	106
(Cyclic voltammetry, CV).....	106
ภาคผนวก ค การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron microscopy, SEM /Energy dispersive X-ray diffraction, EDX) .....	108
ภาคผนวก ง การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) .....	110
ภาคผนวก จ การทดสอบความต้านทานในแนวระนาบด้วยเครื่อง (Four points probe) .....	111
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ .....	112

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	สมบัติของพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน.....	25
2.2	สมบัติของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์.....	27
2.3	สมบัติของโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟต.....	28
4.1	ขนาดผลึกและ Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	47
4.2	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ.....	50
4.3	Lattice parameter ร้อยละโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดผลึก พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	51
4.4	ภาพ mapping จาก SEM/EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนัก 15:1 และ 25:1.....	58
4.5	Lattice parameter และขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ.....	61
4.6	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ.....	63
4.7	ขนาดผลึก Lattice parameter ร้อยละโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	64
4.8	ภาพ mapping จาก SEM/EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกในสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิล 20:1 และ 25:1.....	69

ตารางที่	หน้า
4.9 Lattice parameter ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ	73
4.10 ขนาดผลึกของตัวเร่งตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้โซเดียมโตะเคซิลลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	73
4.11 ขนาดผลึก Lattice parameter ร้อยละของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยา พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้โซเดียมโตะเคซิลลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	75
4.12 ขนาดผลึก พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิดในสัดส่วนต่างๆ.....	80
4.13 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ.....	87
4.14 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด.....	88
4.15 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด ในอุณหภูมิ 250 และ 300 องศาเซลเซียส.....	90
4.16 สภาพนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด ในอุณหภูมิ 250 และ 300 องศาเซลเซียส.....	91
ก.1 ข้อมูลจากเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้.....	103
ก.2 ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้.....	104
ก.3 ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้.....	105

ตารางที่		หน้า
ก.4	ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้.....	105
ข.1	ข้อมูลจากเทคนิค CV ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับ คาร์บอนที่สังเคราะห์ได้.....	107
จ.1	ค่าความต้านทานแนวระนาบที่วัดได้จากเครื่อง Four points probe.....	111



## สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1	9
2.2	9
2.3	10
2.4	11
2.5	11
2.6	12
2.7	19
2.8	21
2.9	22
2.10	22
2.11	23
2.12	25
2.13	26
2.14	26
2.15	27
2.16	28
2.17	29
3.1	38
3.2	44
4.1	46

ภาพที่	หน้า
4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20.....	48
4.3 (ด้านบน) ไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนสัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 รอบที่ (—) 1 (—) 100 (.....) 200 (—) 300 (.....) 400 (ด้านล่าง) ไซคลิกโวลแทมเมตรีของ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนสังเคราะห์ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลต่างๆ ดังนี้ (.....) 10:1 (---) 15:1 (—) 20:1 และ (—) 25:1.....	53
4.4 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (—) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (◆) 20:1 และ (■) 25:1.....	54
4.5 กราฟ FTIR (ก) พอลิไวนิลพิโรลิโดน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนัก ดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25: 1.....	57
4.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1.....	60
4.7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20...	62

ภาพที่	หน้า	
4.8	17.52	
ไซคลิกโวลแทมเมตรีของ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ บนตัวรองรับคาร์บอน (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (.....) 10:1 ( - - - ) 15:1 ( - - ) 20:1 และ ( - · · ) 25:1.....		65
4.9	17.52	
สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (—) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (◆) 20:1 และ (■) 25:1.....		67
4.10	17.52	
กราฟ FTIR (ก) เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25:1.....		68
4.11	17.52	
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโอดีเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1 .....		71
4.12	17.52	
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ บนตัวรองรับคาร์บอน และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโอดีเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20.....		74
4.13	17.52	
ไซคลิกโวลแทมเมตรีของ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ บนตัวรองรับคาร์บอน (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าและตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโอดีเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (.....) 10:1 ( - - - ) 15:1 ( - - ) 20:1 และ ( - · · ) 25:1.....		76



ภาพที่	หน้า
4.14 กราฟ FTIR (ก) โซเดียมโตเดคซิลซัลเฟต ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25:1.....	78
4.15 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (— —) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (◆) 20:1 และ (■) 25:1	79
4.16 ไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนักจำนวนรอบที่ ( — ) 25 ( — — ) 100 ( - · - ) 200 ( ····· ) 300 ( ——— ) 400 ( ——— ) 500.....	82
4.17 ไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนักจำนวนรอบที่ ( — ) 25 ( — — ) 100 ( - · - ) 200 ( ····· ) 300 ( ——— ) 400 ( ——— ) 500.....	83
4.18 ไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนักจำนวนรอบที่ ( — ) 25 ( — — ) 100 ( - · - ) 200 ( ····· ) 300 ( ——— ) 400 ( ——— ) 500.....	84
4.19 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 (ข) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (ค) สัดส่วนโซเดียมโตเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 .....	86
4.20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 10:1 (ข) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (ค) สัดส่วนโซเดียมโตเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1.....	88

ภาพที่	หน้า
4.21 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (— —) ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก ที่เตรียมโดยใช้ ( X ) สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 (●) เฮกซะ เดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (■) สัดส่วนโซเดียมโ เดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 และ ( □ ) ตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า.....	90
ค.1 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค Energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDX) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียม โดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1.....	108
ค.2 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตร เมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1.....	109
ค.3 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโเดคซิลซัลเฟ ตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1.....	109
ง.1 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของตัวเร่งปฏิกิริยา นิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้ (ก-ข) สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิ โดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก (ค-ง) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโม เนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก และ (จ-ฉ) สัดส่วนโซเดียมโเดคซิล ซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก.....	110

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

เนื่องจากในปัจจุบันพลังงานที่ใช้ในกิจกรรมต่างๆ ล้วนมาจากน้ำมันและแก๊สธรรมชาติเป็นส่วนใหญ่ แต่นับได้ว่าน้ำมันเป็นทรัพยากรที่มีจำกัดและมีแต่จะหมดสิ้นไป พลังงานทดแทนจึงเป็นพลังงานทางเลือกที่สามารถใช้แก้ปัญหาในอนาคตได้ โดยพลังงานทางเลือกนั้นมีหลายชนิด เช่น พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานความร้อนใต้พิภพ พลังงานจากขยะ เป็นต้น การเลือกใช้พลังงานทดแทน ต้องคำนึงถึงความเหมาะสมหลายด้าน โดยเฉพาะหลักการผลิตต้องให้สอดคล้องกับสภาพแวดล้อมโดยรอบ ดังนั้นจึงมีการคิดค้นเทคโนโลยีขึ้นมาหลายชนิดเพื่อให้เหมาะสมกับความต้องการของผู้บริโภค

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) เป็นอุปกรณ์ชนิดหนึ่งที่ใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical reaction) ในการเปลี่ยนพลังงานเคมี (Chemical energy) เป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง ทำให้ไม่เกิดมลพิษทางอากาศ เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาคือ น้ำและความร้อนเท่านั้น โดยพบว่าเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม เป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่กำลังได้รับความนิยมมากในปัจจุบัน เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง มีขนาดเล็ก จึงเหมาะสำหรับเป็นแหล่งพลังงานให้กับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก และความดันที่ใช้ไม่สูงมาก ซึ่งง่ายต่อการควบคุมระบบความปลอดภัย [1] สมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ความดัน อุณหภูมิ การจัดการความร้อนและน้ำในเซลล์ เป็นต้น นอกจากนี้แล้วสิ่งสำคัญอีกประการคือการเกิดปฏิกิริยาในเซลล์ ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้จะเกิดที่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ตื่นขึ้นขึ้นอยู่กับสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา พื้นผิวการเกิดปฏิกิริยา เป็นต้น ซึ่งเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยามีสมบัติที่ดีแล้วจะส่งผลทำให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงดีด้วย [2]

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยามีหลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีจะให้ลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกันไป ส่งผลให้สมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้แตกต่างกันด้วย ในงานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วิธีลดขั้นสองขั้นตอน (Two step reduction) ทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะแกนเปลือก โดยข้อดีของการสังเคราะห์วิธีนี้คือ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโลหะที่ทำหน้าที่เป็นส่วนเปลือกและแกนจะสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวของโลหะกับผงคาร์บอน ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่

ได้มีลักษณะแกนเปลือกบนตัวรองรับที่ต้องการ [3] โดยเลือกโลหะส่วนที่ทำหน้าที่เป็นเปลือกคือ แพลทินัม เนื่องจากมีความทนทานต่อการกัดกร่อนและมีประสิทธิภาพสูงในการเร่งปฏิกิริยาของเซลล์ เชื้อเพลิงเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น ส่วนโลหะที่ทำหน้าที่แกนคือ นิกเกิล เนื่องจากส่วนที่ทำหน้าที่เป็นแกนไม่จำเป็นต้องเลือกโลหะที่มีประสิทธิภาพสูง เพราะทำหน้าที่ส่งผ่านอิเล็กตรอน ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาเช่นเดียวกับโลหะส่วนที่ทำหน้าที่เปลือกและนิกเกิลมีราคาถูกอีกด้วย ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยา ลักษณะนี้มีโครงสร้างที่มีเสถียรภาพเหมาะสมสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีอนุภาคขนาดเล็ก พื้นผิวการเกิดปฏิกิริยาสูง และมีความทนทาน โดยการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีนี้มีปัจจัยสำคัญที่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ สารเสริมเสถียรภาพ เนื่องจากสารเสริมเสถียรภาพแต่ละชนิดมีลักษณะโครงสร้างเฉพาะตัวที่แตกต่างกัน ทำหน้าที่เพิ่มความเสถียร ช่วยเกาะอนุภาคระหว่างโลหะกับโลหะเพื่อชะลอการรวมตัวของอนุภาคโลหะ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดเล็ก [4] ซึ่งมีงานวิจัยศึกษาผลของชนิดสารเสริมเสถียรภาพต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิง โดย Saowaluck และคณะ [5] พบว่าพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone) มีสมบัติสามารถลดการรวมตัวของอนุภาคได้ดีที่สุดในชนิดของสารเสริมเสถียรภาพที่เลือกศึกษา อีกหนึ่งงานวิจัยโดย Kim และคณะ [6] พบว่า เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammonium bromine) สามารถยับยั้งการรวมตัวของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง และตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ให้สมรรถนะในเซลล์เชื้อเพลิงสูงที่สุดอีกด้วย งานวิจัยของ Zhang และคณะ [7] ศึกษาผลของโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (Sodium Dodecyl Sulfate) ในการสังเคราะห์โลหะนิกเกิลโดยใช้วิธีพอลิโอลลมี 1,2 โพรเพนไดออล เป็นตัวทำละลาย พบว่าโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตยับยั้งการเกิดออกไซด์ในโลหะสังเคราะห์นิกเกิลได้ และโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ไม่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต เนื่องจากมีโครงสร้างโซ่ที่ยาว ส่วนหัวมีประจุลบสามารถยึดเกาะกับนิกเกิลไอออนบวกได้ดี ทำให้สามารถยับยั้งการรวมตัวระหว่างนิกเกิลได้

งานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาชนิดและสัดส่วนของสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลที่มีผลต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม โดยเลือกสารเสริมเสถียรภาพมา 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต โดยเปลี่ยนแปลงสัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีรีดักชันสองขั้นตอน

## 1.2 วัตถุประสงค์

ศึกษาผลของชนิดและสัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลในสมรรถนะตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

เปรียบเทียบสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่สังเคราะห์ด้วยวิธีรีดักชันสองขั้นตอนในภาวะที่เหมาะสม โดยใช้สารเสริมเสถียรภาพ 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิโรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟต เปลี่ยนแปลงสัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิดต่อนิกเกิลในช่วง 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 โดยน้ำหนัก นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพต่างๆ เช่น ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ขนาดและการกระจายตัวของแพลทินัมและนิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอน นำตัวเร่งปฏิกิริยาไปประกอบเป็นเมมเบรนประกอบขั้วไฟฟ้าเพื่อทดสอบสมรรถนะเชิงเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ในชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ทราบชนิดและสัดส่วนที่เหมาะสมของสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ลล์

## 1.5 ขั้นตอนการวิจัย

1. ค้นคว้าทฤษฎีและงานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้องทั้งในและต่างประเทศ
2. จัดเตรียมเครื่องมือและอุปกรณ์ที่จำเป็นในการดำเนินงานวิจัย
3. ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก โดยใช้วิธีรีดักชันสองขั้นตอน
4. ศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพที่มีผลต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก โดยตัวแปรที่ศึกษาได้แก่
  - ชนิดของสารเสริมเสถียรภาพ คือ พอลิไวนิลพิโรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟต
  - สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิดต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1

5. วิเคราะห์สมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกซึ่งประกอบด้วย
  - องค์ประกอบและการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา
  - โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray Diffraction (XRD)
  - สมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี ในสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
  - นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ประกอบเป็นเมมเบรนประกอบขั้วไฟฟ้าเพื่อทดสอบสมรรถนะในเซลล์เชื้อเพลิงโดยใช้ชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง
6. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์



## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากในปัจจุบันพลังงานที่ใช้ในกิจกรรมต่างๆ ล้วนมาจากน้ำมันและแก๊สธรรมชาติเป็นส่วนใหญ่ แต่นับได้ว่าน้ำมันเป็นทรัพยากรที่มีจำกัดและมีแต่จะหมดสิ้นไป เห็นได้ว่าในอดีตถึงปัจจุบันน้ำมันมีราคาสูงขึ้นตามลำดับ โดยมีการประมาณการไว้ว่าในอีก 50 ปี น้ำมันจะมีราคาแพงจนไม่คุ้มที่จะเป็นพลังงานหลักที่ใช้ในการทำกิจกรรมต่างๆ อีกต่อไป พลังงานทดแทนจึงเป็นพลังงานทางเลือกที่สามารถใช้แก้ปัญหาในอนาคตได้ โดยพลังงานทางเลือกนั้นมีหลายชนิด เช่น พลังงานแสงอาทิตย์ พลังงานลม พลังงานน้ำ พลังงานความร้อนใต้พิภพ พลังงานจากขยะ เป็นต้น การเลือกใช้พลังงานทดแทน ต้องคำนึงถึงความเหมาะสมหลายด้าน โดยเฉพาะหลักการผลิตต้องให้สอดคล้องกับสภาพแวดล้อมโดยรอบ ดังนั้นจึงมีการคิดค้นเทคโนโลยีขึ้นมาหลายชนิดเพื่อให้เหมาะสมกับความต้องการของผู้บริโภคเพื่อแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นจึงได้มีการศึกษาเกี่ยวกับพลังงานในรูปแบบอื่นๆ ที่สามารถนำมาใช้ทดแทนพลังงานจากเชื้อเพลิงปิโตรเลียมและถ่านหินอีกทั้งให้ประสิทธิภาพสูง เซลล์เชื้อเพลิงเป็นอุปกรณ์แปลงพลังงานชนิดหนึ่งที่มีความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากให้พลังงานที่สะอาด มีประสิทธิภาพสูงและไม่ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม

#### 2.1 เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) เป็นอุปกรณ์ชนิดหนึ่งที่ใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical reaction) ในการเปลี่ยนพลังงานเคมี (Chemical energy) เป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง ไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาไหม้ ทำให้ไม่เกิดมลพิษทางอากาศเนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาคือน้ำและความร้อนเท่านั้น เซลล์เชื้อเพลิงจัดเป็นเซลล์กัลวานิก (Galvanic cell) เช่นเดียวกับแบตเตอรี่ โดยเซลล์เชื้อเพลิงมีหลักการทำงานคล้ายคลึงกับแบตเตอรี่ แต่มีความแตกต่างจากแบตเตอรี่ตรงที่เซลล์เชื้อเพลิงสามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่องตรงๆ เท่าที่มีการป้อนเชื้อเพลิงในรูปของเหลวหรือแก๊สเข้าไปอย่างสม่ำเสมอ อีกทั้งยังสามารถนำเซลล์เชื้อเพลิงที่ผลิตเป็นหน่วยเล็กๆ มาต่อเข้าด้วยกันในกรณีที่ต้องการเพิ่มกำลังการผลิตกระแสไฟฟ้าได้อีกด้วย ส่วนแบตเตอรี่นั้นเป็นตัวกักเก็บพลังงานในตัวเองและไม่สามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่อง [8] ระบบการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประกอบด้วยองค์ประกอบพื้นฐาน 4 ชนิด ดังนี้

- ตัวแปรรูปเชื้อเพลิง (Fuel processor)

ทำหน้าที่แปลงเชื้อเพลิงให้อยู่ในรูปที่เซลล์เชื้อเพลิงสามารถนำไปใช้งานได้ ยกเว้นกรณีที่ใช้แก๊สไฮโดรเจน ไม่ต้องใช้ตัวแปรรูปเชื้อเพลิง แต่ต้องติดตั้งตัวกรองเพื่อกรองสิ่งเจือปนออกจากแก๊สไฮโดรเจน เนื่องจากสิ่งเจือปนจะทำให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำลง

- อุปกรณ์แปลงผันพลังงาน – ชุดเซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell stack)

อุปกรณ์แปลงผันพลังงานทำหน้าที่แปลงพลังงานจากปฏิกิริยาเคมีเป็นไฟฟ้ากระแสตรง (DC) เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวให้แรงดันไฟฟ้าน้อยกว่า 1 โวลต์ ซึ่งไม่เพียงพอต่อการใช้งานจริง ดังนั้นจึงนำเซลล์แต่ละเซลล์มาต่อกับแบบอนุกรมเป็นชุดเซลล์เชื้อเพลิงเพื่อให้แรงดันที่มีค่าเพียงพอกับการใช้งาน ซึ่งแรงดันไฟฟ้าที่ได้จากชุดเซลล์เชื้อเพลิงขึ้นอยู่กับจำนวนเซลล์ และกระแสไฟฟ้าขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวทั้งหมดของแต่ละเซลล์

- ตัวแปลงและปรับแต่งกระแสไฟฟ้า (Current inverters and conditioners)

ทำหน้าที่ปรับกระแสไฟฟ้าที่ได้จากเซลล์เชื้อเพลิงซึ่งอยู่ในรูปไฟฟ้ากระแสตรง (DC) ให้เป็นไฟฟ้ากระแสสลับ (AC) ที่สามารถใช้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าโดยทั่วไปได้

- ระบบนำความร้อนกลับมาใช้ใหม่ (Heat recovery system)

เซลล์เชื้อเพลิงบางระบบเมื่อทำงานจะผลิตความร้อนออกมา ซึ่งระบบนำความร้อนกลับมาใช้ใหม่จะนำพลังงานส่วนนี้ไปใช้งานให้เกิดประโยชน์มากขึ้น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของระบบ

เซลล์เชื้อเพลิงแบ่งออกเป็นหลายชนิดตามสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ ชนิดของเชื้อเพลิง และอุณหภูมิในการทำงาน โดยการแบ่งชนิดของเซลล์เชื้อเพลิงตามสารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นที่นิยมมากที่สุด ซึ่งแบ่งได้ดังต่อไปนี้ [1]

- เซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้อิเล็กโทรไลต์ที่เป็นของเหลว ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงชนิดแอลคาไลน์ เซลล์เชื้อเพลิงชนิดกรดฟอสฟอริก และเซลล์เชื้อเพลิงชนิดคาร์บอนเนตหลอม

- เซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้อิเล็กโทรไลต์ที่เป็นของแข็ง ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์แข็ง เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม และเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมทานอลโดยตรง

โดยเซลล์เชื้อเพลิงแต่ละชนิดนั้นมีทั้งข้อดี-ข้อเสียที่แตกต่างกัน จึงทำให้มีการคิดค้นเซลล์เชื้อเพลิงออกมาหลายชนิด โดยเซลล์เชื้อเพลิงชนิดพีอีเอ็มนั้นเป็นที่นิยมและได้รับความสนใจในการศึกษาอย่างมาก งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มในการศึกษา โดยกล่าวถึงรายละเอียดของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มในหัวข้อต่อไป



## 2.2 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC)

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มเป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่เหมาะสมกับการใช้งานที่มีการเคลื่อนที่ เช่น รถยนต์ เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูง และมีภาวะการทำงานที่อุณหภูมิและความดันต่ำ คือ 60-100 องศาเซลเซียสและ 1-2 บรรยากาศ

เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มประกอบด้วยแผ่นพอลิเมอร์ของแข็ง (ซัลโฟเนทพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน) ทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์ คือเป็นตัวกลางแลกเปลี่ยนโปรตอน นำมาประกบกับขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว ที่มีความพรุนและตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมเป็นส่วนประกอบ น้ำที่เกิดขึ้นจากกระบวนการเคมีไฟฟ้าจะถูกกำจัดออกจากเซลล์ไปกับแก๊สทางแคโทด ประสิทธิภาพของเมมเบรนขึ้นอยู่กับความสามารถในการส่งถ่ายไอออนของไฮโดรเจน ดังนั้นแก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนที่ใช้ต้องมีความชื้น เพราะกระบวนการนำไอออนของเมมเบรนจะเกิดขึ้นไม่ได้ถ้าเมมเบรนไม่มีน้ำหรือความชื้น [9]

## 2.3 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มประกอบด้วย 3 ส่วนหลักๆ ที่สำคัญ คือ ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane electrode assembly, MEA) แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า (Flow field plate) และตัวประสาน (Seal)

### 2.3.1 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane electrode assembly, MEA)

#### 2.3.1.1 ขั้วอิเล็กโทรด (Electrode)

ขั้วอิเล็กโทรดแบ่งได้ 3 ประเภท ได้แก่ ขั้วอิเล็กโทรดแบบรูพรุน ขั้วอิเล็กโทรดแบบโลหะพรุน และ Porous screen electrode ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้ขั้วอิเล็กโทรดแบบรูพรุนเนื่องจากนำไฟฟ้าได้ดี มีความบางและมีรูพรุนทำให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง โดยขั้วอิเล็กโทรดประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ชั้นแพร่ของแก๊ส (Gas diffusion layer) และชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst layer) โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้ [10]

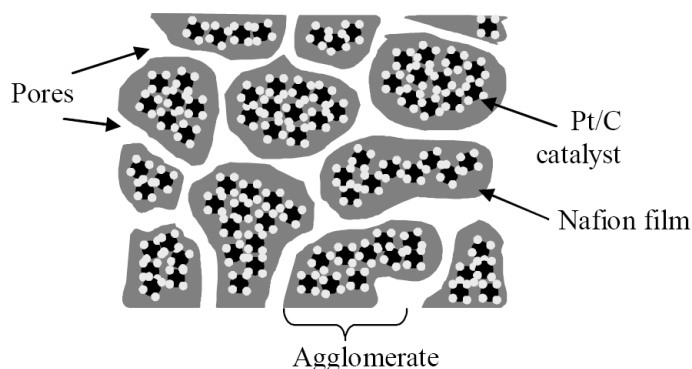
### 2.3.1.1.1 ชั้นแพร่ของแก๊ส (Gas diffusion layer, GDL)

เป็นชั้นที่อยู่ระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบสองชั้น (Bilayer plate) มีหน้าที่เป็นช่องทางการไหลของแก๊ส น้ำ และอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยา โดยในงานวิจัยนี้ ใช้ผ้าคาร์บอนเป็นชั้นแพร่ผ่านแก๊ส โดยมีการปรับสภาพ ว่า Wet-proofed carbon paper หรือ Wet-proofed carbon cloth ให้มีสมบัติไม่ชอบน้ำเพื่อผลักน้ำที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกไปจากขั้วอิเล็กโทรดเพราะน้ำทำให้เกิดภาวะน้ำท่วมเป็นเหตุให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง [11]

### 2.3.1.1.2 ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst layer)

ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นส่วนที่สัมผัสกับอิเล็กโทรไลต์โดยตรง จึงเป็นส่วนที่เกิดปฏิกิริยาภายในเซลล์เชื้อเพลิง โดยโครงสร้างของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยทั่วไปแสดงดังภาพที่ 2.1 ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีควรมีความหนาแน่นน้อย เพื่อให้มีการใช้ประโยชน์จากตัวเร่งปฏิกิริยาได้มากที่สุด และเป็นการลดระยะทางของแก๊สเชื้อเพลิง อิเล็กตรอนและโปรตอน ที่เคลื่อนที่เข้าไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา มีความต้านทานการถ่ายโอนมวลสารต่ำ เพื่อให้แก๊สเชื้อเพลิงเคลื่อนที่เข้าไปทำปฏิกิริยากับตัวเร่งปฏิกิริยาได้เพียงพอ นำไฟฟ้าและไอออนได้ดี มีพื้นที่ผิวการเกิดปฏิกิริยาของแพลทินัมสูง โดยมีปริมาณแพลทินัมน้อยที่สุดเท่าที่สามารถใช้งานได้เพื่อเป็นการลดต้นทุน [12]

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้เป็นพวกโลหะมีตระกูล (Noble metal) เช่น แพลทินัม (Pt) แพลเลเดียม (Pd) หรือ นิกเกิล (Ni) เป็นต้น โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มมากที่สุด คือ แพลทินัม (Pt) เนื่องจากแพลทินัมมีประสิทธิภาพสูงที่สุดเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมให้มีขนาดอนุภาคเล็ก เป็นที่นิยมแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย เช่น การรีดักชันเพื่อให้ขนาดอนุภาคเล็กลง การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบแกนเปลือก

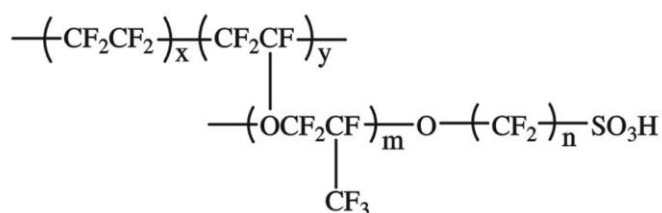


ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา [13]

สรุปได้ว่าขั้วอิเล็กโทรดที่ดีต้องมีความต้านทานต่ำ (Low resistance) หรือความสามารถในการนำกระแสไฟฟ้าสูง (High conductivity) เป็นทางผ่านของส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic pathway) เพื่อช่วยกำจัดน้ำที่เป็นผลิตภัณฑ์ออกไป สำหรับอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาต้องมีความสามารถในการนำอิเล็กตรอน เพื่อเชื่อมโยงกับวงจรไฟฟ้าภายนอก และต้องมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพื่อส่งผ่านแก๊สเชื้อเพลิงและให้แก๊สแพร่กระจายไปยังอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา มีความพรุนสูงเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวของขั้วอิเล็กโทรด และช่วยให้การเคลื่อนที่ของเชื้อเพลิงไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาเป็นไปได้ด้วยดี

### 2.3.1.2 เมมเบรนหรือเยื่อแลกเปลี่ยน

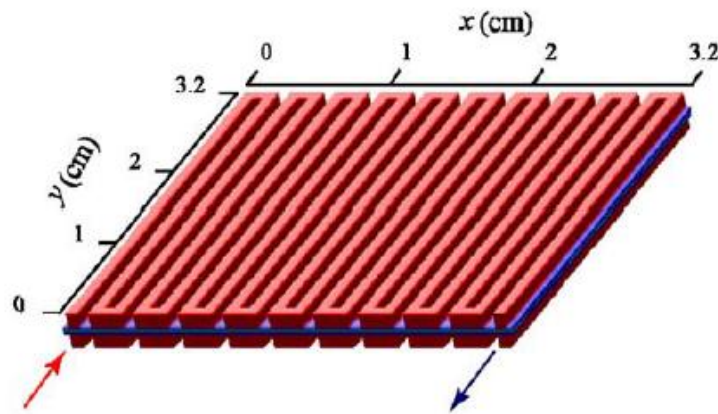
เมมเบรนที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม คือ เมมเบรนเปอร์ฟลูออโรซัลโฟนิค (Perfluorosulfonic membrane) หรือชื่อทางการค้าคือ เนฟิออนเมมเบรน (Nafion membrane) ซึ่งโครงสร้างของเมมเบรนชนิดนี้แสดงดังภาพที่ 2.2 โดยเมมเบรนที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงต้องมีการนำประจุได้ดี แต่ทำหน้าที่เป็นฉนวนไฟฟ้า มีความยืดหยุ่นแม้อยู่ในภาวะที่แห้ง แข็งแรงสามารถรับแรงได้พอสมควร ยอมให้น้ำแพร่ผ่านข้ามเมมเบรนได้ดี แต่ไม่ยอมให้แก๊สซึมผ่าน ทนทานต่อสารเคมี และมีความเสถียรต่อความร้อนและการควบคุมน้ำให้มีปริมาณที่เหมาะสม ซึ่งเนฟิออนเมมเบรนแต่ละชนิดมีขนาดและความหนาที่แตกต่างกัน โดยในงานวิจัยนี้ใช้เนฟิออนเมมเบรน 115 [14]



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของเนฟิออนเมมเบรน [14]

### 2.3.2 แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า (Flow field plate)

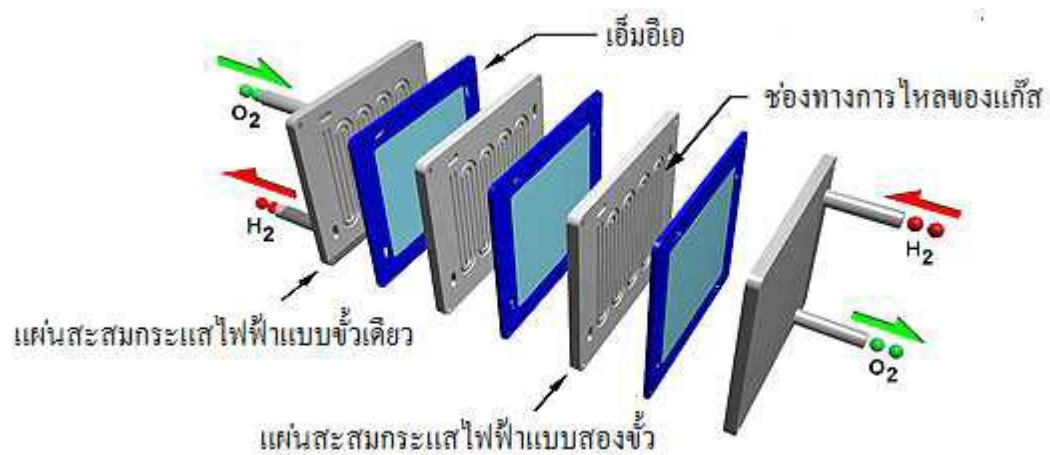
ทำหน้าที่นำกระแสไฟฟ้าที่ผลิตได้ออกจากเซลล์ เป็นช่องทางการไหลของแก๊ส ระบายความร้อนและกำจัดน้ำออกจากขั้วอิเล็กโทรด นับว่าเป็นส่วนที่มีความสำคัญอีกส่วนสำหรับงานวิจัยนี้ เนื่องจากถ้าแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้ามีการกำจัดน้ำไม่ดีจะทำให้เกิดน้ำท่วมเซลล์ ส่งผลให้ปฏิกิริยาบนตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดได้ช้า โดยในงานวิจัยนี้ใช้แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบสองขั้ว (Bipolar plate) โดยมีช่องทางการไหลหลายรูปแบบ [15] งานวิจัยนี้ใช้ช่องทางการไหลแบบเซอร์เพนไทน์ (Serpentine flow field) ดังภาพที่ 2.3



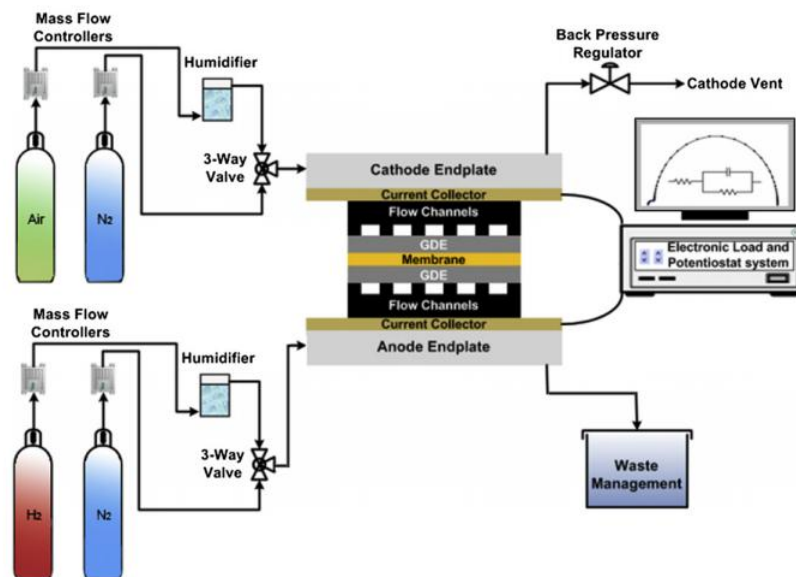
ภาพที่ 2.3 แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าช่องทางการไหลของแก๊สในเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซอร์เพนไทน์ [16]

### 2.3.3 ตัวประสาน (Seal)

ทำจากยางซิลิโคน มีหน้าที่เป็นตัวประสานให้บริเวณแผ่นช่องทางการไหลยึดติดกับเอ็มอีเอ โดยมีตัวประสานประกอบทั้งสองด้านและมีแผ่นช่องทางการไหลประกอบอีกหนึ่งที่ปลายสุดของเซลล์เชื้อเพลิงแถวจะถูกประกบด้วยแผ่นเก็บกระแสไฟฟ้า (Current collector plate) เป็นแผ่นสุดท้ายดังแสดงในภาพที่ 2.4 และมีกระบวนการทำงานดังภาพที่ 2.5

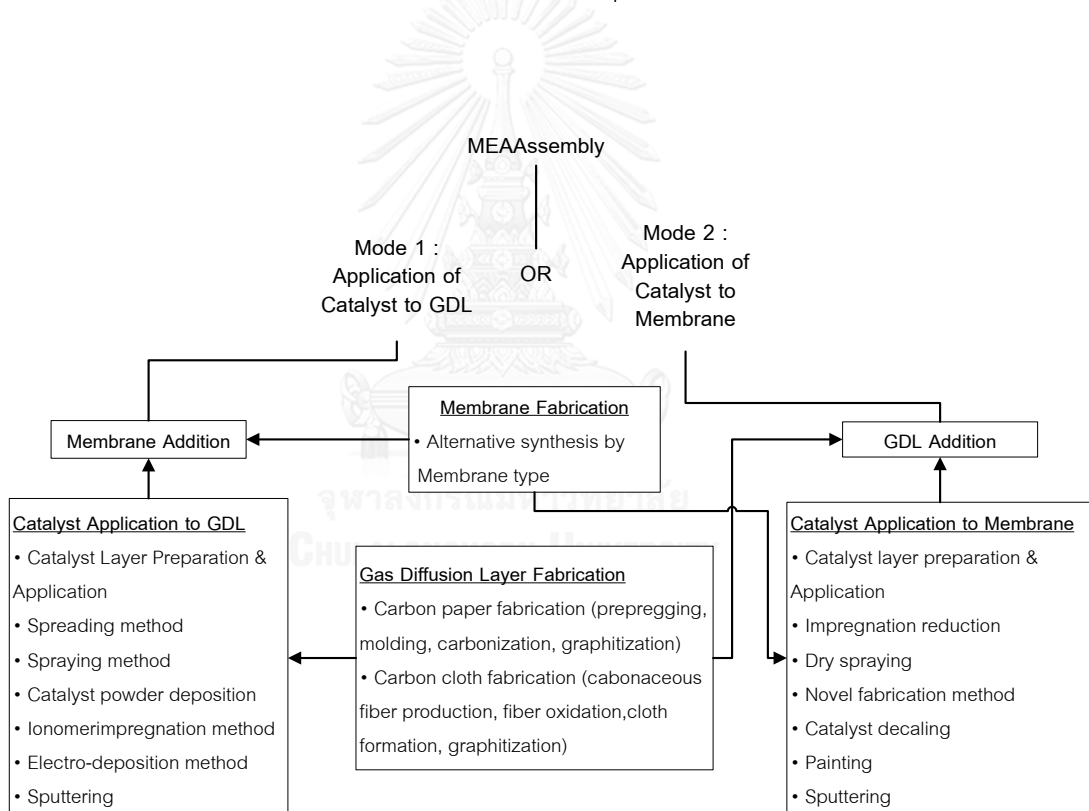


ภาพที่ 2.4 องค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [17]



ภาพที่ 2.5 กระบวนการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [18]

การเตรียมเอ็มอีเอสามารถเตรียมได้หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีมีองค์ประกอบและขั้นตอนการเตรียมที่แตกต่างกัน ทำให้เอ็มอีเอที่เตรียมได้มีสมบัติแตกต่างกัน ส่งผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง วิธีการเตรียมเอ็มอีเอ โดยแบ่งการเตรียมเป็น 2 วิธี คือ การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนชั้นแพร์แก๊สของขั้วอิเล็กโทรดแล้วจึงนำไปประกบกับเมมเบรน และการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนเมมเบรนแล้วจึงประกบกับขั้วอิเล็กโทรด [19] โดยข้อดีของการเตรียมวิธีแรกคือสามารถปกป้องเมมเบรนจากสารเคมีจำพวกตัวทำละลายในหมึกของตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนวิธีที่สองนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาสัมผัสกับเมมเบรนโดยตรง ทำให้พื้นที่การสัมผัสของทั้ง 3 เฟส เพิ่มขึ้นและมีค่าความต้านทานของการถ่ายโอนประจุต่ำกว่า ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้น ซึ่งงานวิจัยนี้ได้เลือกเตรียมเอ็มอีเอโดยวิธีที่สองโดยเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนเมมเบรนแล้วจึงประกบกับขั้วอิเล็กโทรด วิธีการเตรียมเอ็มอีเอสามารถสรุปได้ดังภาพที่ 2.6



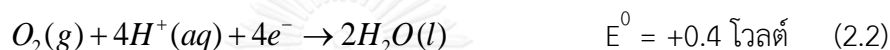
ภาพที่ 2.6 วิธีการเตรียมเอ็มอีเอ [1]

เมื่อทำการเตรียมเอมื่อเอเรียบร่อยแล้ว ต่อไปเป็นการนำเอมื่อเอที่เตรียมได้มาทดสอบด้วย เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเดี่ยวขนาด 5 ตารางเซนติเมตร ให้ความร้อนที่เซลล์เดียว 60 องศาเซลเซียส ป้อน แก๊สไฮโดรเจนอุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เข้าด้านแอโนดและป้อนแก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้ว แคโทดโดยแก๊สทั้งสองชนิดจะมีความชื้นร้อยละ 100 เพื่อนำไอออนได้ดีขึ้น ปฏิกริยาในขั้วอิเล็กโทรด อธิบายดังสมการที่ (2.1-2.3) [14, 20]

ปฏิกริยาที่ขั้วแอโนด



ปฏิกริยาที่ขั้วแคโทด



ปฏิกริยารวม



ถึงแม้ว่าเซลล์เชื้อเพลิงจะมีข้อดีมากมายดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น แต่ปัญหาหลักที่ทำให้เซลล์ เชื้อเพลิงไม่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีต้นทุนสูงในการผลิตกระแสไฟฟ้า โดยพบว่าค่า ใช้จ่ายส่วนมากเกิดจากแพลทินัมที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกริยา ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาด้าน ตัวเร่งปฏิกริยาเคมีไฟฟ้าเป็นหลัก โดยมีรายละเอียดในหัวข้อต่อไป

## 2.4 ตัวเร่งปฏิกริยาเคมีไฟฟ้า (Electro-catalysts)

ตัวเร่งปฏิกริยาในเซลล์เชื้อเพลิงนั้นเป็นตัวเร่งปฏิกริยาแบบวิวิธพันธุ์ ประกอบด้วย สารเร่ง ปฏิกริยา (Active component) ทำหน้าที่เร่งปฏิกริยา โดยส่วนใหญ่ใช้สารจำพวกโลหะ เช่น แพลทินัม รูทีเนียม นิกเกิล แพลเลเดียม โคบอลต์และทังสแตน นอกจากนี้ยังประกอบด้วยตัวรองรับ (Support) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความเฉื่อยต่อปฏิกริยา ช่วยเพิ่มการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกริยาที่มีพื้นที่ ผิวต่ำและราคาแพง เพิ่มความแข็งแรงและความเสถียรให้กับตัวเร่งปฏิกริยา และช่วยต้านทานการ เกิดการรวมตัวกันของตัวเร่งปฏิกริยาเนื่องจากความร้อน โดยทั่วไปในระบบการทำงานของเซลล์ เชื้อเพลิงใช้โลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกริยา เนื่องจากมีประสิทธิภาพสูงที่สุดเมื่อเทียบกับตัวเร่ง ปฏิกริยาชนิดอื่น จึงเป็นโลหะที่ได้รับความนิยมในปัจจุบันแม้ว่าแพลทินัมมีราคาแพง เพื่อใช้ประโยชน์ จากตัวเร่งปฏิกริยาได้มากที่สุดและลดปริมาณการใช้แพลทินัมแต่ยังคงมีประสิทธิภาพที่ดีอยู่ จึงได้มี การศึกษาวิจัยเกี่ยวกับตัวเร่งปฏิกริยากันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน [21-24]

### 2.4.1 ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา

เพื่อให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพที่ดี การเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพดีและมีความเหมาะสมเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญเป็นอย่างมาก โดยต้องคำนึงถึงปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนี้ [25]

#### 2.4.1.1 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนใหญ่เกิดขึ้นที่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นปัจจัยพื้นฐานที่มีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา การเกิดปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ดีเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวการเกิดปฏิกิริยาสูง นั่นคือตัวเร่งปฏิกิริยาต้องมีขนาดอนุภาคเล็กเพียงพอที่สามารถเร่งให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดี

#### 2.4.1.2 ระดับการกระจายตัวของโลหะ

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงส่วนใหญ่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจำพวกโลหะบนตัวรองรับ การกระจายตัวของโลหะจึงเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญไม่ต่างจากปัจจัยอื่นๆ โดยการที่โลหะมีการกระจายตัวที่ติดบนตัวรองรับนั้นทำให้มีพื้นที่ผิวที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น เนื่องจากการกระจายตัวที่ดีนั้น ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ทำให้ไม่บดบังพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีประสิทธิภาพสูงในการเร่งปฏิกิริยา

#### 2.4.1.3 ปริมาตรช่องว่างและความหนาแน่นของของแข็ง

ปริมาตรช่องว่าง (Void volume) หรือปริมาตรรูพรุน (Pore volume) ของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีความสัมพันธ์กับพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งที่มีปริมาตรรูพรุนสูง มีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาสูงขึ้นด้วย ส่งผลให้การเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาดีขึ้น

#### 2.4.1.4 การกระจายตัวของขนาดของรูพรุนของตัวรองรับ

นอกจากปริมาตรของรูพรุนแล้ว รัศมีของรูพรุนก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเช่นกัน โดยส่วนใหญ่ช่องว่างภายในอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามักมีขนาด รูปร่าง และความยาวไม่สม่ำเสมอและมีเชื่อมต่อกันของรูพรุน ทำให้ยากต่อการหาการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ขนาดของรูพรุนสามารถแบ่งได้ดังนี้

1. รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่า 50 นาโนเมตร เรียกว่า Macropores โดยโมเลกุลของตัวถูกดูดซับสามารถแพร่ผ่านจากพื้นผิวด้านนอกของตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าสู่ภายในรูพรุนได้อย่างรวดเร็ว
2. รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2-50 นาโนเมตร เรียกว่า Mesopores
3. รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8-2 นาโนเมตร เรียกว่า Micropores



4. รูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 0.8 นาโนเมตร เรียกว่า Sub-micropores

#### 2.4.1.5 ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst activity)

ความว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นการวัดเชิงปริมาณที่บอกถึงความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา หรืออัตราเร็วที่ทำให้ปฏิกิริยาดำเนินเข้าสู่สมดุลเคมีได้ โดยความว่องไวขึ้นกับธรรมชาติของสารเคมีนั้นๆ พื้นที่ผิว (Active surface) การกระจายตัวของขนาดรูพรุน และการผสมตัวปรับแต่ง (Modifiers) ตัวส่งเสริม (Promoter) หรือตัวยับยั้ง (Inhibitors) ซึ่งสามารถเปลี่ยนสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยตัวปรับแต่งเหล่านี้ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาเองได้

#### 2.4.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา

การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น แพลทินัมนั้นสามารถเกิดขึ้นได้ง่าย ส่วนโลหะชนิดอื่นนั้นมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนเช่นเดียวกัน กลไกในการเกิดปฏิกิริยาบนตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิง สามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้ [8]

1. การถ่ายเทมวลของสารตั้งต้น คือ แก๊สเชื้อเพลิง ซึ่งประกอบด้วยแก๊สผสมของไฮโดรเจนและไอน้ำ หรืออาจมีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ผสมอยู่ด้วย และสารออกซิแดนซ์ ซึ่งประกอบด้วยแก๊สออกซิเจน แก๊สไนโตรเจน ไอน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นต้น ผ่านไปยังพื้นผิวของขั้วอิเล็กโทรดที่มีรูพรุนโดยอาศัยกระบวนการพาของแก๊ส (Convection)
2. จากนั้นสารตั้งต้นนี้เคลื่อนที่ผ่านขั้วอิเล็กโทรดที่มีรูพรุนโดยอาศัยกระบวนการแพร่ (Diffusion) เข้าไปยังบริเวณพื้นผิวสัมผัสระหว่างชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดและเมมเบรน
3. การดูดซับของสารตั้งต้นบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (Active site) เมื่อโมเลกุลของสารตั้งต้นแพร่เข้าไปถึงในรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาแล้ว โมเลกุลของสารตั้งต้นถูกดูดซับอยู่บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ตำแหน่งที่ว่องไว (Active site) การดูดซับเป็นการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ทำให้เกิดสารชนิดใหม่ขึ้น ในการเร่งปฏิกิริยาเกี่ยวข้องกับการดูดซับเชิงเคมี (Chemical adsorption) ซึ่งเป็นการเกิดพันธะเคมีระหว่างโมเลกุลของสารตั้งต้นกับผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็ง ในที่นี้เรียกโมเลกุลของสารตั้งต้นว่า ตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) และเรียกตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งว่า ตัวดูดซับ (Adsorbent)
4. การเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้นั้นต้องประกอบด้วย 3 เฟส คือ โมเลกุลของสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา และสารอิเล็กโทรไลต์ เมื่อ

เกิดปฏิกิริยาได้สารผลิตภัณฑ์ คือ น้ำ และประจุไฟฟ้า คือ โปรตอนและอิเล็กตรอน ที่ยังคงดูดซับอยู่บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

5. การคายออก (Desorption) ของผลิตภัณฑ์และประจุไฟฟ้าจากผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นหลุดออกจากผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงทางเคมีขั้นสุดท้าย

6. การแพร่ของผลิตภัณฑ์จากพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาไปยังบริเวณพื้นผิวของขั้วอิเล็กโทรดภายนอก ส่วนอิเล็กตรอนนั้นถูกส่งผ่านไปขั้วอิเล็กโทรดและโปรตอนถูกส่งไปยังเมมเบรน เพื่อให้โปรตอนแพร่ผ่านเมมเบรนไปยังอีกด้านหนึ่งของเซลล์เชื้อเพลิง

7. การถ่ายเทมวลภายนอกของผลิตภัณฑ์จากพื้นผิวขั้วอิเล็กโทรดภายนอกไปยังของไหล (Bulk fluid) โดยผลิตภัณฑ์แพร่ออกสู่เฟสของแก๊ส

เมื่อใดก็ตามที่ขั้นตอนที่ 1, 2, 6 และ 7 นี้ช้ากว่าขั้นตอนของการเกิดปฏิกิริยาเคมี ปฏิกิริยาเคมีนั้นถูกควบคุมโดยกระบวนการแพร่ (Diffusion limited or mass transport limited) เมื่อใดก็ตามที่อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาเคมีถูกควบคุมโดยการแพร่ แสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยายังไม่ถูกใช้งานเต็มประสิทธิภาพ โดยขั้นตอนการแพร่ของสารตั้งต้นไม่ขึ้นอยู่กับอัตราการไหลของของไหลที่ไหลผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ขึ้นอยู่กับขนาดโมเลกุลของสารตั้งต้น ถ้าอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดใหญ่ โอกาสที่สารตั้งต้นแพร่เข้าไปถึงแกนกลางลดลง ดังนั้นตำแหน่งที่ว่องไวที่อยู่บริเวณตอนกลางไม่ถูกใช้งาน ทำให้เกิดความสิ้นเปลือง การลดความต้านทานการแพร่ภายในรูพรุนทำได้โดยการทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดอนุภาคเล็ก ส่วนขั้นตอนการดูดซับของสารตั้งต้นบนตำแหน่งที่ว่องไวของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นขั้นตอนที่สำคัญที่สุดของการเกิดปฏิกิริยาบนตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ เพราะการเกิดปฏิกิริยาจำเป็นต้องมีการดูดซับของสารตั้งต้นอย่างน้อยหนึ่งชนิดบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ในกรณีที่สารตั้งต้นมีมากกว่าหนึ่งชนิด เกิดการแข่งขันการดูดซับบนพื้นผิว ถ้าหากสารตั้งต้นตัวหนึ่งสามารถเกาะลงบนพื้นผิวได้ดีกว่าสารตั้งต้นอีกตัวหนึ่งมาก ปฏิกิริยาเกิดได้น้อยเพราะความเข้มข้นของสารตั้งต้นบนพื้นผิวของสารที่เกาะได้น้อยและมีค่าต่ำ ที่ภาวะที่เหมาะสมปริมาณของสารตั้งต้นแต่ละตัวที่อยู่บนพื้นผิวควรมีปริมาณที่พอเหมาะ

### 2.4.3 วิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยทั่วไปมีหลายวิธีดังนี้ [26, 27]

#### 2.4.3.1 วิธีตกตะกอนร่วม (Co-precipitation)

ในวิธีนี้สารละลายของเกลือโลหะในน้ำจะสัมผัสกับสารละลายของแอลคาไลน์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์หรือแอมโมเนียมคาร์บอเนต เพื่อให้เกิดการตกตะกอนของเกลือไฮดรอกไซด์หรือเกลือคาร์บอเนตที่ไม่ละลายน้ำซึ่งสามารถเปลี่ยนเกลือไฮดรอกไซด์หรือเกลือคาร์บอเนตที่ได้ให้กลายเป็นออกไซด์ได้โดยการเผาเกลือของโลหะที่นำมาใช้ ในการเตรียมสารละลายเริ่มต้นควรเป็น

เกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยเกลือที่ใช้กันมากคือเกลือไนเตรตซึ่งละลายน้ำได้ดีและมีราคาถูก เกลือที่ใช้รองลงไปคือเกลือของกรดอินทรีย์ เช่น เกลือออกซาเลตและเกลือฟอร์มเมต การควบคุมการปนเปื้อนจากน้ำและอากาศเป็นสิ่งสำคัญ ถ้าเป็นการเตรียมขึ้นโดยอาศัยเกลือไนเตรต เมื่อทำการเผาแล้วจะได้แก๊สไนโตรเจนออกไซด์ออกมา ซึ่งต้องมีระบบกำจัดทิ้งไป ส่วนเกลือของกรดอินทรีย์นั้นเมื่อนำมาเผาจะได้คาร์บอนไดออกไซด์ออกมา จุดเด่นของวิธีนี้คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีการกระจายตัวของพื้นที่ที่มีความว่องไวอย่างสม่ำเสมอในระดับโมเลกุล แต่จะมีพื้นที่ที่มีความว่องไวบางส่วนฝังอยู่ภายในเนื้อของตัวเร่งปฏิกิริยา ไม่สามารถร่วมทำปฏิกิริยาได้ซึ่งเป็นการสูญเสียเปล่า วิธีการนี้จึงไม่เหมาะกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สารหรือโลหะที่มีราคาแพง นอกจากนี้หากตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วยสารว่องไวตั้งแต่ 2 ชนิด ขึ้นไปสิ่งที่พึงระวังในการเตรียมคือ เกลือของโลหะแต่ละชนิดอาจมีอัตราเร็วในการตกตะกอนที่แตกต่างกัน ซึ่งจะมีผลต่อโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา การควบคุมการตกตะกอนทำได้โดยการเลือกใช้เกลือที่เหมาะสมปรับค่าความเป็นกรด-เบสและอุณหภูมิของสารละลาย

#### 2.4.3.2 วิธีโซล-เจล (Sol-gel)

โซล คือ การกระจายอนุภาคของแข็ง (ขนาดประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร) โดยของเหลว โดยการเคลื่อนที่ของอนุภาคเป็นแบบบราวน์เนียนเท่านั้น เจล คือ ลักษณะที่ของเหลวและของแข็งกระจายตัวเข้าหากัน แสดงให้เห็นว่าของเหลวแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างของของแข็ง โดยกระบวนการทั่วไปของการเตรียมโซล-เจล ประกอบด้วย 4 ขั้นตอนได้แก่

- การทำให้อนุภาคของคอลลอยด์กระจายตัวในของเหลว คือ การเกิดโซล
- การตกตะกอนของโซลเพื่อการเคลือบลงบนตัวรองรับโดยการสเปรย์ การแช่หรือการกวาด
- อนุภาคในโซลถูกทำให้เกิดปฏิกิริยาจากการเตรียมพอลิเมอร์ผ่านกระบวนการกำจัดองค์ประกอบบางตัว เพื่อให้เกิดเสถียรภาพและการเกิดของเจลในลักษณะที่เป็นโครงข่าย
- ขั้นตอนสุดท้ายใช้ความร้อนในการบำบัดโดยการไพโรไลส์ ยังคงเหลือส่วนที่เป็นสารประกอบอินทรีย์หรืออนินทรีย์ และเกิดเป็นรูปร่างที่ไม่แน่นอนหรือผลึกที่ผ่านการเคลือบแล้ว

วิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบโซล-เจลมีข้อดี คือ ช่วยให้ส่วนของสารว่องไวและตัวรองรับเกาะกันได้ดีซึ่งมีผลต่อการเร่งปฏิกิริยาและป้องกันการเกิดการหลอมรวมตัวของส่วนโลหะซึ่งเป็นสารว่องไว ได้อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเล็ก นอกจากนี้ยังช่วยในการกระจายตัวของส่วนที่เป็นสารว่องไวในตัวรองรับอีกด้วย

#### 2.4.3.3 วิธีแพร่ซึม (Impregnation)

วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายที่สุดสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ให้ผลที่ดีที่สุดได้ยากที่สุดเช่นกัน วิธีการเตรียมคือนำเอาตัวรองรับซึ่งเป็นวัสดุที่มีรูพรุนมาสัมผัสกับสารละลายที่มีสารว่องไวละลายอยู่ วิธีการแบ่งย่อยลงไปอีก 2 วิธี ชนิดเปียก (Wet impregnation) และ ชนิดแห้ง (Incipient

wetness) ในวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแบบชนิดเปียกนั้น ตัวรองรับจะถูกจุ่มลงในสารละลายที่เหมาะสมที่มีสารละลายว่องไวละลายอยู่ ซึ่งโดยทั่วไปมักเป็นสารละลายของน้ำ จากนั้นจะค่อยๆทำการระเหยตัวทำละลายออกจนหมด เพื่อให้สารว่องไวตกค้างอยู่บนตัวรองรับ ในระหว่างการระเหยนี้อาจมีการควบคุมอุณหภูมิหรือปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายไปพร้อมๆ กัน จากนั้นเมื่อนำไปผ่านการเผา ก็จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาดังที่ต้องการ ข้อดีของวิธีนี้ คือตัวรองรับแต่ละตัวจะได้สารว่องไวอย่างสม่ำเสมอ แต่อาจมีปัญหาเกี่ยวกับการตกตะกอนที่ไม่พร้อมกันของเกลือโลหะตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป อัตราส่วนของเกลือที่ตกตะกอนบนตัวรองรับมักจะแตกต่างกันไปจากสัดส่วนความเข้มข้นในสารละลาย นอกจากนี้อาจเกิดการละลายของตัวรองรับขึ้นได้ การควบคุมที่ดีกว่าทำได้โดยการใช้วิธีแพร์ซึมแบบแห้ง ซึ่งในที่นี้จะมีการพ่นสารละลายที่มีความเข้มข้นของสารว่องไวในปริมาณที่เหมาะสมลงไปที่ตัวรองรับ ปริมาณของสารละลายที่ใช้จะเท่ากับปริมาตรของรูพรุนหรือน้อยกว่าเล็กน้อย สิ่งที่เราควรระวังในที่นี้คือ ความสม่ำเสมอที่จะได้ต้องแน่ใจว่าการผสมกันเป็นไปด้วยดีเพื่อให้ทุกอนุภาคได้สัมผัสกับสารละลาย จากนั้นก็จะปล่อยให้แห้งเพื่อให้สารละลายที่พ่นเข้าไปมีเวลาเพียงพอที่จะซึมเข้าไปในตัวรองรับ ถ้าหากการพ่นเพียงครั้งเดียวไม่เพียงพอ ก็สามารถทำการพ่นซ้ำได้หลายครั้ง ตัวรองรับที่เป็นสารประกอบออกไซด์บางชนิด เช่น อะลูมินา ซิลิกา และถ่านกัมมันต์หลายชนิดที่มีชั้นของออกซิเจนดูดซับบนพื้นผิวสามารถเปียกน้ำได้ ทำให้เกิดแรงแคปิลารีที่จะดึงน้ำเข้าสู่รูพรุน แม้ว่ารูพรุนนั้นจะเป็นรูปลายตัน แต่ปริมาณสารละลายที่เข้าไปได้ก็สามารถที่จะเข้าไปได้เกือบเต็มรูพรุน การละลายของแก๊สในสารละลายก็มีส่วนในการซึมเข้าไปของสารละลายด้วย ในกรณีของตัวรองรับที่ไม่เปียกน้ำหรือไม่มีออกซิเจนดูดซับบนพื้นผิวเช่น คาร์บอนที่มีความเป็นแกรไฟต์สูงอาจต้องใช้ตัวทำละลายอินทรีย์แทนการใช้น้ำหรือใช้สุญญากาศช่วย

#### 2.4.4 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาแบบต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยาจำแนกได้หลายชนิดดังนี้ [28]

##### 2.4.4.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเดี่ยว

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายเนื่องจากทำได้ง่าย ต้นทุนในการสังเคราะห์ถูก โดยนิยมใช้สังเคราะห์แพลทินัมลงบนตัวรองรับคาร์บอน แต่มีข้อเสียในด้านความทนต่อคาร์บอนมอนอกไซด์ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพได้เร็ว อีกทั้งขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มักมีขนาดใหญ่ทำให้พื้นที่ที่เกิดปฏิกิริยามีค่าน้อย

##### 2.4.4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม

โลหะผสมหรืออัลลอยด์ (Alloy) เป็นของผสมของโลหะตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป หรืออาจเป็นโลหะผสมกับอโลหะ นิยมใช้แพลทินัมผสมกับโลหะชนิดอื่นเพื่อลดต้นทุนในการผลิต เพิ่มอายุการ

ใช้งาน ทนต่อคาร์บอนมอนอกไซด์ เช่น รูทีเนียม แพลเลเดียม แต่มีข้อเสียคือประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะน้อยลง

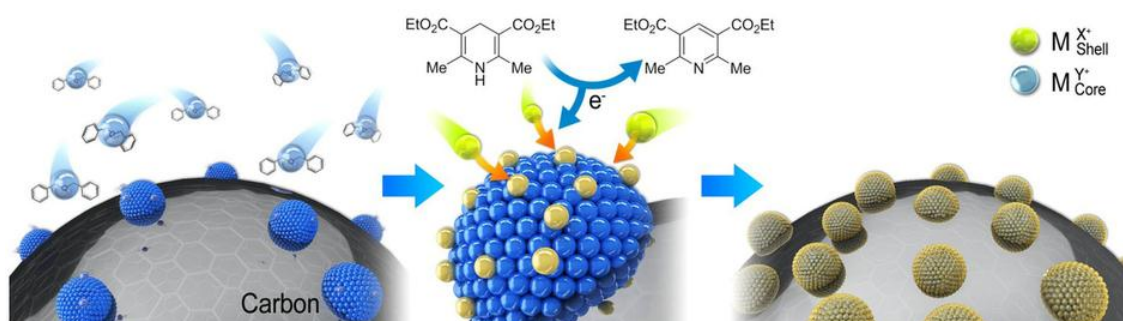
#### 2.4.4.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือก

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้าง 2 ส่วนคือ แกนและเปลือก โดยโลหะทั้ง 2 ส่วนนี้จะแยกกันซึ่งต่างกับโลหะผสม พื้นที่ของโลหะเปลือกซึ่งนิยมใช้แพลทินัมจะเกิดปฏิกิริยาส่วนโลหะแกนทำหน้าที่รองรับโลหะเปลือก มีข้อดีคือลดการใช้แพลทินัม และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีขนาดเล็ก

โดยในงานวิจัยนี้เลือกวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก โดยมีรายละเอียดอธิบายในหัวข้อต่อไป

### 2.5 ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก (Core-Shell)

ตัวเร่งปฏิกิริยาโครงสร้างแกนเปลือกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะใหม่ที่น่ามาใช้กับเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์ โดยโครงสร้างนี้ได้รับความสนใจเป็นอย่างยิ่งเนื่องจากโลหะมีตระกูลที่ทำหน้าที่เป็นเปลือกบนตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีอนุภาคขนาดเล็ก ส่งผลให้พื้นที่ผิวการเกิดปฏิกิริยามีค่าสูงซึ่งเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยากับแก๊สที่ป้อนเข้ามาในเซลล์เชื้อเพลิง ส่วนโลหะที่ทำหน้าที่เป็นแกน นิยมใช้โลหะไม่มีตระกูล ข้อดีคือราคาถูก นับได้ว่าเป็นการลดต้นทุนในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ได้เป็นอย่างดี โดยในรอบศตวรรษที่ผ่านมา มีงานวิจัยมากมายที่ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก โดยโลหะที่นิยมนำมาทำหน้าที่เป็นแกน ได้แก่ นิกเกิล ทองแดง โคบอลต์ เงิน ทอง เป็นต้น และโลหะมีตระกูลที่นิยมนำมาทำหน้าที่เป็นเปลือก ได้แก่ แพลทินัม หรือ แพลทินัมอัลลอยด์ ขึ้นอยู่กับการนำไปใช้ในเซลล์เชื้อเพลิง ภาพที่ 2.7 แสดงภาพการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก โดยจะเริ่มจากการสังเคราะห์โลหะส่วนแกนบนตัวรองรับคาร์บอนก่อน จึงสังเคราะห์โลหะส่วนเปลือกลงบนโลหะส่วนแกน [5, 29, 30]



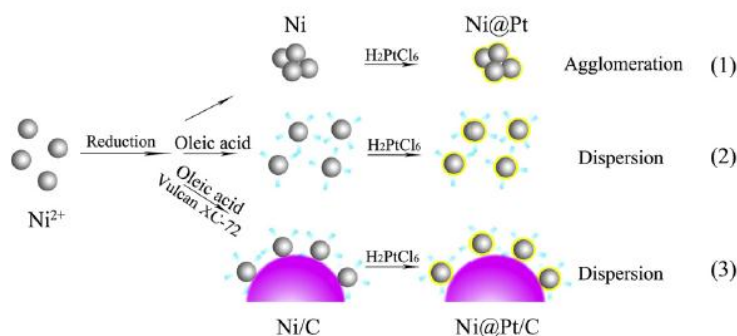
ภาพที่ 2.7 ภาพการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือก [29]

งานวิจัยพบว่าขนาดโลหะส่วนแกนส่งผลต่อขนาดโลหะส่วนเปลือก เนื่องจากพื้นที่บริเวณแกนนั้นทำหน้าที่รองรับโลหะส่วนเปลือกดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโลหะส่วนแกนขนาดอนุภาคเล็กจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคโลหะส่วนเปลือกมีแนวโน้มเล็กลงด้วย [31] การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือกในปัจจุบันมีหลายวิธี เช่น วิธีพอลิออล (Polyol method) หรือรีดักชันสองขั้นตอน (Two step reduction) คลื่นเสียงทางเคมีหนึ่งขั้นตอน (One-step sonochemical) โดยในงานวิจัยนี้ใช้วิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแกนเปลือกด้วยวิธีพอลิออลหรือรีดักชันสองขั้นตอน แสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

### 2.5.1 วิธีพอลิออล (Polyol method) หรือรีดักชันสองขั้นตอน (Two step reduction)

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือกโดยใช้วิธีพอลิออลได้รับความสนใจและมีงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์อย่างมากมาเนื่องจากเป็นวิธีที่มีต้นทุนต่ำและผลที่ได้มีความน่าเชื่อถือ โดยเริ่มต้นสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนแกนก่อน จากนั้นจึงสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนเปลือกโดยใช้ตัวทำละลายเป็นสารละลายพอลิเมอร์ที่มีความหนืดสูง เนื่องจากความหนืดของสารละลายส่งผลต่อขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยา โดยสารละลายที่มีความหนืดสูงสามารถยับยั้งการรวมตัว (Agglomeration) ของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดเล็ก [4] จากนั้นนิยมใช้เอทานอลล้างเพื่อแยกสารละลายพอลิเมอร์และตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากกัน ก่อนจะนำไปอบในระบบสุญญากาศเพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์ของโลหะ พบว่าการสังเคราะห์โดยวิธีนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้สามารถเกิดได้ 3 ลักษณะ ดังแสดงในภาพที่ 2.8 แผนภาพทางกายภาพของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอน [6, 32]

1. นิกเกิลเกิดการรวมตัวกันและไม่เกาะบนตัวรองรับคาร์บอน ทำให้ส่วนแกนมีขนาดใหญ่ ส่งผลให้แพลทินัมที่เกาะมีแนวโน้มเกิดการรวมตัวกัน
2. นิกเกิลไม่เกาะบนตัวรองรับและมีการกระจายตัว แพลทินัมเกาะตัวบนนิกเกิล ลักษณะนี้เมื่อเทียบกับลักษณะที่ 1 พบว่ามีแนวโน้มการรวมตัวของแพลทินัมมีน้อยกว่า
3. นิกเกิลเกาะบนตัวรองรับมีการกระจายตัวที่ดีและไม่มีการรวมตัวของนิกเกิล แพลทินัมที่เกาะตัวบนนิกเกิลไม่เกิดการรวมตัวกัน



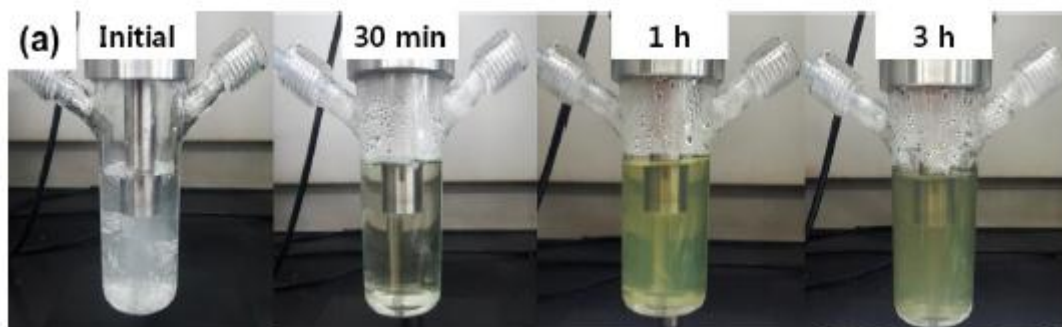
ภาพที่ 2.8 แผนภาพทางกายภาพของการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอน [33]

ลักษณะที่ 3 เป็นโครงสร้างตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงสุด ซึ่งนอกจากการใช้วิธีพอลิโอด การสังเคราะห์ต้องใช้สารรีดิวซ์และสารเสริมเสถียรภาพเพื่อช่วยให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีแนวโน้มเกิดลักษณะที่ 3 ซึ่งจะอธิบายในหัวข้อต่อไป

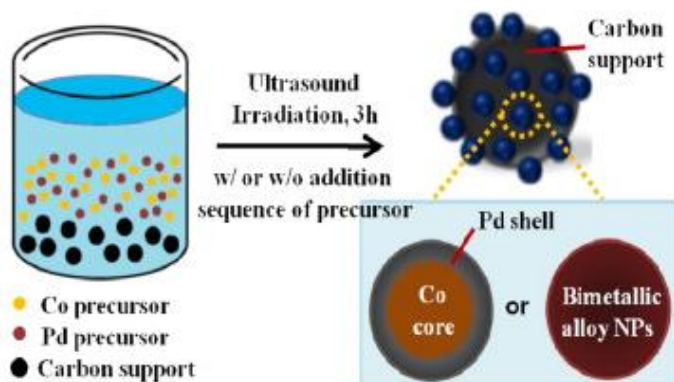
### 2.5.2 วิธีพอลิโอดโดยใช้คลื่นเสียง (Ultrasound-assisted polyol synthesis, UPS)

การสังเคราะห์โดยวิธีคลื่นเสียงทางเคมีหนึ่งขั้นตอน มีตัวทำละลายเป็นสารละลายพอลิเมอร์ โดยใช้คลื่นเสียงที่มีความถี่สูง (High-intensity ultrasonic) ในการสังเคราะห์ เมื่อทำงานเครื่องหยั่งผล (Probe) ปล่อยคลื่นเสียงที่มีความถี่เข้าไปในสารละลายที่มีสารตั้งต้นขณะการเกิดปฏิกิริยา จากนั้นจะเกิดฟองอากาศและสุญญากาศที่เคลื่อนที่อย่างรวดเร็ว ส่งผลให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวในโมเลกุลของสารต่างชนิด (Cohesion) และแรงยึดเหนี่ยวในโมเลกุลของสารชนิดเดียวกัน (Adhesion) ในสารละลาย ซึ่งแรงดังกล่าวช่วยในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะต่างๆ นอกจากนั้นความเร็วในการเกิดฟองเป็นตัวแปรให้เกิดความดันค่าต่างๆ ในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งโลหะแต่ละชนิดจะมีแรงยึดเหนี่ยวและความดันในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันไป มีงานวิจัยศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกวิธีพอลิโอดโดยใช้คลื่นเสียง โดยเปลี่ยนแปลงสารตั้งต้นโลหะนิกเกิลเพื่อศึกษาลักษณะทางกายภาพที่เกิดขึ้นกับตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้นิกเกิลเฮกซะฟลูออโรอะซีเตตเป็นสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีลักษณะทรงกลมและตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้นิกเกิลอะซีเตตเป็นสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีลักษณะสี่เหลี่ยมเนื่องจากลักษณะนิวเคลียสของสารตั้งต้นมีลักษณะแตกต่างกัน ภาพที่ 2.9 แสดงการสังเคราะห์นิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกใช้วิธีพอลิโอดโดยใช้คลื่นเสียงพบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 3 ชั่วโมงสารละลายที่ได้มีสีเขียวเนื่องจากโลหะนิกเกิลถูกสังเคราะห์ขึ้น และภาพที่ 2.9 แสดงแผนภาพการสังเคราะห์โคบอลต์แกนแพลเลเดียมเปลือกใช้วิธี

พอลิออลโดยใช้คลื่นเสียง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ 2 ลักษณะคือ โคบอลต์แกนแพลเลเดียมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนและโลหะผสมโคบอลต์แพลเลเดียมบนตัวรองรับคาร์บอน [32, 34-36]



ภาพที่ 2.9 การสังเคราะห์นิกเกิลแกนแพลทินัมเปลี่ยนวิธีพอลิออลโดยใช้คลื่นเสียง [34]



ภาพที่ 2.10 การสังเคราะห์โคบอลต์แกนแพลเลเดียมเปลี่ยนวิธีพอลิออลโดยใช้คลื่นเสียง [32]

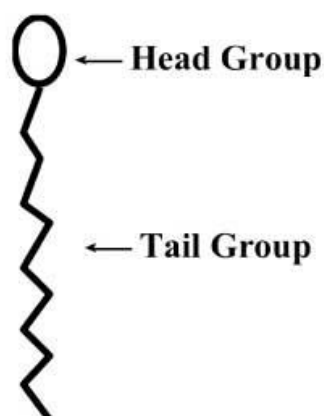
เมื่อเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธีดังที่ได้กล่าวมาในข้างต้น พบว่ามีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันโดยวิธีพอลิออลจะทำได้ง่าย ราคาถูก แต่ควบคุมขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาได้ยาก และต้องใช้ความชำนาญในการสังเคราะห์ ส่วนวิธีพอลิออลโดยใช้คลื่นเสียงมีข้อดีคือทำได้ง่ายเนื่องจากเป็นเครื่องมือที่มีระบบติดตั้งพร้อมปฏิบัติการ สามารถเลือกขนาดอนุภาคได้โดยควบคุมคลื่นเสียงที่ส่งไปในสารละลายแต่ข้อเสียคือมีราคาสูงมาก



งานวิจัยนี้เลือกนิกเกิลทำหน้าที่แทนเพราะนิกเกิลตามธรรมชาติมีผลึกขนาดเล็ก ราคาถูกและ ส่วนแทนทำหน้าที่ส่งผ่านอิเล็กตรอน ไม่ได้เกิดปฏิกิริยาเช่นเดียวกับโลหะส่วนที่ทำหน้าที่เป็นเปลือก จึงไม่จำเป็นต้องเลือกโลหะที่มีประสิทธิภาพสูง เลือกแพลทินัมทำหน้าที่เปลือกเพราะเป็นโลหะที่ ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาที่สุด โดยมีวัตถุประสงค์สังเคราะห์ให้โลหะนิกเกิลแทนมีขนาดเล็ก เนื่องจาก โลหะส่วนแทนที่มีขนาดเล็ก ส่งผลให้โลหะส่วนเปลือกนั้นมีขนาดเล็กด้วย พบว่ามีงานวิจัยที่สารเสริม เสถียรภาพเป็นอีกปัจจัยที่สามารถควบคุมขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ [31] งานวิจัยนี้จึงเลือก ศึกษาด้านผลของสารเสริมเสถียรภาพต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนแพลทินัมเปลือกโดยใช้วิธีดักชั้นสอง ชั้นตอน โดยมีรายละเอียดของสารเสริมเสถียรภาพดังต่อไปนี้

## 2.6 สารเสริมเสถียรภาพ (Stabilizer)

สารเสริมเสถียรภาพเป็นสารจำพวกพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลสูง เกิดจากโมเลกุลพื้นฐานที่ เรียกว่า มอนอเมอร์ จำนวนมากเชื่อมต่อกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ ทำหน้าที่คล้ายสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) มีลักษณะโมเลกุลประกอบด้วย 2 ส่วนคือส่วนหัวและส่วนหาง [37] ดังภาพที่ 2.11



ภาพที่ 2.11 ลักษณะโมเลกุลของสารเสริมเสถียรภาพ

สารเสริมเสถียรภาพสามารถแบ่งได้ 3 ชนิดตามลักษณะส่วนหัว ได้แก่

### 2.6.1 สารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ (Anionic stabilizer)

สารนี้เมื่อละลายแล้วจะแตกตัวและส่วนหัวจะมีประจุเป็นลบ สารจำพวกนี้นิยมใช้ในการทำอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดต่างๆ เช่น น้ำยาล้างจาน ผงซักฟอก ตลอดจนผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง เช่น แชมพู ครีมนวดผมและอื่นๆ ทั้งนี้เพราะมีคุณสมบัติในการทำทำความสะอาดดีมีฟองมากและละลายน้ำได้ดี ตัวอย่างสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ ได้แก่ โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต โซเดียมโพร็อกทิลเบนซินซัลโฟเนต เป็นต้น

### 2.6.2 สารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวก (Cationic stabilizer)

สารในกลุ่มนี้เมื่อละลายน้ำแล้วส่วนหัวจะมีประจุบวก นิยมใช้กันมากในอุตสาหกรรมสิ่งทอ โดยใช้เคลือบผ้าเพื่อให้ความลื่นและป้องกันไฟฟ้าสถิต สารจำพวกนี้มีความสามารถต่ำในการทำ ความสะอาดและไม่ดีมีฟองแต่สามารถเกาะเส้นผมและพื้นผิวได้ดีให้ความลื่นจึงนิยมนำมาใช้ในครีมนวดผมหรือน้ำยาปรับผ้านุ่ม สารตัวอย่างในกลุ่มนี้ที่ใช้ในครีมนวดผม ได้แก่ เฮกซะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์ โดเดคซิลแอมโมเนียมคลอไรด์

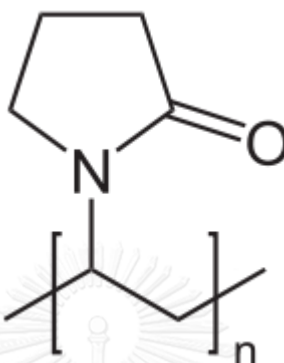
### 2.6.3 สารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุ (Nonionic stabilizer)

สารชนิดนี้เมื่อละลายน้ำแล้วจะไม่แตกตัวจึงไม่มีประจุ สมบัติของสารกลุ่มนี้จะแตกต่างกันไปตั้งแต่ละลายน้ำได้จนไม่ละลายน้ำ ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ใช้สารนี้ได้แก่ ผงซักฟอก สารขจัดคราบฝังแน่น ตัวอย่างสารในกลุ่มนี้ได้แก่ พอลิไวนิลพิโรลิโดน พอลิเอทิลีนออกไซด์

พบว่าสารเสริมเสถียรภาพส่งผลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาหลายอย่าง เช่น ขนาดอนุภาค การกระจายตัว โดยโครงสร้างของสารเสริมเสถียรภาพจะยับยั้งการรวมตัวของอนุภาค อีกทั้งทำให้อนุภาคกระจายตัวบนตัวรองรับได้ดี [5] ซึ่งมีงานวิจัยศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพต่อตัวเร่งปฏิกิริยามากมาย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาผลสารเสริมเสถียรภาพ 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิโรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์ และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต เนื่องจากสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุ ประจุบวก ประจุลบตามลำดับ และมีงานวิจัยที่ศึกษาสารทั้งสามชนิดพบว่าส่งผลดีต่อตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

## 2.7 พอลิไวนิลพิริโรลิโดน (Polyvinyl pyrrolidone)

พอลิไวนิลพิริโรลิโดนจัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุเมื่อละลายในตัวทำละลายแล้วจะไม่แตกตัวจึงไม่มีประจุ มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.12 และมีสมบัติตามตารางที่ 2.1

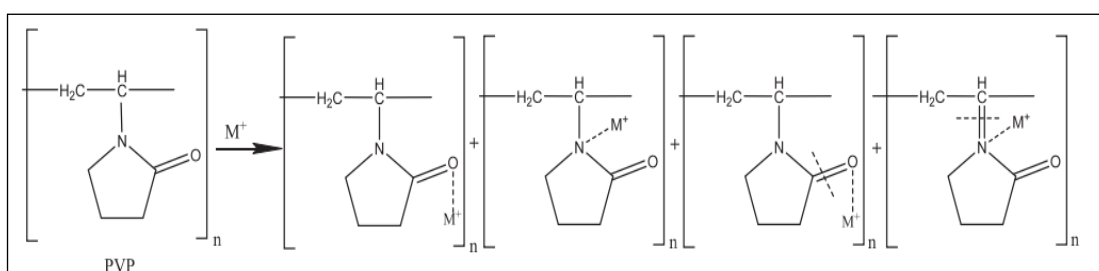


ภาพที่ 2.12 โครงสร้างของพอลิไวนิลพิริโรลิโดน [38]

### ตารางที่ 2.1 สมบัติของพอลิไวนิลพิริโรลิโดน [38-40]

สูตรโมเลกุล	$(C_6H_9NO)_n$
น้ำหนักโมเลกุล (molecular weight)	2,500
ชื่ออื่น	PVP, Povidone, Copovidone, PVPP, Crospovidone, Polyvidone, PNVP, Poly[1-(2-oxo-1-pyrrolidinyl)ethylen], 1-Ethenyl-2-pyrrolidon homopolymer, 1-Vinyl-2-pyrrolidinon-Polymere
ความหนาแน่น (Density)	1.2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
ความเป็น กรด - เบส	3.0 - 7.0
ลักษณะ	ผงสีขาว

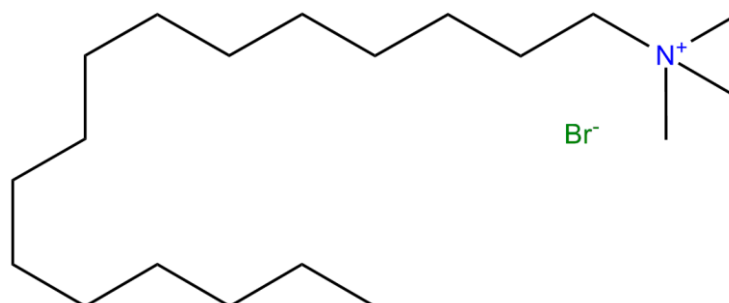
การทำงานของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนนั้น จากสมบัติของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนที่ไม่มีประจุ เมื่อนิกเกิลถูกรีดิวซ์ได้เป็นนิกเกิลไอออนประจุบวก พอลิไวนิลพิร์โรลิโดนจะเข้าไปเกาะกับนิกเกิลไอออนได้ โครงสร้างของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนที่มีความ เกาะทำหน้าที่ยับยั้งการรวมตัวของนิกเกิลขณะรีดิวซ์บนตัวรองรับคาร์บอนส่งผลให้ขนาดอนุภาค เล็ก และการมีกระจายตัวดีขึ้น [5, 40] โดยการเกาะตัวของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนบนโลหะประจุบวก แสดงได้ดังภาพที่ 2.13



ภาพที่ 2.13 การเกาะตัวของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนบนโลหะประจุบวก [40]

## 2.8 เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammonium bromide, CTAB)

เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวกเมื่อ ละลายในตัวทำละลายแล้วจะแตกตัวได้ประจุบวก มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.14 และมีสมบัติตามตาราง ที่ 2.2

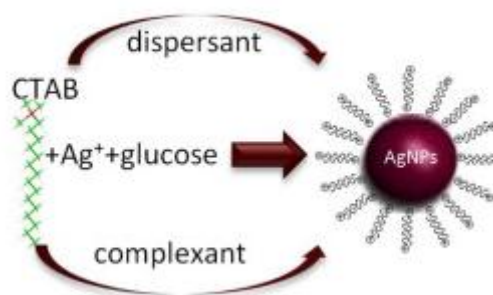


ภาพที่ 2.14 โครงสร้างของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ [41]

ตารางที่ 2.2 สมบัติของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ [41, 42]

สูตรโมเลกุล	C <sub>19</sub> H <sub>42</sub> BrN
น้ำหนักโมเลกุล (molecular weight)	364.5
ชื่ออื่น	CTAB, Cetrimonium bromide, N,N,N-trimethyl-1-hexadecanaminium bromide, Cetyltrimethyl ammonium bromide
ความหนาแน่น (Density)	1.3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
ความเป็น กรด - เบส	6.0-7.5
ลักษณะ	ผงสีขาว

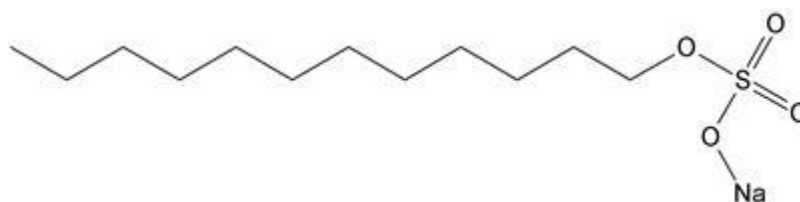
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ทำงานโดยใช้ส่วนหัวที่มีประจุบวกเกาะตัวนิกเกิลไอออนเพื่อจุดประสงค์ยับยั้งการรวมตัวระหว่างนิกเกิล โดยมีงานวิจัยของ Li และคณะ [42] ศึกษาผลเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซิลเวอร์ ได้อธิบายการทำงานของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ โดยแสดงในภาพที่ 2.15



ภาพที่ 2.15 การทำงานของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาซิลเวอร์ [42]

## 2.9 โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate, SDS)

โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต หรือ SDS จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.16 นิยมใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมซักฟอก มีสมบัติตามตารางที่ 2.3 และมีลักษณะการเกาะตัวบนโลหะดังภาพที่ 2.17

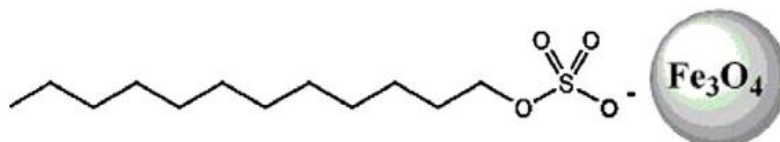


ภาพที่ 2.16 โครงสร้างของโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต

### ตารางที่ 2.3 สมบัติของโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต [7, 43-45]

สูตรโมเลกุล	$\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$
น้ำหนักโมเลกุล (molecular weight)	288.372 กรัมต่อโมล
ชื่ออื่น	Sodium mono-dodecyl sulfate, Sodium lauryl sulfate, Sodium mono-lauryl sulfate, Sodium coco-sulfate, Dodecyl alcohol, Hydrogen sulfate, Sodium salt, n-Dodecyl sulfate sodium, Sulfuric acid mono-dodecyl ester sodium salt
ความหนาแน่น (Density)	1.01 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
ความเป็น กรด - เบส	9-10
ลักษณะ	ผงสีขาว

โซเดียมโตนัลซิลิเกตทำงานโดยใช้ส่วนหัวที่มีประจุไอออนลบเกาะตัวนิกเกิลไอออนบวกเพื่อจุดประสงค์ยับยั้งการรวมตัวระหว่างนิกเกิล โดยมีงานวิจัยของ Zargar และคณะ [43] ศึกษาโซเดียมโตนัลซิลิเกตในการสังเคราะห์เหล็กออกไซด์ ได้อธิบายการทำงานของโซเดียมโตนัลซิลิเกตโดยแสดงในภาพที่ 2.15



ภาพที่ 2.17 การเกาะตัวของโซเดียมโตนัลซิลิเกตบนเหล็กออกไซด์ [43]

การเกาะตัวของนิกเกิลของสารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิดนั้นนอกจากใช้คุณสมบัติความมีขั้วของพอลิเมอร์ สารเสริมเสถียรภาพทุกตัวสามารถเกาะตัวของนิกเกิลโดยทฤษฎีกระบวนการดูดซับ โดยมีรายละเอียดในหัวข้อต่อไป

## 2.10 กระบวนการดูดซับ

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสาร หรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิวหรือระหว่างผิวหน้า (Interface) กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สภาวะใด ๆ เช่น ของเหลวกับของเหลว แก๊สกับของเหลว แก๊สกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็ง โดยโมเลกุลที่ถูกดูดซับเรียกว่า สารถูกดูดซับ (Adsorbate) ส่วนสารที่ทำหน้าที่ดูดซับเรียกว่า สารดูดซับ (Adsorbent)

### 2.10.1 ประเภทการดูดซับ

การดูดซับแบ่งออกได้ 2 ประเภท ตามลักษณะแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุล ได้แก่ การดูดซับทางกายภาพ และการดูดซับทางเคมี [46, 47]

#### 2.10.1.1. การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption)

การดูดซับประเภทนี้มีแรงที่ทำให้เกิดการเกาะหรือยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับโมเลกุลที่ผิวหน้าของตัวดูดซับ เช่น แรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der waal force) และแรงไดโพล-ไดโพล (Dipole-dipole force) เป็นต้น ลักษณะการยึดเหนี่ยวจากแรงทางกายภาพเกิดผล 3 อย่างดังนี้

- เกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีประจุตรงข้าม ลักษณะการดูดซับแบบนี้จะเกิดขึ้นเมื่อโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับต่างเป็นโมเลกุลที่มีขั้วทั้งคู่ เช่น การดูดซับของสารยับยั้งแอนติคบบนผิวโลหะ
- เกิดจากการที่โมเลกุลไม่มีขั้วจะสามารถเปลี่ยนเป็นไดโพลโมเลกุลได้โดยหากอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปด้านหนึ่งของโครงสร้างมากและเมื่อมีโมเลกุลไม่มีขั้วที่มีลักษณะเดียวกันจะเกิดแรงดึงดูดกัน ซึ่งแรงที่เกิดขึ้นเป็นแรงอ่อนๆ ลักษณะการดูดซับแบบนี้จะเกิดเมื่อโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวถูกดูดซับเป็นโมเลกุลไม่มีขั้วทั้งคู่
- เกิดจากโมเลกุลไม่มีขั้วเข้าไปใกล้โมเลกุลที่มีขั้วแล้วเกิดการเหนี่ยวนำให้เกิดประจุตรงข้ามกันแล้วเกิดการดึงดูดกัน ซึ่งลักษณะการดูดซับแบบนี้จะเกิดขึ้นเมื่อมีโมเลกุลของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับที่เป็นโมเลกุลไม่มีขั้ว

### 2.10.1.2 การดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption)

เกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวถูกดูดซับกับพื้นผิวของตัวดูดซับ เป็นกระบวนการแบบไม่ผันกลับ ซึ่งเมื่อประสิทธิภาพของตัวดูดซับหมดสภาพไปแล้วไม่สามารถทำการฟื้นฟูสภาพใหม่ (Regeneration) ของตัวดูดซับเหมือนกับกระบวนการดูดซับแบบแรก ซึ่งการเกาะของตัวถูกดูดซับที่ผิวตัวดูดซับจะเหมือนแรงใช้ยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมภายในโมเลกุล เช่น เกิดเป็นพันธะโควาเลนต์ เกิดพันธะโคออร์ดิเนตโควาเลนต์ เป็นต้น โดยการดูดซับทางเคมีบางครั้งจำเป็นต้องอาศัยพลังงานเข้าร่วมด้วย

สำหรับการดูดซับของสารประเภทสารอินทรีย์นี้สามารถสร้างพันธะกับโลหะ โดยการถ่ายโอนอิเล็กตรอนใช้สำหรับเกิดการยึดติดด้วยพันธะโคออร์ดิเนต โดยกระบวนการนี้โลหะจะอาศัยออร์บิทัลที่พลังงานต่ำในการร่วมสร้างพันธะ ซึ่งโดยธรรมชาติโมเลกุลสารอินทรีย์จะประกอบด้วยอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวหรือไพอิเล็กตรอน การดูดซับของสารประเภทนี้จะใช้อิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวในการสร้างพันธะโคออร์ดิเนตกับออร์บิทัลของโลหะที่มีพลังงานต่ำ



## 2.11 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

โดยมีตัวอย่างงานวิจัยที่ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือกดังต่อไปนี้

Zhu และคณะ [3] ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาให้มีลักษณะแกนเปลือก โดยมี 2 วิธีรวมกัน คือ รีดักชันสองขั้นตอน (Two step reduction) และขั้นตอนการลดโลหะเจือทางเคมี (Chemical dealloying step) โดยใช้ผงคาร์บอนวัลแคน XC 72 เป็นตัวรองรับ ซึ่งวิธีรีดักชันสองขั้นตอน เป็นการนำโลหะส่วนเปลือกซึ่งนิยมใช้เป็นแพลทินัมเกาะบนโลหะส่วนแกน จากนั้นใช้ผงคาร์บอนเป็นตัวรองรับ ข้อดีของวิธีนี้คือ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโลหะที่ทำหน้าที่เป็นส่วนเปลือกและแกนจะสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวของโลหะกับผงคาร์บอน ทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะเปลือกแกนบนตัวรองรับที่ต้องการ ข้อเสียคือการกระจายตัวของแพลทินัมที่ทำหน้าที่เป็นส่วนเปลือกอาจไม่สม่ำเสมอ อีกวิธีคือขั้นตอนการลดโลหะเจือทางเคมี คือวิธีการลดโลหะเจือที่ไม่เสถียรลงในแพลทินัมที่ทำหน้าที่เป็นเปลือก ข้อดีคือไม่มีโลหะที่ไม่เสถียรปกคลุมอยู่บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ข้อเสียคือขนาดของอนุภาคแพลทินัมที่ได้จะมีขนาดใหญ่ จากนั้นทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องมือ Transmission electron microscopy (TEM) พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีลักษณะแกนเปลือก

Bhtapibul และคณะ [5] ศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพ ต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก ( $\text{Ni}_{\text{core}}\text{-Pt}_{\text{shell}}$ ) สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์ฟิวเอม โดยสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกด้วยเทคนิคกระบวนการเกิดแบบอนุมูลอิสระ (Polyol) โดยมี 1,2 โพลีนไดออลเป็นตัวทำละลายและโซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นตัวรีดิวซ์ ในการทดลองนี้ได้เลือกสารเสริมเสถียรภาพมา 2 ชนิด คือพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone) และกรดโอเลอิก (Oleic acid) เพื่อเปรียบเทียบผลการทดลองของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ พบว่าขนาดของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กรดโอเลอิกกับพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนเป็นสารเสริมเสถียรภาพจะมีขนาดอนุภาค 5.11 นาโนเมตร และ 4.07 นาโนเมตร ตามลำดับ โดยพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนจะขัดขวางการรวมตัวของอนุภาคที่อยู่ใกล้เคียงกัน จากนั้นทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด พบว่าพีการคายซับไฮโดรเจนมีค่าอยู่ในช่วง 0.20 – 0.25 โวลต์ กราฟของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนเป็นสารเสริมเสถียรภาพจะได้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาการคายซับไฮโดรเจนทั้ง 10 รอบในค่าเดียวกัน ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กรดโอเลอิกเป็นสารเสริมเสถียรภาพ พบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาการคายซับไฮโดรเจนในรอบที่ 6 มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากผลของออกไซด์ในโลหะ

Kim และคณะ [6] Kim ศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพในการสังเคราะห์แพลทินัมโคบอลต์บนตัวรองรับคาร์บอน โดยใช้สารเสริมเสถียรภาพ 5 ชนิด ได้แก่ โซเดียมแอสเตต (Sodium acetate, SA) โอเลลามีน (Oleylamine, OAM) เตตระออกซิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Tetraoctylammonium bromide, TOAB) และ เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammonium bromine, CTAB) โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวของสารเสริมเสถียรภาพแต่ละชนิดได้จากการทดสอบการสลายตัวโดยใช้ Temperature programmed reduction พบว่าโซเดียมแอสเตต มีอุณหภูมิการสลายตัวที่ 400 องศาเซลเซียส โอเลลามีนมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ 350 องศาเซลเซียส เตตระออกซิลแอมโมเนียมโบรไมด์และเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์มีอุณหภูมิการสลายตัวที่ 250 องศาเซลเซียส จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบด้วยชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง (Test station) เพื่อวัดกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.9 โวลต์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ให้ค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุด คือ 4.2 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ทดสอบด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) เพื่อคำนวณหาขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ได้ขนาดอนุภาคเล็กที่สุด คือ 2.8 นาโนเมตร

Zhang และคณะ [7] ศึกษาผลของพอลิเอธิลีน ไกคอลมวลโมเลกุล 200, 600, 2000, 6000 และโซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟต ในการสังเคราะห์โลหะนิกเกิลโดยใช้วิธีพอลิออล มี 1,2 โพรเพนไดออลเป็นตัวทำละลาย ทดสอบด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) พบว่าโลหะสังเคราะห์นิกเกิลที่ใช้พอลิเอธิลีนไกคอลมวลโมเลกุล 2000 โซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟต และพอลิเอธิลีนไกคอลมวลโมเลกุล 2000 ผสมโซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟต ไม่พบนิกเกิลออกไซด์ ดังนั้นสารทั้ง 2 ชนิดสามารถยับยั้งการเกิดออกไซด์ของนิกเกิลได้ จากนั้นทดสอบด้วยเครื่อง Transmission electron microscopy (TEM) พบว่าโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ใช้พอลิเอธิลีนไกคอล มวลโมเลกุลที่ต่างชนิดจะให้ลักษณะรูปร่างของโลหะนิกเกิลที่แตกต่างกัน ส่วนโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ใช้โซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟตจะมีรูปร่างแบบ Snowflake-like ร้อยละ 34.8 แบบ Dodecahedron ร้อยละ 33.2 แบบ Triangular nanoprism ร้อยละ 23.3 และแบบ Octahedron ร้อยละ 8.7 เมื่อเปรียบเทียบโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ใช้โซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟตและพอลิเอธิลีนไกคอลทุกมวลโมเลกุล พบว่าโลหะนิกเกิลสังเคราะห์ที่ใช้โซเดียมโอดีเดคซิลซัลเฟตจะมีขนาดโมเลกุลที่เล็ก

Fu และคณะ [48] ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมเปลือยกคลุมบนอนุภาค निकเกิลนาโน โดยกระบวนการพอกพูนด้วยไฟฟ้า ทดสอบในเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมทานอลโดยตรง (Direct methanol fuel cell) ซึ่งการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะเปลือกแทน เป็นการนำโลหะที่เสถียรไปปกคลุมบนโลหะชนิดอื่นๆ โดยเฉพาะโลหะที่มีราคาถูก ดังนั้นการสังเคราะห์วิธีนี้จะช่วยลดต้นทุนได้ ในการทดลองได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมเปลือกบนอนุภาค निकเกิลนาโนในสัดส่วนแพลทินัมต่อ निकเกิล 1/10 ถึง 2/1 จากการทดสอบพบว่าสัดส่วนปริมาณของ निकเกิลมากขึ้นจะทำให้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมเล็กลง

Inaba และคณะ [31] ศึกษาผลของขนาดแกนในตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะต่อประสิทธิภาพและความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงเคมีไฟฟ้า โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทองแกนแพลทินัมเปลือกและตัวเร่งปฏิกิริยาแพลเลเดียมแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองชนิดเตรียมโดยกระบวนการพอกพูนด้วยไฟฟ้าให้ตัวเร่งปฏิกิริยาส่วนแกนมีขนาดที่แตกต่างกัน ได้แก่ตัวเร่งปฏิกิริยาทองแกนแพลทินัมเปลือกเตรียม 2 ชนิด โดยต่างกันที่ขนาดอนุภาค 5 นาโนเมตร และในช่วง 10-30 นาโนเมตร ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลเลเดียมแกนแพลทินัมเปลือกเตรียม 2 ชนิดเช่นกัน ชนิดแรกมีขนาดอนุภาคแพลเลเดียมแกน 3.4 นาโนเมตร และชนิดที่สองมีขนาดอนุภาคแพลเลเดียมแกน 11.5 นาโนเมตร ทดสอบความทนทานด้วยเทคนิคขั้วไฟฟ้าวงแหวน-แผ่นหมุน (Rotating ring disk electrode) ช่วงความต่างศักย์ 1.0 - 0.1 โวลต์ อัตราการกราดศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที และมีค่าศักย์ไฟฟ้าวงแหวนเท่ากับ 0.3 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงไฮโดรเจน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีส่วนแกนเป็นทอง เมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคแกนเล็กลงจาก 10-30 นาโนเมตร เป็น 5 นาโนเมตร จะให้ความทนทานที่สูงขึ้น ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีส่วนแกนเป็นแพลเลเดียม เมื่ออนุภาคแกนมีขนาดใหญ่ขึ้นจะให้ความทนทานที่สูงขึ้น

### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินการวิจัย

##### 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

วัสดุและสารเคมี	บริษัท
1. ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก บนคาร์บอนทางการค้า (Pt/C catalyst, 20%wt Pt on Vulcan XC-72)	E-tek
2. นิกเกิลอะซิเตท (Nickel (II) acetate: $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ )	Carlo Erba
3. กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก (Hexachloroplatinic acid: $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ )	Fluka
4. พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนความเข้มข้นร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก (Polytetrafluoroethylene: $(\text{C}_2\text{F}_4)_n$ )	Aldrich
5. พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinyl pyrrolidone: $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$ )	Fluka
6. เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammonium bromine: $\text{C}_{16}\text{H}_{42}\text{BrN}$ )	Fluka
7. โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate: $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ )	Fluka
8. 1,2 โพรเพนไดโอลความเข้มข้นร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก (1,2 Propanediol: $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$ )	Carlo Erba
9. โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride: $\text{NaBH}_4$ )	Alcan
10. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide: $\text{NaOH}$ )	Ajax
11. 2-โพรพานอลความเข้มข้นร้อยละ 99 โดยปริมาตร (2-Propanol: $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ )	Fluka
12. สารละลายเนฟิออนความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (Nafion 117 solution)	Fluka
13. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก (Hydrogen peroxide: $\text{H}_2\text{O}_2$ )	Carlo Erba
14. กรดซัลฟูริกความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก (Sulfuric acid: $\text{H}_2\text{SO}_4$ )	Lab-scan

วัสดุและสารเคมี (ต่อ)	บริษัท
15. กรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก (Nitric acid: HNO <sub>3</sub> )	Lab-scan
16. เมมเบรน (Nafion 115 membrane)	Dupont
17. เอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก (Ethanol: C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	Merck
18. ผ้าคาร์บอนชนิด Eccc 1060t (Carbon cloth)	E-tek
19. ผงคาร์บอนวัลแคน (Vulcan XC-72 carbon powder)	Carbot
20. แก๊สไฮโดรเจนความเข้มข้นร้อยละ 99.999 โดยปริมาตร (Hydrogen: H <sub>2</sub> )	Praxair
21. แก๊สออกซิเจนความเข้มข้นร้อยละ 99.999 โดยปริมาตร (Oxygen: O <sub>2</sub> )	Praxair
22. แก๊สไนโตรเจนความเข้มข้นร้อยละ 99.99 โดยปริมาตร (Nitrogen: N <sub>2</sub> )	Praxair
23. อุปกรณ์ประกอบเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว (Fuel cell hardware, ขนาด 5 ตารางเซนติเมตร)	Electrochem
24. กระดาษกรอง เบอร์ 42	Schleicher&Schuell
25. น้ำปราศจากไอออน (DI water)	ELGA
26. กระดาษยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์ (Universal indicator)	Maecerey-Nagel

### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. ตู้อบ (Oven)
2. โถดูดความชื้น
3. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
4. อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic water bath)
5. ไมโครปิเปต (Micro pipette)
6. เครื่องแก้วอื่นๆ ในห้องปฏิบัติการ
7. เครื่อง Spray gun รุ่น 175 บริษัท Crescendo
8. เครื่อง Compression Mold รุ่น LP 20 ของบริษัท Labtech

### 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM 6400 LV ของบริษัท JEOL
2. เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PG Stato 30 ของบริษัท AUTOLAB
3. เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) รุ่น D8 Discover ของบริษัท BRUKER
4. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) รุ่น Spectrum One ของบริษัท PERKIN ELMER
5. เครื่อง Four points probe รุ่น Model RM3 ของบริษัท JANDEL
6. เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) รุ่น JEM 1230 ของบริษัท JEOL

### 3.4 ดำเนินการวิจัย

#### 3.4.1 การปรับสภาพผิวตัวรองรับคาร์บอน

เตรียมสารละลายกรดซัลฟูริกและกรดไนตริกอย่างละ 12 โมลต่อลิตร นำมาผสมกัน จากนั้นตวงผงคาร์บอนวัลแคนด้วยกระบอกตวงปริมาณ 70 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายกรดซัลฟูริกและไนตริก 30 มิลลิลิตร ในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดด้วยกระดาษอะลูมิเนียมฟอล์ยพร้อมเจาะรู นำไปเขย่าที่อัตรา 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำสารที่ได้ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนจนค่าความเป็นกลางเท่ากับน้ำกลั่น กรองผงคาร์บอนที่ได้แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง [49]

#### 3.4.2 การเตรียมนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน

การเตรียมนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนอ้างอิงจาก Bhlapibul และคณะ [50]

1. เตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.75 โมลต่อลิตร ใน 1,2 โพรเพนไดออล 20 มิลลิลิตร
2. จัดตั้งขวดสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ลงในอ่างอะลูมิเนียมที่มีน้ำมันพาราฟินให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ใส่แท่งแม่เหล็กลงไป ในขวดสามคอติดตั้งคอนเดนเซอร์แล้วนำเทอร์โมมิเตอร์ต่อเข้ากับขวดสามคอพันรอยต่อด้วยเทปพันเกลียว ดังภาพที่ 3.1
3. ผสมนิกเกิลอะซิเตท 0.0747 กรัม กับ 1,2 โพรเพนไดออล 30 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร (ผสมทีละ 10 มิลลิลิตร เพื่อล้างบีกเกอร์) เเทลงใน

- ขวดสามคอปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก พร้อมกับให้ความร้อนเพิ่มขึ้นที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
4. จากนั้นให้ความร้อนจนถึง 118 องศาเซลเซียส เติมน้ำสารเสริมเสถียรภาพลงไป ในขวดสามคอในปริมาณตามอัตราส่วนที่ต้องการ (สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 โดยน้ำหนัก) กวนผสมเป็นเวลา 15 นาที
  5. หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมไว้ในข้อ 1 ลงไปในขวดสามคอ โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 118 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที
  6. ให้ความร้อนเพิ่มขึ้น เมื่อถึงอุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เติมน้ำแก๊สไนโตรเจนลงไปในขวดสามคอและให้ความร้อนจนถึง 138 องศาเซลเซียส ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่
  7. เตรียมโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 0.2 โมลต่อลิตร ใน 1,2 โพรเพนไดออล 10 มิลลิลิตร
  8. เมื่ออุณหภูมิในขวดสามคอครบ 138 องศาเซลเซียส หยดสารละลายโซเดียมโบโรไฮไดรด์ลงไป ควบคุมอุณหภูมิให้คงที่เป็นเวลา 40 นาที
  9. เติมห่วงรับคาร์บอนวัลแคนที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารละลายกรดตามหัวข้อ 3.4.1 ประมาณ 0.8 กรัม ปิดเตาให้ความร้อนกวนผสมและเติมน้ำแก๊สไนโตรเจนต่ออีก 2 ชั่วโมง
  10. ปิดขวดสามคอด้วยจุกยาง พันรอยต่อด้วยแผ่นพาราฟิน ตั้งไว้ 15 ชั่วโมง
  11. เทสารละลายจากขวดสามคอลลงในบีกเกอร์ ล้างด้วยเอทานอลแล้วเทลงในหลอดพลาสติก ทำการหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงความเร็วสูง จำนวน 3 ครั้ง ดังนี้
    - ครั้งที่ 1 หมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 8,000 รอบ/นาที จำนวน 20 นาที จากนั้นเทสารละลายด้านบนออกจะได้ตะกอนสีดำ เติมน้ำเอทานอลลงไป  $\frac{3}{4}$  ของหลอด
    - ครั้งที่ 2 หมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 8,000 รอบ/นาที จำนวน 20 นาที เทสารละลายด้านบนออก (สารละลายมีความหนืดน้อยลง มีสีเหลือง) เติมน้ำเอทานอลลงไปครึ่งหลอด
    - ครั้งที่ 3 หมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 8,000 รอบ/นาที จำนวน 20 นาที เทสารละลายด้านบนออก
  12. นำไปอบในระบบสุญญากาศที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

13. นำสารที่ได้ใส่ในถ้วยกระเบื้อง ให้ความร้อนที่อุณหภูมิการสลายตัวของสารเสริมเสถียรภาพชนิดนั้นๆ พร้อมกับเติมอากาศเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และต่อด้วยแก๊สไฮโดรเจน 1 ชั่วโมง จะได้นิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน
14. นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD



ภาพที่ 3.1 การจัดตั้งขวดสามคอขณะสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน

### 3.4.3 การเตรียมแพลทินัมเปลือกบนนิกเกิลแกนที่มีตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน

การเตรียมแพลทินัมเปลือกบนนิกเกิลแกนที่มีตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนอ้างอิงจาก Bhlapibul และคณะ [50]

1. ผสม 2-โพรพานอล 2.5 มิลลิลิตร กับน้ำปราศจากไอออน 2.5 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 20 มิลลิลิตร กวนผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 15 นาที
2. เติมนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน 0.05 กรัมที่เตรียมจากหัวข้อ 3.4.2 ลงในบีกเกอร์ กวนผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 20 นาที
3. เติมนสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกในน้ำปราศจากไอออนความเข้มข้น 0.0195 โมลต่อลิตร ปริมาณ 2.791 มิลลิลิตร กวนผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาที



4. เตรียมสารละลายโซเดียมโบโรไฮไดรด์ในน้ำปราศจากไอออนความเข้มข้น 0.15 โมลต่อลิตร ปริมาณ 5 มิลลิเมตร กวนผสมเข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิกครบ 30 นาที
5. ปรับค่าความเป็นกรด-เบส ประมาณ 9 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ตรวจสอบค่าความเป็นเบสด้วยกระดาษยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์ จากนั้นกวนผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที
6. เพิ่มอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส หยดสารละลายโซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่เตรียมไว้ แบ่งหยดทั้งหมด 7 ครั้ง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. รอให้สารละลายเย็นเท่าอุณหภูมิห้อง ทำการหมุนเหวี่ยงด้วยความเร็ว 4,000 รอบ/นาที ใช้เวลา 20 นาที ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง ตรวจสอบค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายด้านบนให้เท่ากับค่าความเป็นกรด-เบสของน้ำปราศจากไอออน
8. นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอน
9. ศึกษาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD SEM-EDX FTIR CV และชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

#### 3.4.4 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกโดยเปลี่ยนแปลงสารเสริมเสถียรภาพและสัดส่วนต่างๆ

ในการทดลองจะทำการเตรียมนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนตามขั้นตอนในหัวข้อ 3.4.2 โดยศึกษาผลสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิร์โรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต โดยใช้สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักที่แตกต่างกัน 4 อัตราส่วน ดังนี้ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 โดยให้ความร้อนในการละลายตัวของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดน เท่ากับ 300 องศาเซลเซียส เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตเท่ากับ 250 องศาเซลเซียส จากนั้นเตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิล 20:1 เซลเซียสและสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิล 20:1 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกัน นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ได้ไปเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนตามขั้นตอนในหัวข้อ 3.4.3 ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD SEM-EDX FTIR CV และชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป

### 3.4.5 การเตรียมชั้นแพร่แก๊ส (Gas diffusion layer) โดยการทาผงคาร์บอน

ผสมน้ำปราศจากไอออน 2 มิลลิลิตรกับสารละลายพอลิเตตระฟลูออโรเอทีอีลิน ปริมาตร 2.668 ไมโครลิตร ลงในขวดแก้ว กวนผสมด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาที จากนั้นเติม 2-โพรพานอล ปริมาตร 2 มิลลิลิตร กวนผสมต่ออีก 30 นาที แล้วจึงเติมคาร์บอนวัลแคน ที่ผ่านการปรับปรุงตามหัวข้อที่ 3.4.1 ปริมาณ 38 มิลลิกรัม กวนผสมต่ออีก 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทาบบนผ้าคาร์บอนขนาด 2.25 x 2.25 ตารางเซนติเมตร ให้ทั่วและสม่ำเสมอจนกระทั่งน้ำหนักผ้าคาร์บอนเพิ่มขึ้นเป็น 2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร จากนั้นนำไปอบที่ อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เก็บในตู้ดูดความชื้นเพื่อเตรียมใช้งานต่อไป [49]

### 3.4.6 การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีการพ่นละออง (Spray) ลงบนผ้าคาร์บอน

ผสมตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม กับน้ำปราศจากไอออน 0.4 กรัม ลงในขวดแก้วพร้อม ทั้งปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมสารละลายเนฟิออน 0.8 กรัม ปั่นกวนต่ออีก 5 นาที แล้วจึงเติม 2-โพรพานอล 1.2 กรัม ปั่นกวน 5 นาที นำไปผสมด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในน้ำ เย็นเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปพ่นบนผ้าคาร์บอนที่เตรียมชั้นแพร่ผ่านแก๊สตามหัวข้อ 3.4.5 ให้มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 มิลลิกรัมของโลหะแพลทินัมต่อตารางเซนติเมตร [49]

### 3.4.7 การปรับปรุงเมมเบรน

แช่เมมเบรนขนาด 5x5 ตารางเซนติเมตร ในน้ำกลั่นแล้วนำไปเขย่าในอ่างควบคุม อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเปลี่ยนเป็นสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ ออกไซด์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ล้างเมมเบรนด้วยน้ำปราศจากไอออนแล้ว จึงแช่ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วย น้ำกลั่นอีก 3 ครั้ง เก็บเมมเบรนในน้ำกลั่นเพื่อเตรียมใช้งานต่อไป [49]

### 3.4.8 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane electrode assemblies: MEAs)

เตรียมสารละลายตามหัวข้อ 3.4.6 แล้วนำไปพ่นลงเมมเบรนที่ผ่านการปรับปรุงตามหัวข้อ 3.4.7 ให้มีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมอยู่บนเมมเบรน 0.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร โดยให้มีพื้นที่  $2.25 \times 2.25$  ตารางเซนติเมตร จากนั้นหยดสารละลายเนฟิออน 5 ไมโครลิตร ลงผ้าคาร์บอนที่มีชั้นแพร่ผ่านของแก๊สตามหัวข้อที่ 3.4.5 นำไปประกบกับชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนเมมเบรนที่เตรียมไว้ แล้วจึงนำไปอัดด้วยเครื่องอัดร้อน-เย็นที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 150 วินาที เก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นก่อนนำไปทดสอบด้วยชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง [49]

### 3.4.9 การทดสอบการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิง

#### 3.4.9.1 การประกอบเซลล์เดี่ยวสำหรับทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

1. ประกอบเอ็มอีเอ ขนาด 5 ตารางเซนติเมตร เข้ากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบเซอร์เพนไทน์ทั้ง 2 ด้าน
2. นำปะเก็นยางซิลิโคนมาวางคั่นระหว่างเอ็มอีเอกับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้ง 2 ด้านเพื่อป้องกันการรั่วไหลของแก๊ส
3. ประกบด้านนอกของแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าด้วยหน่วยให้ความร้อนอีกหนึ่งชั้น ใช้น็อตขันยึดทุกส่วนเข้าด้วยกัน
4. ใช้ประแจปอนด์เพื่อยึดทุกส่วนเข้าด้วยกันโดยใช้โมเมนต์การหมุนที่ 40 ปอนด์แรง-นิ้ว โดยใช้ประแจยึดน็อตด้านตรงข้ามไม่ให้เคลื่อนที่
5. นำเซลล์เดี่ยวที่ได้ไปติดตั้งในหน่วยทดสอบ [51]

### 3.4.9.2 การเตรียมความพร้อมของเซลล์เชื้อเพลิงในหน่วยทดสอบก่อนทำการทดสอบ

1. ตรวจสอบวาล์วต่างๆ ให้เปิด-ปิดในทิศทางที่ถูกต้องเพื่อป้องกันการไหลปนกันของแก๊สต่างๆ โดยให้แก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแอโนด แก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้วแคโทดและแก๊สไนโตรเจนเข้าได้ทั้ง 2 ด้าน เพื่อตรวจสอบการรั่วของแก๊ส
2. ตรวจสอบความเรียบร้อยของข้อต่อต่างๆ
3. ตรวจสอบระดับน้ำในหน่วยให้ความชื้นให้มีระดับที่เหมาะสม โดยผู้ทดลองเติมน้ำในระดับ  $\frac{3}{4}$  ของหน่วยให้ความชื้น
4. เชื่อมต่อสายไฟฟ้าระหว่างเครื่องอิเล็กทรอนิกส์โหลด (Electronics load) เข้ากับขั้วไฟฟ้าด้านแอโนดและแคโทด
5. ติดตั้งอุปกรณ์วัดอุณหภูมิในเซลล์เชื้อเพลิง โดยวัดด้านในของแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า
6. เปิดเครื่องอิเล็กทรอนิกส์โหลด
7. เปิดอุปกรณ์ให้ความร้อน เพื่อเพิ่มอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง หน่วยให้ความชื้นทางด้านแอโนดและแคโทด เท่ากับ 60 65 และ 60 องศาเซลเซียส ตามลำดับ
8. เปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าทั้งด้านแอโนดและแคโทด โดยให้ความดันหัวถังอยู่ที่ 50 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
9. เปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส มีอัตราการไหลอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน (Standard cubic centimeter per minute, sccm) ใช้น้ำยาตรวจรอยรั่วซึมแก๊ส (Snoop leak detector) ตรวจสอบการรั่วของแก๊สบริเวณรอยต่อต่างๆ ของเซลล์เดี่ยว
10. ปิดเครื่องควบคุมการไหลของแก๊ส จากนั้นปิดแก๊สไนโตรเจนและปล่อยแก๊สที่ค้างในระบบ
11. เปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนพร้อมทั้งเปิดเครื่องควบคุมการไหลของแก๊สอีกครั้ง
12. ตั้งค่าเครื่องอิเล็กทรอนิกส์โหลดที่ความต่างศักย์ 0.2 โวลต์ โดยในส่วนนี้เซลล์เชื้อเพลิงจะทำงานที่ความดันบรรยากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
13. เริ่มการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

### 3.4.9.3 การทดสอบหาค่ากราฟโพลาริเซชัน

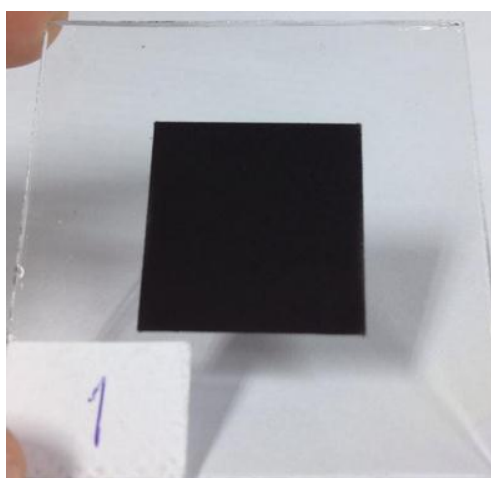
1. ยกเลิกการตั้งกระแสไฟฟ้าและสังเกตค่าความต่างศักย์ที่แสดงอยู่ รอจนกระทั่งค่าไม่มีการเปลี่ยนแปลง จึงบันทึกค่าศักย์ไฟฟ้า
2. เริ่มการทดสอบหาค่ากราฟโพลาริเซชันโดยบันทึกค่ากระแสไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ตั้งแต่ 0.1 โวลต์ ไปจนถึงค่าศักย์ไฟฟ้าวงจรเปิด
3. ทำการทดสอบซ้ำอีก 3 รอบ
4. คำนวณผลการทดสอบที่ได้เพื่อนำไปเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของกราฟโพลาริเซชันของระบบ
5. ถอดการติดตั้งเซลล์เชื้อเพลิงออกจากหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง โดยปิดระบบให้ความร้อน ต่อจากนั้นปิดระบบแก๊สทั้งหมด [49]

### 3.4.10 การวิเคราะห์แบบไซคลิกโวลแทมเมทรีในสารละลาย (Cyclic voltammetry, CV)

1. เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร จากนั้นนำสารละลายกรดที่เตรียมได้ไปทำให้อิ่มตัวด้วยแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 30 นาที
2. นำแผ่นขั้วอิเล็กโทรดที่ทำการพันตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการทดสอบขนาด 0.785 ตารางเซนติเมตร มาทำการทดสอบโดยใช้เป็นขั้วอิเล็กโทรดทำงาน (Working electrode) และใช้แท่งแพลทินัมเป็นขั้วอิเล็กโทรดร่วม (Counter electrode) และขั้วซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์เป็นขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) โดยค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองจะเทียบกับขั้วซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ทั้งหมด
3. เปิดโปรแกรม GPES และตั้งค่าสำหรับการทำไซคลิกโวลแทมเมทรี โดยจะทำการวิเคราะห์ในช่วงค่าความต่างศักย์ตั้งแต่ -0.499 โวลต์ถึง 1.2 โวลต์ เทียบกับขั้วซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ อัตราเร็วในการสแกน 20 มิลลิโวลต์ต่อนาที และทำการวิเคราะห์ 25 รอบต่อ 1 ตัวอย่าง
4. จากนั้นเริ่มทำการทดสอบหาพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาโดยกด cell enable ที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat และกด start ที่โปรแกรม จากนั้นบันทึกผลการทดลองที่ได้
5. ทำการคำนวณเพื่อหาพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยา โดยวิธีการคำนวณแสดงดังภาคผนวก ข [49]

### 3.4.11 การทดสอบความต้านทานในแนวระนาบด้วยเครื่อง Four points probe

1. เตรียมชิ้นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนที่ 3.4.6 โดยเปลี่ยนจากผ้าคาร์บอนเป็นกระจก ขนาด  $5 \times 5$  ตารางเซนติเมตร ดังภาพที่ 3.2
2. วัดความต้านทานของชิ้นงานด้วยเครื่อง Four points probe จำนวน 5 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย
3. นำค่าความต้านทานเฉลี่ยไปคำนวณหาค่าสภาพนำไฟฟ้า



ภาพที่ 3.2 ชิ้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนกระจก

## บทที่ 4

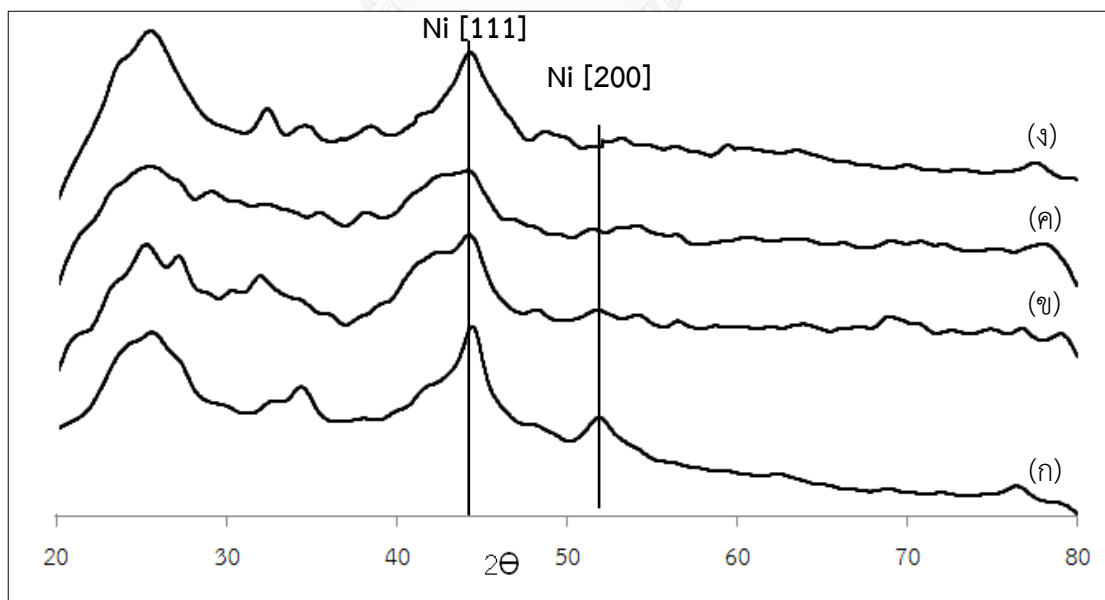
### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกโดยใช้วิธีดักชั้นสองขั้นตอนคือ ขั้นตอนรีดักชันของโลหะนิกเกิล การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีนี้มีปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ สารเสริมเสถียรภาพ เนื่องจากสารเสริมเสถียรภาพแต่ละชนิดมีลักษณะโครงสร้างเฉพาะตัวที่แตกต่างกัน ช่วยเกาะอนุภาคระหว่างโลหะกับโลหะเพื่อชะลอการรวมตัวของอนุภาค ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดเล็ก [5, 30] จึงศึกษาชนิดและสัดส่วนของสารเสริมเสถียรภาพที่มีผลต่อสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ล โดยเลือกสารเสริมเสถียรภาพ 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิโรลิโดน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์และโซเดียมโตนคซิลซิลเพต เนื่องจากสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุ ประจุบวกและประจุลบตามลำดับ มีงานวิจัยที่ศึกษาสารทั้งสามชนิดพบว่าส่งผลต่อตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ [5-7] จึงนำสารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิดมาทดลองเพื่อเปรียบเทียบภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนและศึกษาสัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 งานวิจัยนี้ใช้สารเสริมเสถียรภาพในขั้นตอนการรีดักชันของโลหะนิกเกิลเท่านั้น เนื่องจากจำเป็นต้องมีการกำจัดสารเสริมเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูง (Heat treatment) เมื่อใช้ในขั้นตอนการรีดักชันของแพลทินัมจะส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการรวมตัวกันและมีสภาพเป็นโลหะผสม [52] ใช้อุณหภูมิในการรีดิวซ์นิกเกิลเท่ากับ 138 องศาเซลเซียส เนื่องจากมีงานวิจัยที่ศึกษาอุณหภูมิการรีดิวซ์ของนิกเกิล โดยใช้อุณหภูมิ 138 150 และ 180 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อุณหภูมิ 138 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ขนาดผลิกนิกเกิลเล็กที่สุด และมีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยามากที่สุด [50] โดยผลการทดลองมีดังต่อไปนี้

#### 4.1 ผลของสัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน

การทดลองจะอ้างอิงวิธีการทดลองและภาวะที่ดีที่สุดที่ได้จากงานวิจัยของ Bhlapibul และคณะ [5] เปรียบเทียบพอลิไวนิลพิโรลิโดนและกรดโอเลอิกในสัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนเป็นสารเสริมเสถียรภาพจะได้ขนาดผลึกเล็กกว่า ทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรีพบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาการคายซัซของไฮโดรเจนมีความสม่ำเสมอมากกว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้กรดโอเลอิกในจำนวนการทดสอบทั้งหมด 10 รอบ โดยเริ่มศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนตามหัวข้อที่ 3.4.2 โดยใช้สัดส่วนของนิกเกิล

ร้อยละ 3 โดยน้ำหนักต่อคาร์บอนวัลแคนหรือร้อยละ 2.48 ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด เนื่องจากในงานวิจัยของ Bhlapibul และคณะ พบว่านิกเกิลร้อยละ 3 ของตัวรองรับคาร์บอนจะส่งผลดีที่สุดต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก และใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 ใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์และใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นความร้อนในการสลายตัวของพอลิไวนิลพิโรลิโดน [5] ทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) ดังภาพที่ 4.1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมได้ทั้งหมดนั้นแสดงตำแหน่งพิกของนิกเกิลที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 44.52 และ 51.88 ซึ่งโดยทั่วไปโลหะนิกเกิลที่ระนาบผลึก [111] และ [200] ของโครงสร้างความเป็นผลึกแบบ Face centered cubic (FCC) จะมีตำแหน่งของมุม  $2\theta$  มาตรฐานเท่ากับ 44.52 และ 51.88 ตามลำดับ พบพิกหลักที่ตำแหน่ง [111] ชัดเจนที่สุด พิกรองพบได้ไม่ชัดเจนมากนัก เนื่องจากปริมาณโลหะนิกเกิลมีผลต่อพิกที่เกิดขึ้น ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์มีนิกเกิลร้อยละ 2.48 ทำให้พิกที่ได้จึงไม่ชัดเจน [53] แต่เนื่องจากพิกที่ปรากฏอย่างชัดเจนเป็นพิกหลักของนิกเกิลจึงสามารถยืนยันได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยามีโลหะนิกเกิลและความเข้มของพิกที่แตกต่างกันในแต่ละกราฟ เนื่องจากผลของความเข้มพิกหลักโดยพิกหลักมีความเข้มสูงทำให้พิกรองมีความเข้มสูงด้วย รูป 4.1 ข พิกตำแหน่ง [200] มีความเข้มต่ำเพราะผลจากพิกตำแหน่ง [111] ส่วนพิกที่ตำแหน่งมุมประมาณ 26 แสดงถึงพิกของตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน [54]



ภาพที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1

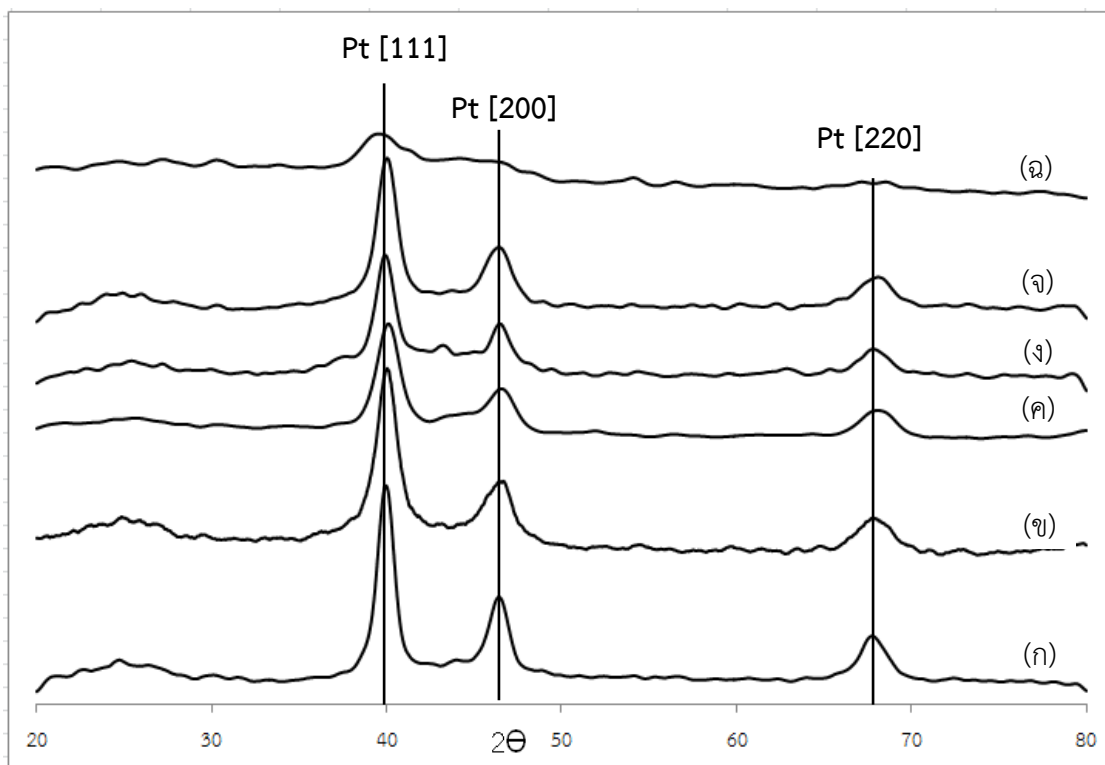


นอกจากนี้เทคนิค XRD ยังสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและ Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน อธิบายในภาคผนวก ก. โดยเลือกใช้ระนาบผลึกของนิกเกิล [111] ในการคำนวณ จากตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเพิ่มขึ้นจาก 10:1 ถึง 15:1 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีขนาดเล็กลงจาก 5.52 เป็น 3.83 นาโนเมตร เนื่องจากปริมาณของพอลิไวนิลพิโรลิโดนที่เพิ่มขึ้น ช่วยเกาะอนุภาคระหว่างนิกเกิลทำให้ยับยั้งการรวมตัวของอนุภาคนิกเกิลไม่ใหรวมตัวกัน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จึงมีขนาดเล็กลง [5, 55, 56] แต่เมื่อปริมาณของพอลิไวนิลพิโรลิโดนเพิ่มขึ้น พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดผลึกใหญ่ขึ้น เนื่องจากพอลิเมอร์จะเกิดการรวมตัวเป็นไมเซลล์โดยจะหันด้านที่มีขั้วเข้าหากันทำให้จำนวนของพอลิไวนิลพิโรลิโดนที่ไปเกาะตัวบนนิกเกิลนั้นมีปริมาณลดลง ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น [57] นอกจากนี้ความเป็นผลึกเป็นแบบ Face centered cubic (FCC) เปรียบเทียบได้จากค่า Lattice parameter ซึ่งเป็นระยะห่างระหว่างผลึก โดยโลหะนิกเกิลโดยทั่วไปพบว่ามีค่าเท่ากับ 0.35238 นาโนเมตร ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่ได้มีค่า Lattice parameter ใกล้เคียงกับโลหะนิกเกิลโดยทั่วไป ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จึงมีความผลึกเป็นแบบ Face centered cubic (FCC) [58] และสัดส่วนของพอลิไวนิลพิโรลิโดนที่ใช้ไม่ส่งผลต่อโครงสร้างของนิกเกิลเนื่องจากค่า Lattice parameter มีค่าไม่แตกต่างกัน

**ตารางที่ 4.1** ขนาดผลึกและ Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน (นาโนเมตร)
10 : 1	0.35283	5.52
15 : 1	0.35313	3.83
20 : 1	0.35268	4.58
25 : 1	0.35588	4.63

จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนไปสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน โดยสังเคราะห์ให้มีแพลทินัมร้อยละ 17.52 ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด ซึ่งทำการรีดิวซ์ด้วยไฮโดรเจนโบโรไฮไดรต์ตามหัวข้อที่ 3.4.3 และทดสอบสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) ดังภาพที่ 4.2



**ภาพที่ 4.2** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20

โดยทั่วไปโลหะแพลทินัมที่ระนาบผลึก [111] [200] และ [220] จะมีตำแหน่งของมุม ( $2\theta$ ) มาตรฐานเท่ากับ 39.765 46.244 และ 67.456 ตามลำดับ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมได้ทั้งหมดนั้น มีระบบผลึกเป็นแบบ Face centered cubic (FCC) เนื่องจากค่า Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้มีค่าใกล้เคียงกับแพลทินัมโดยทั่วไปเท่ากับ 0.3925 นาโนเมตร [58] ตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้ามีค่า Lattice parameter เท่ากับ 0.39537 นาโนเมตร การคำนวณหาขนาดผลึกและ Lattice parameter นั้น

เลือกใช้ระนาบผลึกของแพลทินัมที่ [220] เนื่องจากที่ระนาบผลึก [111] และ [200] นั้นเกิดที่ตำแหน่งมุมใกล้เคียงกัน และระนาบผลึก [111] ยังเกิดขึ้นที่ตำแหน่งมุมใกล้เคียงกับตำแหน่งมุมของคาร์บอน ทำให้อาจเกิดการซ้อนทับกันของฟีก ส่งผลให้ผลการทดลองที่ได้ อาจเกิดความคลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริง [59] โดยผู้วิจัยได้คำนวณขนาดผลึกที่ระนาบ [111] และ [220] เพื่อเปรียบเทียบโดยแสดงขนาดผลึกที่คำนวณได้ทั้ง 2 ระนาบ ตารางที่ 4.2 พบว่าขนาดผลึกที่ได้จากพีกระนาบ [111] สูงกว่าที่คำนวณในระนาบ [220] แต่ให้ผลการทดลองเป็นแนวโน้มเดียวกัน ดังนั้นจึงเลือกใช้ระนาบผลึกของแพลทินัม [220] ในการนำเสนอผลการทดลองต่อไป จากผลการทดลองพบว่าขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกแสดงดังตารางที่ 4.3 มีผลสอดคล้องกับขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดผลึกนิกเกิลขนาดเล็กจะส่งผลให้ขนาดผลึกตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกมีขนาดเล็ก เนื่องจากเป็นสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือก เมื่อมีขนาดแกนเล็กย่อมส่งผลให้การสังเคราะห์ของโลหะเปลือกนั้นมีขนาดเล็กด้วย โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวเนลพิโรลิดอนต่อนิกเกิล 15:1 ได้ขนาดผลึกเล็กที่สุดเท่ากับ 4.39 นาโนเมตร จากนั้นสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนไม่ใช้พอลิไวเนลพิโรลิดอน โดยวิธีรดกชั้น เช่นเดียวกับการสังเคราะห์แพลทินัมเปลือกบนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนที่มีตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน มีขนาดผลึกเท่ากับ 6.69 นาโนเมตร ซึ่งใหญ่กว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือกที่มีโลหะส่วนแกนทำหน้าที่รองรับโลหะส่วนเปลือก เมื่อโลหะส่วนแกนมีขนาดเล็กจะส่งผลให้การสร้างตัวของโลหะส่วนเปลือกมีขนาดเล็กด้วย [5, 30] จึงแสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือกส่งผลให้ขนาดผลึกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั่วไป

**ตารางที่ 4.2** ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนสัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)	
	คำนวณจากระนาบที่ [111]	คำนวณจากระนาบที่ [220]
10 : 1	6.94	6.70
15 : 1	5.53	4.39
20 : 1	6.41	5.58
25 : 1	6.52	6.24
แพลทินัมทางการค้า	7.66	ไม่พบพีก

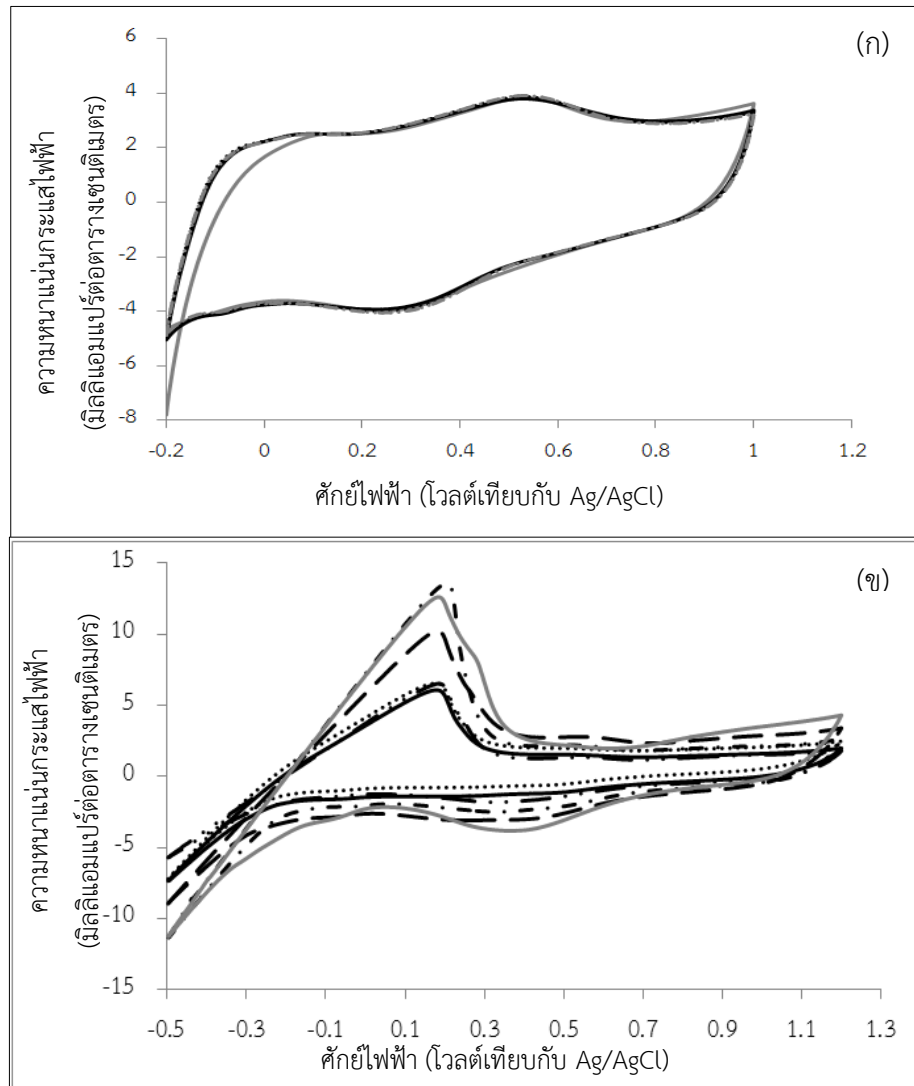
ตารางที่ 4.3 Lattice parameter ร้อยละโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา ขนาดผลึก พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัว รองรับคาร์บอนสัดส่วน พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิล โดยน้ำหนัก	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ร้อยละโดยน้ำหนัก ของตัวเร่งปฏิกิริยา		ขนาดผลึกของ ตัวเร่งปฏิกิริยา นิกเกิลแกน แพลทินัม เปลือก (นาโนเมตร)	พื้นที่การ เกิดปฏิกิริยา รอบที่ 25 (ตารางเมตร ต่อกรัม แพลทินัม)
		นิกเกิล	แพลทินัม		
10 : 1	0.3928	1.68	13.55	6.70	97.35
15 : 1	0.3930	1.58	12.76	4.39	167.82
20 : 1	0.3923	1.49	13.81	5.58	107.12
25 : 1	0.3921	1.39	12.81	6.24	105.14
ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม สังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน	0.3902	-	14.91	6.69	82.29
ตัวเร่งปฏิกิริยา แพลทินัมทางการค้า ร้อยละ 20	0.3953	-	11.56	7.66	244.67

ภาพที่ 4.3 (ก) แสดงกราฟ Cyclic voltammetry (CV) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนสัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้นเท่ากับ -0.2 โวลต์เทียบกับขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์ (0.022 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน) จำนวนรอบที่ 1 100 200 300 และ 400 ไม่สามารถสังเกตเห็นพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาชัดเจน ซึ่งจากงานวิจัยของ Herrero และคณะ [60] พบว่าพิกแสดงพื้นที่การคายซับไฮโดรเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมปรากฏในช่วง 0.1-0.3 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน จากนั้นจึงทดลองให้ศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น -0.499 โวลต์ ดังแสดงในภาพที่ 4.3 (ข) พบพิกส่วนบนมีพื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาแสดงการคายซับของไฮโดรเจนที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักชันของโปรตอน [2] สามารถคำนวณหาพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาได้ตามภาคผนวก ข. โดยพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาของแพลทินัมแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยามีความสัมพันธ์กับขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดผลึกเล็กจะมีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง ยกเว้นตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 ทางการค้า พบว่ามีขนาดผลึกที่ใหญ่ที่สุด แต่ให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงสุดเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผู้วิจัยสังเคราะห์ เนื่องจากวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันอาจส่งผลต่อสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันไป อีกทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์เองนั้นอาจมีการคงเหลือของสารเสริมเสถียรภาพที่ใช้ในการทดลอง ดังนั้นสารคงเหลือที่ตกค้างจึงส่งผลเสียต่อสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยจะยืนยันด้วยเทคนิค FTIR ต่อไป แต่พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาที่ได้อาจมีความคลาดเคลื่อน เนื่องจากศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้ระบบมีค่าต่ำกว่า 0 โวลต์เทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันของน้ำเป็นแก๊สไฮโดรเจน ( $H_2$  Evolution) ดังนั้นพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาการคายซับของไฮโดรเจนจึงอาจเกิดความคลาดเคลื่อนได้

จากนั้นวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค Energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDX) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมได้ โดยจากการทดลองได้เตรียมนิกเกิลร้อยละ 2.48 และแพลทินัมร้อยละ 17.52 ของตัวเร่งปฏิกิริยา ตารางที่ 4.3 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ได้ปริมาณร้อยละของนิกเกิลน้อยกว่า 2.48 เนื่องจากขณะทำการสังเคราะห์นิกเกิลแกนด้วยวิธีพอลิโอดอล นิกเกิลที่ละลายในตัวทำละลายเปลี่ยนเป็นนิกเกิลประจุสองบวก ( $Ni^{2+}$ ) บางส่วนถูกรีดิวซ์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์แล้วแขวนลอยอยู่ในสารละลายไม่เกิดการพอกพูนลงบนตัวรองรับคาร์บอน [61, 62] โดยพบว่าเมื่อใช้สารเสริมเสถียรภาพมากขึ้น ปริมาณร้อยละของนิกเกิลมีค่าลดลงเล็กน้อย เนื่องจากปริมาณของสารเสริมเสถียรภาพที่เกาะบนนิกเกิลมากขึ้นอาจส่งผลให้การพอกพูนของนิกเกิลบนคาร์บอนเป็นไปได้ยาก นอกจากนั้นพบว่าร้อยละโลหะแพลทินัมจะมีค่าน้อยกว่าร้อยละ 17.52 เนื่องจากสารตั้งต้นที่เกิดการแตกตัวเป็นไอออนของโลหะซึ่งมีความเป็นขั้วนั้นเกิดการพอกพูนลงบนพื้นผิวของตัวรองรับได้ยาก ซึ่งไอออนของโลหะแพลทินัม ( $PtCl_6^{2-}$ ) บางส่วนจะถูกรีดิวซ์เป็นโลหะที่ลอยอย่างอิสระอยู่ในสารละลาย

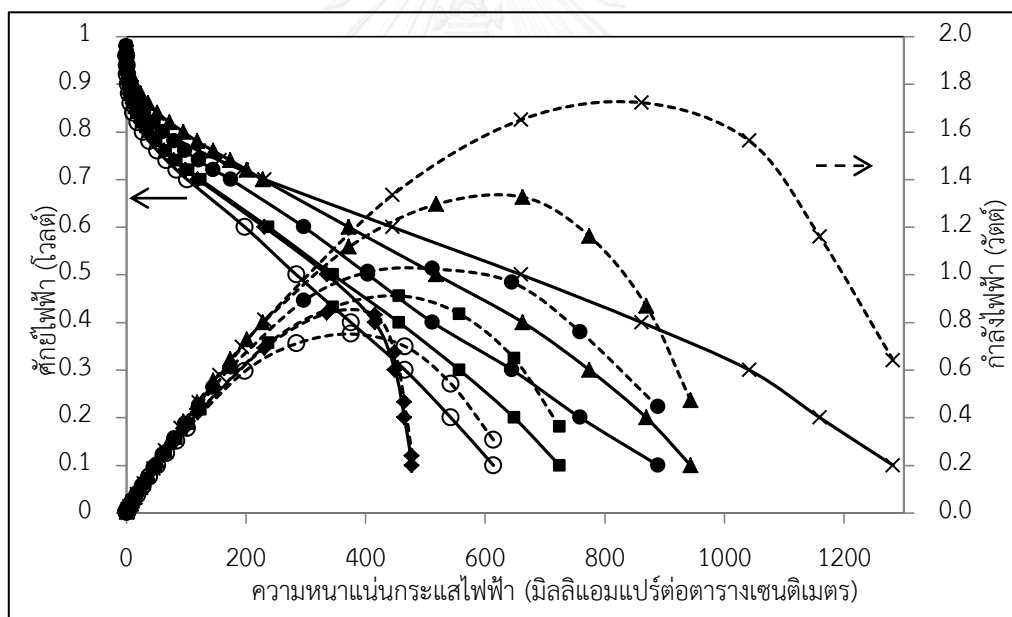
จึงอาจเป็นเหตุให้ปริมาณโลหะที่พอกพูนบนตัวรองรับลดลงไม่ตรงตามปริมาณที่ใช้จริง [63] ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนสังเคราะห์และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 ทางการค้า พบว่าเมื่อทดสอบด้วยเทคนิค EDX ได้ปริมาณแพลทินัมร้อยละ 14.91 และ 11.56 ตามลำดับ



**ภาพที่ 4.3** (ก) ไชคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนสัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 รอบที่ ( — ) 1 ( — ) 100 ( ..... ) 200 ( - - ) 300 ( ..... ) 400

(ข) ไชคลิกโวลแทมเมทรีของ ( — ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนสังเคราะห์ ( — ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลต่างๆ ดังนี้ ( ..... ) 10:1 ( - - ) 15:1 ( - - ) 20:1 และ ( - · ) 25:1

จากนั้นทำการทดสอบประสิทธิภาพในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมได้ ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.4 สมรรถนะและกำลังไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงพื้อเอ็มที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนโดยใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักค่าต่างๆ เป็นขั้วแคโทด ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 บนตัวรองรับคาร์บอนทางการค้าเป็นขั้วแอโนด โดยใช้เนฟอนเมมเบรน 115 และมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนขั้วไฟฟ้า 0.2 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร พบว่าการใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 ส่งผลให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพดีที่สุด ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 372 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 1.12 วัตต์ ตามด้วยสัดส่วน 10:1 20:1 และ 25:1 ตามลำดับ ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนมีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 198 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งมีค่าน้อยที่สุดเนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มีขนาดผลึกใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ ที่สังเคราะห์ได้



ภาพที่ 4.4 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (---) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (■) 20:1 และ (◆) 25:1

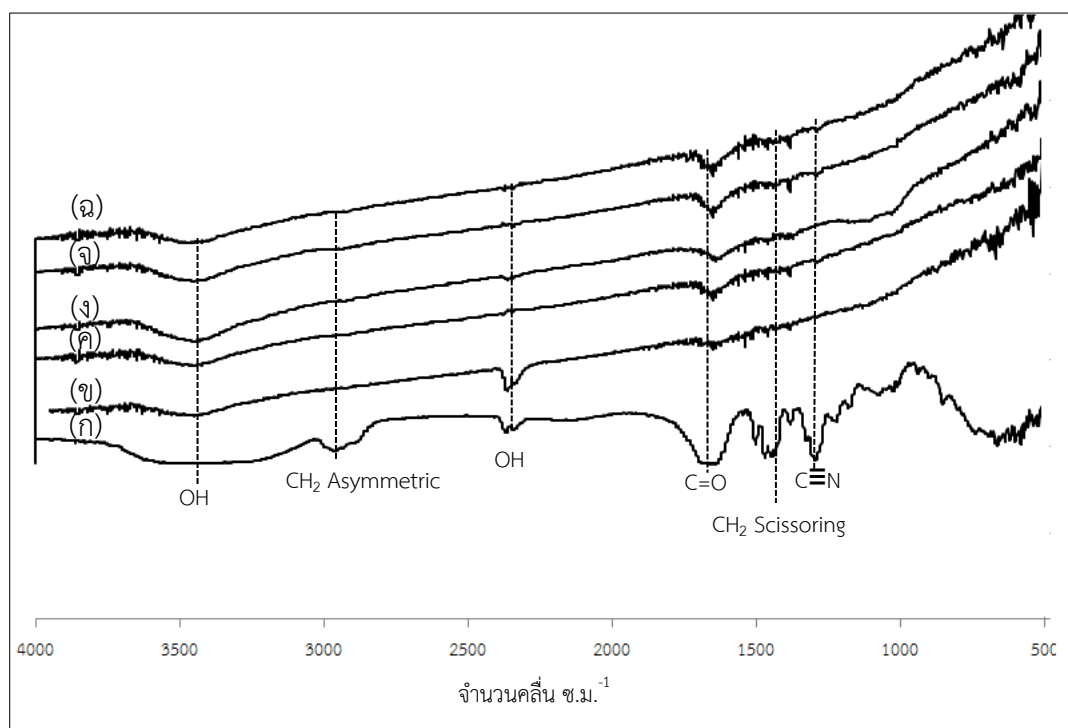


สาเหตุที่ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 มีประสิทธิภาพสูงที่สุด เนื่องจากมีขนาดผลึกเท่ากับ 4.39 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดเล็กที่สุดทำให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง รองลงมาคือตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้พอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 ซึ่งมีขนาดผลึกเท่ากับ 6.70 นาโนเมตร แต่เมื่อเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 กับ 20:1 ซึ่งมีขนาดผลึกเท่ากับ 6.70 และ 5.58 นาโนเมตร ตามลำดับ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 ให้ค่ากระแสไฟฟ้าน้อยกว่า ทั้งที่มีขนาดผลึกเล็กกว่า สาเหตุอาจเกิดจากการคงเหลือของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนในตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดการยับยั้งการนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนเป็นพอลิเมอร์สายโซ่ยาวชนิดไม่มีประจุ เมื่อมีปริมาณมากขึ้นทำให้การใช้ความร้อน 300 องศาเซลเซียส ในการกำจัดด้วยความร้อนในอากาศ 3 ชั่วโมง และแก๊สไฮโดรเจน 1 ชั่วโมง อาจทำให้เกิดการคงเหลือของสารส่งผลเสียต่อสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งทำการทดสอบด้วยเทคนิค FTIR ในหัวข้อต่อไป ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 และ 25:1 พบว่าสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงที่ 0.6 โวลต์ ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อทดสอบสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนสังเคราะห์ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 198 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าพบว่าให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 445 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากวิธีการสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้าที่แตกต่างจากวิธีของผู้ทดลองอาจส่งผลกระทบต่อสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันไป

ภาพที่ 4.5 แสดงผลการทดสอบจากเครื่อง Fourier Transform Infrared (FTIR) เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสารในตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ ภาพที่ 4.5 (ก) กราฟของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนพบว่าพิกอยู่ที่ตำแหน่ง 1291 1446 1655 2958 และ 3450 แสดงหมู่ฟังก์ชันของ C-N  $\text{CH}_2$ (Scissoring) C=O  $\text{CH}_2$ (Asymmetric) และ OH ตามลำดับ นอกจากนั้นยังมีหมู่ฟังก์ชัน OH ที่เกิดการสร้างพันธะกับฟังก์ชัน C=O โดยปรากฏพิกที่ตำแหน่ง 2400 ด้วย ซึ่งจากโครงสร้างของพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนจะมีพันธะดังกล่าวเป็นส่วนประกอบ [40] ภาพที่ 4.5 (ข) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ใช้พอลิไวนิลพิร์โรลิโดนจะไม่พบพิกแสดงฟังก์ชันดังกล่าวยกเว้นอาจมีความชื้นในตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดพิกที่ตำแหน่ง 3450 ซึ่งแสดงถึงฟังก์ชันของ OH ได้ และพบพิกของ C=O และ  $\text{CH}_2$ (Asymmetric) ที่ตำแหน่ง 1655 และ 2958 เกิดจาก 1,2 โพรเพนไดออล ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายในขั้นตอนการสังเคราะห์นิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนแล้วไม่มีการใช้ความร้อนเพื่อกำจัดสารเสริมเสถียรภาพ

ภาพที่ 4.5 (ค-ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนพอลิไวเนลพิริโรลิโดนต่อนิกเกิลทุกชนิดพบพีกแสดงหมู่ฟังก์ชันของ C=O โดยความเข้มของพีกแปรผันตรงกับปริมาณของพอลิไวเนลพิริโรลิโดนที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา สอดคล้องกับงานวิจัยของ Giselle พบว่าหมู่ฟังก์ชันของ C=O แสดงถึงการคงเหลือของพอลิไวเนลพิริโรลิโดน [40] เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวเนลพิริโรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 และ 20:1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวเนลพิริโรลิโดนต่อนิกเกิล 20:1 มีปริมาณหมู่ฟังก์ชัน C=O มากกว่า แสดงถึงการคงเหลือของพอลิไวเนลพิริโรลิโดนที่มากกว่าจึงส่งผลกระทบต่อสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงที่กล่าวไว้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวเนลพิริโรลิโดนต่อนิกเกิล 20:1 มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวเนลพิริโรลิโดนต่อนิกเกิล 10:1 แต่ให้สมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงต่ำกว่า

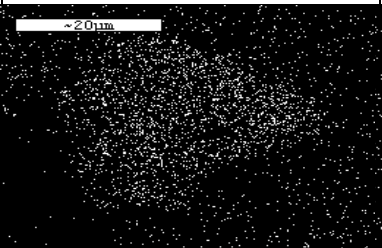
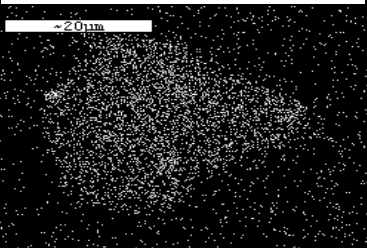
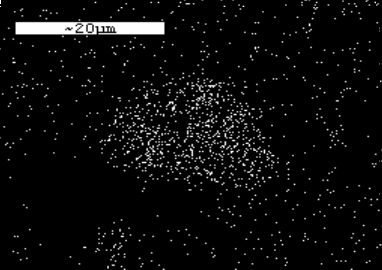
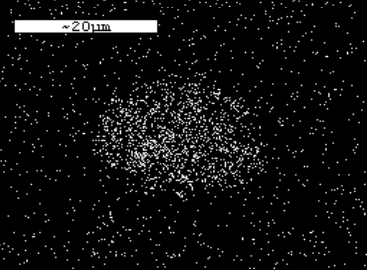




ภาพที่ 4.5 FTIR (ก) พอลิไวนิลพิโรลิโดน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25: 1

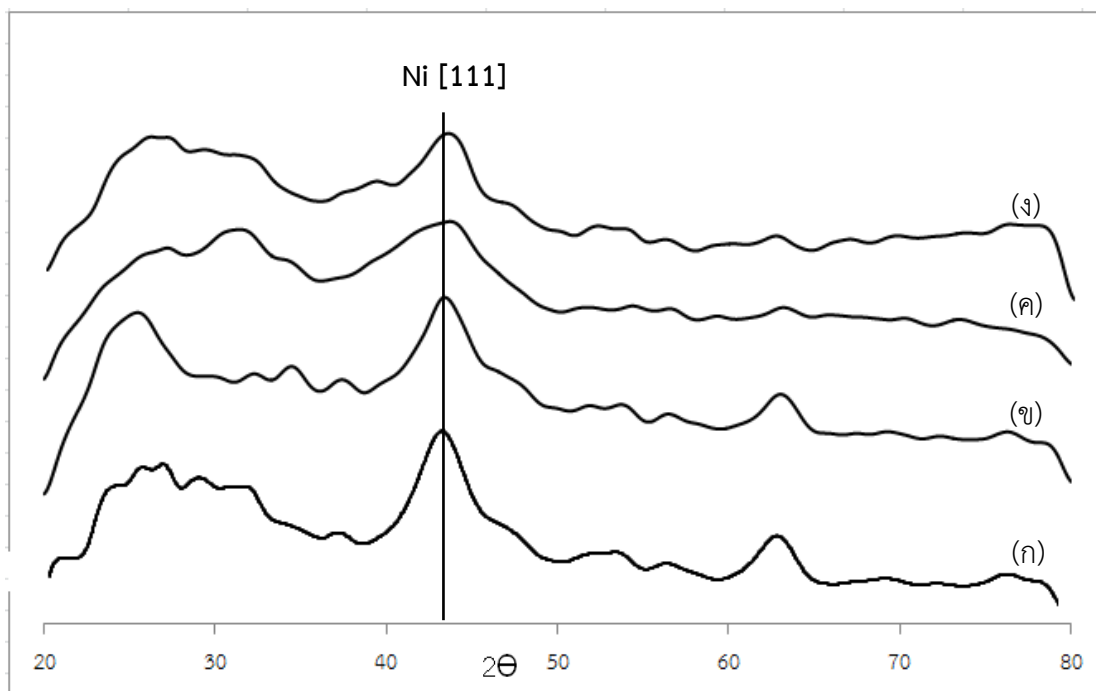
จากตารางที่ 4.4 แสดงภาพ mapping จาก SEM/EDX โดยเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 และ 25:1 เนื่องจากให้ประสิทธิภาพต่อเซลล์เชื้อเพลิงสูงและน้อยที่สุด พบว่าการกระจายตัวของนิกเกิลและแพลทินัมในตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด มีการกระจายอย่างสม่ำเสมอแสดงให้เห็นว่าปริมาณของพอลิไวนิลพิโรลิโดนไม่ส่งผลกระทบต่อ การกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตารางที่ 4.4 ภาพ mapping จาก SEM/EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้  
 พอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนัก 15:1 และ 25:1

สัดส่วน พอลิไวนิลพิโรลิโดน ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	ภาพ mapping ของนิกเกิล	ภาพ mapping ของ แพลทินัม
15 : 1		
25 : 1		

#### 4.2 ผลของสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน

จากผลการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกโดยเลือกใช้สารเสริมเสถียรภาพพอลิไวนิลพิโรลิโดนซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชนิดไม่มีประจุ ดังผลที่ได้รายงานในหัวข้อ 4.1 นอกจากนั้นพบว่ามีการวิจัยที่สังเคราะห์แพลทินัมโคบอลต์บนตัวรองรับคาร์บอนโดยเปรียบเทียบสารเสริมเสถียรภาพทั้งหมด 4 ชนิด ได้แก่ โซเดียมแอสิตเตตจัดเป็นพอลิเมอร์ประจุลบ ไอเลกามีนจัดเป็นพอลิเมอร์ไม่มีประจุ เตตระออกซิลแอมโมเนียมโบรไมด์และเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ทั้งสองชนิดจัดเป็นพอลิเมอร์ประจุบวก พบว่าเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ให้ขนาดอนุภาคเล็กที่สุดและมีสมรรถนะในเซลล์เชื้อเพลิงสูงสุด สารเสริมเสถียรภาพชนิดนี้จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวกซึ่งมีความแตกต่างจากสารเสริมเสถียรภาพชนิดแรกจัดเป็นสารไม่มีประจุ จึงสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนตามหัวข้อที่ 3.4.2 โดยใช้สารเสริมเสถียรภาพคือ เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ โดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 ใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์และอุณหภูมิในการสลายตัวเท่ากับ 250 องศาเซลเซียส [6] จากนั้นทดสอบสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) ดังภาพที่ 4.6 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมได้ทั้งหมด แสดงพิกหลักของนิกเกิลโครงสร้าง FCC ระนาบผลึก [111] ที่ตำแหน่ง 44.52 จึงยืนยันได้ว่ามีโลหะนิกเกิลอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยาจริง พิกของคาร์บอนตำแหน่ง 63.4 [64] ของสภาวะ ก และ ข มีความเข้มเด่นชัดกว่าสภาวะ ค และ ง เนื่องจากความเข้มพิกหลักของคาร์บอนสูงกว่า



**ภาพที่ 4.6** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าขนาดผลึกและ Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ในสัดส่วนต่างๆ โดยเลือกใช้นิกเกิลระนาบผลึก [111] ในการคำนวณ พบว่าเมื่อสัดส่วนของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเพิ่มขึ้นจาก 10:1 15:1 และ 20:1 ขนาดผลึกของนิกเกิลที่ได้จะเล็กลงจาก 4.62 4.25 และ 4.07 นาโนเมตร ตามลำดับ เนื่องจากปริมาณเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่เพิ่มขึ้น ช่วยเกาะอนุภาคระหว่างนิกเกิลโดยใช้วิธีการดูดซับ [46, 47] เพื่อยับยั้งการรวมตัวกันของอนุภาค ขนาดอนุภาคนิกเกิลที่ได้จึงมีขนาดเล็กลง แต่เมื่อสัดส่วนของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 25:1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นเป็น 4.71 นาโนเมตร เนื่องจากเมื่อความเข้มข้นของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์มีมากขึ้น สารจะเกิดการรวมตัวเป็นไมเซลล์โดยจะหันด้านที่มีขั้วเข้าหากัน [41] ทำให้จำนวนของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่ไปเกาะตัวบนนิกเกิลนั้นมีปริมาณลดลง ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้ความเป็นผลึกเป็นแบบ Face centered cubic (FCC) เปรียบเทียบได้จากค่า Lattice parameter ซึ่งเป็นระยะห่างระหว่างผลึก โดยโลหะนิกเกิลโดยทั่วไป

พบว่ามีความเท่ากับ 0.35238 นาโนเมตร [58] ซึ่งใกล้เคียงกับค่า Lattice parameter จากตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์

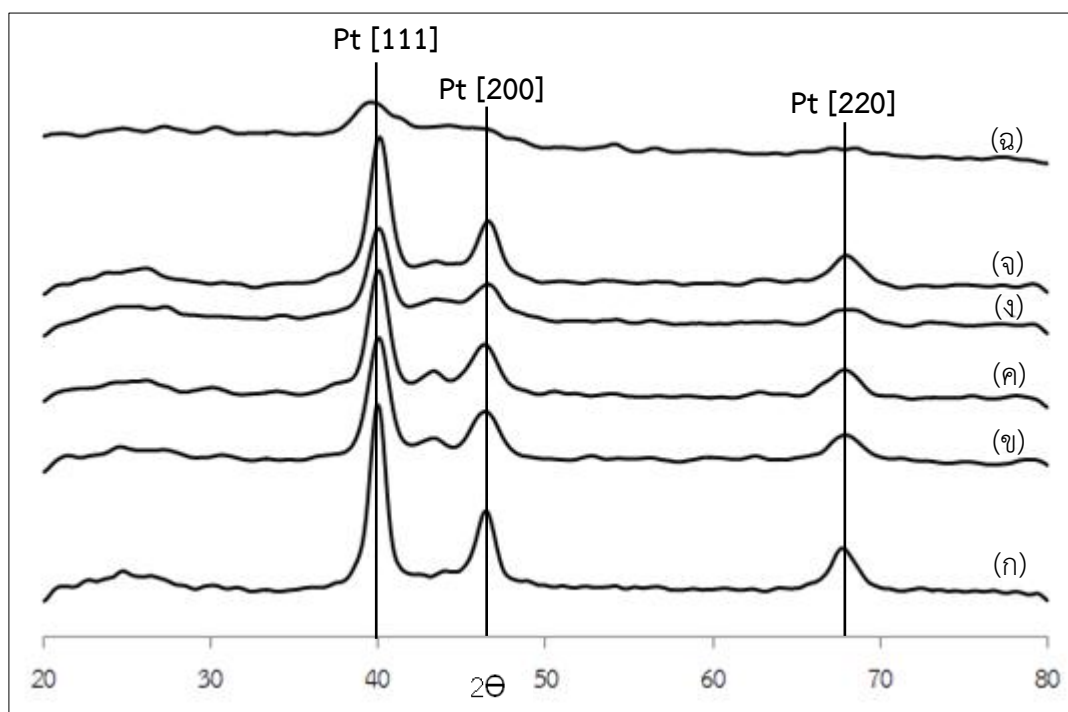
**ตารางที่ 4.5** Lattice parameter และขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ

สัดส่วน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม โบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ขนาดผลึกของ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน (นาโนเมตร)
10 : 1	0.35587	4.62
15 : 1	0.35508	4.25
20 : 1	0.35556	4.07
25 : 1	0.35618	4.71

เมื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนที่ใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนและเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ในภาวะที่ให้ขนาดผลึกที่เล็กที่สุดของแต่ละชนิด ซึ่งสัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 และสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 จากผลการทดลองพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนจะให้ขนาดผลึกเล็กกว่าเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ อาจเนื่องมาจากพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนจัดเป็นสารไม่มีประจุส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์เป็นสารประจุบวก ซึ่งขณะสังเคราะห์โลหะนิกเกิลจะมีโครงสร้างเป็นนิกเกิลไอออน ( $Ni^{2+}$ ) ดังนั้นพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนจึงเกาะตัวบนนิกเกิลได้ดีกว่าเนื่องจากมีประจุที่แตกต่างกัน ส่งผลให้ขนาดอนุภาคที่ได้เล็กกว่า

จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนไปสังเคราะห์ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน โดยมีปริมาณแพลทินัมร้อยละ 17.52 โดยวิธีหัวข้อที่ 3.4.3 ทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค XRD ดังภาพที่ 4.7 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมได้ทั้งหมดนั้นมีผลึกเป็นแบบ Face centered cubic [58] เปรียบเทียบการคำนวณหาขนาดผลึกที่ระนาบ [111] และ [220] ดังแสดงในตารางที่ 4.6 พบว่าขนาดผลึกที่คำนวณจากระนาบ [111] มีขนาดใหญ่กว่าขนาดผลึกที่คำนวณจากระนาบ [220] เช่นเดียวกับการทดลองในหัวข้อ 4.1 จากผลการทดลองในตารางที่ 4.7 พบว่าขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ได้

สอดคล้องกับขนาดผลึกของนิกเกิลเช่นเดียวกับหัวข้อ 4.1 ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 ได้ขนาดผลึกเล็กที่สุดเท่ากับ 5.28 นาโนเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ทุกชนิดมีขนาดผลึกเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน นอกจากนี้พบว่าตำแหน่งพีก XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเคลื่อนเล็กน้อย เนื่องจากโลหะแพลทินัมอยู่บนนิกเกิล [65]



**ภาพที่ 4.7** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 20 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20



**ตารางที่ 4.6** ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ

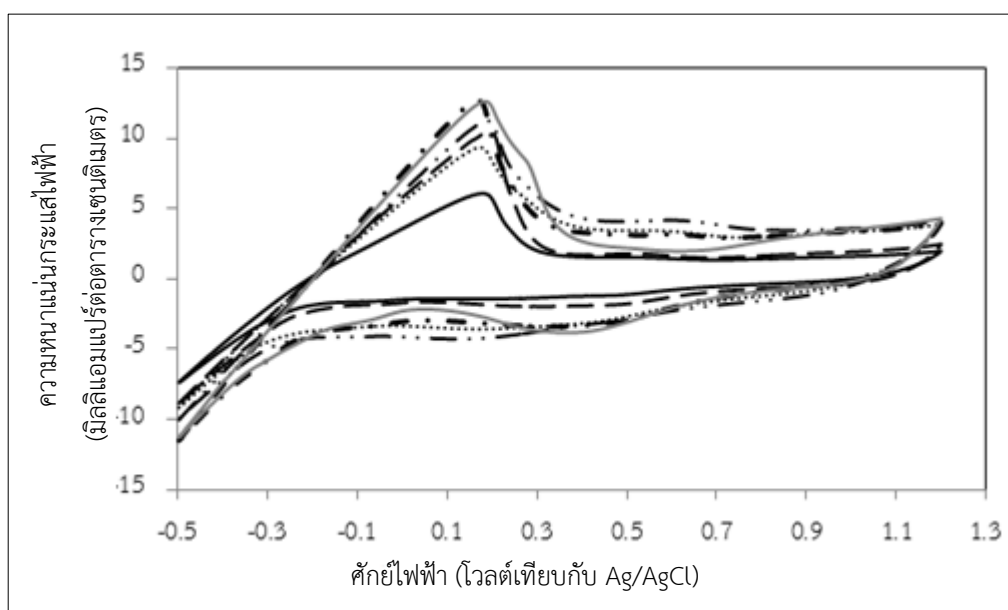
สัดส่วน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม โบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)	
	คำนวณจากระนาบที่ [111]	คำนวณจากระนาบที่ [220]
10 : 1	7.66	6.63
15 : 1	6.99	5.70
20 : 1	6.26	5.28
25 : 1	6.55	5.59

ตารางที่ 4.7 ขนาดผลึก Lattice parameter ร้อยละโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัว รองรับคาร์บอนสัดส่วน เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอม โมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิล โดยน้ำหนัก	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ร้อยละโดยน้ำหนัก ของตัวเร่งปฏิกิริยา		ขนาดผลึกของ ปฏิกิริยา นิกเกิลแกน แพลทินัม เปลือก (นาโนเมตร)	พื้นที่การ เกิดปฏิกิริยา รอบที่ 25 (ตารางเมตร ต่อกรัม แพลทินัม)
		นิกเกิล	แพลทินัม		
10 : 1	0.3905	1.54	12.83	6.63	99.28
15 : 1	0.3889	1.44	12.09	5.70	148.62
20 : 1	0.3905	1.32	12.29	5.28	152.66
25 : 1	0.3909	1.19	13.63	5.59	128.39
ตัวเร่งปฏิกิริยา แพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนคาร์บอน	0.3902	-	14.91	6.69	82.29
ตัวเร่งปฏิกิริยา แพลทินัมทางการค้า ร้อยละ 20	0.3953	-	11.56	7.66	244.67

เปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนและเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์จากตารางที่ 4.3 และ 4.7 ในภาวะที่ส่งผลให้ขนาดผลึกเล็กที่สุดของสารเสริมเสถียรภาพแต่ละชนิด พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดนได้ขนาดผลึกเท่ากับ 4.39 นาโนเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ได้ขนาดผลึกเท่ากับ 5.28 นาโนเมตร เนื่องจากผลของขนาดผลึกนิกเกิลแกนในตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าภาวะที่เหมาะสมในการทำงานของสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 2 ชนิด พอลิไวนิลพิโรลิโดนจะยับยั้งการรวมตัวของนิกเกิลได้ดีกว่า จึงส่งผลให้ผลึกของนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกมีขนาดเล็กกว่า

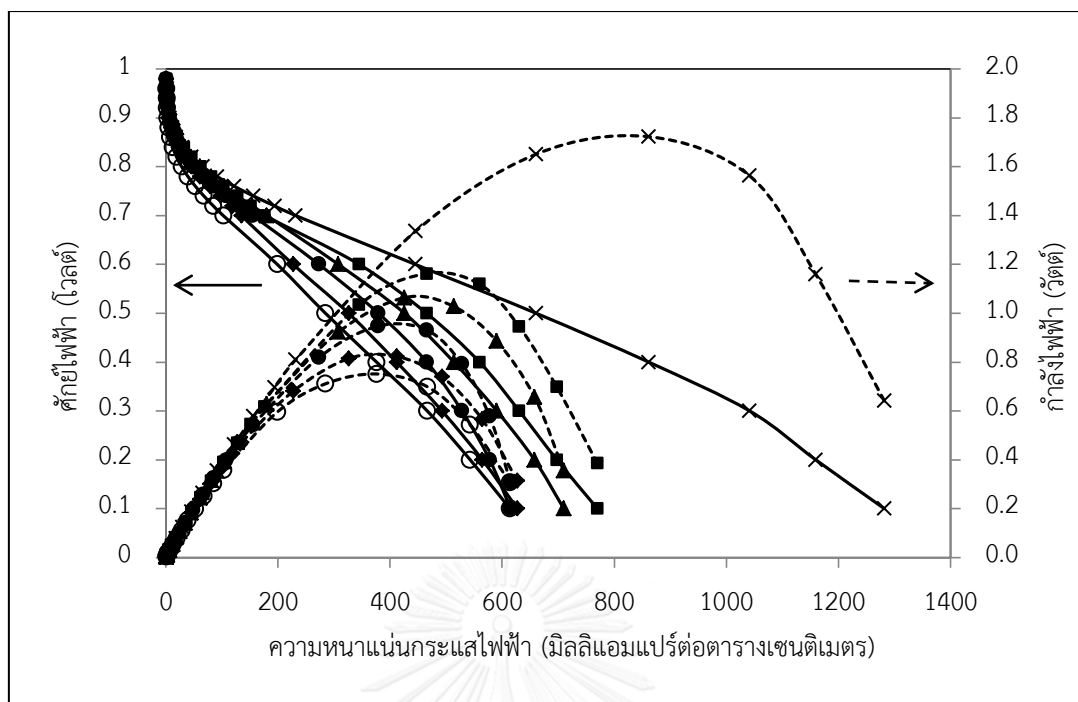
ภาพที่ 4.8 Cyclic voltammetry (CV) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์และตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์มีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสอดคล้องกับขนาดผลึก คือขนาดผลึกเล็กจะส่งผลให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าพบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงที่สุด แต่มีขนาดผลึกสูงสุดเนื่องจากวิธีการสังเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้อาจแตกต่างจากวิธีการสังเคราะห์ของผู้วิจัย จึงไม่สามารถเปรียบเทียบกันได้



ภาพที่ 4.8 ไชคลิกโวลแทมเมตรีของ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (.....) 10:1 (-.-) 15:1 (- -) 20:1 และ (- . .) 25:1

จากตารางที่ 4.7 แสดงปริมาณร้อยละของนิกเกิลและแพลทินัมที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีปริมาณร้อยละของนิกเกิลต่ำกว่าที่เตรียม เนื่องจากขณะทำการสังเคราะห์นิกเกิลแกนด้วยวิธีพอลิออล นิกเกิลจะละลายในตัวทำละลายเปลี่ยนเป็นนิกเกิลประจุสองบวก ( $\text{Ni}^{2+}$ ) ถูกรีดิวซ์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์แล้วเคลื่อนตัวในสารละลายทำให้ยากต่อการพอกพูนลงในตัวรองรับคาร์บอน และอาจเกิดจากการที่นิกเกิลถูกรีดิวซ์ได้ไม่หมดทำให้พอกพูนบนตัวรองรับได้ไม่ครบถ้วน พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ปริมาณร้อยละของนิกเกิลที่เตรียมได้จะมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย เนื่องจากเมื่อปริมาณของพอลิเมอร์ที่มากขึ้นส่งผลให้ความหนืดของสารละลายขณะทำการสังเคราะห์มีค่ามากขึ้น นิกเกิลจึงเคลื่อนตัวได้ยากในสารละลายทำให้การพอกพูนบนตัวรองรับคาร์บอนลดลง [61, 62] ส่วนปริมาณร้อยละโลหะแพลทินัมจะมีค่าน้อยกว่าร้อยละ 17.52 อาจเนื่องมาจากวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการพอกพูนโดยไม่ใช้ไฟฟ้านี้ สารตั้งต้นที่เกิดการแตกตัวเป็นไอออนของโลหะซึ่งมีความเป็นขั้ว เกิดการพอกพูนลงบนพื้นผิวของตัวรองรับได้ยาก [63] และปริมาณสารรีดิวซ์ที่เติมอาจไม่เพียงพอ ทำให้โลหะรีดิวซ์ได้ไม่หมดจึงอาจเป็นเหตุให้ปริมาณโลหะที่พอกพูนบนตัวรองรับลดลงไม่ตรงตามปริมาณที่ใช้จริง

จากนั้นทำการทดสอบประสิทธิภาพในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.9 สมรรถนะและกำลังไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนในสัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ เป็นขั้วแคโทด และในภาวะต่างๆ เช่นเดียวกับการทดสอบประสิทธิภาพในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดน พบว่าการใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 ส่งผลให้เซลล์เชื้อเพลิงมีสมรรถนะดีที่สุด โดยที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 344 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 1.03 วัตต์ ตามด้วยอัตราส่วน 15:1 10:1 และ 25:1 ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 308 273 และ 227 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้สมรรถภาพในเซลล์เชื้อเพลิงดีที่สุดคือตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดผลึกเล็กที่สุด ทำให้มีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยามากสุด

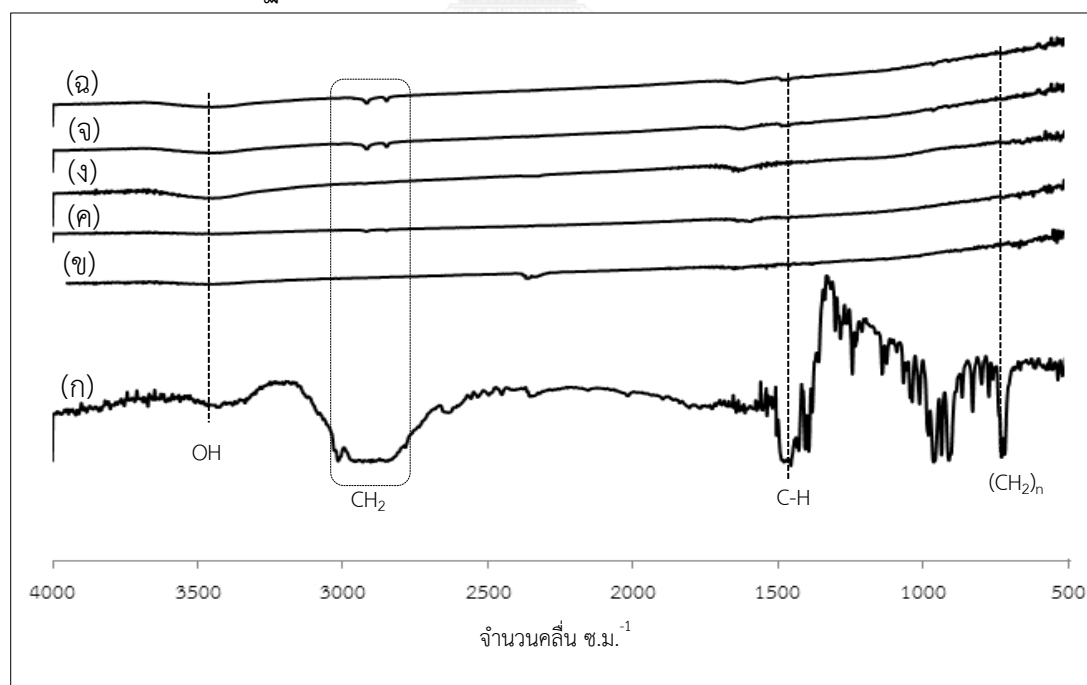


ภาพที่ 4.9 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (— —) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (■) 20:1 และ (◆) 25:1

เมื่อเปรียบเทียบสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สารเสถียรภาพทั้ง 2 ชนิดที่กล่าวมา ในภาวะที่ดีที่สุดพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 5.70 นาโนเมตร ให้สมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงเท่ากับ 344 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 15:1 มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 4.39 นาโนเมตร ให้สมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงเท่ากับ 372 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ซึ่งจะทำให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงเนื่องจากมีขนาดผลึกที่เล็กกว่าและพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาที่ได้จากเทคนิค CV มีค่าสูงกว่า แม้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิดเมื่อทดสอบด้วยเทคนิค FTIR จะพบการคงเหลือของสารเช่นเดียวกัน แต่ด้วยโครงสร้างของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่เป็นสายโซ่ยาวจะส่งผลต่อการยับยั้งการนำไฟฟ้ามากกว่าพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนที่มีโครงสร้างสั้น [66]

จากนั้นทดลองหาหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 4.10 พบว่ากราฟ 4.11 (ก) เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ปรากฏพีกขึ้นที่ตำแหน่ง 750 และ 1475 แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $(CH_2)_n$  และ CH นอกจากนี้ยังพบพีกที่ตำแหน่ง 2,914 และ 2,846 ปรากฏพร้อมกัน แสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $-CH_2$  ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่แสดงการคงเหลือของพอลิเมอร์ชนิดนี้ [63] กราฟ (ข) ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ไม่ใช่เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ไม่พบว่ามีพีกขึ้นที่ตำแหน่งดังกล่าวมาทั้งหมด ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ พบว่าน้ำหนักของสารที่เพิ่มขึ้นจะทำให้พีกแสดงหมู่ฟังก์ชัน  $-CH_2$  ชัดเจนมากขึ้น แสดงถึงการคงเหลือของเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ [67] โดยพบว่าความเข้มของพีกเริ่มปรากฏเด่นชัดเมื่อใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 และผลการทดลองทุกตัวพบพีกที่ตำแหน่ง 3450 แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ OH ซึ่งอาจเกิดจากความชื้นในตัวอย่างที่ใช้ทดลอง

จากตารางที่ 4.8 ภาพ mapping จาก SEM/EDX โดยเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 และ 25:1 เนื่องจากให้ประสิทธิภาพต่อเซลล์เชื้อเพลิงสูงและน้อยที่สุด พบว่าการกระจายตัวของนิกเกิลและแพลทินัมในตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองชนิดมีการกระจายอย่างสม่ำเสมอ แสดงให้เห็นว่าปริมาณของสารเสริมเสถียรภาพไม่ส่งผลต่อการกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.10 กราฟ FTIR (ก) เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25:1

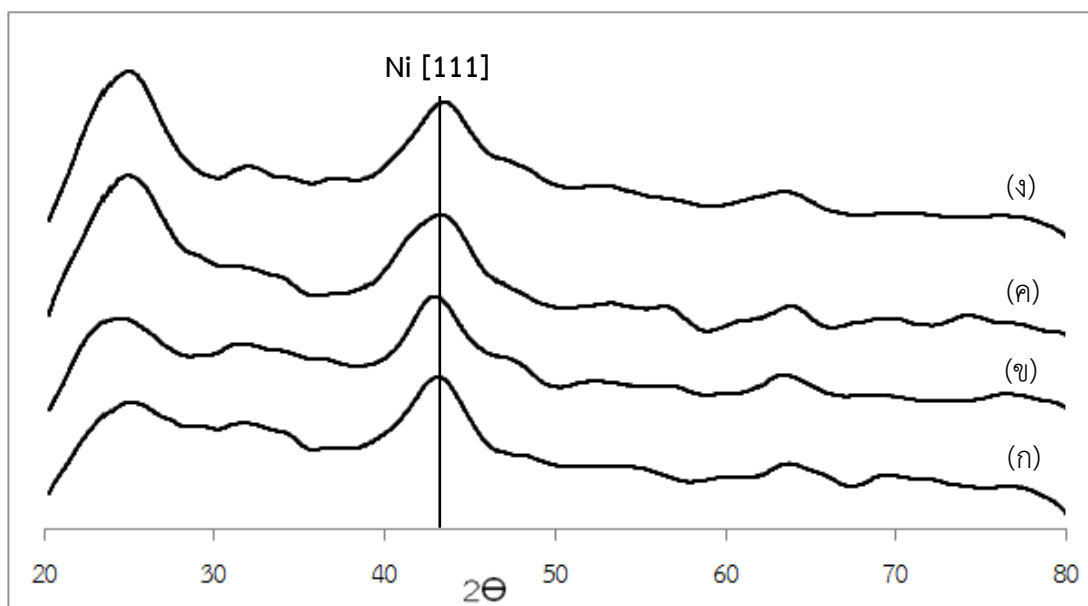
ตารางที่ 4.8 ภาพ mapping จาก SEM/EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกใน สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิล 20:1 และ 25:1

สัดส่วน เฮกซะเดซิลไตรเมทิล แอมโมเนียมโบรไมด์ต่อ นิกเกิลโดยน้ำหนัก	ภาพ mapping ของนิกเกิล	ภาพ mapping ของ แพลทินัม
20 : 1		
25 : 1		

#### 4.3 ผลของสัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน

จากการวิจัยสารเสริมเสถียรภาพทั้งสองชนิดข้างต้นแล้ว ผู้วิจัยจึงศึกษาข้อมูลเพื่อหาสารเสริมเสถียรภาพชนิดที่สาม โดยเลือกสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบเพื่อศึกษาถึงปัจจัยเกี่ยวกับประจุของสารต่อผลการทดลองที่ได้ เนื่องจากมีงานวิจัยของ Zhang และคณะ [7] พบว่าโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตส่งผลให้การสังเคราะห์โลหะนิกเกิลมีขนาดผลึกลดลง เมื่อตัวเร่งปฏิกิริยามีผลึกขนาดเล็กแล้วจะส่งผลให้มีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงด้วย นอกจากนี้โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตจัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพประจุลบและเป็นที่ยอมรับอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรม ดังนั้นจึงสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกโดยใช้โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตเป็นสารเสริมเสถียรภาพในขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนร้อยละ 2.48 โดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 ใช้อุณหภูมิการสลายตัวเท่ากับ 250 องศาเซลเซียส [68] จากภาพที่ 4.11 แสดงกราฟ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลในสัดส่วนต่างๆ โดยน้ำหนัก ตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชนิดพบพีคหลักของนิกเกิลโครงสร้าง FCC ในระนาบผลึก [111] ใกล้เคียงตำแหน่งของมุม  $2\theta$  มาตรฐานเท่ากับ 44.52 แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีโลหะนิกเกิลอยู่บนตัวรองรับคาร์บอน





**ภาพที่ 4.11** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1

จากนั้นวิเคราะห์หาขนาดผลึกจากพื้นที่ได้ฟีกที่ได้จากกราฟ XRD โดยใช้ตำแหน่งของนิกเกิลที่ระนาบผลึก [111] ดังแสดงในตารางที่ 4.9 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเพิ่มขึ้นจาก 10:1 ถึง 20:1 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้นั้นจะมีแนวโน้มลดลงจาก 4.80 เป็น 3.58 นาโนเมตร เนื่องจากเมื่อจำนวนของโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตที่เพิ่มขึ้นจะเกาะตัวระหว่างอนุภาคของนิกเกิลทำให้ช่วยยับยั้งการรวมตัวของอนุภาคนิกเกิลไม่ให้นำมารวมตัวกัน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จึงมีขนาดเล็กลง แต่เมื่อใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 25:1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดผลึกเท่ากับ 4.66 นาโนเมตร เพราะสมบัติของโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตซึ่งจัดเป็นสารพอลิเมอร์ เมื่อมีจำนวนมากจะเกิดการรวมตัวเป็นไมเซลล์ในสารละลาย [69] ทำให้จำนวนของโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตที่ไปเกาะบนโลหะนิกเกิลจะมีจำนวนลดลง ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลจึงมีขนาดใหญ่ขึ้น

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด ในภาวะที่ดีที่สุดของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนที่ใช้โซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตให้ขนาดผลึกเล็กที่สุด เนื่องจากขณะสังเคราะห์สาร นิกเกิลจะมีประจุสองบวกซึ่งสามารถรวมตัวได้ดีกับโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตที่มีโครงสร้างเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ ต่างกับพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนที่จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุและเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวก สารทั้งสองชนิดจะสร้างพันธะกับโลหะโดยการถ่ายโอนอิเล็กตรอนใช้สำหรับการยึดติดด้วยพันธะโคออร์ดิเนต โดยกระบวนการนี้โลหะจะอาศัยออร์บิทัลที่พลังงานต่ำในการร่วมสร้างพันธะ โดยธรรมชาติโมเลกุลสารอินทรีย์จะประกอบด้วยอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวหรือไพอิเล็กตรอน การดูดซับของสารประเภทนี้จะใช้อิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวในการสร้างพันธะโคออร์ดิเนตกับออร์บิทัลของโลหะที่มีพลังงานต่ำ ซึ่งมีแรงยึดเหนี่ยวกับนิกเกิลไอออนต่ำกว่าแรงที่โซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตกระทำกับนิกเกิลไอออน [46, 47] ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนที่ใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนและเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์จึงมีขนาดผลึกที่ใหญ่กว่า

**ตารางที่ 4.9** Lattice parameter ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ

สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทน (นาโนเมตร)
10 : 1	0.3607	4.80
15 : 1	0.3588	4.03
20 : 1	0.3608	3.58
25 : 1	0.3607	4.66

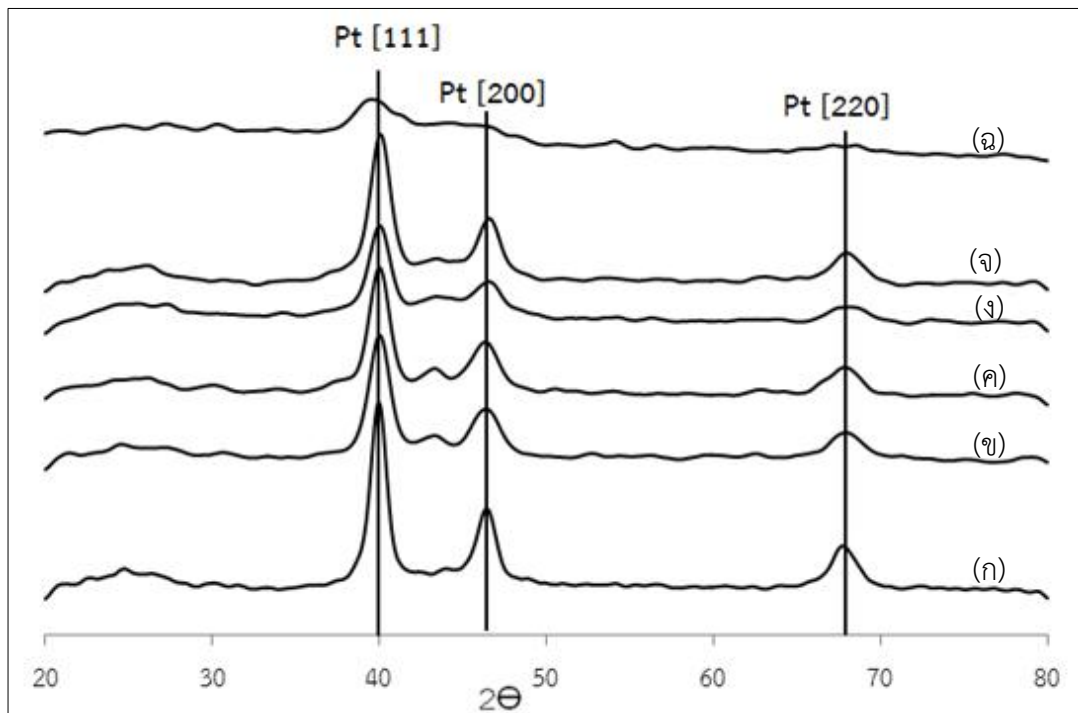
นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอนในข้างต้นไปสังเคราะห์โลหะแพลทินัมร้อยละ 17.52 ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดซึ่งใช้วิธีดักซัน ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ภาพที่ 4.12 แสดงกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแทนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชนิดที่ทดสอบปรากฏฟีกใกล้เคียงกับโลหะแพลทินัมที่ระนาบผลึก [111] [200] และ [220] ตารางที่ 4.10 แสดงการคำนวณหาขนาดผลึกจาก

ระนาบ [111] และ [220] พบว่าขนาดผลึกที่ระนาบ [111] มีขนาดใหญ่กว่าเล็กน้อยแต่ยังให้แนวโน้มไปในทางเดียวกันอาจเนื่องจากอยู่ใกล้ฟีกของคาร์บอน ขนาดผลึกที่คำนวณจึงอาจเกิดความคลาดเคลื่อน

**ตารางที่ 4.10** ขนาดผลึกของตัวเร่งตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่คำนวณจากระนาบผลึก [111] และ [220] เตรียมโดยใช้โซเดียมโตะเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

สัดส่วน โซเดียมโตะเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิล โดยน้ำหนัก	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)	
	คำนวณจากระนาบที่ [111]	คำนวณจากระนาบที่ [220]
10 : 1	6.58	5.14
15 : 1	5.94	4.47
20 : 1	5.26	4.28
25 : 1	6.50	4.92

ดังนั้นจึงเลือกคำนวณหาขนาดผลึกและ Lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยาจากแพลทินัมที่ระนาบผลึก [220] แสดงดังตารางที่ 4.11 พบว่าขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโตะเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ สอดคล้องกับขนาดผลึกนิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอน โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดผลึกนิกเกิลแกนเล็กจะส่งผลให้นิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกมีขนาดเล็กด้วย ซึ่งพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโตะเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 จะให้ขนาดผลึกเล็กที่สุดเท่ากับ 4.28 นาโนเมตร และตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชนิดมีระบบผลึกเป็นแบบ FCC เนื่องจากค่า Lattice parameter ที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับแพลทินัมโดยทั่วไป เมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอนพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือกจะมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าเช่นเดียวกับการทดลองที่ผ่านมา และเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 ทางการค้า พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้ามีขนาดผลึกที่ใหญ่กว่า



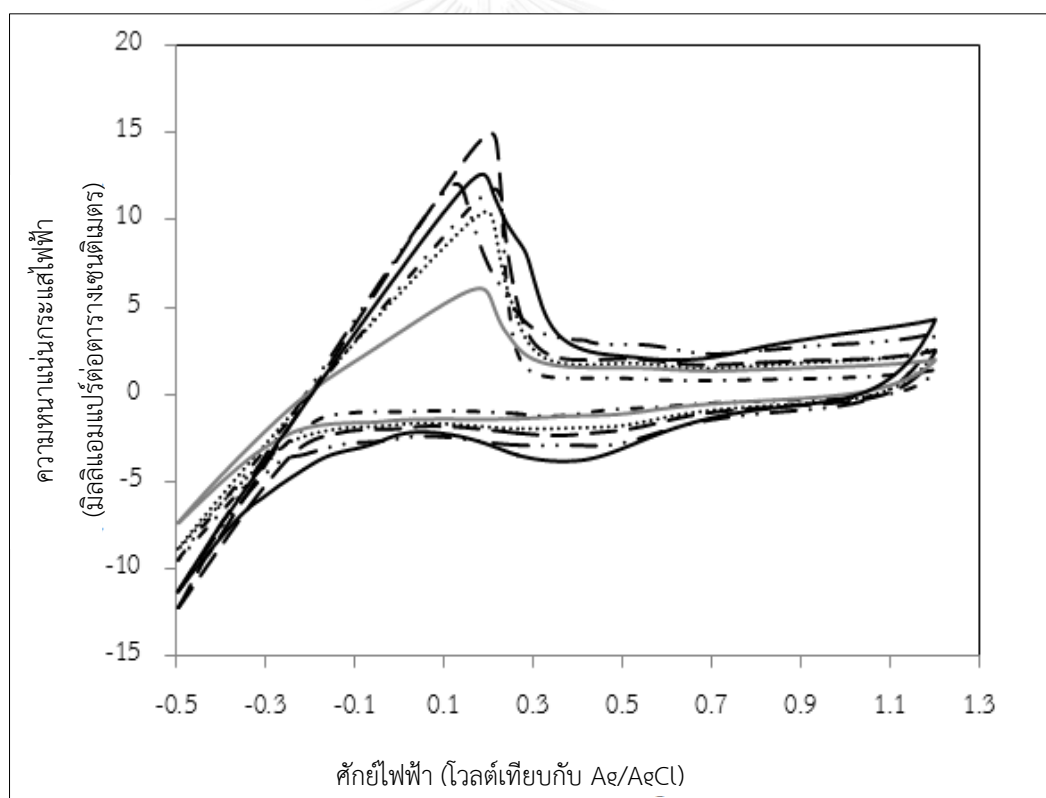
ภาพที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD (ก) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ข) 10:1 (ค) 15:1 (ง) 20:1 (จ) 25:1 และ (ฉ) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20

ตารางที่ 4.11 ขนาดผลึก Lattice parameter ร้อยละของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยา พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้โซเดียมโอดีเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

สัดส่วนโซเดียมโอดีเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก	Lattice parameter (นาโนเมตร)	ร้อยละโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา		ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก (นาโนเมตร)	พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 (ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม)
		นิกเกิล	แพลทินัม		
10 : 1	0.3904	1.50	12.98	5.14	167.82
15 : 1	0.3903	1.48	13.20	4.47	204.22
20 : 1	0.3927	1.42	13.67	4.28	238.49
25 : 1	0.3902	1.30	13.63	4.92	168.84
ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน	0.3902	-	14.91	6.69	82.29
ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมร้อยละ 20 ทางการค้า	0.3953	-	11.56	7.66	244.67

จากภาพที่ 4.13 Cyclic voltammetry (CV) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัม เปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งสามารถคำนวณหาพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ตามภาคผนวก ข. แสดงค่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาในตารางที่ 4.11 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอนุภาคขนาดเล็กจะส่งผลให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่า 20:1 จะให้ค่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงที่สุดเท่ากับ 238.49 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม ซึ่งน้อยกว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า

จากการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสามชนิด พบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาที่ได้อาจมีความคลาดเคลื่อน เนื่องจากศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้ระบบมีค่าต่ำกว่า ศักย์ไฟฟ้า 0 โวลต์เทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันของน้ำเป็นแก๊สไฮโดรเจน ดังนั้นพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาการคายซับของไฮโดรเจนจึงอาจจะมีความคลาดเคลื่อนได้บ้าง

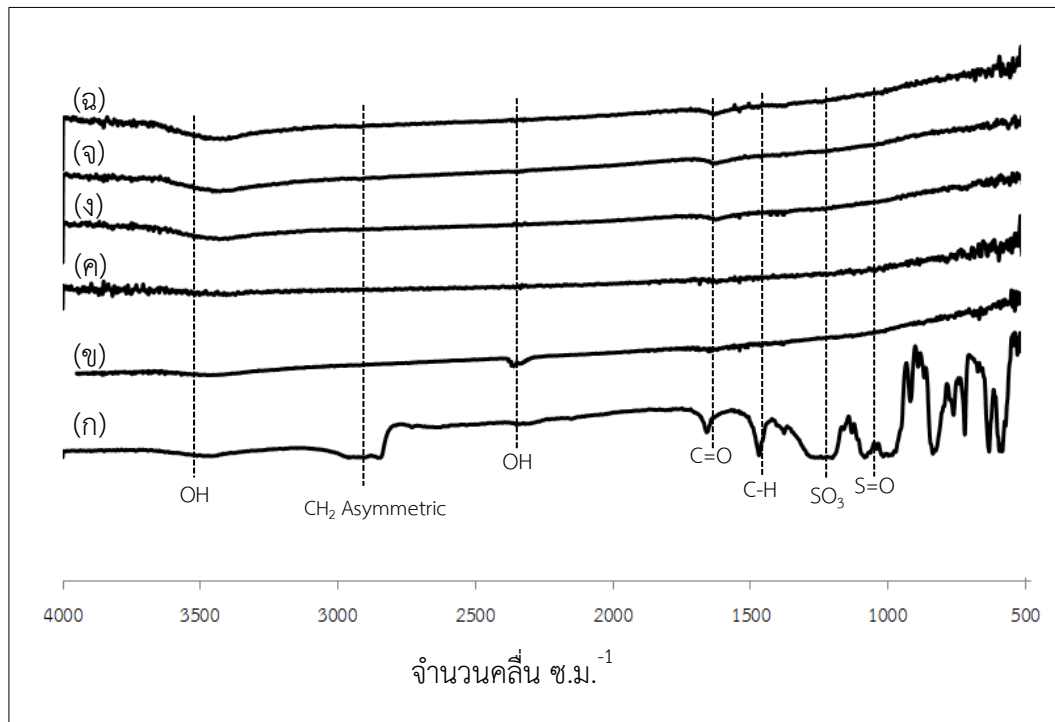


ภาพที่ 4.13 ไซคลิกโวลแทมเมตรีของ (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน (—) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า และตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (·····) 10:1 (---) 15:1 (--) 20:1 และ (-·-) 25:1

เมื่อเปรียบเทียบ Cyclic voltammetry (CV) ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิด พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดผลึกเล็กจะส่งผลให้พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูง ดังแสดงในตารางที่ 4.12 โดยเฉพาะอย่างยิ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตที่นอกจากจะมีขนาดผลึกเล็กแล้ว จากผลการทดสอบด้วยเทคนิค FTIR ในภาพที่ 4.14 ยังพบว่าฟิสิกการคงเหลือของสารมีความเข้มข้นน้อยกว่าเมื่อเทียบกับสารเสริมเสถียรภาพชนิดอื่น จึงส่งผลดีต่อตัวเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากพอลิเมอร์จะมีสมบัติยับยั้งการนำไฟฟ้า ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 มีขนาดผลึกเท่ากับ 4.29 นาโนเมตร พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาสูงถึง 238.49 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม

จากนั้นทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค EDX เพื่อหาปริมาณของโลหะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.11 พบว่าปริมาณร้อยละของโลหะนิกเกิลที่พบมีจำนวนน้อยกว่าทางทฤษฎี เช่นเดียวกับตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดแรกที่ได้ศึกษาไป [61-63] และพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตเพิ่มขึ้น ปริมาณร้อยละของนิกเกิลมีค่าลดลงเล็กน้อย เนื่องจากโซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตในสารละลายอาจไปขัดขวางการพอกพูนของนิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอนได้ โดยอาจจะเกาะบนคาร์บอนเกิดการยับยั้งการพอกพูนของของนิกเกิล

ทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค FTIR แสดงดังภาพที่ 4.14 พบว่าโซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟต ปรากฏพีกที่ตำแหน่ง 1018 1261 1475 1655 2400 2750 และ 3450 ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ S=O SO<sub>3</sub> C-H C=O OH CH<sub>2</sub> (Asymmetric) และ OH ตามลำดับ [7] กราฟเส้น (ค-ฉ) แสดงถึง ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สารโซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟตเพิ่มขึ้น พบว่าพีกแสดงเอกลักษณ์ของหมู่ฟังก์ชัน C=O มีความเข้มพีกเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณโซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟต

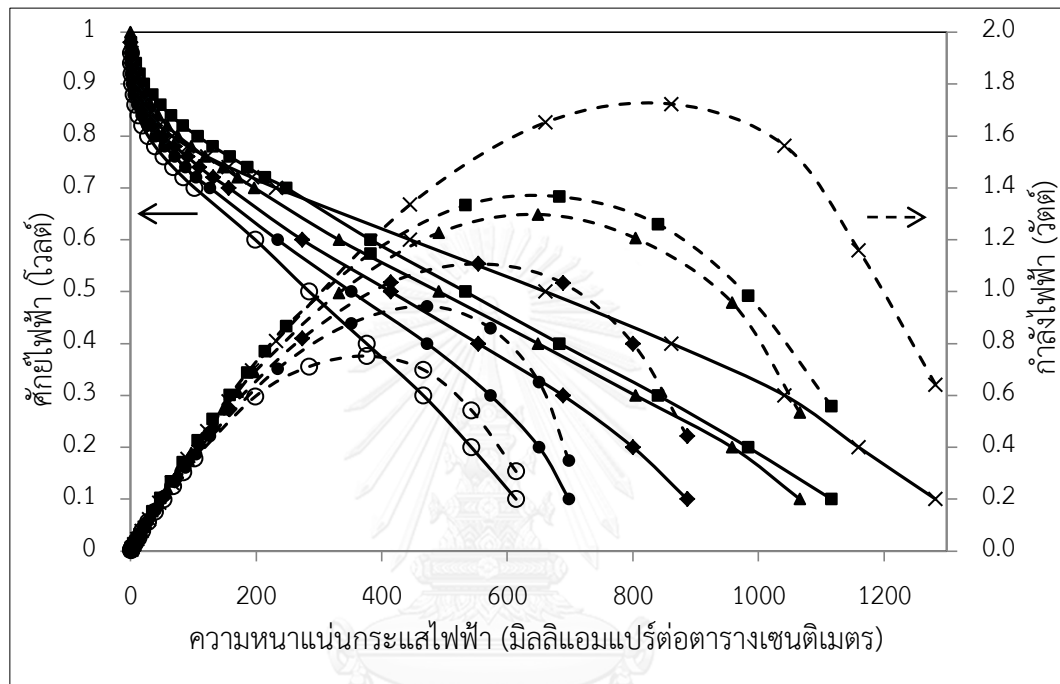


ภาพที่ 4.14 กราฟ FTIR (ก) โซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟต ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบน ตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ ดังนี้ (ข) 0:1 (ค) 10:1 (ง) 15:1 (จ) 20:1 และ (ฉ) 25:1

นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ทดสอบประสิทธิภาพในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว ผลการทดลอง แสดงดังภาพที่ 4.15 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตนีเตคซิลลิลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก เท่ากับ 20:1 ส่งผลให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพดีที่สุด โดยที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 382 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 1.147 วัตต์ ตามด้วยอัตราส่วน 15:1 25:1 และ 10:1 ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 331 269 และ 243 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร จากผลการทดลองนี้พบว่าสอดคล้องกับขนาดผลึก ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น โดยผลึกที่มีขนาดเล็กที่สุดในตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้ จะให้ความหนาแน่น ของกระแสไฟฟ้าสูงสุดด้วย จากตารางที่ 4.12 เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สารเสริม



เสถียรภาพทั้งสามชนิด โดยเปรียบเทียบกันในภาวะที่ดีที่สุดของสารแต่ละตัว พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ 20:1 จะให้ขนาดผลึกนิกเกิลและนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเล็กที่สุด ส่งผลให้มีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยามากที่สุด และสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้มากที่สุดเช่นกัน แต่สมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้ไม่แตกต่างกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้พอลิไวนิลไพร์โรลิโดนมากนักเนื่องจากขนาดผลึกที่ได้ใกล้เคียงกัน



ภาพที่ 4.15 สมรรถนะ (—) และกำลังไฟฟ้า (---) ของ (X) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (O) ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักเท่ากับ (●) 10:1 (▲) 15:1 (■) 20:1 และ (◆) 25:1

ตารางที่ 4.12 ขนาดผลึก พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิดในสัดส่วนต่างๆ

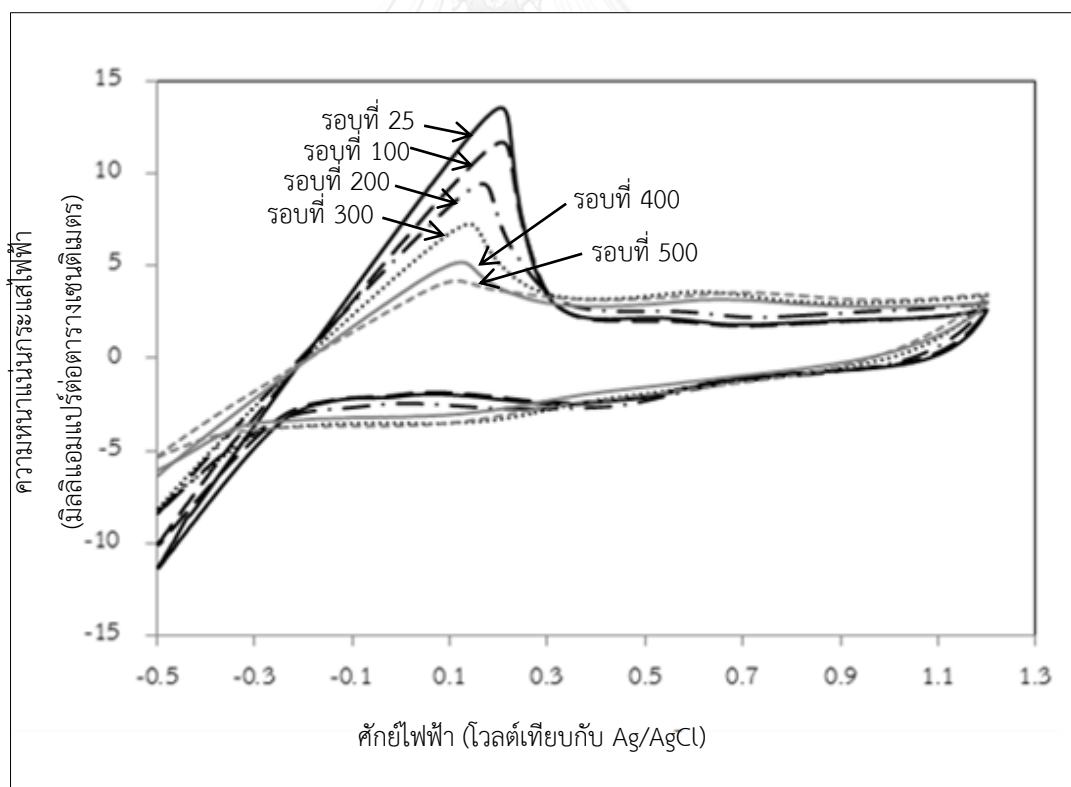
ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือก	สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อ นิกเกิลโดยน้ำหนัก	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)	พื้นที่การเกิดปฏิกิริยารอบที่ 25 (ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม)	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ (มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
ใช้พอลิไวนิลพิโรลิโดน	10:1	6.70	97.35	297
	15:1	4.39	167.82	372
	20:1	5.58	107.12	237
	25:1	6.24	105.14	231
ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์	10:1	6.63	99.28	273
	15:1	5.70	148.62	308
	20:1	5.28	152.66	344
	25:1	5.59	128.39	227
ใช้ไซเตียมโตเดคซิลซัลเฟต	10:1	5.14	167.82	243
	15:1	4.47	204.22	331
	20:1	4.28	238.49	382
	25:1	4.92	168.84	269
ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมสังเคราะห์ร้อยละ 17.52 บนตัวรองรับคาร์บอน		7.66	82.29	198
ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้าร้อยละ 20		6.69	244.67	445

นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกในภาวะที่ติดต่อสมรรถนะของสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก และโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก ทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) ที่กำลังขยาย 100,000 เท่าแสดงดัง ภาพผนวก จ. ในภาพที่ จ.1 ไม่ปรากฏลักษณะอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 3 ชนิด ได้อย่างชัดเจน อาจเนื่องมาจากกำลังขยายที่ต่ำเกินไป และข้อจำกัดเรื่องประสิทธิภาพของเครื่องมือ



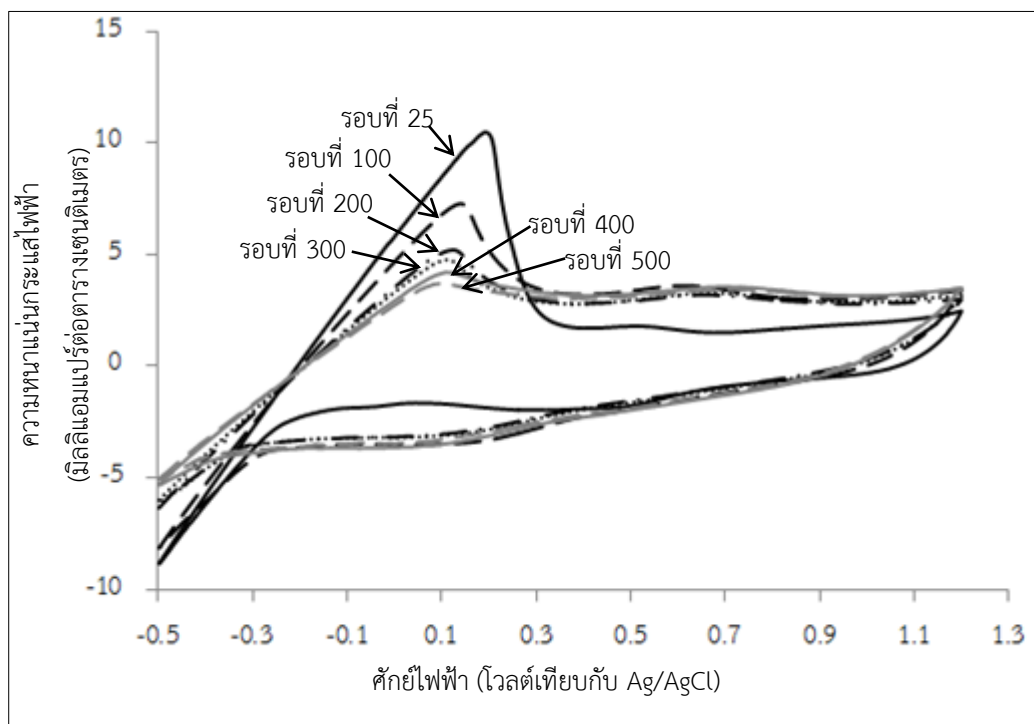
#### 4.4 การทดสอบความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคน

นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกในภาวะที่ดีที่สุดของสารเสริมเสถียรภาพแต่ละชนิดทดสอบความทนทานด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ดำเนินการในกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ป้อนศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.499 ถึง +1.2 โวลต์ ใช้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน แท่งแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าร่วมและใช้ซิลเวอร์-ซิลเวอร์คลอไรด์เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ภาพที่ 4.16 แสดงกราฟไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก จำนวนรอบที่ 25 100 200 300 400 และ 500 พบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาที่ได้มีค่าเท่ากับ 167.28 143.11 123.34 59.95 26.18 และ 12.81 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม ตามลำดับ โดยคิดเป็นร้อยละการคงเหลือของพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่ 100 ถึง 500 รอบคือ 85.27 73.49 35.72 15.06 และ 7.63 ตามลำดับ ซึ่งรอบที่ 25 เป็นรอบที่ใช้รายงานผลในหัวข้อ 4.1-4.3 เนื่องจากกราฟที่ได้จะเริ่มคงที่รอบดังกล่าว



ภาพที่ 4.16 ไซคลิกโวลแทมเมตรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก จำนวนรอบที่ ( — ) 25 ( - - ) 100 ( - · - ) 200 ( ····· ) 300 ( ——— ) 400 ( - - - - ) 500

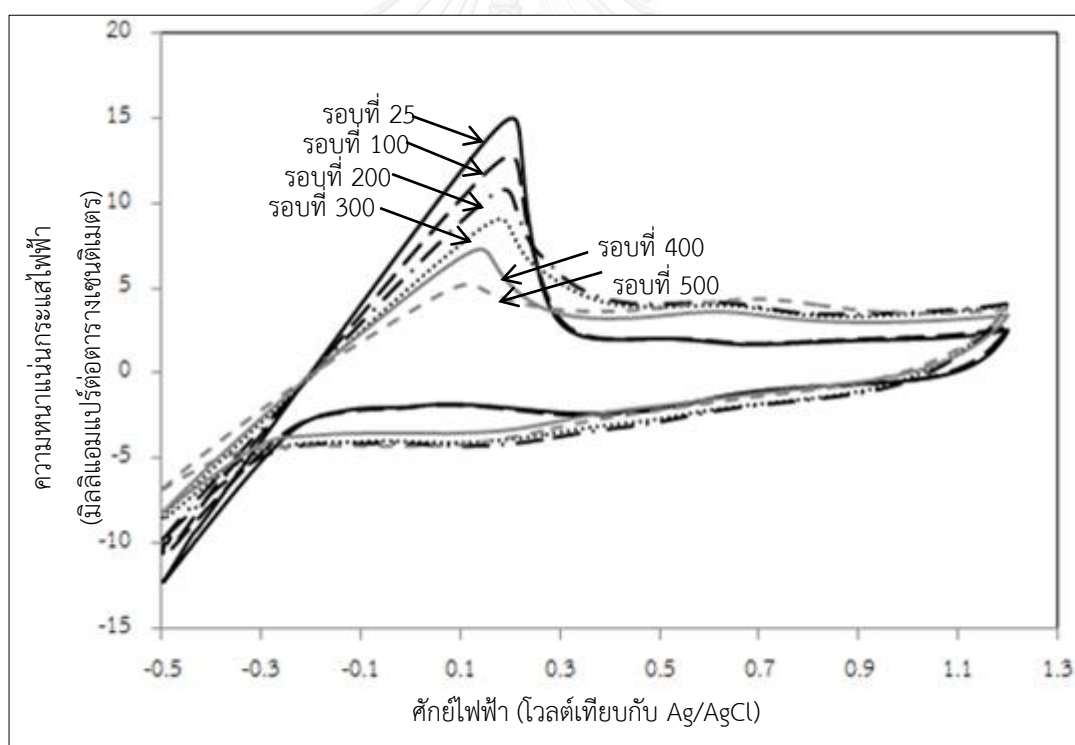
ภาพที่ 4.17 แสดงกราฟไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก พบว่าเมื่อเพิ่มจำนวนรอบจาก 25 ถึง 500 พื้นที่การเกิดปฏิกิริยาแพลทินัมที่ได้มีแนวโน้มลดลงจากรอบที่ 25 100 200 300 400 และ 500 มีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาแพลทินัมเท่ากับ 152.66 60.30 29.42 21.23 9.60 และ 4.84 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม ตามลำดับ คิดเป็นร้อยละการคงเหลือของพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาจากรอบที่ 100 ถึง 500 ได้แก่ 39.50 19.27 13.90 6.29 และ 3.17 ตามลำดับ



ภาพที่ 4.17 ไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนักจำนวนรอบที่ (—) 25 (---) 100 (- · -) 200 (·····) 300 (——) 400 (-----) 500

ภาพที่ 4.18 แสดงกราฟไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก ในจำนวนรอบที่ 25 100 200 300 400 และ 500 พบว่าพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาของแพลทินัมที่ได้เท่ากับ 238.49 190.07 109.19 73.70 41.85 และ 14.25 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม ตามลำดับ โดยคิดเป็นร้อยละการคงเหลือของพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาแพลทินัมจากรอบที่ 100 ถึงรอบที่ 500 เท่ากับ 79.69 45.78 30.90 17.55 และ 5.97 ตามลำดับ

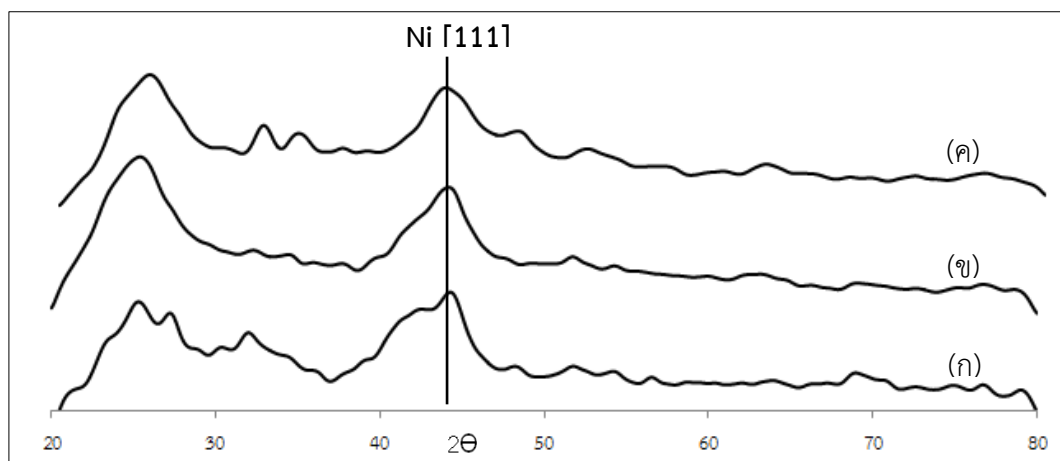
การวิเคราะห์ความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้งสามชนิดพบว่าการลดลงของพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาแพลทินัม เนื่องจากลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้มีส่วนของแกนเป็นนิกเกิลซึ่งมีค่า lattice parameter ต่ำกว่าแพลทินัมซึ่งใช้เป็นโลหะส่วนเปลือก ทำให้เกิดความดันที่บริเวณรอยต่อของโลหะส่วนแกนและเปลือกส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้เกิดการเสื่อมสภาพเร็วกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ทองเป็นโลหะส่วนแกน ซึ่งทองนั้นมีค่า lattice parameter สูงกว่านิกเกิล [70, 71]



ภาพที่ 4.18 ไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้สัดส่วนโซเดียมโตะเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนักจำนวนรอบที่ ( — ) 25 ( - - ) 100 ( - · - ) 200 ( ····· ) 300 ( — ) 400 ( - - - - ) 500

#### 4.5 การเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด โดยใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

จากผลการทดลองในข้างต้นพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโอดีเคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก ส่งผลต่อสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงที่ดีที่สุด แต่เมื่อทดสอบด้วยเทคนิค FTIR ปรากฏว่ามีการคงเหลือของโซเดียมโอดีเคซิลซัลเฟตในตัวเร่งปฏิกิริยา หัวข้อนี้จึงสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวแต่เพิ่มอุณหภูมิการสลายตัวของสารเสริมเสถียรภาพจาก 250 องศาเซลเซียส เป็น 300 องศาเซลเซียส และได้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นภาวะที่ดีที่สุดของสารชนิดนี้ โดยใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และนำไปเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก ซึ่งใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ที่ทดลองไปในข้างต้น จากภาพที่ 4.19 แสดงกราฟ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนที่ใช้สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลในอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมได้ทั้งหมดนั้นแสดงตำแหน่งพีกของนิกเกิลที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ใกล้เคียงกับระนาบผลึก [111] ยืนยันการมีโลหะนิกเกิลในตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) สัดส่วนพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 (ข) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (ค) สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1

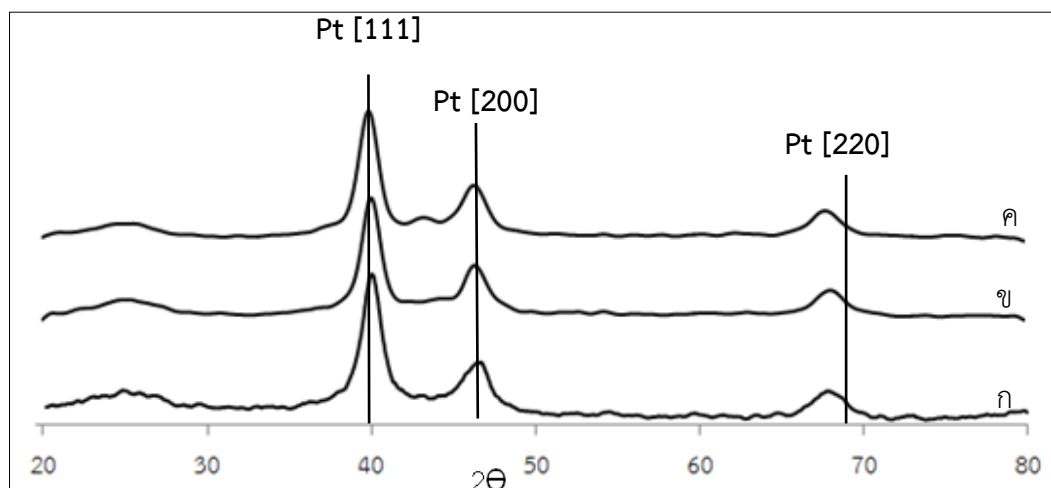
จากนั้นคำนวณหาขนาดผลึกตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนโดยใช้นิกเกิลระนาบผลึก [111] แสดงดังตารางที่ 4.13 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตในอุณหภูมิมีขนาดผลึกเท่ากับ 3.67 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส กับ 250 องศาเซลเซียส พบว่ามีตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีขนาดผลึกใหญ่ขึ้นเล็กน้อย เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะทำให้นิกเกิลเกิดการรวมตัวและมีขนาดผลึกที่ใหญ่ขึ้น



**ตารางที่ 4.13** ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสกัดส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพต่างๆ	สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน (นาโนเมตร)	
		300 องศาเซลเซียส	250 องศาเซลเซียส
พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน	15:1	3.83	-
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์	20:1	4.39	4.07
โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต	20:1	3.67	3.58

นำตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนไปสังเคราะห์ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนโดยสังเคราะห์ให้มีแพลทินัมร้อยละ 17.52 เช่นเดียวกับวิธีที่ผ่านมา ทดสอบด้วยเทคนิค XRD แสดงในภาพที่ 4.20 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนปรากฏพีกที่ระนาบผลึก [111] [200] และ [220] ซึ่งมีตำแหน่งของมุม ( $2\theta$ ) มาตรฐานเท่ากับ 39.765 46.244 และ 67.456 ตามลำดับ จากนั้นคำนวณหาขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ระนาบผลึก [220] แสดงดังตารางที่ 4.14 เปรียบเทียบในอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตมีขนาดผลึกเล็กที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนที่มีขนาดเล็กที่สุดเช่นกัน เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่ใช้อุณหภูมิ 300 และ 250 องศาเซลเซียส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีขนาดผลึกนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกใหญ่ขึ้น เนื่องจากมีขนาดผลึกของนิกเกิลที่ใหญ่ขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4.13 จึงส่งผลให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกมีขนาดผลึกใหญ่ขึ้น



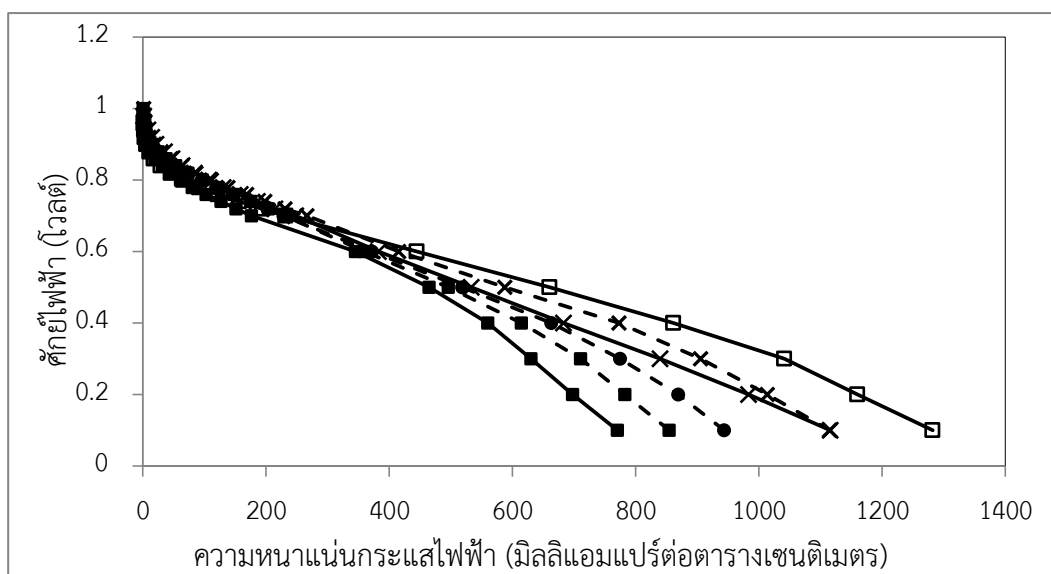
ภาพที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (ก) สัดส่วนพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 10:1 (ข) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (ค) สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1

ตารางที่ 4.14 ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพต่างๆ	สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ	ขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน (นาโนเมตร)	
		300 องศาเซลเซียส	250 องศาเซลเซียส
พอลิไวนิลพิร์โรลิโดน	15:1	4.39	-
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์	20:1	5.47	5.28
โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต	20:1	4.33	4.28

ทดสอบประสิทธิภาพในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมได้ ผลการทดลองดังภาพที่ 4.21 แสดงสมรรถนะและกำลังไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม จากตารางที่ 4.15 พบว่าที่สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 ใช้อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ส่งผลให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพดีที่สุด โดยที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 415 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และค่ากำลังไฟฟ้าเท่ากับ 1.24 วัตต์ ตามด้วยสัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 และเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 372 และ 360 ตามลำดับ

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 ดังตารางที่ 4.14 พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 300 องศาเซลเซียส แม้ว่าขนาดผลึกจะใหญ่ขึ้นเล็กน้อยแต่สมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้จะมีค่าสูงขึ้น เนื่องมาจากสารเสริมเสถียรภาพถูกกำจัดออกจากตัวเร่งปฏิกิริยามากขึ้นส่งผลต่อการนำไฟฟ้าในตัวเร่งปฏิกิริยา เห็นได้จากการลดลงในช่วงโอห์มมิกน้อยกว่าที่ 250 องศาเซลเซียส โดยยืนยันการทดสอบความต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธี Four - points probe เพื่อวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าในแนวระนาบ (Resistivity:  $\rho$ ) แสดงในตารางภาคผนวก จ. จากนั้นนำไปคำนวณค่าสภาพนำไฟฟ้า แสดงดังตารางที่ 4.16 พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 250 เป็น 300 องศาเซลเซียส สภาพนำไฟฟ้ามีค่าเพิ่มขึ้น โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตมีค่าการนำไฟฟ้าที่ได้เพิ่มขึ้นจาก 1.74 เป็น 1.80 ซีเมนต์ต่อเซนติเมตร สอดคล้องกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่มีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่สภาพนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นมากกว่าเล็กน้อย



ภาพที่ 4.21 (—) อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส (---) และอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในการกำจัดสารเสริมเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้ (●) สัดส่วนพอลิไวนิลพิร์โรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 (■) เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 (X) สัดส่วนโซเดียมโตนเตคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 และ (□) ตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า

ตารางที่ 4.15 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด ในอุณหภูมิ 250 และ 300 องศาเซลเซียส

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่ใช้สารเสริมเสถียรภาพต่างๆ	สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ 0.6 โวลต์ (มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)	
		300 องศาเซลเซียส	250 องศาเซลเซียส
พอลิไวนิลพิร์โรลิโดน	15:1	372	-
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์	20:1	360	344
โซเดียมโตนเตคซิลซัลเฟต	20:1	415	382

**ตารางที่ 4.16** สภาพนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่เตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลสัดส่วนโดยน้ำหนักในภาวะที่ดีที่สุด ในอุณหภูมิ 250 และ 300 องศาเซลเซียส

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนที่ใช้สัดส่วนสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิล	อุณหภูมิในการกำจัดสารเสริมเสถียรภาพ (องศาเซลเซียส)	สภาพนำไฟฟ้า (ซีเมนต์ต่อตารางเซนติเมตร)
พอลิไวนิลพิโรลิโดน 15:1	300	1.57±0.09
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ 20:1	250	1.22±0.07
	300	1.67±0.12
โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต 20:1	250	1.74±0.10
	300	1.80±0.13

## บทที่ 5

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพที่มีต่อสมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนโดยเตรียมนิกเกิลแกนร้อยละ 2.48 และแพลทินัมเปลือกร้อยละ 17.52 ของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด เลือกสารเสริมเสถียรภาพ 3 ชนิด ได้แก่ พอลิไวนิลพิริโรลิโดนจัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดไม่มีประจุ เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์จัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุบวกและโซเดียมโดเดซิลซัลเฟตจัดเป็นสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบ และเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของสารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก 10:1 15:1 20:1 และ 25:1 โดยใช้สารเสริมเสถียรภาพในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนด้วยวิธีพอลิออลซึ่งมีการใช้ความร้อนเพื่อกำจัดสารเสริมเสถียรภาพที่อุณหภูมิการสลายตัวของสารนั้นๆ จากนั้นใช้วิธีดักจับเพื่อสังเคราะห์โลหะแพลทินัมบนโลหะนิกเกิลแกน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาหลักแชนแกนเปลือกทุกชนิดจะมีขนาดผลึคนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนสังเคราะห์ แสดงให้เห็นว่าวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาหลักแชนแกนเปลือกจะได้ขนาดผลึกละเอียดกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาหลักแชนแกนทั่วไป เนื่องจากสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแกนเปลือกที่มีโลหะส่วนแกนทำหน้าที่รองรับโลหะส่วนเปลือก เมื่อโลหะส่วนแกนมีขนาดเล็กจะส่งผลให้การสร้างตัวของโลหะส่วนเปลือกมีขนาดเล็กด้วย เมื่อเปรียบเทียบในภาวะที่ดีที่สุดของสารเสริมเสถียรภาพทั้ง 3 ชนิด พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนวัลแคนใช้สัดส่วนโซเดียมโดเดซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก 20:1 ให้ขนาดผลึคนิกเกิลแกนเล็กที่สุดเท่ากับ 3.58 นาโนเมตร ส่งผลให้ขนาดผลึคนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเท่ากับ 4.28 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดผลึคนิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกเล็กที่สุดด้วยเช่นกัน ซึ่งผลของขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกส่งผลต่อพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาแพลทินัมและสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงที่ความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ โดยมีพื้นที่การเกิดปฏิกิริยา 238.49 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัม ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 382 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร แต่เมื่อทดสอบตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้ด้วยเทคนิค FTIR พบหมู่ฟังก์ชันซึ่งบ่งบอกถึงการคงเหลือของสารโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต อาจส่งผลกระทบต่อสภาพนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ จึงทำการทดลองโดยเพิ่มอุณหภูมิการกำจัดสารเสริมเสถียรภาพ 300 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดผลึกที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้นเล็กน้อย แต่สมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงสูงถึง 415 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร นับได้ว่าสูงที่สุดในตัวเร่งปฏิกิริยาหลักแชนแกนเปลือกในงานวิจัยนี้

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้กับตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้ามีขนาดผลึก 7.44 นาโนเมตร ซึ่งสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทุกชนิดที่ผู้วิจัยสังเคราะห์ได้ แต่เมื่อนำไปหาพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาและสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงพบว่ามีค่า 244.67 ตารางเมตรต่อกรัมแพลทินัมและ 445 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร อาจเนื่องมาจากวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างและซับซ้อนกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผู้วิจัยทดลองดังนั้นจึงส่งผลที่ดีต่อตัวเร่งปฏิกิริยานั่นเอง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากงานวิจัยนี้พบว่าสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบทำให้นิกเกิลมีขนาดผลึกเล็กที่สุดเนื่องจากสามารถเกาะตัวบนนิกเกิลไอออนได้ดี ดังนั้นควรศึกษาผลของสารเสริมเสถียรภาพชนิดประจุลบหลายชนิด โดยเลือกความแตกต่างของโครงสร้างและหมู่ฟังก์ชัน

ควรใช้คลื่นรังสีความร้อน เช่น คลื่นไมโครเวฟ ในการกำจัดสารเสริมเสถียรภาพออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากคลื่นรังสีส่งผลต่อการรวมตัวของอนุภาคไม่มากเท่าการใช้ความร้อน

ควรสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาลักษณะแกนเปลือกด้วยวิธีพอลิออลโดยใช้คลื่นเสียง เนื่องจากมีประสิทธิภาพดีกว่าวิธีพอลิออลด้วยการรีฟลัก

## รายการอ้างอิง

1. Barbir, F., *Theory and Practice*, in *PEM Fuel Cells*, F. Barbir, Editor. 2005, Academic Press: Burlington. p. xiii-xv.
2. หุ่นสม, ม., เซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็่มและการวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า, ed. 1. 2556, กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
3. Zhu, H., et al., *Combined method to prepare core-shell structured catalyst for proton exchange membrane fuel cells*. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2013. 38(8): p. 3323-3329.
4. Bayrakdar, E., T. Gürkaynak Altınçekiç, and M.A.F. Öksüzömer, *Effects of PVP on the preparation of nanosized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> supported Ni catalysts by polyol method for catalytic partial oxidation of methane*. *Fuel Processing Technology*, 2013. 110(0): p. 167-175.
5. Bhlapibul, S., K. Pruksathorn, and P. Piumsomboon, *The effect of the stabilizer on the properties of a synthetic Ni-core-Pt-shell catalyst for PEM fuel cells*. *Renewable Energy*, 2012. 41(0): p. 262-266.
6. Kim, J.W., et al., *Effects of stabilizers on the synthesis of Pt<sub>3</sub>Cox/C electrocatalysts for oxygen reduction*. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2011. 36(19): p. 12088-12095.
7. Zhang, X., et al., *Modifying effects of polyethylene glycols and sodium dodecyl sulfate on synthesis of Ni nanocrystals in 1,2-propanediol*. *Applied Surface Science*, 2006. 252(23): p. 8067-8072.
8. Li, X., L. Fields, and G. Way, *Principles of fuel cells*. *Platinum Metals Rev*, 2006. 50(4): p. 200-1.
9. Zhang, J., *PEM fuel cell electrocatalysts and catalyst layers: fundamentals and applications*. 2008: Springer.
10. Mikkola., H., *Modification to A PEM Fuel cell Stack*, in *Department of Engineering Physics and Mathematics*. 2000, Helsinki University of Technology.
11. O'Hayre, R.P., et al., *Fuel cell fundamentals*. 2006.



12. Mehta, V. and J.S. Cooper, *Review and analysis of PEM fuel cell design and manufacturing*. Journal of Power Sources, 2003. 114(1): p. 32-53.
13. Russell, J.B., *Investigation of the Effect of Catalyst Layer Composition on the Performance of PEM Fuel Cells*. 2003, Virginia Polytechnic Institute and State University.
14. JE Seung, N.D., Jung Min Hwang, Sang Deuk Lee, Honggon Kim, Hyunjoo Lee, *Polymer electrolyte membrane for fuel cells*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2006. 12: p. 175-183.
15. Barbir, F., J. Braun, and J. Neutzler, *Properties of molded graphite bi-polar plates for PEM fuel cell stacks*. Journal of New Materials for Electrochemical Systems, 1999. 2: p. 197-200.
16. Jeon, D., et al., *The effect of serpentine flow-field designs on PEM fuel cell performance*. International journal of hydrogen energy, 2008. 33(3): p. 1052-1066.
17. Quincy, K., Kurek, E.H., Karek, K.H., *Principles of High Performance Membrane Electrode Assembly Fabrication*. 2007, D.o.S.W.P. Institute.
18. Jia, S. and H. Liu, *Cold pre-compression of membrane electrode assembly for PEM fuel cells*. International Journal of Hydrogen Energy, 2012. 37(18): p. 13674-13680.
19. Wolf Vielstich, A.L., Hubert A. Gasteiger,, *Handbook of fuel cells - Fundamentals, Technology and Applications*. Fundamentals and survey of systems. Vol. 1. 2003, New York: John Wiley & Sons.
20. Haile, S.M., *Fuel cell materials and components*. Acta Materialia, 2003. 51(19): p. 5981-6000.
21. กฤตยาสกุล, อ., การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าฐานทองสำหรับออกซิเจนรีดักชันในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเซลล์, in ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์. 2548, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
22. โทธรรัตน์, ป., ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันพืชบนตัวเร่งปฏิกิริยาออกไซด์ผสมชนิดเบส, in ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์. 2550, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
23. อัครทิวา, ส., ความรู้พื้นฐานทางวิศวกรรมของปฏิกิริยาเชิงเร่ง. 2546, สำนักพิมพ์ท็อป: กรุงเทพฯ.

24. วิทยาคุณ, จ., การเร่งปฏิกิริยา: พื้นฐานการประยุกต์. 2547, กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.
25. เรืองพรวิสุทธิ, ว., คัดตะไลซิสแบบเฮทเทอโรจีเนียส-หลักทฤษฎีและการประยุกต์. 2534, กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
26. Geus, J., *Production and Thermal Pretreatment of Supported Catalysts*. Studies in Surface Science and Catalysis, 1983. 16: p. 1-33.
27. Schlesinger, M. and M. Paunovic, *Modern electroplating*. Vol. 55. 2011: John Wiley & Sons.
28. Xi, J., et al., *Facile approach to enhance the Pt utilization and CO-tolerance of Pt/C catalysts by physically mixing with transition-metal oxide nanoparticles*. Chemical Communications, 2007(16): p. 1656-1658.
29. Lin, R., et al., *Synthesis and application of core-shell Co@Pt/C electrocatalysts for proton exchange membrane fuel cells*. Journal of Power Sources, 2013. 223(0): p. 190-198.
30. Yang, Z., et al., *First-principles study on the Ni@Pt<sub>12</sub> Ih core-shell nanoparticles: A good catalyst for oxygen reduction reaction*. Physics Letters A, 2011. 375(35): p. 3142-3148.
31. Inaba, M., et al., *Effect of Core Size on Activity and Durability of Pt Core-Shell Catalysts for PEFCs*. ECS Transactions, 2010. 33(1): p. 231-238.
32. Matin, M.A., J.-H. Jang, and Y.-U. Kwon, *One-pot sonication-assisted polyol synthesis of trimetallic core-shell (Pd, Co)@Pt nanoparticles for enhanced electrocatalysis*. International Journal of Hydrogen Energy, 2014. 39(8): p. 3710-3718.
33. Yang, X., et al., *Carbon-supported Ni<sub>1-x</sub>@Pt<sub>x</sub> (x = 0.32, 0.43, 0.60, 0.67, and 0.80) core-shell nanoparticles as catalysts for hydrogen generation from hydrolysis of ammonia borane*. International Journal of Hydrogen Energy, 2011. 36(3): p. 1984-1990.
34. Lee, E., et al., *One-step sonochemical syntheses of Ni@Pt core-shell nanoparticles with controlled shape and shell thickness for fuel cell electrocatalyst*. Ultrasonics Sonochemistry, 2014. 21(1): p. 317-323.

35. Jang, J.-H., C. Pak, and Y.-U. Kwon, *Ultrasound-assisted polyol synthesis and electrocatalytic characterization of Pd<sub>x</sub>Co alloy and core-shell nanoparticles*. *Journal of Power Sources*, 2012. 201(0): p. 179-183.
36. Perkas, N., et al., *Sonochemically prepared high dispersed Ru/TiO<sub>2</sub> mesoporous catalyst for partial oxidation of methane to syngas*. *Catalysis letters*, 2005. 103(1-2): p. 9-14.
37. J.J. Sheng, *Enhanced Oil Recovery Field Case Studies*. Chapter 5 - Surfactant-Polymer Flooding. 2013, Boston: Gulf Professional Publishing.
38. Hubertus Foltmann, A.Q., *Polyvinylpyrrolidone (PVP) - One of the Most Widely Used Excipients in Pharmaceuticals. An Overview*. *Drug Delivery Technology*, 2008. 8(6): p. 22-27.
39. Chou, K.-S. and Y.-S. Lai, *Effect of polyvinyl pyrrolidone molecular weights on the formation of nanosized silver colloids*. *Materials Chemistry and Physics*, 2004. 83(1): p. 82-88.
40. Couto, G.G., et al., *Nickel nanoparticles obtained by a modified polyol process: Synthesis, characterization, and magnetic properties*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2007. 311(2): p. 461-468.
41. Riisager, A. and B.E. Hanson, *CTAB micelles and the hydroformylation of octene with rhodium/TPPTS catalysts: Evidence for the interaction of TPPTS with micelle surfaces*. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 2002. 189(2): p. 195-202.
42. Li, X., et al., *Facile synthesis of silver nanoparticles with high concentration via a CTAB-induced silver mirror reaction*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2012. 400(0): p. 73-79.
43. Zargar, B., H. Parham, and A. Hatamie, *Modified iron oxide nanoparticles as solid phase extractor for spectrophotometric determination and separation of basic fuchsin*. *Talanta*, 2009. 77(4): p. 1328-1331.
44. Kakaei, K. and H. Gharibi, *Palladium nanoparticle catalysts synthesis on graphene in sodium dodecyl sulfate for oxygen reduction reaction*. *Energy*, 2014. 65(0): p. 166-171.

45. Lavergne, A., et al., *Synthesis and foaming properties of new anionic surfactants based on a renewable building block: Sodium dodecyl isosorbide sulfates*. Journal of Colloid and Interface Science, 2011. 360(2): p. 645-653.
46. ปิ่นทอง, ร., การดูดซับสารละลายสีย้อมโดยใช้ต้นข้าวโพดและต้นมันสำปะหลัง, in สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์. 2543, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
47. Rahman, S., et al., *Sarkosyl is a good regeneration reagent for studies on vacuolar-type ATPase subunit interactions in Biacore experiments*. Analytical biochemistry, 2011. 418(2): p. 301-303.
48. Fu, X.-Z., et al., *Pt-rich shell coated Ni nanoparticles as catalysts for methanol electro-oxidation in alkaline media*. Catalysis Communications, 2009. 10(14): p. 1893-1897.
49. กาญจนรชตะ, ณ., การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/รูทีเนียมรองรับบนคาร์บอนด้วยการพอกพูนโดยไม่ใช้ไฟฟ้าในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ล, in ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์. 2554, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
50. Bhtapibul, S., *PREPARATION OF Nicore – Pt ALLOYshell CATALYSTS FOR PEM FUEL CELL*, in Department of Chemical Technology. 2012, Chulalongkorn University.
51. Niranjana, K.M. and N.M. Badiger, *K shell parameters of some lanthanide elements using bremsstrahlung*. Radiation Physics and Chemistry, 2015. 107(0): p. 59-64.
52. Godínez-Salomón, F., M. Hallen-López, and O. Solorza-Feria, *Enhanced electroactivity for the oxygen reduction on Ni@Pt core-shell nanocatalysts*. International Journal of Hydrogen Energy, 2012. 37(19): p. 14902-14910.
53. Song, Z., et al., *Oxidation of amorphous Ni-Zr alloys studied by XPS, UPS, ISS and XRD*. Applied Surface Science, 1998. 134(1-4): p. 31-38.
54. ธนศิลป์, ศ., การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมแพลเลเดียม/คาร์บอนเคลือบบนเมมเบรนสำหรับการรีดิวซ์ออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงฟิวเอ็ล, in ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์. 2552, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
55. K. M. A. Haque<sup>1</sup>, M.S.H., S. S. Alam, S. M. S. Islam, *Synthesis of nano-nickel by a wet chemical reduction method in the presence of surfactant (SDS) and a*

- polymer (PVP)*. African Journal of Pure and Applied Chemistry, 2010. 4(5): p. 58-63.
56. Ma, Y., et al., *High active PtAu/C catalyst with core-shell structure for oxygen reduction reaction*. Catalysis Communications, 2010. 11(5): p. 434-437.
  57. Owen, S.C., D.P. Chan, and M.S. Shoichet, *Polymeric micelle stability*. Nano Today, 2012. 7(1): p. 53-65.
  58. Lee, P.S., et al., *In situ XRD analysis of Ni (Pt)/Si (100) reactions in low temperature regimes  $\leq 400^\circ$  C*. Solid state communications, 2003. 128(9): p. 325-328.
  59. dos Santos, L., F. Colmati, and E.R. Gonzalez, *Preparation and characterization of supported Pt-Ru catalysts with a high Ru content*. Journal of Power Sources, 2006. 159(2): p. 869-877.
  60. Herrero, E., K. Franaszczuk, and A. Wieckowski, *Electrochemistry of methanol at low index crystal planes of platinum: an integrated voltammetric and chronoamperometric study*. The Journal of Physical Chemistry, 1994. 98(19): p. 5074-5083.
  61. Zheng, N., J. Fan, and G.D. Stucky, *One-step one-phase synthesis of monodisperse noble-metallic nanoparticles and their colloidal crystals*. Journal of the American Chemical Society, 2006. 128(20): p. 6550-6551.
  62. Antolini, E., et al., *Preparation of carbon supported binary Pt-M alloy catalysts (M= first row transition metals) by low/medium temperature methods*. Materials chemistry and physics, 2007. 101(2): p. 395-403.
  63. Liu, H. and A. Manthiram, *Controlled synthesis and characterization of carbon-supported Pd 4 Co nanoalloy electrocatalysts for oxygen reduction reaction in fuel cells*. Energy & Environmental Science, 2009. 2(1): p. 124-132.
  64. Ngene, P., et al., *The role of Ni in increasing the reversibility of the hydrogen release from nanoconfined LiBH<sub>4</sub>*. Faraday Discussions, 2011. 151(0): p. 47-58.
  65. Zhang J, L.F., Shao MH, Sasaki K, Wang JX, Hanson J, Adzic RR., *Platinum monolayer on nonnoble metal-noble metal core-shell nanoparticle electrocatalysts for O<sub>2</sub> reduction*. Phys Chem B., 2005 109(48): p. 22701-22704.

66. ชัยศุภกิจสินธ์, ม., เคมีพอลิเมอร์. 2546., กรุงเทพฯ: ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
67. Xue, W., et al., *FTIR investigation of CTAB-Al-montmorillonite complexes*. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2007. 67(3): p. 1030-1036.
68. François Ganachaud, S.B., Bruno Boury,, *Silicon Based Polymers. Advances in Synthesis and Supramolecular Organization*. 2008, New jersey: Springer science.
69. Penfold, J., et al., *Structure and composition of mixed surfactant micelles of sodium dodecyl sulfate and hexaethylene glycol monododecyl ether and of hexadecyltrimethylammonium bromide and hexaethylene glycol monododecyl ether*. The Journal of Physical Chemistry B, 1999. 103(25): p. 5204-5211.
70. Güvenatam, B., et al., *Hollow core mesoporous shell carbon supported Pt electrocatalysts with high Pt loading for PEMFCs*. International Journal of Hydrogen Energy, 2012. 37(2): p. 1865-1874.
71. Koh, J.-H., et al., *Design and synthesis of degradation-resistant core-shell catalysts for proton exchange membrane fuel cells*. Journal of Power Sources, 2014. 261(0): p. 271-277.
72. Guo, J., et al., *Preparation and characterization of a PtRu/C nanocatalyst for direct methanol fuel cells*. Electrochimica Acta, 2005. 51(4): p. 754-763.
73. Sethuraman, V.A., et al., *Importance of catalyst stability vis-à-vis hydrogen peroxide formation rates in PEM fuel cell electrodes*. Electrochimica Acta, 2009. 54(23): p. 5571-5582.

## ภาคผนวก

### ภาคผนวก ก การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค X-rays diffraction (XRD)

การคำนวณหาขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถคำนวณได้จากสมการ ก.1 ของ Debye-Scherrer ดังนี้ [49]

$$L_{220} = \frac{0.9\lambda_{k\alpha 1}}{B_{2\theta} \cos \theta_{\max}} \quad (\text{ก.1})$$

โดย  $L_{220}$  คือ ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ระนาบผลึก [220] (นาโนเมตร)

$\lambda_{k\alpha 1}$  คือ ความยาวคลื่นของ X-rays มีค่าเท่ากับ 0.154056 นาโนเมตร

$\beta_{2\theta}$  คือ ความกว้างที่ความเข้มครึ่งหนึ่งของพีกแพลทินัม [220] (เรเดียน)

$\theta_{\max}$  คือ มุม Bragg ของการสะท้อนของรังสี (เรเดียน)

ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-rays diffraction (XRD) นั้น จะพบว่า ค่าของ  $\beta_{2\theta}$  และค่า  $\theta_{\max}$  จะมีค่าอยู่ในหน่วยขององศา ดังนั้นจึงต้องทำการเปลี่ยนค่าให้อยู่ในหน่วยเรเดียน ดังสมการ (ก.2)

$$\text{Rad} = \frac{\text{Deg} \times \pi}{180} \quad (\text{ก.2})$$

โดย Rad คือ ค่าในหน่วยเรเดียน

Deg คือ ค่าในหน่วยองศา

ค่า lattice parameter (a) คำนวณได้จากสมการ (ก.3) [72]

$$a = \frac{\lambda_{k\alpha 1} (h^2 + k^2 + l^2)}{2 \sin \theta_{hkl}} \quad (\text{ก.3})$$

โดย  $a$  คือ ค่า lattice parameter  
 $\lambda_{\alpha 1}$  คือ ความยาวคลื่นของ X-rays มีค่าเท่ากับ 0.154056 นาโนเมตร  
 $\theta_{hkl}$  คือ มุม Bragg ของการสะท้อนของรังสี (เรเดียน)

ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้โซเดียมโตนเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วน 20:1 โดยน้ำหนัก จำนวนที่พีกระนาบ [220] ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 67.456 (0.588122 เรเดียน) และ FWHM เท่ากับ 2.227 (0.038849 เรเดียน)

$$L_{220} = \frac{0.9(0.154056)}{(0.038849) \cos(0.588122)}$$

$$L_{220} = 4.28 \text{ นาโนเมตร}$$

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกที่เตรียมโดยใช้โซเดียมโตนเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลสัดส่วน 20:1 โดยน้ำหนัก จำนวนที่พีกระนาบ [220] ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 67.456 (0.588122 เรเดียน) และ  $(h^2+k^2+l^2) = (2^2+2^2+0^2)$

$$a = \frac{(0.154056)(8)}{2 \sin(0.588122)}$$

$$a = 0.39271 \text{ นาโนเมตร}$$



ในบทที่ 4 หัวข้อ 4.1–4.3 ได้รายงานขนาดผลึกและค่า lattice parameter ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนและตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยตารางที่ ก.1 และ ก.2 แสดงข้อมูลที่ได้จากเทคนิค XRD ที่นำมาคำนวณ

**ตารางที่ ก.1** ข้อมูลจากเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนเตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักร้อยละต่างๆ		$2\theta$ ที่ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)	FWHM ที่ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)
พอลิไวนิลพิโรลิโดน	10 : 1	44.46	1.556
	15 : 1	44.42	2.238
	20 : 1	44.48	1.875
	25 : 1	44.46	1.556
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม	10 : 1	43.32	1.857
	15 : 1	43.39	2.014
	20 : 1	43.44	2.102
	25 : 1	43.34	1.821
โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต	10 : 1	43.52	1.781
	15 : 1	43.68	2.11
	20 : 1	43.42	2.376
	25 : 1	43.44	1.832

ตารางที่ ก.2 ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของ  
ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับ คาร์บอนเตรียมโดยใช้สารเสริม เสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก ต่างๆ	$2\theta$ ที่ ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)	FWHM ที่ ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)	$2\theta$ ที่ ตำแหน่ง [220] (ดีกรี)	FWHM ที่ ตำแหน่ง [220] (ดีกรี)	
พอลิไวนิลพิรโรล โดน	10 : 1	40.10	1.224	67.88	1.43
	15 : 1	39.95	1.527	67.78	2.179
	20 : 1	39.97	1.306	67.79	1.718
	25 : 1	40.04	1.292	67.53	1.532
เฮกซะเดซิลไตร เมทิล แอมโมเนียม	10 : 1	39.86	1.104	67.85	1.445
	15 : 1	39.96	1.21	67.96	1.682
	20 : 1	39.94	1.35	67.99	1.814
	25 : 1	39.98	1.29	67.80	1.713
โซเดียมโดเดคซิล ซัลเฟต	10 : 1	39.824	1.278	67.878	1.863
	15 : 1	39.94	1.412	67.9	2.14
	20 : 1	39.728	1.606	67.428	2.227
	25 : 1	39.977	1.311	67.92	1.946

ในหัวข้อที่ 4.5 นั้นเป็นการเลือกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมและ โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟตในภาวะที่ส่งผลดีที่สุดต่อสมรรถนะทางเซลล์เชื้อเพลิงมาสังเคราะห์โดยใช้ อุณหภูมิการสลายตัวของสารเสริมเสถียรภาพ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเท่ากับอุณหภูมิการสลายตัวของ พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาทดสอบด้วยเทคนิค XRD ซึ่งมีข้อมูลดังตารางที่ ก.3 และ ก.4

**ตารางที่ ก.3** ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนบนตัวรองรับคาร์บอนเตรียม โดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ		$2\theta$ ที่ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)	FWHM ที่ ตำแหน่ง [111] (ดีกรี)
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม	20 : 1	44.18	1.95
โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟต	20 : 1	44.48	2.382

**ตารางที่ ก.4** ข้อมูลจากเทคนิค XRD เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกและ ค่า lattice parameter ของ ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัว รองรับคาร์บอนเตรียมโดยใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อนิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ		$2\theta$ ที่ตำแหน่ง [220] (ดีกรี)	FWHM ที่ ตำแหน่ง [220] (ดีกรี)
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม	20 : 1	67.365	1.748
โซเดียมโตะเดคซิลซัลเฟต	20 : 1	67.849	2.208

## ภาคผนวก ข การหาพื้นที่ผิวของอิเล็กโทรดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

### (Cyclic voltammetry, CV)

การคำนวณหาพื้นที่ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าที่ได้จากการทดลองจะนำกราฟไซคลิกโวลแทมเมตรีที่ได้มาคำนวณหาพื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยา โดยเริ่มจากการคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟไซคลิกโวลแทมเมตรีในช่วงที่เกิดการคายสับแก๊สไฮโดรเจน ทำการอินทิเกรตพื้นที่ใต้กราฟเพื่อหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) ในหน่วยคูลอมบ์ (C) และนำค่าประจุไฟฟ้าที่ได้ไปคำนวณหาค่า ESA ตามสมการ ข.1 [73]

$$ESA = \frac{A}{A_s \times C_{Pt} \times C_L} \quad (\text{ข.1})$$

- โดย ESA คือ พื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า  
(ตารางเมตรของแพลทินัมต่อกรัมของแพลทินัม)
- A คือ พื้นที่ใต้กราฟไซคลิกโวลแทมเมตรี (คูลอมบ์)
- $A_s$  คือ พื้นที่ของขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบ (ตารางเมตร)
- $C_{Pt}$  คือ ความหนาแน่นของประจุไฟฟ้าของแพลทินัมซึ่งมีค่าเท่ากับ 2.10 คูลอมบ์ต่อตารางเมตรของแพลทินัม
- $C_L$  คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งในที่นี้คือแพลทินัม (กรัมของแพลทินัมต่อตารางเมตร)

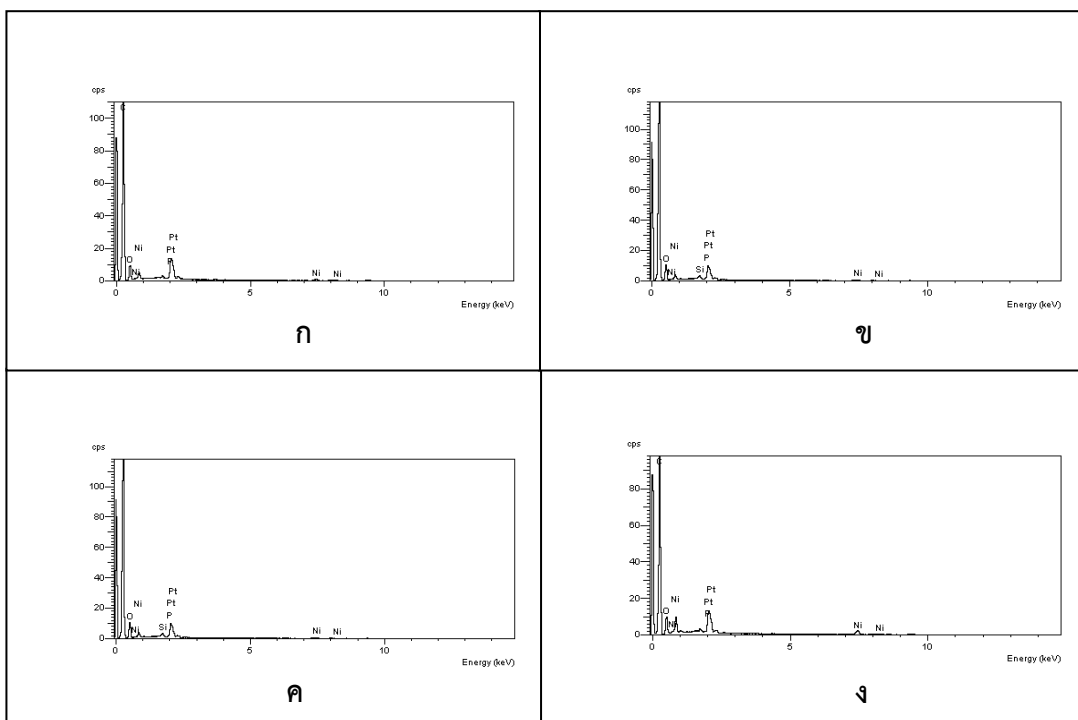
ในงานวิจัยนี้ใช้พื้นที่ขั้วไฟฟ้าในการทดสอบเท่ากับ  $7.85 \times 10^{-5}$  ตารางเมตร โดยมีข้อมูลพื้นที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดดังตารางที่ ข.1

ตารางที่ ข.1 ข้อมูลจากเทคนิค CV ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

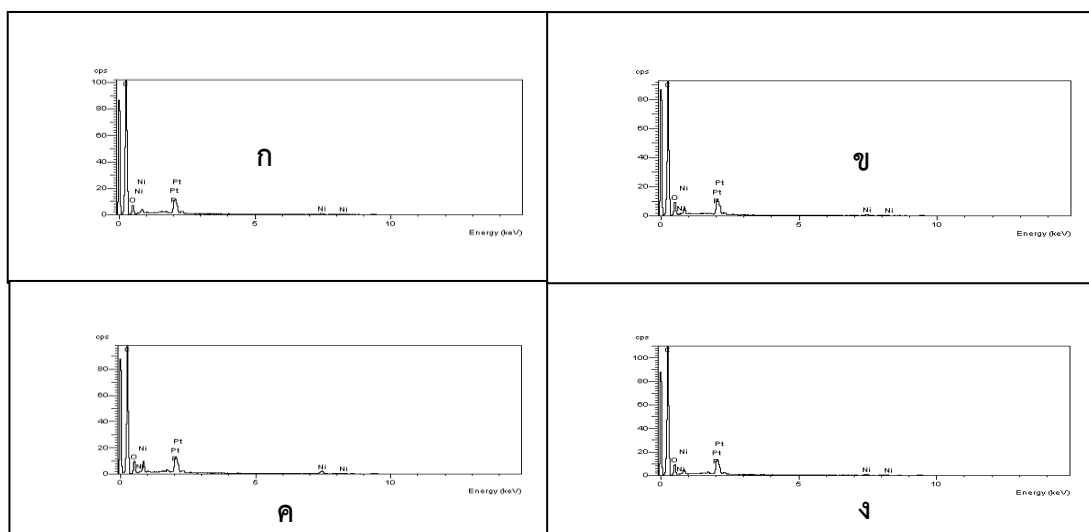
ตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกน แพลทินัมเปลือกบนตัว รองรับคาร์บอนเตรียมโดย ใช้สารเสริมเสถียรภาพต่อ นิกเกิลโดยน้ำหนักต่างๆ		พื้นที่ใต้กราฟไซคลิกโวลแทมเมตรี $\times 10^{-2}$ (คูมอมป์)					
		รอบที่ 25	รอบที่ 100	รอบที่ 200	รอบที่ 300	รอบที่ 400	รอบที่ 500
พอลิไวนิล พิโรลิโดน	10 : 1	3.04	-	-	-	-	-
	15 : 1	11.1	9.35	6.10	2.97	1.30	0.634
	20 : 1	7.35	-	-	-	-	-
	25 : 1	5.20	-	-	-	-	-
เฮกซะเดซิล ไตรเมทิล แอมโมเนียม	10 : 1	4.90	-	-	-	-	-
	15 : 1	7.35	-	-	-	-	-
	20 : 1	7.55	2.98	1.46	1.05	0.475	0.240
	25 : 1	6.35	-	-	-	-	-
โซเดียมโด เดคซิล ซัลเฟต	10 : 1	8.30	-	-	-	-	-
	15 : 1	10.1	-	-	-	-	-
	20 : 1	13.2	9.40	5.40	3.65	2.07	0.705
	25 : 1	8.35	-	-	-	-	-

ภาคผนวก ค การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด  
(Scanning Electron microscopy, SEM /Energy dispersive X-ray diffraction, EDX)

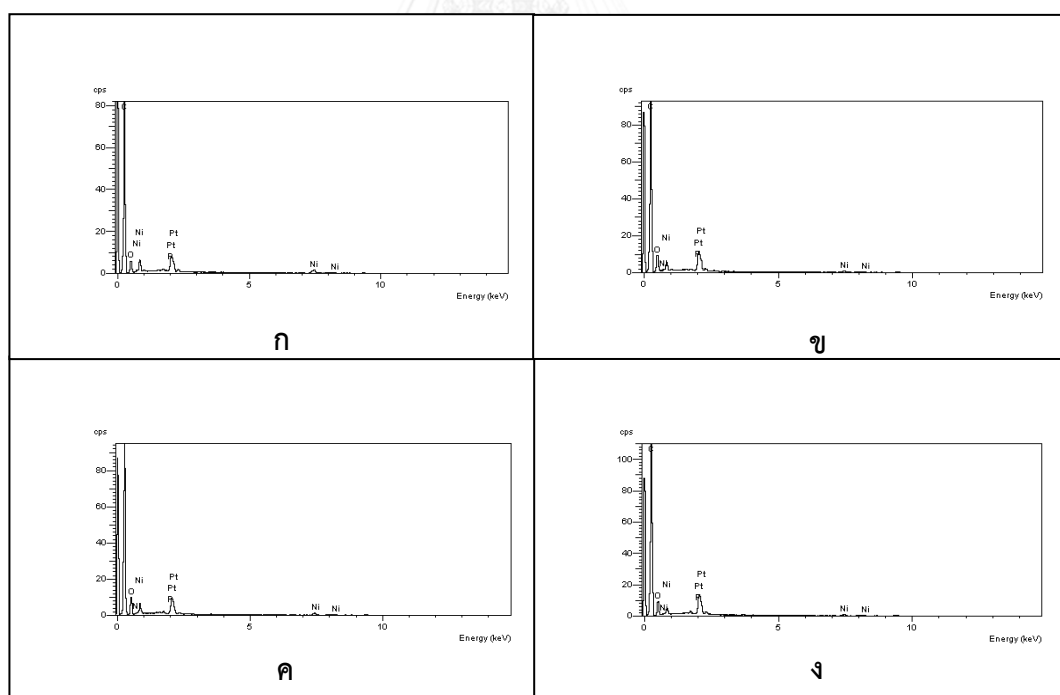
ในงานวิจัยนี้ได้นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทดสอบด้วยเทคนิค SEM-EDX เพื่อหาปริมาณร้อยละของโลหะและการกระจายตัวของโลหะบนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยแสดงกราฟสเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุดังต่อไปนี้



ภาพที่ ค.1 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค Energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDX) ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1

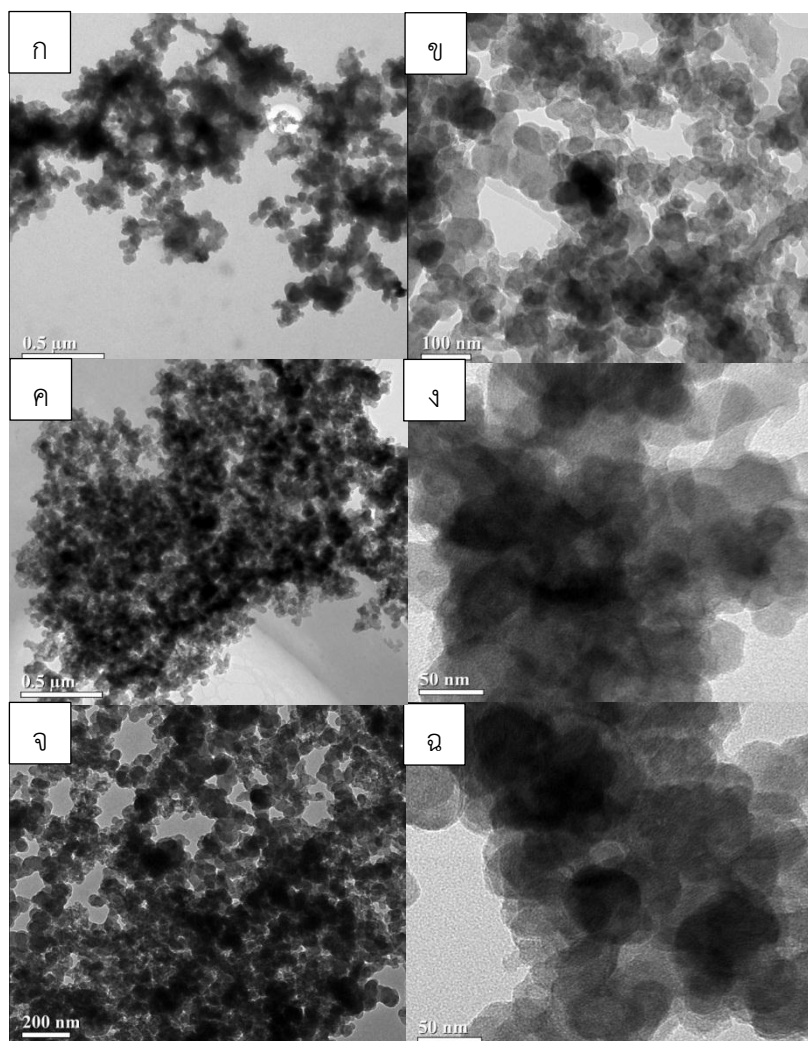


ภาพที่ ค.2 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัม เปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1



ภาพที่ ค.3 สเปกตรัมในการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDX ของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัม เปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนโซเดียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลโดยน้ำหนัก (ก) 10:1 (ข) 15:1 (ค) 20:1 และ (ง) 25:1

ภาคผนวก ง การวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน  
(Transmission electron microscope, TEM)



ภาพที่ ง.1 ภาพถ่ายไมโครกราฟด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลแกนแพลทินัมเปลือกบนตัวรองรับคาร์บอนที่ใช้ (ก-ข) สัดส่วนพอลิไวนิลพิโรลิโดนต่อนิกเกิลเท่ากับ 15:1 โดยน้ำหนัก (ค-ง) สัดส่วนเฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก และ (จ-ฉ) สัดส่วนไซเตียมโดเดคซิลซัลเฟตต่อนิกเกิลเท่ากับ 20:1 โดยน้ำหนัก



ภาคผนวก จ การทดสอบความต้านทานในแนวระนาบด้วยเครื่อง (Four points probe)

ตารางที่ จ.1 ค่าความต้านทานแนวระนาบที่วัดได้จากเครื่อง Four points probe

ตัวเร่ง ปฏิกิริยา นิกเกิล แกน แพลทินัม เปลือก โดยใช้ สัดส่วน ต่างๆ	อุณหภูมิ สลายตัว ของสาร เสริม เสถียร ภาพ (องศา เซลเซียส)	ค่าความต้านทานไฟฟ้า (โอห์ม/ตาราง เซนติเมตร)					ความ หนาของ ชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยา (เซนติ เมตร)	สภาพนำ ไฟฟ้า (ซีเมนต์ต่อ ตาราง เซนติเมตร)
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5		
พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน 15:1	300	46	45	46	52	48	0.013	1.57±0.09
เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ 20:1	250	64	57	65	61	58	0.013	1.22±0.07
โซเดียม โตะเคคซิล ซัลเฟต 20:1	300	43	42	37	43	42	0.014	1.67±0.12
โซเดียม โตะเคคซิล	250	42	43	39	42	38	0.014	1.74±0.10
โซเดียม โตะเคคซิล ซัลเฟต 20:1	300	42	38	36	36	40	0.014	1.80±0.13

### ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวประภัสสร ศรีวงษ์ชัย เกิดเมื่อวันที่ 18 มกราคม พ.ศ. 2532 สำเร็จการศึกษา  
ระดับมัธยมศึกษาปีที่ 6 จากโรงเรียนขอนแก่นวิทยายน จังหวัดขอนแก่น สำเร็จการศึกษาระดับ  
ปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบัน  
เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในปีการศึกษา 2554 และเข้าศึกษาต่อใน  
หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2555

