บทที่ 4

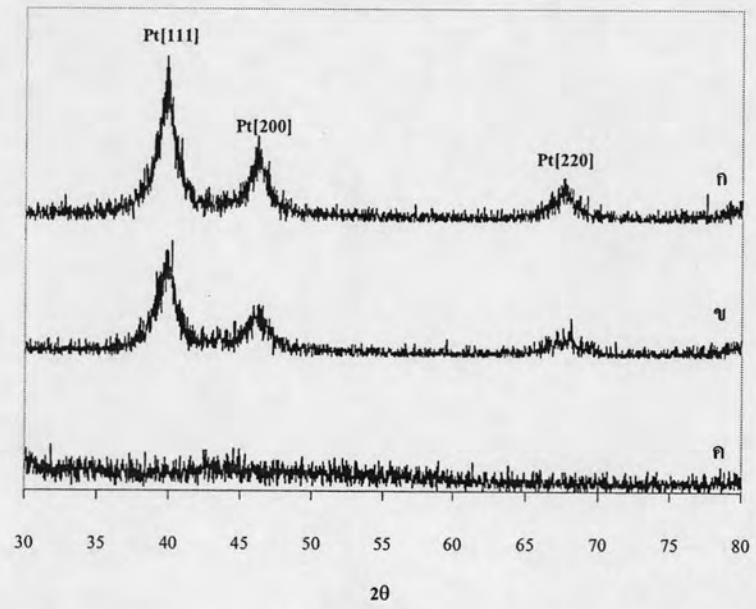
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอนสำหรับปฏิกิริยารีดักชันของออกซิเจนในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนโปรตอน โดยศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีต่อสัณฐานวิทยาและประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยผลการทดลองมีดังนี้

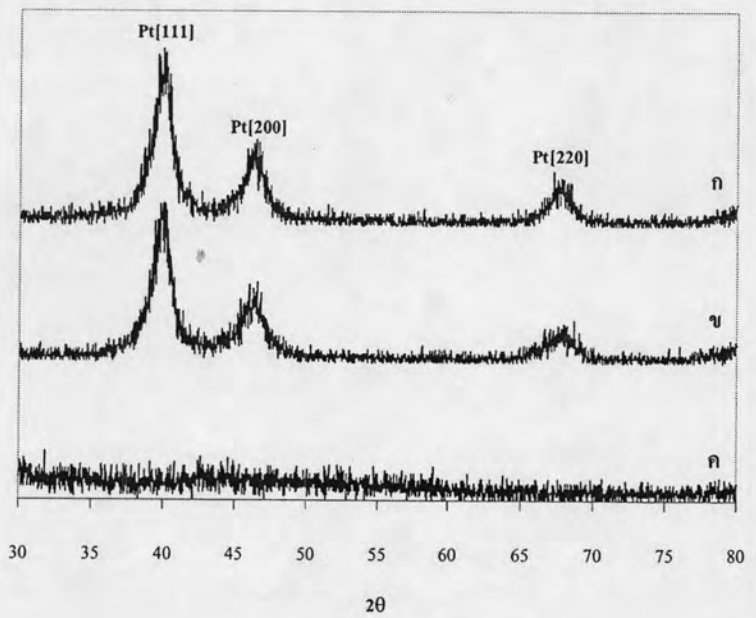
4.1 ผลของชนิดของสารตั้งต้นแพลทินัม

โดยทั่วไปแล้วการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมมักจะนิยมใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก (Hexachloroplatinic acid, H_2PtCl_6) เป็นสารตั้งต้นของแพลทินัม แต่จากการศึกษาค้นคว้าพบว่า การใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนต (Ammonium hexachloroplatinate, $(NH_4)_2PtCl_6$) เป็นสารตั้งต้นของแพลทินัมนั้นมีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นของแพลทินัมเช่นกัน ดังนั้นงานวิจัยในส่วนแรกนี้จะเป็นการศึกษาถึงผลของสารตั้งต้นของแพลทินัม 2 ชนิด คือ กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกและแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตโดยเปรียบเทียบจากวิธีการเตรียม 3 วิธีดังที่ได้กล่าวไปแล้วในบทที่ 3 ได้แก่ วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก และวิธีรีดักชันด้วยแอลกอฮอล โดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร ค่าความเป็น กรด-เบสเริ่มต้นเท่ากับ 7 และใช้เวลาในการเตรียมทั้งหมด 3 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นไปวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเครื่องมือต่าง ๆ

รูปที่ 4.1 และรูปที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD) ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีต่าง ๆ โดยใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกและแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตเป็นสารตั้งต้นของแพลทินัมตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลปรากฏโครงสร้างของแพลทินัมเป็นแบบ Face-centered cubic (FCC) ที่มีระนาบผลึก 3 รูปแบบคือ [111] [200] และ [220] แสดงอยู่ในรูปของพีคที่ตำแหน่ง 2θ ต่าง ๆ คือที่ 39.7° 46.8° และ 67.2° ตามลำดับ แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดาจะไม่ปรากฏพีคโครงสร้างของแพลทินัมแบบ FCC เลย ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารประกอบแพลทินัม (Platinum complex, $PtCl_6^-$) สำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา จะไม่สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันและเปลี่ยนรูปกลายเป็นโลหะแพลทินัม (Platinum metal, Pt^0) บนตัวรองรับคาร์บอนได้ ในขณะที่การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลมีปฏิกิริยารีดักชันที่เปลี่ยนสารประกอบแพลทินัมให้กลายเป็นโลหะแพลทินัมเกิดขึ้น



รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นเป็นกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกและเตรียมด้วย (ก) วิธีรีดักชันด้วยเมทานอล (ข) วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก และ (ค) วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา

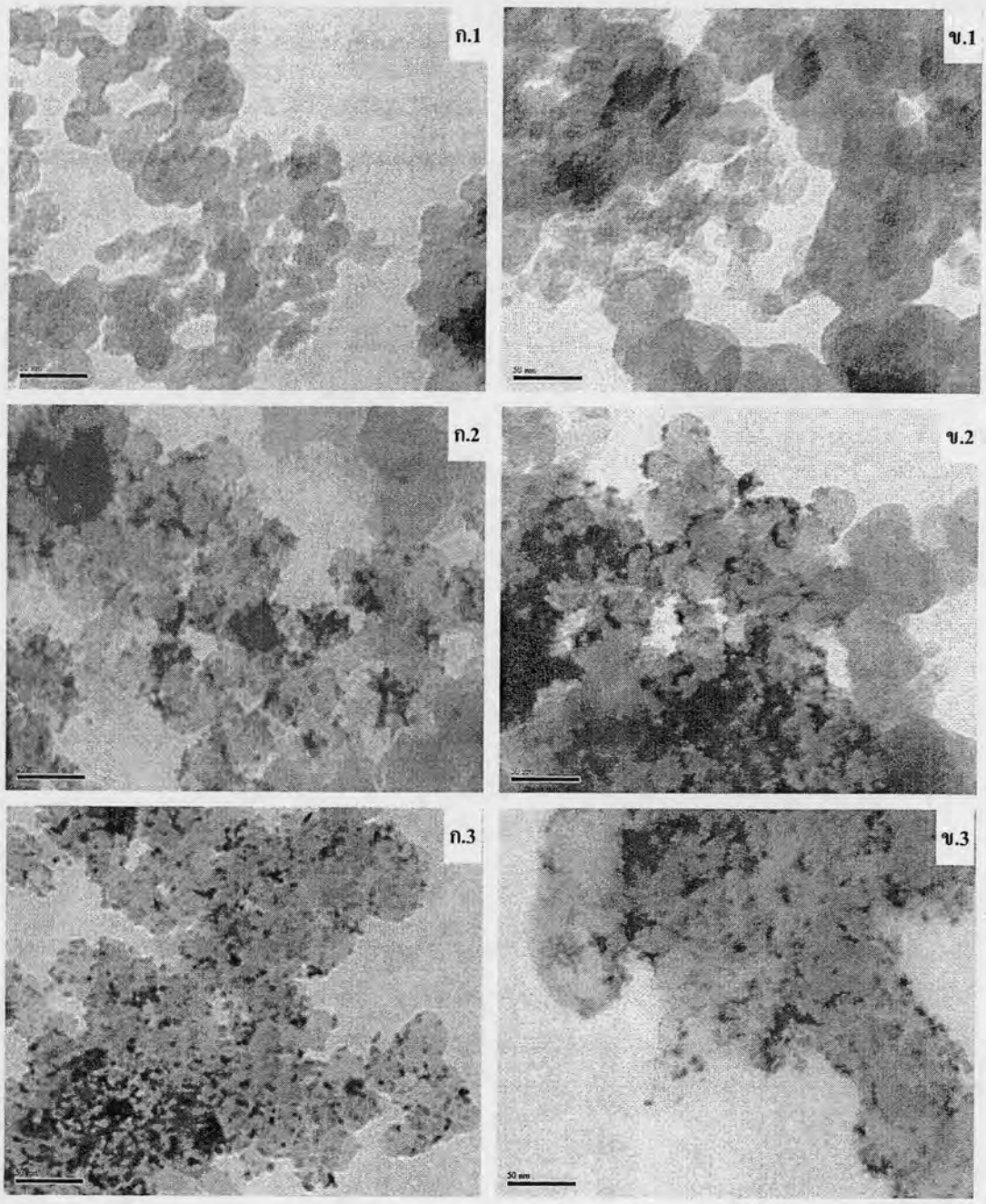


รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นเป็นแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตและเตรียมด้วย (ก) วิธีรีดักชันด้วยเมทานอล (ข) วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก และ (ค) วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา

ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแพลทินัมบนตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถคำนวณได้โดยใช้สมการของ Scherrer [30] จากขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่แสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าอนุภาคของแพลทินัมบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นจากวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างชนิดของสารตั้งต้นของแพลทินัม พบว่าเมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก อนุภาคของแพลทินัมบนตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดไม่แตกต่างจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากสารตั้งต้นของแพลทินัมที่เป็นแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตกันมากนัก เมื่อพิจารณาร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัมที่ได้จากการวิเคราะห์และคำนวณด้วยเทคนิค X-ray fluorescence (XRF) ในตารางที่ 4.1 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยวิธี อิมเพรกเนชันแบบธรรมดามีโลหะแพลทินัมในปริมาณที่น้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอล และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นเป็นแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตมีโลหะแพลทินัมอยู่ในปริมาณที่ใกล้เคียงกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกเป็นสารตั้งต้น

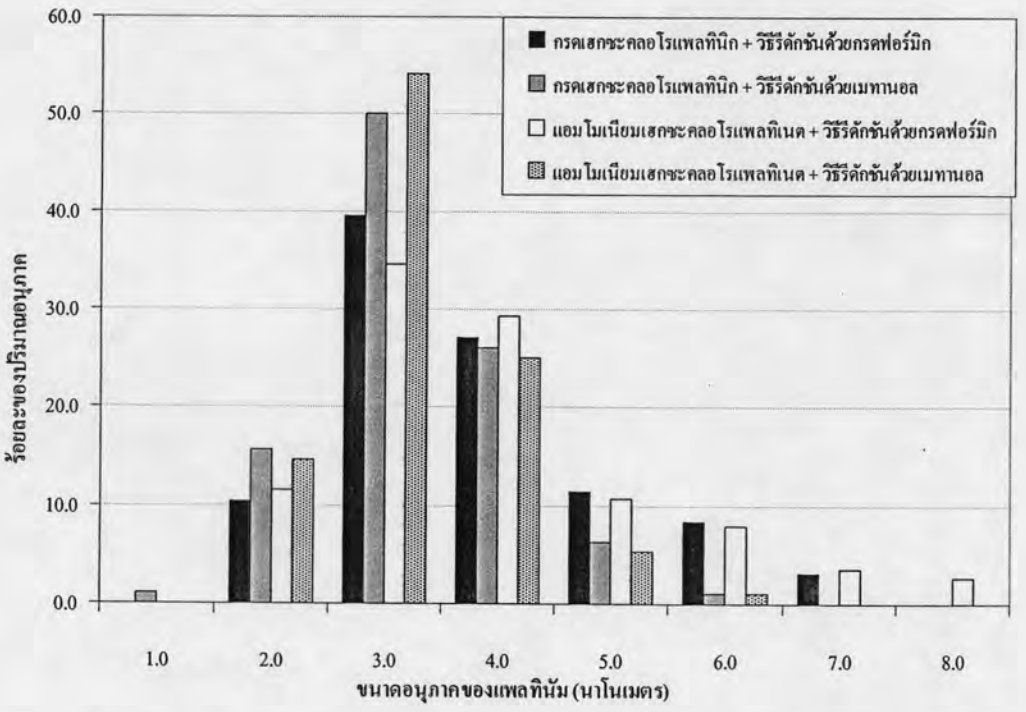
ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นและวิธีการเตรียมที่แตกต่างกัน

สารตั้งต้นของแพลทินัม	วิธีการเตรียม	ร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)	
			XRD	TEM
กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิก	วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา	3.09	ไม่ปรากฏ	ไม่ปรากฏ
	วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก	15.88	3.49	3.78 ± 1.17
	วิธีรีดักชันด้วยเมทานอล	17.04	3.30	3.20 ± 0.83
แอมโมเนียมเฮกซะคลอโร-แพลทิเนต	วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา	3.61	ไม่ปรากฏ	ไม่ปรากฏ
	วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก	16.37	3.60	3.84 ± 1.44
	วิธีรีดักชันด้วยเมทานอล	17.83	3.34	3.26 ± 0.85

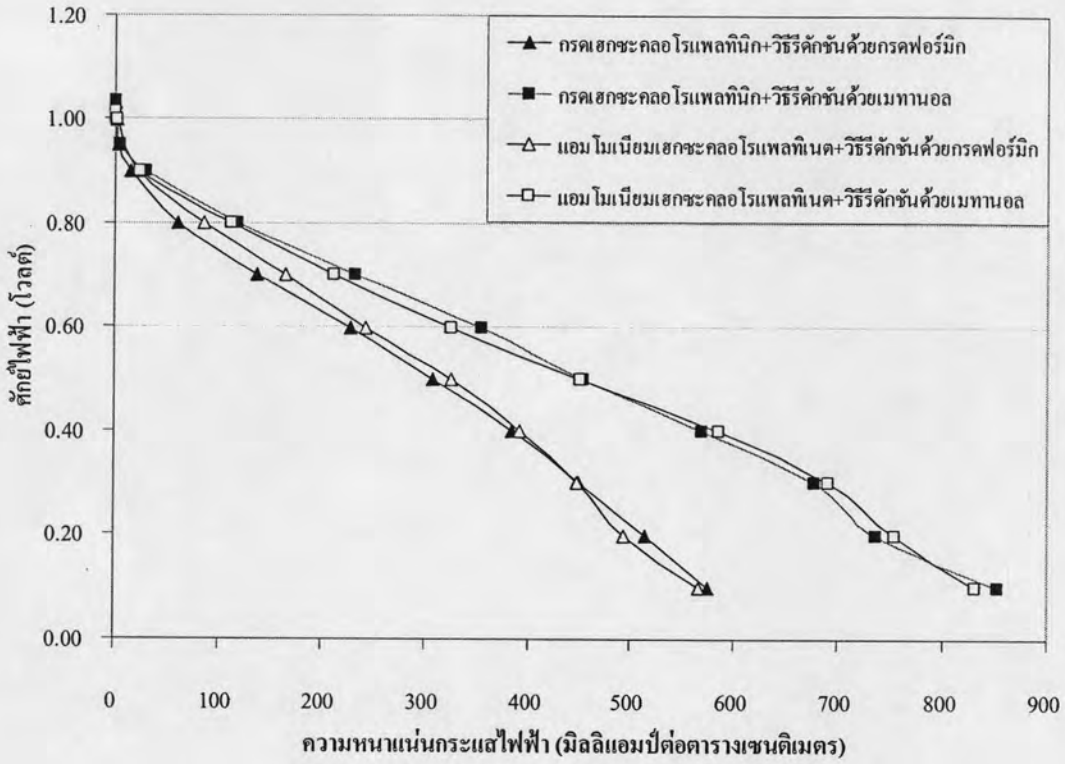


รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้น
เป็น (ก) กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกและ (ข) แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนต และใช้
(1) วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดา (2) วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก
และ (3) วิธีรีดักชันด้วยเมทานอล

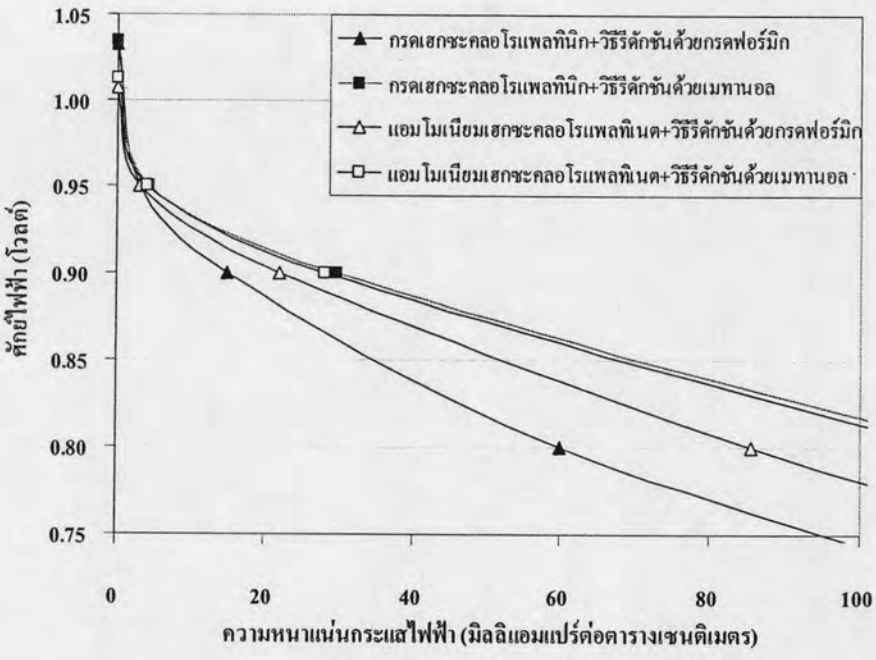
รูปที่ 4.3 แสดงภาพถ่ายของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) พบว่าเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดาจะไม่ปรากฏอนุภาคของแพลทินัม ไม่ว่าจะใช้สารตั้งต้นของแพลทินัมชนิดใดก็ตาม ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นจากวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลปรากฏอนุภาคของแพลทินัมกระจายตัวอยู่ทั่วไปบนตัวรองรับ โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ได้จากการวัดขนาดของอนุภาคแบบสุ่มจำนวน 200 อนุภาคแสดงอยู่ในตารางที่ 4.1 ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบค่าที่วัดได้จากภาพถ่าย TEM กับค่าที่ได้จากการคำนวณผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่ามีค่าแตกต่างกันไม่มากนัก นอกจากนี้เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแพลทินัมดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากการใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกเป็นสารตั้งต้นของแพลทินัมมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากการใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนต



รูปที่ 4.4 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้วิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลและใช้สารตั้งต้นของแพลทินัมชนิดต่าง ๆ



รูปที่ 4.5 กราฟโพลาไรเซชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอล และใช้สารตั้งต้นของแพลทินัมชนิดต่าง ๆ



รูปที่ 4.6 กราฟโพลาไรเซชันบริเวณความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอล และใช้สารตั้งต้นของแพลทินัมชนิดต่าง ๆ

รูปที่ 4.5 และรูปที่ 4.6 แสดงกราฟโพลาไรเซชัน (Polarization curve) ที่ได้จากการทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นจากการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวโดยใช้เยื่อแผ่นเนฟิออน 115 ในการประกอบเป็นเซลล์เชื้อเพลิง สำหรับภาวะที่ใช้ในการทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงคือที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันบรรยากาศและมีอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นเป็นกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกจะให้ปริมาณความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ค่าศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 228 และ 355 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ เมื่อเตรียมด้วยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลตามลำดับ ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารตั้งต้นเป็นแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตจะให้ปริมาณความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ค่าศักย์ไฟฟ้า 0.6 โวลต์ เท่ากับ 243 และ 325 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ เมื่อเตรียมด้วยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิกและวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลตามลำดับ ซึ่งเมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยวิธีรีดักชันของเมทานอลให้ประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าที่สูงกว่า แต่เมื่อเปรียบเทียบผลของชนิดของสารตั้งต้นจะพบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของสารตั้งต้นแพลทินัมทั้งสองให้ปริมาณความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ไม่แตกต่างกันมากนัก

จากการศึกษาพบว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วิธีอิมเพรกเนชันแบบธรรมดาไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากมีปริมาณของแพลทินัมเพียงส่วนน้อยเท่านั้นที่ถูกรีดิวซ์กลายเป็นโลหะแพลทินัม ส่งผลทำให้ร้อยละของแพลทินัมที่ไปพอกพูนอยู่บนตัวรองรับมีปริมาณต่ำ ในทางตรงกันข้ามในกรณีที่เติมกรดฟอร์มิกหรือเมทานอลเข้าไป สารประกอบแพลทินัมจะถูกรีดิวซ์ด้วยฟอร์เมตแรดิเคิล (Formate radical, $OC^{\cdot}OH$) หรือเมทานอลแรดิเคิล (Methanol radical, $H_2C^{\cdot}OH$) กลายเป็นโลหะแพลทินัมเกือบทั้งหมด [31] ซึ่งปฏิกิริยารีดักชันที่เกิดขึ้นแสดงอยู่ในสมการที่ (4.1)

$$RC^{\bullet}OH + Pt^{2+}_{(compound)} \longrightarrow RCO + Pt^{+} + H^{+} \qquad (4.1)$$

แต่การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลจะให้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่เล็กกว่า มีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีกว่า และมีปริมาณของโลหะแพลทินัมมากกว่าการเตรียมด้วยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิก สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากการใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตเป็นสารตั้งต้นของแพลทินัมก็มีขนาดอนุภาคของแพลทินัมใหญ่กว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกเพียงเล็กน้อยเท่านั้น อีกทั้งยังมีการกระจายตัวที่ค่อนข้างสม่ำเสมอ มีปริมาณของโลหะแพลทินัมมากกว่า ซึ่งสมบัติดังกล่าวสามารถอธิบายได้คือ ในขณะเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา สารตั้งต้นของแพลทินัมที่ละลายในสารละลายจะแตกตัวออกเป็นสารประกอบแพลทิเนตไอออนและลอยอย่างอิสระในสารละลาย จากนั้นจะค่อย ๆ เคลื่อนที่ไปที่พื้นผิวของตัวรองรับและถูกดูดซับอยู่บนตัวรองรับ

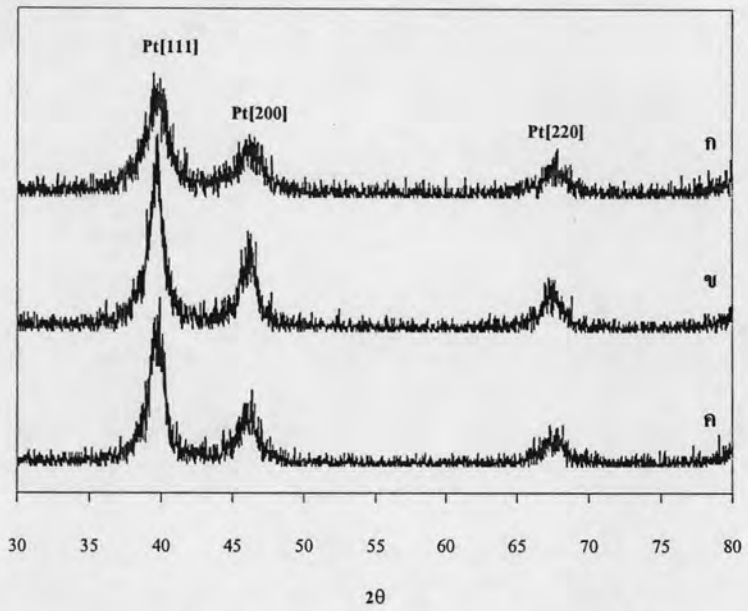
โดยปกติสารประกอบที่ถูกดูดซับอยู่บนตัวรองรับจะสามารถละลายและแพร่กลับเข้าไปในสารละลายได้อีก แต่ในกรณีที่ใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตเป็นสารตั้งต้น การมีอยู่ของแอมโมเนียมไอออนที่ได้จากการแตกตัวของแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตจะช่วยในการตรึงสารประกอบแพลทินัมให้อยู่บนพื้นผิวของตัวรองรับไม่ให้สารประกอบแพลทินัมละลายกลับเข้าไปในสารละลายได้อีก [1] ซึ่งตำแหน่งของสารประกอบแพลทิเนตไอออนในสารละลายจะส่งผลต่อขนาดอนุภาคที่ได้หลังการรีดิวซ์เกิดขึ้น โดยอนุภาคของโลหะแพลทินัมที่เกิดจากการรีดักชันสารประกอบแพลทิเนตไอออนที่อยู่ในสารละลายจะลอยอย่างอิสระและสามารถไปรวมตัวกับอนุภาคของโลหะแพลทินัมที่เกิดขึ้นในบริเวณเดียวกัน ก่อนที่อนุภาคเพียงบางส่วนของโลหะแพลทินัมเหล่านี้จะไปพอกพูนอยู่บนพื้นผิวของตัวรองรับคาร์บอน ส่งผลทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น มีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอและมีปริมาณโลหะแพลทินัมที่น้อย ในทางกลับกันถ้าสารประกอบแพลทินัมเกิดการรีดักชันขึ้นที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับ อนุภาคของแพลทินัมที่เกิดขึ้นจะรวมตัวกันได้ยาก ส่งผลทำให้ได้อนุภาคของแพลทินัมที่มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอนั่นเอง นอกจากนี้การใช้กรดฟอร์มิกซึ่งมีความแรงในการรีดิวซ์ที่สูงกว่าเมทานอลจะส่งผลทำให้ปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบแพลทินัมเกิดขึ้นก่อนที่จะเคลื่อนที่ไปยังบริเวณพื้นผิวของตัวรองรับทำให้อนุภาคของโลหะแพลทินัมส่วนใหญ่เกิดขึ้นในสารละลายนั่นเอง

4.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจากแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนต

สำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในส่วนนี้จะเตรียมจากวิธีรีดักชันด้วยเมทานอลและใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลทิเนตเป็นสารตั้งต้น โดยจะศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อลักษณะสันฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา สำหรับตัวแปรที่ศึกษามีดังนี้

4.2.1 ผลของชนิดของแอลกอฮอล์

แอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทดลองนี้มี 3 ชนิดคือ เมทานอล (Methanol) เอทานอล (Ethanol) และ 2-โพรพานอล (2-propanol) ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายเริ่มต้นเท่ากับ 7 ความเข้มข้นของแอลกอฮอล์เท่ากับ 5.0 โมลต่อลิตร และเวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดเท่ากับ 3 ชั่วโมง จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่แสดงในรูปที่ 4.7 พบว่ามีพีคของโครงสร้างแพลทินัมที่มีระนาบผลึก 3 รูปแบบคือ [111] [200] และ [220] แสดงอยู่ในรูปของพีคที่ตำแหน่ง 2θ ต่าง ๆ คือที่ 39.7° 46.8° และ 67.2° ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าสารประกอบแพลทินัมถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นโลหะแพลทินัมบนตัวรองรับในรูปแบบ FCC

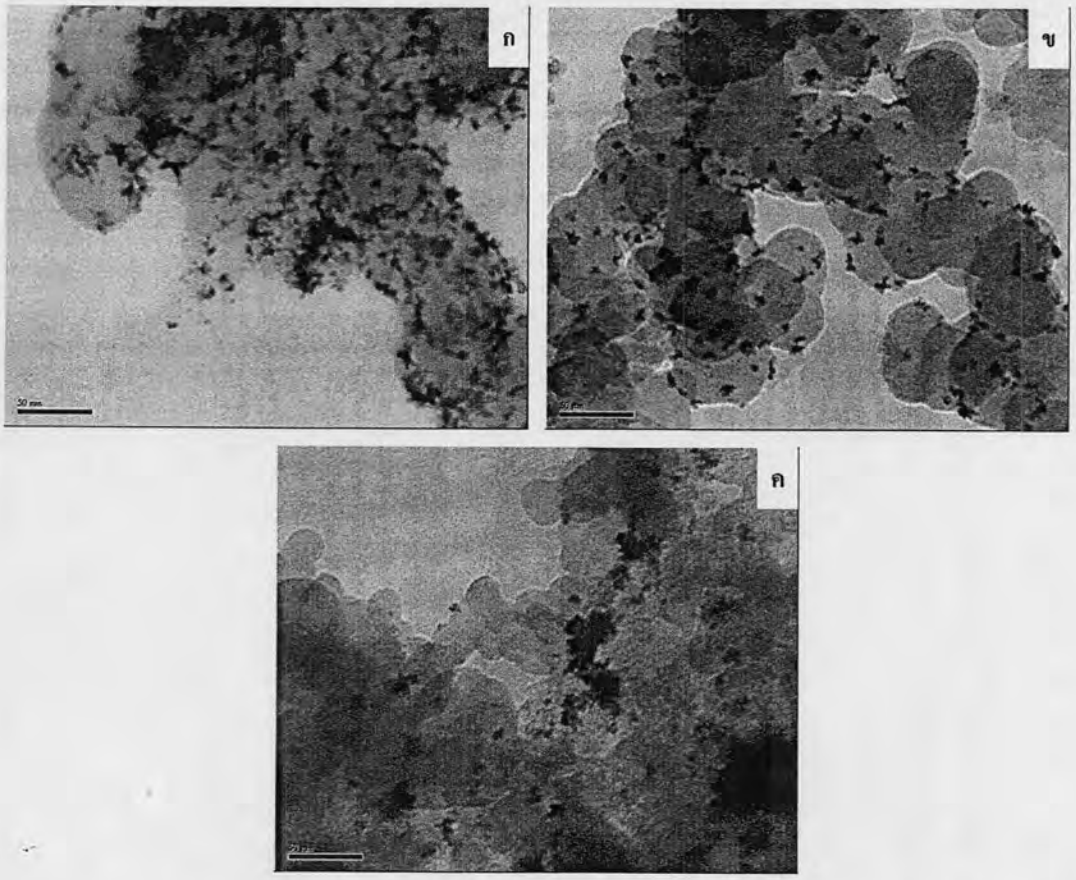


รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้แอลกอออล์ชนิดต่าง ๆ กันคือ (ก) เมทานอล (ข) เอทานอล และ (ค) 2-โพรพานอล

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ กัน

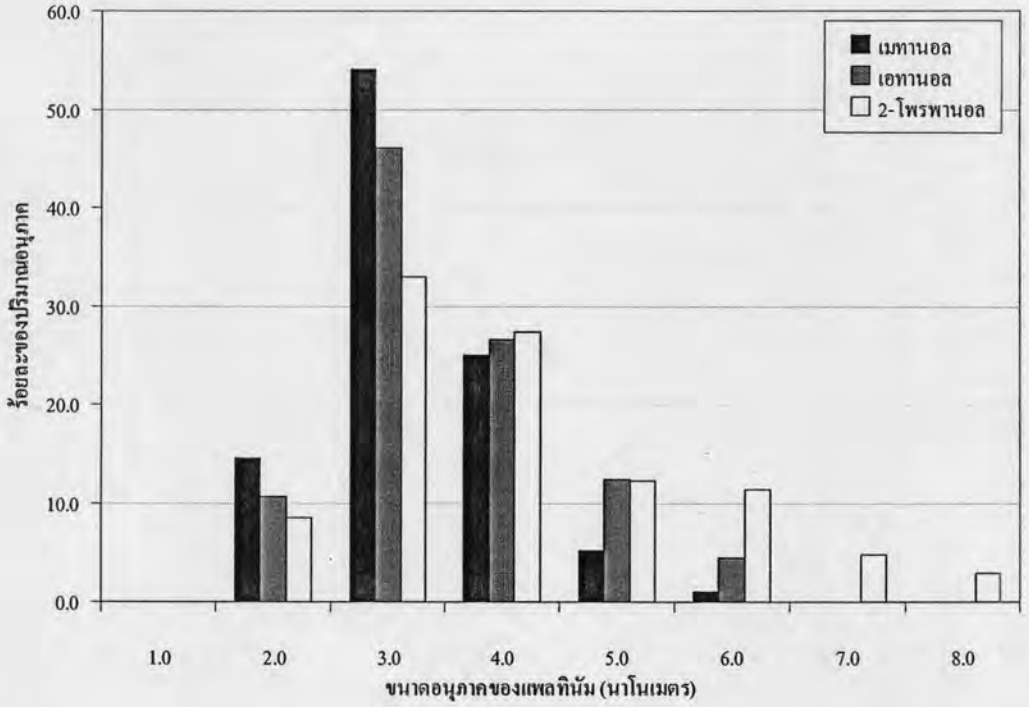
ชนิดของแอลกอฮอล์	ร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)	
		XRD	TEM
เมทานอล	17.83	3.34	3.26 ± 0.85
เอทานอล	17.16	3.40	3.49 ± 1.02
2-โพรพานอล	13.48	3.98	4.04 ± 1.50

ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแพลทินัมที่คำนวณจากสมการของ Scherrer [30] พบว่าเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ 2-โพรพานอลจะให้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่ใหญ่ที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยเมทานอลและเอทานอล ในขณะที่การใช้เมทานอลและเอทานอลจะให้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่ไม่แตกต่างกันมากนัก โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้เมทานอลจะให้ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่เล็กกว่าเพียงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยเอทานอล และเมื่อพิจารณาถึงปริมาณของโลหะแพลทินัมที่แสดงอยู่ในตารางที่ 4.2 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วย 2-โพรพานอล จะให้ปริมาณของโลหะแพลทินัมน้อยที่สุด



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้แอลกอออล์ชนิดต่าง ๆ กันคือ (ก) เมทานอล (ข) เอทานอล และ (ค) 2-โพรพานอล

สำหรับภาพถ่ายที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้แอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ จะแสดงอยู่ในรูปที่ 4.8 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อใช้ 2-โพรพานอลเป็นตัวรีดิวซ์จะให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการรวมตัวกันของอนุภาคแพลทินัมที่มีขนาดใหญ่ และมีการกระจายตัวของแพลทินัมที่ไม่สม่ำเสมอ สำหรับขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่วัดได้จะแสดงอยู่ในตารางที่ 4.2 โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยเมทานอลและเอทานอลจะมีอนุภาคของแพลทินัมที่มีขนาดใกล้เคียงกันและมีขนาดเล็กกว่าเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์จาก XRD ข้างต้น เมื่อพิจารณาการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่แสดงอยู่ในรูปที่ 4.9 พบว่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคจะมีช่วงที่แคบลงเมื่อเปลี่ยนชนิดของแอลกอฮอล์ที่ใช้จาก 2-โพรพานอลเป็นเอทานอลและเมทานอลตามลำดับ



รูปที่ 4.9 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้แอลกอออล์ชนิดต่าง ๆ กัน

ปัจจัยที่ทำให้ขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมจากแอลกอฮอล์แต่ละชนิดมีขนาดอนุภาคและปริมาณของโลหะแพลทินัมแตกต่างกัน เพราะว่าแอลกอฮอล์แต่ละชนิดมีค่าความแรงในการรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน [32] กล่าวคือเมื่อทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในของเหลวผ่านกระบวนการโซนิเคชัน (Sonication) น้ำบางส่วนจะแตกตัวออกเป็นไฮโดรเจนแรดิเคิล (Hydrogen radical, $H^{\cdot}$) ไฮดรอกซิลแรดิเคิล (Hydroxyl radical, $OH^{\cdot}$) และอิเล็กตรอน ซึ่งแรดิเคิลเหล่านี้จะทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์เกิดเป็นแอลกอฮอลแรดิเคิล (Alcohol radical, $R\,C^{\cdot}OH$) ขึ้น เนื่องจากโดยปกติแล้วจำนวนของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (Hydroxy functional group) จะส่งผลในการลดพลังงานพันธะระหว่างอัลฟาคาร์บอนกับไฮโดรเจน (α-C-H bond energy) ในขณะเดียวกันก็จะทำให้แรดิเคิลของคาร์บอนอะตอมกลาง (C-centered atom) มีความสามารถในการรีดิวซ์เพิ่มขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งในสารที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลติดอยู่กับคาร์บอนอะตอมกลางเช่นแอลกอฮอล์ทั่วไป (เมทานอล เอทานอล และ 2-โพรพานอล) หรือถือได้ว่าแอลกอฮอล์เหล่านี้เป็นสารที่มีความสามารถในการให้โปรตอนที่ดี ซึ่งทำให้แรดิคอลของหมู่ฟังก์ชันอัลฟาไฮดรอกซีแอลคิล (α-hydroxyalkyl functional group) ที่ได้จากแอลกอฮอล์เหล่านี้เป็นสารรีดิวซ์ที่ดีนั่นเอง แต่อย่างไรก็ตามความแรงในการรีดิวซ์ของแอลกอฮอล์แรดิเคิลแต่ละชนิดมีค่าไม่เท่ากัน ซึ่งจะส่งผลทำให้ลักษณะสันฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยามีความแตกต่างกัน โดยเมื่อเปรียบเทียบกันระหว่างชนิดของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการทดลองนี้จะพบว่า 2-โพรพานอลมีความแรงในการรีดิวซ์สูงที่สุดและเมทานอลมีความแรงในการรีดิวซ์ต่ำที่สุด ทั้งนี้

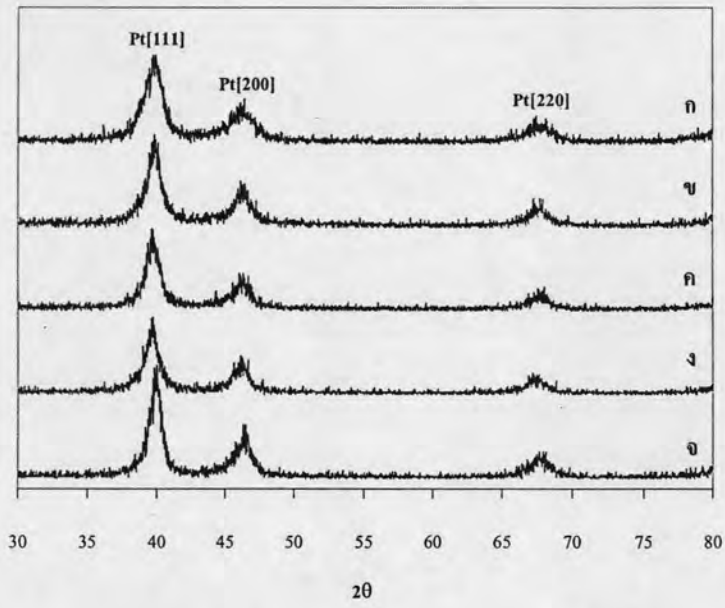
เนื่องจากความแรงในการรีดิวซ์จะขึ้นอยู่กับความสามารถในการให้โปรตอน (H-atom donation) ซึ่ง 2-โพรพานอลจะมีความสามารถในการให้โปรตอนสูงที่สุด รองลงมาคือเอทานอลและเมทานอล ตามลำดับ

จากที่ได้กล่าวไปในตอนที่ 4.1 ตำแหน่งของสารประกอบแพลทิเนตไอออนในสารละลายจะส่งผลต่อขนาดอนุภาคที่ได้หลังการรีดิวซ์เกิดขึ้น ซึ่งการใช้สารรีดิวซ์มีความรุนแรงมากซึ่งจะส่งผลทำให้ปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบแพลทินัมเกิดได้รวดเร็วขึ้น ดังนั้นปฏิกิริยาจึงเกิดขึ้นก่อนที่สารประกอบเหล่านั้นจะเคลื่อนที่ไปอยู่บนพื้นผิวของตัวรองรับ ซึ่งอนุภาคของแพลทินัมที่เกิดขึ้นเหล่านี้จะลอยอย่างอิสระในสารละลาย และมีเพียงบางส่วนที่เคลื่อนที่ไปพอกพูนอยู่บนตัวรองรับ ทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีอนุภาคของแพลทินัมขนาดใหญ่และมีปริมาณของโลหะแพลทินัมที่น้อยนั่นเอง ดังนั้นสารรีดิวซ์ที่มีความแรงในการรีดิวซ์ที่เหมาะสมจะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นที่พื้นผิวของตัวรองรับ ซึ่งจะส่งผลทำให้ได้อนุภาคของแพลทินัมที่มีขนาดเล็กและมีปริมาณของโลหะของแพลทินัมที่เหมาะสม หรืออาจกล่าวได้ว่า 2-โพรพานอลที่มีความแรงในการรีดิวซ์ที่สูงไม่เหมาะที่จะนำมาใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ในขณะที่เมทานอลมีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

4.2.2 ผลของค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลาย

ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายที่ใช้ในการทดลองนี้จะมีค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 9 เมื่อใช้เมทานอลเป็นสารรีดิวซ์และความเข้มข้นของเมทานอล 5.0 โมลต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 3 ชั่วโมง รูปที่ 4.10 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมโดยใช้ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายค่าต่าง ๆ

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่ามีพีคของแพลทินัมที่ระนาบผลึกต่าง ๆ เกิดขึ้น และผลจากการคำนวณหาขนาดอนุภาคจากสมการของ Scherrer แสดงอยู่ในตารางที่ 4.3 พบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายมีค่าลดลง ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่คำนวณได้ก็มีขนาดเล็กลงด้วยเช่นกัน และจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดเมื่อค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายมีค่าเท่ากับ 1 นอกจากนี้ในตารางที่ 4.3 ยังแสดงถึงปริมาณของโลหะแพลทินัม พบว่าเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายเบสจะมีปริมาณของโลหะแพลทินัมน้อยที่สุด



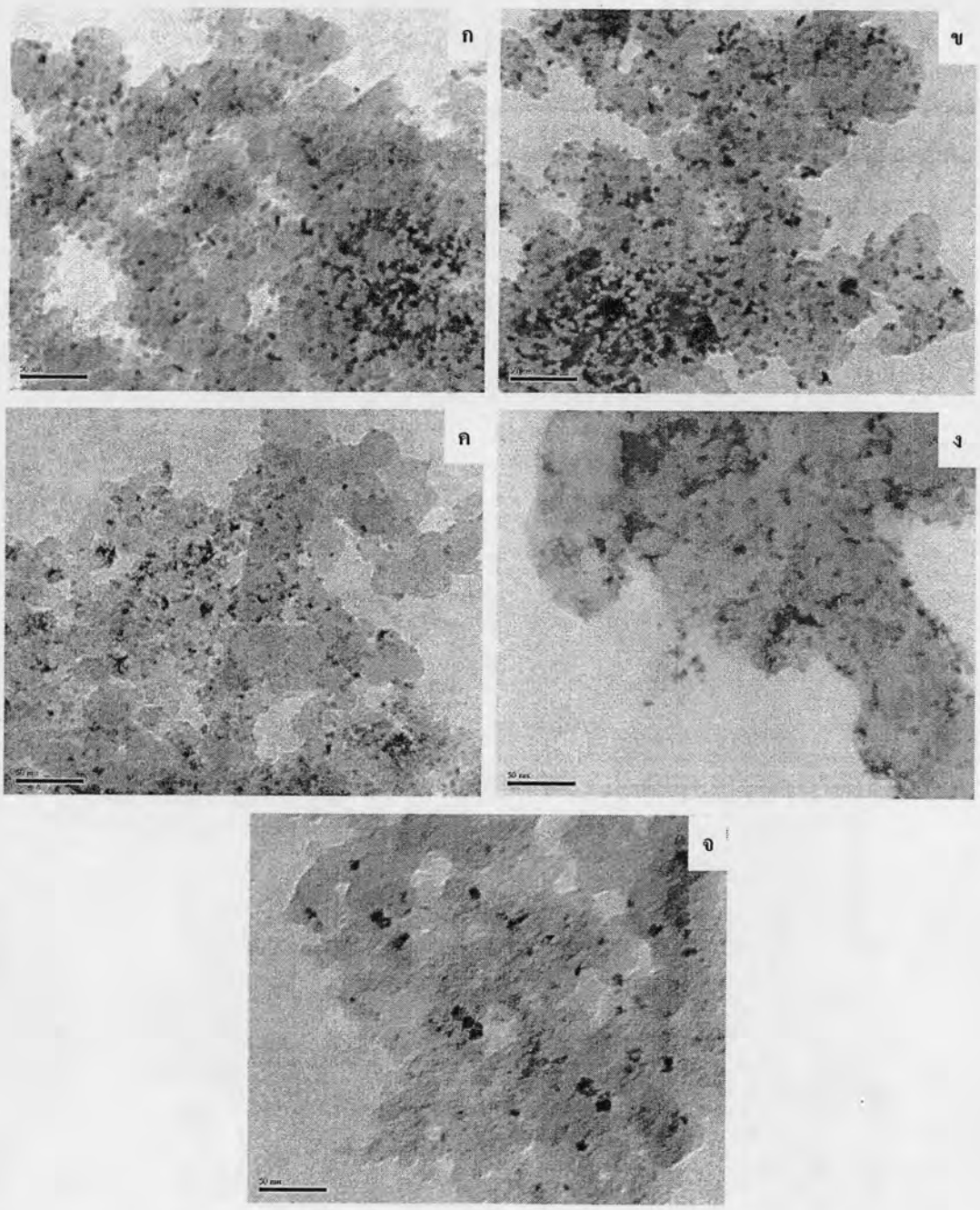
รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นต่าง ๆ กัน โดยที่ (ก) 1 (ข) 2 (ค) 4 (ง) 7 และ (จ) 9

ตารางที่ 4.3 ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นค่าต่าง ๆ

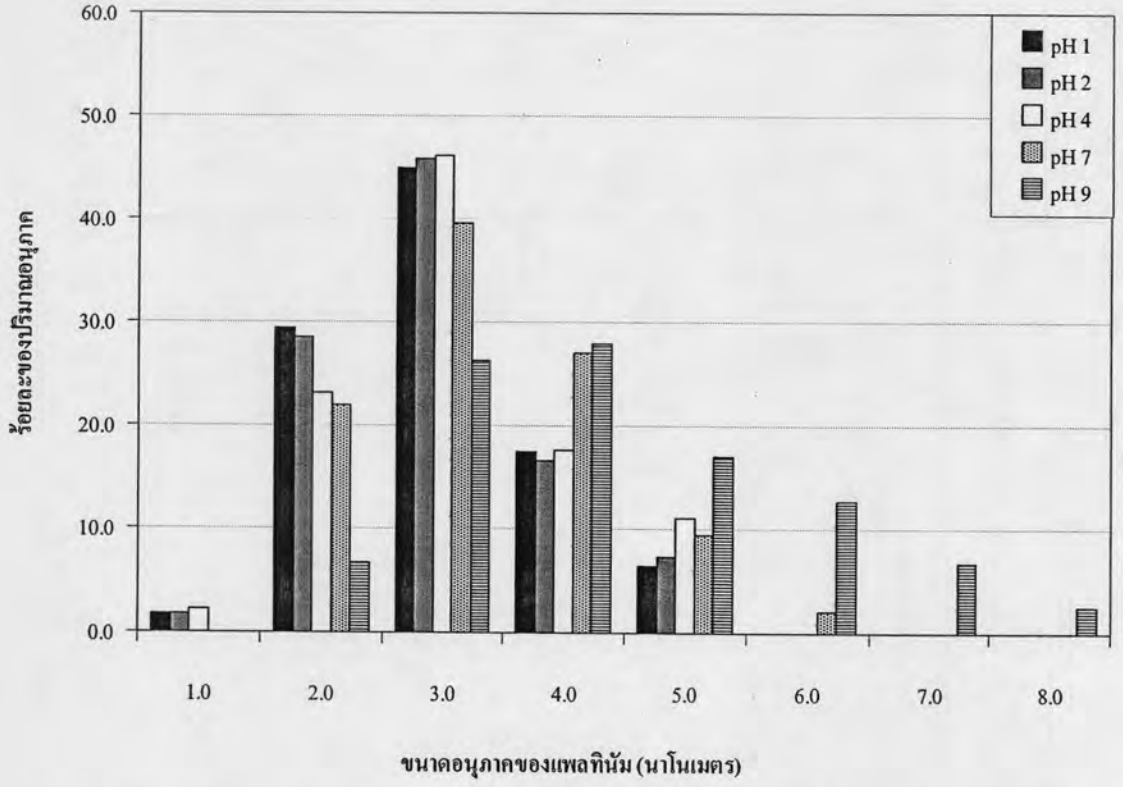
ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลาย	ร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)	
		XRD	TEM
1	18.22	3.03	3.00 ± 0.93
2	18.33	3.06	3.02 ± 0.95
4	17.96	3.28	3.17 ± 0.92
7	17.83	3.34	3.26 ± 0.85
9	14.34	4.38	4.31 ± 1.42

รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่ายที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM ซึ่งจากภาพถ่ายพบว่าที่ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายเท่ากับ 9 อนุภาคของแพลทินัมมีการรวมตัวกันเกิดขึ้นหลายแห่ง และมีการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ บางแห่งไม่ปรากฏอนุภาคของแพลทินัม แต่เมื่อค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายลดลง อนุภาคของแพลทินัมมีการรวมตัวกันลดลง และมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น สำหรับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแพลทินัมที่วัดได้จะแสดงอยู่ในตารางที่ 4.3 และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคจะแสดงอยู่ในรูปที่ 4.12 ซึ่งจากผลการทดลองเห็นได้ว่าเมื่อค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายลดลง อนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดเฉลี่ยลดลงสอดคล้องกับขนาดอนุภาคที่คำนวณได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และมีการ

ของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงที่แคบ และพบว่าอนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดที่เล็กที่สุด และมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีที่สุดเมื่อทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นเท่ากับ 1 ในขณะที่การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นสูง ๆ หรือในสารละลายที่เป็นเบส เช่นที่ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นเท่ากับ 9 จะได้อนุภาคของแพลทินัมที่มีขนาดใหญ่และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงที่กว้างที่สุด เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายจะส่งผลต่อความมีขั้วที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับคาร์บอน โดยในภาวะที่สารละลายมีความเป็นเบสมากหรือที่ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายเริ่มต้นมีค่าสูง พื้นผิวของตัวรองรับจะมีความเป็นลบมากขึ้น ซึ่งการที่บริเวณพื้นผิวมีความเป็นลบมากขึ้นจะส่งผลทำให้สารประกอบแพลทินัมไม่สามารถเคลื่อนที่เข้าไปที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับคาร์บอนได้ เนื่องจากโดยปกติแล้วแพลทินัมอะตอมกลางของสารประกอบแพลทินัมจะถูกล้อมรอบด้วยคลอไรด์ไอออนที่มีขั้วเป็นลบจำนวน 6 ลิแกนด์ (Ligand) ทำให้สารประกอบแพลทินัมมีความเป็นลบมาก ดังนั้นความเป็นลบที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับจะทำการผลักสารประกอบแพลทินัมไม่ให้เคลื่อนที่เข้ามาที่บริเวณพื้นผิวนั่นเอง ดังนั้นปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบแพลทินัมจึงเกิดขึ้นในสารละลายซึ่งอนุภาคของแพลทินัมที่เกิดขึ้นในสารละลายนี้จะสามารถรวมตัวกันได้โดยง่าย จึงมีเพียงบางส่วนของอนุภาคของแพลทินัมเหล่านี้เท่านั้นที่พอกพูนลงบนตัวรองรับ ในขณะที่อนุภาคที่เหลือจะยังคงลอยในสารละลายอย่างอิสระ ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีอนุภาคของแพลทินัมขนาดใหญ่ มีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ และมีปริมาณของโลหะแพลทินัมที่น้อยนั่นเอง ในทางกลับกันสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายที่เป็นกรด เมื่อค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายมีค่าลดลง พื้นผิวของตัวรองรับคาร์บอนจะมีความเป็นขั้วบวกมากขึ้น ซึ่งความเป็นบวกของพื้นผิวที่มากขึ้นนี้จะส่งผลช่วยในการเหนี่ยวนำสารประกอบของแพลทินัมให้เคลื่อนที่มายังบริเวณพื้นผิวของตัวรองรับคาร์บอนได้ดียิ่งขึ้น ทำให้สารประกอบแพลทินัมส่วนใหญ่เกิดการรีดักชันขึ้นที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับซึ่งจะเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคแพลทินัมได้ยากนั่นเอง ดังนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จึงมีอนุภาคของแพลทินัมขนาดเล็กพร้อมกับมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ และมีปริมาณของโลหะแพลทินัมที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมในสารละลายเบส



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นต่าง ๆ กัน โดยที่ (ก) 1 (ข) 2 (ค) 4 (ง) 7 และ (จ) 9

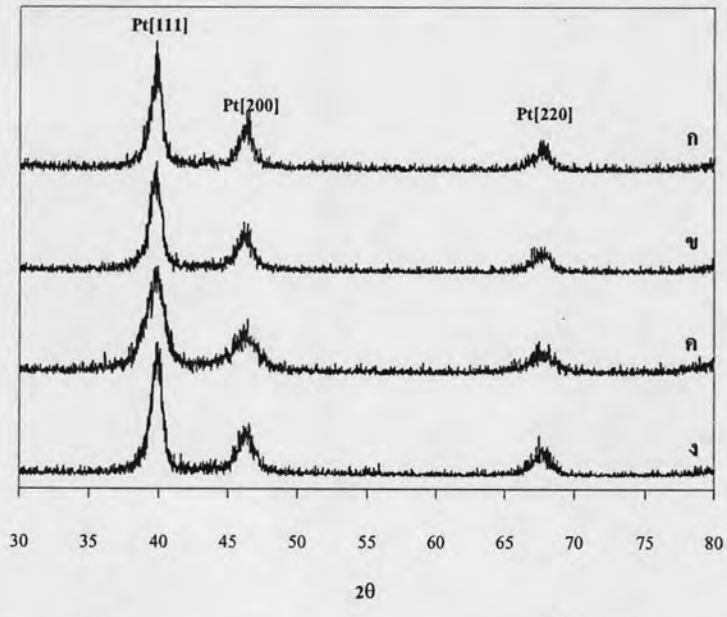


รูปที่ 4.12 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นต่าง ๆ กัน

4.2.3 ผลของความเข้มข้นของแอลกอฮอล์

สำหรับในการศึกษาผลของความเข้มข้นของแอลกอฮอล์นั้นจะเริ่มจากเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นระหว่าง 3.0 – 6.0 โมลต่อลิตร ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายเท่ากับ 1 และเวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

รูปที่ 4.13 แสดงกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมด้วยเมทานอลที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันโดยใช้เครื่อง XRD ซึ่งกราฟแสดงให้เห็นถึงพีคของแพลทินัมที่มีระนาบผลึกต่าง ๆ สำหรับขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยที่ได้จากการคำนวณและปริมาณร้อยละของน้ำหนักของโลหะแพลทินัมแสดงอยู่ในตารางที่ 4.4 และเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยพบว่าอนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดเล็กลงเพียงเล็กน้อยเมื่อความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ให้มีค่าสูงกว่า 5.0 โมลต่อลิตร พบว่าอนุภาคของแพลทินัมมีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้เมื่อพิจารณาถึงปริมาณของโลหะแพลทินัม พบว่ามีค่าที่ไม่แตกต่างกันมากนัก

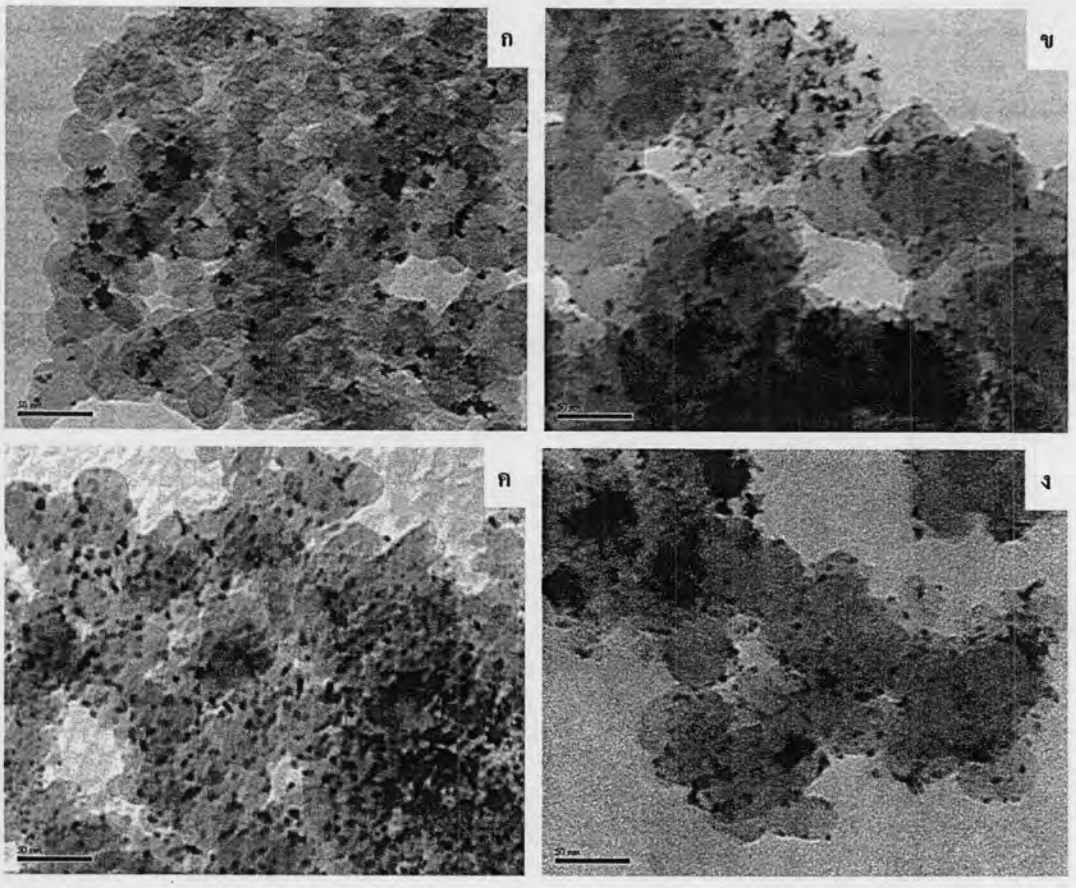


รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยที่ (ก) 3.0 โมลต่อลิตร (ข) 4.0 โมลต่อลิตร (ค) 5.0 โมลต่อลิตร และ (ง) 6.0 โมลต่อลิตร

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน

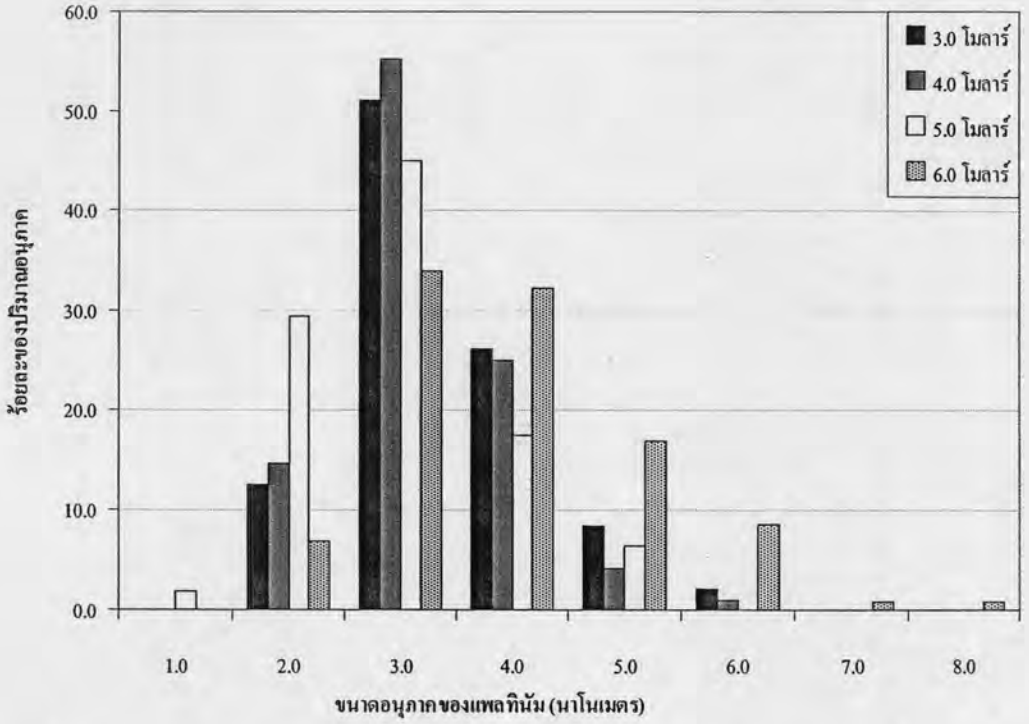
ความเข้มข้นของเมทานอล (โมลต่อลิตร)	ร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)	
		XRD	TEM
3.00	17.85	3.25	3.40 ± 0.92
4.00	17.65	3.16	3.24 ± 0.86
5.00	18.22	3.03	3.00 ± 0.93
6.00	17.46	3.70	3.92 ± 1.10

สำหรับภาพถ่ายที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM แสดงอยู่ในรูปที่ 4.14 ซึ่งเมื่อพิจารณาภาพถ่ายพบว่าอนุภาคของแพลทินัมมีการกระจายตัวที่ดีขึ้นเล็กน้อยเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น แต่เมื่อใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นสูงกว่า 5.0 โมลต่อลิตร อนุภาคของแพลทินัมเกิดการรวมตัวกันมากขึ้น และเมื่อพิจารณาขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่วัดได้จากภาพถ่าย TEM ที่แสดงอยู่ในตารางที่ 4.4 พบว่ามีแนวโน้มสอดคล้องกับค่าที่คำนวณได้ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD



รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น โดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยที่ (ก) 3.0 โมลต่อลิตร (ข) 4.0 โมลต่อลิตร (ค) 5.0 โมลต่อลิตร และ (ง) 6.0 โมลต่อลิตร

รูปที่ 4.15 แสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัม ซึ่งจะสังเกตได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของเมทานอลที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยามีค่าเพิ่มขึ้นในช่วง 3.0 – 5.0 โมลต่อลิตร การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมจะอยู่ในช่วงที่ไม่แตกต่างกันมากนักแต่มีแนวโน้มที่แคบลง โดยการกระจายตัวของขนาดอนุภาคจะมีช่วงที่แคบที่สุดเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร แต่เมื่อใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นมากกว่า 5.0 โมลต่อลิตร พบว่ามีช่วงของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่กว้างขึ้นอย่างเห็นได้ชัด



รูปที่ 4.15 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้เมทานอลที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

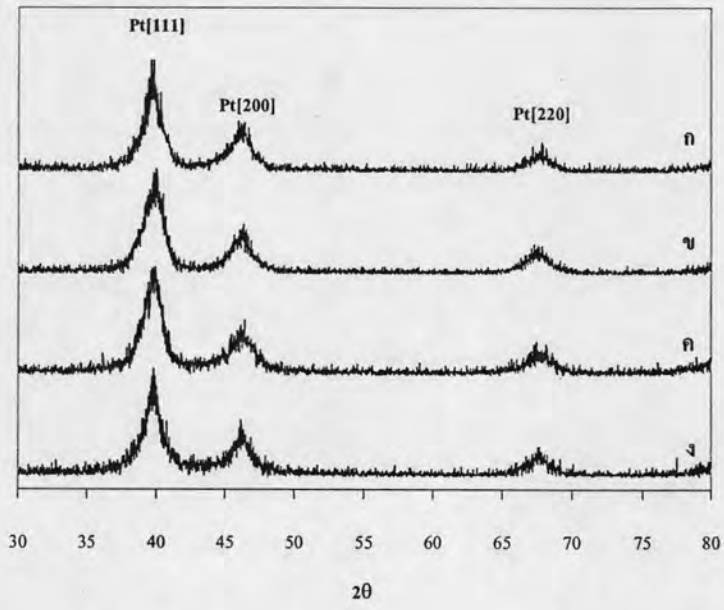
เนื่องจากโดยปกติแล้วความเข้มข้นของสารในระบบจะส่งผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาเมื่อสารตั้งต้นซึ่งในการทดลองนี้คือสารรีดิวซ์หรือแอลกอฮอล์มีความเข้มข้นที่สูงขึ้นจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นตามไปด้วย อย่างที่ได้กล่าวมาแล้วในตอนที่ 4.2 กระบวนการรีดักชันของสารประกอบแพลทินัมให้กลายเป็นโลหะของแพลทินัมในสารละลายที่มีแอมโมเนียมไอออน แม้ว่าสารประกอบแพลทินัมบางส่วนจะถูกตรึงอยู่บนพื้นผิวของตัวรองรับ แต่ในขณะเดียวกันสารประกอบแพลทินัมที่เหลือยังคงลอยอย่างอิสระอยู่ในสารละลาย โดยทั่วไปแล้วกระบวนการรีดักชันของสารประกอบแพลทินัมให้กลายเป็นโลหะแพลทินัมจะเริ่มจากการเข้าทำปฏิกิริยากันระหว่างสารประกอบแพลทินัมกับสารรีดิวซ์ จากนั้นกระบวนการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) ของแพลทินัมจึงเกิดขึ้นตามมา [33] นิวคลีไอ (Nuclei) ของแพลทินัมที่เกิดขึ้นเหล่านี้จะเติบโตกลายเป็นผลึกอนุภาคของแพลทินัมขึ้นก่อนที่จะไปพอกพูนบนตัวรองรับ โดยระหว่างกระบวนการเกิดนิวคลีไอนี้ถ้าปฏิกิริยารีดักชันเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วก็จะส่งผลทำให้มีนิวคลีไอเริ่มต้นเกิดขึ้นพร้อมกันเป็นจำนวนมากซึ่งจะส่งผลทำให้การเติบโตของผลึกถูกควบคุม ดังนั้นอนุภาคของแพลทินัมที่เกิดขึ้นจึงมีขนาดเล็ก แต่ในทางตรงกันข้ามถ้าปฏิกิริยารีดักชันมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ช้า จำนวนนิวเคลียสเริ่มต้นก็จะมีปริมาณน้อยในขณะที่ยังคงมีสารประกอบแพลทินัมที่ยังไม่ถูกรีดิวซ์อยู่ในสารละลาย ซึ่งสารประกอบแพลทินัมเหล่านี้บางครั้งก็เกิดปฏิกิริยาที่บริเวณพื้นผิวของนิวเคลียสเริ่มต้นและส่งผลให้นิวเคลียสเหล่านี้เติบโตขึ้นกลายเป็นอนุภาคแพลทินัมที่มีขนาดใหญ่ได้ง่ายกว่า อย่างไรก็ตามถ้าความเข้มข้นของเมทานอลมีค่า

สูงเกินไป ปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบแพลทินัมจะเกิดขึ้นได้รวดเร็วมากและทำให้กระบวนการรีดักชันเกิดขึ้นก่อนที่สารประกอบแพลทินัมจะเคลื่อนที่ไปยังบริเวณพื้นผิวของตัวรองรับทำให้อนุภาคของแพลทินัมมีขนาดใหญ่ ซึ่งได้อธิบายไว้ในตอนที่ 4.2 ดังนั้นความเข้มข้นของเมทานอลที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคือที่ 5.0 โมลต่อลิตร นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่าเมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเมทานอลในช่วง 3.0 – 5.0 โมลต่อลิตร ขนาดอนุภาคของแพลทินัมมีการเปลี่ยนแปลงที่น้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการเปลี่ยนแปลงของขนาดอนุภาคแพลทินัมเมื่อความเข้มข้นของเมทานอลเปลี่ยนจากที่ 5.0 โมลต่อลิตรไปเป็น 6.0 โมลต่อลิตร ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในระหว่างการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสารประกอบแพลทินัมส่วนใหญ่จะเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับ ถ้าปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นรวดเร็วเกินไปจะทำให้สารประกอบแพลทินัมส่วนใหญ่เหล่านี้เกิดปฏิกิริยาในสารละลายแทน แต่ในช่วงที่ปฏิกิริยาเกิดขึ้นไม่รวดเร็วนักสารประกอบแพลทินัมส่วนใหญ่จะสามารถเกิดปฏิกิริยาขึ้นที่บริเวณพื้นผิวของตัวรองรับได้ ในขณะที่สารประกอบแพลทินัมส่วนน้อยที่เหลืออยู่จะลอยอย่างอิสระในสารละลาย การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเมทานอลในช่วง 3.0 – 5.0 โมลต่อลิตรจะส่งผลต่อขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาของสารประกอบแพลทินัมที่ลอยอย่างอิสระเท่านั้น ดังนั้นจึงส่งผลกระทบต่อขนาดอนุภาคแพลทินัมและการกระจายตัวของอนุภาคแพลทินัมเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

4.2.4 ผลของเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเร่งปฏิกิริยาจะเตรียมขึ้นโดยใช้ เมทานอลที่มีความเข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร และมีค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายเริ่มต้นเท่ากับ 1 สำหรับเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาจะอยู่ที่ 1 – 4 ชั่วโมง

รูปที่ 4.16 แสดงกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้เวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน จากกราฟจะพบว่ามีพีคของแพลทินัมที่ระนาบผลึกต่าง ๆ ปรากฏอยู่ ขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่คำนวณได้ปริมาณของโลหะแพลทินัมจะแสดงอยู่ในตารางที่ 4.5 ซึ่งอนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเมื่อเวลาที่ใช้ในการเตรียมเพิ่มขึ้น และอนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดเล็กที่สุดเมื่อใช้เวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด 1 ชั่วโมงในขณะที่อนุภาคของแพลทินัมจะมีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อใช้เวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด 4 ชั่วโมง แต่อย่างไรก็ตามขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยและปริมาณของโลหะแพลทินัมก็มีความแตกต่างกันไม่มากนัก

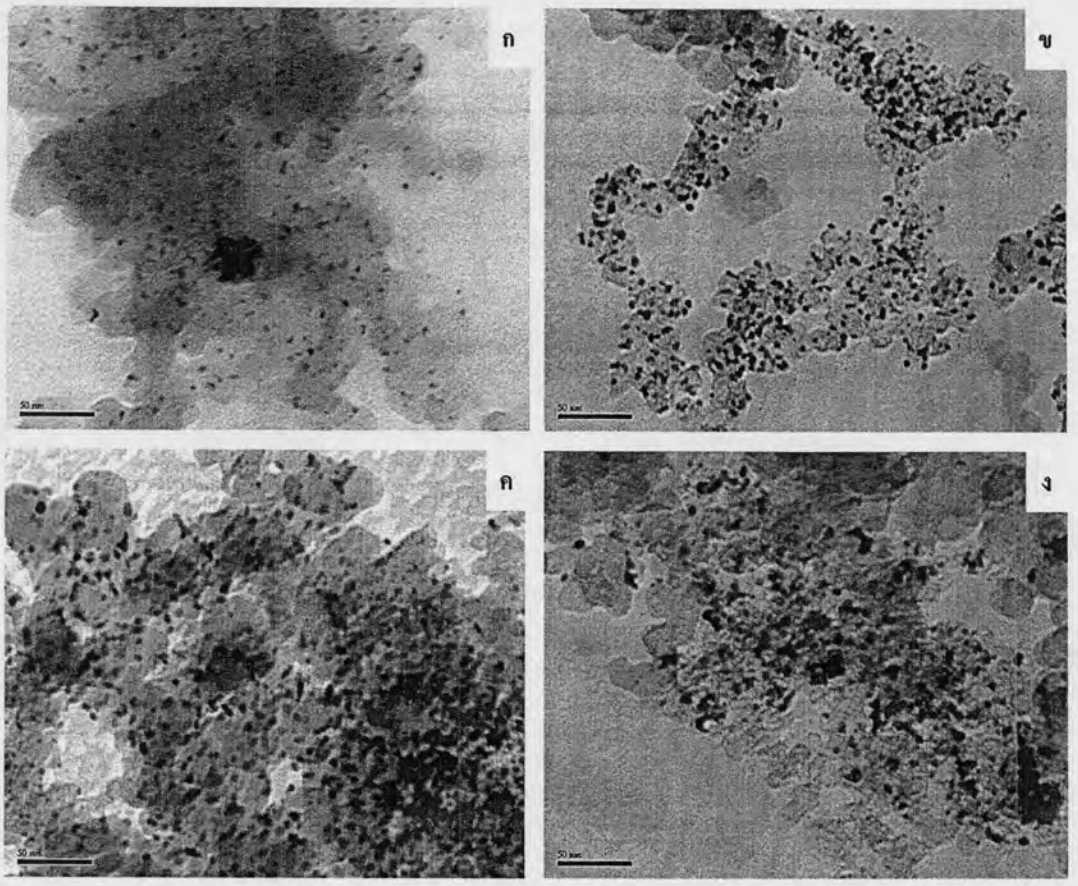


รูปที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เวลาในการเตรียมที่แตกต่างกัน โดยที่ (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 2 ชั่วโมง (ค) 3 ชั่วโมง และ (ง) 4 ชั่วโมง

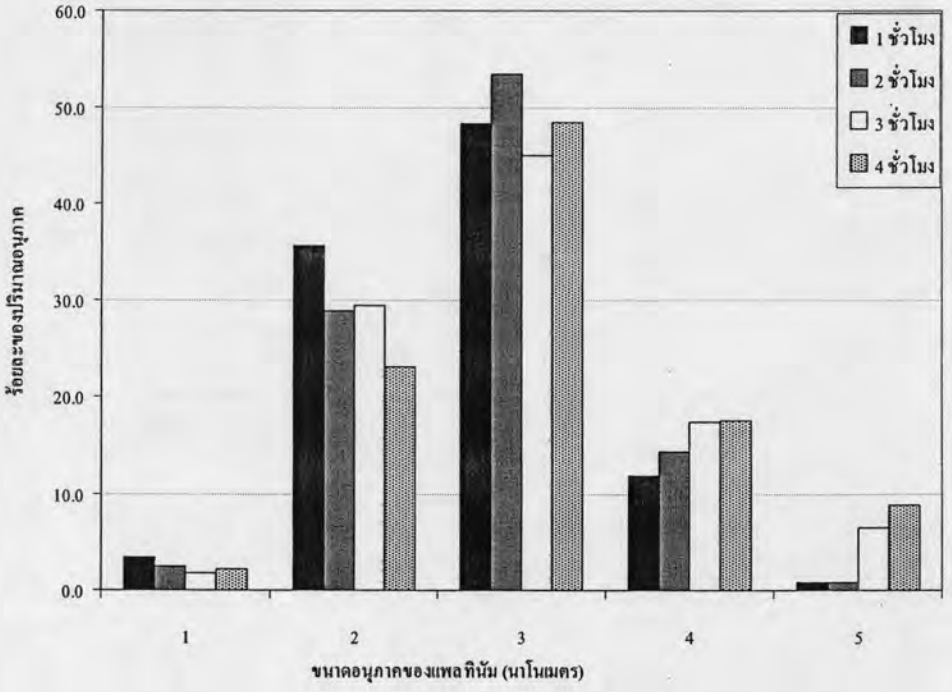
ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ยสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้เวลาในการเตรียมที่แตกต่างกัน

เวลาที่ใช้ในการเตรียม (ชั่วโมง)	ร้อยละของน้ำหนักของแพลทินัม	ขนาดอนุภาคของแพลทินัมโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)	
		XRD	TEM
1	18.02	2.91	2.81 ± 0.73
2	18.17	2.98	2.87 ± 0.74
3	18.22	3.03	3.00 ± 0.93
4	18.39	3.08	3.06 ± 0.86

จากภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง TEM ที่แสดงอยู่ในรูปที่ 4.17 พบว่าอนุภาคของแพลทินัมมีลักษณะการกระจายตัวที่ดีขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง และจะสังเกตได้ว่าเมื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เวลาในการเตรียมเพิ่มขึ้น อนุภาคของแพลทินัมบางส่วนจะมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้น ทำให้อนุภาคของแพลทินัมที่วัดได้มีขนาดใหญ่ขึ้นเล็กน้อยดังแสดงอยู่ในตารางที่ 4.5 ซึ่งขนาดอนุภาคของแพลทินัมที่วัดได้มีค่าไม่แตกต่างจากค่าที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer มากนัก อีกทั้งยังมีแนวโน้มที่สอดคล้องกัน สำหรับกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมจะแสดงอยู่ในรูปที่ 4.18 ซึ่งเมื่อพิจารณากราฟพบว่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมมีลักษณะที่แคบลงเมื่อใช้เวลาในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง และจะแคบที่สุดเมื่อใช้เวลาทั้งหมด 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เวลาในการเตรียมที่แตกต่างกัน โดยที่ (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 2 ชั่วโมง (ค) 3 ชั่วโมง และ (ง) 4 ชั่วโมง



รูปที่ 4.18 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแพลทินัมสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เวลาในการเตรียมแตกต่างกัน

ทั้งนี้เนื่องจากปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบแพลทินัมสามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วดังนั้นที่เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง สารประกอบแพลทินัมจะเกิดปฏิกิริยาและเปลี่ยนเป็นโลหะแพลทินัมบนตัวรองรับเกือบทั้งหมด แต่เมื่อใช้เวลาในการเตรียมนานขึ้นโลหะแพลทินัมที่พอกพูนอยู่บนตัวรองรับบางอนุภาคจะละลายกลับเข้าไปในสารละลายและเกิดกระบวนการพอกพูนซ้ำ (Redeposition) กลับไปที่บริเวณที่มีอนุภาคของแพลทินัมอยู่ [34] ทำให้เกิดการรวมตัวกันจนมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นและมีการกระจายตัวของแพลทินัมที่ไม่ดีนั่นเอง อย่างไรก็ตามกระบวนการนี้จะเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น จึงส่งผลต่อขนาดอนุภาคของแพลทินัมไม่มากนัก

เมื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นโดยใช้ภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่สุดคือใช้สารละลายเมทานอลที่มีความเข้มข้น 5.0 โมลต่อลิตร มีค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นเท่ากับ 1 และใช้เวลาในการเตรียมทั้งหมด 1 ชั่วโมงกับตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK พบว่ามีขนาดอนุภาคโลหะแพลทินัมที่ใหญ่กว่าเพียงเล็กน้อยโดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 2.82 นาโนเมตร และ 2.70 นาโนเมตร เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD และ TEM ตามลำดับ และพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีการกระจายตัวของอนุภาคของแพลทินัมที่สม่ำเสมอไม่แตกต่างจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมากนัก

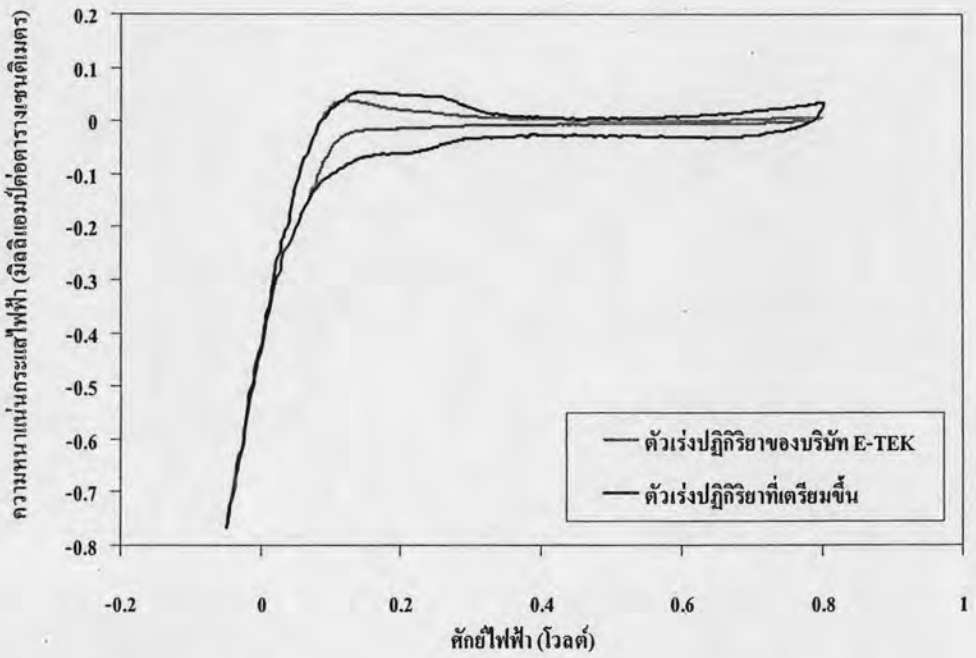
4.3 การทดสอบประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการทดสอบประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาจะประกอบไปด้วยการทดสอบด้วยวิธีไซคลิกโวลแทมเมทรี การทดสอบกราฟโพลาไรเซชัน และการทดสอบอิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้า โดยจะทำการทดสอบเปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เหมาะสมที่สุดกับตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK

4.3.1 ไซคลิกโวลแทมเมทรี

สำหรับการวิเคราะห์ประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีนี้จะทดสอบโดยนำขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่เตรียมขึ้นโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มาประกอบเป็นเซลล์เดี่ยว โดยให้ขั้วไฟฟ้าที่เตรียมขึ้นเป็นขั้วไฟฟ้าทำงานและขั้วไฟฟ้าของบริษัท E-TEK ทางการค้าเป็นขั้วไฟฟ้าสวนทาง การป้อนแก๊สจะป้อนแก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วไฟฟ้าทำงานและแก๊สเฉื่อยหรือแก๊สไนโตรเจนเข้าทางขั้วไฟฟ้าสวนทางที่มีอัตราการป้อนแก๊สทั้งสองชนิดเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน ทดสอบด้วยเครื่อง Potentiostat/Galvanostat ที่อุณหภูมิห้อง โดยทดสอบในช่วงของค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ -0.05 ไปจนถึง 0.8 โวลต์ที่อัตราการวัดค่า (Scan rate) เท่ากับ 0.02 โวลต์ต่อวินาที และใช้โปรแกรม General purpose electrochemical systems หรือ GPES ในการควบคุม

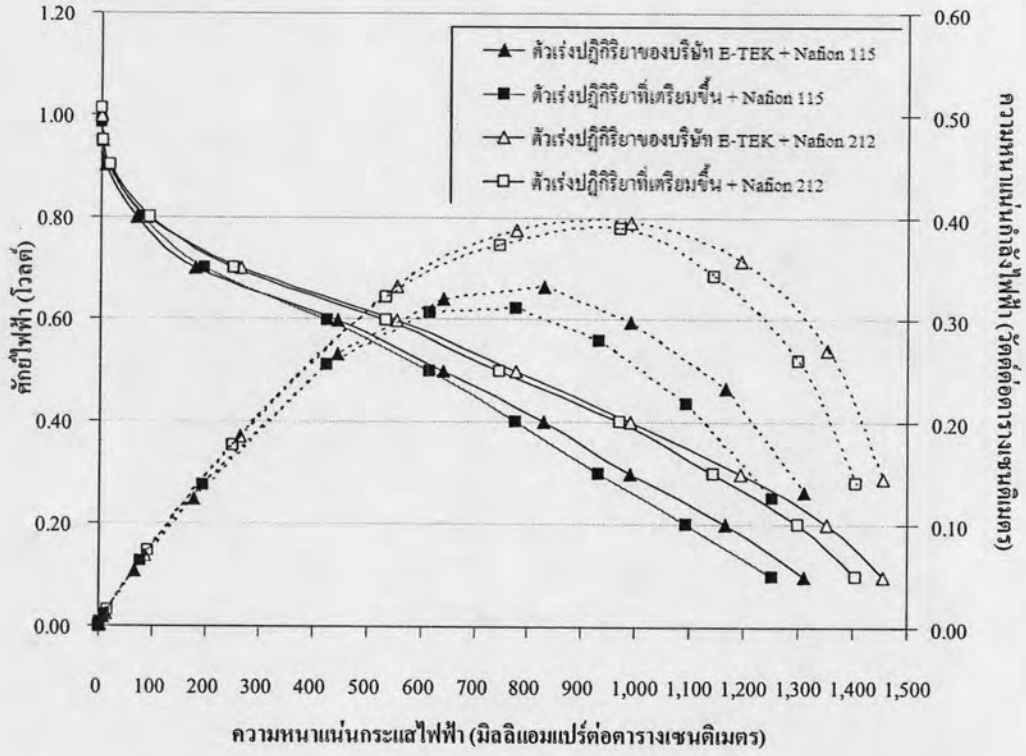
รูปที่ 4.19 แสดงกราฟไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK จากกราฟจะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีพื้นที่ผิวทางเคมีไฟฟ้า (Electrochemical surface area, ECA) ที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK โดยจากการคำนวณดังแสดงในภาคผนวก ค. พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีพื้นที่ผิวทางเคมีไฟฟ้าอยู่ที่ 39.66 และ 20.98 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK ทั้งนี้เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีขนาดอนุภาคที่เล็กและมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีนั่นเอง



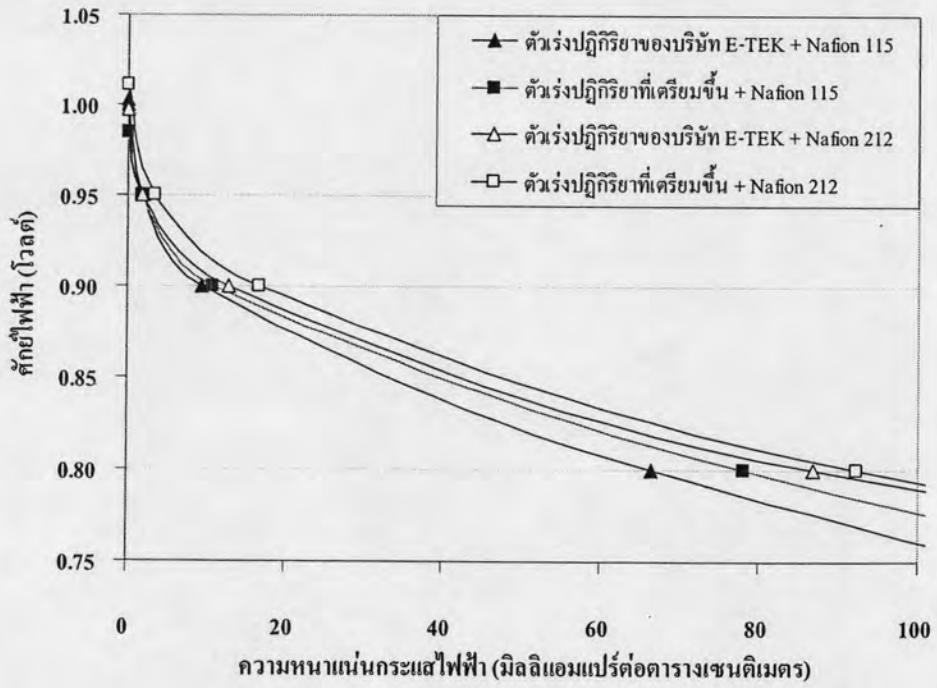
รูปที่ 4.19 กราฟไซคลิกโวลแทมเมทรีของตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น

4.3.2 การทดสอบกราฟโพลาไรเซชัน

การทดสอบหากราฟโพลาไรเซชันจะทำการทดสอบขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่ใช้เยื่อแผ่นเป็น เยื่อแผ่นเนฟิออน 115 และเยื่อแผ่นเนฟิออน 212โดยขั้วแคโทดเป็นขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มาประกอบ และขั้วแอโนดเป็นขั้วไฟฟ้าทางการค้า ทำการทดสอบโดยป้อนแก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแอโนดและแก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้วแคโทด อัตราการป้อนแก๊สทั้งสองชนิดจะอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน โดยทำงานที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันบรรยากาศ ทดสอบด้วยเครื่อง Potentiostat/Galvanostat และใช้โปรแกรม GPES ในการควบคุม สำหรับกราฟโพลาไรเซชันที่วิเคราะห์ได้จะแสดงอยู่ในรูปที่ 4.20 และ 4.21



รูปที่ 4.20 กราฟโพลาไรเซชันของขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นที่ขั้วไฟฟ้าเตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น โดยใช้เยื่อแผ่นที่แตกต่างกัน



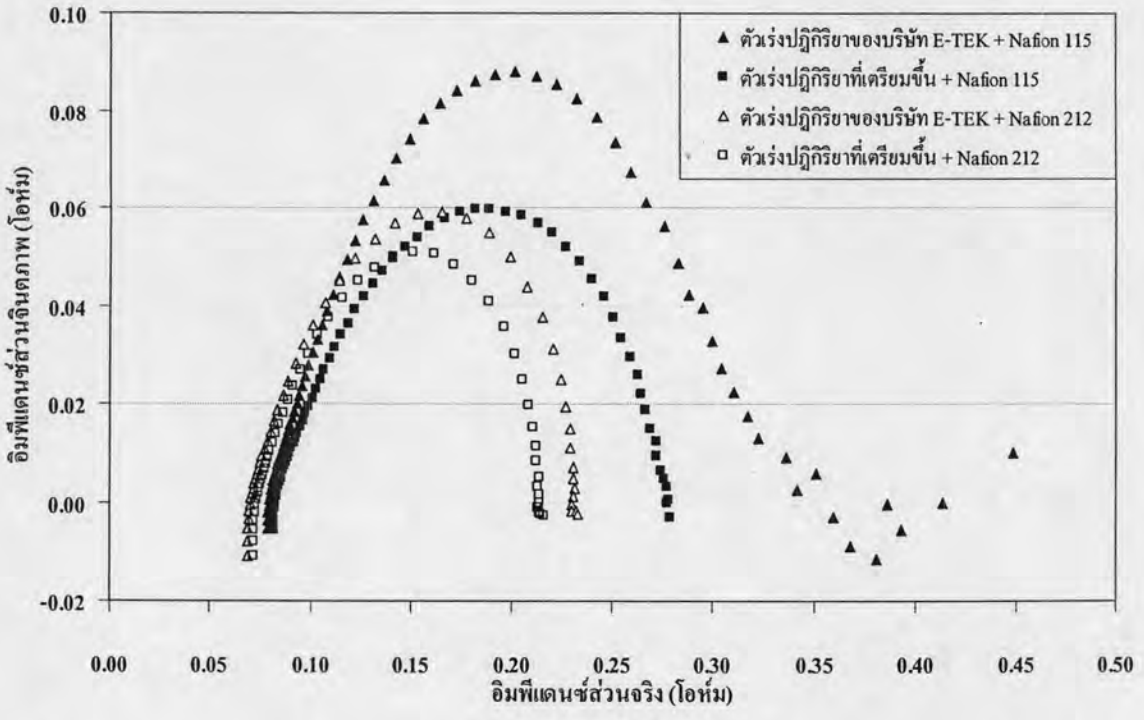
รูปที่ 4.21 กราฟโพลาไรเซชันบริเวณความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำของขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นที่ขั้วไฟฟ้าเตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น โดยใช้เยื่อแผ่นที่แตกต่างกัน

จากกราฟโพลาไรเซชันจะพบว่าเมื่อใช้เยื่อแผ่นเป็นเยื่อแผ่นเนฟิออน 115 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นและตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ เท่ากับ 427 และ 444 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ หรือมีค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ เท่ากับ 0.26 และ 0.27 วัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ ในขณะที่เปลี่ยนเยื่อแผ่นเป็นเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ จะมีค่าเท่ากับ 535 และ 552 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ หรือมีค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าค่าความต่างศักย์ 0.6 โวลต์ เท่ากับ 0.32 และ 0.33 วัตต์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ

โดยปกติแล้วในการทำงานจริงของเซลล์เชื้อเพลิงจะเกิดการสูญเสียประสิทธิภาพขึ้น ซึ่งการสูญเสียประสิทธิภาพเหล่านี้จะแบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ การสูญเสียเชิงแอกติเวชัน การสูญเสียจากความต้านทานโอห์มมิก และการสูญเสียที่เกิดขึ้นจากการถ่ายโอนมวลสาร ซึ่งที่ค่าความต่างศักย์ในช่วงค่าสูงการสูญเสียที่เกิดขึ้นส่วนใหญ่จะเป็นการสูญเสียเชิงแอกติเวชัน ซึ่งการสูญเสียนี้เป็นการสูญเสียที่เกิดขึ้นจากอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ถ้าระบบมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่สูงการสูญเสียประสิทธิภาพก็จะมีค่าน้อย โดยอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะถูกควบคุมด้วยปัจจัยต่าง ๆ ได้แก่ อุณหภูมิ ความดัน หรือลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา จากกราฟโพลาไรเซชันในรูปที่ 4.21 จะพบว่าที่ค่าความต่างศักย์สูง ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบด้วยวิธีไซคลิกโวลแทมเมทรี แต่เมื่อพิจารณาประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ในช่วงกลางดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น ซึ่งการสูญเสียประสิทธิภาพในช่วงนี้จะเป็นการสูญเสียจากความต้านทานโอห์มมิกเป็นส่วนใหญ่ หรือเป็นการสูญเสียที่เกิดจากความต้านทานในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนผ่านขั้วไฟฟ้าและแผ่นสะสมไฟฟ้ารวมถึงการเคลื่อนที่ของโปรตอนผ่านเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนโปรตอน ถ้าวัสดุที่ใช้มีความต้านทานทางไฟฟ้าที่สูงก็จะส่งผลทำให้มีการสูญเสียมากขึ้นตามไปด้วย เนื่องจากตัวรองรับที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับปรุงคุณภาพก่อนนำมาใช้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้ตัวรองรับอาจมีสารอินทรีย์ปนเปื้อนอยู่ทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าลดลง แต่อย่างไรก็ตามการปรับปรุงคุณภาพที่ไม่เหมาะสมอาจทำให้โครงสร้างของตัวรองรับมีการเปลี่ยนแปลงจนทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าลดลง ดังนั้นจึงต้องมีการศึกษาขั้นตอนการปรับปรุงคุณภาพที่เหมาะสมเพื่อป้องกันการสูญเสียประสิทธิภาพที่จะเกิดขึ้นต่อไป นอกจากนี้เมื่อเปลี่ยนเยื่อแผ่นจากเยื่อแผ่นเนฟิออน 115 เป็นเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 พบว่าการสูญเสียจากความต้านทานเชิงโอห์มมีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 มีลักษณะที่บางกว่าเยื่อแผ่นเนฟิออน 115 ส่งผลให้โปรตอนสามารถถ่ายโอนได้สะดวกกว่า

4.3.3 การวิเคราะห์อิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้า

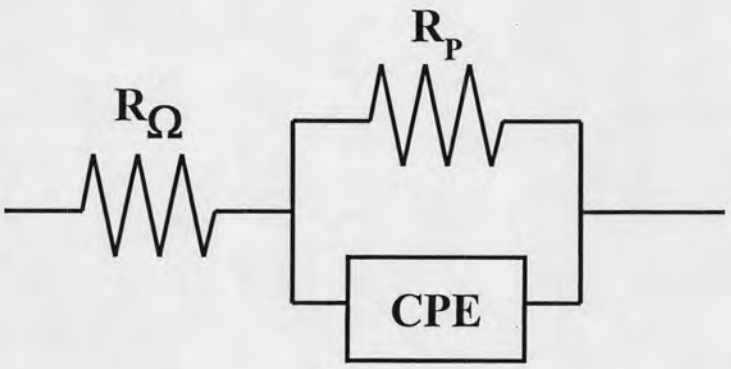
การวิเคราะห์สมบัติของเซลล์เชื้อเพลิงอิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้าจะใช้ภาวะการทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบหากราฟโพลาไรเซชัน ด้วยเครื่อง Potentiostat/Galvanostat แต่จะใช้โปรแกรม Frequency response analyzer หรือ FRA ในการควบคุม โดยจะทำการทดสอบหาอิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์เท่ากับ 0.8 โวลต์ โดยป้อนแก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแอโนดและแก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้วแคโทด อัตราการป้อนแก๊สทั้งสองชนิดจะอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน และทำงานที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันบรรยากาศ รูปที่ 4.22 แสดงกราฟ Nyquist plot ที่ได้จากการวิเคราะห์อิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้าของขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่ใช้ในการทดสอบ นอกจากนี้ค่าอิมพีแดนซ์ต่าง ๆ ได้แก่ ความต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance) ความต้านทานจากการถ่ายโอนประจุ (Charge transfer resistance) เอลิเมนต์เฟสคงที่ (Constant phase element) และเลขชี้กำลังของเอลิเมนต์เฟสคงที่ (Constant phase element exponent) สามารถคำนวณได้จากกราฟ Nyquist plot ดังแสดงในภาคผนวก ง. [35] หรือใช้โปรแกรม FRA ในการคำนวณ โดยตารางที่ 4.6 แสดงค่าอิมพีแดนซ์ต่าง ๆ ซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยระหว่างค่าที่ได้จากการคำนวณและค่าที่ได้จากการใช้โปรแกรม FRA



รูปที่ 4.22 กราฟ Nyquist plot จากการทดสอบอิมพีแดนซ์ของขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.8 โวลต์ โดยที่ขั้วไฟฟ้าเตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น โดยใช้เยื่อแผ่นที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.6 ค่าอิมพีแดนซ์ต่าง ๆ โดยเฉลี่ยจากการทดสอบขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่น

ตัวเร่งปฏิกิริยา	เยื่อแผ่น	ค่าอิมพีแดนซ์โดยเฉลี่ย			
		ความต้านทานโอห์มมิก (โอห์ม)	ความต้านทานจากการถ่ายโอนประจุ (โอห์ม)	เอลีเมนต์เฟสคงที่ (ฟารัด)	เลขชี้กำลังของเอลีเมนต์เฟสคงที่ (α)
ตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK	Nafion 115	0.0835	0.2659	0.1072	0.7665
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นเอง	Nafion 115	0.0914	0.1936	0.1031	0.7336
ตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK	Nafion 212	0.0722	0.1651	0.2110	0.7740
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นเอง	Nafion 212	0.0772	0.1524	0.2139	0.7330



รูปที่ 4.23 วงจรไฟฟ้าสมมูลของระบบเซลล์เชื้อเพลิง

นอกจากนี้วงจรไฟฟ้าสมมูลที่แสดงลักษณะของระบบเซลล์เชื้อเพลิงมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.23 โดยที่

R_Ω คือความต้านทานโอห์มมิก

R_P คือความต้านทานจากการถ่ายโอนประจุ

CPE คือเอลิเมนต์เฟสคงที่

ซึ่งจากการเปรียบเทียบค่าอิมพีแดนซ์พบว่าขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่เตรียมจากเยื่อแผ่นชนิดเดียวกัน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีค่าความต้านทานจากการถ่ายโอนประจุน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK แต่ในทางตรงกันข้ามตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีค่าความต้านทานโอห์มมิกที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK และเมื่อเปรียบเทียบขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่ใช้เยื่อแผ่นเนฟิออน 115

กับ ขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่ใช้เยื่อแผ่นเนฟิออน 212 พบว่าเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 มีความต้านทานโอห์มมิกที่น้อยกว่าเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 ซึ่งผลการวิเคราะห์อิมพีแดนซ์ทางเคมีไฟฟ้ามีความสอดคล้องกับกราฟโพลาไรเซชันในหัวข้อที่ 4.3.2 และเมื่อพิจารณาค่าเอลิเมนต์เฟสคงที่ พบว่าขั้วประกอบเยื่อแผ่นที่เตรียมจากเยื่อแผ่นชนิดเดียวกัน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีค่าใกล้เคียงกับตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า แต่เมื่อพิจารณาเลขชี้กำลังของเอลิเมนต์เฟสคงที่หรือค่า α พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีค่าน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางการค้า เนื่องจากโดยอุดมคติแล้ว ตัวเก็บประจุชั้นซ้อนทับจะมีมุมของเฟสอยู่ที่ 90 องศา แต่ในความเป็นจริงแล้วมุมของเฟสจะมีการเบี่ยงเบนเกิดขึ้นเนื่องมาจาก ความขรุขระของพื้นผิวชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้าซึ่งจะส่งผลต่อปัจจัยต่าง ๆ เช่น การกระจายตัวของอัตราการเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า การเปลี่ยนแปลงความหนาหรือองค์ประกอบของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของขั้วไฟฟ้า รวมไปถึงการกระจายตัวของกระแสไฟฟ้าที่ไม่สม่ำเสมอ โดยค่า α จะเป็นสัดส่วนของมุมของเฟสที่เกิดขึ้นต่อมุมของเฟสในอุดมคติหรือที่ 90 องศานั่นเอง ถ้าค่า α มีค่าน้อยลงแสดงว่าขั้วไฟฟ้ามีพื้นผิวที่ไม่สม่ำเสมอมากขึ้น ดังนั้นการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีค่า α สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นแสดงให้เห็นว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK มีลักษณะพื้นผิวของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความสม่ำเสมอมากกว่าขั้วไฟฟ้าที่เตรียมจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้น

เมื่อพิจารณากราฟ Nyquist plot ที่บริเวณค่าความถี่สูงจะพบว่ามีอิมพีแดนซ์ส่วนจินตภาพที่มีค่าติดลบซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีการเหนี่ยวนำที่เกิดขึ้น โดยการเชื่อมต่อสายไฟฟ้าที่ไม่สนิทพอดีจะส่งผลทำให้มีการเหนี่ยวนำทางไฟฟ้าเกิดขึ้นนั่นเอง

จากการวิเคราะห์ประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้า ที่ค่าความต่างศักย์สูงพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพทางไฟฟ้าเคมีที่สูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK แต่จะมีประสิทธิภาพน้อยกว่าเมื่อค่าความต่างศักย์ลดลงอยู่ในช่วงกลาง และการใช้เยื่อแผ่นที่มีลักษณะบางกว่าเช่นเยื่อแผ่นเนฟิออน 212 จะช่วยลดความต้านทานโอห์มมิกด้วย