ผลของตัวแปรต่อการเตรียมเอ็มอีเอในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

นางสาวศศิกานต์ เอ็นดู

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2549 ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECT OF VARIABLES ON MEA PREPARATION IN PEM FUEL CELL

Miss Sasikarn Endoo

สถาบนวทยบรการ

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 2006 Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์
โดย
สาขาวิชา
อาจารย์ที่ปรึกษา

ผลของตัวแปรต่อการเตรียมเอ็มอีเอในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม นางสาวศศิกานต์ เอ็นดู เคมีเทคนิค รองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

- คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(ศาสตราจารย์ ดร. เปี่ยมศักดิ์ เมนะเศวต)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

Of al ประธานกรรมการ

(ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)

_____ อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์)

(รองศาสตราจารย์ ดร. เก็จวลี พฤกษาทร)

SUNTER HOLDEN SUNTE

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สงบทิพย์ พงศ์สถาบดี)

ศศิกานต์ เอ็นดู : ผลของตัวแปรต่อการเตรียมเอ็มอีเอในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม. (EFFECT OF VARIABLES ON MEA PREPARATION IN PEM FUEL CELL) อ. ที่ปรึกษา: รองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์, 125 หน้า

ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ (Membrane electrode assemblies, MEA) ถือเป็น หัวใจสำคัญต่อการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม เนื่องจากเป็นองค์ประกอบที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา เคมีไฟฟ้า ในงานวิจัยนี้เลือกศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน ได้แก่ ปริมาณเทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด เวลาของการอบขั้วอิเล็กโทรด แก๊ลที่ใช้ในการอบขั้ว อิเล็กโทรดและปริมาณเนฟีออน เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน ที่ให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสูงที่สุด ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนที่เตรียมได้จะนำไปประกอบเป็น เซลล์เชื้อเพลิงและวิเคราะห์การทำงานด้วยวิธี Polarization curve, Impedance Spectroscopy, Cyclic voltammetry และทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ SEM EDX และ XRD จากการทดสอบสมรรถนะของ เซลล์เชื้อเพลิงพบว่าภาวะที่เหมาะสมที่ทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุด คือ ไม่ใช้เทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรดที่ 80 °C ปริมาณเนฟีออนร้อยละ 10 เวลาในการอบขั้วอิเล็กโทรด 0.5 ชั่วโมง และอบขั้วอิเล็กโทรดในบรรยากาศของอากาศ สมรรถนะที่ดีที่สุดที่ได้จากการทดลองพบว่า ได้ค่าความ หนาแน่นกระแลไฟฟ้าเท่ากับ 314 mA/cm² คิดเป็นกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.94 W ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V เมื่อ ภาวะการเดินกระบวนการที่ 60 °C และความขึ้นสัมพัทธ์ร้อยละ100 จากนั้นนำภาวะที่เหมาะสมที่ได้ค่า ความหนาแน่นกระแลไฟฟ้าลูงที่สุด มาเตรียมเอ็มอีเอขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ ประกอบ เป็นหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง และทำการทดสอบพบว่าได้กำลังไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 4.53 วัตต์ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 ໂວລຕ໌

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลย

ภาควิชา...เคมีเทคนิค... สาขาวิชา...เคมีเทคนิค... ปีการศึกษา 2549...

ลายมือชื่อนิสิต พิมีการก่ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 🗢

4772493323 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEY WORD: PEMFC / MEA / ELECTRODE

SASIKARN ENDOO: EFFECT OF VARIABLES ON MEA PREPARATION IN PEM FUEL CELL. THESIS ADVISOR: ASSOC.PROF.PORNPOTE PIUMSOMBOON, Ph.D., 125 pp.

Membrane Electrode Assemblies, MEA, is the heart of the Proton Exchange Membrane Fuel Cell because it is the component to provide electrochemical reactions. In this work, the effects of parameters on MEA preparation such as PTFE contents, temperature of drying, time of drying, gas for drying and Nafion content were studied. The objective was to find the optimum conditions of these parameters. The prepared MEAs were assembled as a single cell and tested in order to obtain Polarization curve, Impedance Spectroscopy, Cyclic voltammetry. Their physical properties were also analyzed by SEM EDX and XRD. The result indicated that the optimum condition was at the PTFE content 0 μ L, temperature 80°C, Nafion content 10%, time 0.5 hr. and drying electrodes with air. The best performance was observed when the highest current density and the power were 314 mA/ cm² and 0.94 W at 0.6 V. respectively, with the running condition of 60 °C, and 100% humidity. Then, employed the best condition of MEA preparation from previous study to prepare a 2-cell fuel cell stack. The stack was run and the maximum obtainable power was 4.53 W at 0.8 V.

สถาบนวทยบรการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร. พรพจน์ เปี่ยมสมบูรณ์ อาจารย์ที่ปรึกษา วิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร. เก็จวลี พฤกษาทร ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สงบทิพย์ พงศ์สถา บดี ที่กรุณาให้คำปรึกษา และความช่วยเหลือให้งานวิจัยลุล่วงไปด้วยดี และขอขอบพระคุณ คณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้คำแนะนำในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณ โครงการพัฒนาบัณฑิตศึกษาและวิจัยด้านเชื้อเพลิง ภายใต้โครงการพัฒนา บัณฑิตศึกษาด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ศูนย์ปิโตรเลียมและเทคโนโลยีปิโตรเคมี ที่มอบ ทุนอุดหนุนและส่งเสริมวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความ สะดวกตลอดการทำวิจัย โดยเฉพาะอย่างยิ่งพี่กฤติกา จารุทะวัยและบรรยง นาครำไพ ที่คอยร่วม แก้ไขปัญหาต่างๆ จนงานวิจัยสำเร็จด้วยดี

ขอขอบคุณ เพื่อนๆ พี่ๆ และน้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือ และให้กำลังใจ จนงานวิจัยลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายขอขอบพระคุณบิดา-มารดาและทุกคนในครอบครัวที่เป็นกำลังใจ เข้าใจ ให้ความ ช่วยเหลือและให้การสนับสนุนเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

บทคัดย่อภาษาไทย	ঀ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ବ
กิตติกรรมประกาศ	ନ୍ଥ
สารบัญ	ป
สารบัญตาราง	ฏ
สารบัญรูปภาพ	୩

บทที่

1	บทน้ำ	1
	1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
	1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
	1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
	1.4 ขั้นตอนการดำเน <mark>ินงานวิจัย</mark>	3
2	วารสารปริทัศน์	4
	2.1 เซลล์เชื้อเพลิง	4
	2.1.1 ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงและหลักการทำงาน	4
	2.2 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน	7
	2.2.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	7
	2.3 แผ่นส <mark>ะ</mark> สมกระแสไฟฟ้า	9
	2.4 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน	9
	2.4.1 เมมเบรน	10
	2.4.2 ขั้วอิเล็กโทรด	11
	2.5 การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด	14
	9 2.5.1 วิธีการเตรียมน้ำหมึก (Ink) สำหรับขั้วอิเล็กโทรด	15
	2.5.2 เทคนิคการป้อนน้ำหมึก	16
	2.6 การอัดด้วยความร้อนในการประกอบขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน	18
	2.7 โพลาไรเซชัน (Polarization)	18
	2.8 อิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance	
	Spectroscopy)	21

บทที่ ห	เน้า
2.8.1 ตัวต้านทาน (Resistance, R)	25
2.8.2 ตัวเก็บประจุ (Capacitance, C)	26
2.8.3 Constance Phase Element, CPE	26
2.8.4 Warburg Impedance, Z _{war}	27
2.8.5 ขดลวดเหนี่ยวนำ (Inductance, L)	27
2.8.6รูปแบบของอิมพิแดนซ์ที่เกิดขึ้นในลักษณะต่างๆ	28
2.9 การประกอ <mark>บเซลล์เดี่ย</mark> ว (Single cell) และหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง (Stacks)	30
2.10 การจัดการน้ำ (Water management)	33
2.11 การออ <mark>กแบบกาทดลองเชิงแฟกทอรียลแบบ</mark> 2 ^ห	35
2.1 <mark>1</mark> .1 วิธีการทั่วไปในการวิเคราะห์เชิงสถิติ	35
2.11.2 การวิเคราะห์ความแปรปรวน	36
2.11. <mark>3</mark> แบบจำลองการถดถอย	37
2.1 <mark>1.4 การตรวจสอบความถู</mark> กต้องของแบบจำลอง	37
2.12 งานวิจัยที่เ <mark>กี่ย</mark> วข้อง	38
3 อุปกรณ์และวิธีการดำเนินงานวิจัย	40
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	40
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	40
3.3 ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว	41
3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	41
3.5 ระบบทดสอบสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง	43
3.6 ตัวแปรที่ศึกษา	44
3.7 วิธีดำเนินการวิจัย	44
3.7.1 การปรับสภาพของเมมเบรน	44
3.7.2 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรด	44
3.8 การวิเคราะห์สมบัติของขั้วอิเล็กโทรด	45
3.8.1 การกระจายตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา	46
3.8.2 การหาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด	46
3.8.3 การศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา	46

ç	h	ſ
b	ት	l

บทที่	าน้ำ
3.10 การวัดสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว	47
3.10.1 การประกอบเซลล์เดี่ยวของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว)	47
3.10.2 ขั้นตอนก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	47
3.10.3 ขั้นตอนการBreak-In	49
3.10.4 ขั้นตอนการท <mark>ดสอบสมร</mark> รถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว)	50
3.10.5 ขั้ <mark>นตอนภายหลังการทดสอบสม</mark> รรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง	
(เซลล์เดี่ยว)	50
3.11 Cyclic Sweep Voltammetry (CV) measurement	51
3.12 การวั <mark>ดสมรรถนะของห</mark> น่วย <mark>ชั้นเซลล์เชื้อเพลิง</mark>	52
3.12.1 การประกอบเอ็มอีเอของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง จำนวน 2 เซลล์	
3.12.2 ขั้นตอนการทดสอบสมรรถนะการทำงานของหน่วยชั้นเซลล์	
เชื้อเพลิง	52
3.1 <mark>2.3 ขั้นตอนภายหลังการทดสอบสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง</mark>	53
4 ผลการทดลองและอภิป <mark>ร</mark> ายผ <mark>ล</mark>	54
4.1 การออกแบบการ <mark>ทดลอง (ตอนที่1</mark>)	54
4.1.1 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด	58
4.1.2 ผลของแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด	59
4.1.3 ผลของสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการอบขั้ว	
อิเล็กโทรด	60
4.1.4 การตรวจสอบสมมติฐานของการออกแบบการทดลองชุดที่ 1	62
4.2 ผลของการทดสอบภายนอก (Ex situ) หรือลักษณะทางกายภาพของขั้ว	
อิเล็กโทรด	63
4.2.1 ผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Scanning Electron Microscopy	
(SEM)	63
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Energy Dispersive X-ray (EDX)	64
4.3 ผลของการทดสอบภายใน (In situ) หรือการทดสอบสมรรถนะของเซลล์	
เชื้อเพลิง	66
4.3.1 การศึกษาในรูปโพลาไรเซชันของการทดลองตอนที่ 1	66
4.3.2 การวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนในเซลล์เชื้อเพลิงทำโดย	

บทที่	หน้า
เทคนิคอิมพีแดนซ์ในรูปอิมพีแดนซ์สเปโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า	
(Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) ของการ	
ทดลองตอนที่ 1	68
4.3.3 Cyclic Sweep Voltammetry (CV) measurement	70
4.4 การออกแบบการทด <mark>ลอง (ตอนที่2)</mark>	72
4.4.1 ผลข <mark>องปริมาณเนฟิออน</mark>	76
4.4.2 การตรวจสอบสมมติฐานของการออกแบบการทดลองชุดที่ 2	78
4.5 ผลของก <mark>ารทดสอบภายนอก</mark> (Ex situ) ของการทดลองตอนที่ 2	79
4.5.1 ผลการศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด	79
4.6 ผลขอ <mark>งการทดสอบภายใน (In situ) หรือการทด</mark> สอบสมรรถนะของเซลล์	
เชื้อเพลิงตอนที่ 2	81
4.6.1 การ Break-In	81
4.6.2 การศึกษาโพ <mark>ลาไรเซชันของการทดล</mark> องตอนที่ 2	82
4.6.3 กา <mark>รวิ</mark> เครา <mark>ะห์ความต้านทานเชิงซ้อนในเซลล์เชื้อเพลิงทำโดย</mark>	
เทคนิคอิ <mark>มพีแดนซ์ในรูปอิมพีแดนซ์</mark> สเปโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า	
(Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) ของการ	
ทดลองตอนที่ 2	86
4.6. <mark>4</mark> การศึกษาสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	91
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	93
5.1 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ	93
5.1.1 การทดลองตอนที่ 1	94
5.1.2 การทดลองตอนที่ 2	95
5.2 ข้อเสนอแนะ	96
รายการอ้างอิง	98
ภาคผนวก	101
ภาคผนวก ก	102
ภาคผนวก ข	112
ภาคผนวก ค	114
ภาคผนวก ง	122

บทที่	หน้า
ภาคผนวก จ	124
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	125



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตาราง	\tilde{N}	หน้า
2.1	องค์ประกอบของวงจรสมมูลทางไฟฟ้า	25
4.1	ปัจจัยและระดับค่าของการทดลองตอนที่ 1	55
4.2	การทดลองและผลการทดลองจากการออกแบบการทดลอง 2⁴ แฟกทอเรียล ตอนที่ 1	55
4.3	วิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ของการทดลองตอนที่ 1	57
4.4	สรุปผลการวิเคราะห์ <mark>ความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงของการทดลองตอนที่</mark> 1	70
	จากรูปที่ 4.10 และ <mark>4.11</mark>	
4.5	ปัจจัยและระดับค่าของการทดลองตอนที่ 2	72
4.6	ชุดการทดลองแล <mark>ะผลการทดลองจากการออกแบบการทดล</mark> อง 2 ⁴⁻¹ แฟกทอเรียล	
	ตอนที่ 2	73
4.7	การวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ของการทดลอง	
	ตอนที่ 2	75
4.8	สรุปผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction ของขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้และขั้วอิเล็กโทรด	
	ทางการค้าที่โครงสร้าง <mark>แพลทินัม 111</mark>	81
4.9	การเปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V	
	ระหว่างชุดการทดลองที่ 1 และชุดการทดลองที่ 2	88
4.10	สรุปผลการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V จาก	
	รูปที่ 4.26	90
4.11	สรุปการเปรียบเทียบปริมาณแพลทินัม ปริมาณเนฟีออน และค่าความหนาแน่น	
	กระแสไฟฟ้ากับงานวิจัยอื่นๆ	94
ก.1	ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีดุลมวลของชุดการทดลองตอนที่ 1	105
ก.2	ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีดุลมวลของชุดการทดลองตอนที่ 2	
	(replicate1)	107
ก.3	ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีดุลมวลของชุดการทดลองตอนที่ 2	
	(replicate 2)	108
ก.4	ผลการวัดค่า CV ของชุดการทดลองตอนที่ 1	111
ค.1	ผลการทดลองจากชุดการออกแบบการทดลองตอนที่ 1	114

ตาราง	ที่	หน้า
ค.2	ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่ 1	115
p.3	ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่ 2 (replicate1)	118
ค.4	ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่ 2 (replicate2)	120
থ.1	ผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction ของขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าและขั้วอิเล็กโทรดที่	
	เตรียมได้	123



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

ภาพประ	กอบ	หน้า
2.1	หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	8
2.2	เซลล์เดี่ยว (Single cell) ของเซลล์เซื้อเพลิงพีอีเอ็ม	9
2.3	โครงสร้างของ Perfluorosulfonic membrane หรือ Nafion membrane	10
2.4	การถ่ายโอนของแก๊ส โปรตอนและอิเล็กตรอนในขั้วอิเล็กโทรด	13
2.5	กระบวนการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบน <mark>ขั้วอิเล็กโทรดด้</mark> วยวิธีการสเปรย์	17
2.6	กระบวนการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีการพิมพ์	17
2.7	โพลาไรเซชันของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	20
2.8	ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าของระบบเคมีไฟฟ้าในเชิงทฤษฎี	20
2.9	Nyquist plot และ Bode plot	23
2.10	รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเคมีไฟฟ้า	28
2.11	รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์เชื้อเพลิงที่มีการปนเปื้อนในแก๊สเชื้อเพลิง	29
2.12	รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์เชื้อเพลิงที่เกิดน้ำท่วม	30
2.13	การประกอบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม	31
2.14	กระบวนการเคลื่อนที่ของน้ำในเมมเบรน	34
3.1	ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยวที่ใช้ในการทดลอง	41
3.2	เครื่องPotentiostat/ Galvanostat รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab	41
3.3	Hard ware ส <mark>ำห</mark> รับทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว) ของบริษัท	
	Electrochem. Inc	42
3.4	ลักษณะช่องทางการไหลใน unipolar plate ของเซลล์เดี่ยว แบบ Serpentine	42
3.5	ระบบทดสอบสมรรถนะหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ในการทดลอง	42
3.6	เครื่อง Electronic load รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab	43
3.7	Hard ware หน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ ของ	
	บริษัท Electrochem. Inc	43
3.8	ลักษณะช่องทางการไหลใน bipolar plate ของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง แบบตรง	
	(Straight channel flow pattern)	43

ภาพประ	ักอบ	หน้า
4.1	ความสัมพันธ์ระหว่าง Half Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ	56
4.2	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับอุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด.	58
4.3	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับแก๊สที่ใช้ในการอบขั้ว	
	อิเล็กโทรด	59
4.4	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความห <mark>นาแน่น</mark> กระแสไฟฟ้ากับสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิ	
	และแก๊สที่ใช้ในการอ [ุ] บขั้ว <mark>อ</mark> ิเล็กโทรด	61
4.5	การพล็อตความน่า <mark>จะเป็นแบบ</mark> ปกติของส่วนตกค้าง	62
4.6	ความสัมพันธ์ระหว่างผลตอบส [ู] นองที่มาจากการคำนวณทางคณิตศาสตร์เทียบกับ	
	ค่าที่ได้จากการท _ุ ดล <mark>อ</mark> ง	63
4.7	พื้นผิวหน้าขอ <mark>งขั้วอิเล็กโทรดวัด</mark> ด้วยเครื่อง SEM	64
4.8	การวิเคราะห์ปริมาณแพลทินัมโดยเครื่อง EDX	65
4.9	ความสัมพันธ์ระหว่าง <mark>ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและคว</mark> ามต่างศักย์ของการทดลอง	
	ลำดับที่ 6 เปรียบเทียบกับ Commercial MEA	67
4.10	อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของการทดลองลำดับที่ 6 เปรียบเทียบกับ Commercial	
	MEA	68
4.11	กราฟ CV ของการทดลองที่ 6	70
4.12	กราฟ CV ของเอ็มอีเอทางการค้า	71
4.13	ความสัมพันธ์ระหว่าง Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ	74
4.14	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับ <mark>ปริ</mark> มาณเนฟิออน	76
4.15	ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา	77
4.16	กราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง	78
4.17	กราฟของส่วนตกค้างกับค่าผลผลิตที่ถูกทำนาย (Predicted)	79
4.18	การวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า โดย	
	เทคนิค XRD	79
4.19	การวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกีริยาบนขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมด้วย	
	วิธีการพิมพ์ โดยเทคนิค XRD	80
4.20	ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับเวลา สำหรับการ Break-In ที่ศักย์ไฟฟ้า0.5 V	
	ของเอ้มอิเอทิเตรียมได้ของภาวะการทดลองที่ 1 ของชุดการทดลองที่ 2 (ครั้งที่1)	82

ภาพประกอบ		หน้า
4.21	ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับเวลา สำหรับการ Break-In ที่ศักย์ไฟฟ้า0.5 V	
	ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ของภาวะการทดลองที่ 1 ของชุดการทดลองที่ 2 (ครั้งที่2)	83
4.22	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง	
	ลำดับที่ 1 ของชุดการทดลองตอนที่ 2 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■)	
	Commercial MEA; (♦) การทดสอบครั้งที่1 ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้	84
4.23	ความสัมพันธ์ระหว่างค <mark>วามหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง</mark>	
	ลำดับที่ 1 ของชุดก <mark>ารทดลองต</mark> อนที่ 2 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■)	
	Commercial MEA; (♦) การทดสอบครั้งที่1 ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ :(▲) การ	
	ทดสอบซ้ำของเอ็มอีเอที่เตรียมได้	85
4.24	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง	
	ลำดับที่1 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■) Commercial MEA; (▲) เอ็มอีเอ	
	ที่เตรียมได้ (Nafion 20%): (♦) เอ็มอีเอที่เตรียมได้ (Nafion 10%)	86
4.25	อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟิออน 10%	87
4.26	อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ (10% Nafion) เปรียบเทียบกับเอ็ม	
	อีเอทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V: (■) Commercial MEA; (▲) เอ็มอีเอที่เตรียมได้	89
4.27	ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้ากับ	
	กำลังไฟฟ้าของเซลล์เดี่ยวขนาด 5 ตารางเซนติเมตร	91
4.28	ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้ากับ	
	กำลังไฟฟ้าของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์	92
4.29	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของเซลล์เดี่ยวที่	
	มีขนาด 5 ตารางเซนติเมตร: (�), และหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตาราง	
	เซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์: (■)	93
ข.1	ปริมาณแพลทินัม 16.06% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.45 mg /cm²	112
ข.2	ปริมาณแพลทินัม 16.44% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.42 mg /cm²	112
ข.3	ปริมาณแพลทินัม 16.92% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.51 mg /cm²	113
ข.4	ปริมาณแพลทินัม 16.53 %คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.37 mg /cm²	113

ภาพประ	ะกอบ	หน้า
ຈ.1	หม้อความชื้นของระบบการทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง: (ก) หม้อความชื้นก่อนการปรับปรุง	
	และ (ข) หม้อความชื้นที่ปรับปรุงแล้ว	124



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในช่วงศตวรรษที่ผ่านมาพลังงานส่วนใหญ่ได้มาจากกระบวนการเผาไหม้เชื้อเพลิงฟอสซิล (ถ่านหิน น้ำมัน และแก๊สธรรมชาติ) แต่ผลของกระบวนการเผาไหม้เชื้อเพลิงเหล่านี้ ทำให้เกิด ปัญหาสิ่งแวดล้อมอย่างมากมาย อาทิเช่น ปรากฏการณ์เรือนกระจก ซึ่งมีสาเหตุมาจากแก๊ส คาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) และยังอาจมีกากของเสียที่เหลือจากการเผาไหม้ รวมไปถึง ประสิทธิภาพในการแปรรูปพลังงานต่ำ ดังนั้นจึงมีการค้นคว้าและพัฒนาหาแหล่งพลังงานที่เป็น มิตรต่อสิ่งแวดล้อมและกระบวนการเปลี่ยนรูปพลังงานที่มีประสิทธิภาพดีกว่ากระบวนการผลิต พลังงานแบบเดิม ซึ่งทางเลือกหนึ่งก็คือ เซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) คือ อุปกรณ์ที่ใช้กระบวนการเคมีไฟฟ้าในการเปลี่ยนรูป พลังงานเคมีไปเป็นพลังงานไฟฟ้าซึ่งปฏิกิริยาส่วนใหญ่ที่นิยมเป็นปฏิกิริยาระหว่างออกซิเจนกับ ไฮโดรเจนโดยไม่ต้องผ่านการเผาไหม้ ทำให้เครื่องยนต์ที่ใช้เซลล์เชื้อเพลิงนี้ไม่ก่อมลภาวะทาง อากาศ ไม่มีเสียงดังรบกวน ทั้งยังมีประสิทธิภาพการเปลี่ยนรูปพลังงานสูงกว่า เครื่องยนต์เผาไหม้ 1-3 เท่า [1] ขึ้นอยู่กับชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง และชนิดของเชื้อเพลิงที่ใช้

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม (Protonexchange membrane fuel cell, PEMFC) เป็นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจ อย่างมาก เนื่องจากมีขนาดเล็ก สามารถทำงานได้รวดเร็วแม้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำคืออยู่ ในช่วง 60 – 100 องศาเซลเซียส และ 1-2 บรรยากาศ อิเล็กโทรไลต์เป็นของแข็งจึงสามารถทนต่อ ความแตกต่างของแรงดันของแก๊สทั้งสองข้างได้ดี ไม่มีปัญหาเกี่ยวกับการกัดกร่อนของอิเล็กโทร ไลต์ นอกจากนี้เซลล์ชนิดนี้ยังให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้า (Power density) สูงที่สุด [1] เมื่อ เทียบกับเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ จึงเหมาะที่จะนำไปใช้ในยานพาหนะ

ใซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก ๆ คือขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว และเมมเบรน (ซัลโฟเนตพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน) ทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์ คือเป็นตัวกลางการเคลื่อนย้าย โปรตอนไปยังขั้วแคโทด ขั้วอิเล็กโทรดทั้ง 2 ขั้วมีความพรุนและมีตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ แพลทินัม ประกอบส่วนประกอบทั้งสามชิ้นนี้เข้าด้วยกันเรียกว่าขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ (Membrane electrode assemblies, MEA) เชื้อเพลิงที่ใช้คือแก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนโดย ป้อนเข้าไปที่ขั้วแอโนดและแคโทดตามลำดับ นอกจากนี้เพื่อให้ได้แรงเคลื่อนไฟฟ้าเพิ่มขึ้น สามารถ ทำได้โดยการนำเซลล์เชื้อเพลิงมาต่อเข้าด้วยกันแบบอนุกรมเรียกว่าหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม (Stack) การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเกิดขึ้นโดยที่โมเลกุลของไฮโดรเจนแตกตัวที่ขั้วอิเล็กโทรดบน ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและทำให้เกิดเป็นโปรตอนและอิเล็กตรอน (ปฏิกิริยาออกซิเดชันและ วีดักชัน ตามลำดับ) เมื่อโปรตอนไหลผ่านเมมเบรนและอิเล็กตรอนไหลออกไปตามวงจรไฟฟ้า ทำ ให้เกิดความต่างศักย์และนำไปสู่การไหลของกระแสไฟฟ้าในที่สุด การส่งผ่านของโปรตอนจะเกิด ได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยอาศัยโมเลกุลของน้ำที่ช่วยพาโปรตอนข้ามระหว่างสายโช่พอลิเมอร์ใน เมมเบรนผ่านไปยังขั้วแคโทด ถ้ามีน้ำมากเกินไปจะทำให้น้ำท่วมเซลล์ ซึ่งทำให้เกิดความต้านทาน จากการถ่ายโอนมวลส่งผลให้สมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง จึงจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องมีการ พัฒนากลไกเพื่อจัดการน้ำในเซลล์ให้มีปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้สามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้ อย่างต่อเนื่อง

อย่างไรก็ตามเซลล์เชื้อเพลิงมีราคาแพงเนื่องจากการใช้แพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ ยังมีปัญหาในทางเทคนิคอีกมากมายที่จำเป็นต้องได้รับการแก้ไขปรับปรุงก่อนที่จะนำเซลล์ เชื้อเพลิงไปใช้ได้จริงในทางการค้า โดยเฉพาะปัญหาการจัดการน้ำในเซลล์เชื้อเพลิงซึ่งถ้าสามารถ เตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนที่มีประสิทธิภาพและมีการจัดการน้ำที่ดีได้จะเป็น พัฒนาการอีกขั้นตอนของการพัฒนาเซลล์ไปสู่การพัฒนาเซลล์ในทางการค้า

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิ<mark>จั</mark>ย

- 1. ศึกษาผลของตัวแปรที่มีต่อการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน
- ศึกษาสมบัติและสมรรถนะของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนที่เตรียมได้แบบเซลล์เดี่ยว และหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- ได้วิธีเตรียมอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน ที่มีการจัดการน้ำที่ดีและทราบตัวแปรที่มีผลต่อ การเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนและการจัดการน้ำใน เซลล์เซื้อเพลิง
- 2. สามารถเพิ่มสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

1.4 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

- 1. ค้นคว้าข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- เตรียมสารเคมีและอุปกรณ์เพื่อใช้ในการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดและขั้วอิเล็กโทรดประกอบ เมมเบรน
- สึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนเพื่อนำมาออกแบบการ ทดลองแบบ 2^k factorial
- เตรียมขั้วอิเล็กโทรดและขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน ตามภาวะที่ทำการออกแบบการ ทดลอง
- กดสอบสมบัติทางกายภาพของอิเล็กโทรดและทดสอบสมรรถนะเซลล์เชื้อเพลิงของขั้ว
 อิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน
- น ำข้อมูลจากการทดลองมาวิเคราะห์เชิงสถิติเพื่อหาตัวแปรที่มีผลกระทบต่อค่าตอบสนอง เพื่อหาภาวะที่ทำให้เซลล์เชื้อเพลิงมีสมรรถนะที่ดีที่สุด
- เตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนจากภาวะที่ให้ค่าสมรรถนะที่ดีที่สุด ประกอบเป็น หน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 หน่วยและทดสอบสมรรถนะ ของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง
- 8. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผลและเขียนวิทยานิพนธ์

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1. เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell)[2]

โดยทั่วไปกระบวนการการผลิตกระแสไฟฟ้าจากเชื้อเพลิงจะต้องผ่านขั้นตอนหลายขั้นตอน ดังนี้

- 1. การเผาใหม้เชื้อเพลิงเพื่อเปลี่ยนพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงไปเป็นความร้อน
- 2. ความร้อนที่ได้ไปต้มน้ำเพื่อผลิตไอน้ำ
- 3. จากนั้นไอน้ำจะไปหมุนกังหันเพื่อเปลี่ยนพลังงานความร้อนไปเป็นพลังงานกล
- 4. พลังงานกลที่ได้ไปหมุนเครื่องผลิตกระแสไฟฟ้าต่อไป

เซลล์เชื้อเพลิงเป็น อุปกรณ์ชนิดหนึ่งที่ทำหน้าที่ผลิตกระแสไฟฟ้าโดยอาศัยปฏิกิริยา เคมีไฟฟ้า (Electrochemical reaction) ในการเปลี่ยนพลังงานเคมี (chemical energy) ของ เชื้อเพลิงเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง โดยไม่ผ่านกระบวนการเผาไหม้เช่นเดียวกับกระบวนการ ผลิตแบบดั้งเดิม จึงทำให้การผลิตกระแสไฟฟ้าของเซลล์เชื้อเพลิงไม่ก่อให้เกิดมลพิษต่อ สิ่งแวดล้อม อีกทั้งยังมีประสิทธิภาพการเปลี่ยนรูปพลังงานสูงกว่ากระบวนการดั้งเดิม

2.1.1. ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงและหลักการทำงาน[3]

ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงสามารถจำแนกตามสารอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ได้ 5 ชนิด คือ

1. เซลล์เชื้อเพลิงชนิดอัลคาไลน์ (Alkaline Fuel Cells, AFC)

สารอิเล็กโทรไลต์ในเซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้จะอยู่ในรูปสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอก ไซด์ เซลล์ประเภทนี้จะมีประสิทธิภาพสูงมาก เนื่องจากสามารถเกิดปฏิกิริยาแคโทดได้รวดเร็ว ในอัลคาไลน์อิเล็กโทรไลต์ อย่างไรก็ตามข้อเสียที่เกิดขึ้นมักจะมาจากคาร์บอนไดออกไซด์ที่มีผล ต่ออิเล็กโทรไลต์ ทำให้ต้องเสียค่าใช้จ่ายสูงในการกำจัดคาร์บอนไดออกไซด์ออกจากเชื้อเพลิงและ อากาศที่จะผ่านเข้าไปในเซลล์ เซลล์เซื้อเพลิงชนิดนี้จึงมักใช้ในเครื่องมือทางทหารและเครื่องมือใน อวกาศซึ่งไม่มีปัญหาด้านค่าใช้จ่ายแต่เน้นประสิทธิภาพในการทำงานของเซลล์ที่สูง ปฏิกิริยาที่ เกิดขึ้นที่ขั้วแอโนดและแคโทดเป็นดังสมการที่ (2.1) และ (2.2) ตามลำดับ

$$2H_2(g) + 4OH^-(aq) \to 4H_2O(l) + 4e^-$$
 (2.1)

$$O_2(g) + 2H_2O(l) + 4e^- \to 4OH^-(aq)$$
 (2.2)

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดกรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid Fuel Cells, PAFC)
 อิเล็กโทรไลต์ของเซลล์เชื้อเพลิงนี้คือ กรดฟอสฟอริก ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ขั้วแอโนดและ
 แคโทดเป็นดังสมการที่ (2.3) และ (2.4) ตามลำดับ อุณหภูมิในการทำงานอยู่ระหว่าง 150 ถึง 220
 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังสามารถใช้ไฮโดรเจนที่ไม่บริสุทธิ์เป็นเชื้อเพลิงในเซลล์ได้ แต่เซลล์
 ประเภทนี้ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่มีราคาสูง และยังให้กระแสและ Power density ที่ต่ำจึง
 เป็นข้อจำกัดของการนำเซลล์ประเภทนี้ไปใช้ เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้จึงมักใช้ในเครื่องใช้ไฟฟ้า
 บางประเภทและในอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการขนส่งบางชนิด

$$H_2 \rightarrow 2H^+ + 2e^- \tag{2.3}$$

$$1/2O_2 + 2H^+ + 2e^- \to H_2O \tag{2.4}$$

 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเกลือคาร์บอเนตหลอมเหลว (Molten Carbonate Fuel Cells, MCFC)

เซลล์เชื้อเพลิงซนิดนี้ใช้สารประกอบของแอลคาไลน์ (ลิเทียม โซเดียม หรือโพแทสเซียม) กับคาร์บอเนตเป็นอิเล็กโทรไลต์ อุณหภูมิการทำงานอยู่ระหว่าง 600 ถึง 700 องศาเซลเซียส ที่ อุณหภูมิสูงเช่นนี้ปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นได้เร็ว ดังนั้นจึงไม่จำเป็นต้องใช้โลหะมีตระกูล เช่น แพลทินัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการที่ (2.5) และ (2.6) เซลล์เชื้อเพลิง ชนิดนี้จะถูกพัฒนาต่อให้เป็นแหล่งผลิตพลังงานพื้นฐานต่อไป

$$H_{2}(g) + CO_{3}^{2-} \rightarrow CO_{2}(g) + H_{2}O + 2e^{-}$$

$$1/2O_{2}(g) + CO_{2}(g) + 2e^{-} \rightarrow CO_{3}^{2-}$$
(2.5)
(2.6)

4. เซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์ของแข็ง (Solid Oxide Fuel Cells, SOFC)

ใชลล์ชนิดนี้จะมีส่วนคล้ายกับเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเกลือคาร์บอเนตหลอมเหลว คือการ ทำงานของเซลล์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง (ประมาณ 600-1000 องศาเซลเซียส) เซลล์ชนิดนี้จะใช้เซรา มิกส์เป็นอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งเป็นเซอร์โคเนียมออกไซด์ (Zirconium Oxide) ที่เติมยิเทียม (Yttrium) จำนวนเล็กน้อย ไม่มีผลกระทบจากการกัดกร่อนของอิเล็กโทรไลต์เหมือนกับเซลล์เชื้อเพลิงชนิด เกลือคาร์บอเนตหลอมเหลว แต่ก็ไม่สามารถหลีกเลี่ยงความเสียหายที่เกิดขึ้นกับส่วนประกอบของ เซลล์อันเกิดจากอุณหภูมิภายในเซลล์ที่สูง เซลล์ชนิดนี้คาดหวังไว้ว่าจะสามารถนำไปใช้เป็น แหล่งกำเนิดไฟฟ้าในโรงงานผลิตกระแสไฟฟ้าในศตวรรษที่21ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการที่ (2.7) และ (2.8)

$$aH_{2}(g) + bCO(g) + (a+b)O^{2-} \rightarrow aH_{2}O(g) + bCO_{2}(g) + 2(a+b)e^{-}$$
(2.7)
$$1/2(a+b)O_{2}(g) + 2(a+b)e^{-} \rightarrow (a+b)O^{2-}$$
(2.8)

5. เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cells, PEMFC) หรือเซลล์เชื้อเพลิงชนิดพอลิเมอร์ของแข็ง (Solid polymer fuel cells, SPFC)

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้จะใช้แผ่นเมมเบรนพอลิเมอร์ที่สามารถนำไอออนได้เป็นอิเล็กโทรไลต์ มีข้อดีคือ ไม่เกิดการกัดกร่อน ไม่เกิดปัญหาในการกำจัดสารอิเล็กโทรไลต์เนื่องจากสารอิเล็กโทร ไลต์เป็นของแข็ง และสามารถทำงานได้รวดเร็วแม้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำ นอกจากนี้เซลล์ชนิด นี้ยังให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูงที่สุดเมื่อเทียบกับเซลล์เชื้อเพลิงชนิดอื่นๆ จึงเหมาะที่จะ นำไปใช้ในยานพาหนะ อย่างไรก็ตามเซลล์อาจมีราคาสูงเนื่องจากการใช้แพลทินัมที่มีราคาสูงเป็น ตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์ สำหรับรายละเอียดของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ได้กล่าวในหัวข้อ 2.2

นอกจากการแยกประเภทของเซลล์ตามชนิดของอิเล็กโทรไลต์แล้ว ยังสามารถแยกเซลล์ ออกเป็น 2 กลุ่มตามอุณหภูมิการทำงานได้ดังนี้

- เซลล์เชื้อเพลิงแบบอุณหภูมิต่ำจะทำงานที่อุณหภูมิ 80 - 200 องศาเซลเซียส ได้แก่ เซลล์ เชื้อเพลิงชนิดแอลคาไลน์ เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนซึ่งเหมาะที่จะใช้กับยาน อวกาศและรถยนต์

เซลล์เชื้อเพลิงแบบอุณหภูมิสูงจะทำงานที่อุณหภูมิ 600-1000 องศาเซลเซียส ได้แก่
 เซลล์เชื้อเพลิงชนิดคาร์บอเนตหลอม เซลล์เชื้อเพลิงชนิดออกไซด์ของแข็ง เป็นต้น ซึ่งเหมาะในกรณี
 ที่ต้องการผลิตกระแสไฟฟ้าและความร้อนในปริมาณมาก

นอกจากเซลล์เชื้อเพลิงที่กล่าวมาแล้ว ยังมีเซลล์อีกชนิดที่เรียกว่า เซลล์เชื้อเพลิงชนิดที่ใช้ เมทานอลเป็นเชื้อเพลิงโดยตรง (Direct Methanol Fuel Cell, DMFC) ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ขั้ว แคโทดคล้ายกับปฏิกิริยาที่ขั้วแคโทดของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน แต่ ต่างกันที่ปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนด คือ โมเลกุลเมทานอลจะแตกตัวออกเมื่อสารละลายผสมระหว่างน้ำ กับเมทานอลถูกส่งผ่านไปยัง ขั้วแอโนด โดยอะตอมของคาร์บอนจะรวมตัวกับออกซิเจนอะตอม ที่มาจากน้ำเกิดเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ ไฮโดรเจนจะถูกออกซิไดซ์ที่ขั้วแอโนดและโปรตอนจะวิ่ง ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วแคโทดทำให้เกิดน้ำขึ้นที่ขั้วแคโทด

2.2. เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกแปลี่ยนโปรตอน (Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cells, PEMFC)

เซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนหรือเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มเป็นเซลล์ เชื้อเพลิงที่เหมาะสมกับการใช้งานที่มีการเคลื่อนที่ เช่น รถยนต์ เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีค่า ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูง และมีภาวะการทำงานที่อุณหภูมิและความดันต่ำ คือ 60 -100°C, 1-2 บรรยากาศ

เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มประกอบด้วยแผ่นโพลิเมอร์ของแข็ง (ซัลโฟเนทโพลีเตตระฟลูออโรเอ ทีลีน) ซึ่งทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์ คือเป็นตัวกลางแลกเปลี่ยนโปรตอน จะถูกนำมาประกบกับขั้ว อิเล็กโทรด 2 ขั้ว ที่มีความพรุนและมีตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นแพลทินัมเกาะอยู่ น้ำที่เกิดจาก กระบวนการเคมีไฟฟ้าจะถูกกำจัดออกจากเซลล์ไปกับแก๊สทางด้านแคโทด ส่วนความร้อนที่เกิดขึ้น จะถูกดึงออกโดยระบบหล่อเย็น ประสิทธิภาพของเมมเบรนจะขึ้นอยู่กับความสามารถในการส่ง ถ่ายไอออนของไฮโดรเจน ดังนั้นแก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนที่ใช้ต้องทำให้มีความชื้น เพราะ กระบวนการนำไอออนของเมมเบรนจะเกิดขึ้นไม่ได้ถ้าเมมเบรนไม่มีน้ำหรือความชื้น เซลล์ เชื้อเพลิงพีอีเอ็มไม่สามารถทนต่อแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ เพราะจะมีความเป็นพิษต่อตัวเร่ง ปฏิกิริยาอันได้แก่ แพลทินัม

2.2.1. หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มแสดงในรูปที่ 2.1 เริ่มต้นโดยการป้อนแก๊ส ไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแอโนดและป้อนแก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้วแคโทด ที่ขั้วแอโนดจะเกิดปฏิกิริยา ออกซิเดชัน (Oxidation reaction) ของไฮโดรเจนได้เป็นอิเล็กตรอนและโปรตอน ดังสมการที่ (2.9) อิเล็กตรอนที่ได้วิ่งผ่านตัวนำไฟฟ้าภายนอกมายังขั้วแคโทดทำให้เกิดกระแสไฟฟ้า ในขณะเดียวกัน โปรตอนที่ได้จะแพร่ผ่านเมมเบรนไปยังขั้วแคโทด ที่ขั้วแคโทดจะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction reaction) ระหว่างโปรตอน อิเล็กตรอนและแก๊สออกซิเจน ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและความร้อน ดัง สมการที่ (2.10) และได้ปฏิกิริยารวม แสดงดังสมการที่ (2.11)

ปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนด

$$2H_2(g) \to 4H^+(aq) + 4e^-$$
 (2.9)

ปฏิกิริยาที่ขั้วแคโทด

$$O_2(g) + 4H^+(aq) + 4e^- \rightarrow 2H_2O(l)$$
 (2.10)

ปฏิกิริยารวม

$$2H_2(g) + O_2(g) \to 2H_2O(l)$$
 (2.11)



รูปที่ 2.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม[4]

เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มมีส่วนประกอบหลักได้แก่แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าและขั้วอิเล็กโทรด ประกอบเมมเบรน (Membrane Electrode Assembly, MEA) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ดังนี้





รูปที่ 2.2 เซลล์เดี่ยว (Single cell) ของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [5]

2.3 แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า (Current Collector Plate) [6]

แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าเป็นส่วนที่คั่นอยู่ระหว่างเซลล์แต่ละเซลล์ แบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ แผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบขั้วเดียว (Unipolar plate) และแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบสองขั้ว (Bipolar plate) ซึ่งเป็นส่วนสำคัญสำหรับหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง (Stack cell) แผ่นสะสม กระแสไฟฟ้าทำหน้าที่นำกระแสไฟฟ้าที่ผลิตได้ออกจากเซลล์ และเป็นช่องทางการไหลของแก๊ส (Gas flow field plate) ช่วยในการป้องกันการรั่วของแก๊ส การระบายความร้อน และการจัดการน้ำ ที่เกิดจากปฏิกิริยา ช่องทางการไหลของแก๊สจะอยู่บริเวณผิวหน้าของแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า โดย รูปแบบของช่องทางการไหลคำนึงถึงทิศทางและอัตราการไหลที่เหมาะสมกับเซลล์เชื้อเพลิง รูปแบบที่นิยมใช้ เช่น Serpentine, Parallel และ Spiral เป็นต้น วัสดุที่นิยมนำมาผลิตเป็นแผ่น สะสมกระแสไฟฟ้ามีหลายชนิด เช่น แกรไฟต์ พอลิเมอร์ผสม โลหะ เป็นต้น

2.4 ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Membrane Electrode Assembly, MEA) [7]

ขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอถือเป็นหัวใจสำคัญต่อการทำงานของเซลล์ เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม เนื่องจากเป็นส่วนที่เกิดปฏิกิริยาและการถ่ายโอนประจุ เอ็มอีเอประกอบด้วย 2 ส่วนหลักๆ คือ เมมเบรนซึ่งทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์และขั้วอิเล็กโทรดที่มีชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยา การประกอบเอ็มอีเอทำโดยการนำขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว (ขั้วแอโนดและขั้วแคโทด) มาประกบเข้ากับ เมมเบรน โดยใช้วิธีการอัดด้วยความร้อน (Hot pressing) จะได้เอ็มอีเอ 1 ชุดเพื่อประกอบเป็น เซลล์เดี่ยว (Single cell) สำหรับนำไปใช้ในระบบเซลล์เชื้อเพลิง ดังแสดงในรูปที่ 2.2 องค์ประกอบ หลักของขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน มีรายละเอียดดังนี้

2.4.1 เมมเบรน (Membrane) [8-9]

อิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มคือ เปอร์ฟลูออโรซัลโฟนิก เมมเบรน (Perfluorosulfonic membrane) หรือชื่อทางการค้าคือ เนฟิออน เมมเบรน (Nafion membrane) เป็นพอลิเมอร์ผสมระหว่าง Tetrafluoroethylene (Teflon) กับ Perfluoro-3,-6-dioxa-4-methyl-7octene sulfonic acid โครงสร้างของเปอร์ฟลูออโรซัลโฟนิกแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของ Perfluorosulfonic membrane หรือ Nafion membrane [2]

ในส่วนของเทฟลอน(Teflon) ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) มีพันธะระหว่าง ฟลูออรีนกับคาร์บอนซึ่งเป็นพันธะที่มีความแข็งแรง จึงทำให้พอลิเมอร์ชนิดนี้มีความแข็งแรง ทนทาน ต้านการกัดกร่อนได้ดี และเฉื่อยต่อการเกิดปฏิกีริยาเคมี ในส่วนของโมเลกุลกรดซัลโฟนิก จะสร้างพันธะที่ปลายของพอลิเมอร์กลายเป็นหมู่ SO₃ ซึ่งเป็นส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) สามารถดูดซับน้ำได้ถึง 13 โมเลกุลต่อหมู่ SO₃ 1 หมู่ (ในบางกรณีสามารถดูดซับน้ำได้ร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก) โดยบริเวณที่ดูดซึมน้ำจะเกิดพันธะของการยึดกันระหว่างหมู่ SO₃ กับ H⁺ แบบอ่อนๆ จึงทำให้ H⁺ สามารถเคลื่อนที่ผ่านเมมเบรนได้เนฟีออนเมมเบรน (Nafion membrane)[2] มีขนาด และความหนาแตกต่างกัน โดยระบุด้วยตัวอักษร N ตามด้วยตัวเลข 3 หรือ 4 ตัว โดยตัวเลข 2 ตัว แรกแทนค่าของน้ำหนักสมมูล (Equivalent weight) หารด้วย 100 และตัวเลขตัวสุดท้ายหรือสอง ตัวสุดท้ายแทนค่าของความหนาของเมมเบรนในหน่วยมิลส์ (mills) (1 mill =1/1000 inch = 0.0254 mm.) โดยความหนาของเมมเบรนมีตั้งแต่ 2, 3.5, 5, 7 และ 10 mills (50, 89, 127, 178, **254 μm ตาม**ถำดับ) เช่น Nafion 117 มีน้ำหนักสมมูลเท่ากับ 1100 และ มีความหนา 7 mills (178 μm) เป็นต้น

คุณสมบัติของเมมเบรนพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม[11]

- 1. มีค่าการนำไอออนสูงแต่มีค่าการนำอิเล็กตรอนต่ำ
- 2. มีค่าการแพร่ของแก๊สต่ำ
- 3. มีขนาดที่แน่นอน
- มีค่าความแข็งแรงเชิงกลสูง
- 5. มีการแพร่ของน้ำต่ำ
- 6. มีความต้านทานต่อการสูญเสียน้ำ(Dehydration)
- 7. มีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชัน รีดักชันและไฮโดรไลซิส
- 8. มีค่าการถ่ายเทไอออนบวก (Cation) สูง
- 9. พื้นผิวของเมมเบรนต้องสามารถเชื่อมตัวเร่งปฏิกิริยาให้เกาะบนพื้นผิวได้ดี

2.3.2. ขั้วอิเล็กโทรด (Electrode)

ขั้วอิเล็กโทรดเป็นบริเวณที่เกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ชั้นแพร่ของ แก๊ส (Gas diffusion layer) และชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst layer) โดยมีรายละเอียดดังนี้

 1. ชั้นแพร่ของแก๊ส (Gas Diffusion layer, GDL)[2] เป็นชั้นที่อยู่ระหว่างชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าแบบสองขั้ว (Bipolar plate) ชั้นแพร่ของแก๊สมีความสำคัญต่อ การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงดังนี้

- (i) เป็นทางผ่านของแก๊สเซื้อเพลิงจากช่องการไหลของแก๊ส (Flow field channel) ไปยังชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา
- (ii) เป็นทางผ่านสำหรับน้ำที่ได้จากปฏิกิริยาจากชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาไปยังช่อง ทางการไหลของแก๊ส
- (iii) เป็นทางผ่านของอิเล็กตรอนจากชั้นแคตตาลิสต์ไปยังแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า
 เพื่อเกิดเป็นกระแสไฟฟ้า
- (iv) เป็นตัวรองรับเพื่อนำความร้อนที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าในชั้นตัวเร่ง
 ปฏิกิริยาไปยังแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า

โดยทั่วไปชั้นแพร่ของแก๊สทำมาจากเส้นใยคาร์บอน(Carbon fiber) นำมาทำเป็นกระดาษ เรียกว่า กระดาษคาร์บอน (Carbon paper) หรือนำมาทอเป็นผ้าเรียกว่า ผ้าคาร์บอน (Carbon cloth) โดยมีความหนาอยู่ในช่วง 100-300 μm ก่อนน้ำมาใช้จะต้องผ่านกระบวนการปรับสภาพ (Wet proofed) เรียกกระดาษคาร์บอนหรือผ้าคาร์บอนที่ผ่านการปรับสภาพแล้วว่า wet-proofed carbon paper หรือ wet-proofed carbon cloth โดยการปรับสภาพทำโดยการนำกระดาษ คาร์บอนหรือผ้าคาร์บอนจุ่มในสารละลายเทฟลอน เพื่อทำให้มีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ซึ่งจะผลักน้ำที่เกิดขึ้น ณ ตำแหน่งที่เกิดปฏิกิริยาออกไป ทำให้ไม่เกิดน้ำท่วม บริเวณขั้วอิเล็กโทรด [8]

2. ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst layer) [6]

สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงที่มีการใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง ในอุณหภูมิปกติจะไม่เกิดการ แตกตัวเป็นไอออน เนื่องจากโมเลกุลมีความเสถียรมาก จำเป็นจะต้องมีตัวกระตุ้นเพื่อให้เกิดการ แตกตัว เช่น การเพิ่มอุณหภูมิหรือเติมสารที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อลดพลังงานกระตุ้น (Activation Energy, E_a) จะส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้เป็นโลหะมีสกุล (Noble metal) เช่น แพลทินัม (Pt) พาลาเดียม (Pd) หรือ นิกเกิล (Ni) เป็นต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่ง แพลทินัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มมากที่สุด เนื่องจากสามารถทนต่อ การกัดกร่อนและว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของแก๊สออกซิเจน (ด้านแคโทด) และแก๊ส ไฮโดรเจน (ด้านแอโนด) ได้ดีกว่าโลหะอื่น แพลทินัมจะถูกเตรียมให้มีขนาดอนุภาคเล็กๆ โดยวาง อยู่บนอนุภาคที่ใหญ่กว่าของผงคาร์บอน ซึ่งโดยส่วนใหญ่ใช้ผงคาร์บอน XC72 (Cabot)

ขั้วอิเล็กโทรดที่ดีต้องมีความต้านทานต่ำ (low resistance) หรือความสามารถในการ นำกระแสไฟฟ้าสูง (high conductivity) ต้องเป็นทางผ่านของส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic pathways) เพื่อช่วยกำจัดน้ำที่เป็นผลิตภัณฑ์ออกไป สำหรับอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาจะต้องนำ อิเล็กตรอน เพื่อเชื่อมโยงกับวงจรไฟฟ้าภายนอก และต้องมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพื่อส่งผ่านแก๊ส เชื้อเพลิงและให้แก๊สแพร่กระจายไปยังอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา และต้องมีความพรุนสูงเพื่อช่วย เพิ่มพื้นที่ผิวของขั้วอิเล็กโทรด และช่วยให้การเคลื่อนที่ของเชื้อเพลิงไปยังบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา เป็นไปด้วยดี โดยการเคลื่อนที่ของสารแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน [11] ดังนี้

- (i) โมเลกุลของแก๊สเคลื่อนที่จากชั้นแก๊สแพร่ไปยังบริเวณผิวหน้าระหว่างชั้น ตัวเร่งปฏิกิริยาและอิเล็กโทรไลต์
- (ii) เกิดการดูดซับของแก๊สบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการดูดซับจะ
 ขึ้นกับพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา (Specific surface area) ของตัวเร่ง
 ปฏิกิริยา

 (iii) โมเลกุลของแก๊สเกิดปฏิกิริยาบนตัวเร่งปฏิกิริยา ไอออนบวกหรือโปรตอน สามารถเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปอีกด้านหนึ่งของขั้วไฟฟ้า ซึ่งการ เคลื่อนที่ของโปรตอนจะขึ้นอยู่กับความหนาของอิเล็กโทรไลต์

นอกจากนี้ควรมีกระบวนการถ่ายโอนมวลและประจุที่ดีในขณะที่เซลล์เชื้อเพลิงกำลังทำงานแสดง ดังรูปที่ 2.4 ดังนี้



รูปที่ 2.4 การถ่ายโอนของแก๊ส โปรตอนและอิเล็กตรอนในขั้วอิเล็กโทรด [5]

กระบวนการถ่ายโอนของแก๊ส โปรตอนและอิเล็กตรอนในขั้วอิเล็กโทรด เป็นดังนี้

- โปรตอนเคลื่อนที่จากเมมเบรนไปยังตัวเร่งปฏิกิริยา
- 2. อิเล็กตรอนจากแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าเคลื่อนที่ไปยังตัวเร่งปฏิกิริยาผ่านทางชั้นแก๊สแพร่
- แก๊สตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่ได้ (น้ำ) จะเคลื่อนที่เข้าและออก จากตัวเร่งปฏิกิริยาและ ช่องทางเดินแก๊ส

ประเภทของขั้วอิเล็กโทรดที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิง มีดังนี้

1. ขั้วอิเล็กโทรดแบบพรุน (Porous electrode)

เป็นขั้วอิเล็กโทรดแบบแก๊สแพร่ (Gas diffusion electrode) ผลิตจากวัสดุที่มีคุณสมบัติใน การนำไฟฟ้า มีความบางและมีรูพรุน โดยจะสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาบริเวณที่สามารถ เกิดปฏิกิริยาได้ (Active site) โดยขั้วอิเล็กโทรดประเภทนี้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้มากกว่าร้อยละ 90 และจะเกิดได้ดีมากขึ้นหากชั้นอิเล็กโทรไลต์บาง อิเล็กโทรไลต์ที่ใช้มักมีความหนาอยู่ในช่วง 10 -100 มิลลิเมตร ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความเรียบของพื้นผิว ลักษณะการกระจายตัวและความหนาของชั้น ปฏิกิริยา

2. ขั้วอิเล็กโทรดแบบโลหะพรุน (Porous Metal Electrode)

ขั้วอิเล็กโทรดโลหะพรุนเกิดจากการเผาผงโลหะ ผงโลหะทำหน้าที่เป็นทั้งตัวเร่งปฏิกิริยา และตัวรองรับ โดยความแข็งแรงของขั้วอิเล็กโทรดขึ้นกับกระบวนการผลิตและขนาดรูพรุนของขั้ว อิเล็กโทรดขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของขั้วอิเล็กโทรด ขั้วอิเล็กโทรดที่ได้จะต้องยอมให้แก๊สหรืออิเล็ก โทรไลต์ผ่านได้

3. Porous Screen Electrode

เป็นขั้วอิเล็กโทรดที่อยู่ในกลุ่มขั้วอิเล็กโทรดแบบพรุน ขั้วอิเล็กโทรดชนิดนี้เตรียมจากการ ผสมตัวรองรับที่มีสมบัติการนำไฟฟ้ากับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ชอบน้ำ เช่น แพลทินัมดำ โลหะอัลลอยด์ โดยการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดชนิดนี้เริ่มจากการผสมตัวเร่งปฏิกิริยาและพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, PTFE) ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่ไม่ชอบน้ำ จากนั้นนำไปอัดเย็นทั้งสองข้าง ตัวรองรับ โดยใช้ความดัน 70 – 210 กิโลกรัมแรงต่อตารางเซนติเมตร ต่อมานำขั้วอิเล็กโทรดที่ได้ ไปอัดร้อนด้วยความดัน 300-700 กิโลกรัมแรงต่อตารางเซนติเมตร ที่อุณหภูมิ 315 องศาเซลเซียส เวลา 7.5 นาที และนำไปประกบกับแผ่นเทฟลอน (Teflon) เพื่อป้องกันการรั่วของแก๊สและเพิ่ม ความไม่ชอบน้ำ โดยการอัดจะเป็นตัวกำหนดรูพรุนและความหนาของขั้วอิเล็กโทรด ซึ่งจะส่งผลต่อ ความต้านทานและการเคลื่อนที่ของแก๊ส อิเล็กตรอน และน้ำในขั้วอิเล็กโทรด ขั้วอิเล็กโทรดชนิดนี้ นิยมใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดฟอสฟอริกและแอลคาไลน์

ขั้วอิเล็กโทรดที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มเป็นขั้วอิเล็กโทรดแบบพรุนนิยมใช้กระดาษ คาร์บอน(Carbon paper) หรือผ้าคาร์บอน (Carbon cloth) ที่มีความเป็นรูพรุน เนื่องจากมีจุด หลอมเหลวสูง เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี

2.5 การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด

การเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเริ่มต้นจากการเตรียมโลหะมีตระกูล (Pt, Pd หรือ Ru เป็นต้น) บน ตัวรองรับ (Supporter) เช่น ผงแกรไฟต์ หรือผงคาร์บอน ที่มีความเป็นรูพรุนสูง เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิว ของตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นจึงนำไปเตรียมเป็นสารละลายผสมหรือน้ำหมึก (Ink) เพื่อนำไปใช้งาน ต่อไป

2.5.1 วิธีการเตรียมน้ำหมึก (Ink) สำหรับขั้วอิเล็กโทรด [8]

ในกระบวนการเตรียมน้ำหมึกโดยทั่วไปจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 จะให้ตัวเร่ง ปฏิกิริยาที่กระจายตัวอยู่ อิ่มตัวด้วย ionomer ส่วนที่ 2 จะให้คาร์บอนรวมตัวกับพอลิเมอร์ที่มี สมบัติไม่ชอบน้ำ จากนั้นจึงนำทั้งสองส่วนมาผสมกันในอัตราส่วนที่ได้ทำการคำนวณแล้วผสมเข้า ด้วยกัน สิ่งที่ต้องคำนึงถึงในการเตรียมน้ำหมึก คือ อัตราส่วนระหว่าง ionomer กับคาร์บอน (I/C) ปริมาณที่เหมาะสมและการกระจายตัวของ ionomer ในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาต้องมีความสมดุล เพื่อให้ขั้วอิเล็กโทรดมีความต้านทานน้อย ionomer สัมผัสกับอนุภาคของแพลทินัมมากที่สุดและ ทางเข้าของแก๊สเซื้อเพลิงไปยังตัวเร่งปฏิกิริยาจะต้องผ่านรูพรุนของแก๊สมากที่สุด โดยปริมาณที่ เหมาะสมขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวหน้าของคาร์บอน เพราะเหตุนี้จึงต้องเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ I/C มากกว่าอัตราส่วนของ I/ (Pt+C) เช่น พื้นที่ผิวหน้าของ Vulcan คาร์บอนมี ionomer ที่เหมาะสม ในขั้วอิเล็กโทรด 30 wt.%

เนฟิออน ionomer ในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยเพิ่มพื้นที่ three-dimensional zone ของ ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic activity) โดยเนฟิออนในชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยาจะช่วยให้การสัมผัสของ 3 เฟสของแก๊สเซื้อเพลิง อิเล็กโทรไลต์ (เนฟิออน) และตัวเร่ง ปฏิกิริยาเกิดขึ้นในปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าได้ง่ายขึ้น นอกจากนี้ยังช่วยรักษาความชื้นและป้องกันการ สูญเสียน้ำของเมมเบรน โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง ปริมาณเนฟิออนที่ เหมาะสมในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจึงมีความสำคัญต่อสมรรถนะที่ดีของเซลล์เชื้อเพลิงเนื่องจาก สามารถช่วยลดค่าความต้านทานไฟฟ้า (Ohmic) และค่าศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินของการถ่ายโอนมวล (Mass transport overpotential) ในอิเล็กโทรดได้ ถ้าปริมาณของเนฟิออนน้อยมากๆ จะส่งผลให้ การสัมผัสของอิเล็กโทรไลต์กับตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ดีและส่งผลให้สมรรถนะของขั้วอิเล็กโทรดไม่ดี และถ้าปริมาณของเนฟิออนมากเกินไปก็เป็นสาเหตุให้สมรรถนะของขั้วอิเล็กโทรดลดลง เนื่องจาก จะเป็นตัวขัดขวางตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยา ขัดขวางรูพรุนของขั้วอิเล็กโทรด ลดความสามารถใน การซึมผ่านได้ของแก๊ส (Gas permeability) และเพิ่มค่าศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินของการถ่ายโอนมวล

ในปัจจุบันมีงานวิจัยที่ศึกษาสูตรการคำนวณหาปริมาณเนฟีออนที่เหมาะสมในขั้ว อิเล็กโทรด เช่น G. sasikumar และคณะ [12] ได้เสนอสูตรการหาปริมาณเนฟิออน ดังแสดงใน สมการที่ 2.12 ดังนี้

Wt. % Nation =
$$\frac{dry \ wt. \ of \ Nation \times 100}{wt. \ of \ Pt / C \ catalyst + dry \ wt. \ of \ Nation} = 2.12$$

และ Antolini และคณะ [13] ได้เสนอสูตรการคำนวณหาปริมาณเนฟิออนที่เหมาะสม ดังสมการที่ 2.13 คือ

Nafion loading (mg/cm²) =
$$56 \times \frac{L_{P_t}}{P_{P_t}}$$
 2.13

โดยที่ L_{Pt} คือ ปริมาณแพลทินัม (Platinum loading,, mg/cm²) และ P_{Pt} คือ ร้อยละโดยน้ำหนักของ แพลทินัมในคาร์บอน (wt.% Pt/C)

ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้นำวิธีการคำนวณจากงานวิจัยของ G. sasikumar และคณะ มาใช้ในการ คำนวณหาปริมาณเนฟิออน เพื่อนำไปศึกษาผลของปริมาณเนฟิออน

2.5.2 เทคนิคการป้อนน้ำหมึก [8]

มีเทคนิคต่างๆ มากมายที่จะป้อนน้ำหมึกลงบนเมมเบรนหรือชั้นแก๊สแพร่ เช่น การทาหรือ การระบาย (Painting) การสเปรย์ (Spraying) การสกรีน (Screen painting) การเคลือบ (Coating) และการพอกพูนด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition) เป็นต้น

1. การสเปรย์ (Spray)

ในกระบวนการสเปรย์ สารละลายที่ใช้จะต้องมีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง ตัวเร่งปฏิกิริยามี ความละเอียด ผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปสเปรย์บนแผ่นรองรับ แผ่นรองรับที่ใช้อาจมีรูพรุน หรือไม่มีก็ได้ โดยทั่วไปมักใช้กระดาษคาร์บอน หรือผ้าคาร์บอน ขั้นตอนการทำแสดงในรูปที่ 2.5 โดยเริ่มจากนำผงตัวเร่งปฏิกิริยาผสมกับตัวทำละลายและส่วนผสมอื่น ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปพ่นบนตัวรองรับ หลังจากนั้นนำไประเหยให้แห้ง ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมด้วยวิธีนี้ คือ ความหนืด (Viscosity) ของสารผสมก่อนการสเปรย์และระยะเวลาในการแห้ง (Drying time) ของตัวเร่งปฏิกิริยา

จุฬาลงกรณมหาวทยาลย



รูปที่ 2.5 กระบวนการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีการสเปรย์ [14]

2. การทาหรือการระบาย (Painting or brushing)

กระบวนการทาใช้สารละลายที่มีส่วนผสมเหมือนกับการสเปรย์แต่สารผสมจะมีความหนืด สูงกว่าการสเปรย์ และต้องมีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง แล้วนำไปทาบนแผ่นรองรับด้วยแปรงหรือ แม่พิมพ์ แผ่นรองรับที่ใช้อาจมีรูพรุนหรือไม่มีก็ได้ แผ่นรองรับที่มีความพรุนที่นิยมใช้ได้แก่ กระดาษ คาร์บอน หรือ ผ้าคาร์บอน เป็นต้น ถ้ามีการใช้แผ่นรองรับเป็นขั้วอิเล็กโทรดจะมีชั้นแพร่ (Diffusion layer) เพื่อช่วยในการเคลื่อนที่ของเชื้อเพลิงและรักษาระดับน้ำในเซลล์ แต่ถ้าไม่ใช้แผ่นรองรับหรือ ใช้แผ่นรองรับที่ไม่มีรูพรุน เมื่อทำการอัดขั้วอิเล็กโทรดเข้ากับเมมเบรนจะต้องนำแผ่นรองรับที่ไม่มีรู พรุนออก โดยทั่วไปแผ่นรองรับที่ไม่มีรูพรุนที่นิยมใช้จะเป็นพวกพลาสติกที่ทนความร้อน เช่น เทฟ ลอน โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 กระบวนการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีการพิมพ์ [8]

3. การพอกพูนด้วยไฟฟ้า (Electrodeposition) [15]

วิธีการพอกพูนด้วยไฟฟ้าอาศัยหลักการทางเคมีไฟฟ้า คือการทำให้โลหะไปเกาะบน ผิวหน้าชิ้นงานที่ต้องการ ในที่นี้คือขั้วอิเล็กโทรดหรือกระดาษคาร์บอน ขั้นตอนการพอกพูนเริ่มจาก จุ่มกระดาษคาร์บอนลงในสารละลายที่มีโลหะที่ต้องการให้เกิดการพอกพูน จากนั้นป้อน กระแสไฟฟ้าให้ชิ้นงานเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน ได้เป็นชั้นโลหะที่เป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาพอกพูนบนผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า จากนั้นจึงนำไปล้างให้ปราศจากไอออนต่างๆ แล้วทำให้ แห้ง และชั่งน้ำหนัก

2.6 การอัดด้วยความร้อนในการประกอบขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรน (Hot pressing/ assembly of MEA [8]

โดยทั่วไปขั้วอิเล็กโทรดหรือชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำขึ้นโดยเทคนิคการอัดพิมพ์ (Decal method) หรือการเคลือบ (Coating) โดยตรงบนเมมเบรนหรือชั้นแก้สแพร่ โดยอุณหภูมิที่ใช้อัด ด้วยความร้อนควรมีอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะแก้วของเนฟืออนเมมเบรนคือประมาณ 150° C (อุณหภูมิที่เมมเบรนเนฟืออนเริ่มเสื่อมสภาพ) เนื่องจากที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิเปลี่ยน สถานะแก้ว เมมเบรนจะมีการแลกเปลี่ยนโปรตอนและการสัมผัสของไอออนกับชั้นตัวเร่งปฏิกิริย เป็นอย่างดี และที่อุณหภูมิสูงกว่า 150 °C จะทำให้เมมเบรนสูญเสียคุณสมบัติในการรักษาน้ำ (Water retention) ทำให้มีความเป็นกรดมากขึ้น ส่งผลให้ ionomer มีสมบัติแย่ลงและทำให้ขั้ว อิเล็กโทรดแยกออกจากเมมเบรน ดังนั้นการอัดด้วยความร้อนโดยทั่วไปจะใช้ความดันในช่วง 5000 – 15000 kPa อุณหภูมิ 120 – 160 °C และเวลา ประมาณ 1 – 5 นาที ในการอัดขั้วอิเล็กโทรดบน แมงเบรนต้องแน่ใจว่าขั้วอิเล็กโทรดยึดติดกับเมมเบรนอย่างเข็งแรง และเพื่อป้องกันไม่ให้เมมเบรน แห้งเกินไปขณะอัดด้วยความร้อน จึงมีกระบวนการที่เรียกว่า การอัดด้วยไอน้ำ (Steam pressing) โดยการนำเมมเบรนจุ่มในน้ำและทำการป้องกันไม่ให้น้ำไหลออก จากนั้นนำไปอัดด้วยความร้อนที่

2.7 โพลาไรเซซัน (Polarization)

ประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงอธิบายได้จากกราฟโพลาไรเซชัน(Polarization curve) ซึ่ง แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้าที่ผลิตจากเซลล์เชื้อเพลิง เมื่อ เซลล์เชื้อเพลิงถูกต่อเข้ากับวงจรภายนอกและมีการป้อนแก๊สเชื้อเพลิงให้กับเซลล์เชื้อเพลิง เซลล์ เชื้อเพลิงจะผลิตกระแสไฟฟ้าจ่ายให้กับอุปกรณ์ไฟฟ้านั้นๆ แต่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ได้จาก เซลล์เชื้อเพลิงจะมีค่าที่ลดลงไม่เท่ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าทางทฤษฎี หรือที่ได้จาก กระบวนการผันกลับได้ (Reversible process) ซึ่งในเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้แก๊สไฮโดรเจนกับแก๊ส ออกซิเจนจะได้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าตามทฤษฎีประมาณ 1.299 โวลต์ ซึ่งผลต่างระหว่างค่า ความต่างศักย์จริงที่จ่ายให้กับวงจรภายนอกกับค่าความต่างศักย์ตามกระบวนการผันกลับได้ตาม หลักของอุณหพลศาสตร์ เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าส่วนเกิน (Over potential) การลดลงของค่าความต่าง ศักย์ไฟฟ้าจากค่าจริงเกิดในกระบวนการที่เรียกว่า โพลาไรเซชัน (Polarization) โดยการเกิดโพลา ไรเซชันนั้นจะเกิดขึ้นทั้งที่ขั้วแอโนดและขั้วแคโทด ทำให้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ได้ลดลง โดย ศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ที่ได้จริง (E _{cell}) สามารถเขียนได้ดังสมการ

$$E_{cell} = E_{cell}^{o} - \left| \varepsilon_{c} \right| - \left| \varepsilon_{a} \right| - IR$$
2.14

- โดยที่ E^o_{cell} คือ ศักย์ไฟฟ้ามาตรฐานเมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้ามาตรฐานไฮโดรเจน (โวลต์)

 - IR คือ เทอมของศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินที่เกิดจากความต้านทานภายในเซลล์เชื้อเพลิง (โวลต์)

เมื่อนำค่าศักย์ไฟฟ้ากับค่าความห<mark>นาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้</mark>จากเซลล์เชื้อเพลิง มาเขียนกราฟโพลา ไรเซชันจะได้กราฟแสดงในรูปที่ 2.7

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


รูปที่ 2.7 โพลาไรเซชันของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [6]

รูปที่ 2.7 พบว่าเมื่อค่าความหนาแน่นกระแสเท่ากับศูนย์ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้จะมีค่าน้อย กว่าค่าศักย์ไฟฟ้าตามทฤษฎี โดยเรียกค่าศักย์ไฟฟ้าที่จุดนี้ว่า ค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้น (Open-circuit potential) ซึ่งความแตกต่างนี้เกิดจากการแพร่ข้ามฝั่งของแก๊ส (crossover) ระหว่างขั้วแอโนดและ ขั้วแคโทดผ่านเมมเบรน เมื่อแก๊สข้ามไปยังอีกฝั่งหนึ่งจะมีการเกิดปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนทางฝั่ง ขั้วแคโทด จึงเกิดปฏิกิริยารีดักชันภายในขั้วแคโทดเดียวกัน ส่งผลให้เกิดกระแสภายใน (internal current) [3] ทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินขึ้นที่ขั้วแคโทด เช่นเดียวกันกับฝั่งแอโนดที่มีการแพร่ข้าม ของแก๊สออกซิเจน ก็จะเกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินขึ้นที่ขั้วแอโนดเช่นเดียวกัน จึงทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้มี ค่าลดลง

เมื่อค่าความหนาแน่นกระแสเพิ่มขึ้น จากรูปที่ 2.7 พบว่าเกิดการลดลงของศักย์ไฟฟ้า ซึ่ง เกิดจากการสูญเสียพลังงาน เนื่องจากกลไกต่างๆ โดยเมื่อสังเกตจากกราฟจะพบว่าสามารถแบ่ง ช่วงการเกิดโพลาไรเซชันได้เป็น 3 ช่วงคือ

 โพลาไรเซชันทางเคมี (Chemical Polarization) หรือ Activation losses เป็นค่าการ สูญเสียพลังงาน เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของแก๊สเซื้อเพลิงบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ค่า ศักย์ไฟฟ้าที่ลดลงไปเนื่องมาจากการเอาชนะพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ซึ่งมีหลาย ปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี เช่น อุณหภูมิ ตัวเร่งปฏิกิริยา และความดัน ถ้าอัตราเร็วของ ปฏิกิริยาเคมีมีค่าต่ำจะเกิดโพลาไรเซชันทางเคมีมาก การลดค่าโพลาไรเซชันทางเคมีสามารถทำได้ โดยการเพิ่มอุณหภูมิในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูง การเพิ่มความดัน เป็นต้น

 โพลาไรเซชันเนื่องจากความต้านทาน (Resistance Polarization) เกิดจากความ ต้านทานในแต่ละองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง เช่น การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่บริเวณขั้ว อิเล็กโทรดและที่บริเวณแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า ความต้านทานในการเคลื่อนที่ของโปรตอนผ่าน เมมเบรน

3. โพลาไรเซชันเนื่องจากความเข้มข้น (Concentration Polarization) เกิดเนื่องจาก ปริมาณเชื้อเพลิงหรือตัวออกซิไดซ์ถูกใช้ไปอย่างรวดเร็วจนไม่เพียงพอสำหรับการเกิดปฏิกิริยาที่ บริเวณขั้วอิเล็กโทรด ทำให้ความเข้มข้นหรือความดันของสารตั้งต้นขาดแคลน เป็นผลทำให้ ศักย์ไฟฟ้าลดลงตามสมการของเนินสต์ ในกรณีที่ใช้แก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์มักจะไม่มีปัญหานี้ เกิดขึ้น แต่เมื่อใช้อากาศเป็นตัวออกซิไดส์จะเกิดปัญหานี้ขึ้นเนื่องจากในอากาศมีความเข้มข้นของ ออกซิเจนน้อยกว่ามาก ดังนั้นเมื่อใช้อากาศเป็นสารออกซิไดส์จำเป็นจะต้องมีการออกแบบ ช่องทางเดินแก๊สให้อากาศสามารถสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าได้อย่างเต็มที่ เพื่อให้ ออกซิเจนที่อยู่ในอากาศสามารถสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วไฟฟ้าได้อย่างเต็มที่ เพื่อให้ ออกซิเจนที่อยู่ในอากาศสามารถแพร่เข้าไปยังบริเวณขั้วอิเล็กโทรดให้มากที่สุด ทางด้านไฮโดรเจน ก็มีโอกาสที่ทำให้เกิดโพลาไรเซชันเนื่องจากความเข้มข้นได้เช่นกัน อาจเกิดจากกรณีที่ไฮโดรเจนที่ ใช้ได้มาจากกระบวนการรีฟอร์มมิง (Reforming) โดยกระบวนการผลิตไม่สามารถผลิตแก๊ส ไฮโดรเจนให้กับระบบได้อย่างต่อเนื่องทำให้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนบริเวณผิวขั้วอิเล็กโทรด ลดลงทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินมากขึ้น

2.8 อิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) [17-18]

อิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้าหรือ EIS เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อการวิเคราะห์ระบบ เคมีไฟฟ้า โดยช่วยแยกแยะบทบาทของลักษณะทางกายภาพและปรากฏการณ์ทางเคมีไฟฟ้าใน ระหว่างการทำงาน ด้วยการทดลองเพียงขั้นตอนเดียว โดยรวบรวมการตอบสนองของระบบตลอด ช่วงความถี่ที่ใช้งาน

หลักการของเทคนิค EIS มีหลักการคล้ายกับวิธีอิมพีแดนซ์ทั่วไป โดยทำการป้อน สัญญาณกระตุ้นของแรงเคลื่อนไฟฟ้าในรูปฟังก์ชันไซน์ที่มีค่าแอมพลิจูดต่ำไปยัง ระบบภายใต้การ วิเคราะห์และวัดการตอบสนองในรูปของกระแสไฟฟ้า ศักย์ไฟฟ้า หรือสัญญาณอื่นๆ ที่สนใจ จาก รูปที่ 2.8 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้า ของระบบไฟฟ้าเคมีในเชิง ทฤษฎี โดยที่ I คือ กระแสไฟฟ้ากระแสตรง E คือ ศักย์ไฟฟ้ากระแสตรง ω คือ ความถี่เชิงมุม *t* คือ เวลา และ φ คือ การเลื่อนเฟส (Phase shift)



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าของระบบเคมีไฟฟ้าในเชิงทฤษฎี [17]

ค่าอิมพีแดนซ์เป็นปริมาณเชิงซ้อนระหว่างขนาดและการเลื่อนเฟสซึ่งขึ้นกับความถี่ของ สัญญาณ โดยทั่วไปในระบบเคมีไฟฟ้าจะใช้ช่วงความถี่ประมาณ 100 กิโลเฮิรตซ์ ไปจนถึง 0.1 เฮิรตซ์ โดยสามารถเขียนได้ในรูป

$$Z(\omega) = |Z(\omega)|e$$
(2.15)

เมื่อ |Z(ω)| คือขนาดของอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ ω และ φ(ω) คือการเลื่อนเฟสที่ความถี่ ω สำหรับ พิกัดคาร์ทีเชียน อิมพีแดนซ์เขียนได้ในรูป

$$Z(\omega) = Z(\omega) + jZ(\omega)$$
 (2.16)

เมื่อ Z(ω) คือส่วนจริง (Real part) ของอิมพีแดนซ์ที่ความถี่ ω และ Z(ω) คือส่วนจินตภาพ (Imaginary part) ที่ความถี่ ω

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างส่วนจริงกับส่วนจินตภาพของอิมพีแดนซ์ เรียกว่า Nyquist plot ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (ก) ข้อดีของ Nyquist plot คือสามารถแสดงภาพรวมของข้อมูล ได้อย่างรวดเร็วและยังสามารถอธิบายได้ในเชิงคุณภาพ โดยที่แกนของส่วนจริงจะมีค่าเท่ากับแกน ของส่วนจินตภาพเพื่อจะไม่ไปบิดเบือนรูปร่างของเส้นกราฟ ทั้งนี้รูปร่างของเส้นกราฟมี ความสำคัญในการอธิบายเซิงคุณภาพของข้อมูล ข้อเสียของ Nyquist plot คือการไม่ได้แสดงมิติ ของความถี่ ทางหนึ่งที่จะช่วยแก้ปัญหานี้สามารถทำได้โดยการระบุค่าความถี่ลงบนกราฟ ส่วนค่า สัมบูรณ์ของอิมพีแดนซ์และการเลื่อนของเฟสจะเขียนได้ในรูปฟังก์ชันของความถี่โดยทั้งสองกราฟ สามารถเขียนรวมกันได้ในรูปของ Bode plot ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (ข) ซึ่งจะทำให้การแสดงผลของ ข้อมูลมีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น



รูปที่ 2.9 Nyquist plot (ก) และ Bode plot (ข) [18]

เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองอิมพีแดนซ์ จะประกอบไปด้วยขั้วอิเล็กโทรดจำนวน 2, 3 หรือ 4 ขั้ว เซลล์พื้นฐานที่สุดจะประกอบด้วยขั้วอิเล็กโทรดจำนวน 2 ขั้ว โดยปกติขั้วอิเล็กโทรด ภายใต้การวิเคราะห์จะเรียกว่า ขั้วอิเล็กโทรดทำงาน (Working Electrode) และขั้วอิเล็กโทรดที่ทำ ให้วงจรไฟฟ้าครบวงจรเรียกว่า ขั้วอิเล็กโทรดสมทบ (Counter Electrode) ขั้วอิเล็กโทรดมักจะจุ่ม อยู่ในสารพาประจุที่เป็นของเหลว สำหรับระบบของแข็งก็อาจใช้สารพาประจุซึ่งเป็นของแข็ง หรือ อาจไม่มีสารพาประจุก็ได้

ในที่นี้จะขอกล่าวถึงโครงสร้างของเซลล์เคมีไฟฟ้าที่ประกอบด้วยขั้วอิเล็กโทรด 3 ขั้ว ซึ่ง เป็นเซลล์ที่มีการใช้งานอย่างแพร่หลายที่สุด ขั้วอิเล็กโทรดชนิดที่สามนี้ คือขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) ซึ่งถูกนำมาใช้ในการกำหนดศักย์ไฟฟ้าของขั้วอิเล็กโทรดทำงานให้มี ความแน่นอน เนื่องจากค่าศักย์ไฟฟ้าสัมบูรณ์ของขั้วอิเล็กโทรดเดี่ยวไม่สามารถวัดค่าได้ การวัดค่า ศักย์ไฟฟ้าในระบบเคมีไฟฟ้าจึงใช้ขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิงเป็นหลักในการทำงาน เพราะฉะนั้นขั้ว อิเล็กโทรดอ้างอิงจึงควรมีความผันกลับ (Reversible) ไปมาได้ และศักย์ไฟฟ้าของขั้วอิเล็กโทรด อ้างอิงควรจะมีค่าคงที่ตลอดระยะเวลาที่ทำการวัด

โดยทั่วไปการทดลองอิมพีแดนซ์จะทำภายใต้การควบคุมศักย์ไฟฟ้า ซึ่งในงานวิจัยก็ใช้ วิธีการนี้ รูปแบบของการวัดศักย์ไฟฟ้าจะทำการทดลองโดยการกำหนดศักย์ไฟฟ้าคงที่ค่าหนึ่ง แล้ว เพิ่มศักย์ไฟฟ้าในรูปฟังก์ชันไซน์เข้าไปรบกวนศักย์ไฟฟ้าและนำไปใช้กับเซลล์ ค่ากระแสไฟฟ้าจะ ถูกวัดเพื่อนำไประบุค่าอิมพีแดนซ์ของระบบ

เครื่องวิเคราะห์การตอบสนองค่าความถี่จะทำงานในรูปกระแสไฟฟ้าสลับ โดยทั่วไปการ วัดจะทำในรูปแบบของฟังก์ชันไซน์ฟังก์ชันเดียว แต่หากใช้ฟังก์ชันไซน์แบบหลายฟังก์ชันจะช่วยให้ ประหยัดเวลาเมื่อทำการวัดที่ความถี่ต่ำมากๆ โดยสัญญาณกระตุ้นที่ใช้มักมีขนาดเล็กๆ ประมาณ 10 mV ภายใต้ช่วงความถี่ที่ใช้ถูกกำหนดโดยข้อจำกัดของเครื่องมือและระบบ ระยะเวลาที่ใช้ใน การวัดของแต่ละค่าความถี่คือส่วนกลับของค่าความถี่นั่นเอง ดังนั้น เมื่อความถี่ต่ำมากๆ จะใช้ เวลายาวมากเช่นกันในการอ่านข้อมูลอย่างสมบูรณ์ เช่น การวัดข้อมูลที่ค่าความถี่ 1 mHz จะใช้ เวลา 1000 วินาที โดยทั่วไปความถี่ที่ใช้จะอยู่ในช่วง 100 kHz - 0.1 Hz ซึ่งจะใช้เวลาในการวัด ทั้งสิ้นประมาณ 10 นาที อิมพีแดนซ์ที่ได้สามารถแปลให้อยู่ในรูปของวงจรสมมูลทางไฟฟ้า (Equivalent circuit) และแบบจำลองของกระบวนการ ซึ่งจะทำให้สามารถประมาณขอบเขตที่ใช้ อธิบายข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้อย่างเหมาะสม และยังสามารถช่วยในการคาดการณ์ พฤติกรรมของระบบภายใต้ภาวะที่หลากหลายได้

วงจรสมมูลทางไฟฟ้าได้รับความนิยมเป็นอย่างสูงในการแปลข้อมูลอิมพีแดนซ์ โดยวงจร สมมูลทางไฟฟ้าสร้างขึ้นมาจากองค์ประกอบที่เป็นที่รู้จักกันดี เช่น ความต้านทาน ตัวเก็บประจุ และ ขดลวดเหนี่ยวนำ รวมไปถึงองค์ประกอบอื่นๆ เช่น Constant Phase Element อิมพีแดนซ์ แบบวาเบิร์กและอิมพีแดนซ์แบบแทนเจนต์ ซึ่งองค์ประกอบเหล่านี้จะต่อกันแบบอนุกรมหรือขนาน เพื่อให้วงจรสมมูลทางไฟฟ้ามีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น ทั้งนี้องค์ประกอบต่างๆ แสดงดังตารางที่ 2.1

จุฬาลงกรณมหาวทยาลย

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของวงจรสมมูลทางไฟฟ้า

องค์ประกอบของวงจร	อิมพีแดนซ์	การเลื่อนของเฟส
ความต้านทาน (Resistance, <i>R</i>)	R	0
ตัวเก็บประจุ (Capacitance, <i>C</i>)	$\frac{1}{j\omega C}$	-90
ขดลวดเหนี่ยวนำ (Inductance, <i>L</i>)	jωL	+90
Constant Phase Element, CPE	$\frac{1}{(j\omega C)^{\alpha}}$	-
อิมพีแดนซ์แบบวาเบิร์ก (Warburg Impedance)	$\frac{R}{\sqrt{j\omega}}$	-
อิมพีแดนซ์แบบแทนเจนต์ (Tangent Impedance)	$R\frac{\tanh\sqrt{j\omega\tau}}{\sqrt{\tau}}$	-

2.8.1. ตัวต้านทาน (Resistance, R)

ค่าอิมพีแดนซ์ของตัวต้านทาน แสดงได้ดังสมการที่ 2.17 คือ

$$Z = R \tag{2.17}$$

ซึ่งค่าอิมพีแดนซ์นี้จะไม่ขึ้นกับค่าความถี่ และไม่มีส่วนจินตภาพ กระแสไฟฟ้าที่ผ่านตัว ต้านทานจะมีเฟสเดียวกับศักย์ไฟฟ้าเสมอ ตัวอย่างตัวต้านทานที่ใช้อธิบายระบบเคมีไฟฟ้า ได้แก่

Ohmic Resistance, R_Ω คือความต้านทานที่ทำให้ศักย์ไฟฟ้าลดลงระหว่างขั้ว
 อิเล็กโทรด อ้างอิงบางครั้งอาจแทนด้วย R นอกจากนี้ค่าความต้านทานนี้ยังขึ้นกับการเหนี่ยวนำ
 ของเมมเบรนและลักษณะของขั้วอิเล็กโทรด

 Polarization Resistance, R จากการที่ขั้วอิเล็กโทรดมีความเป็นขั้วมากขึ้นเมื่อ ศักย์ไฟฟ้าของขั้วอิเล็กโทรดถูกบังคับให้เลื่อนไปจากศักย์ไฟฟ้าขณะวงจรเปิดเนื่องจากปฏิกิริยา เคมีไฟฟ้านั้นจะทำให้มีการไหลของกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้นที่บริเวณผิวของขั้วอิเล็กโทรด ขนาดของ กระแสไฟฟ้าจะถูกควบคุมโดยพลศาสตร์ของปฏิกิริยา และการแพร่เข้า-ออกของสารตั้งต้นที่ บริเวณขั้วอิเล็กโทรด

2.8.2. ตัวเก็บประจุ (Capacitance, C)

ค่าอิมพีแดนซ์ของตัวเก็บประจุ แสดงได้ดังสมการที่ 2.18 คือ

$$Z = \frac{1}{j\omega C}$$
(2.18)

ซึ่งค่าอิมพีแดนซ์นี้ขึ้นอยู่กับค่าความถี่และจะมีเพียงส่วนจินตภาพเท่านั้น และเมื่อความถี่ เพิ่มขึ้นค่าอิมพีแดนซ์ของตัวเก็บประจุจะมีค่าลดลง กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านตัวเก็บประจุจะมีเฟส เลื่อนไป -90 ° เมื่อเทียบกับศักย์ไฟฟ้า ตัวอย่างของตัวเก็บประจุที่ใช้อธิบายระบบเคมีไฟฟ้า เช่น Double Layer Capacitance, C_d ซึ่ง double layer เปรียบเสมือนที่เก็บประจุจากสารละลายที่จะ เคลื่อนที่ไปยังบริเวณพื้นผิวของขั้วอิเล็กโทรด เนื่องจากบริเวณรอยต่อของขั้วอิเล็กโทรดและเมม เบรนมี Electrical double layer เกิดขึ้น ค่า double layer capacitance ขึ้นอยู่กับตัวแปรหลาย อย่าง เช่น ศักย์ไฟฟ้าของขั้วอิเล็กโทรด อุณหภูมิ ความหนาแน่นของประจุ ชนิดของประจุ ความ บริสุทธิ์ของสาร การดูดซึม เป็นต้น

2.8.3 Constance Phase Element, CPE

ในการอธิบายระบบเคมีไฟฟ้ามักใช้ตัวเก็บประจุอุดมคติ นั่นคือสมมติให้ลักษณะของ พื้นผิวที่ใช้ในการทดลองมีลักษณะเดียวกันตลอดทั้งแผ่น ซึ่งปกติแล้วจะเป็นไปไม่ได้ ดังนั้นจึงมี การใช้ CPE อธิบายในส่วนที่พื้นผิวไม่เป็นลักษณะเดียวกัน แสดงดังสมการที่ 2.19

$$Z = \frac{1}{(j\omega C)^{\alpha}}$$
(2.19)

เมื่อ C คือตัวเก็บประจุอุดมคติ และ lpha คือ ค่าคงที่ค่าหนึ่ง ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง 0-1 โดยที่ค่า lpha =1 CPEจะทำหน้าที่เสมือนตัวเก็บประจุอุดมคติ ในระบบเคมีไฟฟ้าจะมีการแพร่ของประจุระหว่างรอยต่อเกิดขึ้น จึงได้มีการพัฒนา Warburg Impedance ขึ้นเพื่ออธิบายปรากฏการณ์นี้ โดยมีการตั้งค่า Warburg Impedance ไว้ หลายแบบ โดยแบ่งตามสมมติฐานที่ใช้ เพื่อใช้อธิบายค่าอิมพีแดนซ์ของการแพร่ที่เกิดขึ้น

กรณีที่สมมติฐานเป็นชั้นการแพร่ที่ไม่จำกัดขอบเขต (Infinite diffusion or Warburg diffusion) ค่าอิมพีแดนซ์แสดงดังสมการ ที่ 2.20

$$Z = \frac{R}{\sqrt{j\omega}}$$
(2.20)

กรณีที่สมมติฐานเป็นชั้นการแพร่ที่จำกัดขอบเขตค่าอิมพีแดนซ์แสดงดังสมการที่ 2.21

$$Z = R \frac{\tanh \sqrt{j\omega\tau}}{\sqrt{\tau}}$$
(2.21)

$$\tau = \frac{\delta}{D}^2 \tag{2.22}$$

2.8.5 ขดลวดเหนี่ยวน้ำ (Inductance, L)

ค่าอิมพีแดนซ์ของขดลวดเหนี่ยวนำดังสมการ (2.23) โดยค่าอิมพีแดนซ์ของขดลวด เหนี่ยวนำจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความถี่สูงขึ้น และจะมีเพียงส่วนจินตภาพเท่านั้นเหมือนตัวเก็บประจุ แต่กระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านขดลวดเหนี่ยวนำจะมีเฟลเลื่อนไป +90[°]เมื่อเทียบกับศักย์ไฟฟ้า จุ

$Z = j \omega L$ (2.23)

ค่าอิมพีแดนซ์ของเซลล์ไฟฟ้าเคมีบางครั้งก็เป็นผลมาจากการดูดซึมของสารตั้งต้นบน พื้นผิว ซึ่งจะสามารถสร้างแบบจำลองโดยใช้ขดลวดเหนี่ยวนำแทนได้นั่นเอง นอกจากนี้การ เหนี่ยวนำที่เกิดขึ้นอาจจะเป็นผลมาจากการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอของกระแสไฟฟ้า การ ตอบสนองที่ช้าของขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง



รูปที่ 2.10 รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเคมีไฟฟ้า [17]

รูปที่ 2.10 (ก) แสดงถึง Nyquist plot ของระบบที่ประกอบไปด้วยความต้านทานโอห์มมิก ต่อ อนุกรมกับตัวเก็บประจุเท่านั้นโดยรูปแบบนี้จะเกิดขึ้นกับระบบที่เกี่ยวกับการเคลือบโลหะ (Coating) รูปที่ 2.10 (ข) เป็นระบบที่ประกอบไปด้วยความต้านทานโอห์มมิก ตัวเก็บประจุและ ขดลวดเหนี่ยวนำโดยที่ทั้ง 3 ตัวต่ออนุกรมกัน สำหรับอิมพีแดนซ์ลักษณะนี้จะเกิดขึ้นกับระบบของ ตัวเก็บประจุยิ่งยวดรูปที่ 2.10 (ค) เป็นรูปแบบพื้นฐานที่เกิดขึ้นในเซลล์เชื้อเพลิงและระบบการกัด กร่อน (Corrosion) ซึ่งจะประกอบไปด้วยความต้านทานโอห์มมิก ความต้านทานเนื่องจากการถ่าย โอนประจุและตัวเก็บประจุหรือ CPE รูปที่ 2.10 (ง) แสดงถึงลักษณะของอิมพีแดนซ์ที่สัมพันธ์กับ การเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วอิเล็กโทรดและการแพร่ของสารตั้งต้นที่เข้าไปทำปฏิกิริยาโดยดูได้จากบริเวณ ความถี่ต่ำจะเห็นเส้นตรงทำมุม 45 องศา ซึ่งเรียกอิมพีแดนซ์บริเวณความถี่ต่ำนี้ว่าอิมพีแดนซ์แบบ วาเบิร์ก รูปที่ 2.10 (จ) เป็นอิมพีแดนซ์ของระบบเคมีไฟฟ้าที่มีขั้วอิเล็กโทรด 2 ขั้ว เช่น แบตเตอรี่ และเซลล์เชื้อเพลิง เป็นต้น รูปที่ 2.10 (ฉ) เป็นอิมพีแดนซ์ของการเคลือบสารอินทรีย์บนผิวของ โลหะโดยการจุ่มลงในสารละลาย รูปที่ 2.11 เป็นรูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์เชื้อเพลิงที่มี การปนเปื้อนในแก๊สเซื้อเพลิง และรูปที่ 2.12 (ก) และ (ข) เป็นรูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์ เชื้อเพลิงที่เกิดน้ำท่วม



รูปที่ 2.11 รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์เชื้อเพลิงที่มีการปนเปื้อนในแก๊สเชื้อเพลิง [18]



รูปที่ 2.12 รูปแบบอิมพิแดนซ์ของระบบเซลล์เชื้อเพลิงที่เกิดน้ำท่วม [18]

2.9 การประกอบเซลล์เดี่ยว (Single cell) และหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง (Stacks)

จากทฤษฎีค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของไฮโดรเจนและออกซิเจนของเซลล์ เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม 1 เซลล์ เท่ากับ 1.23 โวลต์ แต่ในการทำงานจริงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้จะมีค่าต่ำกว่า 1 โวลต์ ถ้าเซลล์เดี่ยวต้องการที่จะผลิตกำลังไฟฟ้าที่ 1 กิโลวัตต์ จำเป็นต้องผลิตกระแสไฟฟ้าได้ มากกว่า 1000 แอมแปร์ โดยต้องมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่า 1000 ตารางเซนติเมตร และต้องใช้สายไฟที่มีความหนามากในการดึงกระแสไฟฟ้าจากเซลล์เชื้อเพลิงผ่านตัวดึง กระแสไฟฟ้า (Load) เพื่อให้มีการสูญเสียจากความต้านทานน้อยที่สุด ดังนั้นเพื่อเป็นการ แก้ปัญหาดังกล่าวจึงมีการนำเซลล์เชื้อเพลิงหลายๆเซลล์มาต่อกันแบบอนุกรม เรียกว่า หน่วยชั้น เซลล์เชื้อเพลิง (Stack) [2]

หน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มประกอบด้วยเซลล์เดี่ยวแต่ละเซลล์เรียงซ้อนกันแบบ อนุกรม โดยองค์ประกอบของเซลล์เดี่ยวประกอบด้วยแผ่นเอ็มอีเอที่ถูกประกบด้วยแผ่นสะสม กระแสไฟฟ้า โดยป้องกันการรั่วของแก๊สในแต่ละด้านของแผ่นเอ็มอีเอด้วยประเก็น (Gasket) และ แก๊สที่ให้กับเซลล์เชื้อเพลิงจะกระจายไปทั่วผิวหน้าของเอ็มอีเอโดยผ่านช่องทางเดินแก๊สบนผิวหน้า ของแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้า ซึ่งแผ่นประเก็นจะประกบในแต่ละด้านของเอ็มอีเอโดยจะเว้นช่องไว้ สำหรับขั้วอิเล็กโทรดหรือบริเวณที่เกิดปฏิกิริยา (Active area) การป้องกันการรั่วของแก๊สที่มี ประสิทธิภาพจะต้องมีพื้นที่ของเมมเบรนตรงบริเวณขอบของแผ่นเอ็มอีเอเหลือพอสำหรับการ ประกบกับแผ่นประเก็นพร้อมกับการยึดตรึงที่แน่นหนา โดยระหว่างแผ่นสะสมกระแสจะมีแผ่นปิด ท้าย (End plate) ในแต่ละด้านของตัวเซลล์เซื้อเพลิงเพื่อช่วยเสริมความแข็งแรงอีกชั้นหนึ่ง สำหรับ การประกอบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง ทำโดยการเพิ่มแผ่นสะสมกระแสที่มีหน้าของช่องทางเดินแก๊ส ทั้งสองหน้าหรือ Bipolar plate แทรกอยู่ระหว่างเซลล์เดี่ยวซึ่ง Bipolar plate ทำหน้าที่เป็นทั้ง ขั้วบวกและขั้วลบในเวลาเดียวกัน ซึ่งจำนวนหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงจะขึ้นอยู่กับจำนวนของ Bipolar plate ที่แทรกระหว่างเซลล์เดี่ยว ดังแสดงในรูปที่ 2. 13



รูปที่ 2.13 การประกอบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม [19]

สำหรับปริมาณเชื้อเพลิงที่เซลล์เชื้อเพลิงใช้เพื่อผลิตกระแสไฟฟ้า สามารถคำนวณได้ โดยตรงจากปริมาณกระแสไฟฟ้า เนื่องจากปริมาณการใช้เชื้อเพลิงแปรผันโดยตรงกับปริมาณ กระแสไฟฟ้าที่เซลล์เชื้อเพลิงผลิตออกมา เพื่อเกิดปฏิกิริยาสุดท้ายได้น้ำออกมาเป็นผลิตภัณฑ์ และ สามารถทราบปริมาณน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาได้จากการคำนวณปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ถูกใช้ไปโดย ตัวต้านทานภายนอก

อัตราการใช้แก๊สไฮโดรเจนในปฏิกิริยาเป็นฟังก์ชันของกระแสไฟฟ้าที่ให้ออกมา (Output current) ซึ่งกระแสไฟฟ้าในหน่วยแอมแปร์ (Ampere) หมายถึง จำนวนอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ผ่าน วงจรไฟฟ้าต่อวินาที ในแต่ละโมเลกุลของไฮโดรเจนจะประกอบด้วยอิเล็กตรอน 2 ตัว ดังนั้นการวัด กระแสไฟฟ้า ก็คือ การวัดจำนวนของโมเลกุลของไฮโดรเจนที่แตกตัวให้อิเล็กตรอนออกมา ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและอัตราการใช้แก๊สไฮโดรเจนสามารถคำนวณได้ดังนี้ [20]

จากความรู้พื้นฐานทางเคมีในการคำนวณปริมาณของสารจากสมการเคมี ความสัมพันธ์ ระหว่างปริมาณสารในสมการเคมี มีดังนี้ พิจารณาจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮโดรเจนที่ขั้วแอโนด ดังนี้

$$2H_2(g) \rightarrow 4H^+(aq) + 4e^-$$

จากปฏิกิริยาจะได้ว่าแก๊สไฮโดรเจน 1 โมลจะแตกตัวให้อิเล็กตรอน 2 โมลอิเล็กตรอนหรือ 1 โมลอิเล็กตรอน จะต้องใช้แก๊สไฮโดรเจน 1/2 โมล และ

1 ampere of current = 1 coulomb of electron per second

1 coulomb of electron per second = 6.242 x 10 ¹⁸ electrons per second

ดังนั้น 1 ampere of current = 6.242 x 10 ¹⁸ electrons per second

จะได้ว่า มีจำนวนอิเล็กตรอน 6.242 x 10¹⁸/ 6.022x10²³ เท่ากับ 1.037 x 10⁻⁵ mole/ second ดังนั้นจะต้องใช้ปริมาณแก๊สไฮโดรเจนเท่ากับ 1/2 x 1.037 x 10⁻⁵ =5.183 x 10⁻⁶ moles/ second แต่แก๊ส 1 โมลเท่ากับ 22 429 x 10³ cc

และสำหรับเซลล์เชื้อเพลิง 1 เซลล์ อัตราการใช้แก๊สไฮโดรเจนต่อปริมาณกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ เท่ากับ 5.18<mark>3 x 10⁻⁶ mole/ second x 22.429 x 10³ cc/ second ซึ่งเท่ากับ 0.116 cc/</mark>

second

ดังนั้นอัตราการใช้แก๊สไฮโดรเจนสำหรับ Single cell คำนวณได้ดังนี้

Hydrogen consumption rate = 0.116 x Amps cc/ second (2.24)

ในกรณี Stack cell สา<mark>มา</mark>รถคำนวณอัตราการใช้แก๊สไฮโดรเจนได้ดังนี้

Hydrogen consumption rate = 0.116 x n_{cell} xAmps cc/ second (2.25) โดยที่ n _{cell} คือ จำนวน Single cell ที่นำมาต่ออนุกรม

ต่อมาพิจารณาปฏิกิริยารีดักซันที่ขั้วแคโทดเพื่อคำนวณหาปริมาณน้ำที่ได้จากปฏิกิริยา

 $O_2(g) + 4H^+(aq) + 4e^- \rightarrow 2H_2O(l)$

้น้ำที่ได้จากปฏิกิริยา 1 โมล จะใช้อิเล็กตรอน 2 โมล หรือ อิเล็กตรอน 1 โมล จะได้น้ำ 1/2 โมล

จำนวนอิเล็กตรอนเท่ากับ 6.242 x 10¹⁸/ 6.022x10²³ เท่ากับ 1.037 x 10⁻⁵ mole/secondดังนั้น น้ำ ที่ได้จากปฏิกิริยาเท่ากับ 1/2 x 1.037 x 10⁻⁵ mole/second = 5.183 x 10⁻⁶ mole/ second ดังนั้นปริมาณน้ำที่เกิดขึ้นเมื่อเซลล์เซื้อเพลิง 1 เซลล์ จ่ายกระแสไฟฟ้า 1 แอมแปร์ เท่ากับ 93.294 <u>*µ*g</u> และสามารถคำนวณอัตราการเกิดน้ำภายในเซลล์เชื้อเพลิง 1 เซลล์ จากผลคูณระหว่าง ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เซลล์เชื้อเพลิงจ่ายให้กับวงจรโหลดภายนอกกับอัตราการเกิดน้ำขึ้นภายใน เซลล์ได้ตามสมการดังนี้

Water production rate = 93.294 x Amps
$$\frac{\mu g}{\text{sec}}$$
 (2.26)
และในกรณี Stack cell สามารถคำนวณอัตราการเกิดน้ำได้ดังนี้
Water production rate = 93.294 x n _{cell} x Amps $\frac{\mu g}{\text{sec}}$ (2.27)

2.10 การจัดการน้ำ (Water management) [3]

การจัดการน้ำในเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็มมีความสำคัญอย่างยิ่ง เนื่องจากคุณสมบัติการนำ โปรตอน (Proton conductivity) ของพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์หรือเมมเบรนจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้อง มีน้ำหรือความชื้นที่พอเหมาะเพื่อให้การนำโปรตอนเป็นไปด้วยดี แต่อย่างไรก็ตามถ้ามีปริมาณน้ำ ที่มากเกินไปจะทำให้น้ำท่วมรูพรุนในขั้วอิเล็กโทรดหรือชั้นแก๊สแพร่ ดังนั้นจึงควรจัดการน้ำในเซลล์ ให้มีความสมดุลเพื่อให้เซลล์สามารถเกิดปฏิกิริยาได้อย่างต่อเนื่อง

ความชื้นหรือน้ำในเซลล์เชื้อเพลิงได้มาจาก 2 แหล่ง คือ

- 1. น้ำหรือความชื้นที่ได้รับจากอุปกรณ์กำเนิดความชื้น (Humidifier)
- 2. น้ำหรือความชื้นที่เกิดจากปฏิกิริยาที่ขั้วแคโทด

โดยปริมาณน้ำที่เข้าไปในเซลล์เนื่องจากได้รับความชื้นจากอุปกรณ์กำเนิดความชื้นจะทำ ให้แก๊สแห้งจากถังจ่ายแก๊สกลายป็นแก๊สเปียก (Liquid gas) และปริมาณน้ำที่เข้าสู่เซลล์จะขึ้นอยู่ กับอุณหภูมิ ความดัน และอัตราการไหลของแก๊ส สำหรับปริมาณน้ำที่เกิดจากปฏิกิริยาที่ขั้วแคโทด นั้น จะขึ้นอยู่กับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) ที่เซลล์ผลิตออกมา น้ำหรือ ความชื้นจากอุปกรณ์กำเนิดความชื้นจะเคลื่อนที่ไปกับแก๊สเชื้อเพลิงผ่านขั้วอิเล็กโทรดและเมม เบรน โดยจะเกิด 2 ปรากฏการณ์ขึ้นภายในเมมเบรน ดังแสดงในรูปที่ 2.14



BP: bipolar plate; DL: diffusion layer

รูปที่ 2.14 กระบวนการเคลื่อนที่ของน้ำในเมมเบรน [21]

ในระหว่างที่เซลล์ทำงาน โปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านเมมเบรนจากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทด และดึงโมเลกุลน้ำไปด้วย กระบวนการนี้เรียกว่า Electro-osmotic drag และค่าเฉลี่ยจำนวน โมเลกุลของน้ำที่ถูกโปรตอน 1 ตัว ดึงไปเรียกว่า Electro- osmotic drag coefficient โดยโปรตอน 1 โมเลกุลจะดึงน้ำ 1-5 โมเลกุล และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นภายในเซลล์จะทำให้เกิดการสะสมน้ำที่ขั้ว แคโทด เมื่อความเข้มข้นของน้ำที่ขั้วแคโทดมากกว่าที่ขั้วแอโนด ทำให้เกิดความแตกต่างของความ เข้มข้นของน้ำ (Water concentration gradient) ระหว่างแต่ละด้านของเมมเบรน จึงทำให้น้ำที่ขั้ว แคโทดสามารถไหลผ่านช่องทางเดินแก๊สผ่านเข้าไปในขั้นแพร่ของแก๊สและผ่านเมมเบรนกลับไป ยังขั้วแอโนดได้ ซึ่งเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Back diffusion

การควบคุมความซื้นที่ขั้วแอโนด สามารถทำได้โดยการควบคุมอุณหภูมิของอุปกรณ์ทำ ความซื้นด้านแก๊สไฮโดรเจน แต่สำหรับการควบคุมความซื้นที่ขั้วแคโทดจะค่อนข้างยากและ ซับซ้อนกว่าที่ขั้วแอโนดเนื่องจากน้ำที่ขั้วแคโทดเกิดจากปฏิกิริยาภายในเซลล์และความซื้นที่ได้รับ จากอุปกรณ์ทำความซื้น ทำให้เกิดการสะสมของน้ำมากเกินความต้องการของเซลล์หรือเกิดน้ำ ท่วมเซลล์ (Flooding) โดยปกติอุณหภูมิของอุปกรณ์ทำความซื้นของแก๊สจะสูงกว่าอุณหภูมิการ ทำงานของเซลล์เสมอเพื่อให้แก๊สที่เข้าสู่เซลล์เป็นแก๊สซื้นที่อิ่มตัวด้วยไอน้ำ ซึ่งจะทำให้เมมเบรนไม่ สูญเสียความซื้นให้กับแก๊สที่ไม่อิ่มตัว ปริมาณความต้องการความซื้นขึ้นอยู่กับความหนาของเมม เบรน โดยเมมเบรนที่มีความบางจะมีความต้องการความซื้นน้อยกว่าเมมเบรนที่มีความหนากว่า เนื่องจากเมื่อใช้เมมเบรนที่มีความบางจะทำให้เกิดความแตกต่างของความเข้มข้นของน้ำระหว่าง ขั้วแคโทดและแอโนดสูงมาก ดังนั้นจึงสามารถเกิดกระบวนการ Back diffusion ของน้ำจากขั้ว แคโทดไปยังขั้วแอโนดได้ โดยไม่ต้องอาศัยอุปกรณ์ทำความซื้นจากภายนอก เรียกกระบวนการนี้ว่า Self humidifying ซึ่งจะเกิดเฉพาะเมมเบรนที่บางเท่านั้น สำหรับเมมเบรนที่หนาจำเป็นต้องอาศัย ความชื้นจากอุปกรณ์ทำความชื้นภายนอก

2.11 การออกแบบการทดลองเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^k [22-23]

การออกแบบเชิงแฟกทอเรียล หมายถึง การทดลองที่พิจารณาถึงผลที่เกิดจากการรวมกัน ของระดับ (Level) ของปัจจัยทั้งหมดที่เป็นไปได้ในการทดลองนั้น มีประสิทธิภาพสูงกว่าการ ทดลองแบบทีละปัจจัย โดยเฉพาะเมื่อมีอันตรกิริยา (Interaction) เกิดขึ้น ทำให้สามารถประมาณ ผลของปัจจัยหนึ่งที่ระดับต่างๆ ของปัจจัยอื่นได้ และสามารถหาข้อสรุปที่สมเหตุสมผล (Valid) ตลอดเงื่อนไขของการทดลองได้

การออกแบบเชิงแฟกทอเรียลใช้มากในการทดลองที่เกี่ยวกับปัจจัยหลายปัจจัยที่ต้องการ ศึกษาถึงผลร่วมที่มีผลต่อผลตอบซึ่งเกิดขึ้นจากปัจจัยเหล่านั้น กรณีพิเศษของการออกแบบเชิง แฟกทอเรียลที่มีความสำคัญมากที่สุดคือ การออกแบบเชิงแฟกทอเรียลแบบ 2^k ซึ่งเป็นการ ออกแบบที่ประกอบด้วยปัจจัย k ปัจจัย แต่ละปัจจัยประกอบด้วย 2 ระดับ ระดับเหล่านี้อาจจะเกิด จากข้อมูลเชิงปริมาณ เช่น อุณหภูมิ ความดัน หรือเวลา เป็นต้น หรืออาจจะเกิดจากข้อมูลเชิง คุณภาพก็ได้ เช่น เครื่องจักร หรือ คนงาน เป็นต้น และใน 2 ระดับที่กล่าวถึงนี้จะแทนระดับ "สูง" หรือ "ต่ำ" ของปัจจัยหนึ่งๆ หรือการ "มี" หรือ "ไม่มี" ของปัจจัยนั้นๆก็ได้ ซึ่งจะแทนระดับทั้งด้วย เครื่องหมาย "-" และ "+" ตามลำดับ

การออกแบบ 2^k มีประโยชน์มากต่อการทดลองในช่วงเริ่มแรก เมื่อมีปัจจัยเป็นจำนวนมาก ที่เราต้องการจะตรวจสอบ การออกแบบเช่นนี้จะทำให้เกิดการทดลองจำนวนน้อยที่สุดที่สามารถ จะทำได้เพื่อศึกษาถึงผลของปัจจัยทั้ง k ชนิด ดังนั้นการออกแบบ 2^k จึงถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลาย เพื่อกรองปัจจัยที่มีอยู่เป็นจำนวนมากให้เหลือน้อยลง อย่างไรก็ตามเนื่องจากแต่ละปัจจัยของการ ออกแบบ 2^k ประกอบด้วย 2 ระดับ จึงขอสมมติว่าผลตอบที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นตรงตลอดช่วงของ ระดับของปัจจัยที่เลือกขึ้นมาทำการทดลอง ซึ่งสมมติฐานเช่นนี้เป็นสิ่งที่ยอมรับได้สำหรับการ ทดลองเพื่อกรองปัจจัยเมื่อเราเพิ่งเริ่มต้นทำการศึกษาระบบ

2.11.1 วิธีการทั่วไปในการวิเคราะห์เชิงสถิติ

การวิเคราะห์เชิงสถิติของการออกแบบ 2^k มีลำดับขั้นตอนดังนี้คาดเดาผลกระทบที่จะเกิด จากตัวแปรต่างๆ (Estimate factor effect) ในขั้นตอนแรกจะต้องประมาณผลที่เกิดจากปัจจัย ต่างๆ และตรวจสอบเครื่องหมายและขนาดของผลที่เกิดขึ้น ข้อมูลเช่นนี้จะทำให้ผู้ทดลองทราบ โดยเบื้องต้นว่า ปัจจัยและอันตรกิริยาตัวใดที่มีความสำคัญ และควรปรับให้อยู่ในทิศทางใด เพื่อที่จะปรับปรุงผลตอบ

- สร้าง Model เริ่มต้น (Form initial model) ในการสร้างแบบจำลองเริ่มต้น ควรเลือก แบบจำลองเต็มรูปแบบ ซึ่งประกอบด้วยผลหลักและอันตรกิริยาทั้งหมด
- (ii) ดำเนินการทดสอบทางสถิติ (Perform statistical testing) โดยใช้การวิเคราะห์ความ แปรปรวนเพื่อที่จะทดสอบความมีนัยสำคัญของผลหลักและอันตรกิริยา
- (iii) ขัดเกลา Model (Refine model) เป็นการดึงเอาตัวแปรที่ไม่มีผลอย่างนัยสำคัญออก จากแบบจำลองเต็มรูปแบบ
- (iv) วิเคราะห์ส่วนตกค้าง (Analyze residual) เพื่อที่จะตรวจสอบความเพียงพอของ แบบจำลอง และตรวจสอบความถูกต้องของสมมติฐานที่สร้างขึ้น บางครั้งการขัด เกลาแบบจำลองเกิดขึ้นหลังจากการวิเคราะห์ส่วนตกค้าง เนื่องจากแบบจำลองเกิด ความไม่เพียงพอ หรือสมมติฐานที่กำหนดให้ไม่ถูกต้องอย่างรุนแรง
- (v) อธิบายผลการวิเคราะห์ (Interpret results) โดยการวิเคราะห์ด้วยกราฟ โดยจะสร้าง กราฟของผลหลักและอันตรกิริยา เพื่อประมาณค่าของผลหรือค่าผลรวมของกำลัง สองของผล

2.11.2 การวิเคราะห์ความแปรปรวน

คำว่า "การวิเคราะห์ความแปรปรวน" มาจากความหมายของการแบ่งความแปรปรวน ทั้งหมดออกเป็นส่วนประกอบย่อยๆ จะได้ว่า Total Corrected Sum of Square คือ

$$SS_T = \sum_{i=1}^{a} \sum_{j=1}^{n} (y_{ij} - Y_{..}^{-})^2$$
(2.28)

โดยที่ y_{ii} คือ ค่าผลตอบสนองที่ได้จากการสังเกต

Y คือ ค่าเฉลี่ยทั้งหมดของค่าผลตอบสนองโดยที่ ใช้สำหรับวัดความแปรผันทั้งหมดของ ข้อมูล เป็นการเหมาะสมถ้าหาร *SS_T* ด้วยระดับขั้นความเสรีที่เหมาะสม (ในกรณีนี้ an-1 = N-1) จะได้ความแปรปรวนของตัวอย่าง y จากสมการที่ (2.13) สามารถเขียนได้ดังนี้

$$\sum_{i=1}^{a} \sum_{j=1}^{n} (y_{ij} - Y_{..}^{-})^{2} = n \sum_{i=1}^{a} (y_{i.}^{-} - y_{..}^{-})^{2} + \sum_{i=1}^{a} \sum_{j=1}^{n} (y_{ij} - y_{i}^{-})^{2}$$
(2.29)

โดยที่ y_{i.} คือ ค่าเฉลี่ยของผลตอบสนองในแถวที่ i a คือ จำนวนระดับการทดลอง n คือ คือ จำนวนการทดลองในแต่ละระดับ

2.11.3 แบบจำลองการถดถอย (Regressive model)

ในการออกแบบ 2^кสามารถหาแบบจำลองถดถอยได้ดังนี้

$$\hat{y} = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots \beta_k x_k + \varepsilon$$
(2.30)

โดยที่ x คือ ตัวแปรที่ถูกเข้ารหัส

β คือ สัมประสิทธ์ข<mark>องการถด</mark>ถอย

พจน์ต่างๆ ในสมการได้มาจากการวิเคราะห์ความแปรปรวนหรือ ANOVA ค่าพารามิเตอร์ β_o ได้มาจากค่าเฉลี่ยของข้อมูลทั้งหมด และค่าสัมประสิทธิ์ β_{i...k} จะเท่ากับครึ่งหนึ่งของค่า effect estimate และสัมประสิทธิ์ของการถดถอยจะเป็นตัววัดผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าของ x หนึ่งหน่วย ต่อการเปลี่ยนแปลงค่าเฉลี่ยของ y และผลที่ประมาณได้นี้ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลง 2 หน่วย (จาก – 1 ไป +1)

แบบจำลองของการถดถอยสามารถใช้ในการหาค่าที่ได้จากการทำนาย (Predicted value) หรือค่าที่ถูกฟิต (Fitted value) ได้ และค่าส่วนตกค้าง (Residual) ของการออกแบบจะ เท่ากับผลต่างของค่าที่ได้จากการทำนายกับค่าที่ได้จากการทดลอง ซึ่งค่าส่วนตกค้างนี้จะสามารถ นำไปวิเคราะห์ Model adequacy โดยการทำ Normal probability plot

2.11.4 การตรวจสอบความถูกต้องของแบบจำลอง

1. สมมติฐานของความเป็นปกติ

การออกแบบ 2^kจะต้องมีสมมติฐานเกี่ยวกับความเป็นปกติที่ยอมรับได้ ดังนั้นจะต้อง ทดสอบสมมติฐานเกี่ยวกับความเป็นปกติโดยการพล็อตฮิสโตรแกรมของส่วนตกค้าง คือ การสร้าง Normal probability plot ของส่วนตกค้างซึ่งหากการแจกแจงของความผิดพลาดเป็นแบบปกติ กล่าวคือ มีค่าเฉลี่ยเท่ากับศูนย์และมีค่าความแปรปรวนคงที่ค่าหนึ่ง กราฟที่พล็อตจะเป็นกราฟ เส้นตรง

2. การพล็อตส่วนตกค้างกับค่าที่ถูกฟิต

ถ้าแบบจำลองมีความถูกต้องและสมมติฐานมีความเหมาะสมแล้ว ส่วนตกค้างที่เกิดขึ้นไม่ ควรมีรูปแบบหรือโครงสร้างใดๆ ทั้งสิ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งไม่ควรมีความสัมพันธ์กับตัวแปรอื่นใด รวมถึงค่าผลตอบที่ถูกทำนาย (Predicted response) การตรวจสอบอย่างง่ายๆ คือ การพล็อต ส่วนตกค้างกับค่าที่ถูกฟิตและกราฟที่ได้จากการพล็อตนี้ไม่ควรมีรูปร่างเฉพาะแต่อย่างใด

2.12 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

G. sasikumar และคณะ [12]: ได้ศึกษาหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแพลทินัมที่ ใช้ (Platinum loading) กับปริมาณที่เหมาะสมของ Nafion ionomer ในขั้วอิเล็กโทรดและพบว่า ปริมาณที่เหมาะสมของเนฟีออนขึ้นอยู่กับปริมาณแพลทินัมโดยเมื่อเพิ่มปริมาณเนฟีออนจะต้อง ลดปริมาณของแพลทินัมลง โดยขั้วอิเล็กโทรดที่มีปริมาณแพลทินัม 0.5, 0.25, และ 0.1 mg/cm² จะต้องใช้ปริมาณของเนฟีออน 20, 40 และ 50 % ตามลำดับ จึงจะให้สมรรถนะที่ดีที่สุด

E. Antolin และคณะ [13]: ได้ศึกษาผลของปริมาณเนฟิออนในช่วง 0 – 1.5 mg/ cm² ที่มี ต่อปฏิกิริยารีดักชันของออกซิเจนโดยใช้เทคนิค Galvanostatic polarization (GP) ในสภาวะคงที่, Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), และการวัด Cyclic Voltammetry (CV) พบว่าปริมาณเนฟิออนที่เหมาะสมในขั้วอิเล็กโทรดจะต้องให้ค่าโอห์มิก (Ohmic) และค่าศักย์ไฟฟ้า ของการถ่ายโอนมวล (Mass transport overpotential) น้อย และการขยายขอบเขตของ 3 เฟส ด้วยปริมาณเนฟิออนใช้เทคนิคการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของศักย์ไฟฟ้าด้านแคโทดกับความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) และเทคนิค Cyclic voltammetry

Z. Qi และคณะ [24]: ได้ศึกษาการจัดการน้ำด้วยการสร้างขั้นของส่วนผสมของโพลีเตตระ ฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) กับคาร์บอน เพื่อใส่ระหว่างชั้นของกระดาษคาร์บอนและชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยา จากนั้นได้ทำการทดสอบชั้นของส่วนผสม PTFE กับคาร์บอนที่มีความหนาและส่วนผสม ที่มีปริมาณของ PTFE ที่แตกต่างกัน ได้แก่ 24%, 35% และ 45% แล้วนำไปทดลองกับ หน่วยชั้น เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม 4 ชั้น โดยไม่ให้ความชื้นทั้งอากาศและแก๊สไฮโดรเจน จากผลการทดลอง พบว่าชั้นของส่วนผสม PTFE ที่มีปริมาณ 35% เป็นส่วนผสมที่ทำให้เซลล์มีสมรรถนะที่สูงที่สุดและ 45% PTFE เป็นส่วนผสมที่ทำให้เซลล์มีสมรรถนะต่ำที่สุด J. Chen และคณะ [25]: ได้ศึกษาการจัดการน้ำด้วยการพัฒนาเอ็มอีเอเพื่อให้มีการรักษา ปริมาณน้ำและการกระจายของน้ำในเซลล์ได้เป็นอย่างดีด้วยการออกแบบชั้นการจัดการน้ำ (Water Management Layer, WML) ใส่ระหว่างชั้นแพร่ของแก๊สและชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของเซลล์ เชื้อเพลิงพีอีเอ็มและได้ทำแบบจำลอง เพื่อศึกษาการแทรกซึมของไอน้ำของ เอ็มอีเอ ภายใต้ สภาวะที่คล้ายกับการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิง นอกจากนี้ยังได้มีการทดสอบสมรรถนะของเซลล์ เชื้อเพลิงซึ่งพบว่าการจัดการน้ำด้วยการปรับปรุงเอ็มอีเอโดยใช้ WML สามารถจัดการน้ำในเซลล์ ได้

G. Janssen และคณะ [26]: ได้ศึกษาการถ่ายเทของน้ำในเมมเบรนด้วยการวัดค่า effective หรือ net drag ในหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม โดยทำการทดลองในช่วงสภาวะการ ทำงาน (ความหนาแน่นกระแส, อุณหภูมิ, ความดัน, ค่าสัมประสิทธิ์และความชื้นของแก๊ส) และ ทดลองหาความแตกต่างของเอ็มอีเอ ผลที่ได้พบว่าความชื้นและค่าสัมประสิทธิ์มีผลต่อค่า drag และในส่วนของเอ็มอีเอ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับ Nafion112 และ Nafion115 พบว่าความ หนาของเมมเบรนมีผลต่อสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง โดย Nafion112 ที่มีความบางกว่ามีการ แทรกซึมของน้ำได้ดีกว่า

B. Yang และคณะ [21]: ได้ศึกษาเกี่ยวกับความเป็นไปได้ที่จะให้เซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม ทำงานที่สภาวะที่ไม่มีความชื้นของแก๊สเชื้อเพลิง โดยได้มีการทำชั้นบาง ๆ ของเยื่อแผ่น (Thindouble layer composite membrane) ซึ่งประกอบด้วยชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบน คาร์บอน (Pt/C) กระจายตัวอยู่บน Nafion เปรียบเทียบกับชั้นของ Nafion เพียงอย่างเดียว โดยใช้ เป็นขั้วแอโนดและแคโทด จากนั้นนำไปประกอบเป็นเอ็มอีเอ ซึ่งอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูก ผสมกับแก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนซึมผ่านเข้าไปในเยื่อแผ่น จากแอโนดไปยังแคโทดเพื่อผลิตน้ำ น้ำจะเป็นตัวให้ความชื้นแก่เมมเบรนโดยตรงจึงทำให้เซลล์เชื้อเพลิงทำงานได้โดยไม่ต้องให้ ความชื้นแก่แก๊สไฮโดรเจนและออกซิเจนและเมื่อนำไปทดสอบสมรรถนะก็พบว่า Thin-double layer composite membrane ทำให้เซลล์เชื้อเพลิงมีสมรรถนะที่ดีขึ้น

ฬาลงกรณมหาวทยาลย

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

ชื่อสาร	บริษัท
ตัวเร่งปฏิกิริยา (20%wt. Pt/ VXC72)	E-TEK
เนฟิออน (5%wt. Na <mark>fion 117)</mark>	Fluka
เนฟีออนเมมเบรน (Nafion 115)	Fluka
กระดาษคาร์บอน (Carbon-paper)	E-TEK
โพลีเตตระฟลูออโรเอทธิลีน (60 %wt. Polytetrafluoroethylene)	Aldrich
เอทธิลีนไกลคอลไดเมธทิลอีเทอร์ (Ethylene glycol dimethyl ether)	Fluka
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide)	Merck
กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid)	BDH
แก๊สไฮโดรเจน (H <mark>y</mark> drogen 99.995%)	Praxair
แก๊สออกซิเจน (Oxygen 9 <mark>9.999%)</mark>	Praxair
แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen 99.99%)	Praxair

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 1. ตู้อบ
- 2. เตาเผา
- เครื่องอัลตร้าโซนิก
- เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
 - 5. ไมโครปิเปต
 - 6. ออโต้ปิเปต
 - 7. โถดูดความชื้น
 - 8. เครื่องแก้วอื่นๆ ในห้องปฏิบัติการ

3.3 ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว ดังแสดงในรูปที่ 3.1 3.4 ประกอบด้วย

- อุปกรณ์ทำความชื้น (humidifier)
- อุปกรณ์ควบคุมอัตราการใหล (Mass flow controller)
- อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)
- อุปกรณ์ควบคุมความดันแก๊ส (Back pressure)
- เครื่อง Potentiostat/ Galvanostat
- เครื่องคอมพิวเตอร์
- Hard ware สำหรับใส่เอ็มอีเอเพื่อทดสอบสมรรถนะ



รูปที่ 3.1 ระบบทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยวที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.2 เครื่องPotentiostat/ Galvanostat รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab



รูปที่ 3.3 Hard ware สำหรับทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว) ของบริษัท

Electrochem. Inc



รูปที่ 3.4 ลักษณะช่องทางการไหลใน unipolar plate ของเซลล์เดี่ยว แบบ Serpentine

3.4 ระบบทดสอบสมรรถนะหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง ดังแสดงในรูปที่ 3.5 -3.8 ประกอบด้วย

- อุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller)
- อุปกรณ์ควบคุมความดันแก๊ส (Back pressure)
- เครื่อง Electronic load
- เครื่องคอมพิวเตอร์



รูปที่ 3.5 ระบบทดสอบสมรรถนะหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.6 เครื่อง Electronic load รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab



รูปที่ 3.7 Hard ware หน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ ของ บริษัท Electrochem. Inc.

รูปที่ 3.8 ลักษณะช่องทางการไหลใน bipolar plate ของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง แบบตรง (Straight channel flow pattern)

3.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 1. เครื่อง Potentiostat/Galvanostat รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab
- 2. โปรแกรม Frequency Response Analysis, FRA version 4.9
- 3. เครื่อง Electronic load รุ่น PG STATO 30 ของบริษัท Autolab

- 4. เครื่อง Scanning Electron Microscope รุ่น JSM 6400 ของบริษัท Jeol
- 5. เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D8 Discover ของบริษัท Bruker AXS

3.6 ตัวแปรที่ศึกษา

- ปริมาณสารละลายเทฟลอนและเนฟีออนที่เหมาะสมในการนำไปเตรียมชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด
- ชนิดของแก๊สที่เหมาะสมต่อการอบขั้วอิเล็กโทรด โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบ ระหว่างแก๊สไนโตรเจน กับอากาศ
- เวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมขั้วอิเล็กโทรด

3.7 วิธีดำเนินการวิจัย

3.7.1 การปรับสภาพของเมมเบรน[14]

- นำเมมเบรนแข่ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดย น้ำหนัก ปริมาตร 100 ml ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัด สารอินทรีย์
- 2. นำเมมเบรนแซ่ใ<mark>นน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง</mark>
- น้ำเมมเบรนแข่ในสารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.5 M ปริมาตร 100 ml ที่ อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อกำจัดไอออนของโลหะ
- 4. นำเมมเบรนแข่ในน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อล้างคลอไรด์ไอออน
- 5. นำเมมเบรนที่ผ่านการปรับสภาพแล้ว แช่ในน้ำกลั่นเก็บไว้ เพื่อรอการนำไปใช้งาน

3.7.2 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรด

ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีการพิมพ์ (Printing หรือ Painting) โดย มีขั้นตอนดังนี้

1. ชั่ง 20 % wt. Pt/C ใส่ในขวดที่มีฝาปิด

- ปิเปตสารละลายเอทิลีนไกลคอลไดเมธิลอีเทอร์ลงในขวดข้างต้น 1.5 ml ปิดฝา ขวดอย่างรวดเร็ว
- นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที
- ปีเปตสารละลายเนฟีออนความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ลงในขวดตัวอย่าง โดยปริมาตรที่ทำการปีเปตให้เป็นไปตามที่กำหนดไว้ในแผนการออกแบบการ ทดลอง
- 5. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที
- 6. ใช้ไมโครปิเปต ปีเปตสารละลายพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนความเข้มข้นร้อยละ
 60 โดยน้ำหนัก ลงในขวดตัวอย่าง 10 μL
- 7. นำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที
- 8. ตัดกระดาษคาร์บอนขนาด 2.3 x 2.3 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนัก
- นำแผ่นกระดาษคาร์บอนวางบนแผ่นพลาสติก ใช้พู่กันจุ่มสารละลายตัวอย่าง ทาบนกระดาษคาร์บอน ทิ้งให้แห้งแล้วจึงทาซ้ำทำจนกระทั่งสารตัวอย่างหมด โดยในขณะที่ทาสารละลายตัวอย่างเสร็จทุกครั้ง จะต้องนำขวดตัวอย่างใส่อ่างอัล ตราโซนิก จนสารตัวอย่างหมด
- 10. นำชิ้นตัวอย่างที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิและเวลาตามที่กำหนดในแผนการออกแบบ การทดลอง

สำหรับการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดขนาด 50 ตารางเซนติเมตร ทำเช่นเดียวกับการเตรียมขั้ว อิเล็กโทรดขนาด 5 ตารางเซนติเมตร โดยตัดกระดาษคาร์บอนขนาด 7.4 x 7.4 เซนติเมตร และ เพิ่มปริมาตรของสารละลายเอทิลีนไกลคอลไดเมธิลอีเทอร์ และสารละลายเนฟิออนเป็น 10 เท่า ของปริมาตรเดิม

3.8 การวิเคราะห์สมบัติของขั้วอิเล็กโทรด

จากที่กล่าวมาแล้วว่าสมบัติของขั้วอิเล็กโทรดมีผลต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง พีอีเอ็ม ดังนั้นสมบัติพื้นฐานของขั้วอิเล็กโทรดที่ควรศึกษาประกอบด้วยสมบัติต่างๆ ดังนี้ ศึกษาการกระจายตัวของโลหะที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscopy, SEM ที่กำลังขยาย 200 เท่า

3.8.2 การหาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด

ศึกษาการหาปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดโดยใช้เครื่องEnergy Dispersive X-ray (EDX)

3.8.3 การศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด

ศึกษาโครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดโดยใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)

3.9 การประกอบเอ็มอีเอ

- 1. นำแผ่นพล<mark>าสติกที่ทนความร้อน เช่น เทฟ</mark>ลอนหรือยูรีเทนที่มีความหนาไม่มาก ตัดตรงกลางให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 2.25 x 2.25 เซนติเมตร
- นำกาวสองหน้ามาแปะที่มุมทั้ง 4 ของแผ่นพลาสติก แล้วนำไปแปะลงบนแผ่น สแตนเลส 1 อัน
- ทาสารละลายเนฟีออนความเข้มข้นร้อยละ5 โดยน้ำหนัก บนผิวหน้าขั้วอิเล็กโทรด ที่เตรียม 1 แผ่น โดยทาด้านที่มีชั้นแคตตาลิสต์เคลือบอยู่ปริมาณ 5 μL ทั่วผิวหน้า ขั้วอิเล็กโทรด
- 4. แล้วน้ำแผ่นขั้วอิเล็กโทรดที่ทาสารละลายเนฟิออนแล้วมาวางบนแผ่นยูรีเทน
- 5. จากนั้นนำเมมเบรนที่ปรับสภาพแล้ว วางบนขั้วอิเล็กโทรดโดยให้ขั้วอิเล็กโทรดอยู่ กึ่งกลางของเมมเบรน
- นำขั้วอิเล็กโทรดอีก 1 แผ่น ทำตามขั้นตอนที่ 3
- นำมาประกบกับอีกด้านของเมมเบรน โดยวางให้ตรงกับขั้วอิเล็กโทรดที่ประกบกับ เมมเบรนในขั้นตอนที่ 5
- 8. จากนั้นน้ำแผ่นสแตนเลสอีก 1 แผ่น มาประกบทับบนเมมเบรนกับขั้วอิเล็กโทรด ก่อนกดอัดด้วยเครื่อง Compression mold

- 9. วางแผ่นสแตนเลสทั้งสองบนแท่นกดอัดของเครื่อง Compression mold
- 10. เปิดเครื่อง Compression mold และอัดด้วยความเย็นและความร้อน โดยใช้ ความดัน 65 kg_t/cm²ที่อุณหภูมิ 137 °C เป็นเวลา 5 นาที [27]
- 11. เก็บชุดเอ็มอีเอที่เตรียมได้ เพื่อรอการทดสอบสมรรถนะต่อไป

3.10 การวัดสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เดี่ยว

3.10.1 การประกอบเซลล์เดี่ยวของเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

- 1. ประกอบแผ่นเอ็มอีเอขนาดพื้นที่ทำปฏิกิริยา 5 cm² เข้ากับแผ่นสะสม กระแสไฟฟ้าทั้ง 2 ด้าน
- ใช้แผ่นยางซิลิโคนบางเพื่อป้องกันการรั่วของแก๊ส โดยนำมาวางไว้ระหว่างเมม เบรนกับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้ง 2 ด้าน
- ยึดตรึงแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าที่ประกบกับแผ่นเอ็มอีเอทั้งสองด้านเข้าด้วยกัน โดยใช้น็อต และถัดจากแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าจะมีแผ่นปิดท้าย (End plate) ประกบอยู่ทั้ง 2 ด้าน จากนั้นจึงใช้ประแจปอนด์เพื่อทำการอัดส่วนต่างๆ เข้า ด้วยกันโดยใช้โมเมนต์การหมุนที่ 40 ปอนด์แรงนิ้ว
- 4. นำเซลล์เดี่ยวที่ได้ไปติดตั้งในหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง (Test station) และทำ การทดสอบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป

3.10.2 ขั้นตอนก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว)

ปิด

- ตรวจสอบวาล์วขาเข้าของแก๊สแต่ละชนิดให้ปิดเปิดอยู่ในทิศทางตามต้องการ เพื่อป้องกันการไหลปนกันของแก๊สชนิดต่างๆ และวาล์วขาออกให้อยู่ในตำแหน่ง
- ตรวจสอบความเรียบร้อยของข้อต่อต่างๆ ในหน่วยทดสอบให้อยู่ในสภาพที่พร้อม ทำการทดลอง
- ตรวจระดับน้ำภายในส่วนระเหยน้ำของระบบให้ความชื้น โดยดูจากส่วนจัดหาน้ำ ให้อยู่ในระดับที่ไม่ต่ำกว่าขีดบอกระดับน้ำเดิมมากนัก เมื่อระดับน้ำลดจากระดับ เดิมมาก ควรเติมน้ำให้ได้เท่ากับขีดบอกระดับน้ำเดิม
- 4. ตรวจสอบเครื่องควบคุมความดันที่หัวถังแก๊สทุกถังให้อยู่ในตำแหน่งปิด

- 5. ตรวจสอบสายไฟที่ต่อจากขั้วอิเล็กโทรดที่เซลล์เชื้อเพลิงทั้ง 2 ขั้วที่ต่อมายังเครื่อง Potentiostat/ Galvanostat ว่าให้อยู่ในสภาพที่ต่อเรียบร้อย
- ตรวจสอบเทอร์โมคัปเปิลสำหรับวัดอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงให้อยู่ในช่องวัด อุณหภูมิ
- เปิดเครื่องตรวจแก๊สไฮโดรเจนเพื่อตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สในกรณีที่เกิดการ รั่วของแก๊สไฮโดรเจน
- 8. เปิดสวิตซ์หลักของเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊ส เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 15 นาทีก่อนทำการทด<mark>ลอง</mark>
- เปิดสวิตซ์เครื่อง Potentiostat/Galvanostat เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 30 นาที ก่อน ทำการทดลอง กดปุ่ม Cell Enable ให้อยู่ในตำแหน่งปิด จากนั้นเปิดเครื่อง คอมพิวเตอร์สำหรับทำหน้าที่บันทึกข้อมูลจากเครื่อง Potentiostat/Galvanostat
- 10. ปิดสวิตซ์ที่แผงสวิตซ์ควบคุมแหล่งกระแสไฟฟ้าที่สวิตซ์หลัก (Main Switch) แล้ว จึงเปิดสวิตซ์ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิง แล้วจึงตั้งค่าอุณหภูมิ ของเซลล์เชื้อเพลิง 60 องศาเซลเซียส และเปิดสวิตซ์ของตัวให้ความร้อนทุกตัว ภายในหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง ตั้งค่าอุณหภูมิของส่วนระเหยน้ำของด้าน แอโนด 65 องศาเซลเซียสและแคโทด 60 องศาเซลเซียส รอจนกระทั่งอุณหภูมิได้ ตามค่าที่ตั้งไว้
- ตั้งค่าอัตราการไหลตามต้องการที่เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สที่100 sccm ซึ่ง Channel 2 คือ แก๊สออกซิเจน และ Channel 4 คือ แก๊สไฮโดรเจน ส่วนของแก๊ส ในโตรเจนจะใช้ทั้งสอง Channel โดยเปลี่ยนทางเดินของแก๊สโดยใช้วาล์วขาเข้า เป็นตัวควบคุมทิศทางการไหลของแก๊ส
- 12. เมื่อต้องการจะป้อนแก๊สให้กับเซลล์เชื้อเพลิง ให้เปิดแก๊สที่ต้องการใช้ที่วาล์วหัว ถังของแก๊ส แล้วจึงเปิดเครื่องควบคุมความดันที่หัวถังให้ได้ความดันขาออกตาม ต้องการ ซึ่งโดยปกติเท่ากับ 20 psi แล้วจึงมาเปิดสวิตช์วาล์วที่เครื่องวัดอัตราการ ไหลแต่ละ Channel เพื่อให้แก๊สไหลเข้าสู่หน่วยทดสอบ
- ก่อนจะทำการทดลอง ควรผ่านแก๊สในโตรเจนกับหน่วยทดสอบประมาณ 20 นาที
 โดยตั้งอัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 Channel ไว้ที่ 100 sccm ก่อนด้วยสาเหตุดังนี้
 - (i) เพื่อเป็นการไล่สิ่งที่ตกค้างอยู่ภายในหน่วยทดสอบออกก่อน
 - (ii) เพื่อตรวจสอบการรั่วของแก๊สโดยใช้น้ำยาในการตรวจสอบการรั่วภายใน หน่วยทดสอบ

- (iii) เพื่อใช้วัดค่าความชื้นภายในแก๊สก่อนเข้าเซลล์เชื้อเพลิงที่ส่วนวัด ความชื้น
- 14. ก่อนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง ควรมีการทำให้เอ็มอีเอที่เตรียมได้ นั้นมีความพร้อมก่อนการทดสอบ โดยทำการ Break –In เพื่อให้เอ็มอีเอมีความ พร้อมหรือมีความชื้นที่เพียงพอก่อนการทดสอบจริง ซึ่งจะกล่าวในรายละเอียดใน หัวข้อ 3.8.3 โดยการตั้งค่าศักย์ไฟฟ้า 1 step ที่ 0.5 V เป็นเวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง แต่เพื่อเป็นการประหยัดเวลาและแก๊ส จึงทำการเพิ่มค่าความดันภายใน ระบบ โดยการหมุน regulator ประมาณ 2 รอบ เพื่อเพิ่มความดันภายในระบบ ประมาณ 14.7 psi และใช้เวลาเพียง 6 ชั่วโมง จากนั้นตั้งค่าอุณหภูมิของเซลล์ เชื้อเพลิงที่ 60 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของส่วนระเหยน้ำทางด้านแอโนด 65 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิของส่วนระเหยด้านแคโทด 60 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับการทดสอบจริง
- 15. เมื่อมีการป้อนแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิง รอจนกระทั่ง ค่าความต่างศักย์ในขณะที่ยังไม่มีการจ่ายกระแสไฟของเซลล์เชื้อเพลิง (Open circuit voltage) ที่ได้มีค่าคงที่ กดปุ่ม Cell Enable ที่เครื่อง Potentiostat/ Galvanostat ให้อยู่ในตำแหน่งเปิด จึงกดปุ่ม start ที่โปรแกรม GPES เพื่อเริ่ม บันทึกค่ากระแสที่ได้ ณ ที่ค่าความต่างศักย์ต่างๆ ที่ตั้งไว้

3.10.3 ขั้นตอนการ Break-In [28]

การ Break-In มีวัตถุประสงค์เพื่อทำให้เมมเบรนและอิเล็กโทรดมีความชื้นเพียงพอก่อน การนำไปทดสอบสมรรถนะ โดยกระบวนการ Break In ควรกระทำที่ความดันของระบบ 2-8 psig ทั้งทางด้านแคโทดและแอโนด อุณหภูมิของเซลล์ 65-70 องศาเซลเซียส ไม่แนะนำให้กระทำที่ อุณหภูมิต่ำกว่า 55 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการ Break-In ควรจะมีค่า มากกว่า 0.6 A / cm² โดยเฉพาะอย่างยิ่งควรจะมากกว่า 0.8 A/ cm² เนื่องจากจะทำให้เมมเบรน และขั้วอิเล็กโทรดมีความชื้นที่เพียงพอ

ภาวะของการ Break –In ที่ขอแนะนำ คือ กระทำที่อุณหภูมิเซลล์ 65 -70 องศาเซลซียส โดยให้ความชื้นทั้งทางด้านแอโนดและแคโทด (100% RH) โดยควรให้อุณหภูมิที่หม้อความชื้นของ แอโนดสูงกว่าอุณหภูมิของเซลล์ และกระทำภายใต้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่ 0.6 V ถ้าไม่สามารถกระทำได้ ที่ 0.6 V ควรจะกระทำที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงหรือที่ศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำลง สำหรับเวลาใน การ Break-In ควรใช้เวลาอย่างน้อย 12 ชั่วโมง หลังจากการ Break-In สามารถนำเซลล์ไปทดสอบ ที่ภาวะเดียวกับการ Break-In ได้

3.10.4 ขั้นตอนการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว)

หลังจากทำการ Break In เพื่อให้เอ็มอีเอมีความชื้นที่เพียงพอสำหรับการทดสอบจริง แล้ว ปรับความดันในระบบให้เหลือประมาณ 6 psi จากนั้นจึงทำการศึกษาประสิทธิภาพการ ทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงซึ่งทำได้ 2 รูปแบบ คือ

- การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับค่าความต่างศักย์ หรือโพลาไรเซชัน (Polarization) โดยใช้โปรแกรม GPES เลือกวิธีแบบ Chrono methods (interval time > 0.1 sec) และเลือกวิธีแบบ Amperometry จากนั้นตั้ง ค่าความต่างศักย์เพื่อให้เครื่องวัดค่ากระแสจากเซลล์เชื้อเพลิง ตั้งค่าความต่าง ศักย์ 1 step โดยที่ 0.95 -0.8 ใช้เวลาประมาณ 200s และที่ 0.7 -0.1 ใช้เวลา step ละ 500s จากนั้นทำการทดสอบซ้ำโดยตั้งค่าเหมือนเดิม ทำจนกระทั่ง กระแสไฟฟ้าที่ได้คงที่ นำผลการทดลองไปสร้างความสัมพันธ์ระหว่างความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้า
- การศึกษาในรูปของอิมพิแดนซ์ (Impedance) โดยใช้โปรแกรม Frequency Respond Analyzer (FRA) เลือกวิธีแบบ Potential และเลือกวิธีแบบ Single potential ตั้งช่วงความถี่ตั้งแต่ 10 mHz – 10 kHz ตั้งค่าศักย์ไฟฟ้าที่ 0.6 V จากนั้นกด Cell Enable และกด Start ที่ตัวโปรแกรม

3.10.5 ขั้นตอนภายหลังการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง (เซลล์เดี่ยว)

1. เมื่อเสร็จสิ้นการวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat ทำการ บันทึกผลการทดลองที่ได้

2. ปิดสวิตช์วาล์วที่เครื่องวัดอัตราการไหล แล้วจึงปิดวาล์วที่หัวถังแก๊สทุกถัง

3. ปิดวาล์วขาเข้าทุกตัว และค่อยๆ เปิดวาล์วขาออกทีละตัว เพื่อลดความดันจาก แก๊สที่ค้างอยู่ในท่อระหว่างถังแก๊สกับเครื่องวัดอัตราการไหล โดยที่วาล์วขาออก จะต่อท่อลงไปยังขวดที่มีน้ำอยู่เพื่อลดการแพร่กระจายของแก๊ส รอจนกระทั่งเกจ ที่วัดความดันที่เครื่องควบคุมความดันที่ถังแก๊สลดลงจนถึง 0 ทั้งขาเข้าและขา ออก แล้วจึงเปิดวาล์วขาออกของแก๊สอีกถังหนึ่ง ทำในลักษณะเดียวกัน

- 4. เมื่อลดความดันในท่อแก๊สหมด จึงทำการปิดวาล์วขาออกของแก๊สทุกตัว
- 5. ปิดสวิตช์ของตัวให้ความร้อนทุกตัวที่แผงสวิตช์ควบคุมแหล่งกระแสไฟฟ้า
- ปิดสวิตช์ของเครื่องควบคุมอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงที่แผงสวิตช์ควบคุมแหล่ง ไฟฟ้า แล้วจึงปิดสวิตช์หลัก
- กดปุ่ม Stop ที่โปรแกรม Lab-View ที่ทำหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิในส่วนระเหยน้ำ แล้วจึงปิดโปรแกรม
- 8. ปิดโปรแกรม GPES แล้วจึงปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ ต่อจากนั้นจึงปิดสวิตซ์ที่เครื่อง Potentiostat/Galvanostat

3.11 Cyclic Sweep Voltammetry (CV) measurement [29]

การวัด CV เป็นการทดสอบอีกรูปแบบหนึ่งนอกเหนือจากการทดสอบโพลาไรเซชัน มี วัตถุประสงค์เพื่อหาพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Surface Area, ECA หรือ ESA) ของขั้วแคโทด โดยพื้นที่ผิวหน้าของปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของขั้วแคโทดคำนวณจาก ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวหน้าและการดูดซับประจุของแก๊สไฮโดรเจน โดยประจุของการดูดซับ ของแก๊สไฮโดรเจนบนขั้วอิเล็กโทรดที่เรียบและมีแพลทินัมในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาคือ 210 mC cm⁻² Pt

ขั้นตอนการทดสอบทำโดย<mark>นำเอ็มอีเอมาประก</mark>อบเป็นเซลล์เดี่ยว แล้วทำตามขั้นตอนดังนี้

- ตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่ขั้วแอโนด 100 sccm และตั้งค่าอัตราการ ไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ขั้วแคโทด 100 sccm
- ทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้องทั้งอุณหภูมิเซลล์และอุณหภูมิของหม้อความชื้น
- 3. เปิดเครื่อง Potentiostat จากนั้นเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์
- 4. เปิดโปรแกรม GPES เลือก Method จากนั้นเลือก Cyclic Voltammetry (staircase) และเลือก Normal
- 5. ตั้งค่า Sweep rate ที่ 20 mVs⁻¹จากนั้นตั้งค่า Number of scan เท่ากับ 5 และตั้ง ค่าศักย์ไฟฟ้าอยู่ในช่วง 0.01 – 0.80 V
 - 6. เปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สไนโตรเจน จากนั้นกด cell enable และกด start
 - หลังจากการทดสอบเสร็จสิ้น ทำการบันทึกผล และสามารถหาค่าประจุไฟฟ้า จากหน้า Data presentation เลือก Analysis จากนั้นเลือก Integrate between markers และเลือกจุด 2 จุด เพื่อให้คอมพิวเตอร์ทำการอินทิเกรตหาค่าประจุ

ไฟฟ้า (Charge) หน่วยเป็นคูลอมบ์ และนำค่าประจุที่ได้ไปคำนวณหาค่า ECA (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.4)

3.12 การวัดสมรรถนะการทำงานของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง

3.12.1 การประกอบเอ็มอีเอของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง จำนวน 2 เซลล์

- เตรียมแผ่นสะสมกระแสแบบ unipolar จำนวน 2 แผ่น และ bipolar จำนวน 1 แผ่น พร้อมกับแผ่น end plate สำหรับยึดตรึงโครงสร้างของหน่วยชั้นเซลล์ เชื้อเพลิง
- เตรียมแผ่นเอ็มอีเอขนาดพื้นที่ 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 แผ่น พร้อมกับแผ่น gasket สำหรับป้องกันการรั่วของแก๊สจำนวน 2 คู่
- ประกบแผ่น gasket เข้ากับแผ่นเอ็มอีเอ โดยเรียกรวมกันว่า Membrane
 Electrode Gasket Assembly (MEGA)
- 4. ประกอบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ โดย เริ่มซ้อนกันตามลำดับดังนี้ end plate/ unipolar plate/ MEGA1/ bipolar plate/ MEGA2/ unipolar plate/ end plate
- ยึดน็อตประกบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงโดยใช้ประแจปอนด์อัดด้วยแรงอัด 70 ปอนด์แรง.นิ้ว
- นำหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้ไปติดตั้งและทำการทดสอบสมรรถนะการทำงาน ต่อไป

3.12.2 ขั้นตอนการทดสอบสมรรถนะการทำงานของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง

- ตรวจสอบวาล์วขาเข้าของแก๊สแต่ละชนิดให้อยู่ในทิศทางที่ต้องการ เพื่อป้องกัน การไหลผสมกันของแก๊สต่างๆ และวาล์วขาออกให้อยู่ในตำแหน่งปิด
- เปิดเครื่องตรวจแก๊สไฮโดรเจนเพื่อตรวจวัดความเข้มข้นของแก๊สในกรณีที่เกิดการ รั่วของแก๊สไฮโดรเจน
- เปิดสวิตซ์หลักของเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊ส เพื่ออุ่นเครื่องประมาณ 15 นาทีก่อนทำการทดลอง

- เปิดสวิตซ์เครื่อง Electronic load เลือกการใช้งานแบบ CV (Constant- Voltage) กดปุ่ม Input off เพื่อให้เครื่องอยู่ในสถานะ disable
- เปิดสวิตซ์เครื่อง E-corder พร้อมกับเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ สำหรับทำหน้าที่ บันทึกข้อมูลที่ได้จากเครื่องแปลงสัญญาณ
- 6. เปิดโปรแกรม eDAG chart เพื่อทำการบันทึกข้อมูล
- ตั้งค่าอัตราการไหลตามต้องการที่เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สที่ 300 sccm ซึ่ง Channel 1 คือ แก๊สไฮโดรเจน และ Channel 2 คือ แก๊สออกซิเจน ส่วนของ แก๊สไนโตรเจนจะใช้ทั้งสอง Channel โดยเปลี่ยนทางเดินของแก๊สโดยใช้วาล์วขา เข้าเป็นตัวควบคุมทิศทางการไหลของแก๊ส
- เมื่อต้องการจะป้อนแก๊สให้กับเซลล์เชื้อเพลิง ให้เปิดแก๊สที่ต้องการใช้ที่วาล์วหัว ถังของแก๊ส แล้วจึงเปิดเครื่องควบคุมความดันที่หัวถังให้ได้ความดันขาออกตาม ต้องการ ซึ่งโดยปกติเท่ากับ 20 psi แล้วจึงมาเปิดสวิตช์วาล์วที่เครื่องวัดอัตราการ ไหลแต่ละ Channel เพื่อให้แก๊สไหลเข้าสู่หน่วยทดสอบ
- 9. เมื่อมีการป้อนแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเข้าสู่เซลล์เชื้อเพลิง รอจนกระทั่ง ค่าความต่างศักย์ในขณะที่ยังไม่มีการจ่ายกระแสไฟของเซลล์เชื้อเพลิง (Open circuit voltage) ที่ได้มีค่าคงที่ กดปุ่ม Input on ที่เครื่อง Electronic load แล้วใส่ ค่าความต่างศักย์ที่ต้องการดึงกระแส แล้วจึงกดปุ่ม start ที่โปรแกรม eDAG chart เพื่อเริ่มบันทึกค่ากระแสที่ได้ ณ ที่ค่าความต่างศักย์ต่างๆ ที่ตั้งไว้

3.12.3 ขั้นตอนภายหลังการทดสอบสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง

- เมื่อทำการทดลองเสร็จ กดปุ่ม stop ที่โปรแกรม eDAG chart แล้วบันทึกผลการ ทดลองที่ได้
- กดปุ่ม Input off ที่เครื่อง Electronic load แล้วปิดสวิตซ์หลักที่เครื่อง Electronic load
- 3. ปิดสวิตซ์เครื่องวัดอัตราการไหล จากนั้นปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส
- 4. ปิดโปรแกรม eDAG chart แล้วจึงปิดสวิตซ์ที่เครื่อง E-corder
- 5. ปิดคอมพิวเตอร์

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

การทดลองนี้เป็นการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือ เอ็มอีเอ โดยทำการทดลองตามการออกแบบการทดลองแบบ 2^k แฟกทอเรียล และนำเอ็มอีเอที่ เตรียมได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงเปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทาง การค้า

ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ช่วง โดยช่วงแรกทำการศึกษาปัจจัยของ ปริมาณเทฟลอน อุณหภูมิที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด แก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรดและเวลาที่ ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด จากนั้นทำการทดลองต่อในช่วงที่ 2 โดยการปรับค่าและตัดปัจจัยที่ไม่มี ผลอย่างมีนัยสำคัญจากการทดลองในช่วงที่ 1 และเพิ่มปัจจัยอีกปัจจัยหนึ่งคือ ปริมาณเนฟีออน เพื่อปรับปรุงให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น

4.1 การออกแบบการทดลอง (ตอนที่1)

การออกแบบการทดลองแบบ 2^k แฟกทอเรียลเป็นการออกแบบทดลองเพื่อทำการคัดกรอง ตัวแปรที่มีความสำคัญต่อค่าการตอบสนองที่ผู้ทดลองสนใจจากตัวแปรหลายตัว การเตรียมขั้ว อิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ มีปัจจัยหลายปัจจัยที่มีผลต่อสมรรถนะของเซลล์ เชื้อเพลิง การออกแบบการทดลองในตอนที่ 1 เลือกตัวแปรที่ต้องการศึกษา 4 ตัวแปร ได้แก่ ปริมาณเทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด ระยะเวลาในการอบขั้วอิเล็กโทรด และแก๊สที่ใช้ใน การอบขั้วอิเล็กโทรด โดยกำหนดให้

A คือ ปริมาณเทฟลอนต่ำสุดที่ 0 ไมโครลิตร (-) และสูงสุดที่ 10 ไมโครลิตร (+)

B คือ อุณหภูมิการอบต่ำสุดที่140 องศาเซลเซียส (-) และสูงสุดที่ 300 องศาเซลเซียส (+)

C คือ ระยะเวลาในการอบต่ำสุดที่ 0.5 ชั่วโมง (-) และสูงสุดที่ 1 ชั่วโมง (+)

D คือ แก๊สที่ใช้ในการอบ โดยให้ค่าต่ำสุด คือ อากาศ (-) และสูงสุดคือ แก๊สไนโตรเจน (+) ดังตารางที่ 4.1 ดังนี้

ปัจจัย	ระดับ	าะดับ
	(-1)	(+1)
A= ปริมาณเทฟลอน (μL)	0	10
B =อุณหภูมิการอบ (°C)	140	300
C = เวลาการอบ (hr.)	0.5	1
D= แก๊สที่ใช้ในการอบ	อากาศ	ไนโตรเจน

ตารางที่ 4.1 ปัจจัยและระดับค่าของการทดลองตอนที่ 1

ตารางที่ 4.2 ชุดการทดลองและผลการทดลองจากการออกแบบการทดลอง 2⁴ แฟกทอ เรียลตอนที่ 1

ลำดับที่	A	В	С	D	Current density	Power (W) at
					(mA/cm ²) at	0.6V
					0.6V	
1	- /	1-5	AL-	<u>-</u>	85.05	0.26
2	+	1	6401-1011		82.92	0.25
3	-	+	905-77.V	Tere	39.91	0.20
4	+	+	-	-	33.80	0.10
5		-	+	-	67.86	0.20
6	+	-	+	-	91.17	0.27
7	-	+	+	-	23.01	0.07
8	+	+	1418	19-14	44.08	0.13
9	-	-	5	+	40.42	0.12
10	A +11	กรถ	าเป	+	55.67	0.17
11	-	+	-	+	49.31	0.15
12	+	+	-	+	28.32	0.085
13	-	-	+	+	67.86	0.20
14	+	-	+	+	32.68	0.10
15	-	+	+	+	21.25	0.06
16	+	+	+	+	37.02	0.11
ตารางที่ 4.2 แสดงชุดการทดลองและผลการทดลองจากการออกแบบการทดลอง 2⁴ แฟก ทอเรียล ดังนั้นการทดลองจึงมีทั้งหมด 16 การทดลอง พบว่าการทดลองที่ 6 ซึ่งภาวะการทดลองที่ ใช้คือ ปริมาณเทฟลอน 10 μL, อุณหภูมิ 140 °C, เวลา 1 ชั่วโมง และอบด้วยอากาศ ให้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 91.17 mA/cm²และกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.27 W ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V

จากนั้นนำผลการทดลองทั้งหมดมาวิเคราะห์หาปัจจัยที่มีผลต่อตัวแปรตอบสนองซึ่งในที่นี้ คือ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า โดยนำมาสร้างกราฟ Normal Probability Plot แสดงในรูปที่ 4.1 ดังนี้



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่าง Half Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ

รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ พบว่าปัจจัย ที่มีผลต่อค่าตอบสนอง คือปัจจัยที่ไม่อยู่ในแนวเส้นตรง และปัจจัยที่อยู่ห่างจากแนวเส้นตรงมาก ที่สุดแสดงว่าปัจจัยนั้นมีผลต่อค่าตอบสนองมากที่สุด ซึ่งจากกราฟพบว่าปัจจัย B หรืออุณหภูมิที่ ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด มีผลต่อค่าตอบสนองมากที่สุด อย่างไรก็ตามวิธีการนี้เป็นเพียงการหา แนวโน้มของปัจจัยที่มีต่อค่าตอบสนองเท่านั้น เพื่อให้การวิเคราะห์ข้อมูลถูกต้องแม่นยำมากยิ่งขึ้น จึงนำผลการทดลองที่ได้ไปวิเคราะห์ความแปรปรวนหรือ ANOVA

การวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ในการทดลองนี้มีการคำนวณค่าแจก แจงทางสถิติแบบ F (F₀) ซึ่งจะแสดงผลกระทบของตัวแปรแต่ละตัว โดยพิจารณาค่า F₀ ของแต่ละ ตัวแปรเทียบกับค่า F ณ จุดวิกฤต หรือ $F_{\alpha,\upsilon_1,\upsilon_2}$ โดยมีค่า α คือระดับความเชื่อมั่น ซึ่งในการ ทดลองครั้งนี้พิจารณาที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % หรือระดับความสำคัญเท่ากับ 0.05 โดยที่ υ_1 คือ degree of freedom ของตัวแปรที่ศึกษา และ υ_2 คือ degree of freedom ของความคลาดเคลื่อน จะได้ว่าค่าวิกฤตของการทดลองนี้เท่ากับ $F_{0.05, 1, 12} = 4.75$ [42] โดยเมื่อค่า F_0 ของตัวแปรที่ศึกษา มีค่ามากกว่า 4.75 แสดงว่าตัวแปรนั้นมีผลกระทบต่อตัวแปรการตอบสนองอย่างมีนัยสำคัญ แสดงผลดังตารางที่ 4.3

Source	Sum of	DF	Mean Square	F value	Prob>F
	Square				
Model	5938.06	3	1979.35	13.77	0.0003
В	3810.48	1	3810.48	26.52	0.0002
D	1143.31	10	1143.31	7.95	0.0154
BD	<mark>984.26</mark>	1	984.26	6.85	0.0225
Residual	17 <mark>23.94</mark>	12	143.66		
Cor total	7662.01	15	Juriels		

ตารางที่ 4.3 การวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ของการทดลองตอนที่ 1

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร จากตารางพบว่าตัวแปร B D และ BD มีค่า F-value สูงกว่าค่า F ณ จุดวิกฤตคือมากกว่า 4.75 [22] แสดงว่าปัจจัยที่มีผลต่อค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ได้แก่ B D และ BD ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการ อบขั้วอิเล็กโทรด (B) แก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด (D) และ สหสัมพันธ์ (Interaction) ระหว่าง อุณหภูมิกับแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด (BD) มีผลต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าอย่างมี นัยสำคัญ และเพื่อให้ง่ายต่อการวิเคราะห์ผลจึงนำตัวแปรที่มีผลต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า มาจัดในเทอมของสมการทางคณิตศาสตร์ ซึ่งจากการทดลองจะได้แบบจำลองถดถอย (The Regression Model) ดังนี้

$$y' = +50.02 - 15.43 * B - 8.45 * D + 7.84 * B * D$$
 (4.1)

โดยที่ y^ คือ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm²)

เมื่อทราบว่าตัวแปรใดบ้างมีผลต่อค่าตอบสนองแล้ว จึงทำการวิเคราะห์ต่อไปว่าตัวแปร เหล่านี้มีผลต่อค่าตอบสนองเช่นไร โดยการนำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับปัจจัยที่มีผลต่อค่าตอบสนอง ซึ่งได้แก่ อุณหภูมิที่ใช้ในการอบขั้ว อิเล็กโทรด แก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด และสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการ อบขั้วอิเล็ก

โทรด

4.1.1 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

จากตาราง ANOVA พบว่า อุณหภูมิ เป็นปัจจัยที่มีผลต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า มากกว่าปัจจัยอื่นๆ จึงได้นำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับ อุณหภูมิที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด แสดงในรูปที่ 4.2 ดังนี้



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับอุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด

รูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับอุณหภูมิการอบขั้ว อิเล็กโทรด จากกราฟพบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส อบขั้วอิเล็กโทรดจะทำให้ได้ค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าการอบที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงควรอบขั้ว อิเล็กโทรดที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส สาเหตุที่ทำให้การอบขั้วอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสให้ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าต่ำกว่าที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส อาจเนื่องมาจากที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะแก้วของเนฟืออนที่เป็น ionomer ในชั้นแคตตาลิสต์ คือประมาณ 150° C จึงอาจส่งผลให้การสัมผัสของ 3 เฟสของแก๊สเซื้อเพลิง อิเล็กโทรไลต์ (เนฟี ออน) และตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดขึ้นในปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าได้ไม่ดี และทำให้ไม่สามารถช่วยรักษา ความชื้นและป้องกันการสูญเสียน้ำของเมมเบรนได้ ดังนั้นอุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรดจึงมีผลต่อ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า นอกจากนี้ Z. Qi, และคณะ[24] ได้ทำการศึกษาอุณหภูมิของการ อบขั้วอิเล็กโทรด พบว่าการอบขั้วอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิสูงจะทำให้ได้ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าต่ำกว่าที่อุณหภูมิต่ำ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงจะทำให้เนฟืออนกลับมามีความชื้นอีก ครั้งได้ยาก และที่อุณหภูมิสูงยังเป็นสาเหตุทำให้หมู่กรดซัลโฟนิก (Sulfonic acid) ซึ่งเป็นส่วนที่ ชอบน้ำในโครงสร้างของเนฟืออนหายไป ดังนั้นจึงเป็นการสนับสนุนว่าอุณหภูมิมีผลต่อค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้า

4.1.2 ผลของแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

จากตารางANOVA พบว่าตัวแปร D หรือแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรดมีความสำคัญ อย่างมีนัยสำคัญ จึงนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับแก๊ส ที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด แสดงในรูปที่ 4.3 ดังนี้



รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

ฐปที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับแก๊สที่ใช้ในการอบ ขั้วอิเล็กโทรด พบว่าเมื่ออบขั้วอิเล็กโทรดด้วยอากาศจะทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง กว่าการอบขั้วอิเล็กโทรดด้วยแก๊สไนโตรเจน เหตุผลที่ทำให้การอบขั้วอิเล็กโทรดด้วยอากาศให้ค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าการอบด้วยในโตรเจนนั้น น่าจะอธิบายได้โดยงานวิจัยของ Cheng และคณะ [30] ซึ่งทำการศึกษาภาวะการเตรียมแพลทินัมบนคาร์บอน (Pt/C) โดย เปรียบเทียบการทำ pretreatment ด้วยการผ่านอากาศเทียบกับการผ่านในโตรเจน โดย Cheng ้อธิบายไว้ว่าในการทำ pretreatment ด้วยการผ่านอากาศจะทำให้ได้ PtO, ที่อยู่บนผิวหน้าเกิดการ ออกซิไดส์ทำให้ Pt(NH₄)₄(NO₄)₂ สลายตัวและเมื่อนำไป reduce ด้วยแก๊สไฮโดรเจนจะทำให้ได้ ขนาดอนุภาคของแพลทินัมเล็กกว่าการผ่านด้วยแก๊สในโตรเจน ดังนั้นในกรณีนี้ออกซิเจนใน อากาศน่าจะมีส่วนเข้ามาออกซิไดส์ทำให้ Pt solution ที่อาจยังสลายตัวไม่หมด มากกว่านั้นในการ ทดลองของ Cheng ยังได้ผลว่าการผ่านอากาศยังทำให้แพลทินัมมีการกระจายตัวที่ดี ไม่เกิดการ รวมตัวกันเหมือนการผ่านด้วยแก๊สไนโตรเจน เนื่องจากการผ่านแก๊สไนโตรเจนเมื่อนำมาทดสอบ ด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy จะปรากฦพีกของพันธะ Pt-Pt ที่ 2.8 A° แต่สำหรับการผ่าน อากาศจะปรากฏพีกที่ 2.05 A° ซึ่งส่งผลให้การเลื่อนของ Pt-O ใช้ระยะทางที่สั้นกว่า จึงแสดงให้ เห็นว่าเกิดสารประกอบ PtO, บนคาร์บอนได้มากกว่า และเมื่อปริมาณ PtO, มีมากกว่าก็จะไป ขัดขวางการรวมตัวกันของแพลทินัม จึงทำให้การผ่านอากาศมีการกระจายตัวที่ดีกว่าการผ่านแก๊ส ในโตรเจน ด้วยเหตุนี้จึงส่งผลให้การอบขั้วอิเล็กโทรดด้วยอากาศมีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า สูงกว่าการอบด้วยแก๊สไนโตรเจน

4.1.3 ผลของสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

จากตาราง ANOVA พบว่าตัวแปร BD หรือสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ใน การอบขั้วอิเล็กโทรดมีความสำคัญอย่างมีนัยสำคัญ จึงนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด แสดงในรูปที่ 4.4 ดังนี้



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและ แก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

รูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับสหสัมพันธ์ระหว่าง อุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด พบว่าการอบขั้วอิเล็กโทรดด้วยอากาศจะให้ค่า กระแสไฟฟ้าสูงเมื่ออบด้วยอุณหภูมิค่าต่ำและการอบขั้วอิเล็กโทรดด้วยไนโตรเจนจะให้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงเมื่ออบด้วยอุณหภูมิที่มีค่าต่ำเช่นเดียวกัน แต่เมื่อเปรียบเทียบค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าระหว่างการอบด้วยอากาศกับไนโตรเจน พบว่าการอบด้วยอากาศให้ค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าการอบด้วยไนโตรเจน

สถาบนวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1.4 การตรวจสอบสมมติฐานของการออกแบบการทดลองชุดที่ 1

การตรวจสอบสมมติฐานจะกระทำกับส่วนตกค้างของการออกแบบ 2^k โดยการนำมาสร้าง กราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง จากสมการทางคณิตศาสตร์ที่ได้ เพื่อ วิเคราะห์ว่าแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้ สมเหตุสมผลหรือไม่ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ



รูปที่ 4.5 การพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง

รูปที่ 4.5 แสดงกราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง จะเห็นว่าจุดบน กราฟเรียงตัวใกล้เคียงกับเส้นตรง ซึ่งเป็นการสนับสนุนข้อสรุปที่ว่า B, D และ BD เป็นปัจจัยที่มีผล อย่างมีนัยสำคัญ และสมมติฐานเกี่ยวกับการกระจายตัวของความคลาดเคลื่อนเป็นไปตามการ กระจายแบบปกติ เป็นที่ยอมรับได้เช่นเดียวกับรูปที่ 4.6 เป็นการกระจายตัวของส่วนตกค้างที่ไม่มี รูปแบบที่แน่นอน และการกระจายตัวของความแปรปรวนของข้อมูลมีค่าค่อนข้างคงที่ สรุปได้ว่า แบบจำลองทางคณิตศาสตร์ตามสมการที่ 4.1 สามารถใช้เป็นตัวแทนของข้อมูลได้อย่างถูกต้อง



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างผลตอบสนองที่มาจากการคำนวณทางคณิตศาสตร์เทียบกับค่าที่ได้ จากการทดลอง

4.2 ผลของการทดสอบภายนอก (Ex situ) หรือลักษณะทางกายภาพของขั้วอิเล็กโทรด ของการทดลองตอนที่ 1

4.2.1 ผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดโดยวิธีการพิมพ์ จากนั้น นำขั้วอิเล็กโทรดที่มีชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาไปวิเคราะห์โดยเทคนิค SEM เพื่อดูลักษณะพื้นผิวหน้าของ ขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้โดยวิธีการพิมพ์ เปรียบเทียบกับขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า (Commercial electrode) ของบริษัท Electrochem, Inc.แสดงดังรูปที่ 4.7 ดังนี้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลย



รูปที่ 4.7 พื้นผิวหน้าของขั้วอิเล็กโทรดวัดด้วยเครื่องSEM: รูป (ก) ขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า; (ข) ขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์

จากรูปที่ 4.7 แสดงพื้นผิวหน้าของขั้วอิเล็กโทรดโดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ที่ กำลังขยาย 200 เท่าเปรียบเทียบกับขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า รูป (ก) กับขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมด้วย วิธีการพิมพ์ รูป (ข) พบว่าพื้นผิวหน้าของขั้วอิเล็กโทรดทั้งสองมีลักษณะคล้ายคลึงกันโดยพื้น ผิวหน้ามีความเรียบและไม่มีรอยแตกเช่นเดียวกัน ซึ่งถ้าขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีรอยแตกจะ ส่งผลต่อสมรรถนะของขั้วอิเล็กโทรดได้

4.2.2 ผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Energy Dispersive X-ray (EDX)

นำขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX เพื่อตรวจสอบว่าขั้วอิเล็กโทรดที่ เตรียมได้ มีองค์ประกอบเช่นเดียวกับขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าหรือไม่ และปริมาณแพลทินัมบนขั้ว อิเล็กโทรดมีปริมาณเท่าไร ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.8 ดังนี้



cps

cps

รูปที่ 4.8 การวิเคราะห์ปริมาณแพลทินัมโดยเครื่อง EDX: (ก) ขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า; (ข) ขั้ว อิเล็กโทรดที่เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์

ในการเตรียมชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วิธีการพิมพ์ อาจทำให้ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา แพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดผิดพลาดได้ เนื่องจากเกิดการสูญเสียระหว่างทำการพิมพ์ ดังนั้นจึงต้อง ทำการวิเคราะห์ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรด โดยใช้เทคนิค EDX

65

รูปที่ 4.8 แสดงปริมาณแพลทินัมและองค์ประกอบอื่นๆ เปรียบเทียบกับขั้วอิเล็กโทรดทาง การค้าของบริษัท Electrochem รูป(ก) กับขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์ รูป (ข) ขั้ว อิเล็กโทรดทางการค้า โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX พบว่าบนชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาประกอบด้วย คาร์บอน ฟลูออรีน และแพลทินัมเช่นเดียวกัน ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่มาจากส่วนผสมในการเตรียม ขั้วอิเล็กโทรด ในส่วนของแพลทินัมพบว่ามีพีคหลายตำแหน่งเนื่องจากแพลทินัมมีระดับพลังงาน หลายค่าจึงสามารถเกิดพีคได้หลายตำแหน่ง ดังนั้นการหาปริมาณแพลทินัมจึงเป็นการนำพื้นที่ใต้ กราฟทั้งหมดของแพลทินัมมารวมกันและคิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก

จากการนำขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าที่มีปริมาณแพลทินัม 1 mg/ cm² มาวิเคราะห์ด้วย เทคนิค EDX พบว่ามีปริมาณแพลทินัมร้อยละ 17.23 และเมื่อนำขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มา วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบว่ามีปริมาณแพลทินัมร้อยละ 16.06 โดยคิดเป็นร้อยละความ คลาดเคลื่อนเท่ากับ 7.29 จากนั้นนำมาคำนวณหาปริมาณแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรด พบว่ามี ปริมาณแพลทินัม 1.45 mg/cm² และนำมาคำนวณด้วยวิธีดุลมวล ได้ปริมาณแพลทินัมเท่ากับ 0.82 mg/ cm² (วิธีการคำนวณแสดงในภาคมนวก ก.1)

4.3 ผลของการทดสอบภายใน (In situ) หรือการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง

4.3.1 การศึกษาในรูปโพลาไรเซชันของการทดลองตอนที่ 1

ผลการนำเอ็มอีเอที่เตรียมได้และเอ็มอีเอทางการค้ามาวัดสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงโดย อาศัยความสัมพันธ์ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้าและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า โดยใช้อัตราการ ไหลของแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 100 sccm อุณหภูมิเซลล์เท่ากับ 60 °C โดยให้ ความชื้นสัมพัทธ์แก่แก๊สทั้งสองชนิดเท่ากับ 100 และความดัน 1 บรรยากาศ ทำการทดสอบครั้งละ 10 ระดับของศักย์ไฟฟ้า (จาก 1 - 0.1 V) ระดับละ 200 วินาที ผลการทดลองแสดงในกราฟรูปที่ 4.9 ดังนี้



รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของเอ็มอีเอจากการ ทดลองลำดับที่ 6 เปรียบเทียบกับอ็มอีเอทางการค้า: (■) เอ็มอีเอทางการค้า; (♦) เอ็มอีเอที่เตรียมได้

รูปที่ 4.9 แสดงผลการทดลองในกราฟโพลาไรเซชัน พบว่าช่วงศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 0.7 V ซึ่งเป็นช่วงโพลาไรเซชันทางเคมี (Chemical Polarization) หรือ Activation losses ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าของเอ็มอีเอทางการค้าจากบริษัท Electrochem เล็กน้อยแต่ในช่วงศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.6 ถึง 0.1 V ซึ่งเป็นช่วงโพลาไรเซชันเนื่องจาก ความต้านทาน (Resistance Polarization) หรือ Ohmic resistance พบว่าเอ็มอีเอทางการค้ามีค่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้ โดยที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.6 V ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าเท่ากับ 135.68 mA/cm²และขั้วอิเล็กโทรดที่ เตรียมได้มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 91.17 mA/cm²โดยคิดค่าความแตกต่างเป็นร้อย ละ 32.81 4.3.2 การวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนในเซลล์เชื้อเพลิงทำโดย เทคนิคอิมพีแดนซ์ในรูปอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS)

ผลของการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ค่าความถี่ตั้งแต่ 100Hz. – 50 mHz.แสดงในรูปที่ 4.10 ดังนี้



รูปที่ 4.10 อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของการทดลองลำดับที่ 6 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทาง การค้า: (■) เอ็มอีเอทางการค้า ; (♦) เอ็มอีเอที่เตรียมได้

รูปที่ 4.10 แสดงกราฟอิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ซึ่งเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าความต้านทานจินตภาพ (-Z") กับค่าความต้านทานจริง (Z') ของการทดลองลำดับที่ 6 เปรียบเทียบกับ เอ็มอีเอทางการค้าหรือ Commercial MEA จากกราฟสามารถอ่านค่าความ ต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance, R_Ω)ได้จากแกน x หรือแกนค่าความต้านทานจริง จากค่า 0 ไปยังจุดตัดแกน x ด้านซ้ายสุดของครึ่งวงกลม พบว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.23 โอห์ม และเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าเท่ากับ 0.17 โอห์ม เอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความต้านทานโอห์มมิกสูง กว่าคิดเป็นร้อยละ 35.29 และค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุ (Cathode Faradic resistance, R_{t,c}) สามารถอ่านได้จากขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูปครึ่งวงกลม จากกราฟจะ ได้ค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.10 โอห์ม และเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าเท่ากับ 0.08 โอห์ม โดยคิดค่าความแตกต่างเป็นร้อยละ 25 ซึ่งเอ็มอีเอ ที่มีการทำปฏิกิริยาที่เร็วหรือมีค่า reaction kinetics ที่สูงจะมีขนาดวงที่เล็ก

จากกราฟ Nyquist ค่าความถี่ของจุดตัดแกน x ด้านซ้ายสุดของครึ่งวงกลมจะมีความถี่สูง ที่สุด จากนั้นจะลดลงจากซ้ายไปขวา ที่ช่วงกลางของความถี่ ค่าตอบสนองของอิมพิแดนซ์จะมีทั้ง ค่าจริงและค่าจินตภาพ โดยความถี่ที่จุดสูงสุดของครึ่งวงกลมจะสามารถหาค่าความจุไฟฟ้าจาก สมการ

$$\omega = \frac{1}{R_f C_{dl}} \tag{4.2}$$

โดยที่

 $C_{dl} = Capacitor (F)$

 ω = Radial frequency (radians/ s)

 R_{f} = Faradic resistance (Ω)

f = frequency (Hertz)

จากกราฟ Nyquist สามารถหาค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้าได้เท่ากับ 0.01 F และค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.43 F พบว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความ จุไฟฟ้าสูงกว่าคิดเป็นร้อยละเท่ากับ 42

เนื่องจากค่าความต้านทานโอห์มิก ค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุและค่า ความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าเอ็มอีเอทางการค้า จึงส่งผลให้ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าต่ำกว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอทาง การค้า ซึ่งสรุปผลการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงแสดงในตารางที่ 4.4

จากตารางพบว่าค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าเอ็มอีเอทางการค้า มาก ดังนั้นค่าความจุไฟฟ้าจึงอาจส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของความต้านทานในเซลล์ ส่งผลให้เอ็มอีเอ ที่เตรียมได้มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำกว่าเอ็มอีเอทางการค้าอยู่พอสมควร

Fuel cell Process	Circuit Element	Value	
		Commercial MEA	This work
Ohmic resistance (Ω)	R_Ω	0.17	0.23
Cathode Faradic resistance (Ω)	R _{f,C}	0.08	0.10
Capacitor (F)	C _{dl}	0.01	0.43

ตารางที่ 4.4 สรุปผลการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงของการ ทดลองตอนที่ 1 จากรูปที่ 4.10

4.3.3 Cyclic Sweep Voltammetry (CV) measurement

การวัด CV เพื่อหาพื้นที่การเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Surface Area, ECA) ของขั้วแคโทดซึ่งหาได้จากการดูดซับของแก๊ส กระทำที่อุณหภูมิห้องทั้งอุณหภูมิเซลล์และ อุณหภูมิของหม้อความชื้น ตั้งค่า Sweep rate ที่ 20 mVs⁻¹จากนั้นตั้งค่า Number of scan เท่ากับ 5 และตั้งค่าศักย์ไฟฟ้าอยู่ในช่วง 0.01 – 0.80 V อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่ขั้วแอโนด 100 sccm และตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ขั้วแคโทด 100 sccm ผลที่ได้แสดงในรูปที่ 4.11 และ 4.12 ดังนี้



รูปที่ 4.11 กราฟ CV ของการทดลองที่ 6

จากกราฟรูปที่ 4.11 นำไปหาพื้นที่ใต้กราฟเพื่อนำไปคำนวณหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) หน่วยเป็นคูลอมบ์ และนำค่าประจุที่ได้ไปคำนวณหาค่า ECA ตามสมการที่ 3.1 ได้ค่าประจุไฟฟ้า เท่ากับ 0.65 คูลอมบ์ และค่า ECA เท่ากับ 61.43 m²/g และรูปที่ 4.12 แสดงกราฟ CV ของเอ็มอี เอทางการค้า ได้ค่าประจุไฟฟ้าเท่ากับ 0.58 คูลอมบ์ และค่า ECA เท่ากับ 49.40 m²/g จะพบว่าค่า ECA ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าค่า ECA ของเอ็มอีเอทางการค้าเพียงเล็กน้อย จึงส่งผลให้ ช่วงโพลาไรเซชันทางเคมี (Chemical Polarization) หรือ Activation losses ซึ่งเป็นช่วงที่เกี่ยวข้อง กับพื้นที่การเกิดปฏิกิริยา เอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าเอ็มอีเอทาง การค้าเล็กน้อยเช่นกัน



รูปที่ 4.12 กราฟ CV ของเอ็มอีเอทางการค้า

จากชุดการทดลองตอนที่ 1 สามารถสรุปได้ว่า ที่ภาวะการทดลองที่ 6 คือ ปริมาณเทฟลอน 10 μL, อุณหภูมิ 140 °C, เวลา 1 ชั่วโมง และอบด้วยอากาศ ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง ที่สุด แต่อย่างไรก็ตามค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้ยังมีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำ จึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมในการทดลองตอนที่ 2 เพื่อทำการพัฒนาและปรับปรุงให้ได้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น

4.4 การออกแบบการทดลอง (ตอนที่2)

เนื่องจากผลการทดลองในตอนที่ 1 พบว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความต้านทานสูง กว่าเอ็มอีเอทางการค้าจึงทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำกว่า ดังนั้นในการทดลอง ตอนที่ 2 จึงได้ทำการปรับปรุงและพัฒนาการเตรียมเอ็มอีเอจากการทดลองตอนที่ 1 นอกจากนี้ยัง ได้ปรับปรุงหม้อความชื้นจากการทดลองตอนที่ 1 (แสดงในภาคผนวก จ) เพื่อให้ได้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น

จากการทดลองตอนที่ 1 สามารถสรุปได้ว่า การอบขั้วอิเล็กโทรดที่อุณหภูมิต่ำและการอบ ขั้วอิเล็กโทรดในภาวะอากาศ จะทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง ดังนั้นในการทดลอง ตอนที่ 2 จึงเลือกทำการศึกษาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 140 องศาเซลเซียส และทำการศึกษาในภาวะ อากาศเท่านั้น การออกแบบการทดลองในตอนที่ 2 มีตัวแปรที่ต้องการศึกษา 4 ตัวแปร ได้แก่ ปริมาณเทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด ปริมาณเนฟิออน และระยะเวลาในการอบขั้ว อิเล็กโทรด โดยกำหนดให้

A คือ ปริมาณเทฟลอนต่ำสุดที่ 0 ไมโครลิตร (-) และสูงสุดที่ 10 ไมโครลิตร (+)

B คือ อุณหภูมิการอบต่ำสุดที่ 80 องศาเซลเซียส (-) และสูงสุดที่ 140 องศาเซลเซียส (+)

C คือ ปริมาณเนฟีออนต่ำสุดที่ 20% (-) และสูงสุดที่ 30% (+)

D คือ ระยะเวลาในการอบต่ำสุดที่ 0.5 ชั่วโมง (-) และสูงสุดที่ 1 ชั่วโมง (+) ต่ำสุด ดังตารางที่ 4.5 ดังนี้

ปัจจัย	ระดับ	ระดับ
	(-1)	(+1)
A= ปริมาณเทฟลอน (μL)	000	10
B =อุณหภูมิการอบ (°C)	80	140
C = ปริมาณเนฟิออน (%)	20	38
D= เวลาการอบ (hr.)	0.5	1

ตารางที่ 4.5 ปัจจัยและระดับค่าของการทดลองตอนที่ 2

ลำดับที่	А	В	С	D	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm²)	
					Replicate 1	Replicate 2
1	-	-	-	-	252	232
2	+	-	-	+	209	190
3	-	+	-	+	234	228
4	+	+	-	-	240	216
5	-	-	+	+	150	165
6	+	-	+	-	150	182
7	-	+	+	//-/=	218	152
8	+	+	+	+	166	172
				120		

ตารางที่ 4.6 ชุดการทดลองและผลการทดลองจากการออกแบบการทดลอง 2⁴⁻¹ แฟกทอ เรียลตอนที่ 2

ตารางที่ 4.6 แสดงชุดการทดลองและผลการทดลองจากการออกแบบการทดลอง 2⁴⁻¹ แฟกทอเรียล ดังนั้นการทดลองจึงมีทั้งหมด 8 การทดลอง ทำการทดลอง 2 replicate พบว่าการ ทดลองที่ 1 ซึ่งภาวะการทดลองที่ใช้คือ ปริมาณเทฟลอน 0 μL อุณหภูมิ 80 °C ปริมาณเนฟีออน 20% และเวลา 0.5 ชั่วโมง ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 252 mA/cm²และ กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.76 W ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V จากการทดลองที่ 2 สามารถเพิ่มค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าจากการทดลองที่ 1 คิดเป็น 176.41%

จากนั้นนำผลการทดลองทั้งหมดมาวิเคราะห์หาปัจจัยที่มีผลตัวแปรตอบสนองซึ่งในที่นี้คือ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า โดยนำมาสร้างกราฟ Normal Probability Plot แสดงในรูปที่ 4.12 ดังนี้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลย



รูปที่ 4.13 ความสัมพันธ์ระหว่าง Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ

รูปที่ 4.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Normal %Probability กับปัจจัยต่างๆ พบว่า ตัว แปร C หรือปริมาณเนฟีออน มีผลต่อค่าตอบสนอง จากนั้นนำผลการทดลองที่ได้ไปวิเคราะห์ความ แปรปรวนหรือ ANOVA

การวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ในการทดลองนี้มีการคำนวณค่าแจก แจงทางสถิติแบบ F (F₀) ซึ่งจะแสดงผลกระทบของตัวแปรแต่ละตัว โดยพิจารณาค่า F₀ ของแต่ละ ตัวแปรเทียบกับค่า F ณ จุดวิกฤต หรือ F_{α}, $v_{1,v_{2}}$ โดยค่า α คือระดับความเชื่อมั่น ซึ่งในการทดลอง ครั้งนี้พิจารณาที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % หรือระดับความสำคัญเท่ากับ 0.05 โดยที่ v_1 คือ degree of freedom ของตัวแปรที่ศึกษา และ v_2 คือ degree of freedom ของความคลาดเคลื่อน จะได้ว่าค่าวิกฤตของการทดลองนี้เท่ากับ F_{0.05, 1, 14} = 4.60 [22] โดยเมื่อค่า F₀ ของตัวแปรที่ศึกษา มีค่ามากกว่า 4.60 แสดงว่าตัวแปรนั้นมีผลกระทบต่อตัวแปรตอบสนอง แสดงผลดังตารางที่ 4.7

Source	Sum of	DF	Mean	F value	Prob>F
	Square		Square		
Model	13806.25	1	13806.25	30.51225	< 0.0001
С	13806.25	1	13806.25	30.51225	< 0.0001
Residual	6334.75	14	452.4821		
Lack of Fit	3115.75	6	519.2917	1.290566	0.3592
Pure Error	3219	8	402.375		
Cor Total	20141	15			

ตารางที่ 4.7 การวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร (ANOVA) ของการทดลองตอนที่ 2

ตารางที่ 4.7 แสดงการวิเคราะห์ความแปรปรวนของตัวแปร จากตารางพบว่าตัวแปร C มีค่า F-value สูงกว่าค่า F ณ จุดวิกฤตคือมากกว่า 4.60 [22] แสดงว่าปัจจัยที่มีผลต่อค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้า คือ ตัวแปร C หรือปริมาณเนฟิออน ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่าปริมาณเนฟิออน มี ผลต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญ และเพื่อให้ง่ายต่อการวิเคราะห์ผลจึงนำตัว แปรที่มีผลต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า มาจัดในเทอมของสมการทางคณิตศาสตร์ ซึ่งจาก การทดลองจะได้แบบจำลองถดถอย (The Regression Model) ดังนี้

$$y^{*} = +198.75 - 29.38 * C \tag{4.3}$$

โดยที่ y^ คือ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (mA/cm²)

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4.1 ผลของปริมาณเนฟิออน

จากการวิเคราะห์ ANOVA พบว่าปริมาณเนฟิออนเป็นปัจจัยเดียวที่มีผลต่อค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นจึงนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับปริมาณเนฟิออน ดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับปริมาณเนฟีออน

รูปที่ 4.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับปริมาณเนฟีออน พบว่า ที่ปริมาณเนฟีออน 20% ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าที่ปริมาณเนฟีออน 38% ดังนั้นเพื่อให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่มากขึ้นจึงควรเลือกใช้ปริมาณเนฟีออน 20%

 สาเหตุที่ทำให้ปริมาณเนฟีออน 20% ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าปริมาณเนฟี ออนที่ 38% อาจเนื่องมาจากที่ 38% เป็นปริมาณเนฟีออนที่มากเกินไป จนทำให้เป็นตัวขัดขวาง ตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยา ขัดขวางรูพรุนของขั้วอิเล็กโทรด ลดความสามารถในการซึมผ่านได้ของ แก๊ส (Gas permeability) และเพิ่มค่าศักย์ไฟฟ้าส่วนเกินของการถ่ายโอนมวล จึงทำให้ได้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำกว่า นอกจากนี้ E. Passalacqua และคณะ [31] ซึ่งทำการศึกษา ปริมาณเนฟีออนในชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาได้อธิบายเหตุผลที่ปริมาณเนฟีออนส่งผลต่อสมรรถนะของ เซลล์เชื้อเพลิงดังแสดงในรูปที่ 4.16 ดังนี้



รูปที่ 4.15 ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา; (A) ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออนน้อยเกินไป, (B) ชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออนที่เหมาะสม, (C) ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออนมากเกินไป

[31]

รูปที่ 4.15 แสดงชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟีออนต่างๆ รูป (A) เป็นชั้นตัวเร่ง ปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟีออนน้อยเกินไป พบว่าปริมาณเนฟีออนที่น้อยเกินไปจะทำให้อนุภาคของ ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่สามารถเชื่อมต่อกับเมมเบรนโดยใช้สะพานเนฟีออน (Nafion bridge) ได้ทั้งหมด รูป (C) เป็นชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟีออนมากเกินไป พบว่าเมื่อปริมาณเนฟีออนมาก เกินไป อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นตัวนำอิเล็กตรอนเชื่อมต่อไปยังชั้นแพร่ของแก๊สไม่สามารถ ไปได้ทั้งหมด รูป (B) ชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณเนฟิออนที่เหมาะสม พบว่าเมื่อมีปริมาณเนฟี ออนที่เหมาะสมจะทำให้มีการเชื่อมต่อที่ดีสำหรับการนำอิออนและอิเล็กตรอนของอนุภาคตัวเร่ง ปฏิกิริยาทั้งหมด

E. Antolini และคณะ [13] ได้อธิบายไว้ว่าปริมาณเนฟีออนที่น้อยเกินไปจะส่งผลให้การ นำไฟฟ้าของอิเล็กโทรไลต์ไม่ดี การนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเนฟิออน แต่ถ้ามีปริมาณ เนฟีออนมากเกินไป ทำให้ชั้นของพอลิเมอร์ภายในรูพรุนของขั้วอิเล็กโทรดหนาขึ้นเกิดปัญหาการ ถ่ายโอนมวล ซึ่งทำให้ขัดขวางการเข้ามาทำปฏิกิริยาของแก๊สเซื้อเพลิงที่บริเวณการเกิดปฏิกิริยา และทำให้น้ำท่วมขั้วอิเล็กโทรด

4.4.2 การตรวจสอบสมมติฐานของการออกแบบการทดลองชุดที่ 2

การตรวจสอบสมมติฐานจะกระทำกับส่วนตกค้างของการออกแบบ 2^k โดยการนำมาสร้าง กราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้างจากสมการทางคณิตศาสตร์ที่ได้ ดัง แสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 กราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง

รูปที่ 4.16 แสดงกราฟการพล็อตความน่าจะเป็นแบบปกติของส่วนตกค้าง จะเห็นว่าจุด บนกราฟเรียงตัวใกล้เคียงกับเส้นตรง ซึ่งเป็นการสนับสนุนข้อสรุปที่ว่า ตัวแปร C หรือปริมาณเนฟิ ออนมีผลอย่างมีนัยสำคัญ และสมมติฐานเกี่ยวกับการกระจายตัวแบบปกติเป็นที่ยอมรับได้ เช่นเดียวกับรูปที่ 4.17 เป็นการกระจายตัวของส่วนตกค้างที่ไม่มีรูปแบบที่แน่นอน มีค่าความกว้าง ค่อนข้างคงที่ ดังนั้นจึงถือว่าความแปรปรวนของข้อมูลมีค่าคงที่ สรุปได้ว่าแบบจำลองทาง คณิตศาสตร์ที่ 4.3 สามารถใช้เป็นตัวแทนของข้อมูลได้อย่างถูกต้อง



รูปที่ 4.17 กราฟของส่วนตกค้างกับค่าผลผลิตที่ถูกทำนาย (Predicted)

4.5 ผลของการทดสอบภายนอก (Ex situ) ของการทดลองตอนที่ 2

4.5.1 ผลการศึกษาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด

ศึกษาโครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดโดยใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ดังแสดงในรูปที่ 4.18 และ 4.19



รูปที่ 4.18 การวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า โดย เทคนิค XRD

รูปที่ 4.18 แสดงการวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดทาง การค้า พบว่าแพลทินัมมีการจัดเรียงตัวของอะตอม 3 รูปแบบ คือ 111, 200, 220 ที่มุมประมาณ 39.80 องศา เป็นพีกของโครงสร้าง 111 ขั้วอิเล็กโทรดทางการค้ามีค่าความเข้มของพีก (Intensity) เท่ากับ 598 ซึ่งมีปริมาณมากกว่าโครงสร้าง 200 และ 220 การจัดเรียงตัวแบบ 111 จะทำให้ อะตอมของแพลทินัมใกล้ชิดกัน และระยะระหว่างแกนสั้นกว่าการจัดเรียงตัวแบบ 200 และ 220 จึงมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าและมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าการจัดเรียงตัวแบบ 200 และ 220





รูปที่ 4.19 แสดงการวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดที่ เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์ พบว่าแพลทินัมมีการจัดเรียงตัวของอะตอม 3 รูปแบบ คือ 111, 200, 220 เช่นเดียวกับขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า แต่ขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีค่าความเข้มของพีกเท่ากับ 397 แสดงว่าขั้วอิเล็กโทรดทางการค้ามีปริมาณแพลทินัมที่มีโครงสร้าง 111 มากกว่าขั้วอิเล็กโทรดที่ เตรียมได้คิดเป็นร้อยละ 33.61 ดังนั้นปริมาณโครงสร้าง 111 ที่ต่างกัน จึงอาจทำให้พื้นที่ผิวในการ เกิดปฏิกิริยาของขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีปริมาณน้อยกว่าขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าซึ่งอาจเป็นผล เนื่องมาจากวิธีการเตรียมชั้นปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดที่ต่างกัน และเมื่อนำข้อมูลจากตารางที่ 4.8 มาคำนวณหาขนาดของแพลทินัมโครงสร้าง 111 ของขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าพบว่ามีขนาดเท่ากับ 8.11 นาโนเมตร และขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีขนาดเท่ากับ 5.88 นาโนเมตร (วิธีการคำนวณ แสดงในภาคผนวก ง)

ตารางที่ 4.8 สรุปผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction ของขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้และขั้ว อิเล็กโทรดทางการค้าที่โครงสร้างแพลทินัม 111

โครงสร้าง		Pt(111)					
	2 <i>θ</i>	d-value	ความเข้มของพีค	$eta_{2 heta}$	ขนาดอนุภาค		
ขั้วอิเล็กโทรด	(องศา)	(A°)	(count)	(เรเดียน)	(นาโนเมตร)		
ข้้วอิเล็กโทรดที่	39. <mark>824</mark>	2.262	397.0	2.356	5.88		
เตรียมได้*							
ขั้วอิเล็กโทรดทาง	39.806	2.263	598	1.710	8.11		
การค้า			2.0				

*เป็นขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมที่ภาวะของ MEA (1) ของชุดการทดลองที่ 2

4.6 ผลของการทดสอบภายใน (In situ) หรือการทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิง ตอนที่ 2

4.6.1 การ Break-In

ในการทดลองตอนที่ 2 นอกจากการปรับปรุงการเตรียมเอ็มอีเอจากการทดลองที่ 1 แล้ว ยังทำการ Break-In เพื่อทำให้เอ็มอีเอที่เตรียมได้มีความชื้นที่เพียงพอก่อนการนำไปทดสอบ สมรรถนะ

ภาวะของการ Break-In จะกระทำที่ศักย์ไฟฟ้า 0.5 V เพิ่มความดันของระบบเป็น 2 บรรยากาศ และใช้เวลาในการ Break-In อย่างน้อย 5 ชั่วโมง อุณหภูมิเซลล์เท่ากับ 60 °C อุณหภูมิ ของหม้อความชื้นทั้งด้านแอโนดเท่ากับ 65 °C และด้านแคโทดเท่ากับ 60 °C ใช้อัตราการไหลของ แก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 100 sccm ดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น จะทำให้ได้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้น แต่ในระหว่างการ Break-In อาจจะมีการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของ กระแสไฟฟ้าได้ ซึ่งมีสาเหตุมาจากการที่ความชื้นในระบบยังไม่เพียงพอ



รูปที่ 4.20 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับเวลา สำหรับการ Break-In ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.5 V ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ของภาวะการทดลองที่ 1 ของชุดการทดลองที่ 2 (ครั้งที่1)

จากรูปที่ 4.21 พบว่าเมื่อนำเอ็มอีเอที่ผ่านการ Break-In แล้วมาทำการ Break-In ซ้ำ จะ ทำให้ได้กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นและใช้เวลาในการ Break-In น้อยกว่าการ Break-In ในครั้งแรก นอกจากนี้ยังทำให้กระแสไฟฟ้าที่ได้ไม่ขึ้นลงเหมือนครั้งแรก ทั้งนี้อาจเป็นเพราะการ Break-In ใน ครั้งที่ 2 เป็นการเพิ่มเวลาให้กับการ Break-In จึงทำให้ความชื้นในระบบเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นในการ Break-In จึงควรกระทำจนกระทั่งกระแสไฟฟ้าไม่ลดลงหรือลดลงน้อยที่สุด จึงนำเอ็มอีเอไป ทดสอบสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป อย่างไรก็ตามเมื่อนำเอ็มอีเอมาทดสอบซ้ำ ควรจะต้องมี การทำ Break –In ก่อนเสมอ

ุลถาบนวทยบรการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับเวลา สำหรับการ Break-In ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.5 V ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ของภาวะการทดลองที่ 1 ของชุดการทดลองที่ 2 (ครั้งที่2)

4.6.2 การศึกษาโพลาไรเซชันของการทดลองตอนที่ 2

ผลการนำเอ็มอีเอที่เตรียมได้มาวัดสมรรถนะของเซลล์เชื้อเพลิงโดยอาศัยความสัมพันธ์ ระหว่างความต่างศักย์ไฟฟ้าและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า โดยใช้อัตราการไหลของแก๊ส ไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 100 sccm อุณหภูมิเซลล์เท่ากับ 60 °C อุณหภูมิของหม้อ ความซื้นทั้งด้านแอโนดเท่ากับ 65 °C และด้านแคโทดเท่ากับ 60 °C และปรับความดันในระบบ ประมาณ 6-8 psi

โล้ถาบนวทยบรการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย จากการทดลองตอนที่ 1 ทำการทดสอบครั้งละ 10 ระดับของศักย์ไฟฟ้า (จาก 1-0.1 V) ระดับละ 200 วินาที ในการทดลองตอนที่ 2 จะทำการเพิ่มเวลาในการทดสอบแต่ละระดับเป็น 500-1000 วินาที และทดสอบทีละระดับของศักย์ไฟฟ้า ผลการทดลองแสดงในกราฟโพลาไรเซชัน รูปที่ 4.22 พบว่าช่วงศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.95 ถึง 0.8 V ซึ่งเป็นช่วงโพลาไรเซชันทางเคมี (Chemical Polarization) หรือ Activation losses ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่า ใกล้เคียงกับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้าจากบริษัท Electrochem แต่ ในช่วงศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 0.7 ถึง 0.1 V ซึ่งเป็นช่วงโพลาไรเซชันเนื่องจากความต้านทาน (Resistance Polarization) หรือ Ohmic resistance พบว่า เอ็มอีเอทางการค้ามีค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าสูงกว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้ โดยที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.6 V ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้า มีค่าเท่ากับ 566 mA/cm²และเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 252 mA/ cm²



รูปที่ 4.22 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง ลำดับที่ 1 ของชุดการทดลองตอนที่ 2 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■) Commercial MEA; (♦) การทดสอบครั้งที่1ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้



รูปที่ 4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง ลำดับที่ 1 ของชุดการทดลองตอนที่ 2 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■) Commercial MEA; (♦) การทดสอบครั้งที่1ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ :(▲) การทดสอบซ้ำของเอ็มอีเอที่เตรียมได้

จากนั้นทำการศึกษาต่อโดยการนำเอ็มอีเอที่เตรียมได้จากชุดการทดลองที่ 2 ไปทดสอบซ้ำ ดังแสดงในรูปที่ 4.23 พบว่าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V สามารถเพิ่มค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้จากเดิมที่ 252 mA/cm² เป็น 314 mA/cm² และคิดเป็นกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.94 W

ดังนั้นค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้ามีค่ามากกว่าเอ็มอีเอที่เตรียม ได้คิดเป็นร้อยละ 80.25 แสดงว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้ยังมีค่าความต้านทานโอห์มิกสูงกว่าเอ็มอีเอ ทางการค้า จึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติม โดยเตรียมเอ็มอีเอที่ใช้ปริมาณเนฟิออนลดลงเหลือ 10% และทำการทดสอบสมรรถนะใหม่ ดังแสดงในรูปที่ 4.24 พบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้ มีค่าเท่ากับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟิออน 20% ที่มีการทดสอบ ซ้ำ คือ 314 mA/ cm² ดังนั้นจึงเลือกใช้ปริมาณเนฟิออนที่ 10% เพื่อนำไปเตรียมเป็นเอ็มอีเอที่ใช้ใน หน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป



รูปที่ 4.24 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของการทดลอง ลำดับที่1 เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทางการค้า: (■) Commercial MEA; (▲) เอ็มอีเอที่เตรียมได้ (Nafion 20%): (♦) เอ็มอีเอที่เตรียมได้ (Nafion 10%)

4.6.3 การวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนในเซลล์เชื้อเพลิงทำโดย เทคนิคอิมพีแดนซ์ในรูปอิมพีแดนซ์สเปกโทรสโกปีเชิงเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS) ของการทดลองตอนที่ 2

ผลของการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ค่าความถี่ที่ 100Hz. – 50 mHz ทดสอบหลังจากการ Break-In เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.25 ดังนี้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลย



รูปที่ 4.25 อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟิออน 10%

รูปที่ 4.25 แสดงกราฟอิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ซึ่งเป็นกราฟที่แสงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความต้านทานจินตภาพ (-Z") กับค่าความต้านทานจริง (Z') ของเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟีออน 10% จากกราฟสามารถอ่านค่าความต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance, R_Ω) ได้จากแกน x หรือแกนค่าความต้านทานจริง จากค่า 0 ไปยังจุดตัดแกน x ด้านซ้ายสุดของครึ่งวงกลม พบว่าเอ็ม อีเอที่เตรียมได้ที่มีปริมาณเนฟีออน 10%มีค่าเท่ากับ 0.14 โอห์ม และค่าความต้านทานเนื่องจาก การถ่ายโอนประจุ (Cathode Faradic Resistance, R_{t.}c) สามารถอ่านได้จากขนาดของเส้นผ่าน ศูนย์กลางของรูปครึ่งวงกลม จากกราฟจะได้ค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุของเอ็ม อีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.07 โอห์ม และค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.094 F เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับเอ็มอีเอที่เตรียมได้ที่ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุด ของการทดลองตอนที่ 1 พบว่าค่าความต้านทานทั้งความต้านทานโอห์มิก ค่าความต้านทาน เนื่องจากการถ่ายโอนประจุและค่าความจุไฟฟ้ามีค่าลดลงจึงส่งผลให้ค่าความหนาแน่กระแสไฟฟ้า ที่ได้จากการทดลองตอนที่ 2 มีค่าสูงกว่าผลจากการทดลองตอนที่ 1

Fuel cell Process	Circuit	Va	ue
	Element	การทดลองชุดที่ 1	การทดลองชุดที่ 2
		(Nafion 38%)	(Nafion 10%)
Ohmic resistance (Ω)	RΩ	0.23	0.14
Cathode Faradic resistance (Ω)	R _{f,C}	0.10	0.07
Capacitor (F)	C _{dl}	0.43	0.094

ตารางที่ 4.9 การเปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ระหว่างชุดการทดลองที่ 1 และชุดการทดลองที่ 2

จากตารางที่ 4.9 แสดงการเปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ระหว่างเอ็มอีเอที่เตรียมได้ที่ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงที่สุดของชุด การทดลองที่ 1 และชุดการทดลองที่ 2 พบว่าค่าความต้านทานโอห์มมิก ของชุดการทดลองที่ 1 มี ค่าเท่ากับ 0.23 โอห์ม และชุดการทดลองที่ 2 มีค่าเท่ากับ 0.14 โอห์ม พบว่าชุดการทดลองที่ 2 สามารถลดค่าความต้านทานโอห์มิกคิดเป็นร้อยละ 64.28 ในส่วนของค่าความต้านทานเนื่องจาก การถ่ายโอนประจุของชุดการทดลองที่ 1 กับชุดการทดลองที่ 2 มีค่าที่ใกล้เคียงกัน คือ 0.10 และ 0.07 โอห์ม พบว่าชุดการทดลองที่ 2 มีค่าน้อยกว่าคิดเป็นร้อยละเท่ากับ 42.85 และค่าความจุ ไฟฟ้าของชุดการทดลองที่ 1 และ 2 มีค่าเท่ากับ 0.43 F และ 0.094 F ตามลำดับ ค่าความจุไฟฟ้า ของชุดการทดลองที่ 2 น้อยกว่าการทดลองที่ 1 คิดเป็นร้อยละเท่ากับ 357.44

ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าผลจากการทดลองชุดที่ 2 ซึ่งมีปริมาณเนฟีออนน้อยกว่าการ ทดลองชุดที่ 1 สามารถลดค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงได้โดยเฉพาะอย่างยิ่งค่า ความจุไฟฟ้าที่มีค่าลดลงร้อยละ 357.44 จึงทำให้เอ็มอีเอจากชุดการทดลองที่ 2 ได้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้น

อย่างไรก็ตามไม่สามารถเปรียบเทียบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเอ็มอีเอทางการค้ากับ เอ็มอีเอที่เตรียมได้ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V เนื่องจากที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ได้จากเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าสูงเกิน 1 แอมแปร์มาก โปรแกรม FRA จึงไม่สามารถวัดค่าความ ต้านทานได้ จึงได้ทำการทดสอบที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V เพื่อเปรียบเทียบค่าความต้านทานของทั้ง สองเอ็มอีเอดังแสดงในรูปที่ 4.26 ดังนี้



รูปที่ 4.26 อิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ (10% Nafion) เปรียบเทียบกับเอ็มอี เอทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V: (■) Commercial MEA; (▲) เอ็มอีเอที่เตรียมได้

รูปที่ 4.26 แสดงกราฟอิมพิแดนซ์ (Nyquist plot) ซึ่งเป็นกราฟที่แสงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความต้านทานจินตภาพ (-Z") กับค่าความต้านทานจริง (Z') ของเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟิออน 10% เปรียบเทียบเอ็มอีเอทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้าจากกราฟสามารถอ่านค่าความต้านทานโอห์มมิก (Ohmic resistance, R_Ω) ได้จากแกน x หรือแกนค่าความต้านทานจริง จากค่า 0 ไปยังจุดตัดแกน x ด้านซ้ายสุดของครึ่งวงกลม พบว่าเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าความต้านทานโอห์มิกเท่ากับ 0.07 โอห์ม และเอ็มอีเอที่เตรียมได้ที่มีปริมาณเนฟิออน 10%มีค่าเท่ากับ 0.15 โอห์ม จะได้ว่าเอ็มอีเอที่ เตรียมได้มีค่าความต้านทานโอห์มมิกสูงกว่าเอ็มอีเอทางการค้าคิดเป็นร้อยละ 114.28 ในส่วนของ ค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุ (Cathode Faradic Resistance, R_{t.c}) สามารถอ่าน ได้จากขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูปครึ่งวงกลม จากกราฟจะได้ค่าความต้านทานเนื่องจาก การถ่ายโอนประจุของเอ็มอีเอทางการค้าเท่ากับ 0.13 โอห์ม และเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.32 โอห์ม จะได้ว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความต้านทานเนื่องจาก การถ่ายโอนประจุของเอ็มอีเอทางการค้าเท่ากับ 0.13 โอห์ม และเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 0.32 โอห์ม จะได้ว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุสูงกว่าเอ็มอี เอทางการค้าคิดเป็นร้อยละ 146.15 และค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอทางการค้ามีค่าเท่ากับ 0.188 F และเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าเก่ากับ 0.064 F ซึ่งพบว่าค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่า ต่ำกว่าเอ็มอีเอที่เจกรค้าคิดเป็นร้อยละ 65.96 ดังนั้นสาเหตุที่ทำให้ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V มีค่าน้อยกว่าเอ็มอีเอทางการค้า มีผลมา จากค่าความต้านทานโอห์มิกและค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุเท่านั้น

ตารางที่ 4.10 สรุปผลการวิเคราะห์ความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิงที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V จากรูปที่ 4.26

Fuel cell Process	Circuit	Value	
	Element	Commercial MEA	This work*
Ohmic resistance (Ω)	RΩ	0.07	0.15
Cathode Faradic resistance (Ω)	R _{f,C}	0.13	0.32
Capacitor (F)	C _{dl}	0.188	0.064

*เป็นเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟิออน 10 %

ตารางที่ 4.11 สรุปการเปรียบเทียบปริมาณแพลทินัม ปริมาณเนฟิออน และค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับงานวิจัยอื่นๆ

Researcher	Pt loading	Nafion loading	Current density at 0.6 V
	(mg/cm^2)	(wt.%)	(mA/cm^2)
Z. Qi. et al.(2003)	0.2	30	700
G. Sasikumar et al. (2004)	0.5	20	500
Y. Song et.al. (2006)	0.5	35	400
B. Yang et al. (2005)	0.4	33	600
This work	1	10	314
เอ็มอีเอทางการค้า	1 🕁	N/A	566

พาสงกวรแมหาวทยาลย

4.6.4 การศึกษาสมรรถนะของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงพีอีเอ็ม

จากการทดลองชุดที่ 2 พบว่าเอ็มอีเอที่ภาวะปริมาณเทฟลอน 0 μL, อบขั้วอิเล็กโทรดที่ 80 °C, ปริมาณเนฟิออน 10% และอบขั้วอิเล็กโทรดเป็นเวลา 0.5 hr.ให้กำลังไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 1.17.วัตต์ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.4 V และที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ให้กำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.94 วัตต์ ดังแสดงใน รูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้า กับกำลังไฟฟ้าของเซลล์เดี่ยวขนาด 5 ตารางเซนติเมตร

และเพื่อให้ได้แรงเคลื่อนไฟฟ้าหรือกำลังไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น จึงได้นำภาวะการเตรียมเอ็มอีเอที่มี สมรรถนะสูงที่สุดมาเตรียมเอ็มอีเอที่มีขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ และประกอบ เป็นหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิง นำมาทดสอบหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงที่ความดัน 1 บรรยากาศ อุณหภูมิเซลล์เท่ากับอุณหภูมิห้อง และไม่ให้ความชื้นแก่เซลล์ ผลที่ได้แสดงในรูปที่ 4.28


รูปที่ 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้า กับกำลังไฟฟ้าของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์

รูปที่ 4.28 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้า และ กระแสไฟฟ้ากับกำลังไฟฟ้าของหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ พบว่าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V ให้กระแสไฟฟ้าเท่ากับ 5.66 แอมแปร์ และให้กำลังไฟฟ้าสูงสุดเท่ากับ 4.53 วัตต์ อย่างไรก็ตามเมื่อคิดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากเอ็มอีเอของหน่วยชั้นเซลล์ เชื้อเพลิงจะพบว่ามีค่าเท่ากับ 57.4 mA/ cm² ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ซึ่งเมื่อเทียบกับความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าของเซลล์เดี่ยวที่มีค่าเท่ากับ 314 mA/ cm² ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V ดังแสดงในรูปที่ 4.29

จากรูปที่ 4.29 พบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากเอ็มอีเอของหน่วยชั้นเซลล์ เชื้อเพลิงมีค่าต่ำกว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเซลล์เดี่ยว อาจเนื่องมาจากในการเตรียมเอ็ม อีเอที่มีพื้นที่มาก (50 ตารางเซนติเมตร) อาจทำให้การพิมพ์น้ำหมึกลงบนขั้วอิเล็กโทรดไม่ สม่ำเสมอและเรียบทั่วทั้งขั้วอิเล็กโทรด และมีการสูญเสียตัวเร่งปฏิกิริยาในระหว่างการพิมพ์น้ำ หมึกในปริมาณที่มากกว่าการเตรียมเอ็มอีเอที่มีปริมาณพื้นที่น้อยกว่า โดยเมื่อนำขั้วอิเล็กโทรด ขนาด 50 ตารางเซนติเมตร มาคำนวณหาปริมาณแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยวิธีดุลมวล พบว่า มีปริมาณแพลทินัมเฉลี่ย 0.55 mg/ cm²



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของเซลล์ เดี่ยวที่มีขนาด 5 ตารางเซนติเมตร: (♦), และหน่วยชั้นเซลล์เชื้อเพลิงขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์: (■)



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 การเตรียมขั้วอิเล็กโทรดประกอบเมมเบรนหรือเอ็มอีเอ

5.1.1. การทดลองตอนที่ 1

จากการศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ที่มีต่อค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าโดยใช้การ ออกแบบการทดลองแบบ 2^k แฟกทอเรียล ในตอนที่ 1 ซึ่งมีปัจจัยที่ศึกษา 4 ปัจจัยได้แก่ ปริมาณ เทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด ระยะเวลาในการอบขั้วอิเล็กโทรด และแก๊สที่ใช้ในการอบ ขั้วอิเล็กโทรด จากการนำไปวิเคราะห์ทางสถิติสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด แก๊ส ที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรดและสหสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด มี ผลต่อค่าตอบสนองหรือค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าอย่างมีนัยสำคัญ และพบว่าที่อุณหภูมิต่ำ จะให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าที่อุณหภูมิสูง และแก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรดควร เป็นอากาศจะให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าการอบด้วยแก๊สไนโตรเจน และภาวะการ ทดลองที่ทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดคือ การทดลองที่ 6 ซึ่งมีภาวะการทดลอง คือ ปริมาณเทฟลอน 10 μL, อุณหภูมิ 140 °C, เวลา 1 ชั่วโมง และอบด้วยอากาศ ให้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 91.17 mA/cm²และกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.27 W ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V แต่อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการทดลองตอนที่ 1 ยังเป็นค่าที่ไม่สูง มากนัก จึงได้นำไปปรับปรุงและพัฒนาในตอนที่ 2 ในส่วนของการหาพื้นที่ของการเกิดปฏิกิริยา ้โดยการวัด Cyclic Sweep Voltammetry (CV) พบว่าขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีค่า ECA เท่ากับ 61.43 m²/g สูงกว่าขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าที่มีค่า ECA เท่ากับ 49.40 m²/g จึงส่งผลให้ช่วงโพลา ไรเซชันทางเคมีของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าเอ็มอีเอทางการค้าเล็กน้อย

สำหรับผลของการทดสอบทางกายภาพของเอ็มอีเอที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับเอ็มอีเอทาง การค้า ได้แก่ การวิเคราะห์ลักษณะของผิวหน้าของขั้วอิเล็กโทรดด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy, SEM ที่กำลังขยาย 200 เท่า พบว่าขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้มีผิวหน้าที่คล้ายคลึงกัน และไม่พบรอยแตกร้าวของขั้วอิเล็กโทรดเช่นเดียวกับขั้วอิเล็กโทรดทางการค้าและการศึกษา ปริมาณแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดด้วยเครื่องEnergy Dispersive X-ray (EDX) พบว่าปริมาณ แพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดที่การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX มีค่าเท่ากับ 1.45 mg/cm² และนำมา คำนวณด้วยวิธีดุลมวล ได้ปริมาณแพลทินัมเท่ากับ 0.82 mg/ cm²

5.1.2. การทดลองตอนที่ 2

จากข้อสรุปในการทดลองตอนที่ 1 นำมาปรับปรุงและพัฒนาต่อในการทดลองตอนที่ 2 ซึ่ง ้มีปัจจัยที่ศึกษาได้แก่ ปริมาณเทฟลอน อุณหภูมิการอบขั้วอิเล็กโทรด ปริมาณเนฟิออน และ ระยะเวลาในการอบขั้วอิเล็กโทรด และจากการนำไปวิเคราะห์ทางสถิติสามารถสรุปได้ว่า ปริมาณ เนฟีออน เป็นปัจจัยเดียวที่มีผลอย่างมีนัยสำคัญ และพบว่าที่ปริมาณเนฟิออน 20% ให้ค่าความ หนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าปริมาณเนฟิออน 38% และพบว่าการทดลองที่ 1 (MEA1) ซึ่งมี ภาวะการทดลองที่ปริมาณเทฟลอน 0 µL, อุณหภูมิของการอบขั้วอิเล็กโทรด 80 °C, ปริมาณเนฟิ ออน 20% และเวลาที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด 0.5 ชั่วโมง ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูง ที่สุดเท่ากับ 252 mA/cm²และกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 0.73 W ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V โดยการทดลองใน ตอนที่ 2 สามารถเพิ่มค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการทดลองในตอนที่ 1 คิดเป็น 165.14% และเมื่อน้ำเอ็มอีเอนี้ไปทดสอบซ้ำ โดยการทำ Break-In และทดสอบสมรรถนะใหม่ พบว่าสามารถ เพิ่มค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเป็น 314 mA/ cm² แต่เนื่องจากค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ที่ได้ยังมีค่าที่น้อยกว่าเอ็มอีเอทางการค้า ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติม โดยทำการลดปริมาณ เนฟีออนเหลือ 10% ผลที่ได้พบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.6 V มีค่าเท่ากับ ้กับเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟีออน 20% ดังนั้นจึงเลือกใช้ปริมาณเนฟิออนที่ 10% และเมื่อนำเอ็มอีเอ ที่มีปริมาณเนฟิออน 10 % กับ เอ็มอีเอที่เตรียมได้จากการทดลองชุดที่ 1 มาวิเคราะห์ค่าความ ต้านทานเชิงซ้อนโดยใช้เทคนิค Impedance Spectroscopy พบว่าสามารถลดค่าความต้านทาน ้โอห์มิกคิดเป็นร้อยละ 64.28 สามารถลดค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุคิดเป็นร้อย ละ 42.85 และค่าความจุไฟฟ้ามีค่าลดลงร้อยละ 357.44 ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการลด ปริมาณเนฟีออนสามารถทำให้ความจุไฟฟ้าของเซลล์มีค่าลดลงได้ ทำให้ได้ค่าความหนาแน่น กระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นและจากการนำเอ็มอีเอที่มีปริมาณเนฟีออน 10% มาเปรียบเทียบค่าความ ต้านทานเชิงซ้อนกับเอ็มอีเอทางการค้าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V พบว่าเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความ ต้านทานโอห์มมิกสูงกว่าเอ็มอีเอทางการค้าคิดเป็นร้อยละ 114.28 ในส่วนของค่าความต้านทาน เนื่องจากการถ่ายโอนประจุ เอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุสูง กว่าเอ็มอีเอทางการค้าคิดเป็นร้อยละ 146.15 และค่าความจุไฟฟ้าของเอ็มอีเอที่เตรียมได้มีค่าต่ำ กว่าเอ็มอีเอทางการค้าคิดเป็นร้อยละ65.96 จึงสามารถสรุปได้ว่าที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 V เอ็มอีเอที่ เตรียมได้มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำกว่าเอ็มอีเอทางการค้า มีสาเหตุมาจากค่าความ ต้านทานโอห์มมิกและค่าความต้านทานเนื่องจากการถ่ายโอนประจุ

จากผลการทดลองที่ได้จึงสามารถสรุปได้ว่าภาวะที่ทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า สูงที่สุด คือ ปริมาณเทฟลอน 0 μL, อุณหภูมิของการอบขั้วอิเล็กโทรด 80 °C, ปริมาณเนฟีออน 10% เวลาที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด 0.5 ชั่วโมง และอบขั้วอิเล็กโทรดในบรรยากาศของอากาศ โดยปริมาณเนฟิออน 10% จะเป็นปริมาณที่เหมาะสมกับการใช้ปริมาณแพลทินัม 1mg/cm²

นอกจากนี้ยังพบว่าการ Break-In ก่อนที่จะนำเอ็มอีเอไปทดสอบสมรรถนะ สามารถช่วย เพิ่มความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าให้สูงขึ้นได้ โดยภาวะการ Break-In จะกระทำที่ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่ 0.5 V เป็นเวลา 5 ชั่วโมงเป็นอย่างน้อย และการนำเอ็มอีเอที่ผ่านการ Break-In แล้วมาทำการ ทดสอบซ้ำจะทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น

และเมื่อนำภาวะการเตรียมเอ็มอีเอที่ทำให้ได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุด มา เตรียมเอ็มอีเอขนาด 50 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 เซลล์ จากนั้นประกอบเป็นหน่วยชั้นเซลล์ เชื้อเพลิง และทำการทดสอบพบว่าได้กำลังไฟฟ้าสูงที่สุดเท่ากับ 4.53 วัตต์ ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.8 โวลต์

5.2 ข้อเสนอแนะ

- หลังจากทำการทดสอบสมรรถนะทุกครั้ง เมื่อแกะเซลล์ออกมา พบว่ามีน้ำขังอยู่ที่ ช่องทางไหลของแก๊ส ควรผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปโดยตรงในช่องทางเข้าของแก๊ส เพื่อให้น้ำที่ขังอยู่ด้านในออกมา ไม่ควรเซ็ดหรือเป่าให้แห้งเฉพาะช่องทางไหลของแก๊ส ด้านหน้า
- การทาสารละลาย 5 wt. % Nafion ก่อนการอัดด้วยความร้อน ควรทำให้พู่กันชุ่มด้วย สารละลายเนฟีออนก่อนเพื่อให้ขนของพู่กันนุ่ม ถ้าพู่กันแข็งจะไม่สามารถทา สารละลายเนฟีออนในปริมาณน้อยได้ทั่วผิวหน้าขั้วอิเล็กโทรด
- ในการปรับสภาพของเมมเบรน ควรสังเกตสีของเมมเบรนก่อนใช้ ถ้ามีสีที่เหลืองมาก ในขั้นตอนของการแช่สารละลายเปอร์ออกไซด์ อาจจะต้องทำซ้ำจนกว่าเมมเบรนจะ ใส จึงจะนำไปใช้ได้
- ก่อนทำการทดลองควรสังเกตว่า Booster on หรือไม่ เพราะบางครั้งเมื่อเปิดโปรแกรม GPRS ขึ้นมา Booster ที่เปิดไว้อาจจะดับได้ ถ้า Booster off แล้วทำการทดลองจะทำ ให้เครื่อง Potentiostat ฟ้องว่า Volt overload ทำให้ไม่สามารถทำการทดลองได้ ซึ่ง เมื่อเครื่องฟ้องเช่นนั้นจะต้องปิดเครื่องตามลำดับ และรอสักครู่ จึงทำการเปิดเครื่อง ตามลำดับขั้นตอนใหม่ และเพื่อเป็นการรักษาให้เครื่อง Potentiostat ใช้ได้อย่าง ยาวนานและไม่เกิดปัญหา ควรทำการเปิดเครื่อง Potentiostat ก่อนเปิดเครื่อง คอมพิวเตอร์ทุกครั้งและปิดโปรแกรมหรือเครื่องคอมพิวเตอร์ก่อนปิดเครื่อง Potentiostat ซึ่งถ้าทำตามขั้นตอนตามลำดับจะไม่ค่อยเกิดปัญหาระหว่างการ ทดสอบ

- 5. ในการปรับ Back pressure เมื่อต้องการปรับเป็นค่าความดันที่ไม่สูงมาก ควรปรับให้ มีความดันเกินความดันที่ต้องการก่อน แล้วจึงค่อยๆ ลดให้ความดันได้ตามที่ต้องการ และก่อนทำการทดสอบทุกครั้งควรทำการปล่อยแก๊สออกทุกครั้ง โดยการกดน้ำที่ Back pressure และหมุนไปด้านลบจนสุด แล้วจึงปรับค่าใหม่ เพื่อไล่น้ำในระบบ ก่อนที่จะทำการทดสอบ
- ในการทดสอบค่าความต้านทานเชิงซ้อนของเซลล์เชื้อเพลิง โดยใช้โปรแกรม FRA เมื่อ ทำการ Load data จากข้อมูลเก่าก่อนการทดสอบ ควรสังเกตว่าข้อมูลที่ load มา มี ข้อมูลของศักย์ไฟฟ้าที่เคยตั้งค่าไว้หรือไม่ ถ้าไม่มีอาจทำให้ไม่สามารถทดสอบได้ จึง ควรทำการ load ข้อมูลจากข้อมูลใหม่



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- [1] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แหล่งที่มา: http://www.forensic.police.go.th
- [2] Barbir, F. PEM fuel cells. California: Elsevier Academic Press, 2005, p. 1.
- [3] Larminie, J., and Dick, <u>A fuel cell system explained</u>. Chichester: John Wiley & Sons., 2000.
- [4] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แหล่งที่มา :

http://www.eere.energy.gov/.../fuelcells/fc_types.htm/

- [5] Lister, S., and Simader, G. <u>Fuel cell systems explained</u>. Chichester: John Wiley & Sons., 2000.
- [6] Metha, V., and Cooper, J.S., Review and analysis of PEM fuel cell design and Manufacturing, <u>Journal of Power Sources</u> 114 (2003): 32-53.
- [7] Mikkola, M. Modification to A PEM Fuel Cell Stack. Special assignment, Department of Engineering Physics and Mathematics, Helsinki University of Technology, 2000.
- [8] Wolf Vielstich, Hubert A. Gasteiger, Arnold Lamm. <u>Handbook of fuel cells</u> <u>Fundamentals, Tchnology and Applications</u>. New York: John Willey & Sons., 2003.
- [9] Ryan, P. O' hayre, Suk-Won Cha., Whitney Colella., Fritz B. Prinz., <u>Fuel cell</u> <u>Fundamentals</u>. New York: John Willey & Sons., 2003.
- [10] สุภาภรณ์ เทอดเทียนวงษ์ และคณะ <u>เซลล์เชื้อเพลิงแบบพอลิเมอร์ของแข็ง</u> การประชุม ผู้เชี่ยวชาญเซลล์เชื้อเพลิง ครั้งที่1, สถาบันพัฒนาและฝึกอบรมโรงงานต้นแบบ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [11] Appleby, A.J., and Foulkes, F.R., <u>Fuel cell handbook</u>. New York: Van Nostrand Reinhold, 1989.
- [12] Sasikumar, G., Ihm, G.W., Ryu, H., Optimum Nafion content in PEM fuel cell electrodes, <u>Journal of Power Sources</u> 50 (2004): 601-605.
- [13] Antolini, E., Giorgi, L., Pozio, A., Passalacqua, E., Influence of Nafion loading in the catalyst layer of gas-diffusion electrodes for PEFC, <u>Journal of Power Sources</u> 77 (1999):136-142.
- [14] สุกัญญา ทองคำ, สงบทิพย์ พงศ์สถาบดี, เก็จวลี พฤกษาทร. ผลของขั้วไฟฟ้าแบบมีตัวเร่ง ปฏิกิริยาต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนโปรตอน, วารสารวิจัยวิทยาศาสตร์ (Section T) ปีที่ 3 ฉบับที่ 3 (2547/2004): 181-194

- [15] เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, <u>เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า</u>, พิมพ์ครั้งที่ 2 กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย 2547
- [16] Wood, D.L., Yi, J.S., and Nguyen, T.V. Effect of direct liquid water injection and interdigitated flow field on the performance of proton exchange membrane fuel cells, <u>Electrochimica Acta</u> 43 (1998): 3795-3809.
- [17] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แหล่งที่มา: http://www.ecochemie.nl./
- [18] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แหล่งที่มา:

http://www.gamry.com/App_Notes/EIS_Primer.htm

[19] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แหล่งที่มา:

http://www.estarfuturecorp.com/fuelcellworks.htm/

- [20] ทรงวุฒิ นิรัญศิลป์, <u>การสร้งขั้นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์เมเบรน,</u> คณะ วิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2546
- [21] Yang, B., Fu, Y.Z., Manthiram, A., Operation of thin Nafion-based self-humidifying membranes in proton exchange membrane fuel cells with dry H₂ and O₂, <u>Journal</u> <u>of Power Sources</u> 139 (2005):170-175.
- [22] ปารเมศ ซุติมา, <u>การออกแบบการทดลองเชิงวิศวกรรม</u>, สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2545
- [23] Doughlas, C., <u>Design and Analysis of Experiments</u>. New York: John & Wiley & Sons., 2001.
- [24] Qi, Z., Kaufman, A., Low Pt loading high performance cathodes for PEM fuel cells, <u>Journal of Power Sources</u> 113 (2003): 37-43.
- [25] Jinhua, C., Toyoaki, M., Michio H., Novel gas diffusion layer with water management function for PEMFC, <u>Journal of Power Sources</u> 131 (2004): 155-161.
- [26] Jassen, G., Overveld, M. L.J., Water transport in the proton-exchange membrane fuel cell: measurements of the effective drag coefficient, <u>Journal of Power</u> <u>Sources</u> 101 (2001): 117-125.
- [27] Banyong, N., Kejvalee, P., Pornpote, P., Optimum condition of membrane electrode assembly fabrication for PEM fuel cells, <u>Korean J. Chem.Eng</u> 23(4) (2006): 570-575.
- [28] เซลล์เชื้อเพลิง. (ออนไลน์) แล่งที่มา: http://www.etek-inc.com

- [29] Song, Y., Xu, H., Wei,Y., Dependence of high-temperature PEM fuel cell performance on Nafion content, <u>Journal of Power Sources</u> 154 (2006): 138-144.
- [30] Cheng-Chieh, S., Jen-Ray, C., Genesis and growth of platinum subnano-particles on activated-carbon characterized by X-ray absorption spectroscopy: effects of preparation conditions, <u>Journal of Power Sources</u> 92 (2005): 89-97.
- [31] Passalacqua, E., Lufrano, F., Squadrito, G., Patti, A., Giorgi, L., Nafion content in the catalyst layer of polymer electrolyte fuel cells: effect on structure and performance, <u>Journal of Power Sources</u> 46 (2001): 799-805.



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ก.1 การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรด

การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วอิเล็กโทรดทำได้ 2 วิธี คือ การคำนวณจากการ วิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX และการคำนวณด้วยวิธีดุลมวล ทั้ง 2 วิธีมีตัวอย่างการคำนวณดังนี้

<u>การคำนวณจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX</u> การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาหรือในที่นี้คือ แพลทินัม จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX สามารถคำนวณได้ดังนี้

$Pt \ loading = \frac{(\% Pt)(CL)_{actual}}{(A)(100)}$

ข้อมูลจากการทดลอง

ร้อยละของแพลทินัมจาก EDX: (%Pt)	16.06
น้ำหนักของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยา: (CL) _{actual}	45.28 มิลลิกรัม
พื้นที่ผิวหน้าของขั้วอิเล็กโทรด: (A)	5 ตารางเซนติเมตร

Pt loading = $\frac{(16.06)(45.28)}{(5)(100)} = 1.45 \text{ mg} / \text{cm}^2$

<u>การคำนวณจากการดุลมวล</u>

ในการเตรียมสารละลายหรือน้ำหมึกเพื่อทำการพิมพ์ตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนขั้วอิเล็กโทรด นอกจากจะมีตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นแพลทินัม ยังมีส่วนผสมอื่นคือ เอทธิลีนไกลคอลไดเมธทิลอีเทอร์ สารละลายเทฟลอนหรือโพลีเตตระฟลูออโรเอทธิลีน (60 %wt. Polytetrafluoroethylene, มีความ หนาแน่น 1.5 g/ml) สารละลายเนฟีออน (5%wt. Nafion 117, มีความหนาแน่น 0.87 g/ml) สมมติฐาน คือ เอทธิลีนไกลคอลไดเมธทิลอีเทอร์ ที่ใช้เป็นสารละลายจะระเหยออกไปใน กระบวนการทำให้ขั้วอิเล็กโทรดแห้ง และน้ำหนักของสารที่เหลือจะอยู่บนขั้วอิเล็กโทรด ข้อมูลจากการทดลอง

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (20%wt. Pt/C) ที่ใส่เท่ากับ: (Pt/C)_{input} 25 มิลลิกรัม ปริมาณเนฟีออนที่ใส่เท่ากับ: Nafion _{input} 15.23 มิลลิกรัม (dry weight.) ปริมาณเทฟลอนที่ใส่เท่ากับ: PTFE _{input} 15 มิลลิกรัม น้ำหนักของกระดาษคาร์บอนหลังพิมพ์: after print 103.78 มิลลิกรัม น้ำหนักของกระดาษคาร์บอนก่อนพิมพ์: before print 58.50 มิลลิกรัม พื้นที่ผิวของขั้วอิเล็กโทรด: (A) 5 .00 ตารางเซนติเมตร หาน้ำหนักของชั้นตัวเร่งปฏิกิริยาตามทฤษฎี

น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาตามทฤษฎี

(CL)_{theory} = PTFE _{input} + Nafion i_{nput} + Pt/C _{input} (CL)_{theory} = 15 + 15.23 + 25 = 55.23 มิลลิกรัม

น้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

(CL)_{actual} = wt. carbon-paper _{after print} - wt. carbon-paper _{before print} CL)_{actual} = 103.78 - 58.50 = 45.28 มิลลิกรัม

การคำนวณหาปริมาณแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดคำนวณจาก

$$Pt_{actual} = \frac{(CL)_{actual}}{(CL)_{theory}} x Pt_{input}$$

โดยที่

$$Pt_{input} = \frac{(25)(20)}{(100)} = 5 mg$$

ดังนั้นแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดเท่ากับ

$$Pt_{actual} = \frac{(45.28)}{(55.23)} x \ 5 = 4.10 \ mg$$

และปริมาณ Pt _{loading} คำนวณจาก

$$Pt \ loading = \frac{Pt_{actual}}{A}$$

$$Pt \ loading = \frac{4.10}{5} = 0.82 \ mg \ / \ cm^2$$

ดังนั้นปริมาณแพลทินัมบนขั้วอิเล็กโทรดเท่ากับ 0.82 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร

ก.2 การคำนวณปริมาณเนฟีออนบนขั้วอิเล็กโทรด

จากข้อมูลการทดลอง ปริมาณเนฟิออนที่ต้องการเท่ากับ 10% จะได้ว่า Wt. % Nafion = 10 Wt. of Pt/C catalyst = 25 mg คำนวณหาปริมาณ dry wt. of Nafion ดังนี้

Wt. % Nafion = $\frac{dry \ wt. \ of \ Nafion \times 100}{wt. \ of \ Pt / C \ catalyst + dry \ wt. \ of \ Nafion}$

10 =
$$\frac{A \times 100}{25 + A}$$

A = 2.78 มิลลิกรัม หรือ 0.56 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร

จะได้ dry wt. of Nafion = 2.78 มิลลิกรัม

ดังนั้นจะได้ปริมาณเนฟีอนจาก 5 wt.% Nafion = 55.6 มิลลิกรัม หรือ 0.064 มิลลิลิตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Electrode	wt. carbon-paper (before) (mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL)actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA1/1	56.2	89.2	33	40.23	0.82
MEA1/2	57.4	88.7	31.3	40.23	0.78
MEA2/1	55.2	104.5	49.3	55.23	0.89
MEA2/2	57.3	108	50.7	55.23	0.92
MEA3/1	58.5	92.5	34	40.23	0.85
MEA3/2	54.5	87.9	33.4	40.23	0.83
MEA4/1	53.6	106.8	53.2	55.23	0.96
MEA4/2	54.8	108.2	53.4	55.23	0.97
MEA5/1	51.5	90.3	38.8	40.23	0.96
MEA5/2	55.4	89.2	33.8	40.23	0.84
MEA6/1	53	100.6	47.6	55.23	0.86
MEA6/2	52.1	102.5	50.4	55.23	0.91
MEA7/1	54.5	88.4	33.9	40.23	0.84
MEA7/2	64.4	100.2	35.8	40.23	0.89
MEA8/1	56.8	103.2	46.4	55.23	0.84

ตารางที่ ก.1 ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีดุลมวลของชุ<mark>ดการทดล</mark>องตอนที่ 1

Electrode	wt. carbon-paper (before) (mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL)actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA8/2	57.2	105	47.8	55.23	0.87
MEA9/1	55.8	90.1	34.3	40.23	0.85
MEA9/2	54.7	89.6	34.9	40.23	0.87
MEA10/1	53.8	105.2	51.4	55.23	0.93
MEA10/2	53.3	104.8	51.5	55.23	0.93
MEA11/1	56.4	88.4	32	40.23	0.79
MEA11/2	57.2	89.8	32.6	40.23	0.81
MEA12/1	55.8	106.8	51	55.23	0.92
MEA12/2	57.9	109.1	51.2	55.23	0.93
MEA13/1	63.2	100.1	36.9	40.23	0.92
MEA13/2	58.7	90.8	32.1	40.23	0.79
MEA14/1	60.2	110	49.8	55.23	0.90
MEA14/2	58.9	106.3	47.4	55.23	0.86
MEA15/1	54.8	91.2	36.4	40.23	0.90
MEA15/2	55.6	92.3	36.7	40.23	0.91
MEA16/1	58.9	104.6	45.7	55.23	0.83
MEA16/2	60.2	109.8	49.6	55.23	0.90

Electrode	wt. carbon-paper (before)(mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL)actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA1/1	73.3	102	28.7	31.26	0.92
MEA1/2	75.8	106.1	30.3	31.26	0.97
MEA2/1	75.4	110.6	35.2	46.26	0.76
MEA2/2	58.4	99.2	40.8	46.26	0.88
MEA3/1	64.4	93.4	29	31.26	0.93
MEA3/2	57.9	87.5	29.6	31.26	0.95
MEA4/1	53.7	89.8	36.1	46.26	0.78
MEA4/2	55.4	88.3	32.9	46.26	0.71
MEA5/1	53.3	77.4	24.1	31.26	0.77
MEA5/2	63.2	88.3	25.1	31.26	0.80
MEA6/1	65.7	103.6	37.9	46.26	0.82
MEA6/2	68.2	106.2	38	46.26	0.82
MEA7/1	75.5	99.8	24.3	31.26	0.77
MEA7/2	70.3	100.4	30.1	31.26	0.96

ตารางที่ ก.2 ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีดุลมวลของการทดลองตอนที่ 2 (replicate1)

จุพาสงการเหมที่ก่าทยาลย่

Electrode	wt. carbon-paper (before)(mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL)actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA8/1	65.4	100.7	35.3	46.26	0.76
MEA8/2	63.2	101.2	38	46.26	0.82

ตารางที่ ก.3 ผลการคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาด้วยวิธีดุลมวลของการทดลองตอนที่ 2 (replicate2)

Electrode	wt. carbon-paper (before)(mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL)actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA1/1	65.5	93.4	27.9	31.26	0.89
MEA1/2	68.7	95.6	26.9	31.26	0.86
MEA2/1	63.2	98.7	35.5	46.26	0.77
MEA2/2	58.9	99.5	40.6	46.26	0.88
MEA3/1	61.3	89.2	27.9	31.26	0.89
MEA3/2	54.8	82.8	28	31.26	0.90
MEA4/1	59.4	94.4	35	46.26	0.76
MEA4/2	60.3	96.9	36.6	46.26	0.79
MEA5/1	65.3	90.1	24.8	31.26	0.79
MEA5/2	66.7	92.3	25.6	31.26	0.82

งพาตาการแม่น การทยาตย

Electrode	wt. carbon-paper (before)(mg)	wt. carbon-paper (after)(mg)	(CL) actual(mg)	(CL)theory(mg)	Pt loading(mg/cm ²)
MEA6/1	64.3	99.5	35.2	46.26	0.76
MEA6/2	72.5	105.4	32.9	46.26	0.71
MEA7/1	68.3	90.9	22.6	31.26	0.72
MEA7/2	67.9	92.1	24.2	31.26	0.77
MEA8/1	66.2	106.7	40.5	46.26	0.88
MEA8/2	68.4	105.8	37.4	46.26	0.81



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ก.4 การคำนวณหาพื้นที่ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า Electrochemical Surface Area, ECA) ของขั้วแคโทด จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic Sweep Voltammetry (CV)

การวิเคราะห์ Cyclic Sweep Voltammetry เป็นการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาบนขั้ว อิเล็กโทรด ในการทดลองได้ทำการตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจนที่ขั้วแอโนด 100 sccm และตั้งค่าอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนที่ขั้วแคโทด 100 sccm Sweep rate ที่ 20 mVs⁻¹ จากนั้นตั้งค่า Number of scan เท่ากับ 5 และตั้งค่าศักย์ไฟฟ้าอยู่ในช่วง 0.01 – 0.80 V และทำ การทดสอบซ้ำ 2 ครั้ง ประจุไฟฟ้าที่ได้จากการเลือก Analysis จากนั้นเลือก Integrate between markersและเลือกจุด 2 จุด คอมพิวเตอร์จะทำการอินทิเกรตหาค่าประจุไฟฟ้า (Charge) หน่วย เป็นคูลอมบ์ และนำค่าประจุที่ได้ไปคำนวณหาค่า ECA ตามสมการ

 $ECA(cm^{2}Ptg^{-1}Pt) = \frac{ch \arg e(\mu C \ cm^{-2})}{210(\mu C \ cm^{-2}Pt)x \ catalyst \ loading(gPt \ cm^{-2})}$

โดยที่ ประจุไฟฟ้าคำนวณจากความสัมพันธ์

$$Q = CV$$

 $\frac{dQ}{dt} = V \quad \frac{dC}{dt} + C \quad \frac{dV}{dt}$
 $V \quad \frac{dC}{dt} = 0$
จะได้ $\frac{dQ}{dt} = C \quad \frac{dV}{dt} = i$
 $C = \frac{i}{dV \quad / dt}; F$
 $C = \frac{j}{dV \quad / dt}; F / cm^{-2}$
ข้อมูลการทดลอง

Scan rate (dV/ dt) เท่ากับ 0.02 V/s

้ได้ค่าจากการอินทิเกรตจากการทดลองครั้งที่ 1 ได้ค่าประจุไฟฟ้าเท่ากับ 0.55 คูลอมบ์ ได้ค่าจากการอินทิเกรตจากการทดลองครั้งที่ 2 ได้ค่าประจุไฟฟ้าเท่ากับ 0.74 คูลอมบ์

้ดังนั้นประจุไฟฟ้าเฉลี่ยเท่ากับ 0.645 คูลอมบ์ หรือเท่ากับ 129000 µC/cm² นำไปแทนค่าใน สมการจะได้

ECA(*cm*²*Ptg*⁻¹*Pt*) =
$$\frac{129000 \mu C \ cm^{-2}}{210(\mu C \ cm^{-2}Pt)x \ 0.001(gPt \ cm^{-2})} = 614285.71 \ cm^{2} \ / g$$

หรือ 61.43 m²/g

ตารางที่ ก.4 ผลการวัดค่า CV ของการทดลองตอนที่ 1

ลำดับที่	ECA (m ² /g)
1	43.67
2	52.50
3	53.35
4	29.04
5	45.60
6	61.43
7	45.78
8	25.19
9	40.66
10	29.54
11	20.05
12	32.06
13	31.25
14	31.20
15 🧹 👝	18.57
16	8.39
เอ็มอีเอทางการค้า	49.40



ภาคผนวก ข

ผลการทดลอง

ผลการวิเคราะห์ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง EDX ของขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียม ด้วยวิธีการพิมพ์



รูปที่ ข.1 ปริมาณแพลทินัม 16.06% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.45 mg /cm²



รูปที่ ข.2 ปริมาณแพลทินัม 16.44% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.42 mg /cm²



รูปที่ ข.3 ปริมาณแพลทินัม 16.92% คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.51 mg /cm²



รูปที่ ข.4 ปริมาณแพลทินัม 16.53 %คิดเป็น Pt loading เท่ากับ 1.37 mg /cm²

ภาคผนวก ค

ข้อมูลการทดลอง

ตารางที่ ค.1 ผลการทดลองจากชุดการออกแบบการทดลองตอนที่ 1

ลำดับที่	A	В	С	D	Current density	Power (W) at
					(mA/cm ²) at	0.6V
					0.6V	
1		-	-	-	85.05	0.26
2	+	-	m- <	-	82.92	0.25
3	-	+	-	-	39.91	0.20
4	+	+	3 6-2 (-	33.80	0.10
5	-	- 5	+	-	67.86	0.20
6	+	- 1	+	-	91.17	0.27
7	-	+	+	- 1	23.01	0.07
8	+	+	+		44.08	0.13
9	-	-		+	40.42	0.12
10	+	-	-	+	55.67	0.17
11		+	-	+	49.31	0.15
12	+	+	-	+	28.32	0.085
13	-	J.	+	+	67.86	0.20
14	์ ก า ก	191	<u>ה</u>	2 9+14	32.68	0.10
15			+	- -	21.25	0.06
16		15	+	98+7	37.02	0.11

โดยที่ A = ปริมาณเทฟลอน

B = อุณหภูมิ

C = เวลา

D = แก๊สที่ใช้ในการอบขั้วอิเล็กโทรด

ตารางที่ ค.2 ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่1

Flow rate of oxygen = 100 sccm

Temperature of Humidifier: Anode = $60^{\circ}C$

Temperature of cell = 60° C

Pressure = 1 atm

Flow rate of Hydrogen = 100 sccm

Cathode = $60^{\circ}C$

	MEA(1)		MEA(2)		MEA(3)		MEA(4)		MEA(5)		MEA(6)
V(v)	j(mA/cm2)										
0.95	0.07	0.95	0.56	0.95	0.444	0.95	0.63	0.95	0.07	0.95	0.05
0.9	2.41	0.9	4.06	0.9	1.35	0.9	0.91	0.9	2.5	0.9	3.26
0.8	13.84	0.8	19.77	0.8	11.89	0.8	4.51	0.8	14.51	0.8	17.93
0.7	35.54	0.7	47.03	0.7	27.44	0.7	15.75	0.7	36.93	0.7	46.78
0.6	85.05	0.6	82.92	0.6	39.9	0.6	33.8	0.6	67.85	0.6	91.17
0.5	138.12	0.5	126.04	0.5	63.15	0.5	56.02	0.5	106.28	0.5	147.02
0.4	196.42	0.4	171.8	0.4	88.06	0.4	99.83	0.4	152.05	0.4	222.14
0.3	220.08	0.3	221.33	0.3	113.74	0.3	167.2	0.3	205.1	0.3	
0.2		0.2	267.97	0.2	137.75	0.2	219.32	0.2	220.46	0.2	
0.1		0.1	311.18	0.1	140.8	0.1	265.88	0.1		0.1	
		1							r		l

	MEA(7)		MEA(8)		MEA(9)		MEA(10)	MEA(11)		MEA(12)	
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)
0.95	0.54	0.95	0.55	0.95	0.73	0.95	0.59	0.95	0.55	0.95	0.03
0.9	1.27	0.9	1.49	0.9	1.5	0.9	2.8	0.9	0.77	0.9	0.23
0.8	4.61	0.8	7.29	0.8	7.48	0.8	11.12	0.8	4.59	0.8	3.16
0.7	12.28	0.7	22.95	0.7	21.14	0.7	25.57	0.7	20.63	0.7	11.8
0.6	23.01	0.6	44.07	0.6	40.42	0.6	42.25	0.6	49.31	0.6	28.32
0.5	37.2	0.5	69.21	0.5	64.58	0.5	65.15	0.5	95.32	0.5	54.86
0.4	47.05	0.4	96.07	0.4	92.95	0.4	89.55	0.4	162.8	0.4	80.65
0.3	62.99	0.3	125.62	0.3	123.9	0.3	110.92	0.3	239.19	0.3	110.66
0.2	84.75	0.2	107.2	0.2	104.03	0.2	148.95	0.2	315.32	0.2	147.09
0.1	113.56	0.1	143.24	0.1	86.32	0.1	198.56	0.1	382.21	0.1	186.26



	MEA(13)		MEA(14)		MEA(15)		MEA(16)
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)
0.95	0.07	0.95	0.08	0.95	0.03	0.95	0.05
0.9	2.5	0.9	0.93	0.9	0.32	0.9	0.78
0.8	14.51	0.8	4.76	0.8	3.21	0.8	4.35
0.7	36.93	0.7	22.95	0.7	12.28	0.7	25.57
0.6	67.86	0.6	32.68	0.6	21.25	0.6	37.02
0.5	106.29	0.5	54.02	0.5	38.02	0.5	60.15
0.4	152.05	0.4	98.73	0.4	45.05	0.4	88.55
0.3	205.1	0.3	127.2	0.3	59.39	0.3	108.72
0.2	220.47	0.2	163.45	0.2	82.35	0.2	135.95
0.1		0.1	192.34	0.1	121.06	0.1	190.16



ตารางที่ ค.3 ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่2 replicate 1

Flow rate of oxygen = 100 sccm

Temperature of Humidifier: Anode = $65^{\circ}C$

Temperature of cell = 60° C

Pressure = 1 atm

Flow rate of Hydrogen = 100 sccm

Cathode = $60^{\circ}C$

MEA(1)		MEA(2)		MEA(3)		MEA(4)	
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)
0.95	2	0.95	4 3/12/2	0.95	4	0.95	4
0.9	10	0.9	10	0.9	12	0.9	12
0.8	60	0.8	56	0.8	70	0.8	56
0.7	150	0.7	103	0.7	144	0.7	140
0.6	252	0.6	209	0.6	234	0.6	240
0.5	362	0.5	274	0.5	328	0.5	338
0.4	474	0.4	383	0.4	420	0.4	434
0.3	578	0.3	414	0.3	512	0.3	520
0.2	670	0.2	450	0.2	588	0.2	592
0.1	762	0.1	634	0.1	678	0.1	670

MEA(5)		MEA(6)		MEA(7)		MEA(8)	
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)
0.95	4	0.95	4	0.95	2	0.95	2
0.9	10	0.9	16	0.9	6	0.9	6
0.8	56	0.8	56	0.8	46	0.8	22
0.7	90	0.7	98	0.7	100	0.7	48
0.6	150	0.6	150	0.6	218	0.6	166
0.5	196	0.5	204	0.5	326	0.5	268
0.4	228	0.4	236	0.4	402	0.4	370
0.3	284	0.3	282	0.3	492	0.3	446
0.2	312	0.2	324	0.2	564	0.2	540
0.1	396	0.1	392	0.1	666	0.1	592



ตารางที่ ค.4 ผลการทดลองจากชุดการทดลองตอนที่2 replicate 2

Flow rate of oxygen = 100 sccm

Temperature of Humidifier: Anode = $65^{\circ}C$

Temperature of cell = 60° C

Pressure = 1 atm

Flow rate of Hydrogen = 100 sccm

Cathode = $60^{\circ}C$

MEA(1)		MEA(2)			MEA(3)		MEA(4)	
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	
0.95	4	0.95	2	0.95	4	0.95	4	
0.9	10	0.9	6	0.9	10	0.9	8	
0.8	50	0.8	48	0.8	64	0.8	56	
0.7	130	0.7	103	0.7	124	0.7	128	
0.6	236	0.6	190	0.6	228	0.6	216	
0.5	324	0.5	267	0.5	318	0.5	284	
0.4	400	0.4	372	0.4	400	0.4	384	
0.3	492	0.3	408	0.3	494	0.3	462	
0.2	572	0.2	441	0.2	578	0.2	532	
0.1	652	0.1	623	0.1	660	0.1	630	

MEA(5)		MEA(6)		MEA(7)		MEA(8)	
V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)	V(v)	j(mA/cm2)
0.95	2	0.95	6	0.95	2	0.95	2
0.9	11	0.9	12	0.9	2	0.9	4
0.8	47	0.8	68	0.8	26	0.8	30
0.7	98	0.7	130	0.7	70	0.7	90
0.6	165	0.6	182	0.6	152	0.6	172
0.5	226	0.5	236	0.5	204	0.5	260
0.4	282	0.4	286	0.4	306	0.4	334
0.3	345	0.3	320	0.3	414	0.3	406
0.2	412	0.2	364	0.2	486	0.2	476
0.1	468	0.1	412	0.1	602	0.1	524



ภาคผนวก ง

ผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction

การคำนวณขนาดอนุภาคของโลหะแพลทินัมจากการวิเคราะห์ X-rays diffraction สามารถคำนวณได้จากสมการ Debye-Scherrer Equation

$$L = \frac{0.9\lambda_{k\alpha 1}}{B_{2\theta}\cos\theta_{\max}} \tag{(3.1)}$$

โดยที่ L คือ ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)

 $\lambda_{k lpha 1}$ คือ ความยาวคลื่นของ X-rays ในที่นี้คือ 1.54 A° หรือ 15.4 นาโนเมตร

 $\beta_{2 heta}$ คือ ความกว้างที่ความเข้มครึ่งหนึ่งของพีค (เรเดียน)

θ คือ Bragg angle ของการสะท้อนของรังสี (เรเดียน)

การคำนวณขนาดของโลหะแพลที่นัมจากข้อมูลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-rays diffraction ของขั้วอิเล็กโทรดทางการค้า ดังนี้

β_{2θ} = 1.71 เรเดียน
 2θ = 39.806 องศา ดังนั้น θ = 19.903 องศา หรือ 0.314 เรเดียน
 cos θ = cos(0.314) = 0.999
 แทนค่าในสมการที่ (ง.1) จะได้

L = $rac{0.9x15.4}{1.71x0.999}$ = 8.11 นาโนเมตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลย

	ขั้วอิเล็กโทร	ดทางการค้า		ขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมด้วยวิธีการพิมพ์ *			
Angle	d-Value	Intensity	Intensity%	Angle	d-Value	Intensity	Intensity%
2-Theta [°]	Angstrom	Count	%	2-Theta [°]	Angstrom	Count	%
39.806	2.263	598	100	39.824	2.262	397	100
46.154	1.965	280	46.9	46.120	1.966	210	53
54.469	1.683	234	39.1	54.430	1.684	317	79.8
67.654	1.384	141	23.6	67.632	1.384	99.8	25.2
81.419	1.181	138	23.1	81.252	1.183	95.1	24
86.186	1.128	86.8	14.5	86.558	1.124	84	21.2

ตารางที่ ง.1 ผลการวิเคราะห์ X-rays diffraction ของขั้วอิเล็กโทรดทางกา<mark>รค้าแ</mark>ละขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้

*เป็นขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมที่ภาวะของ MEA (1) ของชุดการทดลองที่ 2

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ

ข้อมูลการทดลอง

การปรับปรุงหม้อความชื้น (Humidifier) ของระบบทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง (Test station) ในการทดลองตอนที่ 2



รูปที่ จ.1 หม้อความชื้นของระบบการทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง: (ก) หม้อความชื้นก่อนการ ปรับปรุงและ (ข) หม้อความชื้นที่ปรับปรุงแล้ว

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวศศิกานต์ เอ็นดู เกิดวันที่ 15 พฤษภาคม 2523 สำเร็จการศึกษาระดับ มัธยมศึกษาปีที่ 6 จากโรงเรียนกันตังพิทยากร จ.ตรัง สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร บัณฑิต ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า พระนครเหนือ ในปีการศึกษา 2544 และเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิตที่ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเมื่อปีการศึกษา 2547



สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย