บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยแบ่งหัวข้อหลักออกเป็น 2 ส่วนคือ อุปกรณ์และสารเคมีหลักที่ใช้ในการทดลอง และขั้นตอนวิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีหลักที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อุปกรณ์

1. ชุดเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวแบบเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน เป็นชุดเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยวที่มีขนาดพื้นที่อิเล็กโทรด 5 cm^2 มีแผ่นสองขั้ว (bipolar plate) ที่สามารถวัดอุณหภูมิและวัดแรงดันไฟฟ้าของเซลล์ได้

2. ชุดทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง
   2.1 อุปกรณ์วัดและควบคุมอัตราการไหลของก๊าซขาเข้า
   2.2 เครื่องปรับความชื้นก๊าซ (Humidifier) บรรจุน้ำปราศจากประจุ (DI water) ที่สามารถวัดและควบคุมอุณหภูมิได้
   2.3 วาล์วควบคุมความดันย้อนกลับ (Back pressure regulator) เพื่อควบคุมความดันย้อนกลับให้แก่ก๊าซขณะทำงานภายในชุดเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว
   2.4 มาตรวัดความดันก๊าซตรวจสอบค่าความดันตกคร่อมเซลล์

3. เครื่องมือควบคุมค่ากระแสไฟฟ้าในวงจรไฟฟ้าภายนอก (Electronic load: Agilent N3300) ใช้เพื่อปรับและควบคุมค่ากระแสไฟฟ้าในวงจรจ่ายไฟฟ้าให้คงที่ตามที่ต้องการ

4. เครื่องมือวัดทางเคมีไฟฟ้า (Solartron Frequency Response Analyzers / Impedance Analyzers) 1260A Impedance / Gain-Phase Analyzer

3.1.2 วัตถุดิบ สารเคมีและก๊าซ

วัตถุดิบ สารเคมีและก๊าซ พร้อมชื่อบริษัทที่ผลิต แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 รายชื่อสารเคมีและบริษัทที่ผลิต

ลำดับ	ชื่อสารเคมี	บริษัท
1	โพลิเมอร์แนฟีออนเมมเบรน (Nafion 115 EW 1100)	DuPont
2	ชั้นแพร่กระจายก๊าซสำเร็จรูป (GDL commercial carbon cloth)	E-TEK
3	ขั้วอิเล็กโทรดสำเร็จรูป (GDE commercial carbon cloth 0.5 mgPt/cm^2)	E-TEK
4	ตัวเร่งปฏิกิริยา Pt_3Sn_1/C (50 wt % Pt)	E-TEK
5	สารละลายแนฟีออน (Nafion solution 5 wt %)	-
6	น้ำปราศจากประจุ (DI water)	-
7	สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	-
8	สารละลายกรดซัลฟูริก	-
9	สารละลายไอโซโพรพานอล	Scharlau
10	สารละลายเอธานอล (Ethanol)	-
11	ก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen) เกรด Ultra high purity 99.99 %	TIG
12	ก๊าซออกซิเจน (Oxygen) เกรด High purity 99.99 %	TIG

3.2 ขั้นตอนวิธีการทดลอง

การทดลองในส่วนแรกจะเป็นการเปรียบเทียบสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้รับการกระตุ้นเซลล์ด้วยวิธีที่ต่างกัน 2 วิธีคือ การกระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจนและการกระตุ้นเซลล์ด้วยสารละลายเอธานอล

การทดลองในส่วนที่สองจะเป็นการศึกษาสภาวะของการกระตุ้นเซลล์ที่มีผลต่อสมรรถนะการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง โดยจะใช้วิธีการกระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจนเป็นแบบในการทดลองนี้ และจะทำการศึกษาอิทธิพลของความดัน ความต่างศักย์และสารที่ใช้กระตุ้นเซลล์

3.2.1 การเตรียมเซลล์เชื้อเพลิง

1. การเตรียมเมมเบรน

1.1 ต้มเมมเบรนในน้ำปราศจากประจุ 80°C 1 ชั่วโมง

1.2 ต้มเมมเบรนในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (3 wt. % H_2O_2) ที่ 80°C 1 ชั่วโมง

1.3 ล้างในน้ำปราศจากประจุ ที่ 80°C 1 ชั่วโมง

1.4 ต้มในสารละลายกรดซัลฟูริก (0.5 M H_2SO_4) 80°C 1 ชั่วโมง

1.5 ล้างในน้ำปราศจากประจุ ที่ 80°C 1 ชั่วโมง

2. การเตรียมหมึกตัวเร่งปฏิกิริยา

2.1 นำสารละลายแนฟีออน 5 wt % ปริมาณ 153.6 mg (สำหรับแนฟีออน 33 wt %) ผสมกับไอโซโพรพานอลปริมาตร 2.08 ml แล้วกวนให้เข้ากันประมาณ 20 นาที

2.2 หยดของผสมที่ได้ (แนฟีออน + ไอโซโพรพานอล) ลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา Pt_3Sn_1/C จนหมดแล้วกวนต่ออีกประมาณ 1-2 ชั่วโมง

3. การประกอบ MEA

ในการประกอบ MEA จะได้วิธีการแบบ GDL-base

3.1 นำหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ทาลงบน GDL (เป็นด้านแอโนด)

3.2 นำ GDL ที่ทาหมึกตัวเร่งปฏิกิริยาแล้ว (เป็นด้านแอโนด) และ GDE commercial (เป็นด้านแคโทด) มาประกบกับเมมเบรน

3.3 นำไป hot-pressing ที่อุณหภูมิ 150 °C ที่ความดัน 300 psig และใช้เวลา 90 วินาที

3.2.2 การกระตุ้นเซลล์

1. เปรียบเทียบระหว่างการกระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจนและด้วยสารละลายเอธานอล

ตารางที่ 3.2 การทดลองเปรียบเทียบระหว่างการกระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจนและด้วยสารละลายเอธานอล

วิธีกระตุ้นเซลล์	สารที่ใช้กระตุ้นเซลล์		ความดันสัมบูรณ์ (บรรยากาศ)		ความต่างศักย์ (V)
	แอโนด (Pt_3Sn_1/C)	แคโทด (Pt/C)	แอโนด (Pt_3Sn_1/C)	แคโทด (Pt/C)	
1. กระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจน (เซลล์ 1)	H_2	O_2	2	2	0.6
2. กระตุ้นเซลล์ด้วยสารละลายเอธานอล (เซลล์ 2)	สารละลายเอธานอล 1 mol/dm^3	O_2	1	2	0.3

สำหรับการทดลองในส่วนนี้ สำหรับการกระตุ้นเซลล์ด้วยก๊าซไฮโดรเจน อุณหภูมิของเซลล์ 80 °C ใช้เวลาในการกระตุ้นเซลล์ 4 ชั่วโมง และสำหรับการกระตุ้นเซลล์ด้วยสารละลายเอธานอลนั้น อุณหภูมิของเซลล์ 90 °C ใช้เวลาในการกระตุ้นเซลล์ 8 ชั่วโมง เนื่องจากการทดลองในส่วนนี้ วิธีการกระตุ้นที่นำมาเปรียบเทียบกันนั้นได้มาจากงานวิจัยที่ผ่านมา ดังนั้นสภาวะที่ใช้ของทั้งสองวิธีจึงแตกต่างกัน

2. อิทธิพลของความดัน ความต่างศักย์และสารที่ใช้กระตุ้นเซลล์

ตารางที่ 3.3 การทดลองเพื่อดูอิทธิพลของความดัน ความต่างศักย์และสารที่ใช้กระตุ้นเซลล์

การทดลอง	สารที่ใช้กระตุ้นเซลล์		ความดันสัมบูรณ์ (บรรยากาศ)		ความต่างศักย์ (V)
	แอโนด (Pt_3Sn_1/C)	แคโทด (Pt/C)	แอโนด (Pt_3Sn_1/C)	แคโทด (Pt/C)	
เซลล์ 3	H_2	O_2	1	1	0.3
เซลล์ 4	H_2	O_2	1	1	0.6
เซลล์ 5	H_2	O_2	2	2	0.6
เซลล์ 6	O_2	H_2	1	1	0.3

สำหรับการทดลองในส่วนที่สองนี้ ทุกการทดลอง อุณหภูมิของเซลล์ 80 °C และสำหรับการทดลองที่ 4 (เซลล์ 4) ด้านที่ป้อนก๊าซออกซิเจน (Pt_3Sn_1/C) นั้นจะกำหนดให้เป็นด้านแคโทด และด้านที่ป้อนก๊าซไฮโดรเจน (Pt/C) นั้นจะกำหนดให้เป็นด้านแอโนด

3.2.3 การทดสอบเซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว

1. กำหนดสภาวะการทดสอบเซลล์ของทุกการทดลองดังนี้ สำหรับด้านแอโนด ป้อนสารละลายเอธานอลความเข้มข้น 1 mol/dm^3 ด้วยอัตราการไหล 1 ml/min ความดันสัมบูรณ์ 1 บรรยากาศ อุณหภูมิก่อนเข้าเซลล์ 90 °C สำหรับด้านแคโทด ป้อนก๊าซออกซิเจน ความดันสัมบูรณ์ 2 บรรยากาศ ด้วยอัตราการไหล 240 ml/min โดยไม่ผ่านเครื่องปรับความชื้นก๊าซ อุณหภูมิก่อนเข้าเซลล์ 90 °C สำหรับอุณหภูมิของเซลล์เท่ากับ 90 °C
2. หลังจากปรับสภาวะการทดสอบได้ตามที่ต้องการแล้ว เปิด OCV (Open circuit voltage) เป็นเวลา 10 นาที เก็บค่า OCV ที่ได้
3. การเก็บค่ากระแสที่ความต่างศักย์ต่างๆ
   3.1 เปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์จากค่าสูงไปยังค่าต่ำ ซึ่งค่าสูงนั้นจะสูงไม่เกินค่า OCV ของเซลล์และค่าต่ำจะเท่ากับ 0.1 V
   3.2 เก็บค่ากระแสที่ความต่างศักย์ต่างๆ เพื่อนำไปพร็อตกราฟโพลาไรเซชั่นและกราฟกำลังไฟฟ้า

4. การเก็บค่ากระแสที่ความต่างศักย์คงที่

4.1 เก็บค่ากระแสที่ความต่างศักย์คงที่ที่ 0.5 V และ 0.3 V

4.2 ที่แต่ละความต่างศักย์ เก็บค่ากระแส ณ เวลาต่างๆ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพื่อดูการเปลี่ยนแปลงของค่ากระแสที่ความต่างศักย์คงที่