บทที่ 3
ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์การทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างการทดลอง วิเคราะห์ และทดสอบ แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น	หมายเหตุ
ตาชั่ง (balance)	Sartorius	LP22005	ความละเอียด 4 ตำแหน่ง
ไมโครมิเตอร์ (micrometer)	Mitutoyo	-	-
เครื่องทดสอบกำลังอัดประลัย (universal testing machine)	Instron	4502	-
เครื่องขัด (polishing machine)	Struers	Rotopol-25	-
เครื่องตัด (cutting machine)	Struers	Accutom	-
เครื่องตรวจสอบธาตุในโลหะแบบประกาย (spark)	BRAID	-	-
เตาอุณหภูมิสูง (muffle furnace)	Lenton		0 -1500 ^{o}C
เตาควบคุมบรรยากาศแบบท่อ (tube furnace)	Lenton	-	0 -1500 ^{o}C
เครื่องวิเคราะห์ขนาดของอนุภาค (particle size analysis)	Mastersizer	S	0.05-900 μm
เครื่องเคลือบทอง (gold coating)	JEOL	JFC 1200	-
เครื่องเคลือบคาร์บอน (carbon coating)	-	SPT	-
เครื่องอัดชิ้นงานแบบไฮดรอลิก (hydrolic pressing)	Enerpac	-	-
กล้องจุลทรรศน์แบบแสงสะท้อน (reflected light microscope)	Zeiss	-	-

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

เครื่องมือและอุปกรณ์	เครื่องหมายการค้า	แบบ/รุ่น	หมายเหตุ
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (scanning electron microscope, SEM)	JEOL	JSM5410	-
เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer,XRD)	JEOL	JDX-3530	-

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีรายชื่อดังในตารางที่ 3.2

ตารางที่3.2 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า	หมายเหตุ
1.อิเล็กโทรด (electrode)	1. Lanthanum (III) oxide 2. Strontium carbonate 3. Manganese (III) oxide 4. Nickel powder	Aesar Alfa	Purity 99.99 % 99 % 98 % 99.8 %
2. อิเล็กโทรไลต์	8YSZ (8 mol% Y_2O_3 , 92 mol% ZrO_2)	Daiichi	-
3. กาวเซรามิก (ceramic adhesive)	1. cerabond 516 2. cerabond 571 3. cerabond 569 4. ceracast 575 5. cerabond 584 6. ceracast 586 7. cerabond 645N 8. cerabond 685 9. cerabond 835 10. cerabond 3062	AREMCO	based ZrO_2 MgO Al_2O_3 Al_2O_3 MgO ZrO_2/ MgO SiO_2 MgO ZrO_2 Mica
4. แก้วไพเรกซ์ (borosilicate glass)	Pyrex		บีกเกอร์
5.สารเติมแต่งสมบัติ (additive)	Sodium aluminate ($NaAlO_2$)		-

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

ประเภทสาร	ชื่อการค้า	เครื่องหมายการค้า	หมายเหตุ
6.เซรามิกไฟเบอร์ (ceramic oxide fiber)	Nextel™ 650	3M	(wt%) 89 Al_2O_3 10 ZrO_2 1 Y_2O_3
7. อินเตอร์คอนเนค (interconnect)	1. Stainless steel 430 2. Stainless steel for solid oxide fuel cells	Avesta Sheffield Hitachi	-

มีรายละเอียดของสารที่ใช้ทดลองดังนี้

3.2.1 กาวเซรามิก(ceramic adhesive)

ในการทดลองเลือกกาวเซรามิกที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (coefficient of thermal expansion, CTE) มีค่าสูงใกล้เคียงกับเซรามิกในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง (solid oxide fuel cells) มีค่าอยู่ในช่วง 10 – 13 x 10^{-6} / ^{o}C [7] ซึ่งการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง จะต้องผ่านวัฏจักรความร้อน (thermal cycle) ซึ่งกาวเซรามิกและเซรามิกในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็งควรมีการขยายตัวและหดตัวพร้อมกัน กาวเซรามิกที่เลือกใช้มีสมบัติทั่วไปตามตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงสมบัติทั่วไปของกาวเซรามิก

หมายเลขสินค้า	516	571	569	575	584	586	645N	685	835	3602
สมบัติ										
ส่วนผสมหลัก	ZrO_2	MgO	Al_2O_3	Al_2O_3	MgO	ZrO_2/ MgO	SiO_2	MgO	ZrO_2	Mica
อุณหภูมิใช้งานสูงสุด (^{o}C)	1760	1760	1650	1650	1535	1535	1371	1010	1093	1316
ค่า ส.ป.ส. การขยายตัวทางความร้อน (x 10^{-6}/^{o}C)	7.4	12.6	7.6	7.7	11.7	4.9	9.9	10.8	7.2	9.0

ตารางที่ 3.3 (ต่อ)

หมายเลขสินค้า	516	571	569	575	584	586	645N	685	835	3602
ค่าความต้านทานจำเพาะ (Ω-cm) RT* (1000 F)	10^8 (10^4)	10^9 (10^5)	10^9 (10^5)	10^9 -	10^9 -	10^{11} -	10^9 -	10^9 (10^5)	10^9 (10^5)	10^9 -
ความแข็งแรงทางแรงบิด (ft-lbs)	8.6	21.6	6.0	-	-	-	-	9.0	7.5	-
ความต้านทานความชื้น	ดี	ดีมาก	ดีมาก	ดีมาก	ดีมาก	ดีมาก	ดีมาก	ดีมาก	ดี	ดีมาก
อัตราส่วนผสมโดยน้ำหนัก ผง : ของเหลว	N/A**	1.5:1	N/A	100:19	100:25	100:14	100:22	N/A	N/A	N/A
ความหนืด (cps)	83,000	60,000	paste	-	-	-	-	75,000	paste	90,000
ระยะเวลาการแข็งตัว(hrs)	1-4	1-4	1-4	2-3	5 min	8	8	2-3	<1	N/A
อุณหภูมิการบ่มกาว, F , hrs	200,2	200,2	200,2	200,3	200,2	200,2	200,2	200,3	200,2	200,2
ความแข็งแรงทางแรงอัด(psi)	-	-	-	7,500	4,500	8,000	7,000	-	-	1,500
ความพรุนตัว (%)	-	-	-	6	6	<2	8	-	-	<1
การหดตัว (%) ที่ 1000 F	-	-	-	<1	<4	<0.3	<1	-	-	<1

ที่มา : ข้อมูลจากบริษัท Aremco

หมายเหตุ : " * " หมายความว่าอุณหภูมิห้อง

" ** " หมายความว่ากาวสำเร็จรูปไม่ต้องผสมของเหลว

" – " หมายความว่าไม่มีข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2 แก้ว

แก้วที่นำมาใช้ในการทดลองเป็นแก้วประเภทโบโรซิลิเกต (borosilicate glass) มีชื่อทางการค้าคือ ไพเรกซ์ (pyrex) ซึ่งใช้ทำบีกเกอร์และหลอดทดลอง มีสมบัติทั่วไปดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติทั่วไปของแก้วไพเรกซ์

ประเภท	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)					สมบัติและการใช้งาน
	SiO_2	NaO	CaO	Al_2O_3	B_2O_3	
Borosilicate (pyrex)	81	3.5	-	2.5	13	มีความต้านทานการเปลี่ยนความร้อนอย่างฉับพลัน (thermal shock) และทนต่อสารเคมี ใช้เป็นภาชนะที่ทนความร้อนสูง

ที่มา : " Applications and processing of ceramics" Willam D. Callister Jr(1994)

3.2.3 เหล็กกล้าไร้สนิม (stainless steel)

การทดลองใช้เหล็กกล้าไร้สนิมสองชนิดคือ เหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 430 และเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดพิเศษที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง ซึ่งเป็นเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดเฟอร์ริติก (ferritic) ทั้ง 2 ชนิด เหล็กกล้าไร้สนิมประเภทนี้เหมาะที่จะนำมาทำเป็นอินเตอร์คอนเนคเนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน ใกล้เคียงกับเซรามิกในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง มีความหนาแน่นสูงสามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดี นำไฟฟ้า สามารถต้านทานการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง และมีสมบัติทั่วไปดังแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติทั่วไปของเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดเฟอร์ริติก อิเล็กโทรด และอิเล็กโทรไลต์

สมบัติ / สารเคมี	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)	ค่า ส.ป.ส. การขยายตัวทางความร้อน (x 10^{-6}/°C)	ค่าการนำความร้อน (thermal conductivity) (W/m°C) RT
SS HITACHI	77.49 Fe, 0.002 S, 21.08 Cr, 0.46 Mn, 0.038 C,0.068 V, 0.68 Si, 0.14 Al, 0.03 Co, 0.003 P	10.0 RT ถึง 100°C 10.5 400°C	25

ตารางที่ 3.5 (ต่อ)

สมบัติ / สารเคมี	องค์ประกอบทางเคมี (wt%)	ค่า ส.ป.ส. การขยายตัวทางความร้อน (x 10^{-6}/ $^{\circ}$C)	ค่าการนำความร้อน (thermal conductivity) (W/m$^{\circ}$C) RT
SS 430	82.46Fe, 16.54Cr, 0.28Mn, 0.11Cu, 0.067C, 0.119V, 0.38Si, 0.01Al, 0.01Co, 0.02P	10.0 RT ถึง 100°C 10.5 400°C	-
YSZ	8 mol% Y_2O_3 , 92 mol% ZrO_2	10.8 100°C ถึง 1000°C	-
LSM	La_2O_3 , $SrCO_3$, Mn_2O_3	11.2 25°C ถึง 1100°C	-
Ni / YSZ	Ni, 8 mol% Y_2O_3 , 92 mol% ZrO_2	12.5	-

ที่มา : ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต

3.2.4 เส้นใยเซรามิก

เส้นใยเซรามิกที่ใช้ในการทดลองใช้เกรด Nextel™ 650 เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีประกอบด้วยเซอร์โคเนีย (ZrO_2) และอิตเตรีย (Y_2O_3) ซึ่งมีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกับอิเล็กโทรไลต์ในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง และมีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนสูง มีสมบัติทั่วไปดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติทั่วไปของเส้นใยเซรามิก Nextel™ 650

องค์ประกอบทางเคมี (wt%)	89 Al_2O_3 10 ZrO_2 1 Y_2O_3
จุดหลอมเหลว ($^{\circ}$C)	1710
เส้นผ่านศูนย์กลาง (filament diameter) (μm)	10-12
ขนาดของผลึก (crystal size) (nm)	<500
เฟสของผลึก (crystal phase)	α- Al_2O_3 + yittria stabilized zirconia
ความหนาแน่น (g/cc)	4.10
ความทนแรงดึง (filament tensile strength) (MPa)	2550
ค่ามอดูลัสแรงดึง(filament tensile modulus) GPa)	358
ค่า ส.ป.ส. การขยายตัวทางความร้อน (x 10^{-6}/ $^{\circ}$C) 100-1100 $^{\circ}$C	8.0

ที่มา : ข้อมูลจากบริษัทผู้ผลิต 3M

3.2.5 แคโทด (cathode) มีสูตรเคมีคือ $La_{0.8}Sr_{0.2}MnO_3$ (LSM) ผงได้จากการเตรียมจากห้องปฏิบัติการภาควิศวกรรมวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี โดยใช้ผงแลนทานัม (III) ออกไซด์ (La_2O_3) ของบริษัท Alfa Aesar มีความบริสุทธ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเฉลี่ย 44 ไมครอน สทรอนเซียมคาร์บอเนต ($SrCO_3$) ของบริษัท Alfa Aesar มีความบริสุทธ์ 99 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเฉลี่ย 1 ไมครอน และแมงกานีส (III) ออกไซด์ (Mn_2O_3) มีความบริสุทธ์ 98 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเฉลี่ย 44 ไมครอน

3.2.6 อิเล็กโทรไลต์ ของบริษัท Daiichi ขนาดเฉลี่ย 0.4 ไมครอน ประกอบด้วย อิตเตรีย (Y_2O_3) 8 โมลเปอร์เซ็นต์ และเซอร์โคเนีย (ZrO_2) 92 โมลเปอร์เซ็นต์ มีสัญลักษณ์คือ 8YSZ

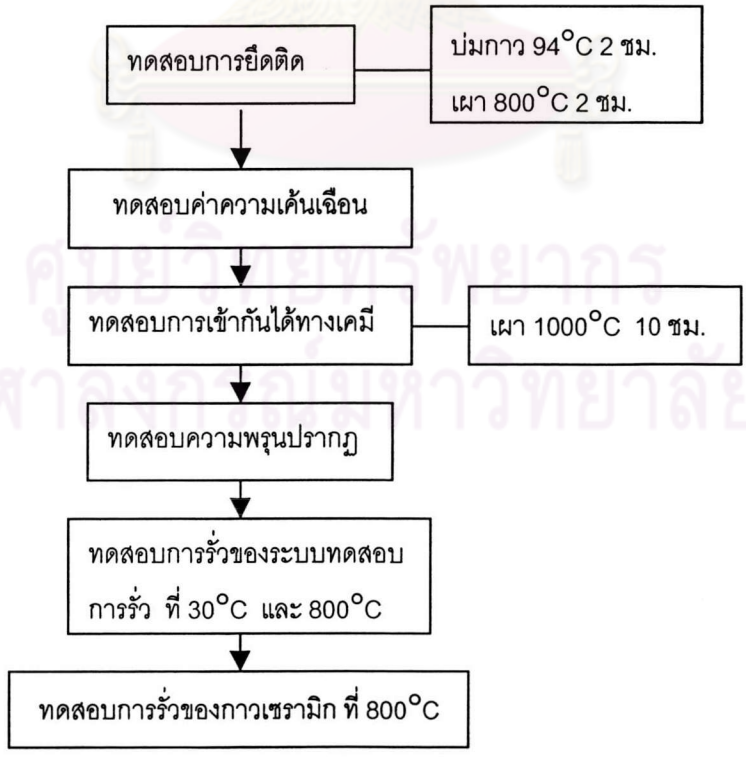
3.2.7 แอโนด (anode) เตรียมโดยนำผงโลหะนิกเกิล มีความบริสุทธ์ 99.8 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเฉลี่ย 37 ไมครอน ผสมกับผงอิเล็กโทรไลต์ (8YSZ) ในอัตราส่วน 60 : 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

3.2.8 สารเติมแต่ง (additive) สารเติมแต่งที่ใช้ในการทดลองคือ โซเดียมอะลูมิเนต ($NaAlO_2$)

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

3.3.1. กาวเซรามิก

ขั้นตอนโดยสรุปแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

รายละเอียดของขั้นตอนและวิธีการทดลองมีดังนี้

3.3.1.1. การเลือกใช้กาวเซรามิกทำการทดลอง

การเลือกใช้กาวเซรามิกจะเลือกใช้กาวเซรามิกที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน สูงใกล้เคียงกับ อิเล็กโทรด อิเล็กโทรไลต์ และอินเตอร์คอนเนคในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง ซึ่งมีค่าอยู่ในช่วง $10 - 13 \times 10^{-6} / °C$ เนื่องจากการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็งต้องผ่านวัฏจักรความร้อน ถ้ากาวเซรามิกมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนแตกต่างกับเซรามิกที่เป็นส่วนประกอบในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็งมาก จะก่อให้เกิดความเครียด (stress) [2] ในกาวเซรามิกหรือ / และเซรามิกที่เป็นส่วนประกอบในเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง จะทำให้เซลล์เกิดความเสียหายแตกหักได้

3.3.1.2. การทดสอบการยึดติดของกาวเซรามิกกับเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดพิเศษที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง และเพลเล็ต (pellet) ของอิเล็กโทรไลต์ (8YSZ)

การเตรียมชิ้นงาน

(1) ตัดเหล็กกล้าไร้สนิมชนิดพิเศษที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง ขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 10 มิลลิเมตร จากนั้นทำความสะอาดด้วยอะซิโตน (acetone)

(2) นำผงอิเล็กโทรไลต์ (8YSZ) มาอัดเป็นเพลเล็ต (pellet) โดยนำผงใส่ลงในแม่แบบ (mold) เส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร แล้วกดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (hydrolic pressing) ด้วยความดัน 80 MPa จากนั้นนำไปเผาผนึก (sintering) ในเตาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิสูง 1550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อเตาเย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง ทำความสะอาดเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ด้วยอะซิโตน

(3) นำกาวเซรามิก 516, 571, 569, 575, 584, 586, 685, 835, และ 3062 ผสมของเหลวอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.3 จากนั้นทาลงบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยสแพทูลา (spatula) ให้กาวหนา 0.5 มิลลิเมตร แล้วนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมอีกหนึ่งแผ่นปิดทับลงบนกาว

(4) ทำเหมือนข้อ (3) แต่เปลี่ยนจากเหล็กล้าไร้สนิมเป็นเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์

(5) นำกาวเซรามิกที่ติดอยู่กับเหล็กกล้าไร้สนิมและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ในข้อ (3) และ (4) มาทำการบ่ม (cure) ที่อุณหภูมิ 94 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการใช้งานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่ม และลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

ทดสอบการยึดติดโดยสังเกตด้วยตาเปล่า

3.3.1.3. การทดสอบการเข้ากันได้ทางเคมีของกาวเซรามิก กับอิเล็กโทรไลต์ อิเล็กโทรด และอินเตอร์คอนเนค

การทดสอบจะเลือกเฉพาะกาวเซรามิกที่สามารถติดได้ดีกับเหล็กกล้าไร้สนิมและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์เท่านั้น ในภาวะออกซิไดซิง (oxidizing) และ รีดิวซิง (reducing)

ทดสอบการเข้ากันได้ทางเคมีในภาวะออกซิไดซิง

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำกาวเซรามิกหมายเลขทางการค้า 569, และ 586 โดยนำกาวเซรามิกแต่ละชนิดผสมกับผง LSM, Ni / 8YSZ, 8YSZ และผงหยาบของเหล็กกล้าไร้สนิมตามลำดับ ในอัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยโมล

(2) นำไปอัดเป็นเพลเล็ต โดยใช้แม่แบบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ใช้ความดันในการอัด 80 MPa

(3) นำไปเผาในเตาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบการเข้ากันได้ทางเคมีในภาวะรีดิวซิง

การเตรียมชิ้นงาน

(1) ทำเหมือนภาวะออกซิไดซิงแต่เปลี่ยนจากการเผาในเตาอุณหภูมิสูงที่มีแก๊สออกซิเจน มาเผาในเตาควบคุมบรรยากาศแบบท่อ โดยผ่านแก๊สไฮโดรเจน 7 เปอร์เซ็นต์ ในอาร์กอน อัตราการไหลของแก๊ส 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

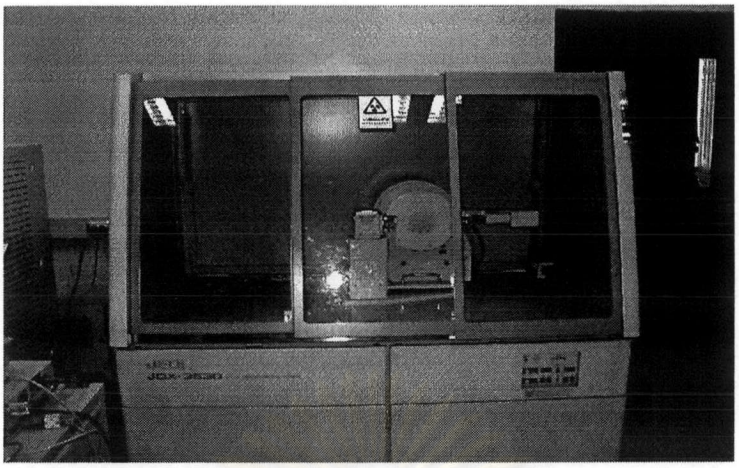
การทดสอบ

ทำการตรวจวิเคราะห์เฟส (phase analysis) ที่เกิดขึ้นในการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (XRD) JDX 3530 ของบริษัท JEOL ตามรูปที่ 3.2

(1) เตรียมตัวอย่างเป็นผงละเอียดหรือเพลเล็ต

(2) โรยผงลงบนแผ่นใส่ตัวอย่าง (sample holder)

(3) ตรวจวัดที่ภาวะของเครื่องมือดังนี้ Generator tension 30 กิโลโวลต์, Generatorcurrent 40 มิลลิแอมแปร์, Start angle 10 องศา, End angle 90 องศา, Target Cu และ Step angle 0.04 องศา



รูปที่ 3.2 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (XRD)

3.3.1.4. การทดสอบค่าความเค้นแรงเฉือนของกาวเซรามิกกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 430

การทดสอบจะเลือกเฉพาะกาวเซรามิกที่สามารถยึดติดได้ดีกับเหล็กกล้าไร้สนิมและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ คือกาวเซรามิกหมายเลข 569, 575 และ586 ซึ่งได้ผลจากการทดสอบการยึดติดของกาวเซรามิก

การเตรียมชิ้นงาน

(1) ตัดเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 430 ให้มีขนาดกว้าง 25.5 มิลลิเมตร ยาว 102 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร

(2) ทากาวเซรามิก 569 บนปลายข้างหนึ่งของเหล็กกล้าไร้สนิม 430 ด้วยสเพทูลา โดยทากาวให้มีขนาด ยาว 25.5 มิลลิเมตร กว้าง 16 มิลลิเมตร สูง 0.5 มิลลิเมตร จากนั้นนำปลายเหล็กกล้าไร้สนิมอีกหนึ่งแผ่นปิดทับลงบนกาวเซรามิกให้สนิทพอดี โดยระยะการซ้อนทับ (overlap) เท่ากับความกว้างของกาวเซรามิก 16 มิลลิเมตร

(3) ทำการบ่มกาวเซรามิกที่ติดอยู่กับเหล็กกล้าไร้สนิม ในเตาอุณหภูมิสูง 1,500 องศาเซลเซียส โดยบ่มที่อุณหภูมิ 94 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(4) ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ (2) แต่เปลี่ยนจากกาวเซรามิกหมายเลข 569 เป็นหมายเลข 575 และ586 ตามลำดับ อัตราส่วนผสมผงกาวกับของเหลวดังตารางที่ 3.3

การทดสอบ

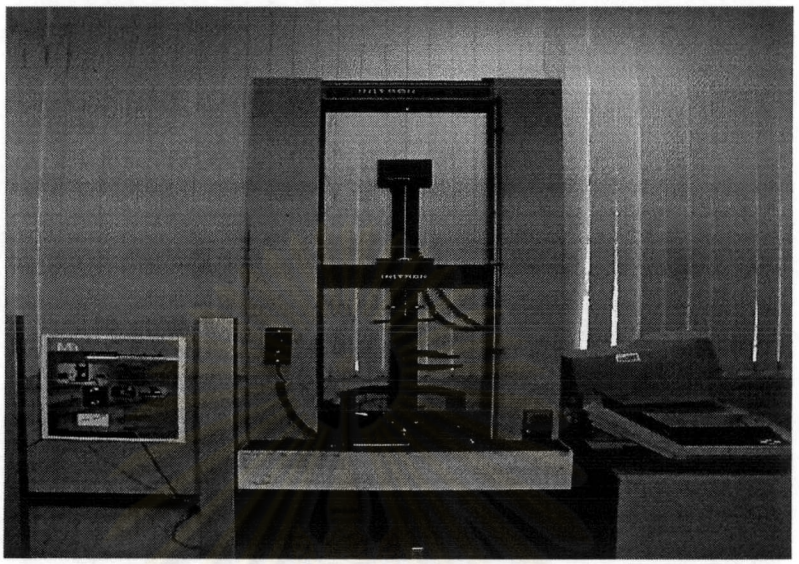
ตรวจสอบด้วยค่าความเค้นแรงเฉือน โดยใช้เครื่องทดสอบกำลังอัดประลัย (universal testing machine) ตามรูปที่ 3.3 วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM D1002

(1) ใส่ชิ้นงานที่จะทำการทดสอบที่ปากกาจับ (grip)

(2) ทดสอบโดยทำการดึงด้วยอัตรา 1.3 มิลลิเมตรต่อนาที จนชิ้นงานแตกหัก

การวิเคราะห์ผล

หาค่าเฉลี่ยจากจำนวนตัวอย่าง 10 ตัวอย่าง



รูปที่ 3.3 เครื่องทดสอบกำลังอัดประลัย

3.3.1.5. ทดสอบความพรุนปรากฏ (apparent porosity, %)

เนื่องจากความพรุนปรากฏทำให้เกิดการรั่วของแก๊ส เพราะเกิดการเชื่อมต่อของรูพรุนในกาวเซรามิก [37] การทดสอบจะเลือกเฉพาะกาวเซรามิกที่สามารถยึดติดได้ดีกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ คือกาวเซรามิกหมายเลข 569, 575 และ 586 ซึ่งได้ผลการทดลองมาจากการทดสอบการยึดติดของกาวเซรามิก

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำผงกาวเซรามิกหมายเลข 575 และ 586 ผสมน้ำกลั่นในอัตราส่วนตามตารางที่ 3.3 ยกเว้นกาวเซรามิกหมายเลข 569 เนื่องจากเป็นกาวสำเร็จรูป

(2) นำกาวเซรามิกแต่ละชนิดที่ผสมน้ำกลั่นแล้ว เทลงในแม่แบบที่ทำจากกระดาษแข็งขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร สูง 10 มิลลิเมตร ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 8 ชั่วโมง

(3) แกะกล่องกระดาษออก นำกาวเซรามิกไปบ่มที่อุณหภูมิ 94 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM C 373

(1) นำกาวเซรามิกที่ผ่านการเผามาต้มในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ 1 คืน

(2) นำกาวเซรามิกที่ผ่านการต้มไปชั่งในน้ำ จะได้น้ำหนักแขวนลอย (suspended weight) จากนั้นนำกาวเซรามิกไปเช็ดด้วยผ้าฝ้าย (cotton) เปียกน้ำหมาดแล้วนำไปชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่งจะได้น้ำหนักอิ่มตัว (saturated weight) ต่อจากนั้นนำชิ้นงานไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 30 นาที นำไปชั่งจะได้น้ำหนักแห้ง (dry weight)

การวิเคราะห์ผล

คำนวณหาค่าความพรุนปรากฏจากความสัมพันธ์

เปอร์เซ็นต์ความพรุนปรากฏ (%) = [(W-D) / (W-S)] X100 .....3.1

W คือ น้ำหนักอิ่มตัว

D คือ น้ำหนักแห้ง

S คือ น้ำหนักแขวนลอย

หาค่าเฉลี่ยจากจำนวนตัวอย่าง 5 ตัวอย่างต่ออุณหภูมิเผาหนึ่งค่า

3.3.1.6. การทดสอบการรั่วของระบบชุดทดสอบการรั่วที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

เนื่องจากระบบประกอบด้วยข้อต่อ (fitting) หลายจุด ดังนั้นชุดทดสอบการรั่วจึงเกิดการรั่วของระบบขึ้น

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง ขนาดกว้าง 50 มิลิเมตร ยาว 50 มิลิเมตร หนา 10 มิลลิเมตร มาเจาะรูตรงกลาง จากนั้นนำท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว 2 ท่อ ใส่ลงไปในรูที่เจาะไว้ทั้ง 2 ด้าน เชื่อมท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316 กับหน้าแปลนเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษด้วยลวดเชื่อมเหล็กกล้าไร้สนิม TGS 308 ที่ด้านบนและด้านล่างของหน้าแปลนเหล็กกล้าไร้สนิม

(2) นำเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่เชื่อมด้วยท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316 ไปประกอบกับชุดทดสอบการรั่ว โดยทำการทดสอบการรั่วที่อุณหภูมิห้อง วัดปริมาตรการรั่วพร้อมกับจับเวลา จากนั้นทำการวัดการรั่วที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที วัดปริมาตรการรั่วพร้อมกับจับเวลา วัดอัตราการรั่วมีหน่วย ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

การทดสอบการรั่ว

ทดสอบการรั่วของแก๊สโดยใช้เครื่องทดสอบความสามารถป้องกันการรั่วของแก๊สของประเก็น (method for sealability of gasket materials) วิธีทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM F 37-89 ตามรูปที่ 3.4

(1) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊สที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

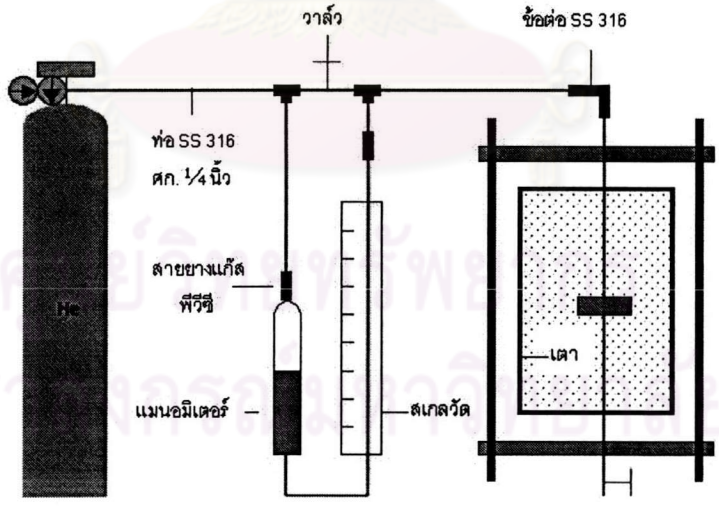
(2) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์ (manometer) และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(3) ปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียว

(4) วัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เลื่อนขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min



รูปที่ 3.4 ชุดทดสอบการรั่วของระบบ

3.3.1.7 การทดสอบการรั่วของกาวเซรามิกกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่ใช้สำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบออกไซด์ของแข็ง ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

การทดสอบจะเลือกเฉพาะกาวเซรามิกที่สามารถยึดติดได้ดีกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ คือกาวเซรามิกหมายเลข 569, 575 และ 586 ได้ผลการทดลองจากการยึดติดของกาวเซรามิก

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำหน้าแปลน (flange) ที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ 2 ชิ้น ขนาดกว้าง 50 มิลลิเมตร ยาว 50 มิลลิเมตร หนา 10 มิลลิเมตร เจาะรูตรงกลางและเชื่อมเข้ากับท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว 2 ท่อ ด้วยลวดเชื่อมเหล็กกล้าไร้สนิม TGS 308L จากนั้นทำความสะอาดผิวหน้าแปลนโดยการเช็ดด้วยอะซิโตน

(2) นำแม่แบบพลาสติกหนา 0.5 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางวงนอก 28 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางวงใน 14 มิลลิเมตร ติดลงบนหน้าแปลนชิ้นหนึ่ง

(3) นำกาวเซรามิกหมายเลข 569 ซึ่งเป็นกาวสำเร็จรูปหล่อลงในแม่แบบพลาสติก เมื่อกาวเต็มแม่แบบแล้วดึงแม่แบบออก จากนั้นนำหน้าแปลนชิ้นที่เหลือมาประกบบนกาวเซรามิก ทิ้งไว้ให้แห้ง 8 ชั่วโมง

(4) นำกาวเซรามิกที่ถูกประกบด้วยหน้าแปลน ไปประกอบกับชุดทดสอบการรั่วของแก๊ส ใช้น้ำหนัก 8,100 กรัม กดทับลงหน้าแปลนด้านที่เชื่อมกับท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316

(5) ทำการทดสอบการรั่วของกาวเซรามิกตัวที่เหลือคือ 575 และ 586 โดยอัตราส่วนผสมของผงกาวกับน้ำเป็นไปตามตาราง 3.3 โดยขั้นตอนการทดสอบการรั่วเหมือนกาวเซรามิก 569

วิธีการทดสอบ

ทดสอบการรั่วของแก๊สโดยใช้เครื่องทดสอบความสามารถป้องกันการรั่วของแก๊สของประเก็น (method for sealability of gasket materials) ตามรูปที่ 3.5 วิธีทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM F 37-89

(1) บ่มกาวเซรามิกในเตาอุณหภูมิสูงที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วที่อุณหภูมิ 94 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทดสอบการรั่วของแก๊ส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(2) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊สที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

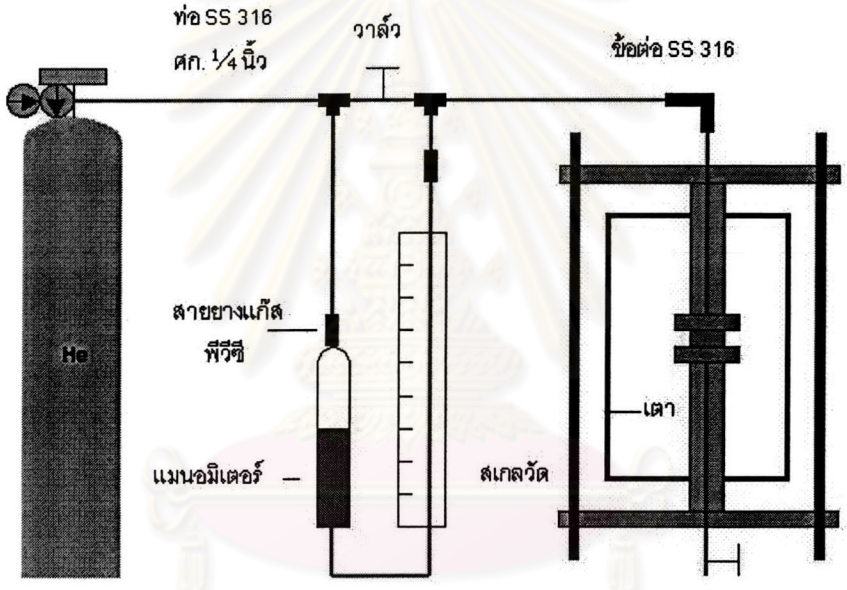
(3) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(4) ปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียว

(5) วัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เพิ่มขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min

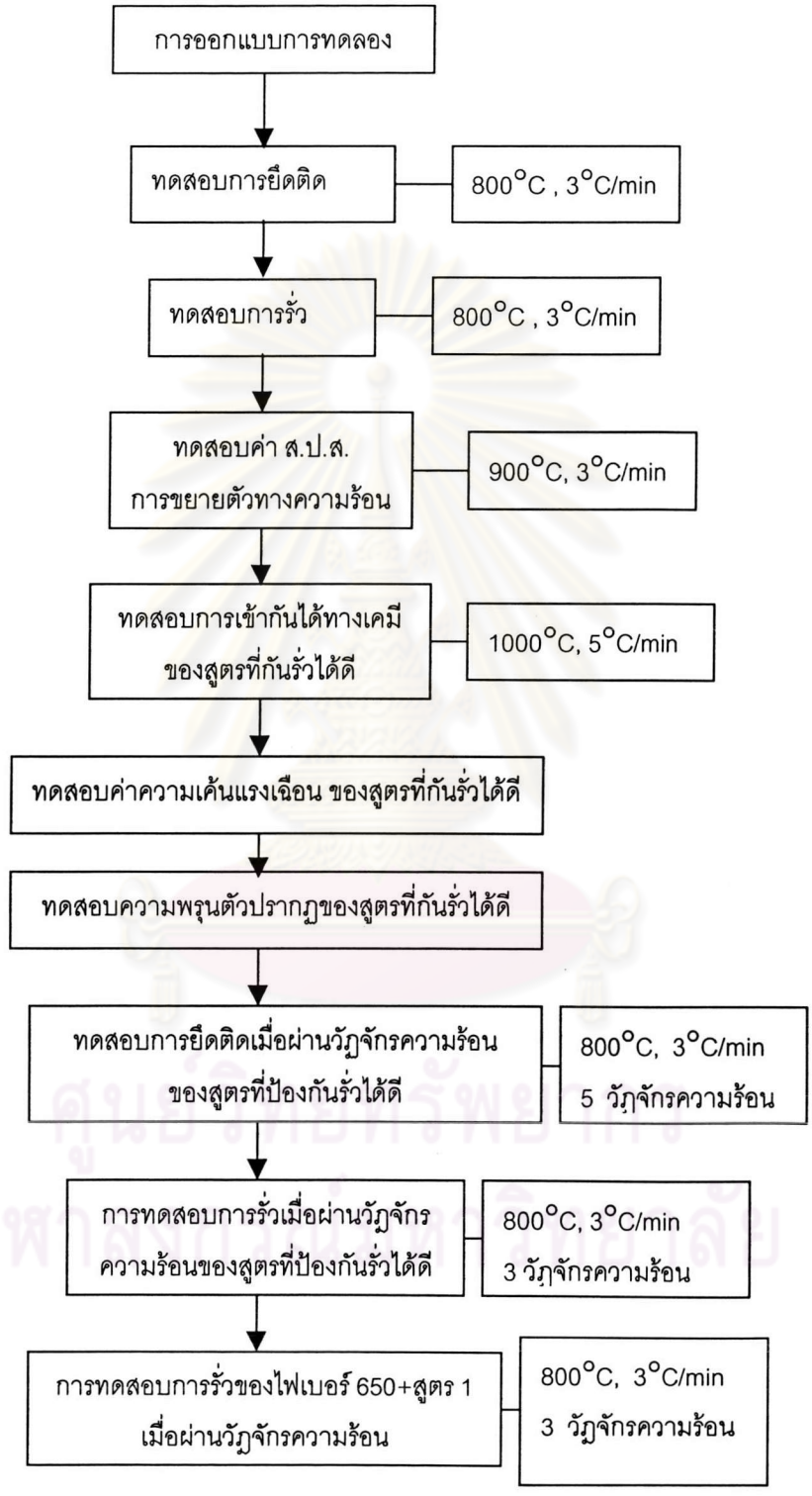


รูปที่ 3.5 ชุดทดสอบการรั่วของวัสดุป้องกันแก๊สรั่ว

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.2. วัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ (composite seal)

ขั้นตอนสรุปแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 แผนภูมิแสดงขั้นตอนและวิธีการทดลอง

3.3.2.1. การออกแบบการทดลอง

วัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบในการทดลองใช้แก้วไพเรกซ์ (pyrex) กับผงอิเล็กโทรไลต์ (8YSZ) และสารเติมแต่ง ($NaAlO_2$) ในอัตราส่วนต่างๆกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุด การทดลองเป็นไปดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7. การออกแบบการทดลองเพื่อหาส่วนผสมที่สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุด

สูตรที่	อัตราส่วนเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก		
	8YSZ	PYREX	$NaAlO_2$
1	20	80	-
2	30	70	-
3	40	60	-
4	25	75	-
5	25	65	10

3.3.2.2. ทดสอบการยึดติดของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำหน้าแปลน (flange) 2 ชิ้น ซึ่งทำมาจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ มาเจาะรูตรงกลางทั้ง 2 ชิ้น เชื่อมเข้ากับท่อเหล็กกล้าไร้สนิมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว มาทำความสะอาดด้วยอะซิโตน บนหน้าแปลนที่ไม่ได้ถูกเชื่อมด้วยท่อ

(2) นำแม่แบบพลาสติกหนา 0.5 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางวงนอก 28 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางวงใน 14 มิลลิเมตร ติดลงบนหน้าแปลนชิ้นหนึ่ง

(3) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 ดังแสดงในตารางที่ 3.7 ผสมกับน้ำกลั่น ในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยบดผสมในอาเกต (agate) ให้ส่วนผสมมีลักษณะเหมือนกาวแป้งเปียก (paste) หล่อลงในแม่แบบพลาสติกเมื่อหล่อเต็มแล้วดึงแม่แบบออก

(4) ทดสอบการรั่วของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบที่เหลือทุกสูตร โดยมีขั้นตอนเหมือนสูตรที่ 1

การทดสอบ

(1) นำหน้าแปลนชิ้นที่เหลือประกบลงบนกาวเซรามิก นำไปประกอบกับชุดทดสอบการรั่ว ทิ้งไว้ให้แห้ง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(2) ทำการทดสอบการรั่วที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทดสอบการรั่วของแก๊ส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(3) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊สที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

(4) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(5) ปิดวาล์ลที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียว

(6) วัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เลื่อนขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรเฉลี่ยของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min

3.3.2.3. การทดสอบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบทุกสูตรในตารางที่ 3.7 ใส่ลงในแม่แบบเหล็กกล้าไร้สนิม ขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 40 มิลลิเมตร สูง 15 มิลลิเมตร นำไปอัดเป็นแท่ง (bar) โดยใช้ความดัน 100 MPa

(2) นำไปเผาผนึกในเตาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 800°C [38] เป็นเวลา 10 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

(1) นำชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกไปตัดให้มีขนาด กว้าง 5 มิลลิเมตร ยาว 8 มิลลิเมตร สูง 5 มิลลิเมตร แล้วนำไปทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนด้วยเครื่องไดลาโตมิเตอร์

(2) นำชิ้นงานไปทดสอบในเครื่องไดลาโตมิเตอร์ เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.2.4. ทดสอบหาค่าความเค้นแรงเฉือน

การทดสอบจะเลือกทดสอบวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ สูตรที่สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุด 2 สูตร คือสูตรที่ 1 และ 5 เท่านั้น ได้ผลจากการทดสอบการรั่วของแก๊สดังในตารางที่ 3.7

การเตรียมชิ้นงาน

(1) ผสมวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 ผสมกับน้ำกลั่นในอาเกต อัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก

(2) ป้ายลงบนปลายข้างหนึ่งของเหล็กกล้าไร้สนิม 430 ขนาดกว้าง 25.5 มิลลิเมตร ยาว 102 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร โดยขนาดของการป้ายเหมือนกับการทดลองหาค่าความเค้นแรงเฉือนของกาวเซรามิก ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 2 ชั่วโมง

(3) ทำการเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 800 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้ 2 ชั่วโมง โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

นำไปทดสอบหาค่าความเค้นแรงเฉือนด้วยเครื่องทดสอบกำลังอัดประลัย (universal testing machine) วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM D1002

(1) ใส่ชิ้นงานที่จะทำการทดสอบที่ปากกาจับ (grip)

(2) ทดสอบโดยทำการดึงด้วยอัตรา 1.3 มิลลิเมตรต่อนาที จนชิ้นงานแตกหัก

การวิเคราะห์ผล

หาค่าเฉลี่ยจากจำนวนตัวอย่าง 10 ตัวอย่าง

3.3.2.5. ทดสอบการเข้ากันได้ทางเคมีของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุผสมกับ แอโนด แคโทด อิเล็กโทรไลต์ และอินเตอร์คอนเนค ในภาวะออกซิไดซิง และรีดิวซิง

ภาวะออกซิไดซิง

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบเชิงประกอบสูตรที่ 1 และ 5 แต่ละชนิด ผสมกับผงแคโทด (LSM) อัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยโมล โดยทำการบดผสมในอาเกต

(2) นำผงที่บดผสมแล้วในอาเกตไปอัดเป็นเพลเล็ต โดยใส่ลงในแม่แบบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ใช้ความดัน 80 MPa

(3) ทำเหมือนกับข้อ (1) และ (2) แต่เปลี่ยนจากผงแคโทด เป็นผงแอโนด (Ni / 8YSZ), อิเล็กโทรไลต์ (8YSZ) และอินเตอร์คอนเนค (เหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ)

(4) นำเพลเล็ตไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ในเตาอุณหภูมิสูง 1550 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้ 10 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ภาวะรีดิวซิง

(1) ทำเหมือนภาวะออกซิไดซิง แต่เปลี่ยนจากการเผาในบรรยากาศของออกซิเจนมาเป็นแก๊สไฮโดรเจน 7 เปอร์เซ็นต์ในแก๊สอาร์กอน โดยเผาในเตาควบคุมบรรยากาศแบบท่อ อัตราการไหลของแก๊ส 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

การทดสอบ

ทำการตรวจวิเคราะห์เฟส (phase analysis) ที่เกิดขึ้นในการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (XRD) JDX 3530 ของบริษัท JEOL การเตรียมตัวอย่าง และภาวะการทดสอบเหมือนกับกาวเซรามิก หน้า 28

3.3.2.6 ทดสอบการยึดติดและการแพร่ของธาตุของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ เมื่อผ่านวัฏจักรความร้อนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส 5 วัฏจักร วัฏจักรละ 12 ชั่วโมง

การเตรียมชิ้นงาน

การทดสอบจะเลือกทดสอบวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ สูตรที่สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุด 2 สูตร คือสูตรที่ 1 และ 5 เท่านั้น ดังในตารางที่ 3.7

(1) ตัดเหล็กกล้าไร้สนิมออกเป็นขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร ทำความสะอาดพื้นผิวด้วยอะซิโตน

(2) ผสมวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 กับน้ำกลั่นในอาเกต อัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก

(3) ทาบนเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยสแพทูลา ให้มีความหนา 0.5 มิลลิเมตร จากนั้นปิดทับด้วยเหล็กกล้าไร้สนิมอีกแผ่นหนึ่ง ตั้งทิ้งไว้ให้แห้งเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(4) ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ (1), (2) และ (3) แต่เปลี่ยนจากสูตรที่ 1 เป็นสูตรที่ 5

(5) นำชิ้นงานไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้ 12 ชั่วโมง และลดอุณหภูมิมาที่อุณหภูมิห้อง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที นับเป็นหนึ่งวัฏจักรความร้อน

(6) ทำซ้ำข้อ (5) อีก 4 ครั้ง รวมเป็น 5 วัฏจักรความร้อน

การทดสอบ

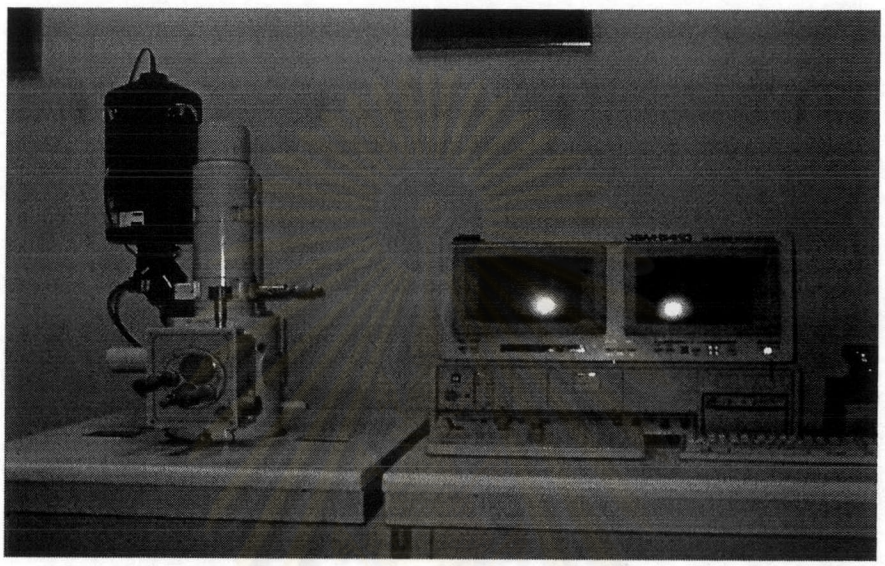
(1) ทดสอบการยึดติดด้วยตาเปล่า

(2) ตรวจสอบโครงสร้างและการแพร่ของธาตุระหว่างเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษกับวัสดุป้องกับแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) ตามรูปที่ 3.7

- ขัดชิ้นงานด้วยกระดาษทรายซิลิกอนคาไบด์ (SiC) เบอร์ 180, 320, 800, 1000, 1200 และ 2400 จากนั้นขัดเงาด้วยผงเพชร (dimond paste) ขนาด 6, 3 และ 1 ไมครอน ตามลำดับ

- เคลือบผิวชิ้นงานด้วยทอง

- ดูโครงสร้าง และการแพร่ของธาตุด้วย EDX (energy dipersive x –ray)



รูปที่ 3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.2.7. ทดสอบความพรุนปรากฏ

เนื่องจากความพรุนปรากฏทำให้เกิดการรั่วของแก๊ส เพราะเกิดการเชื่อมต่อของรูพรุนในกาวเซรามิก การทดสอบจะเลือกเฉพาะสูตรที่สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุดคือ สูตรที่ 1 และ 5 ได้ผลจากการทดสอบการรั่วของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ

การเตรียมชิ้นงาน

(1) ผสมผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 กับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในอาเกตบดผสมจนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก

(2) เทลงในในแม่แบบกระดาษแข็ง ขนาดกว้าง 10 มิลลิเมตร ยาว 20 มิลลิเมตร สูง 10 มิลลิเมตร ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 2 ชั่วโมง

(3) ทำซ้ำข้อ (1) และ (2) แต่เปลี่ยนจากสูตรที่ 1 เป็นสูตรที่ 5

(4) แกะแม่แบบออกนำไปเผาผนึกที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิมาที่อุณหภูมิห้อง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

วิธีการทดสอบ อ้างตามมาตรฐาน ASTM C 373 โดยการทดสอบเหมือนกับกาวเซรามิก หน้า 30

3.3.2.8. ทดสอบการรั่วของแก๊สกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษและเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยผ่านวัฏจักรความร้อน

การทดสอบจะเลือกเฉพาะสูตรที่สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีที่สุดคือ สูตรที่ 1 และ 5 ได้ผลจากการทดสอบอัตราการรั่วของแก๊ส

วัดอัตราการรั่วของแก๊สกับเพลเล็ตอิเล็กโทรไลต์

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำผงอิเล็กโทรไลต์ (8YSZ) ไปอัดเป็นเพลเล็ตโดยใช้แม่แบบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตร ใช้ความดัน 100 MPa

(2) นำไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นลดอุณหภูมิมาที่อุณหภูมิห้อง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

(3) นำเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ที่ผ่านการเผามาเจาะรูตรงกลางขนาด 2 มิลลิเมตร

(4) นำไปเผาผนึกในเตาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 1550 องศาเซลเซียส คงไว้ที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

(5) ทำความสะอาดเพลเล็ตอิเล็กโทรไลต์ด้วยอะซิโตน จากนั้นนำแม่แบบพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางวงนอก 28 มิลลิเมตร วงใน 14 มิลลิเมตร ติดบนเพลเล็ตทั้ง 2 ด้าน

(6) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 ผสมกับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในอาเกตบดผสมจนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก

(7) หล่อลงในแม่แบบที่ติดอยู่บนเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ทั้ง 2 ด้าน

(8) ดึงแม่แบบออก นำไปวางบนหน้าแปลนที่ใช้สำหรับทดสอบการรั่วของแก๊สชิ้นหนึ่ง จากนั้นนำหน้าแปลนอีกหนึ่งชิ้น วางทับลงไปบนวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบที่หล่ออยู่บนเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ โดยให้หน้าแปลนทั้ง 2 ชิ้นเสมอกัน

(9) นำไปไว้ในเตาท่อแบบตั้งและประกอบท่อเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 316 ที่เชื่อมติดอยู่กับหน้าแปลนเข้ากับชุดทดสอบการรั่ว ใช้แท่งเหล็กสี่เหลี่ยมผืนผ้าน้ำหนัก 8,100 กรัม กดทับลงบนหน้าแปลน ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 2 ชั่วโมง วัดอัตราการรั่วของแก๊สที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

(10) วัดอัตราการรั่วของแก๊สหลังจากผ่าน 3 วัฏจักรความร้อน โดยการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้อง ไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ทำการวัดอัตราการรั่วของแก๊ส เมื่อวัดเสร็จแล้วลดอุณหภูมิลง นับเป็นหนึ่งวัฏจักรความร้อน โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

(1) เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทดสอบการรั่วของแก๊ส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(2) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊ส (regulator) ที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

(3) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(4) ปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียว วัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เลื่อนขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรเฉลี่ยของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min

การวัดอัตราการรั่วของแก๊สกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำหน้าแปลนที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่ใช้สำหรับการทดสอบการรั่วของแก๊ส 2 อัน ทำความสะอาดด้วยอะซิโตน

(2) นำแม่แบบพลาสติกหนา 0.5 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางวงนอก 28 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางวงใน 14 มิลลิเมตร ติดลงบนหน้าแปลนชิ้นหนึ่ง

(3) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุผสมสูตรที่ 1 ผสมกับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในอาเกตบดผสมจนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก หล่อลงในแม่แบบพลาสติก เมื่อกาวเต็มแม่แบบแล้วดึงแม่แบบออก จากนั้นนำหน้าแปลนชิ้นที่เหลือมาประกบทับด้านบนโดยให้หน้าแปลนเสมอกัน

(4) นำไปไว้ในเตาท่อแบบตั้งและประกอบท่อเหล็กกล้าไร้สนิมที่เชื่อมติดอยู่กับหน้าแปลนเข้ากับชุดทดสอบการรั่ว ใช้แท่งเหล็กสี่เหลี่ยมผืนผ้าน้ำหนัก 8,100 กรัม กดทับลงบนหน้าแปลน ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 2 ชั่วโมง

(5) วัดอัตราการรั่วของแก๊สหลังจากผ่าน 3 วัฏจักรความร้อน โดยการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้อง ไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ทำการวัดอัตราการรั่วของแก๊ส เมื่อวัดเสร็จแล้วลดอุณหภูมิลง นับเป็นหนึ่งวัฏจักรความร้อน โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การทดสอบ

(1) เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทดสอบการรั่วของแก๊ส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(2) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊ส (regulator) ที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

(3) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(4) ปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียววัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เพิ่มขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรเฉลี่ยของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min

3.3.2.9. การทดสอบการรั่วเมื่อนำเซรามิกไฟเบอร์ 650 มาใช้ร่วมกับวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ กับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

การทดสอบเลือกวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 มาใช้ร่วมกับเส้นใยเซรามิก 650 เนื่องจากสูตรที่ 1 สามารถป้องกันการรั่วของแก๊สได้ดีเมื่อทดสอบกับเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษ และเพลเล็ตของอิเล็กโทรไลต์ โดยการทดสอบแบ่งเป็น 2 แบบ คือแบบที่หนึ่งเซรามิกไฟเบอร์ 650 ถูกประกบอยู่ระหว่างวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 และแบบที่สองเซรามิกไฟเบอร์ 650 เรียงสลับกับวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1

แบบที่หนึ่งเซรามิกไฟเบอร์ 650 ถูกประกบอยู่ระหว่างวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำหน้าแปลนที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่ใช้สำหรับการทดสอบการรั่วของแก๊ส 2 อัน ทำความสะอาดด้วยอะซิโตน

(2) นำแม่แบบพลาสติกหนา 0.5 มิลลิเมตร มีเส้นผ่านศูนย์กลางวงนอก 28 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางวงใน 14 มิลลิเมตร ติดลงบนหน้าแปลนทั้งสองชิ้น

(3) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 ผสมกับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในอาเกตบดผสมจนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก หล่อลงในแม่แบบพลาสติก เมื่อกาวเต็มแม่แบบแล้วดึงแม่แบบออก

(4) นำเซรามิกไฟเบอร์ 650 เรียงบนวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ โดยเรียงทับพื้นที่ทั้งหมดของวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ จากนั้นนำหน้าแปลนที่หล่อด้วยวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบชิ้นที่เหลือวางทับลงบนเซรามิกไฟเบอร์ 650

(5) นำไปไว้ในเตาท่อแบบตั้งและประกอบท่อเหล็กกล้าไร้สนิมที่เชื่อมติดอยู่กับหน้าแปลนเข้ากับชุดทดสอบการรั่ว ใช้แท่งเหล็กสี่เหลี่ยมผืนผ้าน้ำหนัก 8,100 กรัม กดทับลงบนหน้าแปลน ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง 2 ชั่วโมง

แบบที่สองเซรามิกไฟเบอร์ 650 เรียงสลับกับวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1

การเตรียมชิ้นงาน

(1) นำหน้าแปลนที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมเกรดพิเศษที่ใช้สำหรับการทดสอบการรั่วของแก๊ส 2 อัน ทำความสะอาดด้วยอะซิโตน

(2) นำผงวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสูตรที่ 1 ผสมกับน้ำกลั่นในอัตราส่วน 85 ต่อ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในอาเกตบดผสมจนมีลักษณะคล้ายกาวแป้งเปียก

(3) นำเซรามิกไฟเบอร์ 650 เรียงสลับกับวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบบนหน้าแปลนทดสอบการรั่วของแก๊สชิ้นหนึ่ง โดยใช้สแพทูลาป้ายวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบให้มีความกว้าง 2 มิลลิเมตร เรียงสลับกันจำนวน 6 ชั้น ซึ่งประกอบด้วยเส้นใยเซรามิก 650 สามชั้น และวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบสามชั้น จากนั้นนำหน้าแปลนที่เหลือวางทับลงบนเส้นใยเซรามิก 650 ที่เรียงสลับกับวัสดุป้องกันแก๊สรั่วแบบวัสดุเชิงประกอบ โดยให้หน้าแปลนเสมอกัน

(4) นำไปไว้ในเตาท่อแบบตั้งและประกอบท่อเหล็กกล้าไร้สนิมที่เชื่อมติดอยู่กับหน้าแปลนเข้ากับชุดทดสอบการรั่ว ใช้แท่งเหล็กสี่เหลี่ยมผืนผ้าน้ำหนัก 8,100 กรัม กดทับลงบนหน้าแปลน ตั้งทิ้งไว้แห้ง 2 ชั่วโมง

การทดสอบ

(1) เพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทดสอบการรั่วของแก๊ส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

(2) ปล่อยแก๊สฮีเลียมจากถังแก๊สเข้าไปในชุดทดสอบการรั่วโดยการเปิดวาล์วที่หัวถังแก๊ส จากนั้นหมุนตัวปรับความดันแก๊ส (regulator) ที่เข้ามาในระบบทดสอบการรั่วให้มีค่า 2 psig

(3) เปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการรั่วซึ่งแก๊สจะไหลไปทั่วทั้งระบบ ทั้งทางแมนอมิเตอร์และหน้าแปลนทดสอบการรั่ว ทิ้งระบบให้เข้าสู่ภาวะสมดุลโดยใช้เวลา 2 นาที

(4) ปิดวาล์วที่อยู่ในชุดทดสอบการให้แก๊สไหลผ่านทางแมนอมิเตอร์รั่วทางเดียววัดปริมาณการรั่วของแก๊สโดยวัดปริมาตรของน้ำในแมนอมิเตอร์ที่เพิ่มขึ้นแทนที่แก๊สที่รั่วออกจากระบบพร้อมกับจับเวลา

(5) วัดอัตราการรั่วของแก๊สหลังจากผ่าน 3 วัฏจักรความร้อน โดยการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้อง ไปที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ทำการวัดอัตราการรั่วของแก๊ส เมื่อวัดเสร็จแล้วลดอุณหภูมิลง นับเป็นหนึ่งวัฏจักรความร้อน โดยอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเป็น 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

การวิเคราะห์ผล

วัดอัตราการรั่ว 3 ครั้ง นำปริมาตรเฉลี่ยของแก๊สที่รั่วหารด้วยเวลา จะได้อัตราการรั่วมีหน่วยเป็น cm^3/min

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย