

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

| ชื่อสาร | บริษัท |
|---|---------------|
| 1. กรดเฮกซะคลอโรแพลตินิก (Hexachloroplatinic acid Hydrate, 98%) | Fluka |
| 2. เนฟิออน (Nafion117, 5%wt) | Fluka |
| 3. เอทิลีน ไกลคอลไดเมทิลอีเทอร์ (Ethylene glycol dimethyl ether, 98%) | Fluka |
| 4. พอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (Polytetrafluoroethylene, 60%wt) | Aldrich |
| 5. ผงคาร์บอนวัลแคน (Carbon Vulcan XC-72) | Carbot |
| 6. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, 30%) | Carlo Erba |
| 7. เมทานอล (Methanol, 99.8%) | BDH |
| 8. เอทานอล (Ethanol, 99.9%) | MERCK |
| 9. 2-โพรพานอล (2-propanol, 99.99%) | Fisher |
| 10. กรดฟอร์มิก (Formic acid, 99%) | Carlo Erba |
| 11. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid, 98%) | Lab-scan |
| 12. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, 37%) | Carlo Erba |
| 13. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, anhydrous) | Ajax Finechem |
| 14. แอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium Chloride, anhydrous) | Ajax Finechem |
| 15. แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen, 99.999%) | Praxair |
| 16. แก๊สออกซิเจน (Oxygen, 99.999%) | Praxair |
| 17. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen, 99.99%) | Praxair |

3.2 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

| ชื่อวัสดุ | บริษัท |
|--|-------------|
| 1. อะเซทิลีนแบล็ค (Acetylene black, HICON BLACK 50P) | TPI |
| 2. เยื่อแผ่นเนฟิออน (Nafion 115, Nafion 212) | Electrochem |
| 3. ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมทางการค้า (Pt/C catalyst, 20%wt. Pt) | E-TEK |
| 4. ขั้วไฟฟ้าแพลทินัมทางการค้า (Pt/C electrode, 20%wt. Pt, 0.5 mg. Pt/cm ²) | E-TEK |
| 5. ผ้าคาร์บอน (Carbon cloth) | E-TEK |
| 6. เซลล์เชื้อเพลิงเดี่ยว (Fuel cell hardware, working area 5 cm ²) | Electrochem |

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ตู้อบ
2. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
3. ไมโครปีเปต
4. โถดูดความชื้น
5. เครื่องอัดรีด-เย็น (Compression Mould) รุ่น LP 20 ของบริษัท LABTECH
6. อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิก (Ultra sonic water bath)
7. pH Meter รุ่น CG840 ของบริษัท SCIENTIFIC PROMOTION
8. เครื่องแกว่งอื่น ๆ ในห้องปฏิบัติการ

3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

| เครื่องมือวิเคราะห์ | รุ่น | บริษัท |
|-------------------------------------|-------------|------------|
| 1. Potentiostat/Galvanostat | PG STATO 30 | AUTOLAB |
| 2. X-rays fluorescence | PE 2004 | Siemens |
| 3. X-rays diffractometer | D8 Discover | Bruker AXS |
| 4. Transmission electron microscope | JEM 1230 | Jeol |

3.5 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.5.1 การเตรียมแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินต

1. เตรียมกรดเฮกซะคลอโรแพลททินิกความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตรปริมาตร 10 มิลลิลิตรใส่ในบีกเกอร์
2. เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรปริมาตร 5 มิลลิลิตร
3. ละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ประมาณ 5 กรัมในน้ำกลั่นปริมาตร 25 มิลลิลิตร
4. นำสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลททินิกที่เตรียมขึ้นไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิก
5. ทิ้งไว้ 30 นาทีและเติมสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์จากข้อ 3 ลงไปในสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลททินิก จะเกิดตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตขึ้น
6. ทิ้งไว้ 30 นาทีหรือจนกว่าไม่เกิดตะกอนของแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตขึ้นอีก นำตะกอนที่ได้ไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่น
7. นำตะกอนที่กรองได้ไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้นที่อุณหภูมิห้องจนกระทั่งแห้งก่อนนำไปใช้งานต่อไป

3.5.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้กรดเฮกซะคลอโรแพลททินิกเป็นสารตั้งต้น

3.5.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพกเนชันแบบธรรมดา

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาตร 80 มิลลิกรัม
2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 40 มิลลิลิตร
3. เติมสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลททินิกความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 1.8 มิลลิลิตร
4. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้เท่ากับ 7 ด้วยโซเดียม-ไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
5. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
6. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีดักจับด้วยกรดฟอร์มิค

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาณ 80 มิลลิกรัม
2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 35 มิลลิลิตร
3. เติมกรดฟอร์มิคความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรปริมาตร 5 มิลลิลิตร
4. เติมสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร ปริมาตร 1.8 มิลลิลิตร
5. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้เท่ากับ 7 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
6. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
7. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
8. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.2.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีดักจับด้วยแอลกอฮอล์

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาณ 80 มิลลิกรัม
2. เตรียมแอลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้นตามต้องการปริมาตร 40 มิลลิลิตรโดยนำแอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ ตามต้องการมาผสมกับน้ำกลั่นแล้วจึงเติมลงไป ในผงคาร์บอนวัลแคน
3. เติมสารละลายกรดเฮกซะคลอโรแพลทินิกความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร ปริมาตร 1.8 มิลลิลิตร
4. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายตามต้องการด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
5. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกโดยใช้เวลาดตาม ต้องการ
6. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้แอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตเป็นสารตั้งต้น

3.5.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีอิมเพกเนชันแบบธรรมดา

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาณ 80 มิลลิกรัม
2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 45 มิลลิลิตร
3. เติมแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตปริมาณ 45 มิลลิกรัม
4. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้เท่ากับ 7 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
5. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
6. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีรีดักชันด้วยกรดฟอร์มิค

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาณ 80 มิลลิกรัม
2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 40 มิลลิลิตร
3. เติมกรดฟอร์มิคความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรปริมาตร 5 มิลลิลิตร
4. เติมแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตปริมาณ 45 มิลลิกรัม
5. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายให้เท่ากับ 7 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
6. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
7. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
8. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยวิธีรีดักชันด้วยแอลกอฮอล์

1. เตรียมผงคาร์บอนวัลแคนใส่ในบีกเกอร์ปริมาณ 80 มิลลิกรัม
2. เตรียมแอลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้นตามต้องการปริมาตร 45 มิลลิลิตร โดยนำแอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ ตามต้องการมาผสมกับน้ำกลั่นแล้วจึงเติมลงไป
ในผงคาร์บอนวัลแคน
3. เติมแอมโมเนียมเฮกซะคลอโรแพลททินตปริมาณ 45 มิลลิกรัม

4. ปรับค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายตามต้องการด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร
5. นำสารละลายข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิแบบอัลตราโซนิกโดยใช้เวลาตามต้องการ
6. นำสารละลายไปกรองแยกตัวเร่งปฏิกิริยาและล้างด้วยน้ำกลั่น
7. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปวิเคราะห์หาสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อไป

3.5.4 การเตรียมขั้วไฟฟ้า

3.5.4.1 การเตรียมชั้นของการแพร่ (Diffusion layer)

1. ตัดผ้าคาร์บอนให้มีขนาด 2.5 x 2.5 ตารางเซนติเมตร แล้วนำไปซังน้ำหนักเพื่อบันทึกค่า
2. เติมน้ำกลั่นปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร ลงไปในขวดเปล่า
3. เติมสารละลายพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีนปริมาณ 1.334 ไมโครลิตร ลงไปในขวดข้างต้น
4. นำขวดข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที
5. เติม 2-โพรพานอลปริมาณ 1 มิลลิลิตร ลงไปในขวดข้างต้นแล้วจึงนำไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที
6. เติมอะเซททีลินแบล็คปริมาณ 18 มิลลิกรัมลงไปในขวดข้างต้นแล้วจึงนำไปผ่านกระบวนการโซนิเคชันอีกครั้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที
7. นำสารละลายที่ได้ไปทาลงบนผ้าคาร์บอนที่ตัดไว้แล้ว โดยทำให้ทั่วทั้งแผ่น 1 รอบ
8. นำผ้าคาร์บอนในข้อ 7 ไปอบเพื่อไล่ตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที
9. ชั่งน้ำหนักของผ้าคาร์บอนข้างต้น บันทึกค่าและคำนวณหาน้ำหนักของชั้นการแพร่
10. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 7 จนกระทั่งชั้นการแพร่มีน้ำหนัก 2.0 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร

- นำผ้าคาร์บอนที่มีน้ำหนักตามที่ต้องการแล้วไปอบในภาวะบรรยากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้งานต่อไป

3.5.4.2 การเตรียมชั้นของตัวเร่งปฏิกิริยา

- นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในข้อ 3.5.2 - 3.5.3 หรือตัวเร่งปฏิกิริยาของบริษัท E-TEK ปริมาณ 50 มิลลิกรัมใส่ลงไปในขวดเปล่า
- เติมเอทิลีนไกลคอลไดเมทิลอีเทอร์ปริมาณ 2.0 มิลลิลิตร
- นำขวดข้างต้นไปผ่านกระบวนการโซนิกชันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที
- เติมสารละลายเนฟิออนปริมาตร 0.57 มิลลิลิตรลงไปในขวดข้างต้นแล้วจึงนำไปผ่านกระบวนการโซนิกชันอีกครั้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- ควรเตรียมสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยาในข้อ 4 จำนวนอย่างน้อย 2 ขวด
- ทำการพ่นละอองสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมขึ้นในข้อ 4 ลงบนผ้าคาร์บอนที่เตรียมจากหัวข้อ 3.5.4.1 โดยพ่นให้ทั่วทั้งแผ่น 1 รอบ
- นำผ้าคาร์บอนในข้อ 6 ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที
- ชั่งน้ำหนักของผ้าคาร์บอนข้างต้น บันทึกค่าและคำนวณหาปริมาณ โหลดของแพลทินัม
- ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 6 จนกระทั่งขั้วไฟฟ้ามีปริมาณ โหลดของแพลทินัมเท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร
- นำขั้วไฟฟ้าที่ได้ไปใช้งานต่อไป

3.5.5 การปรับปรุงคุณภาพของเยื่อแผ่น

- ตัดเยื่อแผ่นให้มีขนาด 5 x 5 ตารางเซนติเมตร
- แช่เยื่อแผ่นในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
- นำเยื่อแผ่นที่ได้จากข้อ 2 มาแช่ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสารอินทรีย์
- นำเยื่อแผ่นที่ได้จากข้อ 3 มาล้างสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ออกด้วยน้ำกลั่นจากนั้นจึงแช่เยื่อแผ่นในสารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร

ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดไอออนของโลหะ

5. นำเยื่อแผ่นที่ได้จากข้อ 4 มาล้างสารละลายกรดซัลฟูริกออกด้วยน้ำกลั่นจากนั้นจึงแช่เยื่อแผ่นในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ทำซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อล้างคลอไรด์ไอออน
6. เก็บเยื่อแผ่นที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วในน้ำกลั่น เมื่อจะนำมาใช้งานจึงนำเยื่อแผ่นมาวางบนผ้าสะอาดและทิ้งเอาไว้ให้แห้งก่อนจะนำมาใช้งาน

3.5.6 การเตรียมขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่น (Membrane electrode assembly)

1. ตัดขั้วไฟฟ้าของบริษัท E-TEK ให้มีขนาด 2.25 x 2.25 ตารางเซนติเมตรเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนด
2. ตัดขั้วไฟฟ้าที่เตรียมขึ้นจากหัวข้อ 3.5.4 ให้มีขนาด 2.25 x 2.25 เช่นกัน
3. เตรียมสารละลายเนฟิออนปริมาณ 0.8 มิลลิกรัมต่อหนึ่งขั้วไฟฟ้า
4. ทาสารละลายเนฟิออนที่เตรียมขึ้นลงบนขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 ขั้ว
5. วางแบบหล่อที่ทำขึ้นจากแผ่นเทฟลอนและตัดร่องเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสแล้วบนแผ่นสแตนเลส
6. นำขั้วไฟฟ้าที่ทาเนฟิออนแล้วข้างหนึ่งไปวางในร่องของแบบหล่อ โดยหงายด้านที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นมา
7. วางเยื่อแผ่นที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วจากหัวข้อที่ 3.5.5 ลงบนขั้วไฟฟ้า โดยให้ขั้วไฟฟ้าอยู่ตรงกลางของเยื่อแผ่นพอดี
8. ปิดด้วยแบบหล่อที่ทำขึ้นจากยูรีเทน
9. วางขั้วไฟฟ้าอีกด้านหนึ่งลงในร่องสี่เหลี่ยมจัตุรัสของแผ่นยูรีเทนในข้อ 7 โดยให้ด้านที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาดูดอยู่กับเยื่อแผ่น
10. ประกอบด้วยแผ่นสแตนเลสอีกแผ่น ก่อนนำไปกดอัดด้วยเครื่องอัดร้อน-เย็น
11. การกดอัดจะทำที่อุณหภูมิ 137 องศาเซลเซียส โดยให้แรงอัดที่ 65 กิโลกรัมแรงต่อตารางเซนติเมตร สำหรับการอัดร้อนและอัดเย็นจะใช้เวลาอยู่ที่ 150 วินาที
12. นำขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นที่ได้ไปเก็บไว้ในโถสุญญากาศก่อนนำไปใช้งานต่อไป

3.6 การทดสอบการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิง

3.6.1 การประกอบเซลล์เดี่ยวสำหรับทดสอบการทำงานในเซลล์เชื้อเพลิง

1. ประกอบขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นเข้ากับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้ง 2 ด้าน โดยให้ขั้วไฟฟ้าทางการค้าเป็นขั้วแอโนด และขั้วไฟฟ้าที่เตรียมขึ้นในหัวข้อ 3.5.4 เป็นขั้วแคโทด
2. นำแผ่นยางซิลิโคนบางที่ตัดร่องเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 2.25 x 2.25 มาวางคั่นระหว่างขั้วไฟฟ้าประกอบเยื่อแผ่นกับแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าทั้ง 2 ด้านเพื่อป้องกันการรั่วไหลของแก๊ส
3. ประกบด้านนอกของแผ่นสะสมกระแสไฟฟ้าด้วยหน่วยให้ความร้อนอีกหนึ่งชั้นก่อนใช้น็อตขันยึดทุกส่วนเข้าด้วยกัน
4. ใช้ประแจปอนด์เพื่อยึดทุกส่วนเข้าด้วยกัน โดยใช้โมเมนต์การหมุนที่ 40 ปอนด์-นิ้ว
5. นำเซลล์เดี่ยวที่ได้ไปติดตั้งในสถานีทดสอบ

3.6.2 การเตรียมความพร้อมของเซลล์เชื้อเพลิงในหน่วยทดสอบก่อนทำการทดสอบ

1. ตรวจสอบวาล์วต่างๆ ให้เปิดปิดในทิศทางที่ถูกต้องเพื่อป้องกันการไหลปนกันของแก๊สต่างๆ โดยให้แก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแอโนดและแก๊สออกซิเจนเข้าทางขั้วแคโทด ปิดวาล์วขาออก (Relieve valve) ให้เรียบร้อย
2. ตรวจสอบความเรียบร้อยของข้อต่อต่างๆ
3. ตรวจสอบระดับน้ำในหน่วยให้ความร้อนให้มีระดับที่เหมาะสม
4. เชื่อมต่อสายไฟฟ้าระหว่างเครื่อง Potentiostat/Galvanostat เข้ากับขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 ข้าง
5. ติดตั้งอุปกรณ์วัดอุณหภูมิในเซลล์เชื้อเพลิง
6. เปิดเครื่อง Potentiostat/Galvanostat
7. เปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจน โดยให้มีความดันหัวถังอยู่ที่ 40 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
8. เปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส โดยให้แก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจนมีอัตราการไหลอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน (Standard cubic centimeter per minute, sccm)
9. เปิดโปรแกรม General purpose electrochemical systems หรือ GPES และตั้งค่าต่างๆ สำหรับการทำงานเพื่อเตรียมความพร้อมของเซลล์เชื้อเพลิง โดยในส่วนนี้

เซลล์เชื้อเพลิงจะทำงานที่อุณหภูมิห้อง ความดันบรรยากาศ ความต่างศักย์ 0.3 โวลต์ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

10. เริ่มการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

3.6.3 การทดสอบหาค่ากราฟโพลาริเซชัน

1. เปิดอุปกรณ์ให้ความร้อนเพื่อเพิ่มอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงและหน่วยให้ความชื้นทั้งสองข้างให้มีอุณหภูมิเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส
2. สังเกตค่าความต่างศักย์ที่แสดงอยู่ รอจนกระทั่งค่าไม่มีการเปลี่ยนแปลง จึงบันทึกค่าความต่างศักย์ โดยเรียกค่านี้ว่าความต่างศักย์ขณะวงจรเปิด (Open circuit voltage, E_{oc})
3. จากโปรแกรม GPES ตั้งค่าการทดสอบโดยวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ในช่วง 0.1 โวลต์ ไปจนถึงค่าความต่างศักย์ขณะวงจรเปิด
4. เริ่มการทดสอบหาค่ากราฟโพลาริเซชัน
5. เมื่อทดสอบเสร็จแล้วจึงทำการบันทึกค่า
6. ทำการทดสอบซ้ำอีกครั้งประมาณ 3 – 4 รอบ
7. ทำการคำนวณผลการทดสอบที่ได้เพื่อนำไปเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของกราฟการโพลาริเซชันของระบบ

3.6.4 การวิเคราะห์ห่อิมพีแดนซ์เชิงเคมีไฟฟ้า

1. ควบคุมอุณหภูมิของเซลล์เชื้อเพลิงและหน่วยให้ความชื้นทั้งสองข้างให้มีค่าอยู่ที่ 60 องศาเซลเซียส
2. เปิดโปรแกรม Frequency response analyzer หรือ FRA
3. ตั้งค่าการทดสอบ โดยจะทำการทดสอบที่ค่าความต่างศักย์เท่ากับ 0.8 โวลต์ และค่าความถี่ในช่วง 50 มิลลิเฮิร์ตซ์ ไปจนถึง 1 กิโลเฮิร์ตซ์
4. เริ่มการวิเคราะห์ห่อิมพีแดนซ์เชิงเคมีไฟฟ้า
5. เมื่อวิเคราะห์เสร็จแล้วจึงทำการบันทึกค่า
6. ทำการวิเคราะห์ซ้ำประมาณ 3 รอบ
7. ทำการคำนวณผลการวิเคราะห์เพื่อหาค่าความต้านทานต่าง ๆ ของระบบ

3.6.5 การวิเคราะห์แบบไซคลิกโวลแทมเมตรีในเซลล์เชื้อเพลิง

1. ลดอุณหภูมิการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงและหน่วยให้ความชื้นทั้งสองข้างมาที่อุณหภูมิห้อง

2. ปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส และปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สออกซิเจน
3. เปิดวาล์วขาออกเพื่อไล่แก๊สที่ยังตกค้างอยู่ในระบบ
4. ปิดวาล์วขาออกและปรับทิศทางการไหลของแก๊ส โดยให้แก๊สไฮโดรเจนเข้าทางขั้วแคโทดและแก๊สไนโตรเจนเข้าทางขั้วแอโนด
5. เปิดแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สไนโตรเจนโดยให้มีความดันหัวถังอยู่ที่ 40 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
6. เปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส โดยให้แก๊สไฮโดรเจนและแก๊สไนโตรเจนมีอัตราการไหลอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีที่ภาวะมาตรฐาน
7. เปิดโปรแกรม GPES และตั้งค่าสำหรับการทำไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยจะทำการวิเคราะห์ในช่วงค่าความต่างศักย์ตั้งแต่ 0.01 โวลต์ไปจนถึง 0.8 โวลต์ และทำการวิเคราะห์ 5 รอบต่อ 1 ครั้ง
8. เริ่มทำการทดสอบ
9. บันทึกผลการทดลองที่ได้
10. ทำการวิเคราะห์ซ้ำจนกว่าผลการทดลองไม่เปลี่ยนแปลง
11. ทำการคำนวณเพื่อหาปริมาณพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาต่อไป

3.6.6 การปิดระบบของหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง

1. ปิดเครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส และปิดแก๊สทั้งหมด
2. เปิดวาล์วขาออกเพื่อไล่แก๊สที่ยังตกค้างอยู่ในระบบ
3. ปิดอุปกรณ์ให้ความร้อน
4. ถอดสายไฟที่เชื่อมระหว่างเครื่อง Potentiostat/Galvanostat กับเซลล์เชื้อเพลิง
5. ปิดเครื่อง Potentiostat/Galvanostat
6. ถอนการติดตั้งเซลล์เชื้อเพลิงออกจากหน่วยทดสอบเซลล์เชื้อเพลิง