

بسم الله الرحمن الرحيم



دانشکده مهندسی شیمی و مواد
رشته مهندسی مواد و متالورژی گرایش سرامیک

پایان نامه کارشناسی ارشد

بررسی آب‌بندهای کامپوزیتی پایه شیشه - سرامیک به منظور کاربرد در
پیل سوختی اکسید جامد

نگارنده: پیمان صفرزاده کرمانی

استاد راهنما
دکتر مجتبی قطعی

خرداد ۱۳۹۷

شماره: ۴۷/۵۵
تاریخ: ۴۷/۴/۳

باسمه تعالی



مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای پیمان صفرزاده کرمانی با شماره دانشجویی ۹۴۱۱۱۹۴ رشته مهندسی مواد گرایش سرامیک تحت عنوان بررسی آب‌بندهای کامپوزیتی پایه شیشه - سرامیک به منظور کاربرد در پیل سوختی اکسید جامد که در تاریخ ۳۰ خرداد ۱۳۹۷ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می‌گردد:

☐ مردود ☒ قبول (با درجه: <u>خیلی خوب</u>)			
نوع تحقیق: ☐ نظری ☒ عملی			
عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنمای اول	مجتبی قطعی	استاد یار	
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی	علیرضا ارجمند زاده	استاد یار	
۵- استاد ممتحن اول	مجید محمدی	استاد یار	
۶- استاد ممتحن دوم	محسن کریمی	استاد یار	

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده:

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:

۹۷/۴/۳



تقدیم نامه:

به پاس عاطفه سرشار و گرمای امید بخش وجودشان، که در این سردترین روزگار ان بهترین پشتیبان است...

به پاس قلب های بزرگشان، که فریاد رس است و سرگردانی و ترس در پناهشان به شجاعت می گراید...

به پاس تعبیر عظیم و انسانی شان از کلمه اثار و از خودگذشتگی...

و به پاس محبت های بی دریغشان...

این مجموعه را به پدر و مادر عزیزم تقدیم می کنم

و تقدیم به

آن صنوبر های سرخی که چون لاله زاده شدند

و چون شقایق ایستاده مرفند...

سپاس گذاری:

ستایش برای خداست، آن تختین بی آغاز و آن واپسین بی انجام... سپاس و ستایش خدای را عزوجل، که آثار قدرت او بر چهره روز روشن و تابان است و انوار حکمت او در دل شب تار، درخشان. آفریدگاری که خویش را به ما شناساند و درهای علم را بر ما گشود و عمری و فرصتی عطا فرمود تا بدان، بنده ضعیف خویش را در طریق علم و معرفت یازماید.

سپاس از پدر و مادر عزیزم... این دو معلم بزرگوارم... که همواره بر کوتاهی و درستی من، قلم عفو کشیده و گریانه از کنار غفلت هایم گذشته اند و در تمام عرصه های زندگی یار و یابوری بی چشم داشت برای من بوده اند.

سپاس از استاد عزیز و کرامتدارم جناب آقای دکتر محبتی قطعی که در کمال سه صدر، با حسن خلق و فروتنی، از هیچ کجی در این عرصه بر من دریغ ننمودند و با یاری ها و راهنمایی های بی چشمداشت شان بسیاری از سختی ها را بر ایمن آسان نمودند.

سپاس از دو دوست همیشه بهرام، مهندس مجید یوسفی و مهندس خشیار شاهرخی، که بی شک بدون همراهی ایشان عبور از این وادی پر پیچ و خم بسی مشکل و جان فرسا بود.

تعهد نامه

اینجانب پیمان صفرزاده کرمانی دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد گرایش سرامیک دانشکده‌ی مهندسی شیمی و مواد دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان‌نامه بررسی آب‌بندهای کامپوزیتی پایه شیشه - سرامیک به منظور کاربرد در پیل سوختی اکسید جامد تحت راهنمایی دکتر مجتبی قطعی متعهد می‌شوم:

- تحقیقات در این پایان‌نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش‌های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان‌نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می‌باشد و مقالات مستخرج با نام «دانشگاه صنعتی شاهرود» و یا «Shahrood University of Technology» به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان‌نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان‌نامه رعایت می‌گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت‌های آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است، اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان‌نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی‌باشد.

متن این صفحه باید در ابتدای نسخه‌های تکثیر شده پایان‌نامه وجود داشته باشد

چکیده

پیل سوختی اکسید جامد یک وسیله الکتروشیمیایی است، که انرژی شیمیایی حاصل از واکنش شیمیایی را به انرژی الکتریکی تبدیل می‌کند. آب‌بند های دما بالا نقش به سزایی در عملکرد پیل سوختی اکسید جامد دارند. آب‌بندها، سبب عدم اختلاط سوخت و هوا در پیل سوختی می‌شوند. یکی از مهمترین و البته پر کاربردترین مواد به کار برده شده به عنوان آب‌بند پیل سوختی شیشه-سرامیک‌ها هستند.

در این تحقیق کامپوزیت‌های شیشه-سرامیکی مورد بررسی قرار گرفتند. در ابتدا شیشه پایه آب‌بند که شامل ترکیبات $\text{BaO-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ است، ساخته شد. کامپوزیت‌هایی با ترکیب کلی شیشه-الیاف شیشه و شیشه-میکا در درصدهای وزنی متفاوت به روش اختلاط در حالت جامد تهیه شد. بررسی میکروساختار و فازهای ایجاد شده، توسط میکروسکوپ الکترونی، آزمون پراش اشعه ایکس، خواص مکانیکی آب‌بندهای کامپوزیتی شامل سختی، استحکام فشاری و آزمون نانوفروروندگی، خواص حرارتی آب‌بند توسط روش دیلاتومتری، خواص الکتریکی از جمله مقاومت الکتریکی آب‌بندهای کامپوزیتی، توسط روش امپدانس الکتروشیمیایی و همچنین عملکرد آب‌بند تحت شرایط پیل سوختی اکسید جامد مورد مطالعه قرار گرفت. جهت اندازه‌گیری میزان نشتی آب‌بند، در دمای بالا سیستمی طراحی و میزان نشتی آب‌بند در دمای بالا اندازه‌گیری شد. نتایج نشان داد که آب‌بندهای کامپوزیتی خواص مکانیکی مطلوبی نسبت به شیشه خالص دارند. همچنین چسب ساخته شده میزان حداقل نشتی و عملکرد مناسبی در پیل سوختی دارد. چقرمگی کامپوزیت شیشه با ۳۰٪ وزنی الیاف شیشه $2/090 \text{ MPa}\sqrt{m}$ است که در مقایسه با شیشه خالص که چقرمگی $0/092 \text{ MPa}\sqrt{m}$ را دارا می‌باشد، افزایش قابل توجهی داشته است.

واژگان کلیدی: پیل سوختی، آب‌بندی، شیشه-سرامیک، خواص مکانیکی، امپدانس الکتریکی، نشتی

فهرست عنوان‌ها

فصل ۱ مقدمه و مروری بر منابع ۱

- ۱-۱- اهمیت تبدیل انرژی ۲
- ۱-۲- پیل سوختی ۳
- ۱-۳- انواع پیل سوختی ۸
- ۱-۳-۱- پیل سوختی کربنات مذاب ۱۱
- پیل سوختی متانولی ۱۳
- ۱-۳-۲- پیل سوختی اسید فسفریک ۱۵
- ۱-۳-۳- پیل سوختی قلیایی ۱۷
- ۱-۳-۴- پیل سوختی اکسید جامد ۱۹
- ۱-۴- اهمیت آب‌بندی در پیل سوختی اکسید جامد ۲۳
- ۱-۵- انواع آب‌بند‌های مورد استفاده در پیل سوختی اکسید جامد ۲۵
- ۱-۶- آب‌بند‌های صلب ۲۶
- ۱-۶-۱- آب‌بند‌های شیشه‌ای ۲۶
- ۱-۶-۲- لایم کاری ۳۱
- ۱-۷- آب‌بند‌های نرم یا فشاری ۳۲
- ۱-۷-۱- آب‌بند‌های فشاری فلزی ۳۳
- ۱-۷-۲- آب‌بند‌های پایه میکا ۳۴
- ۱-۸- مروری بر تحقیقات گذشته ۳۵
- ۱-۹- معرفی تحقیق حاضر ۴۱

فصل ۲ روش آزمایشگاهی ۴۳

- ۲-۱- مواد اولیه ۴۴
- ۲-۱-۱- کربنات کلسیم ۴۴
- ۲-۱-۲- کربنات باریم ۴۵
- ۲-۱-۳- اکسید سیلیسیم ۴۶
- ۲-۱-۴- اسید بوریک ۴۷
- ۲-۱-۵- آلومینا ۴۸
- ۲-۱-۶- الیاف شیشه ۴۹
- ۲-۱-۷- میکا ۵۰

فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱: نمای کلی پیل سوختی [۲] ۴
- شکل ۱-۲: واکنش‌های صورت گرفته در پیل سوختی [۳] ۶
- شکل ۱-۳: پیل سوختی کربنات مذاب [۶] ۱۱
- شکل ۱-۴: پیل سوختی متانولی [۸] ۱۳
- شکل ۱-۵: پیل سوختی اسید فسفریک [۱۰] ۱۵
- شکل ۱-۶: پیل سوختی قلیایی [۱۲] ۱۸
- شکل ۱-۷: پیل سوختی اکسید جامد [۱۴] ۱۹
- شکل ۱-۸: پیل سوختی اکسید جامد صفحه‌ای [۱۷] ۲۱
- شکل ۱-۹: پیل سوختی اکسید جامد لوله‌ای [۱۷] ۲۲
- شکل ۱-۱۰: محل قرار گیری آب‌بند در پیل سوختی اکسید جامد صفحه‌ای [۱۹] ۲۵
- شکل ۲-۱: کربنات کلسیم ۴۵
- شکل ۲-۲: کربنات باریم ۴۶
- شکل ۲-۳: اکسید سیلیسیم ۴۷
- شکل ۲-۴: اسید بوریک ۴۸
- شکل ۲-۵: پودر آلومینا ۴۹
- شکل ۲-۶: الیاف شیشه ۵۰
- شکل ۲-۷: میکا ۵۱
- شکل ۲-۸: آسیا غلطان گلوله‌ای ۵۲
- شکل ۲-۹: مواد اولیه فشرده سازی شده جهت ذوب ۵۳
- شکل ۲-۱۰: آسیا سیاره ای ۵۴
- شکل ۲-۱۱: الیاف شیشه (الف) الیاف شیشه اولیه (ب) الیاف شیشه پس ریز شدن توسط قیچی ۵۵

- شکل ۲-۱۲: کامپوزیت تولید شده قبل از تف جوشی ۵۶
- شکل ۲-۱۳: دستگاه پرس سرد ۵۶
- شکل ۲-۱۴: روش اندازه گیری چگالی ارشمیدسی ۵۷
- شکل ۲-۱۵: دستگاه سختی سنج میکرو ویکرز ۵۹
- شکل ۲-۱۶: اثر فرورونده دستگاه سختی سنج بر سطح نمونه ۶۰
- شکل ۲-۱۷: نمونه تست فشار ۶۲
- شکل ۲-۱۸: دستگاه اندازه گیری تست فشار ۶۳
- شکل ۲-۱۹: نمونه تست دیلاتومتری ۶۴
- شکل ۲-۲۰: دستگاه دیلاتومتر ۶۵
- شکل ۲-۲۱: دستگاه نانو فروروندگی ۶۶
- شکل ۲-۲۲: اتصال سیم نقره به دو سطح نمونه ۶۷
- شکل ۲-۲۳: نمودار استخراج شده از روش طیف سنجی امپدانس الکتریکی ۶۸
- شکل ۲-۲۴: مخلوط اتیل سلولز و پودر کامپوزیت ۶۹
- شکل ۲-۲۵: نحوه قرار گیری چسب آببند بر روی محل مورد نیاز به آببندی ۷۰
- شکل ۲-۲۶: مجموعه طراحی شده جهت اندازه گیری نشتی ۷۱
- شکل ۲-۲۷: نحوه اتصال آببند و تکسل پیل سوختی به لوله آلومینایی ۷۳
- شکل ۲-۲۸: سیستم آزمون عملکرد پیل سوختی ۷۳
- شکل ۳-۱: شیشه حاصل از سرد کردن مذاب درون آب ۷۶
- شکل ۳-۲: پودر شیشه به دست آمده پس از آسیا کاری ۷۷
- شکل ۳-۳: تصویر پراش اشعه ایکس از شیشه تولید شده ۷۷
- شکل ۳-۴: الیاف شیشه (الف) الیاف شیشه پس از آسیا کاری (ب) تصویر میکروسکوپی الیاف شیشه آسیا کاری شده ۷۸

- شکل ۵-۳: مقایسه تغییر شکل ظاهری ناشی از سینتر در دماهای ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتیگراد ۸۱
- شکل ۶-۳: تاول‌های سطحی ایجاد شده در کامپوزیت‌های شامل میکا ۸۳
- شکل ۷-۳: تصویر میکروسکوپ الکترونی (الف) شیشه خالص (ب) کامپوزیت شیشه و الیاف شیشه ۸۸
- شکل ۸-۳: الگو پراش اشعه ایکس مربوط به شیشه خالص (الف) شیشه استاندارد آب‌بند پیل سوختی [۳۸] (ب) شیشه ساخته شده (ج) شیشه پس از تف جوشی به مدت ۴ ساعت ۸۹
- شکل ۹-۳: مقایسه الگو پراش اشعه ایکس (الف) شیشه خالص قبل تف‌جوشی (ب) شیشه خالص پس از تف‌جوشی (ج) شیشه کامپوزیت شده با الیاف شیشه پس از تف جوشی ۹۰
- شکل ۱۰-۳: مقایسه الگو پراش اشعه ایکس (الف) شیشه خالص قبل سینتر (ب) شیشه خالص بعد سینتر (ج) شیشه کامپوزیت شده با میکا ۹۲
- شکل ۱۱-۳: تصویر میکروسکوپی سطح سختی سنجی شده از کامپوزیت‌ها ۹۳
- شکل ۱۲-۳: ترک ایجاد شده بر سطح نمونه در اثر اعمال فشار بالا ۹۴
- شکل ۱۳-۳: بررسی تغییرات تافنس و سختی کامپوزیت (الف) کامپوزیت با الیاف شیشه (ب) کامپوزیت با میکا ۹۹
- شکل ۱۴-۳: رفتار ترک هنگام مواجه با الیاف شیشه ۱۰۰
- شکل ۱۵-۳: نمونه‌های تست فشار قبل و بعد از انجام تست ۱۰۱
- شکل ۱۶-۳: نمودار تنش-جابجایی کامپوزیت‌ها (الف) کامپوزیت با الیاف شیشه (ب) کامپوزیت با میکا ۱۰۲
- شکل ۱۷-۳: نمودار آزمون دیلاتومتری مربوط به شیشه خالص ۱۰۴
- شکل ۱۸-۳: نمودار دیلاتومتری مربوط به کامپوزیت‌های شیشه و الیاف شیشه و کامپوزیت‌های شیشه و میکا ۱۰۵
- شکل ۱۹-۳: دایره معادل نمودار مقاومت الکتریکی ۱۰۷
- شکل ۲۰-۳: مقایسه مقاومت الکتریکی کامپوزیت‌ها و شیشه خالص ۱۰۹

شکل ۳-۲۱: رسم آرنیوس مربوط به کامپوزیت های الیاف شیشه، میکا و شیشه خالص..... ۱۰۹

شکل ۳-۲۲: میزان افت فشار نسبت به زمان..... ۱۱۱

شکل ۳-۲۳: نمودار ولتاژ- جریان تک سل پیل سوختی ۱۱۲

فهرست جدول‌ها

جدول ۱-۱: مقایسه انواع پیل سوختی [۱]	۲۲
جدول ۲-۱: مشخصات عمومی کربنات کلسیم	۴۴
جدول ۲-۲: مشخصات عمومی کربنات باریم	۴۵
جدول ۲-۳: مشخصات عمومی اکسید سیلیسیم	۴۶
جدول ۲-۴: مشخصات عمومی اسیدبوریک	۴۷
جدول ۲-۵: مشخصات عمومی آلومینا	۴۸
جدول ۲-۶: مشخصات الیاف شیشه	۴۹
جدول ۲-۷: ترکیبات ساختاری میکا	۵۰
جدول ۲-۸: ترکیب اصلی ساخت شیشه	۵۲
جدول ۲-۹: ترکیب مواد اولیه موجود برای ساخت شیشه	۵۲
جدول ۲-۱۰: چگالی تئوری مواد به کار رفته در کامپوزیت سازی	۵۸
جدول ۳-۱: چگالی تئوری کامپوزیت‌های ساخته شده (الف) کامپوزیت سازی با الیاف شیشه	۷۹
جدول ۳-۲: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت ها در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد	۸۰
جدول ۳-۳: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت شامل ۵ درصد وزنی شیشه و شیشه خالص در ۷۵۰ درجه	۸۲
جدول ۳-۴: اطلاعات به دست آمده از سینتر نمونه‌ها در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد	۸۲
جدول ۳-۵: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت‌های خانواده میکا در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد ..	۸۳
جدول ۳-۶: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت های داری میکا در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد ...	۸۴
جدول ۳-۷: اطلاعات به دست آمده از سینتر نمونه های میکایی در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد	۸۵
جدول ۳-۸: خواص پس از سینتر مربوط به کامپوزیت های ساخته شده در این تحقیق	۸۶
جدول ۳-۹: سختی نمونه‌های کامپوزیتی	۹۴

- جدول ۳-۱۰: چقرمگی کامپوزیت‌های ساخته شده ۹۵
- جدول ۳-۱۱: مدول یانگ کامپوزیت‌های ساخته شده ۹۷
- جدول ۳-۱۲: نانو سختی کامپوزیت‌ها ۹۸
- جدول ۳-۱۳: استحکام فشاری کامپوزیت‌ها (الف) کامپوزیت سازی شده با الیاف شیشه
(ب) کامپوزیت سازی شده با میکا ۱۰۱
- جدول ۳-۱۴: ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های ساخته شده (الف) کامپوزیت الیاف شیشه .. ۱۰۶
- جدول ۳-۱۵: مقاومت الکتریکی کامپوزیت‌ها ۱۰۸
- جدول ۳-۱۶: انرژی اکتواسیون کامپوزیت‌ها و شیشه خالص ۱۱۰

فهرست نشانه‌ها

σ	رسانایی ویژه	ρ	چگالی
k_{IC}	چقرمگی شکست	P	نیرو
E	مدول یانگ	C	طول ترک
H	سختی	Q	انرژی کتیواسیون
ρ_0	مقاومت ویژه	γ	ثابت چقرمگی
L	نرخ نشتی		

فصل ۱ مقدمه و مروری بر منابع

۱-۱- اهمیت تبدیل انرژی

یکی از مواردی که بشر از ابتدا تا کنون به عنوان یک مسئله اساسی با آن روبه رو بوده است، دستیابی به روش‌هایی با بازده بالا برای تبدیل انرژی سوخت‌ها به انرژی قابل استفاده بوده است. شاید بتوان اولین تجربه انسان در این راه را ساخت ماشین‌های اولیه بخار دانست، که این ماشین‌ها راندمان بسیار پایینی داشتند. بعد از اختراع موتورهای احتراق داخلی توسط اتو این راندمان نسبتاً بهبود یافت و به مرز ۷٪ در موتورهای اولیه رسید. با پیشرفت علم ترمودینامیک سیکل‌های احتراقی مناسب‌تری طراحی شدند. هر چند برخی از آنها قابل اجرا نبودند یا با مشکل ساخت مواجه می‌شدند. بهترین سیکل حرارتی کاربردی که تا کنون مورد استفاده قرار گرفته، سیکل ترکیبی برایتون-رانکین می‌باشد که در نیروگاه‌های حرارتی تولید برق مورد استفاده قرار می‌گیرد و بازده آن به ۴۵٪ می‌رسد. اما امروزه بشر به فن‌آوری پیل سوختی به عنوان جانشین مناسب برای موتورهای احتراق داخلی می‌اندیشد. از آنجا که این وسیله از سیکل کارنو تبعیت نمی‌کند و بصورت مستقیم و به واسطه فرآیند الکتروشیمیایی، انرژی شیمیایی سوخت را به انرژی الکتریکی تبدیل می‌نماید، می‌توان بسته به نوع سوخت راندمانی بین ۸۰٪ برای سوخت هیدروژن خالص و ۳۰٪ برای گاز متان داشته باشد [۱].

امروزه پیل سوختی به یک رقیب مناسب برای توربین‌های گازی در نیروگاه‌ها، موتورهای احتراق داخلی در خودروها و باتری‌های کامپیوترهای کیفی تبدیل شده است. جریان مستقیم تولید شده توسط پیل سوختی را می‌توان برای کاربردهای الکتریکی به ویژه به کار انداختن موتورهای الکتریکی و روشنایی استفاده نمود [۱].

یکی از شیوه‌های اساسی که تکنولوژی آن در دهه اخیر به سرعت توسعه یافته است، استفاده از پیل‌های سوختی جهت تأمین همزمان الکتریسیته و حرارت به روش الکتروشیمیایی می‌باشد. در این روش که به عبارتی می‌توان آن را عمل الکترولیز معکوس قلمداد کرد، انرژی شیمیایی ذخیره شده در سوخت‌های فسیلی بدون احتراق استخراج می‌گردد. این سیستم‌ها در مقایسه با سایر روش‌ها از کارایی زیادی

برخوردار بوده و تولید آلودگی بسیار پایینی دارند. با توجه به این که پیل‌های سوختی بصورت شیمیایی برق تولید می‌کنند، خیلی بهتر از احتراق خواهند بود. آنها محدودیت قوانین ترمودینامیک را که واحدهای تولید قدرت مرسوم دارند، ندارند. بنابراین پیل‌های سوختی بازده بسیار بیشتری در تولید انرژی از یک سوخت خواهند داشت. همچنین با افزایش هر چه بیشتر بازدهی سیستم می‌توان اتلاف گرما از بعضی سلول‌ها را مهار کرد [۱].

در اتومبیل‌ها وسایلی نظیر کولر، گرم کن، رادیو و غیره با نیروی مکانیکی تولید شده و یا با باتری داخل اتومبیل تغذیه می‌شوند. بنابراین اگر در هنگام حرکت از این وسایل استفاده شود، مقداری از نیروی موتور صرف تغذیه‌ی این وسایل می‌شود و می‌توان گفت که استفاده از این وسایل تقریباً مداوم و بی‌وقفه است. یکی از اولین کاربردهای پیل‌های سوختی مذکور تامین انرژی لازم برای وسایلی نظیر کولر، بخاری، رادیو و غیره در اتومبیل‌های سنگین است. در حالی که این گونه اتومبیل‌ها در جا کار نمی‌کنند، بلکه در حال حرکت هستند. زیرا اگر انرژی لازم برای این وسایل در حالت درجا کار کردن از موتور گرفته شود، مشکلی به وجود نمی‌آید. اما اگر اتومبیل در حال حرکت باشد مقداری از نیروی موتور به جای اینکه صرف جلو بردن اتومبیل شود صرف به کار انداختن این وسایل می‌شود [۱].

۱-۲- پیل سوختی

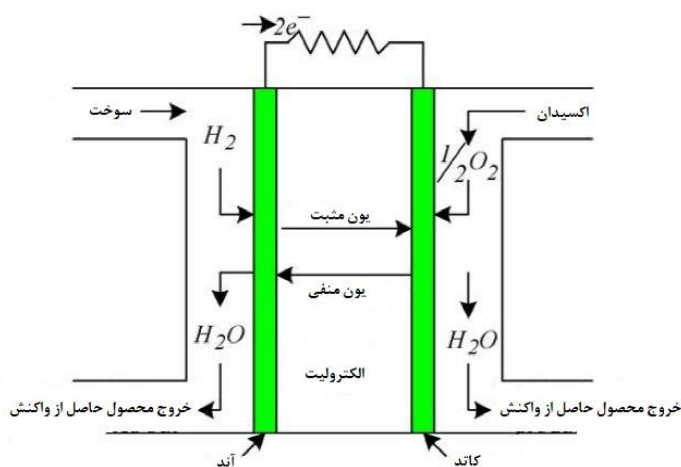
پیل سوختی^۱ واحدی است که به وسیله واکنش شیمیایی برق تولید می‌کند. هر پیل سوختی دو عدد الکترود دارد که یکی مثبت و دیگری منفی می‌باشد و بطور عام کاتد و آند نامیده می‌شوند. واکنش‌هایی که تولید الکتریسیته می‌کنند، در الکترودها اتفاق می‌افتد. همچنین هر پیل سوختی یک الکترولیت

دارد که ذرات دارای بار الکتریکی را از یک الکتروود به الکتروود دیگر منتقل می‌کند و یک کاتالیست که انجام واکنش در الکتروودها را تسریع می‌کند [۱].

هیدروژن سوخت اصلی است، ولی پیل‌های سوختی به اکسیژن نیز نیاز دارند. یکی از مزیت‌های بزرگ پیل‌های سوختی تولید الکتریسیته با ایجاد حداقل آلودگی می‌باشد. بیشتر اکسیژن و هیدروژنی که در تولید الکتریسیته بکار می‌رود، در نهایت با ترکیب شدن با یکدیگر تولید آب می‌کنند. یک تک پیل سوختی ساده تولید مقدار کمی از جریان برق می‌کند، به همین دلیل در عمل بسیاری از پیل‌های سوختی به صورت یک سری سوار می‌شوند [۱].

پیل‌های سوختی بر چندگونه هستند، که هر کدام دارای فرایند شیمیایی خاص خود می‌باشند. پیل‌های سوختی بسته به نوع الکترولیت آنها دسته‌بندی می‌گردند، که هر کدام از آنها برای کاربرد خاصی مناسب می‌باشد [۱].

پیل سوختی در واقع یک وسیله الکتروشیمیایی است که بطور مداوم انرژی شیمیایی یک سوخت را به انرژی الکتریکی تبدیل می‌کند. یک پیل سوختی، سوخت و اکسیدکننده را در الکترودهای جداگانه دریافت کرده و انرژی شیمیایی را به جریان الکتریسیته مستقیم تبدیل می‌نماید. پیل‌های سوختی عملکرد سریع و تمیزی دارند و محصول جانبی آنها آب، دی‌اکسید کربن و گاهی نیتروژن می‌باشد [۱].



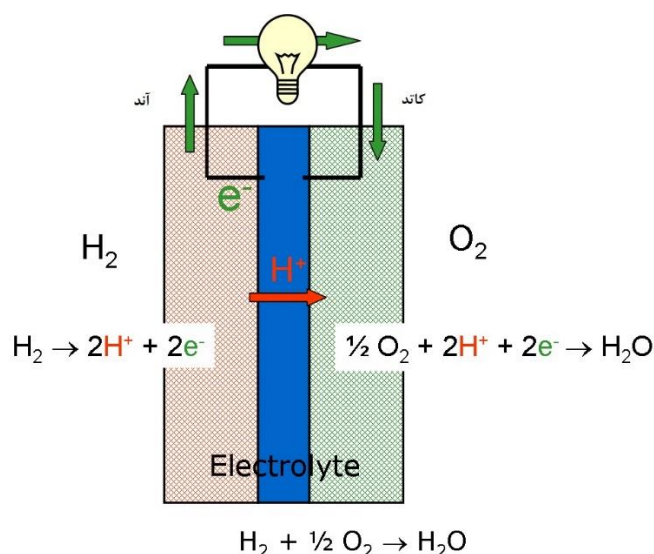
شکل ۱-۱: نمای کلی پیل سوختی [۲]

سازه و بدنه اصلی پیل سوختی، از الکترولیت، الکتروود آند و الکتروود کاتد تشکیل شده است. نمای کلی یک پیل سوختی به همراه گازهای واکنش دهنده و تولید شده و مسیر حرکت یون‌ها در شکل ۱-۱ نشان داده شده است [۱].

پیل سوختی یک دستگاه تبدیل انرژی است. به لحاظ نظری تا زمانی که ماده اکسید کننده و سوخت در الکتروودهای آن تأمین شود، قابلیت تولید انرژی الکتریکی را دارد. البته در عمل استهلاک، خوردگی و بد عمل کردن اجزای تشکیل دهنده، طول عمر پیل سوختی را کاهش می‌دهد [۱].

در یک پیل سوختی، به طور پیوسته هیدروژن به الکتروود آند و اکسیژن به الکتروود کاتد تزریق می‌شود. واکنش‌های الکتروشیمیایی در الکتروودها انجام شده و با ایجاد پتانسیل الکتریکی جریان الکتریکی برقرار می‌گردد. شکل ۱-۲ نشان دهنده واکنش‌های انجام شده در پیل سوختی می‌باشد. اگرچه پیل سوختی اجزاء و ویژگی‌های مشابه یک باتری را دارد، اما از بسیاری جهات با آن متفاوت است. باتری یک وسیله ذخیره انرژی است و بیشترین انرژی قابل استحصال از آن به وسیله میزان ماده شیمیایی واکنش دهنده که در خود باتری ذخیره شده است (عموماً در الکتروودها) تعیین می‌شود. چنانچه ماده واکنش دهنده در باتری کاملاً مصرف شود، تولید انرژی الکتریکی متوقف خواهد شد (باتری تخلیه می‌شود). در باتری‌های نسل دوم ماده واکنش دهنده با شارژ مجدد، دوباره احیا می‌شود. این عمل مستلزم تأمین انرژی از یک منبع خارجی است. در این حالت نیز انرژی الکتریکی ذخیره شده در باتری محدود و وابسته به میزان ماده واکنش دهنده در آن خواهد بود [۱].

در پیل سوختی گاز اکسید کننده نظیر هوا یا اکسیژن خالص، در الکتروود کاتد که با صفحه الکترولیت در تماس است، جریان پیدا می‌کند و با اکسیداسیون الکتروشیمیایی سوخت، که معمولاً هیدروژن است و با احیاء اکسید کننده، انرژی شیمیایی گازهای واکنش‌گر به انرژی الکتریکی تبدیل می‌شود [۱].



شکل ۱-۲: واکنش‌های صورت گرفته در پیل سوختی [۳]

از نظر تئوری، هر ماده‌ای که به صورت شیمیایی قابل اکسید شدن باشد و بتوان آن را به صورت پیوسته (به صورت سیال) به پیل سوختی تزریق کرد، می‌تواند به عنوان سوخت در الکتروکود آند پیل سوختی مورد استفاده قرار گیرد. به طور مشابه ماده اکسید کننده سیالی است، که بتواند با نرخ مناسبی احیا شود [۱].

گاز هیدروژن به دلیل تمایل واکنش دهنده‌گی بالا به همراه چگالی انرژی بالا، به عنوان سوخت ایده‌آل در پیل سوختی مورد استفاده قرار می‌گیرد. هیدروژن را می‌توان از تبدیل هیدروکربن‌ها و از طریق واکنش کاتالیزتی، تولید و به صورت‌های گوناگون ذخیره سازی کرد. اکسیژن مورد نیاز در پیل سوختی به طور مستقیم از هوا تهیه می‌شود. بر روی سطح الکتروکودهای آند و کاتد پیل سوختی واکنش اکسیداسیون و احیا در ناحیه سه فازی (و در صورت جامد بودن الکترولیت، دو فازی) نزدیک سطح مشترک واکنش دهنده‌ها، کاتالیزت و الکترولیت صورت می‌گیرد. این ناحیه سه فازی نقش مهمی در عملکرد الکتروشیمیایی پیل سوختی به ویژه پیل‌های سوختی با الکترولیت مایع دارد. در این گونه پیل‌های سوختی، گازهای واکنش دهنده از میان یک لایه نازک از الکترولیت که سطح الکتروکودهای متخلخل را پوشانده است، عبور کرده و واکنش الکتروشیمیایی مناسب روی سطح الکتروکود مربوطه انجام می‌شود. چنانچه الکتروکود متخلخل حاوی مقادیر بیش از حد الکترولیت باشد الکتروکود در اصطلاح غرق شده و به این ترتیب انتقال واکنش‌گرهای گازی محلول در الکترولیت، به مکان‌های واکنش محدود

می‌شود. در نتیجه عملکرد الکتروشیمیایی الکتروکاتالیزور متخلخل، تضعیف می‌شود. لذا ضروری است که در ساختار الکترودهای متخلخل یک تعادل مناسب بین الکتروکاتالیزور، الکترولیت و فاز گازی ایجاد شود [۴].

تلاش‌های اخیر جهت بهبود عملکرد واکنش الکتروشیمیایی، کاهش هزینه‌های تولید، کاهش ضخامت اجزای پیل سوختی و در عین حال اصلاح و بهبود ساختار الکترودها و فاز الکترولیت متمرکز شده است. الکترولیت با هدایت یون‌ها بین الکترودها سبب تکمیل مدار الکتریکی پیل سوختی می‌شود. الکترولیت یک مانع فیزیکی بین سوخت و گاز اکسیژن ایجاد می‌کند و مانع اختلاط مستقیم آنها می‌شود. وظیفه صفحات الکتروکاتالیزور متخلخل در پیل سوختی شامل موارد زیر است [۱]:

- ۱- ایجاد یک سطح فعال و مناسب که واکنش‌های الکتروشیمیایی روی این سطوح انجام می‌شود.
 - ۲- هدایت یون‌های حاصل از واکنش به داخل یا خارج از ناحیه تبادل سه فازی (آند، کاتد و الکترولیت) و انتقال الکترون‌های تولیدی به مدار خارجی (الکترودها باید هدایت الکتریکی خوبی داشته باشد).
- برای افزایش سطح تماس واکنش دهنده‌ها با کاتالیست لازم است که ساختار الکتروکاتالیزور، متخلخل بوده و میزان سطح در دسترس و پوشش داده شده توسط کاتالیست نسبت به حجم الکتروکاتالیزور زیاد باشد. ساختار متخلخل، دسترسی راحت اجزاء واکنش دهنده به مراکز فعال را میسر می‌سازد [۱].
- نرخ واکنش‌های الکتروشیمی با افزایش دما افزایش پیدا می‌کند، لذا خاصیت کاتالیزوری الکترودها در پیل‌های سوختی دما پایین از اهمیت بیشتری در مقایسه با پیل سوختی دما بالا برخوردار است. الکترودهای متخلخل باید در هر دو طرف تماس با الکترولیت و گازهای واکنش دهنده، نفوذپذیر باشند، تا حدی که توسط الکترولیت اشباع نشده و بوسیله گازهای واکنش دهنده خشک نشوند. در نهایت این تلاش‌ها منجر به این شده است، که پیل‌های سوختی جامد اکسیدی مورد بررسی قرار بگیرند [۱].

همانطور که گفته شد، تلاش می‌شود تا انرژی لازم برای فعالیت وسایل اتومبیل‌ها که در حال حرکت هستند از پیل‌ها گرفته شود. اما تلاش می‌شود تا همه دستگاه‌های اتومبیل (از قبیل پمپ‌ها، فن‌ها و غیره) که به صورت مکانیکی تغذیه می‌شوند، از این به بعد به صورت الکتریکی تغذیه شوند؛ زیرا هم

باعث کاهش آلودگی صوتی می‌شود و هم در مصرف سوخت حدود ۸٪ صرفه جویی می‌شود. همچنین می‌توان از این پیل‌ها برای تغذیه‌ی ماشین‌های یخچال دار مواد غذایی نیز استفاده کرد [۱].

۳-۱- انواع پیل سوختی

انواع مختلفی از پیل‌های سوختی وجود دارد، که هر یک تا حدودی متفاوت عمل می‌کنند. ولی بطور عمومی اتم‌های هیدروژن در آند وارد پیل سوختی می‌شوند؛ جایی که یک واکنش شیمیایی آن‌ها را از الکترون‌هایشان جدا می‌کند. اتم‌های هیدروژن در این حالت یونیزه هستند و حامل بار الکتریکی مثبت می‌باشند. الکترودهای دارای بار منفی، باعث تولید جریان در سیم‌ها می‌شوند. اگر جریان متناوب نیاز باشد جریان مستقیم خروجی از پیل سوختی باید از یک واحد تبدیل کننده بنام مبدل عبور کند [۵].

اکسیژن در کاتد وارد پیل سوختی می‌شود و با الکترونهایی که از مدار الکتریکی می‌آیند، ترکیب می‌شوند. در نوع دیگری از سلول‌ها، اکسیژن در تماس با الکتروده در طول الکترولیت به سمت آند، جایی که با یون‌های هیدروژن ترکیب می‌شوند حمل می‌شود. در سیستم پیل سوختی الکترولیت نقشی کلیدی ایفا می‌کند. الکترولیت باید اجازه عبور یون بین آند و کاتد را فقط به یون‌های مناسب و مورد نظر بدهد. اگر الکترون‌های آزاد یا مواد دیگری بتوانند از بین الکترولیت عبور کنند، می‌توانند واکنش شیمیایی را مختل کنند. تا زمانی که یک پیل سوختی از نظر هیدروژن و اکسیژن تأمین شود، الکتریسیت تولید خواهد کرد [۵].

اساس کار یک پیل سوختی برای توضیح دادن ساده بنظر می‌رسد، ولی ساخت آن در عمل با هزینه پایین و بازدهی بالا پیچیده است. دانشمندان و مخترعین انواع مختلفی از پیل‌های سوختی را در اندازه‌های مختلف برای بدست آوردن بازدهی بیشتر و یافتن جزئیات تکنولوژیکی طراحی کرده‌اند. بسیاری از انتخاب‌هایی که پیش روی سازندگان پیل‌های سوختی وجود دارد، مربوط به الکترولیت می‌شوند. به عنوان مثال طراحی الکترودها و موادی که در ساخت آن‌ها به کار می‌روند، به نوع الکترولیت بستگی

دارد. وقتی گفته می‌شود پیل سوختی جامد اکسیدی در واقع در مورد الکترولیت صحبت می‌شود؛ چون الکترولیت از سرامیکی که جامد است ساخته شده است. در واقع به این پیل‌ها، پیل‌های سوختی سرامیکی می‌گوییم. ماده‌ی سرامیکی به کار رفته، به یون‌های اکسیژن اجازه می‌دهد تا از میان آن عبور کنند. همچنین در کاتد هوا دمیده می‌شود تا اکسیژن مورد نیاز مهیا گردد. اکسیژن از کاتد الکترون می‌گیرد و به یون تبدیل می‌شود و در الکترولیت باقی می‌ماند؛ این مخلوط گازی به سمت آند هدایت می‌شود. جنس آند متخلخل است، بنابراین مخلوط گازی می‌تواند با الکترولیت در تماس باشد. کربن مونواکسید که به عنوان سوخت از سمت آند وارد پیل شده است، دچار اکسایش می‌شود (الکترون از دست می‌دهد) و با یون اکسیژن محلول در الکترولیت ترکیب می‌شود و دی‌اکسید کربن تولید می‌کند. همچنین هیدروژن هم با از دست دادن الکترون به پروتون تبدیل می‌شود. پروتون با یون اکسیژن ترکیب می‌گردد و آب تولید می‌کند و سپس این مواد از طرف آند خارج می‌شوند. الکترون‌های تولید شده در این واکنش اکسایش-کاهش باعث بوجود آمدن یک اختلاف پتانسیل در دو سر پیل می‌گردد [۵].

پیل‌های سوختی را از نظر نوع الکترولیت به کار رفته در آن به ۲ نوع کلی زیر می‌توان تقسیم کرد [۱]:

۱- پیل سوختی سرامیکی و آلی

۲- پیل سوختی فلزی

پیل‌های سوختی آلی را می‌توان از لحاظ دمای عملکرد و میزان بازده به موارد زیر تقسیم نمود:

۱- پیل سوختی اسید فسفریک^۱

۲- پیل سوختی قلیایی^۲

۳- پیل سوختی کربنات مذاب^۳

^۱ Phosphoric acid fuel cell (PAFC)

^۲ Alkaline fuel cell (AFC)

^۳ Molten carbonate fuel cell (MCFC)

۴- پیل سوختی اکسید جامد^۱

۵- پیل سوختی متانولی^۲

۶- پیل سوختی سرامیکی پروتونی^۳

۷- پیل سوختی پلیمری^۴

پیل‌های سوختی فلزی را می‌توان به موارد زیر تقسیم نمود:

۱- پیل سوختی روی- هوا^۵

۲- پیل سوختی آلومینیوم - هوا^۶

۳- پیل سوختی منیزیم - هوا^۷

۴- پیل سوختی آهن - هوا^۸

۵- پیل سوختی لیتیم - هوا^۹

۶- پیل سوختی کلسیم- هوا^{۱۰}

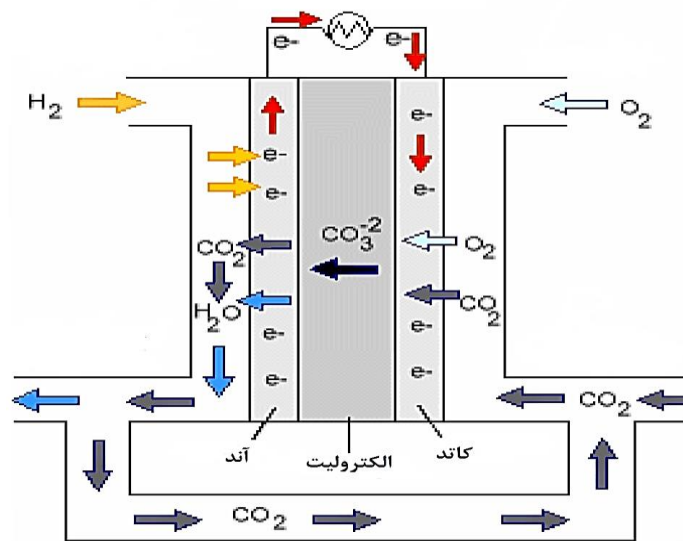
در ادامه به معرفی برخی از مهم‌ترین انواع پیل سوختی پرداخته می‌شود.

-
- ۲ Solid oxide fuel cell (SOFC)
 - ۳ Direct methanol fuel cell (DMFC)
 - ۴ Protonic ceramic fuel cell (PCFC)
 - ۵ Polymer electrolyte fuel cell (PEFC)
 - ۶ Zinc – air fuel cell (ZAFC)
 - ۷ Aluminum- air fuel cell (AAFC)
 - ۸ Magnesium- air fuel cell (MAFC)
 - ۹ Iron- air fuel cell (IAFC)
 - ۱۰ Lithium- air fuel cell (LAFC)
 - ۱۱ Calcium- air fuel cell (CAFC)

۱-۳-۱ پیل سوختی کربنات مذاب

پیل سوختی کربنات مذاب متفاوت از سایر انواع پیل سوختی عمل می نماید. الکترولیت این پیل ها، ترکیبی از مذاب کربنات نمک ها می باشد. دو نوع ترکیبی که اکنون بیشترین کاربرد را دارند ترکیب کربنات سدیم و کربنات لیتیم و یا کربنات پتاسیم و کربنات لیتیم می باشند. بواسطه دمای کارکرد بالا این نوع پیل سوختی، نیکل به عنوان آند و اکسید نیکل به عنوان کاتد استفاده می شود [۵].

برای ذوب کربنات و دستیابی به هدایت یون بهتر در الکترولیت، پیل سوختی کربنات مذاب در دمای بالا (۶۰۰ تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد) کار می کند. از این رو این پیل ها در خانواده پیل های سوختی دما بالا طبقه بندی می شوند. شکل ۱-۳-۳ نمایی از نحوه عملکرد پیل سوختی کربنات مذاب را نشان می دهد [۵].



شکل ۱-۳-۳: پیل سوختی کربنات مذاب [۶]

یون های هادی در این پیل سوختی کربنات (CO_3^{2-}) می باشند و این یون ها از کاتد به آند منتقل می گردند. در آند، هیدروژن با این یون ها واکنش داده و دی اکسید کربن، آب و الکترون تشکیل می دهد. الکترون ها توسط یک مدار خارجی از آند به کاتد منتقل می شود و برق تولید می کند. اکسیژن هوا با

دی اکسید کربن بازیافت شده از آند با الکترون ها واکنش داده و یون های CO_3^{2-} را بوجود می آورد و الکترولیت را از یون ها CO_3^{2-} اشباع می کند. واکنش ها به شرح ذیل است:



گرما به عنوان محصول فرعی برای تولید بخار با فشار بالا استفاده می شود، که در صنعت کاربرد زیادی دارد. میزان بازده سوخت در این پیل سوختی در حدود ۶۰٪ درصد است، ولی با بازیافت حرارتی در سیستم های توامان برق و حرارت بازده به بیش از ۷۵٪ می رسد. دانسیته توان در این پیل سوختی در حدود ۲۰۰-۱۰۰ میلی وات بر سانتی متر مربع است. این نوع پیل سوختی طول عمری بیش از ۴۰۰۰ ساعت از خود نشان داده می دهد [۱].

پیل های سوختی کربنات مذاب حساسیت کمی نسبت به مسمومیت مونوکسید کربن دارند و همین امر سبب می گردد که امکان استفاده از سوخت هایی که بر پایه ذغال سنگ می باشند، در این نوع پیل سوختی وجود داشته باشد. پیل های سوختی کربنات مذاب با کاتالیست های نیکلی که ارزان تر از کاتالیست های پلاتینی هستند عملکرد بسیار خوبی از خود نشان می دهند. واحدهای تولیدی از این نوع پیل سوختی تا ظرفیت ۲ مگاوات وجود دارند و طراحی های مربوط به واحدهای ۵۰ الی ۱۰۰ مگاوات نیز انجام شده است [۱].

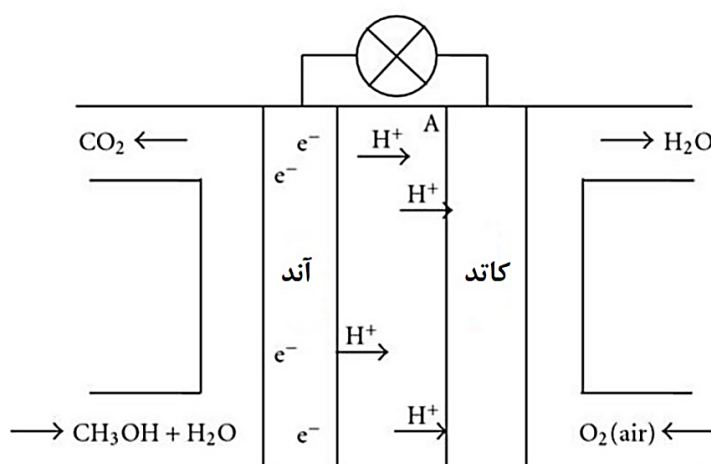
پیل سوختی کربنات در مقایسه با سایر پیل های سوختی دما بالا دارای دو مشکل می باشد، یکی از این مشکلات پیچیدگی کار با الکترولیت مایع است. دومین مشکل، یون های کربنات حاصل واکنش شیمیایی در پیل سوختی کربنات مذاب می باشند، که به صورت واکنش نداده درون پیل باقی مانده اند. بنابراین نیاز است که توسط تزریق دی اکسید کربن در کاتد این مقدار جبران شود [۷].

پیل سوختی متانولی

پیل سوختی متانولی یک فناوری نوظهور است که در آینده بسیار نزدیک در تلفن‌های همراه و لبتاپ‌ها به تولید انبوه خواهد رسید. در اوایل دهه ۹۰ پیل سوختی متانولی به دلیل کارایی و چگالی قدرت پایین و سایر مشکلاتش مناسب نبوده است. بهبود در کاتالیست‌ها و دیگر پیشرفت‌های ایجاد شده در طی سال‌های اخیر، چگالی قدرت را ۲۰ برابر افزایش داده و کارایی آن را به ۴۰٪ رسانیده است. میزان توان گرفته شده از این پیل سوختی در حدود ۴۰۰ - ۲۰۰ میلی وات بر سانتی متر مربع می‌باشد [۱].

پیل سوختی متانولی در واقع نوعی پیل سوختی پلیمری است، با این تفاوت که در این پیل سوختی ساختار الکترودها با پیل سوختی پلیمری تا حدی متفاوت است. در این نوع پیل، متانول مایع به عنوان سوخت مصرف می‌شود. مشکل اصلی در مورد این پیل سوختی عبور متانول از غشا پلیمری است. به همین دلیل تحقیقات بر روی الکترولیت‌هایی که میزان عبوردهی کمتری دارند، متمرکز شده است. شکل ۴-۱ نمایی از پیل سوختی متانولی را نشان می‌دهد [۱].

در پیل سوختی متانولی یون هیدروژن (پروتون) حامل بار است. در آند متانول مایع با آب اکسید شده و دی اکسید کربن و یون هیدروژن تولید می‌کند. یون‌های هیدروژن از طریق الکترولیت و الکترودها از طریق یک مدار خارجی که عامل ایجاد الکتریسته در سیستم است، به سمت کاتد حرکت می‌کنند [۱].



شکل ۴-۱: پیل سوختی متانولی [۸]

در کاتد یون‌های هیدروژن و الکترون‌ها با اکسیژن واکنش داده و آب تولید می‌شود، که مقداری از این آب تولید شده جهت مصرف به سمت آند ارسال می‌گردد. واکنش‌های انجام شده در پیل به شرح ذیل می‌باشد [۱].



این پیل‌ها در محدوده دمایی ۵۰ تا ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد، آزمایش شده‌اند. این دمای کم کارکرد و عدم نیاز به مبدل سوخت، این پیل را نمونه خوبی برای کاربردهای کوچک و متوسط مثل تلفن‌های همراه و دیگر محصولات نظیر آن همچون مولد برق اتومبیل معرفی می‌کند [۹].

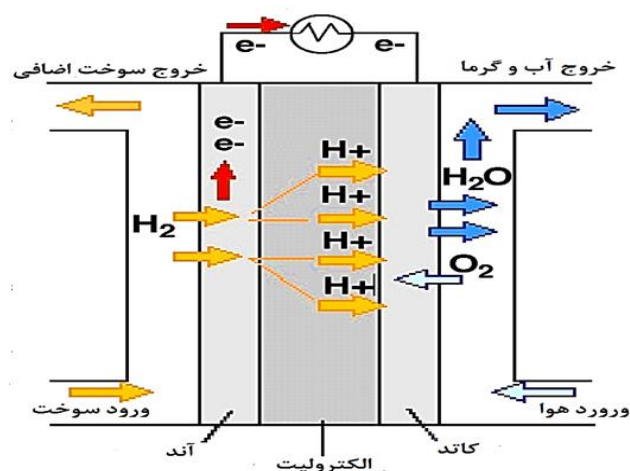
پیل‌های سوختی متانولی می‌تواند تا ده برابر باتری‌های پیشرفته انرژی الکتریکی در اختیار ما قرار دهند و نیاز به شارژ مجدد نخواهند داشت. فقط لازم است که محفظه حاوی سوخت در این نوع پیل‌های سوختی تعویض شود [۹].

دمای پایین این پیل‌ها سبب می‌گردد تا فرایند اکسیداسیون متانول به یون هیدروژن و دی‌اکسیدکربن، نیاز به مقادیر بیشتری از کاتالیست و فعالیت بهتر آن داشته باشد. همین موضوع موجب گرانتز شدن این پیل‌ها می‌گردد [۹].

با توجه به اینکه متانول سمی است، برخی شرکت‌ها به توسعه پیل‌های سوختی اتانولی نیز پرداخته‌اند. البته عملکرد پیل سوختی اتانولی نصف نوع متانولی است که انتظار می‌رود با ادامه تحقیقات کارایی آن‌ها به هم نزدیک شود [۹].

۲-۳-۱ پیل سوختی اسید فسفریک

پیل سوختی اسید فسفریک، اولین پیل سوختی تجاری می‌باشد که توسعه آن از اواسط دهه ۱۹۶۰ آغاز گشت و از سال ۱۹۷۰ در مرحله آزمایش قرار گرفت. همچنین این پیل در حال توسعه در زمینه افزایش پایداری، عملکرد و کاهش هزینه می‌باشد. الکترولیت مورد استفاده در این پیل سوختی اسید فسفریک با غلظتی در حدود ۱۰۰٪ است. محدوده دمای کارکرد این پیل سوختی بین ۱۵۰ تا ۲۲۰ درجه سانتیگراد است. هدایت یونی در اسید فسفریک نسبتاً ضعیف است ولی به علت پایداری بیشتر نسبت به سایر اسیدها جهت استفاده در این نوع پیل سوختی ارجحیت دارد. پیل سوختی اسید فسفریک به کربن دی‌اکسید حساسیتی نداشته و حضور مونوکسید کربن تا حد یک تا دو درصد مشکلی ایجاد نمی‌کند. کاتالیست مورد استفاده در پیل سوختی اسید فسفریک، پلاتین و ماتریسی که برای نگهداری اسید به کار می‌رود از جنس کاربید سیلیکون است. بازده الکتریکی این نوع پیل سوختی در حد ۴۵-۴۰ درصد است، که با استفاده از حرارت حاصل از واکنش‌های الکتروشیمیایی در کاربردهای توان برق و حرارت میزان بازده کلی (الکتریکی و حرارتی) به ۸۵٪ افزایش می‌یابد. اکنون پیل‌های سوختی اسید فسفریک با توان ۲۰۰ کیلووات و واحدهایی با توان ۱۱ مگاوات مورد استفاده قرار گرفته‌اند. شکل ۴-۱ نمایی از نحوه عملکرد پیل سوختی اسید فسفریک را نشان می‌دهد [۱].



شکل ۵-۱: پیل سوختی اسید فسفریک [۱۰]

سوخت مورد استفاده در پیل سوختی اسیدفسفریک هیدروژن می‌باشد و یون هیدروژن، H^+ نقش حامل بار را ایفاء می‌کند. همانند پیل‌های سوختی پلیمری هیدروژن در آند به پروتون و الکترون تفکیک شده و پروتون از طریق الکتrolیت و الکترون از طریق مدار بیرونی به کاتد منتقل می‌شوند. در کاتد الکترون‌ها، یون‌های هیدروژن و اکسیژن واکنش داده و آب تولید می‌شود. واکنش‌های آند، کاتد و واکنش کلی پیل به این صورت ارائه می‌شود [۱].



استفاده از کاتالیست پلاتین سبب افزایش سرعت واکنش‌های آند و کاتد می‌گردد. تامین هیدروژن مورد نیاز برای پیل سوختی اسیدفسفریک، با به کارگیری یک مبدل خارجی انجام می‌گیرد که در آن سوخت هیدروکربن به هیدروژن تبدیل می‌شود. وجود گوگرد حتی در کمترین مقدار موجب صدمه دیدن کاتالیست می‌شود. از این رو جدا سازی کامل سولفور از سوخت هیدروکربنی مصرفی امری ضروری می‌باشد. گرمای بوجود آمده در پیل سوختی اسیدفسفریک می‌تواند در کاربرد ترکیبی گرما و برق مورد استفاده قرار گیرد [۱].

از نکاتی که می‌بایست در پیل سوختی اسیدفسفریک مدنظر قرار گیرد، مقاومت اجزای آن می‌باشد، که بایستی در برابر خوردگی اسید مقاومت بالایی از خود نشان دهند [۱].

یکی از مهمترین کاربردهای پیل سوختی اسیدفسفریک، در مصارف نیروگاه‌های غیر متمرکز نصب شده در محل مصرف می‌باشند. در حال حاضر یکی از موثرترین کاربردهای این گونه پیل سوختی است. در این حالت مولد پیل سوختی اسیدفسفریک به طور مستقیم در محل مصرف نصب می‌شود و از حرارت و الکتریسیته تولیدی به طور همزمان استفاده می‌گردد [۱۱].

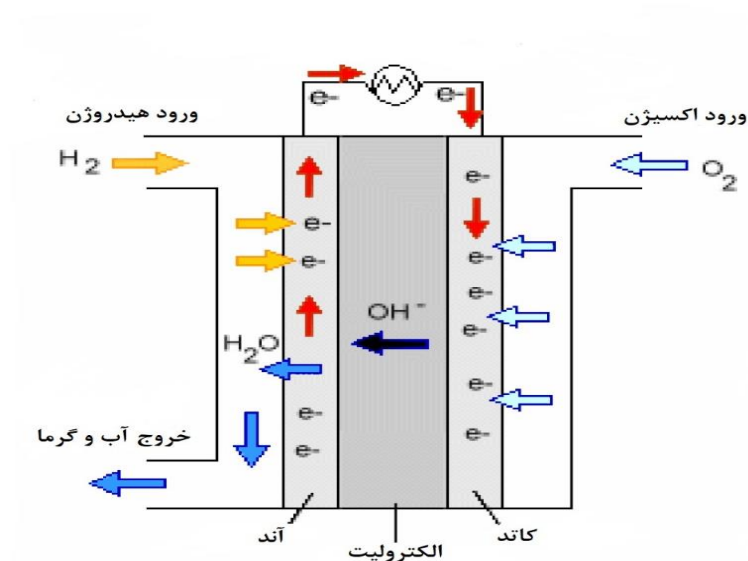
پیل سوختی اسید فسفریک اولین تکنولوژی پیل سوختی است که به صورت تجاری در دسترس قرار گرفته است. سیستم‌هایی از این نوع که در حال حاضر در دسترس هستند در خانه‌ها، هتل‌ها، بیمارستان‌ها و برخی واحدهای الکتریکی نصب شده است. بعضی از این واحدها دارای مشخصات تجاری بوده و ضمانت سازندگان را به همراه دارند [۱۱].

۳-۳-۱ پیل سوختی قلیایی

پیل سوختی قلیایی یکی از فناوری‌های توسعه یافته می‌باشد که از اواسط دهه ۷۰ در برنامه آپولو و شاتل‌های فضایی ناسا به کار گرفته شد. پیل سوختی در این فضاپیماها هم برق جانبی مورد نیاز و هم آب آشامیدنی را تامین می‌نماید. در این نوع پیل از اکسیژن و هیدروژن استفاده شده و الکترولیت آن نیز عموماً محلول هیدروکسید پتاسیم است [۱].

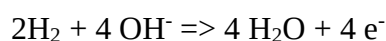
دمای عملیاتی این پیل از ۱۵۰ تا ۲۲۰ درجه سانتیگراد متغیر است و غلظت الکترولیت، هیدروکسید پتاسیم نیز با دما تغییر می‌کند. الکترولیت مورد استفاده که محلولی برپایه آب است، معمولاً در یک ماتریس متخلخل (از جنس آزبست) نگهداری می‌شود. بازده این نوع پیل سوختی در حدود ۷۰ درصد و دانسیته توان آن در حد ۳۰۰-۱۰۰ میلی‌وات بر سانتیمترمربع است. طول عمر این پیل سوختی بیش از ۱۰۰۰۰ ساعت می‌باشد [۱].

الکتروکاتالیست در پیل سوختی قلیایی شامل نیکل، نقره و اکسیدهای فلزات است. در میان پیل‌های سوختی دما پایین، پیل سوختی قلیایی تنها نوعی است که قابلیت کاربرد کاتالیست‌های فلزات معمولی در آن وجود دارد. شکل ۱-۶ نحوه عملکرد پیل سوختی قلیایی را نشان می‌دهد [۱].

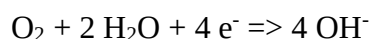


شکل ۱-۶: پیل سوختی قلیایی [۱۲]

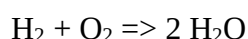
در این پیل سوختی یون‌های هیدروکسیل^۱ از کاتد به آنود می‌روند و با هیدروژن واکنش داده و تولید آب و الکترون می‌کنند. الکترون‌های بوجود آمده در آنود توسط یک مدار خارجی توان الکتریکی تولید می‌کنند. این مدار خارجی الکترون‌ها را به کاتد باز می‌گرداند. آب تولید شده در آنود به کاتد برگشته و در آنجا با الکترون‌ها و اکسیژن واکنش داده و موجب ساخته شدن یون‌های هیدروکسیل بیشتری می‌شوند. این یون‌ها درون الکترولیت نفوذ کرده و واکنش ادامه پیدا می‌کند. واکنش‌های شیمیایی در آنود و کاتد به صورت روابط ۱۰، ۱۱ و ۱۲ معرفی می‌شود. براساس این واکنش‌ها پیل سوختی الکتریسیته و حرارت را به عنوان محصول جانبی تولید می‌کند [۱].



رابطه ۱-۱۰- واکنش آنود



رابطه ۱-۱۱- واکنش کاتد



رابطه ۱-۱۲- واکنش کلی پیل

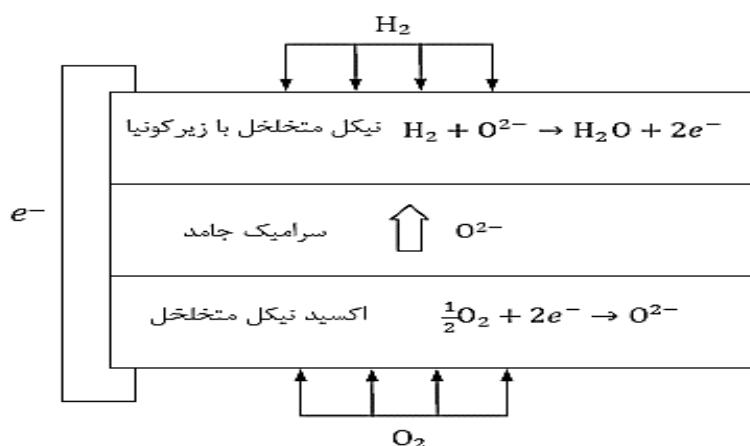
^۱ OH⁻

از خصوصیات پیل سوختی قلیایی حساسیت زیاد آن به دی اکسید کربن موجود در هوا و یا سوخت است. دی اکسید کربن سریعاً با الکترولیت واکنش داده و موجب کاهش عملکرد پیل سوختی می گردد، لذا این نوع پیل سوختی بایستی در محیط بسته باشد و از اکسیژن و هیدروژن خالص استفاده کند و از واکنش های شیمیایی اضافی و ایجاد کربنات جامد جلوگیری شود [۱۳].

جنبه مثبت پیل سوختی قلیایی تولید ارزان است. کاتالیست مورد استفاده در این نوع پیل از مواد متنوعی از قبیل نیکل، نقره و اکسید فلزات است که از کاتالیست های سایر پیل های سوختی ارزان تر است [۱۳].

۱-۳-۴ پیل سوختی اکسید جامد

توسعه پیل سوختی اکسید جامد از اواخر دهه ۱۹۵۰ آغاز شد و در حال حاضر بالاترین دما کاری را در میان انواع پیل سوختی دارد. محدوده دمای عملکرد این پیل ۶۰۰ - ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد است و به همین دلیل از انواع سوخت ها در آن می توان استفاده نمود. این پیل سوختی دو ساختار صفحه ای و لوله ای دارد و در آن از الکترولیت جامد سرامیکی نازکی به جای الکترولیت مایع استفاده می شود. شکل ۱-۷ نمایی از یک پیل سوختی اکسید جامد و واکنش های که در حین کارکرد پیل رخ می دهد، نشان می دهد [۱۴].



شکل ۱-۷: پیل سوختی اکسید جامد [۱۴]

در پیل سوختی اکسید جامد در دمای عملیاتی، یون‌های اکسیژن از شبکه کریستالی عبور می‌کنند. در کاتد ملکول‌های اکسیژن هوا با دو الکترون ترکیب می‌شوند. وقتی یک سوخت گازی حاوی هیدروژن از آند عبور کند، یک جریان شارژ شده منفی شامل یون‌های اکسیژن از الکترولیت عبور می‌کند تا سوخت را اکسید کنند. الکترون‌های ایجاد شده در آند از یک مدار خارجی عبور می‌کنند و به کاتد می‌روند. با این کار مدار الکتریکی کامل شده و انرژی الکتریکی تولید می‌شود [۱].

با توجه به دمای بالای کارکرد پیل سوختی اکسید جامد، کاربردهای نیروگاهی این نوع پیل سوختی بیشتر مدنظر است. دمای بالای کارکرد یک سری مزایای ویژه را برای این نوع پیل سوختی به همراه می‌آورد. این مزایا عبارتند از [۱]:

۱- تنوع در سوخت مورد استفاده (گازی نمودن ذغال، گازهای حاصل از فرایندهای صنعتی)

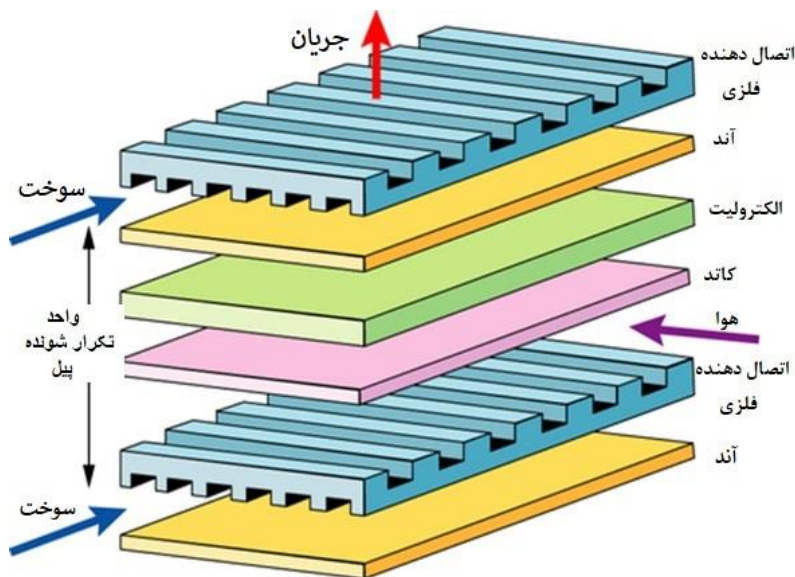
۲- امکان تبدیل مستقیم سوخت‌های هیدروکربنی بدون نیاز به مبدل سوخت

۳- راندمان بالا

۴- امکان به کارگیری در مولدهای توان برق و حرارت (بازیافت حرارتی جهت گرم نمودن فضا و یا توربین بخار جهت ایجاد برق)

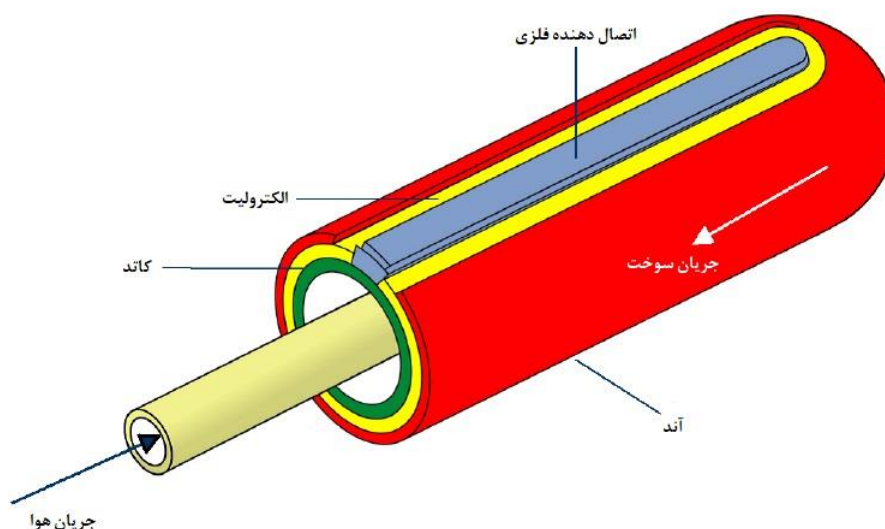
دمای بالای کارکرد پیل سوختی اکسید جامد و نیاز به مواد گرانبه‌تر، تنوع کاربردها را در این پیل سوختی محدود می‌کند، ولی از طرف دیگر با افزایش دمای کارکرد امکان تبدیل سوخت در داخل پیل سوختی میسر شده و امکان بهره‌برداری موثر از انرژی گرمایی تولید شده نیز بوجود می‌آید. با توجه به دمای بالای کارکرد پیل سوختی اکسید جامد، این نوع پیل سوختی در نیروگاه‌های بزرگ تولید برق و همچنین نیروگاه‌های سیکل ترکیبی مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۵].

پیل‌های سوختی اکسید جامد معمولاً به دو شکل متداول صفحه‌ای^۱ و لوله‌ای^۲ طراحی می‌شوند. (شکل ۸-۱ و شکل ۹-۱) پیل سوختی اکسید جامد صفحه‌ای دارای دانسیته انرژی تولیدی بیشتر و قیمت پایین‌تر نسبت به پیل سوختی لوله‌ای هستند. تحت شرایط کارکرد یک سلول واحد کمتر از یک ولت پتانسیل الکتریکی ایجاد می‌کند، به همین دلیل جهت افزایش توان کاری تعداد زیادی از سلول‌های واحد به صورت موازی با یکدیگر متصل می‌شوند، تا میزان جریان الکتریسیته لازم را فراهم کند. سری این سلول‌های واحد به نام انباره^۳ شناخته می‌شوند. یک جز متراکم هادی به نام اتصال دهنده‌های داخلی که تحت عنوان اتصال دهنده‌های فلزی^۴ شناخته می‌شوند، صفحات آند یک سلول را به کاتد سلول بعدی در یک توده متصل می‌کند [۱۶].



شکل ۸-۱: پیل سوختی اکسید جامد صفحه‌ای [۱۷]

- ۱ Planar solid oxide fuel cell
- ۲ Tubular solid oxide fuel cell
- ۳ Stack
- 4 Bipolar



شکل ۹-۱: پیل سوختی اکسید جامد لوله‌ای [۱۷]

با توجه با مطالب گفته شده در مورد انواع پیل سوختی جدول ۱-۱ به اجمال نشان دهنده خصوصیات و مشخصات کلی پیل‌های سوختی می‌باشد [۱].

جدول ۱-۱: مقایسه انواع پیل سوختی [۱]

پیل سوختی	توان تولید	بازده	دمای عملیاتی (°C)	الکترولیت	کاربرد
اکسید جامد	بیش از ۲۰۰ کیلو وات	۵۰-۶۵٪	۷۰۰-۱۰۰۰	سرامیک	نیروگاهی
متانولی	کمتر از ۱۰ کیلو وات	۴۰٪	۶۰-۱۳۰	غشا پلیمری	حمل و نقل
کربنات مذاب	بیش از ۱ مگا وات	۴۵-۶۰٪	۶۵۰	کربات مذاب	نیروگاهی
اسید فسفریک	بیش از ۵۰ کیلو وات	۳۵-۴۰٪	۲۰۰	اسید فسفریک	نیروگاهی
قلیایی	تا ۲۰ کیلو وات	۴۰-۶۰٪	۶۰-۹۰	هیدروکسید پتاسیم	زیر دریایی و فضایی

۴-۱- اهمیت آب‌بندی در پیل سوختی اکسید جامد

برای اطمینان از عدم نشتی و جدایش کامل گازهای واکنش‌گر و سوخت، در نوع صفحه‌ای پیل سوختی اکسید جامد، به مواد آب‌بندی مناسب دما بالا در قسمت‌های مختلف احتیاج است. استفاده از آب‌بند به طور کامل به طراحی پیل سوختی بستگی دارد به طوری که در طراحی لوله‌ای نیازی به آب‌بندی نیست، در حالی که در طراحی صفحه‌ای پیل سوختی نیاز به آب‌بندی چند گانه است. بسته به نوع طراحی پیل سوختی مواد آب‌بندی در معرض دماهای کاری حدود ۶۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتیگراد، اتمسفر اکسیدی در سمت کاتد و گاز سوختی مرطوب در سمت آن‌د قرار می‌گیرد. تنش‌های مداوم حرارتی ایجاد شده ناشی از سیکل‌های سرد و گرم متوالی، به مواد آب‌بندی آسیب می‌رساند. از طرفی تداخل طولانی مدت مواد آب‌بندی با اجزا پیل و یا خوردگی آن‌ها می‌تواند سبب افت خواص آن گردد. از این رو مشکل آب‌بندی پیل سوختی یکی از مشکلات بالفعل بر سر راه تجاری سازی این نوع از پیل‌های سوختی می‌باشد. بنابراین علاوه بر لزوم کارایی و بازده مواد آب‌بندی، مواد آب‌بند باید از لحاظ شیمیایی در حالت پایدار باشند؛ از لحاظ الکتریکی عایق؛ و از لحاظ خواص شیمیایی و حرارتی با اجزا در تماس با آن‌ها سازگار باشند [۱۶].

در آب‌بندی یک پیل سوختی مشکلاتی از قبیل موارد زیر ایجاد می‌شود:

- ۱- عدم هماهنگی شیمیایی اجزای پیل که منجر به عدم کارایی پیل می‌شود.
- ۲- ایجاد پیوند ناقص با اجزای پیل که منجر به نشت و اختلاط گازهای واکنش‌گر می‌گردد.
- ۳- ویسکوزیته پایین در دماهای بالا که باعث از بین رفتن آب‌بندی می‌شود.
- ۴- هدایت الکتریکی مواد آب‌بند که منجر به نشت جریان ایجاد شده می‌گردد و سبب افت بازده پیل می‌شود.

۵- عدم تطبیق ضریب انبساط حرارتی ماده آب‌بند و پیل که در سیکل‌های دمایی ایجاد شده سبب تنش حرارتی در پیل می‌شود و عمر آب‌بندی کاهش می‌یابد.

۶- عدم حفظ یک پارچگی ماده آب‌بند در طول محل آب‌بندی که منجر به نشتی و کاهش عملکرد می‌شود.

آب‌بندی نامناسب باعث کاهش عملکرد پیل خواهد شد. همچنین می‌تواند سبب کاهش پتانسیل ترمودینامیکی و ایجاد حرارت موضعی بسیار بالا شود، که برای اجزای پیل غیر قابل تحمل است. این امر سبب از بین رفتن و آسیب‌های شدید به پیل سوختی می‌شود [۱۸].

به دلایل ذکر شده حتی نشتی‌های بسیار کم در پیل سوختی غیر قابل قبول می‌باشد. در نتیجه ماده‌ای که به عنوان آب‌بند در پیل سوختی مورد استفاده قرار می‌گیرد، باید خواص زیر را دارا باشد:

۱- ضریب انبساط حرارتی سازگار با اجزای پیل،

۲- پایداری شیمیایی، فیزیکی، فازی و مورفولوژیکی در دمای کاری پیل و شرایط اتمسفری اکسیدی و احیایی در مدت زمان‌های طولانی،

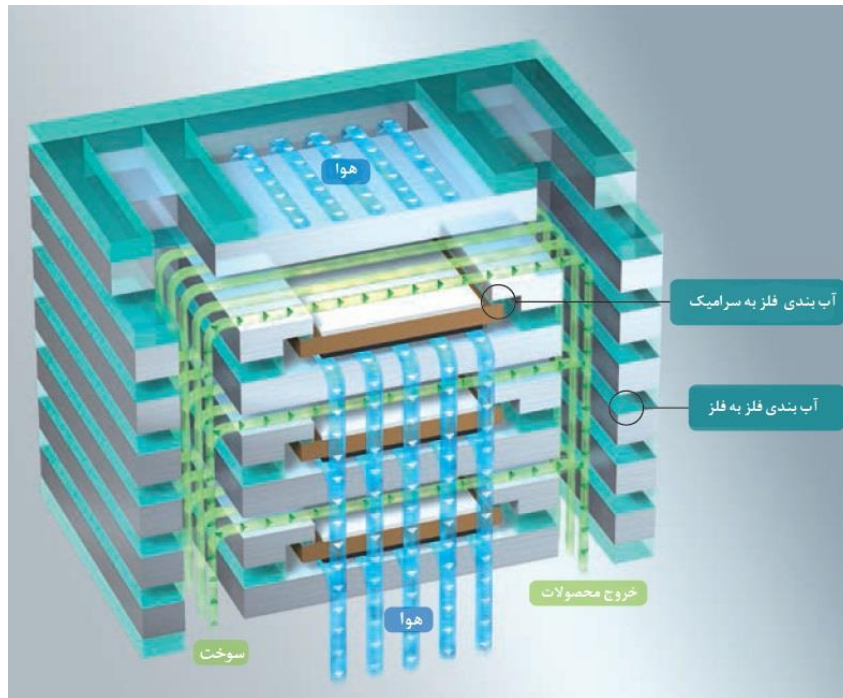
۳- سازگاری شیمیایی با اجزای پیل،

۴- تر کنندگی مناسب بر روی اجزای فلزی و سرامیکی،

۵- عایق الکتروشیمیایی بسته به محل کارکرد ماده،

۶- غیر قابل نفوذ در برابر انواع گازهای اکسیدی و احیایی [۱۶]

شکل ۱۰-۱ یک توده پیل سوختی اکسید جامد را نمایش می‌دهد. محل‌های مشخص شده، نشان دهنده مکان‌هایی از پیل می‌باشد که در زمان عملیات پیل سوختی نیاز به آب‌بندی دارند.



شکل ۱-۱۰: محل قرار گیری آب‌بند در پیل سوختی اکسید جامد صفحه ای [۱۹]

۱-۵- انواع آب‌بند های مورد استفاده در پیل سوختی اکسید جامد

آب‌بند های مورد استفاده در پیل سوختی اکسید جامد عموماً به دو دسته کلی آب‌بند های فشاری^۱ و آب‌بند های صلب^۲ دسته بندی می‌شوند. مزیت اصلی آب‌بند فشاری این است که به صورت چسب، سفت و محکم به اجزای پیل متصل نمی‌شود، به همین دلیل نیاز نیست که این نوع آب‌بند ها تطابق دقیقی از نظر ضریب انبساط حرارتی با سایر اجزای پیل داشته باشد. به همین دلیل جهت ایجاد آب‌بندی مناسب بدون نقص نیاز به اعمال فشار ثابت به توده پیل سوختی در زمان عملکرد آن است. در مقابل آب‌بندهای صلب نیازی به این اعمال فشار ندارند، در عوض برای رسیدن به آب‌بندی بدون نقص به این دلیل که مثل چسبی سخت و محکم به اجزای پیل سوختی می‌چسبند باید ضریب انبساط حرارتی متناسب با اجزای پیل داشته باشند [۲۰].

^۱ Compressive seals

^۲ Rigid seals

در ادامه به معرفی انواع آببندهای مورد استفاده در پیل سوختی اکسید جامد پرداخته می‌شود.

۱-۶- آببندهای صلب

در این نوع آببندها ماده‌ای که به عنوان آببند مورد استفاده قرار می‌گیرد، تا بالای دمای نرم شوندگی گرم می‌شود، مقداری سیلان می‌یابد تا حفره‌های احتمالی ایجاد شده پر شود. در طول این فرایند ماده آببند با مواد مجاور خود واکنش داده و پیوند شیمیایی تشکیل می‌دهد. در این نوع آببندها یک نوع ناحیه واکنشی در منطقه اتصال به وجود خواهد آمد. آببندهای صلب به طور عمده شامل شیشه‌ها، شیشه_سرامیک‌ها و لحیم فلزی می‌باشند [۱۶].

اتصال به وجود آمده در این نوع آببندها پیوند محکمی است، که اگر تنشی در آن به وجود آید این تنش در طول پیل منتقل خواهد شد. به همین دلیل ضریب انبساط حرارتی بین اجزای پیل و این نوع آببندها باید تطابق داشته باشد [۱۶].

۱-۶-۱ آببندهای شیشه‌ای

این نوع آببند، یکی از مهمترین و پرکاربردترین آببندهای مورد استفاده در این زمینه هستند که خود شامل شیشه‌های دما بالا و شیشه سرامیک‌ها می‌باشند. این مواد پایداری مناسبی در اتمسفرهای احیایی و اکسیدی در پیل سوختی دارند. عموماً قیمت پایینی دارند و چون به صورت پودر هستند می‌توانند به صورت خمیر در آیند و توسط روش ریخته‌گری نواری^۱ بر روی سطوحی که نیاز به آببندی دارند اعمال شوند. رفتار ترکندگی مناسبی در برابر سطوحی چون زیرکونیا و فولاد زنگ نزن دارند. از نظر هدایت

۱. Tape Casting

الکتریکی عایق محسوب می‌شوند و می‌توان به نحوی طراحی کردند که ضریب انبساط حرارتی سازگاری با اجزا پیل داشته باشند [۲۱].

شیشه در دمای بالا ویسکوز می‌شود و در برابر تنش‌های حرارتی، پایداری مناسبی از خود نشان می‌دهد. ولی این نوع آب‌بندها در طول مدتی که به صورت مداوم در دمای کاری پیل، کارکرد دارند، کریستاله می‌شوند و این امر در سیکل‌های حرارتی دما بالا باعث ایجاد تنش حرارتی می‌شود [۲۲].

البته این تبلور مجدد سبب افزایش خواص مکانیکی آب‌بند می‌شود، که می‌توان با کنترل سینتیک تبلور که از جمله مزایایی شیشه‌ای بودن و شیشه تبلور یافته است استفاده کرد. همچنین شیشه‌ها، بسته به ترکیب شیمیایی آن‌ها با آهن و کروم موجود در انباره پیل سوختی واکنش داده و باعث تضعیف پایداری شیمیایی آن می‌شوند [۲۲].

برای اینکه یک شیشه جهت انجام عملیات آب‌بندی در پیل سوختی مناسب باشد، دو پارامتر اساسی دمای شیشه‌ای شدن شیشه و ضریب انبساط حرارتی مد نظر است.

در مورد آب‌بندها شیشه‌ای، دمای شیشه‌ای شدن پایین مد نظر است، زیرا تنش‌های که به دلیل عدم انطباق ضریب انبساط حرارتی به وجود می‌آیند، اگر در فاز‌های شیشه‌ای قرار گیرند در صورت ایجاد ترک در دمای کاری پیل، ترک‌های ایجاد شده از بین خواهد رفت. بنابراین برای اینکه تنش ایجاد شده به کمترین مقدار ممکن برسد، باید دمای شیشه‌ای شدن تا حد امکان پایین باشد، البته با وجود این که استحکام مناسب آب‌بند در دمای کاری پیل، غیر قابل چشم‌پوشی است، لذا باید با دستیابی به یک ترکیب بهینه به هر دو این مهم دست پیدا کرد [۲۰].

• شیشه‌های خود ترمیم کننده^۱

این نوع شیشه‌ها، شیشه‌ای آمورف با ویسکوزیته نسبتاً پایین هستند، به همین دلیل توانایی تحمل تنش و ترک‌های کوچک ایجاد شده را دارند. همچنین در زمان عملکرد این آب‌بند در حین کار در پیل

سوختی، عیوب ناشی از وجود سیکل‌های حرارتی به خودی خود ترمیم می‌شوند، که آن هم به دلیل ویسکوز شدن نسبی آب‌بند در دمای کارکرد است [۱۶].

ترکیب این شیشه باید به نحوی طراحی شود که به صورت کامل در دمای کاری کریستاله نشود و به صورت آمورف باقی بماند. با این شرایط شیشه در دمای کاری پیل سوختی تا دمای نزدیک دمای ذوب گرم می‌شود و ترک‌های کوچک ایجاد شده به دلیل آمورف بودن شیشه از بین می‌رود [۱۶].

این نوع از آب‌بندها برای استفاده در زمان‌های کوتاه کارایی خوبی از خود نشان می‌دهند. در زمان‌های طولانی شیشه به خودی خود تمایل به تبلور یافتن دارد و این تبلور خواص اصلی این آب‌بند، یعنی خود ترمیم کنندگی را مختل کرده و آب‌بند را مستعد ایجاد ترک می‌کند [۱۶].

• شیشه‌سرامیک‌ها

شیشه سرامیک‌ها موادی هستند که به وسیله تبلور کنترل شده شیشه تولید می‌شوند. به این صورت که ساختارهای بلوری منظم در سرتاسر ساختار شیشه به صورت یکنواخت پخش شده است. به همین دلیل شیشه سرامیک خواص مکانیکی بهتری نسبت به شیشه از خود نشان می‌دهند. این مواد نسبت به نوع فازی که بلوری شده و حجم آن، ضریب انبساط حرارتی مختلفی می‌توانند داشته باشند. علاوه بر این شیشه‌سرامیک‌ها پایداری شیمیایی بهتری نیز نسبت به شیشه‌ها از خود نشان می‌دهند [۱۶].

به طور کلی از سه دسته اکسید شیشه ساز برای آب‌بندی پیل مورد استفاده قرار می‌گیرد، که شامل اکسید سیلیسیم، اکسید بور و اکسید فسفر هستند. تحقیقات صورت گرفته بر روی شیشه‌هایی با این ترکیبات حاکی از این موضوع است که شیشه‌های فسفاتی و بوراتی در محیط پیل سوختی که رطوبت دارد تمایل به خوردگی دارند و با اجزای پیل وارد واکنش می‌شوند [۱۶].

بهترین نتایج را تا به حال شیشه‌هایی شامل اکسید شیشه ساز سیلیسیم از خود نشان داده است، که به منظور دستیابی به اهداف مختلف از قبیل بهبود ضریب انبساط حرارتی، چسبندگی و استحکام با عوامل مختلف اصلاح کننده ترکیب شده‌اند [۱۶].

ترکیباتی که در مورد آب‌بندها مورد استفاده قرار می‌گیرند، عموماً شامل سیلیکات فلزات قلیایی، سیلیکات فلزات قلیایی خاکی، آلومینوسیلیکات، بوروسیلیکات و بوروآلومینوسیلیکات هستند. در این بین سیسیلیکات فلزات قلیایی در مقابل سایر ترکیبات، در برابر اجزا پیل سوختی اکسید جامد اکتیوتر هستند. شیشه‌هایی با ترکیب سیلیکات فلزات قلیایی خاکی نتایج رضایت بخشی را از خود نشان می‌دهند [۱۶].

اغلب ترکیبات شیشه‌ای که به عنوان آب‌بند مورد استفاده قرار می‌گیرد، دارای باریم هستند، که به شکل اکسید در مرحله شیشه سازی وارد می‌شود و به دلیل ضریب انبساط حرارتی بالا به عنوان کنترل کننده ضریب انبساط حرارتی وارد ترکیب می‌شوند [۲۱].

از دیگر افزودنی‌ها اکسید بور است، که جهت کاهش ویسکوزیته شیشه به ترکیب اضافه می‌شود. این امر در نتیجه تاثیرگذاری این اکسید در تغییر دمای نرم شوندگی و دمای انتقال به شیشه است. از افزودنی‌های دیگری که به این نوع شیشه‌ها اضافه می‌کنند، اکسید روی و لانتانیوم است، که به منظور کاهش ویسکوزیته افزوده می‌گردند. اکسید لانتانیوم ضریب انبساط حرارتی را نیز افزایش می‌دهد [۲۰].

مهمترین مسئله که در مورد شیشه سرامیک‌ها اهمیت بالایی دارد، بحث تناسب فرایند سینتر شیشه و تبلور مجدد شیشه است. برای مثال اگر ترکیب شیشه به گونه‌ای باشد که فرایند تبلور مجدد از فرایند تف جوشی زودتر صورت گیرد، در این حالت فازهای متبلور شده در سطح ذرات، تغییر شکل ذرات را دچار مشکل خواهد کرد، در نتیجه ویسکوزیته افزایش پیدا می‌کند. این امر علاوه بر این که سرعت سینتر شدن و میزان ترکندگی آب‌بند را کاهش داده، سبب می‌شود که در فصل مشترک بین اجزای پیل و آب‌بند حفراتی به وجود آیند. به همین دلیل آب‌بندی انجام شده ناقص خواهد بود و نشتی گاز به وجود خواهد آمد. برعکس این حالت زمانی است که کریستاله شدن به اندازه کافی صورت نگیرد، در این حالت خواص مکانیکی افت خواهد کرد. بنابراین تهیه آب‌بند مناسب نیازمند تعیین دمای مناسب سینتر شدن و تبلور یافتن، بسته به خواص دلخواه دارد [۲۱].

موضوع دیگری که در ارتباط با آببندهای شیشه سرامیکی مورد بحث قرار می‌گیرد، نحوه تثبیت ضریب انبساط حرارتی به صورت تابعی از دما و زمان می‌باشد. در مدت زمانی که پیل در حال کار است، به دلیل دمای بالای کارکرد عملیات کریستاله شدن ادامه پیدا می‌کند، بنابراین ضریب انبساط حرارتی که بستگی به میزان فاز بلوری دارد، تغییر می‌کند. اگر این تغییرات زیاد باشد، سبب ایجاد تنش حرارتی و ترک خوردن آببند می‌گردد، و آببند کارایی خود را از دست می‌دهد. این مورد بیشتر در سیستم‌های شیشه‌ای شامل $\text{BaO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ مشاهده می‌شود [۲۳].

در این نوع شیشه‌ها بعد از عملیات حرارتی در دمای حدود ۷۵۰ درجه سانتیگراد فازی به اسم هگزاسلزن^۱ به صورت نیمه پایدار متبلور می‌شود، که این فاز در مدت‌های طولانی عملکرد پیل، تبدیل به فاز هگزاسلزن با ساختار مونوکلنیک^۲ می‌گردد، که از نظر ترمو دینامیکی در دماهای کمتر از ۱۵۰۰ درجه سانتیگراد پایدار خواهد بود. تشکیل این فاز در آببندی نامطلوب است چرا که این فاز نسبت به فاز هگزاسلزن دارای ضریب انبساط حرارتی کاملاً متفاوتی با اجزا پیل است. بنابراین با وجود خواص مطلوب فاز هگزاسلزن که هم سبب افزایش استحکام خواهد شد و هم ضریب انبساط حرارتی متناسبی با اجزا پیل دارد، در طی سیکل‌های حرارتی تبدیل به مونوسلزن^۳ خواهد شد [۲۳].

موضوع دیگر قابل بحث در مورد این نوع آببندها واکنش‌پذیری آن‌ها با اجزا پیل مخصوصاً اجزای آهنی آن می‌باشد. مثلاً آببندهای با ترکیبات آلومینوسیلیکاتی بدون هیچ واکنشی به زیرکونیا پایدار شده می‌چسبد، ولی این نوع شیشه‌ها در تماس با فولاد زنگ‌زن تمایل به تولید محصولاتی چون کرومات باریم و مونوسلزن دارند. این فازها با افزایش مدت زمان عملکرد پیل افزایش ضخامت داشته و متخلخل می‌شوند، که علاوه بر تغییر محسوس ضریب انبساط حرارتی سبب نشتی در پیل خواهند شد [۱۶].

۱. Hexacelsian ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)

۲ Monoclinic

۳. Monocelsian

۲-۶-۱ لحیم کاری

لحیم کاری^۱ یکی از معمول ترین روش های اتصال مواد غیر مشابه است. در این روش، ماده پرکننده دمای ذوب پایین تری نسبت به مواد اتصال دهنده دارد. این ماده تا دمای ذوب خود گرم می شود و بین موادی که باید متصل شوند، قرار می گیرد. به دلیل خاصیت موئینگی بین سطوح متصل شونده را پر می کند و پس از سرد شدن یک اتصال جامد و همگن را به وجود می آورد [۲۴].

مهمترین روش لحیم کاری که اصولاً برای اتصال سرامیک به سرامیک و یا سرامیک به فلز مورد استفاده قرار می گیرد، روش فلز فعال^۲ می باشد. در این روش جهت افزایش میزان ترشوندگی بین فلز پرکننده و سطوح فلزی و سرامیکی از عناصر فعالی از قبیل وانادیوم، تیتانیوم، زیرکونیوم و مولیبدن استفاده می شود. آلیاژهای نقره، مس، نیکل و یا کروم برای کاهش تنش باقی مانده و اکسیداسیون در این روش استفاده می شود [۲۴].

علاوه بر این که روش فلز فعال، پیوندی نسبتاً قوی با اجزا پیل برقرار می کند، نیازمند استفاده از فلزات نجیب که سبب افزایش قیمت پیل سوختی می شود، نمی باشند. برای انجام این روش باید محیط گاز خنثی و یا خلا مورد استفاده قرار گیرد. از دیگر معایب این روش، این است که این روش در اتصال فلز به سرامیک در اکسیداسیون مقاومت لازم را ندارد و سبب افت خواص آب بندی می شود [۲۴].

روش دیگر لحیم کاری که می توان به عنوان آب بندی از آن استفاده کرد روش هوای راکتیو^۳ است در این روش از یک اکسید مذاب که تا حدودی در یک حلال فلز نجیب حل می شود، استفاده می گردد. این روش برای لحیم کاری نیازی به محیط خلا یا خنثی ندارد، ولی معمولاً فلزاتی که به عنوان حلال در این روش استفاده می شود، گرانیقیمت هستند که هزینه ساخت پیل را بالا می برند [۱۶].

۱ Brazing

۲ Active metal Brazing

۳ Reactive air Brazing

برای مثال یکی از ترکیباتی که می‌توان از آن استفاده کرد ترکیب Ag-CuO است، که حتی با مقدار بسیار کمی از اکسید مس چسبندگی و ترشوندگی بسیار خوبی با سطوح آب‌بندی دارد. بنابراین یک اتصال محکم به وجود می‌آورد. در این نوع از لحیم‌کاری برای تغییر در رفتار ترشوندگی، دمای کاری و قابلیت انحلال اکسیژن فلزاتی مثل پالادیوم، آلومینیوم و اکسید تیتانیوم اضافه می‌گردد. اما در مورد این روش نگرانی که وجود دارد این است که اگر از آلیاژهای بر پایه نقره استفاده شود، زمانی که در معرض اتمسفر دوگانه قرار می‌گیرند، فراریت نقره سبب افت خواص آب‌بندی می‌گردد. غلظت بالای اکسیژن در یک طرف آب‌بند و غلظت بالای هیدروژن در طرف دیگر آن با وجود اینکه اکسیژن و هیدروژن قابل انحلال در نقره هستند باعث می‌شود، در دماهای بالا اکسیژن حل شده از طرف هوا و هیدروژن حل شده از طرف سوخت، در داخل نقره واکنش داده و آب تولید کنند، که همین امر سبب افت خواص آب‌بندی می‌شود [۱۶].

۷-۱- آب‌بندهای نرم یا فشاری

آب‌بندهای فشاری به آب‌بندهای اطلاق می‌گردد که هیچ گونه واکنش شیمیایی با اجزا سرامیکی و فلزی انجام نداده و پیوندی نیز برقرار نمی‌کند. این نوع آب‌بندها عموماً از یک نوع ماده انعطاف‌پذیر دما بالا تشکیل می‌شوند. این نوع از آب‌بند توسط یک فشار خارجی که به پیل اعمال می‌شود، سطوح مختلف پیل را آب‌بندی می‌کند. این نیروی اعمالی باید آب‌بند نرم را تغییر شکل دهد و در بین سطوح یک آب‌بندی بدون نقص را ایجاد کند. اعمال فشار می‌تواند باعث شود که فضاهای خالی موجود بسته شوند و آب‌بندی صورت گیرد. در این نوع آب‌بندها همسان بودن ضریب انبساط حرارتی آب‌بند با اجزا پیل مسئله نمی‌باشد، زیرا آب‌بند پیوندی با اجزا پیل برقرار نکرده است. از این گروه از آب‌بندها می‌توان به آب‌بندهای فشاری فلزی و آب‌بندهایی بر پایه میکا نام برد [۲۰].

این نوع آببندها نسبت به آببندهای صلب بیشتر نشتی پیدا می‌کنند، ولی در برابر سیکل‌های حرارتی مقاومت بیشتری از خود نشان می‌دهند. در واقع آببندهای نرم آب‌بند نیستند، بلکه به صورت اجزایی در سیستم قرار می‌گیرند تا زمانی که سیستم تحت فشار قرار می‌گیرد، از نشت گاز جلوگیری کنند. مزیت اصلی این آببندها این گونه بیان می‌شود، به دلیل اینکه با اجزای پیل هیچ پیوندی برقرار نکرده‌اند در نتیجه می‌توانند در هر دمایی به اندازه دلخواه منبسط شوند و هیچ گونه تنشی نیز به سیستم وارد نکنند [۲۰].

۱-۷-۱ آببندهای فشاری فلزی

برای اینکه آب‌بند فشاری فلزی عملکرد مناسب داشته باشد، باید زمان اعمال نیرو مقدار تغییر فرم از خود نشان دهند. بنابراین یکی از روش‌های ساخت آن استفاده از فلزات انعطاف‌پذیر است. همچنین برای جلوگیری از افت خواص آب‌بند در برابر اکسیداسیون از فلزاتی قبیل طلا و نقره استفاده می‌شود. برای به کار گیری این نوع آببندها در پیل سوختی، از این فلزات به شکل واشر ساخته شده و در سیستم قرار می‌گیرند [۲۰].

عیبی که این نوع از آببندهای فشاری با پایه نقره ایجاد می‌کنند به این صورت است، زمانی که در اتمسفری دوگانه قرار می‌گیرند مثلاً در یک پیل سوختی از یک طرف هوا و در سمت دیگر هیدروژن وجود دارد، به دلیل این که حلالیت اکسیژن و هیدروژن در نقره بالاست، اکسیژن حل شده از سمت هوا و هیدروژن سوختی در داخل نقره واکنش می‌دهند و آب تولید می‌کنند. این امر سبب ایجاد خلل در عملکرد پیل سوختی خواهد شد [۲۰].

روش دیگر استفاده از این نوع از آببندها به کارگیری آلیاژهایی است که در مقابل اکسیداسیون مقاومت می‌کنند. مثلاً فولاد های زنگ نزن و یا سوپر آلیاژهای برپایه نیکل. سفت و سخت بودن این نوع از آببندها در مقابل سطوحی که نیاز به آب‌بندی دارند و اکثراً زبر و ناهموار هستند را می‌توان با

پوشش‌های از فلزات نرم جبران کرد. اما عیبی که این نوع آب‌بندها به همراه دارند، این است که این آب‌بندها هادی جریان هستند و در پتانسیل تولیدی توسط پیل سوختی خلل ایجاد می‌کنند [۲۰].

۲-۷-۱ آب‌بندهای پایه میکا

به طور کلی میکا به دسته‌ای از مواد معدنی لایه لایه اطلاق می‌گردند که به دسته فیلوسیلیکاتها^۱ متعلق هستند. از صفحاتی قابل ورقه ورقه شدن تشکیل شده و برای ساخت آب‌بندهای فشاری مورد استفاده قرار می‌گیرند. خصوصیت اصلی این مواد ثابت دی‌الکتریک یکنواخت آن‌ها و مقاومت الکتریکی بالای آن‌هاست. اعمال فشار بر روی بلورهای صفحه‌ای میکا که عمود بر لایه‌های میکا فشار اعمال شود، می‌تواند آب‌بندی بی‌نقصی را به وجود آورد. فرم‌هایی از میکا که از آن به عنوان آب‌بند می‌توان استفاده کرد، شامل ورقه‌های مسکویت^۲ و ورقه‌های فلوگوپیت^۳ اشاره کرد. مهم‌ترین تفاوتی که بین این دو فاز میکایی وجود دارد تفاوت در ضریب انبساط حرارتی است که ضریب انبساط حرارتی مسکویت کمتر از فلوگوپیت است. صفحات میکا به خودی خود در فشارهای بالا نیز خاصیت آب‌بندی ضعیفی از خود نشان می‌دهند که اکثر نشتی آن در طول سطوح مشترک با سطوحی است که باید در آن‌جا آب‌بندی صورت گیرد. برای حل این مشکل می‌توان میکا را با فلزات انعطاف پذیر و یا شیشه ترکیب کرد که سبب بهبود این مشکل می‌گردد. به این نوع از آب‌بندها، آب‌بند پیوندی^۴ اطلاق می‌گردد [۲۰].

میکا از بسیاری از پودرهای فلزی در برابر اکسیداسیون مقاوم تر است، اما ثابت شده است که به دلیل ضریب انبساط حرارتی پایین آن و نشتی ایجاد شده از فصل مشترک مشکل ساز خواهد شد [۲۰].

^۱ Phyllosilicate

^۲ Muscovite $(\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{F}'\text{OH})_2)$

^۳ Phlogopite $(\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2)$

^۴ Hybrid seal

۸-۱- مروری بر تحقیقات گذشته

تحقیقات بسیاری در زمینه آب‌بندهای پیل سوختی صورت گرفته است. در آن‌ها عوامل متعددی اعم از ترکیب شیمیایی شیشه مناسب، انواع اضافه شونده‌ها به ترکیب شیشه جهت رسیدن به خواص مطلوب و عوامل متعددی که می‌تواند بر خواص یک آب‌بند مناسب تاثیرگذار باشد، مورد بررسی قرار گرفته شده است. در این جا به بیان اجمالی برخی از مطالعات انجام شده در مورد آب‌بندهای پیل سوختی که در انجام این پروژه تاثیر گذار بوده است، پرداخته می‌شود.

در سال ۲۰۰۸ مین‌هارد و همکاران [۲۵]، به ساخت و بررسی خواص آب‌بند پایه شیشه سرامیک بارییم‌آلومینوسیلیکات پرداختند که در بازه زمانی طولانی قابل استفاده باشد. این نوع از ترکیب شیشه دارای نرخ دلخواهی از کریستاله شدن در دمای بالا دارد. همچنین ویسکوزیته مناسبی را در دمای کاری پیل سوختی دارد. اضافه شدن مقادیری اکسید بور و اکسید لانتانیوم علاوه بر تاثیر بر میزان ویسکوزیته شیشه در دمای بالا بر ضریب انبساط حرارتی نیز تاثیر گذار است.

پس از مخلوط سازی مواد اولیه با ترکیبات مختلف، این مواد در یک بوتله پلاتینی در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد ذوب شده و سپس درون آب سرد شده‌اند. پس از آسیا شدن مواد اولیه و رسیدن به یک اندازه دانه مطلوب برای نمونه سازی از روش ریخته‌گری نواری استفاده شده است. در این تحقیق به بررسی ضریب انبساط حرارتی، میزان ترک‌ندگی سطح و میزان چسبندگی آن به سطوح مورد نظر در پیل سوختی مورد بررسی قرار گرفته است.

در نتیجه آزمایش‌های صورت گرفته از ترکیبات مختلف این نتایج به دست آمد که ترکیبی که دارای میزان اکسید کلسیم بیشتری نسبت به بقیه ترکیب‌ها داشته است، ضریب انبساط حرارتی منطقی با اجزای پیل سوختی دارد و همچنین این ترکیب از شیشه نرخ کریستاله شدن مناسبی در دمای کارکرد پیل را دارا می‌باشد.

در سال ۲۰۱۲ حیدری و همکاران [۲۶]، به بررسی خواص مکانیکی و ریز ساختار آب‌بند کامپوزیت شده با نانو ذرات زیرکونیا پرداختند. در این تحقیق درصدهای مختلفی از زیرکونیا به ماده آب‌بند که شیشه کلسیم باریم آلومینوسیلیکات بود، کامپوزیت سازی شده است. کامپوزیت های ساخته شده در این تحقیق در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد مورد بررسی قرار گرفتند و به بررسی خواص مکانیکی آن پرداخته شد. به این منظور کامپوزیت‌های ساخته شده در مدت زمان‌های مختلف در این دما سینتر می‌شوند. پس از آن برای بررسی ریز ساختار و فازهای ایجاد شده از میکروسکوپ الکترونی و آزمون پراش اشعه ایکس استفاده می‌شود.

در الگو اشعه ایکس نمونه سینتر شده بدون کامپوزیت سازی سه فاز عمده مشاهده شده است که عبارتند از باریم سیلیکات، باریم کلسیم سیلیکات و هگزاسلین. در نمونه‌های کامپوزیت شده علاوه بر این سه فاز مقداری زیرکونیا و سیلیکات زیرکونیا نیز مشاهده شده است. آنچنان که از تصویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده می‌شود، با افزایش زمان تف جوشی، فازهای اصلی موجود که سوزنی شکل هستند رشد پیدا کرده که این امر نشان دهنده افزایش فازهای کریستاله شده در اثر تف جوشی می‌باشند. در حالی که با افزایش مقدار ماده کامپوزیت شده میکروسختی افزایش یافته، در حالی افزایش زمان تف جوشی تاثیری بر میزان میکروسختی نداشته است.

اندازه فازهای سوزنی و دانسیته قطعه نهایی، از مهمترین عوامل موثر بر میزان سختی کامپوزیت ساخته شده است. در این تحقیق مشاهده شد که با افزایش زیرکونیا در کامپوزیت تا ۱۰ درصد وزنی، سختی افزایش پیدا می‌کند در حالی که از آن مقدار به بعد سبب افت سختی خواهد شد. این امر به دلیل کاهش دانسیته قطعه و در نتیجه افزایش فاز ثانویه‌ای چون زیر کونیا و سیلیکات زیرکونیا خواهد بود، که فازهای ناهم‌هنگ با زمینه در سیستم ایجاد می‌کنند. با توجه به آزمایشات انجام شده کامپوزیتی که ده درصد نانو ذره زیرکونیا دارد بهترین نتایج ممکن را از خود نشان داده است.

در سال ۲۰۰۹ وانگ و همکاران [۲۷]، با تغییر در ترکیب اجزا سازنده شیشه‌ای شامل اکسید باریم، آلومینا، اکسید بور و اکسید سیلیسیم و همچنین اضافه کردن مقادیر مختلفی از اکسید منیزیم به ترکیب به بررسی خواص حرارتی و آببندی این نوع از شیشه‌های آببند پرداختند. در ادامه این تحقیق به بررسی تاثیر هر یک از اجزا شیشه بر خواصی چون دانسیته نهایی، ضریب انبساط حرارتی، میزان ترکندگی سطح و دمای نرم‌شوندگی پرداخته شده است.

مشاهدات انجام شده مبنی بر این است که با افزایش میزان اکسید باریم در شیشه آببند، تا حدود ۵۰ درصد افزایش دانسیته نمونه نهایی را به دنبال خواهد داشت. همچنین با افزایش میزان اکسید سیلیسیم در شیشه ساخته شده، دمای نرم‌شوندگی شیشه به طور قابل توجهی افزایش پیدا می‌کند.

ضریب انبساط حرارتی شیشه‌های تولید شده در رنج ۴ تا ۱۰ میکرومتر بر درجه سانتیگراد است، که ضریب انبساط حرارتی با افزایش میزان اکسید سیلیسیم افت کرده و با بالا رفتن درصد اکسید باریم افزایش پیدا می‌کند.

همچنین میزان ترکندگی سطح، توسط شیشه در دمای بالا به میزان اکسید بور بستگی دارد، و با افزایش میزان اکسید بور در سیستم شیشه آببند، میزان ترکندگی بهبود می‌یابد.

شیشه‌ای که مقادیر مختلفی از اکسید منیزیم به آن اضافه شده بود، نشان داد که اکسید منیزیم علاوه بر اینکه بر میزان ضریب انبساط حرارتی تاثیر چندانی ندارد، ولی پایداری آببند را در طول زمان کاری افزایش می‌دهد.

در سال ۲۰۱۳ جیان و همکاران [۲۸]، به بهینه سازی کامپوزیت شیشه‌سرامیک، شیشه و آلومینا پرداختند. برای این کار درصدهای ۲۰ تا ۶۰ از آلومینا را با شیشه مورد نظر مخلوط کرده و پس از عملیات نمونه سازی، بر روی نمونه‌ها، آزمایش‌هایی از قبیل تست نشت و بررسی میکروساختار فصل مشترک با پیل توسط میکروسکوپ الکترونی پرداختند. به این منظور میزان نشتی ایجاد شده از نمونه‌ها

را در دماهای مختلف، فشارهای مختلفی از گاز وارد شده به پیل و فشارهای مختلف اعمال شده بر استک پیل سوختی مورد بررسی قرار گرفته است.

در این تحقیق کامپوزیت آلومینا شیشه در مقادیر مختلفی از شیشه توسط ریخته‌گری نواری تولید شده است. نتایج حاصل از این تحقیق نشان می‌دهد که عملکرد آب‌بندی با افزایش درصد شیشه بهبود می‌یابد. این امر به دلیل به هم پیوستگی بیشتر ساختار ایجاد شده بین ذرات شیشه و ذرات آلومینا در دمای بالا است. ترکیب بهینه به دست آمده از این تحقیق ترکیب ۵۰٪ شیشه و ۵۰٪ آلومینا است که از خود کمترین میزان نشتی را نشان داده است، که به دلیل دانسیته بالا کامپوزیت در دمای کاری پیل سوختی می‌باشد.

همچنین مشاهده شد که افزایش فشار گاز اعمالی به سیستم و نیز کاهش دمای کاری و فشار اعمالی به انباره سبب افزایش نرخ نشتی خواهد شد. میزان نشتی که از ترکیب بهینه در شرایط مختلف انجام آزمایش گزارش شده است، بسیار کمتر از $0.40 \text{ sccm cm}^{-1}$ می‌باشد که مقدار نشتی قابل قبول برای یک آب‌بند پیل سوختی اکسید جامد است. این میزان نشتی اندازه‌گیری شده برای ترکیب مورد نظر در ۲۵ سیکل دمایی بین ۲۵۰ تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد اندازه‌گیری شده است، که عملکرد مناسب این نوع آب‌بند را مشخص می‌کند.

در سال ۲۰۰۵ چوو و همکاران [۲۹]، به بررسی پایداری کامپوزیت شیشه-میکا در سیکل‌های دمایی مختلف پرداختند و تاثیر میزان فاز شیشه‌ای و تنش‌های ایجاد شده را مورد بررسی قرار دادند. در این تحقیق، دو مدل برای بررسی میزان نشتی مورد آزمایش قرار گرفته است. یک، بین دو سطحی که نیاز به آب‌بندی دارند ابتدا در تماس با سطوح لایه‌ای از شیشه قرار می‌گیرد و بین این دو سطح از شیشه، میکا قرار می‌گیرند. دو در بین دو سطح شیشه‌ای، اطراف سطوح آب‌بندی، کامپوزیتی از شیشه و میکا در درصدهای ۱۰ تا ۵۰ از شیشه قرار داده شده است. بر روی این موارد تست نشت انجام می‌گیرد و

تاثیر مواردی چون درصد حجمی فاز شیشه ای بر میزان نشتی، میزان نشتی در فشارهای بالا از گاز و میزان فشار اعمالی بر پیل سوختی و میزان نشت ایجاد شده مورد بررسی قرار گرفته است.

نتایج به دست آمده حاکی از کاهش میزان نشتی در سیکل های دمایی با افزایش میزان فاز شیشه ای است، میزان آن در دمای ۸۰۰ درجه سانتیگراد و فشار ۶ psi، میزان ۱ sccm/cm^۰ است، این نتایج در شرایطی است که فشار گاز داخل پیل ۰/۲ psi است و با افزایش این فشار تا ۲ psi میزان نشتی تا پنج برابر افزایش پیدا می کند.

کامپوزیت شیشه میکا با مقادیر ۱۰ و ۲۰ درصد حجمی شیشه در شرایط حداقل و حداکثر فشار اعمالی بر پیل مورد تست نشتی قرار گرفت که میزان نشت با افزایش فشار اعمالی و افزایش میزان فاز شیشه ای کاهش پیدا می کند.

در سال ۲۰۱۲ راچادل و همکاران [۳۰]، شیشه سرامیکی دارای ترکیبات اکسید لیتیم، اکسید زیرکونیوم، اکسید سیلیسیم و اکسید آلومینیوم مورد بررسی قرار دادند و خواص سازگاری ترمودینامیکی و مکانیکی آن را در معرض شرایط و اجزای کار پیل سوختی بررسی کردند. ترکیب مورد نظر از شیشه که به عنوان آببند مورد استفاده قرار گرفته است، باید ابتدا به بیشترین چگالی نسبت به چگالی تئوری خود دست پیدا کند. برای این مهم، نمونه های سینتر شده در دماهای مختلف توسط روش ارشمیدسی، چگالی آن ها به دست آمد. دمای سینتری که نمونه به بیشترین چگالی خود نسبت به چگالی تئوری دست پیدا کرده است، به عنوان دمای سینتر معرفی می شود. برای بررسی خواص ترمومکانیکی این ترکیب از شیشه سرامیک و بررسی سازگاری آن با اجزای پیل سوختی، دوغاب تهیه می شود، سپس توسط ریخته گری نواری، صفحه هایی به عنوان آببند ساخته و تف جوشی می شوند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشان دهنده این موضوع است که در دماهای بالای ۸۰۰ درجه سانتیگراد که دمای مشخص شده برای سینتر نمونه ها است، حفرات درون ساختار افزایش پیدا می کند. این ناشی از کریستاله شده فاز های شیشه ای درون ساختار است که همبستگی مناسبی با زمینه ندارند.

در سال ۲۰۱۴ والتر و همکاران [۳۱]، به بررسی خواص مکانیکی و حرارتی شیشه سرامیک حاوی ترکیباتی نظیر اکسید بور، اکسید کلسیم، اکسید آلومینیوم و اکسید سیلیسیم پرداختند. به شیشه تولید شده با استفاده از این روش شیشه‌های BCAS گفته می‌شود. ترکیبی که در این تحقیق مورد بررسی قرار گرفته است به عنوان ترکیب مخصوص آب‌بندی پیل‌های سوختی است که به این دسته از شیشه‌ها G18 گفته می‌شود.

در این تحقیق کامپوزیتی با ترکیبی از ۴۰ درصد وزنی شیشه و ۶۰ درصد وزنی آلومینا در سیکل‌های دمایی مختلف مورد آزمایش قرار داده شد. با بررسی نمونه‌های سینتر شده در هر سیکل دمایی این نتیجه به دست آمد که در دماهای ۷۰۰-۸۰۰ درجه سانتیگراد حفراتی درون ساختار شکل می‌گیرد که این حفرات در نتیجه کریستاله شدن فاز شیشه‌ای درون کامپوزیت خواهد بود. هر چه تعداد سیکل دمایی که بر نمونه اعمال می‌شود، بیشتر باشد میزان حفرات درون ساختار نیز افزایش می‌یابد. همچنین دمای انتقالی فاز شیشه‌ای به کریستالی را می‌توان با تغییر شیب نمودار تغییرات طول بر حسب دما به دست آورد. در نتیجه هر چه تعداد سیکل‌های دمایی اعمال شده بر روی نمونه‌ها افزایش پیدا کند، دمای انتقال فاز شیشه‌ای به کریستالی کاهش می‌یابد، که این کاهش دما برای آب‌بند مطلوب نمی‌باشد.

۹-۱- معرفی تحقیق حاضر

با توجه به مطالعات انجام گرفته در سال‌های اخیر و با الهام گرفتن از روش‌های صحیح به دست آمده جهت بهبود عملکرد آب‌بندی در دمای کاری پیل سوختی و افزایش طول عمر آب‌بند، به اصلاح ترکیب شیشه و کامپوزیت سازی شیشه پرداخته شد. که ماده آب‌بندی تولید شود، که هم سازگاری مناسب با اجزا پیل سوختی داشته باشد و هم مقاومت لازم را در برابر تنش‌های حرارتی ایجاد شده در آب‌بند را به حداقل برساند و قاعدتا کمترین میزان نشتی را نیز داشته باشد.

برای رسیدن به این اهداف بر آن شدیم که کامپوزیت‌هایی از شیشه معمول مورد استفاده به عنوان آب‌بند، با الیاف شیشه و پودر ورقه‌ای شکل میکا تهیه شود.

الیاف شیشه و میکا در نمونه‌ها با این هدف وارد می‌شوند، زمانی که ترک‌های ناشی از تنش حرارتی که در اثر سیکل‌های حرارتی به وجود می‌آیند، در زمان اشاعه ترک با این الیاف و ورقه‌ها برخورد کند، متوقف شده و از اشاعه ترک جلوگیری شود و به طور کلی چقرمگی نمونه آب‌بند شیشه‌ای افزایش پیدا کند. برای این کار نمونه‌هایی کامپوزیتی با پایه شیشه و درصد‌های مختلفی از الیاف شیشه و ورقه‌های میکا به صورت جداگانه تهیه شد. پس از سینتر در دمای مناسب آزمون‌های مختلفی جهت بررسی خواص مکانیکی، حرارتی، الکتریکی و نشتی آب‌بندهای تولید شده صورت گرفته و در نهایت به بررسی عملکرد آب‌بند ساخته شده در پیل سوختی پرداخته شد.

فصل ۲ روش آزمایشگاهی

در این فصل به معرفی مواد اولیه استفاده شده، مراحل تهیه و ساخت پایه کامپوزیت مورد نظر، کامپوزیت سازی، روش های نمونه سازی و وسایل مورد استفاده جهت انجام این تحقیق پرداخته می شود.

۲-۱- مواد اولیه

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق به دو دسته کلی تقسیم بندی می شوند، موادی که برای شیشه سازی مورد استفاده قرار می گیرند و پایه اصلی کامپوزیت را تشکیل می دهند و مواد مورد استفاده جهت کامپوزیت سازی با پایه اصلی کامپوزیت که در این تحقیق شیشه می باشد.

مواد مورد استفاده جهت شیشه سازی عبارتند از:

۲-۱-۱ کربنات کلسیم

کربنات کلسیم ماده ای سفید رنگ است که به عنوان ماده اولیه جهت ایجاد اکسید کلسیم وارد سیستم مواد اولیه جهت شیشه سازی می شود. اکسید کلسیم درون سیستم نقش شبکه ساز را ایفا می کند. وجود این ماده در سیستم شیشه سبب کاهش دمای شیشه ای شدن و افزایش ضریب انبساط حرارتی شیشه تولیدی می شود. جدول ۲-۱ خواص کربنات کلسیم مورد استفاده در این تحقیق و شکل ۲-۱ شکل ظاهری کربنات کلسیم مورد استفاده در این تحقیق را نشان می دهد.

جدول ۲-۱: مشخصات عمومی کربنات کلسیم

خواص	فرمول شیمیایی	جرم ملکولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	خلوص (%)
کربنات کلسیم	CaCO ₃	۱۰۰/۰۹	۲/۹۳	۹۸/۵ - ۱۰۰



شکل ۲-۱: کربنات کلسیم

۲-۱-۲ کربنات باریم

کربنات باریم ماده‌ای سفید رنگ است که در این تحقیق به عنوان ماده اولیه جهت تامین اکسید باریم مورد نیاز جهت شیشه سازی استفاده شده است. اکسید باریم مانند اکسید کلسیم نقش شبکه ساز را در ساختار شیشه ایفا می‌کند. به دلیل ایجاد ترکیبات یوتکتیکی در سیستم سبب کاهش دمای ذوب و در نتیجه کاهش دمای شیشه‌ای شدن می‌شود و علاوه بر این سبب افزایش ضریب انبساط حرارتی شیشه می‌شود. جدول ۲-۲ بیانگر خواص کربنات باریم و شکل ۲-۲ شکل ظاهری کربنات باریم مورد استفاده در این تحقیق را نشان می‌دهد.

جدول ۲-۲: مشخصات عمومی کربنات باریم

خواص	فرمول شیمیایی	جرم ملکولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	خلوص (%)
کربنات باریم	BaCO ₃	۱۹۷/۳۴	۴/۴۳	۹۹-۱۰۰



شکل ۲-۲: کربنات باریم

۲-۱-۳ اکسید سیلیسیم

اکسید سیلیسیم ماده‌ای سفید رنگ است. به عنوان ماده اصلی و نقش شیشه ساز را در مجموعه مواد اولیه جهت تولید شیشه ایفا می‌کند. درصد وزنی که از این ماده در ترکیب اولیه شیشه قرار می‌گیرد، تعیین کننده خواص اصلی شیشه از جمله دمای شیشه ای شدن و ضریب انبساط حرارتی خواهد بود. مشخصات اولیه اکسید سیلیسیم مورد استفاده در این تحقیق در جدول ۲-۳ نمایش داده شده است. شکل ۲-۳ نشان دهنده شکل ظاهری اکسید سیلیسیم مورد استفاده در این تحقیق می‌باشد.

جدول ۲-۳: مشخصات عمومی اکسید سیلیسیم

خواص	فرمول شیمیایی	جرم مولکولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	خلوص (%)
اکسید سیلیسیم	SiO ₂	۶۰/۰۸	۲/۲	۹۹-۱۰۰



شکل ۲-۳: اکسید سیلیسیم

۲-۱-۴ اسید بوریک

اسید بوریک ماده‌ای سفید رنگ است. به عنوان ماده تامین کننده اکسید بور در سیستم شیشه مورد استفاده قرار می‌گیرد. نقش اکسید بور همانند اکسید سیلیسیم شیشه سازی است و خواص اصلی شیشه، از جمله دمای نرم شوندگی، دمای ذوب و غیره را مشخص می‌کند. علت استفاده از اسید بوریک در این تحقیق به این دلیل است که استفاده اکسید بور به صورت خالص به دلیل دمای ذوب بالا علاوه بر افزایش دمای شیشه سازی سبب کاهش سیالیت مذاب شیشه می‌شود. جدول ۲-۴ نمایش دهنده خواص اصلی و شکل ۲-۴ نشان دهنده شکل ظاهری اسید بوریک مورد استفاده در این تحقیق می‌باشد.

جدول ۲-۴: مشخصات عمومی اسید بوریک

خواص	فرمول شیمیایی	جرم مولکولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	خلوص (%)
اسید بوریک	H ₃ BO ₃	۶۱/۷۹	۱/۴۳۵	۹۷-۱۰۰



شکل ۲-۴: اسید بوریک

۲-۱-۵ آلومینا

آلومینا ماده‌ای سفید رنگ است و به عنوان افزودنی به سیستم تولید شیشه اضافه می‌گردد. وظیفه آلومینا در این سیستم تغییر ویسکوزیته، با کنترل نرخ کریستاله شدن شیشه می‌باشد. در نتیجه در ساختار شیشه سبب کاهش ویسکوزیته، کاهش ضریب انبساط حرارتی و دمای شیشه ای شدن می‌شود و سبب بهبود خاصیت ترکندگی سطح توسط شیشه می‌گردد. جدول ۲-۵ نمایش دهنده مشخصات آلومینا و شکل ۲-۵ نشان دهنده شکل ظاهری آلومینا مورد استفاده در این تحقیق می‌باشد.

جدول ۲-۵: مشخصات عمومی آلومینا

خواص	فرمول شیمیایی	جرم ملکولی (g/mol)	چگالی (g/cm ³)	خلوص (%)
آلومینا	Al ₂ O ₃	۱۰۱/۹۴	۳/۹۵	۹۹-۱۰۰



شکل ۲-۵: پودر آلومینا

مواد مورد استفاده جهت کامپوزیت سازی با شیشه عبارتند از:

۲-۱-۶ الیاف شیشه

الیاف شیشه^۱ ای که در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفت از شرکت ایران کامپوزیت تحت عنوان الیاف شیشه سیلیکا^۲ تهیه گردید. شکل ۲-۶ نمایش دهنده الیاف شیشه تهیه شده می باشد. جدول ۲-۶ مشخصات الیاف شیشه به کار رفته در این تحقیق را نشان می دهد.

جدول ۲-۶: مشخصات الیاف شیشه

چگالی	دمای ذوب	مقدار سیلیکا	دمای کارکرد
$2/49 \text{ g/cm}^3$	1700°C	$92\% < \text{SiO}_2$	$900-1000^\circ\text{C}$

^۱ Fiber Glass

^۲ High Silica Glass



شکل ۲-۶: الیاف شیشه

۲-۱-۷ میکا

میکا^۱ پودری استخوانی رنگ است. میکایی که به عنوان ماده اولیه در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفته است، پودری با مش ۲۵۰۰ است که از شرکت زمین کاو تهیه شده است. این نوع میکا از نوع مسکوویت می باشد که ساختاری ورقه ای دارد. جدول ۲-۷ نشان دهنده ترکیبات ساختاری میکا می باشد.

جدول ۲-۷: ترکیبات ساختاری میکا

ترکیب	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MnO	P ₂ O ₅
مقدار (wt%)	۶۰/۲۵	۱۹/۸۶	۰/۹۵	۰/۰۴۶	۱/۲۱	۳/۱۹	۹/۴۳	۰/۰۵۸	۰/۵۹۳

دمای ذوب این نوع از میکا ۹۵۰ درجه سانتی گراد و چگالی تئوری آن ۲/۸۲۸ گرم بر سانتی متر مکعب می باشد. شکل ۲-۷ نمایش دهنده شکل ظاهری میکا تهیه شده است.

^۱ Mica



شکل ۲-۷: میکا

۲-۲- روش آزمایش

در این تحقیق به منظور ساخت آب‌بند کامپوزیتی شیشه سرامیک، ابتدا به ساخت شیشه مورد استفاده به عنوان آب‌بند پرداخته شد. سپس شیشه تولیدی با الیاف شیشه و پودر میکا در درصدهای وزنی مختلف کامپوزیت سازی شده و پس از نمونه سازی از کامپوزیت‌های تولید شده و دستیابی به دمای سینتر مناسب به بررسی خواص مکانیکی، حرارتی، الکتریکی آن‌ها پرداخته شد. در نهایت با ساخت آب‌بند با ترکیب بهینه، نشتی و عملکرد در پیل سوختی مورد بررسی قرار گرفت.

۲-۲-۱ شیشه سازی

به منظور ساخت شیشه‌ای مناسب با خواصی سازگار با اجزای پیل سوختی، با توجه به تحقیقات انجام شده توسط محققین گذشته، ترکیب مناسب برای آب‌بندی انتخاب شد. در جدول ۲-۸ ترکیب مناسبی که جهت شیشه سازی مورد استفاده قرار گرفت، قابل مشاهده است [۲۶].

جدول ۲-۸: ترکیب اصلی ساخت شیشه

مواد اولیه	BaO	CaO	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
مقدار (wt%)	۵۶/۴	۸/۸	۲۲/۱	۷/۳	۵/۴

جدول ۲-۹ نمایش دهنده مقداری از مواد اولیه برای دستیابی به ترکیب گزارش شده در جدول ۲-۸ می باشد. اعداد گزارش شده در این جدول به ازای تولید ۱۰۰ گرم ماده اولیه است.

جدول ۲-۹: ترکیب مواد اولیه موجود برای ساخت شیشه

مواد اولیه	BaCO ₃	CaCO ₃	SiO ₂	H ₃ BO ₃	Al ₂ O ₃
مقدار (wt%)	۷۲/۶	۱۵/۵	۲۲/۱	۱۲/۸	۵/۴

هر یک از مواد اولیه به مقدار اندازه گیری شده توزین و سپس این مواد به صورت خشک در آسیای غلطان گلوله ای به مدت چهار ساعت با یکدیگر مخلوط شدند تا کاملاً همگن شود. شکل ۲-۸ نمایی از آسیا غلطان شرکت صنعت سرام مدل SDT-8M را نشان می دهد.



شکل ۲-۸: آسیا غلطان گلوله ای

به دلیل این که حجم مواد آماده شده جهت عملیات مذاب سازی کاهش قابل توجهی از خود نشان می دهند، مواد اولیه شیشه سازی را توسط پرس سرد مطابق شکل ۹-۲ فشرده و جهت ذوب درون بوتله آلومینایی قرار می گیرند.



شکل ۹-۲: مواد اولیه فشرده سازی شده جهت ذوب

ابتدا مواد اولیه درون کوره در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت مطابق اطلاعات به دست آورده از کارهای گذشته نگه داشته شد، تا مذاب به دست آید [۲۶].

با توجه به مشاهدات انجام شده، در این شرایط حرارتی ویسکوزیته مذاب تولید شده بسیار بالا است، به صورتی که مذاب درون بوتله جهت سرد شدن در آب از بوتله خارج نمی شود.

برنامه حرارتی بهینه برای ذوب، جهت ایجاد مذابی با ویسکوزیته مناسب، پس از چندین بار آزمایش در زمان های مختلف نگه داری، به صورت حرارت دهی تا دمای ۱۳۳۰ درجه سانتیگراد و نگه داری به مدت ۳۰ دقیقه مشخص شد.

پس از ذوب، مذاب تولید شده بلافاصله از کوره خارج و درون آب سرد شد تا مذاب شیشه تا دمای پایین تر از دمای شیشه ای شدن، سریع سرد شده، تا جامدی کاملاً شیشه ای و غیر کریستالی به دست آید.

پس از خارج کردن شیشه‌های ساخته شده از درون آب و خشک شدن آن‌ها در دمای محیط، شیشه‌های تولید شده به صورت خشک در آسیای سیاره‌ای با نسبت گلوله به پودر ۱۰ به مدت دو ساعت آسیاکاری شد. پودر شیشه به دست آمده، که با عنوان شیشه G18 شناخته می‌شود و با همین عنوان در ادامه تحقیق به کار گرفته شد. شکل ۱۰-۲ شکل ظاهری آسیا سیاره‌ای شرکت امین آسیا فناور با مدل NARYA-MPM-2*250H نشان می‌دهد.

پس از پایان کار عملیات آسیا کاری، پودر تولید شده از سرنندی با مش ۶۰ عبور داده شد، تا پودر استفاده شده جهت نمونه سازی، حداکثر اندازه ۲۵۰ میکرون داشته باشند.

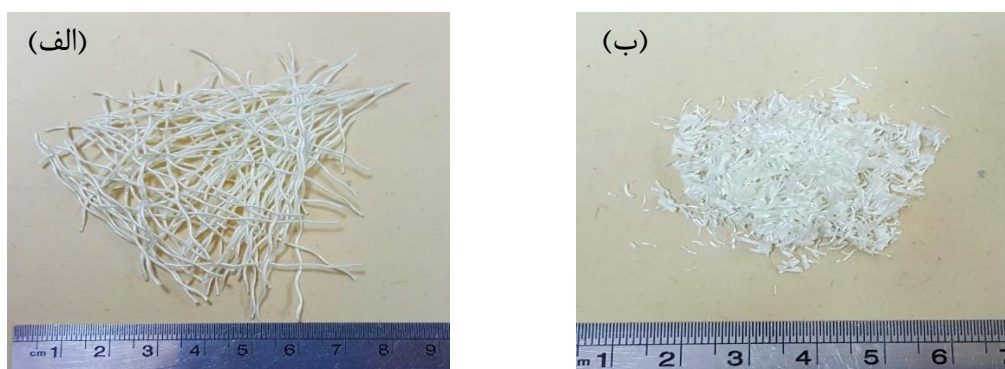


شکل ۱۰-۲: آسیا سیاره ای

۲-۲-۲ کامپوزیت سازی

در این تحقیق به طور کلی دو نوع کامپوزیت شیشه تولید شد. (۱) شامل شیشه و الیاف شیشه و (۲) شامل شیشه و ورقه‌های میکا با اندازه متوسط ۳ میکرومتر

الیاف شیشه ای که جهت کامپوزیت سازی تهیه شده است، ابتدا همانطور که در شکل ۱۱-۲ (الف) نشان داده شده است به صورت تارهای در هم پیچیده شده و بلند هستند. برای اینکه این الیاف به اندازه مناسبی جهت کامپوزیت سازی دست پیدا کنند، ابتدا آنها توسط قیچی تا حد امکان مطابق شکل ۱۱-۲ (ب) ریز شدند. سپس درون آسیا سیاره‌ای به مدت ۳ ساعت با نسبت گلوله به ماده ۱۰ قرار داده شدند. با اندازه‌گیری طول تعدادی از الیاف توسط میکروسکوپ نوری و با میانگین گرفتن از طول آن‌ها، اندازه میانگین طول الیاف شیشه مشخص و به عنوان طول الیاف شیشه به کار برده شده معرفی شد.



شکل ۱۱-۲: الیاف شیشه (الف) الیاف شیشه اولیه (ب) الیاف شیشه پس ریز شدن توسط قیچی

کامپوزیت‌هایی با درصد وزنی ۵، ۱۰، ۲۰ و ۳۰ از الیاف شیشه و به همین میزان شامل میکا، با شیشه‌ای که از قبل تهیه شده بود، توزین شده و جهت همگن سازی اجزای کامپوزیت، درون آسیا به مدت دو ساعت مخلوط شد.

پس از همگن شدن کامل مواد اصلی کامپوزیت، جهت نمونه‌سازی و انجام تست‌های اولیه، قرص‌های با وزن ۰/۵ گرم و شکل استوانه‌ای به ابعاد ۵ میلی‌متر ضخامت و قطر ۱۰ میلی‌متر با پرس سرد در فشار ۲/۵ تن تولید شد. شکل ۱۲-۲ نمونه ای از قرص های تولید شده توسط پرس سرد قبل از تف جوشی را نشان می‌دهد. شکل ۱۳-۲ تصویری از دستگاه پرس سرد شرکت مکاترونیک ژاوا آریا تیپ H می‌باشد.



شکل ۲-۱۲: کامپوزیت تولید شده قبل از تف جوشی



شکل ۲-۱۳: دستگاه پرس سرد

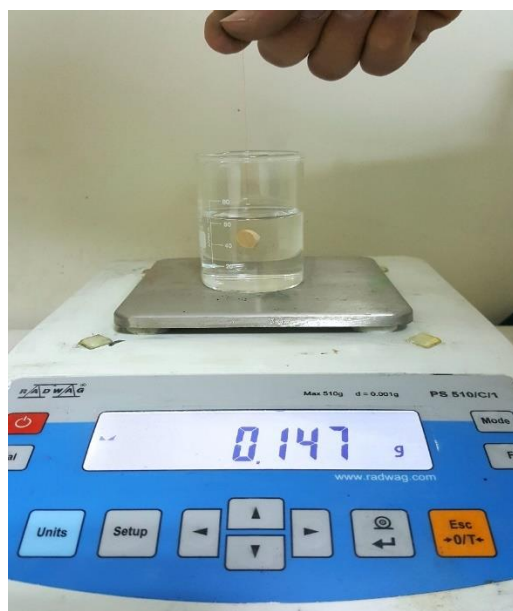
۲-۲-۳ تفجوشی

جهت دستیابی به دمای تفجوشی مناسب برای هر یک از کامپوزیت‌ها، به عنوان دمایی که بیشترین میزان دستیابی به چگالی تئوری و در نتیجه کمترین میزان حفرات در نمونه وجود داشته باشد. هر یک از کامپوزیت‌ها در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۰۰ و ۹۵۰ به مدت دو ساعت پخت شدند.

پس از پایان عملیات تفجوشی با اندازه‌گیری دقیق طول، قطر و وزن نمونه پس از تفجوشی و همچنین محاسبه حجم نمونه توسط روش ارشمیدسی، اطلاعاتی از قبیل میزان انقباض حجمی، تخلخل و چگالی بعد تفجوشی برای هر نمونه به دست آمد. با محاسبه چگالی تئوری برای هر یک از کامپوزیت‌ها درصد دستیابی به چگالی تئوری در هر دما برای نمونه‌ها مشخص شد.

• روش اندازه‌گیری چگالی ارشمیدسی

برای به دست آوردن این چگالی ابتدا وزن نمونه دقیقاً اندازه‌گیری شد. سپس بشری که در آن مقداری آب مقطر ریخته شده است روی ترازو قرار داده و در این حالت وزن در حالت صفر قرار داده می‌شود.



شکل ۱۴-۲: روش اندازه‌گیری چگالی ارشمیدسی

مطابق شکل ۱۴-۲ نمونه به یک سیم خیلی نازک وصل شده و درون آب معلق نگه داشته می‌شود. با در نظر گرفتن چگالی یک برای آب مقطر، عددی را که ترازو در این حالت نشان می‌دهد، نشان دهنده میزان حجم نمونه معلق درون آب خواهد بود. نسبت جرم نمونه اندازه‌گیری شده به حجم به دست آمده از این روش، چگالی ارشمیدسی نمونه را نشان می‌دهد.

• روش اندازه‌گیری چگالی ابعادی

در این روش ابتدا وزن نمونه با دقت اندازه‌گیری می‌شود. با اندازه‌گیری دقیق قطر و ارتفاع نمونه که به صورت استوانه‌ای است، حجم نمونه نیز محاسبه خواهد شد. سپس نسبت جرم نمونه بر حجم اندازه‌گیری شده نشان دهنده چگالی ابعادی نمونه خواهد بود.

• روش اندازه‌گیری چگالی تئوری

برای هر ماده به صورت خالص و بدون تخلخل، چگالی معرفی شده، که به آن چگالی تئوری گفته می‌شود. برای اندازه‌گیری چگالی تئوری کامپوزیت، با اجزایی که چگالی تئوری هر یک از اجزا مشخص است، از رابطه ۱-۲ استفاده می‌شود.

$$\rho_t = \rho_1 v_1 + \rho_2 v_2 + \dots$$

رابطه ۱-۲: محاسبه چگالی تئوری

در این رابطه ρ_n بیانگر چگالی تئوری هر جز از اجزای کامپوزیت و V_n بیانگر درصد حجمی آن جز از کامپوزیت است. ρ_t چگالی تئوری کامپوزیت مورد نظر را مشخص می‌کند. جدول ۱۰-۲ چگالی تئوری مربوط به هر یک از اجزا کامپوزیت‌ها را نشان می‌دهد.

جدول ۱۰-۲: چگالی تئوری مواد به کار رفته در کامپوزیت سازی

اجزا کامپوزیت	G18-glass	Fiber glass	Mica
چگالی تئوری (g/cm ³)	۳/۹۳۰	۲/۴۹۰	۲/۸۲۸

برای هر یک از نمونه‌ها، دمایی از سینتر که بیشترین میزان دستیابی به چگالی تئوری در آن به دست آمده باشد، به عنوان دمای تف جوشی مناسب برای آن نوع از کامپوزیت انتخاب شد.

۲-۲-۴ سختی

نمونه‌هایی که به عنوان نمونه‌های مناسب از جهت دانسیته برای آب‌بندی انتخاب شدند، سختی آن‌ها توسط دستگاه سختی‌سنج میکرو ویکرز اندازه‌گیری شد. شکل ۱۵-۲ تصویری از دستگاه سختی‌سنج شرکت JENUS مدل L6D-C3-2.5Kg-0.4B نمایش می‌دهد.



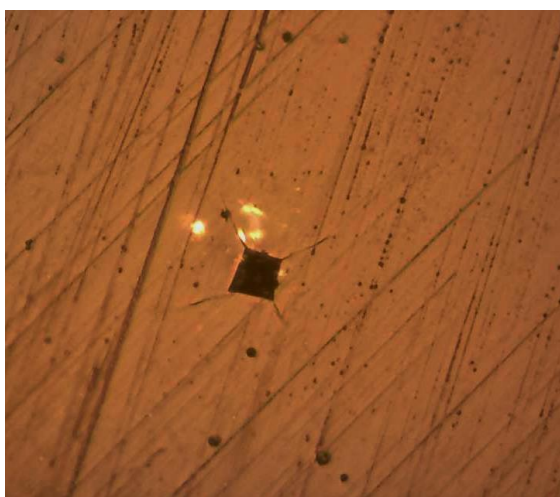
شکل ۱۵-۲: دستگاه سختی سنج میکرو ویکرز

سختی سنجی در این روش به این صورت انجام می‌گیرد که دستگاه سختی‌سنج که روی میکروسکوپ جایگذاری شده است توسط فرورونده‌ای^۱ که سطح مقطع آن به شکل لوزی است، فشاری با مقدار مشخص بر روی نمونه اعمال می‌کند. مدت زمان ۱۰ ثانیه این فشار ثابت بر سطح نمونه اعمال می‌شود. پس از اتمام اعمال نیرو بر سطح نمونه، فرورونده از روی سطح نمونه کنار می‌رود. سپس عدسی

^۱ Indentor

میکروسکوپ بر سطح نمونه در محلی که فرو رونده نیرو اعمال کرده است، قرار می گیرد و این امکان را فراهم می کند که اثری که فرو رونده روی سطح نمونه به جای می گذارد، با بزرگنمایی های مختلف قابل مشاهده باشد.

در اثر اعمال فشار روی سطح نمونه فرو رونده اثری مطابق شکل ۱۶-۲ روی نمونه ایجاد می کند، این اثر به شکل سطح مقطع فرو رونده خواهد بود. حال با اندازه گیری دو قطر مربع ایجاد شده در اثر فرو رفتن فرو رونده در نمونه و با استفاده از نرم افزار نصب شده روی سیستم سختی محلی که در آن فرو رونده قرار گرفته است اندازه گیری می شود.



شکل ۱۶-۲: اثر فرو رونده دستگاه سختی سنج بر سطح نمونه

جهت سختی سنجی کامپوزیت ها، نمونه هایی استوانه ای شکل به قطر ۱۰ میلی متر و ارتفاع ۵ میلی متر تهیه شد. پس از سینتر نمونه ها در دماهای از قبل مشخص شده سختی سنجی انجام می شود. جهت انجام عملیات سختی سنجی باید سطح نمونه ها کاملاً صاف و صیقلی باشد و نیاز به پولیش کردن نمونه ها وجود دارد، تا داده های به دست آمده قابلیت اطمینان داشته باشند. جهت سهولت در پولیش نمونه ها، ابتدا نمونه ها مانت سرد شدند و سپس توسط دستگاه برش سطح بیرونی مانت کاملاً موازی با سطحی که نمونه قرار دارد بریده شد، تا سطح نمونه در زیر دستگاه سختی سنج شیب دار نباشد و در داده های به دست آمده خطایی به وجود نیارد.

سپس نمونه‌های مانت شده با استفاده از دستگاه پولیش توسط سمباده های ۸۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۵۰۰ سمباده زده و در نهایت با خمیر الماس پولیش شدند. پس از ایجاد سطحی کاملاً صاف و صیقلی سختی سنجی در محل‌های مختلفی از سطح نمونه انجام شد.

سختی سنجی نمونه‌ها به این صورت انجام گرفت که از سطح هر نمونه ۵ بار سختی سنجی انجام شده و میانگین سختی‌های به دست آمده به عنوان سختی آن نوع از کامپوزیت معرفی می‌شود.

برای تعیین چقرمگی هر یک از نمونه‌ها توسط دستگاه سختی سنج میکرو ویکرز فشاری حدود ۱ کیلوگرم به نمونه‌ها اعمال شد، تا سطح نمونه‌ها در اطراف محل برخورد فرو رونده ترک بخورد. با اندازه‌گیری طول ترک در اطراف فرو رونده و با استفاده از رابطه ۲-۲ چقرمگی هر یک از نمونه‌ها به دست می‌آید. [۳۲]

$$K_{IC} = \gamma \left(\frac{E}{H} \right)^{0/5} \frac{P}{C^{1/5}} \quad \text{رابطه ۲-۲: اندازه گیری چقرمگی با استفاده از طول ترک}$$

در این رابطه C بیان گر فاصله نوک ترک تا مرکز محل برخورد فرو رونده، P نمایش دهنده نیروی اعمالی جهت ایجاد ترک، E مدول یانگ قطعه مورد آزمایش و H سختی آن می باشد. γ که ثابت این رابطه می‌باشد، با توجه به ثابت استفاده شده در مورد شیشه‌ها در تحقیقات گذشته برابر با ۰/۰۱۶ می‌باشد، با جایگذاری هر یک از پارامترهای مربوط به کامپوزیت ساخته شده چقرمگی هر نمونه به دست آمد [۶۱].

۲-۲-۵ آزمون فشار

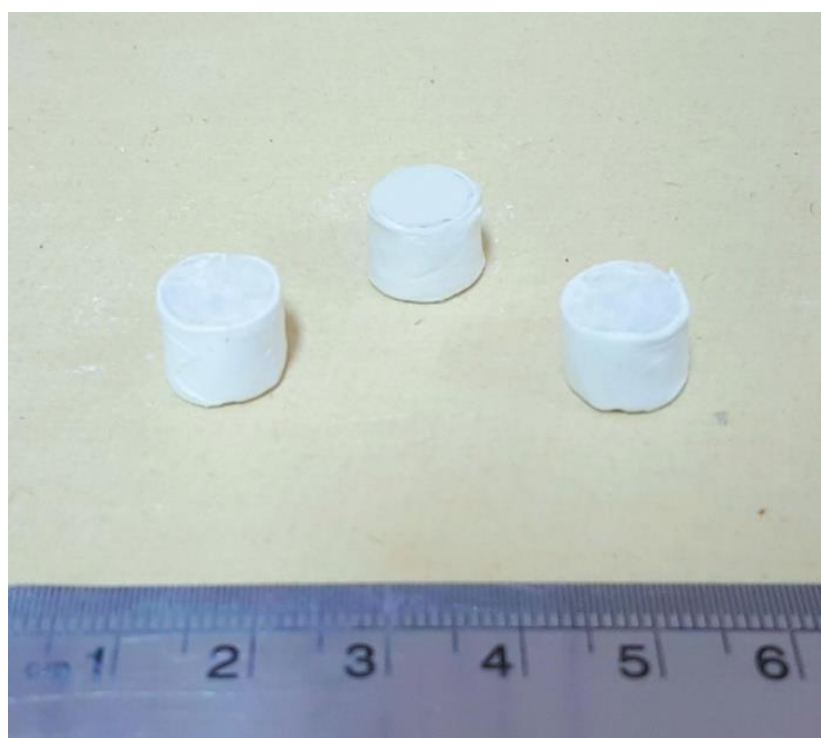
استاندارد موجود جهت نمونه سازی برای این آزمون، نمونه‌ای استوانه‌ای شکل با مشخصات بیان شده در رابطه ۲-۳ می‌باشد [۳۳].

$$0.6 < h/d < 3$$

رابطه ۲-۳: استاندارد تست فشار

که در این رابطه h بیانگر طول نمونه و d نشان دهنده قطر نمونه است.

جهت انجام این آزمون نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل با قطر ۱۰ میلیمتر و ارتفاع ۱۰ میلیمتر توسط پرس سرد تولید شده و در دمای مشخص شده سینتر شدند. برای به حداقل رساندن خطا و بررسی میزان پراکندگی داده‌های به دست آمده از هریک از انواع نمونه‌ها ۳ نمونه جهت تکرار آزمون تولید شد. میانگین نتایج به دست آمده از هر آزمون، به عنوان نتیجه حاصل معرفی شده است. برای اینکه از اصطکاک به وجود آمده در سطح تماس نمونه و فک دستگاه جلوگیری شود، تا پدیده بشک‌ای شدن^۱ روی نمونه‌ها رخ ندهد، مطابق شکل ۱۷-۲ دو سطح بالا و پایین نمونه‌ها توسط نوار تفلون پوشانده شده است تا میزان اصطکاک به وجود آمده به حداقل مقدار خود برسد. ظاهر دستگاه آزمون فشار شرکت SANTAM مدل STM150، در شکل ۱۸-۲ قابل مشاهده است.



شکل ۱۷-۲: نمونه تست فشار



شکل ۲-۱۸: دستگاه اندازه‌گیری تست فشار

۲-۲-۶ بررسی ریز ساختار توسط میکروسوپ الکترونی

برای بررسی ریز ساختار کامپوزیت‌های ساخته شده، سه نمونه شامل شیشه خالص و کامپوزیت‌های شامل ۵ درصد وزنی میکا و الیاف شیشه انتخاب شد. و جهت بررسی ریز ساختار توسط میکروسکوپ الکترونی مدل VEGA\TESCAN-LMU، سطح آن‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

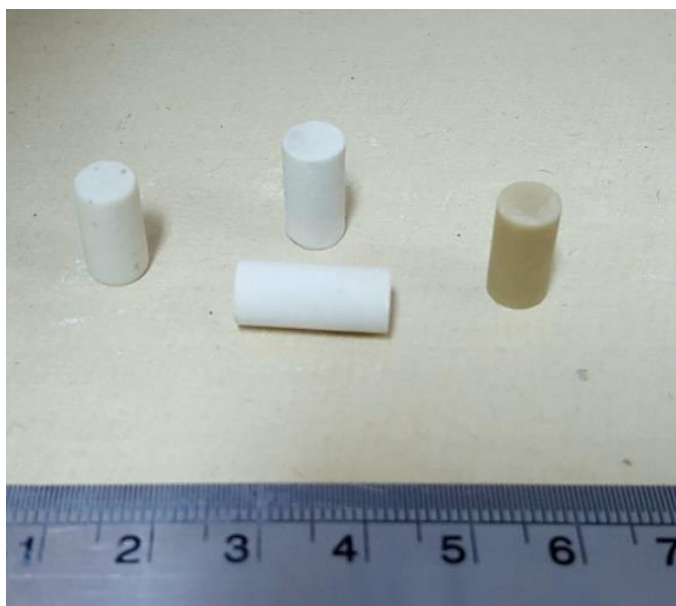
۲-۲-۷ آزمون پراش اشعه ایکس

جهت بررسی فازهای تشکیل شده در شیشه خالص و کامپوزیت‌های الیاف شیشه و میکا، نمونه‌ها به مدت ۴ ساعت در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد تف جوشی شدند. پس از آسیا کردن نمونه‌ها، برای تعیین

فازهای تشکیل شده آن‌ها، تحت آزمون پراش اشعه ایکس توسط دستگاه XRD مدل D8-Advanced , Bruker با مشخصات $\text{Cu } k_{\alpha 1}$ ($\lambda=0.15406 \text{ nm}$) قرار گرفت.

۸-۲-۲ آزمون دیلاتومتر^۱

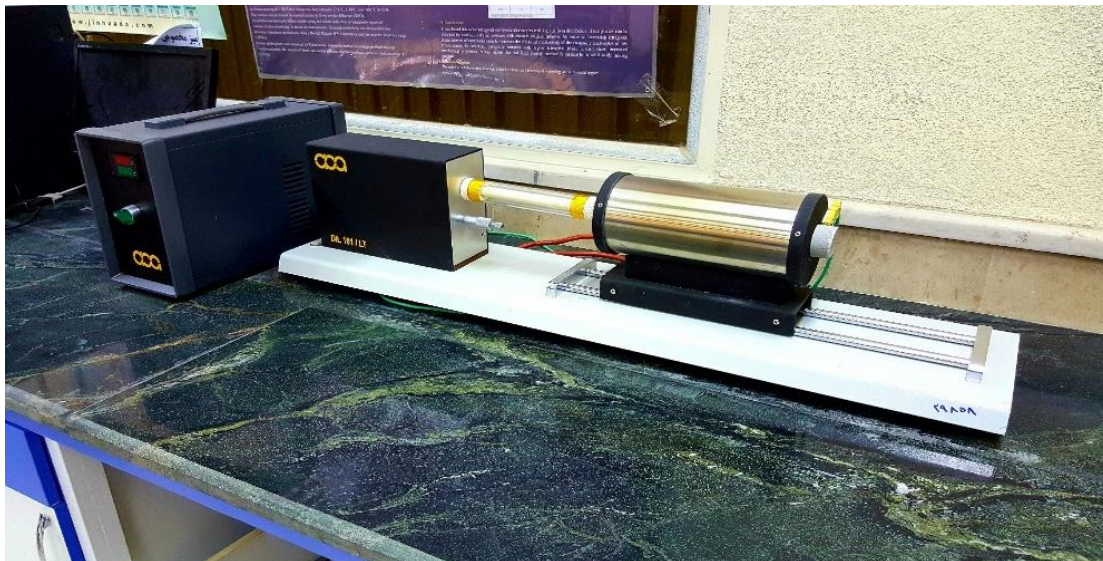
برای اندازه‌گیری ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های ساخته شده جهت آب‌بندی در پیل سوختی، تست دیلاتومتری روی نمونه‌ها انجام گرفت. طبق استاندارد دستگاه مورد استفاده نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل به قطر ۶ میلی‌متر و ارتفاع ۱۵ میلی‌متر از هر یک از کامپوزیت‌ها تهیه شده و در دماهای مشخص تف جوشی شدند. سپس مورد آزمون قرار گرفتند. شکل ۱۹-۲ نمونه تهیه شده جهت انجام این تست را نشان می‌دهد.



شکل ۱۹-۲: نمونه تست دیلاتومتری

اندازه‌گیری ضریب انبساط حرارتی تا دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد که دمای کاری پیل سوختی است برای تمام نمونه صورت گرفت. شکل ۲۰-۲ نمایش دهنده شکل ظاهری دستگاه دیلاتومتر شرکت دما پژوه آروین مدل DIL 101/LT می‌باشد.

^۱ Dilatometer Test



شکل ۲۰-۲: دستگاه دیلاتومتر

۹-۲-۲ آزمون نانو فروروندگی^۱

برای اندازه گیری مدول یانگ، نانو سختی و همچنین مشاهده و بررسی رفتار ترک در سطح نمونه هنگام مواجه با فازهای مختلف، تست نانو فروروندگی انجام شد. ابعاد نمونه ساخته شده برای انجام این تست استوانه‌ای با ارتفاع ۵ میلی‌متر و قطر ۱۰ میلی‌متر است که توسط پرس سرد ساخته شده و تف جوشی شدند. پس از ساخت نمونه به دلیل حساسیت بالای این دستگاه سطح نمونه‌ها، ابتدا سنباده زنی شده و سپس با خمیر الماس پولیش شدند.

برای دستیابی به دقت بالاتر در نتایج به دست آمده و بررسی پراکندگی داده‌ها، در نقاط مختلفی از سطح نمونه این آزمون انجام می‌شود.

برای بررسی رفتار ترک در برخورد با فازهای کامپوزیت سازی شده، سعی بر این شد که فرورونده دستگاه در نزدیکی یکی از این فاز ها برخورد کرده و نیروی اعمالی به صورتی تعیین شد که ترکی با طول

۱. Nano Indentation

مناسب اطراف محل برخورد فرورونده ایجاد شود، تا رفتار ترک هنگام مواجهه با فازهای کامپوزیت شده بررسی شود. شکل ۲-۲۱ نشان دهنده دستگاه نانو ایندنت شرکت Anton Paar مدل NHT³ می باشد.

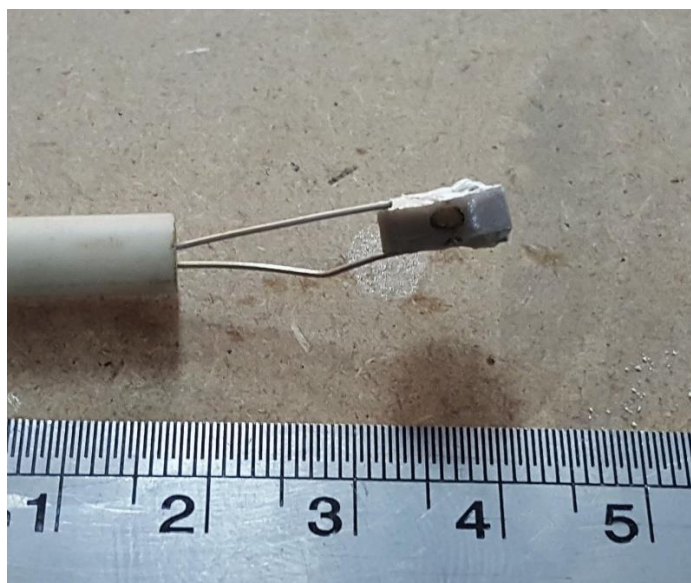


شکل ۲-۲۱: دستگاه نانو فروروندگی

۲-۲-۱۰ آزمون رسانایی در دمای بالا

یکی از ویژگی‌های آب‌بند مناسب در پیل سوختی، رسانایی بسیار کم در دمای کارکرد پیل می باشد. رسانا بودن آب‌بند در انباره پیل سوختی اکسید جامد سبب اتصال کوتاه بین سلول‌های پیل سوختی می گردد، در نتیجه جریان الکتریکی به دست آمده از پیل افت خواهد کرد. همین امر سبب کاهش کارایی پیل سوختی می شود.

جهت اندازه گیری مقاومت الکتریکی آب‌بند ساخته شده در دماهای مختلف، ابتدا مطابق شکل ۲-۲۲ دو سطح نمونه به وسیله چسب نقره به سیم نقره متصل شد.



شکل ۲۲-۲: اتصال سیم نقره به دو سطح نمونه

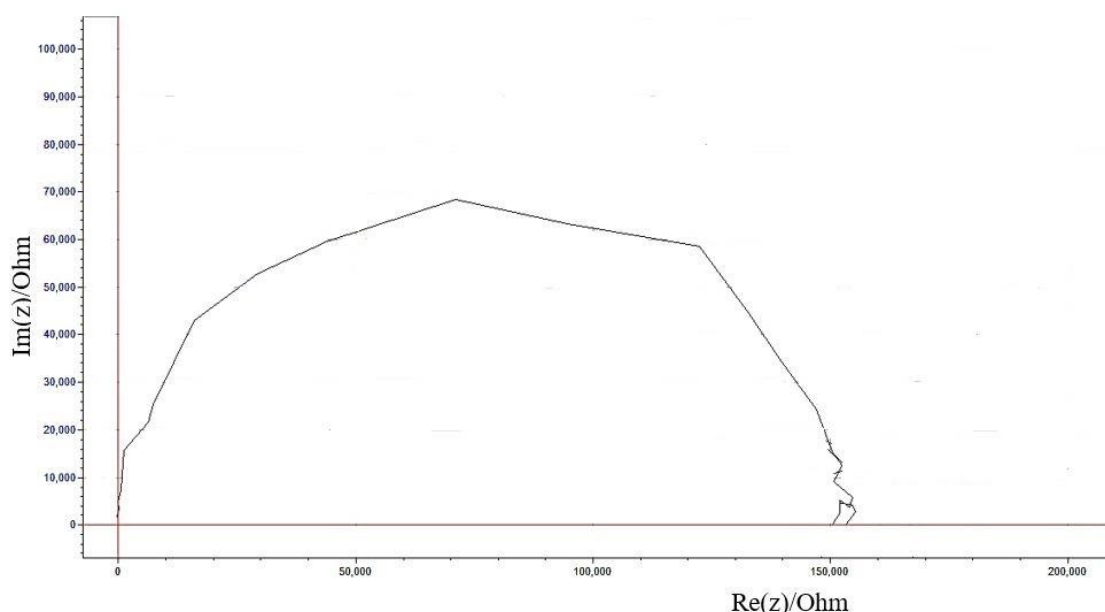
برای اندازه گیری مقاومت الکتریکی نمونه در دمای بالا از روش طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی^۱ (EIS) استفاده شد. طیف سنجی امپدانس الکتروشیمیایی، یک روش موثر و غیرمخرب برای استخراج مشخصات الکتریکی مواد است. از این روش در موارد مختلف مانند بررسی خوردگی پوشش های فلزی، بررسی عملکرد سلولهای سوختی و خورشیدی استفاده می شود. مقاومت الکتریکی کامپوزیت ها توسط دستگاه Biologic Electrochemical impedance spectroscopy ساخت کشور فرانسه اندازه گیری شد.

برای انجام این آزمون ابتدا نمونه داخل کوره با دمای مورد نظر قرار می گیرد. برای اندازه گیری مقاومت دو مرحله پیش رو قرار دارد، ابتدا در بازه فرکانسی ۲۰۰ میلی هرتز تا ۷ مگا هرتز ولتاژ با میزان مشخص به نمونه اعمال خواهد شد. در اثر اعمال ولتاژ، جریانی در نمونه به وجود می آید. به نسبت ولتاژ ایجاد شده به جریان عبور کرده مقاومت الکتریکی به دست می آید. از آنجا که جریان متناوب است، سیگنال تحریک شده به صورت سینوسی است. در نتیجه اعمال با فرکانس های مشخص به نمونه، مقاومت الکتریکی به صورت نموداری مطابق شکل ۲۳-۲ به دست می آید. این نمودار از دو مولفه مقاومت حقیقی

۱. Electrochemical Impedance Spectroscopy

و مقاومت موهومی تشکیل شده است، که برای به دست آوردن مقاومت کلی نمونه، دایره معادل منحنی ایجاد شده رسم می‌شود. با این کار مقاومت و خازن معادل نمونه شبیه سازی می‌شود.

برای نمونه شیشه خالص و کامپوزیت‌هایی که خواص مکانیکی مطلوبی در آزمون‌های قبل داشته‌اند، این تست در دمای ۵۵۰-۶۰۰-۶۵۰-۷۰۰-۷۵۰-۸۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد.



شکل ۲-۲۳: نمودار استخراج شده از روش طیف سنجی امپدانس الکتریکی

با استفاده از مقاومت‌های به دست آمده، در دماهای مختلف و با در اختیار داشتن قطر و ضخامت نمونه‌ها مقاومت ویژه نمونه‌ها از رابطه ۲-۴ به دست آمد.

$$\rho = \frac{RA}{L} \quad \text{رابطه ۲-۴: اندازه گیری مقاومت ویژه}$$

در این رابطه ρ نشان دهنده مقاومت ویژه، R مقاومت، A سطح مقطع نمونه مورد آزمایش و L ضخامت آن می‌باشد.

معکوس مقاومت ویژه که به عنوان رسانایی ویژه ماده شناخته می‌شود. از رابطه ۲-۵ به دست آمد.

رابطه ۵-۲: اندازه گیری رسانایی ویژه

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

رسانایی ویژه به صورت رابطه ۶-۲ معرفی می شود. [۳۴]

رابطه ۶-۲: رسانایی ویژه

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

با در دست داشتن پارامترهای به دست آمده، می توان نمودار $\log(\sigma T) - 1000/T$ را رسم کرد. شیب این نمودار نشان دهنده Q ، انرژی اکتیواسیون هر یک از نمونه ها را مشخص می کند.

۱۱-۲-۲ آزمون اندازه گیری نشتی

برای اندازه گیری نشتی آب بندهای ساخته شده در دمای کاری پیل سوختی (۷۵۰-۸۵۰ درجه سانتیگراد)، ابتدا پودر شیشه با ترکیب اتیل سلولز و ترپینئول مخلوط شد. نسبت پودر شیشه به مخلوط اتیل سلولز ۹۰ به ۱۰ درصد وزنی می باشد. شکل ۲۴-۲ مخلوط کامپوزیت را با اتیل سلولز ۷۰ درصد نمایش می دهد.



شکل ۲۴-۲: مخلوط اتیل سلولز و پودر کامپوزیت

مخلوط ساخته شده همانطور که در شکل ۲۵-۲ نشان داده شد، به صورت خمیر است. برای اندازه گیری نشتی آببند در دمای بالا خمیر به دست آمده روی یک لوله آلومینایی مطابق شکل ۲۵-۲ جایگذاری شد.

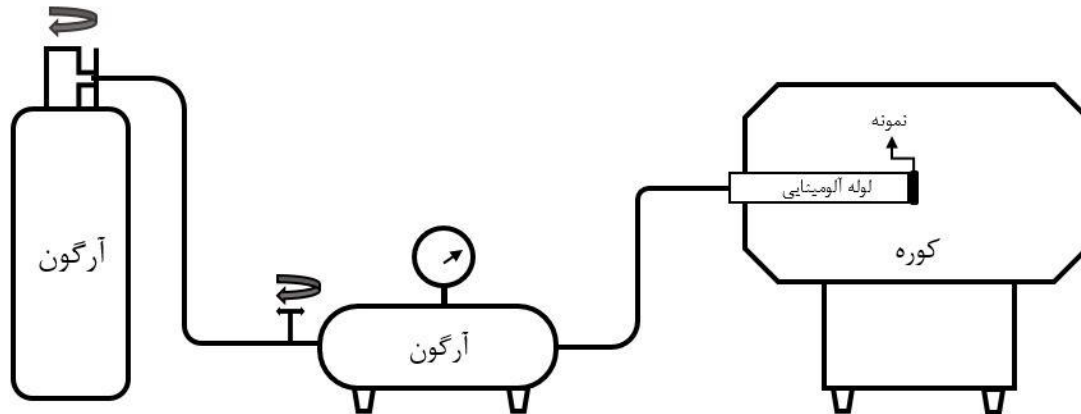


شکل ۲۵-۲: نحوه قرار گیری چسب آببند بر روی محل مورد نیاز به آببندی

قبل از انجام تست نشت لازم است چسب موجود در خمیر خارج شود و همچنین کامپوزیت مورد نظر در دمای لازم تف جوشی شود. برای این کار ابتدا ماده آببند به همراه لوله آلومینایی درون کوره در دمای ۱۴۰ درجه سانتیگراد برای خروج ترپینئول به مدت یک ساعت نگه داشته شد. سپس جهت خروج چسب در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت دو ساعت قرار گرفت. برای پخت آببند پس از پایان دو عملیات قبل نمونه به مدت دو ساعت در دمای ۸۹۰ درجه سانتی گراد پخت شد. برنامه پخت چسب پس از انجام آزمون و خطا در دماهای مختلف و بررسی نشتی آببند پس از پخت، به عنوان بهترین برنامه پخت چسب تهیه شده، معرفی شد.

پس از پخت آببند، برای اندازه گیری میزان نشتی مطابق شکل ۲۶-۲ مجموعه ای طراحی شد. نحوه انجام آزمون نشتی به این صورت خواهد بود که لوله آلومینایی درون کوره و در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد قرار می گیرد، فشاری معادل ۰/۳ بار از گاز آرگون داخل لوله آلومینایی اعمال می شود. پس

از رسیدن به این مقدار از فشار شیر مربوط به ورود گاز بسته می‌شود و فشار داخل لوله به میزان 0.3 بار ثابت می‌ماند. به وسیله فشارسنجی که بر روی مخزن فشار قرار دارد، فشار مخزن در فواصل 10 دقیقه‌ای ثبت می‌شود. میزان افت فشار بیانگر نمادی از مقدار نشتی آب‌بند ساخته شده است.



شکل ۲-۲۶: مجموعه طراحی شده جهت اندازه‌گیری نشتی

برای تعیین میزان نشتی با استفاده از افت فشار، از رابطه ۲-۷ استفاده می‌شود.

$$P(t) = P_0 + (P_i - P_0) \exp\left(\frac{-L}{V} t\right) \quad \text{رابطه ۲-۷: تعیین نرخ نشتی [۳۵]}$$

در رابطه ۲-۷، P_0 بیانگر فشار بیرون محفظه انجام آزمون، P_i بیانگر فشار درون محفظه، t نشان دهنده زمان، V حجم گاز درون محفظه بسته و L بیانگر نرخ نشتی می‌باشد. با مقایسه معادله به دست آمده از نتایج حاصل از افت فشار با رابطه ۲-۷، میزان نشتی اندازه‌گیری می‌شود.

با فرض بر اینکه گاز درون مخزن، ایده آل باشد. نرخ نشتی از رابطه ۲-۸ محاسبه می‌شود

$$L = \frac{(P_f - P_i)V}{RT(t_f - t_i)} \quad \text{رابطه ۲-۸: تعیین نرخ نشتی گاز ایده آل [۳۶]}$$

در رابطه ۸-۲، L بیانگر نرخ نشتی، P_f فشار نهایی گاز، P_i فشار اولیه گاز، V حجم مخزن، R ثابت گازها، T دما، و t_f و t_i به ترتیب زمان نهایی و زمان اولیه انجام آزمون نشتی خواهد بود.

پس از تعیین نرخ نشتی از روابط ۷-۲ و ۸-۲ جهت نرماله کردن نتایج به دست آمده با توجه به شرایط آزمایشگاهی موجود در این تحقیق از رابطه ۹-۲ استفاده می شود.

$$L = \frac{L_1 \Delta P}{l P_i} \quad \text{رابطه ۹-۲: نرخ نشتی آببند تهیه شده [۳۶]}$$

در رابطه ۹-۲، L_1 نرخ نشتی محاسبه شده از روابط ۸-۲ و ۷-۲ می باشد. ΔP بیانگر افت فشار به وجود آمده در طول آزمون، P_i فشار اولیه اعمال شده بر آببند و l طول قسمت آببندی شده توسط آب بند را نشان می دهد.

۱۲-۲-۲ آزمون عملکرد آب بند در پیل سوختی اکسید جامد

جهت مقایسه آببند تولید شده با سایر آببندهایی که از قبل برای تک سلول پیل سوختی مورد استفاده قرار می گرفته است، تست پیل سوختی انجام شد. مطابق شکل ۲۷-۲ در محل استفاده از آب بند در پیل سوختی، این بار آببند تهیه شده در این تحقیق قرار گرفت. پس از سینتر آببند، تست پیل سوختی انجام شد. با مقایسه میزان ولتاژ به دست آمده از پیل سوختی با استفاده از آببند ساخته شده و ولتاژ به دست آمده با استفاده از آببندهای قبلی، میزان کارایی آببند تهیه شده مقایسه می گردد.



شکل ۲-۲۷: نحوه اتصال آب‌بند و تک‌سل پیل سوختی به لوله آلومینایی

نمایی از نحوه اتصال دستگاه‌های مربوط به تست پیل سوختی در شکل ۲-۲۸ نمایش داده شده است.



شکل ۲-۲۸: سیستم آزمون عملکرد پیل سوختی

جهت ساخت تک سل پیل سوختی اکسید جامد، ابتدا پودر زیرکونیا پایدار شده به عنوان الکترولیت پیل، توسط چسب پلی وینیل الکل گرانوله شده و سپس قرصی به ابعاد ۱۵ میلی متر از زیرکونیا پایدار شده تهیه شد. برای پخت الکترولیت ابتدا در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳ ساعت جهت خارج شدن چسب آن نگه داشته می‌شود و سپس برای پخت در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت قرار گرفت.

پس از پخت الکترولیت، آند که سرمتی از نیکل و زیرکونیا پایدار شده است با نسبت ۳ به ۲ با اتیل سلولز مخلوط می‌شود. پس از همگن شدن کامل مخلوط با استفاده از قلم‌مو، لایه ای نازک از محلول بر یک سطح از الکترولیت قرار داده شد و در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد به مدت دو ساعت پخت شد.

پس از پخت آند، کاتد تک سل پیل سوختی تهیه شد. کاتد پیل استفاده شده است، کامپوزیتی از لانتانیم استرانسیوم مگنتاید^۱ و زیرکونیا پایدار شده با نسبت مساوی است، که پس از مخلوط سازی دو جز کامپوزیت، مخلوط را با نسبت سه به دو با اتیل سلولز مخلوط کرده و همانند روش به کار برده شده برای آند، در سمت دیگر پیل پوشش داده شد. جهت پخت کاتد، پیل در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت دو ساعت قرار گرفت.

نحوه انجام آزمون عملکرد پیل سوختی به این صورت است که ابتدا تک‌سل آماده شده را که به دو طرف آن توسط خمیر نقره سیم نقره متصل شده است، درون لوله آلومینایی قرار داده می‌شود. سپس چسب آمده شده جهت آب‌بندی اطراف تک سل پیل سوختی و بر دهنه لوله آلومینایی قرار داده شد. سپس جهت پخت آب‌بند طبق برنامه دمایی گزارش شده در بخش ۱۱-۲-۲، پخت می‌شود. سپس جهت انجام آزمون پیل سوختی لوله آلومینایی به همراه تک سل پیل سوختی درون کوره لوله‌ای قرار می‌گیرد. کوره در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد قرار می‌گیرد. لوله سرامیکی دیگری، گاز هیدروژن را از دستگاه هیدروژن‌ساز به درون لوله حاوی نمونه انتقال می‌دهد. سیم‌های نقره نیز به دو سر سیم‌های خروجی از دستگاه امپدانس متصل می‌شوند. پس از پایان آزمون، نتایج حاصل از انجام این آزمون که توسط آب‌بند تهیه شده در این تحقیق مورد بررسی قرار گرفته است، با نتایج حاصل از آزمون‌هایی که با سایر آب‌بندها، مقایسه می‌گردد. پارامتری که در در مورد آزمون پیل سوختی مقایسه می‌گردد ولتاژ مدار باز^۲ (OCV) است. با مقایسه این پارامتر اندازه گیری شده در این تحقیق، با سایر کارهای انجام شده، نحوه عملکرد پیل سوختی با استفاده از آب‌بند تهیه شده در این تحقیق مشخص می‌شود.

۱. Lanthanum Strontium Manganite

۲. Open-Circuit Voltage

فصل ۳ نتایج و بحث

در این بخش به گزارش نتایج حاصل از آزمایش‌های انجام شده، بحث و بررسی نتایج به دست آمده پرداخته می‌شود.

۳-۱- شیشه سازی

پس از سرد کردن سریع مذاب حاصل از مخلوط مواد اولیه، درون آب، شیشه ساخته شده به صورت ظاهری، مطابق شکل ۳-۱ کاملاً بی‌رنگ بوده و ظاهری شیشه‌ای شکل با اشکال قطره‌ای به وجود آمد.



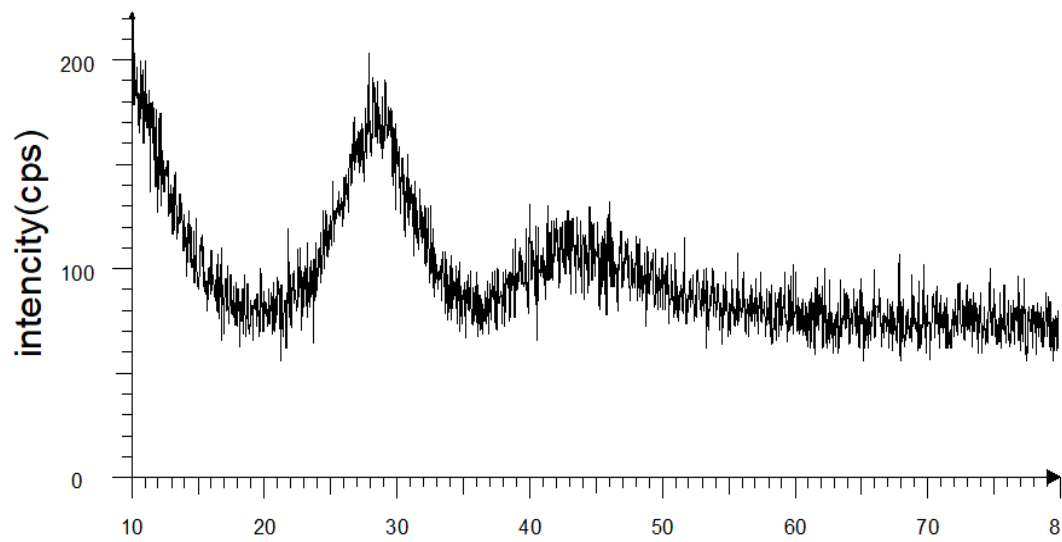
شکل ۳-۱: شیشه حاصل از سرد کردن مذاب درون آب

پس خشک کردن شیشه به دست آمده و آسیاکاری و عبور از سرند پودری مطابق شکل ۳-۲ به دست آمد.

برای بررسی این موضوع که شیشه تولید شده آمورف بوده است، پودر شیشه، توسط آزمون پراش اشعه ایکس مورد بررسی قرار گرفت. طبق الگو پراش به دست آمده که در شکل ۳-۳ مشاهده می‌شود، شیشه ساخته شده کاملاً آمورف بوده است.



شکل ۲-۳: پودر شیشه به دست آمده پس از آسیا کاری

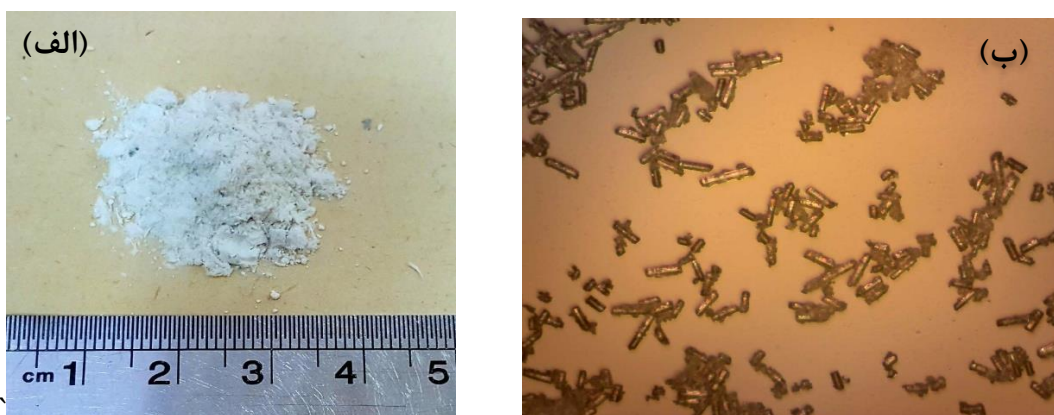


شکل ۳-۳: تصویر پراش اشعه ایکس از شیشه تولید شده

۳-۲- ساخت کامپوزیت و نمونه سازی

الیاف شیشه‌ای که جهت کامپوزیت سازی تهیه شد. پس از ریز شدن توسط قیچی، با مشخصات گزارش شده در بخش ۲-۲-۲ توسط آسیا سیاره‌ای آسیا کاری شدند. شکل ۳-۴ الف نشان دهنده الیاف آسیا کاری شده می‌باشد. برای اندازه گیری طول الیاف به دست آمده، الیاف آسیا شده توسط میکروسکوپ نورری مورد مشاهده قرار گرفتند.

برای اندازه‌گیری طول متوسط الیاف شیشه پس از آسیا کاری با استفاده از نرم افزار Haresh 4.2.4 طول تعدادی از الیاف مشاهده شده در میکروسکوپ نوری اندازه‌گیری شد و با میانگین گرفتن از طول الیاف شیشه، اندازه طول متوسط الیاف اندازه‌گیری شد. با اندازه گیری طول الیاف و میانگین گرفتن از آنها، اندازه طول متوسط الیاف شیشه استفاده شده در این تحقیق، ۲۵ میکرومتر گزارش می‌شود.



شکل ۳-۴: الیاف شیشه (الف) الیاف شیشه پس از آسیا کاری (ب) تصویر میکروسکوپی الیاف شیشه آسیا کاری شده

در ادامه طبق گزارش داده شده در فصل قبل، کامپوزیت سازی و نمونه سازی انجام گرفته و از هر کامپوزیت ساخته شده، تعدادی نمونه خام تهیه شد، تا در مراحل بعدی مورد استفاده قرار گیرند.

۳-۳- تف جوشی

به دلیل این که ترکیب کامپوزیتی هر یک از نمونه‌ها، ترکیبی در نوع خود جدید می‌باشند و دمای سینتر مشخصی برای آن‌ها از قبل مشخص نیست. برای به دست آوردن دمای پخت مناسب کامپوزیت‌ها، از هر نوع نمونه تعدادی ساخته شده و هر یک از آن‌ها در دماهای مشخصی می‌شود می‌شوند. در هر مرحله، دمایی از تف جوشی که نمونه در آن بیشترین دستیابی به چگالی تئوری را داشته باشد، به عنوان دمای تف جوشی معرفی می‌شوند.

برای بررسی میزان دستیابی نمونه‌های تف جوشی شده به چگالی تئوری، چگالی بعد از سینتر هر یک از کامپوزیت‌ها هم از روش ابعادی و هم از روش ارشمیدسی به دست آمد. بر اساس رابطه ۱-۲ برای هر یک از کامپوزیت‌ها، چگالی تئوری آن‌ها مطابق جدول ۱-۳ معرفی می‌شود.

جدول ۱-۳: چگالی تئوری کامپوزیت‌های ساخته شده (الف) کامپوزیت سازی با الیاف شیشه

(ب) کامپوزیت سازی با میکا

کامپوزیت (الف)	G18- 5% wt fiber	G18- 10%wt fiber	G18- 20%wt fiber	G18- 30%wt fiber
چگالی تئوری (gr/cm ³)	۳/۸۱۹	۳/۶۷۷	۳/۵۲۱	۳/۳۸۴

کامپوزیت (ب)	G18- 5%wt mica	G18- 10%wt mica	G18- 20% wt mica	G18- 30%wt mica
چگالی تئوری (gr/cm ³)	۳/۸۴۵	۳/۷۸۲	۳/۶۴۵	۳/۵۱۸

برای بررسی رفتار سینتر نمونه‌ها، ابتدا هر یک از انواع کامپوزیت و شیشه خالص در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد به مدت دو ساعت تف جوشی شدند. پس از تف جوشی نمونه‌ها، با اندازه گیری موارد ذکر

شده در بخش ۳-۲-۲، اطلاعات مربوط به تف جوشی در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد، مطابق جدول ۳-۲ مشخص می‌شود.

همانطور که در جدول ۳-۲ مشخص است، اطلاعات مربوط به شیشه خالص و شیشه دارای ۵ درصد وزنی الیاف شیشه در دسترس نیست، و آن به دلیل این موضوع است که ویسکوزیته این نمونه‌ها در این دما کاهش یافته، کروی شده و شکل اولیه خود را از دست داده‌اند و در این حالت دانسیته قابل محاسبه نیست. این در حالیست که سایر نمونه‌ها شکل ظاهری خود را حفظ کرده‌اند.

جدول ۳-۲: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت‌ها در دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد

کامپوزیت	چگالی اولیه (g/cm ³)	چگالی بعد سینتر (g/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18-10%wt fiber	۱/۸۳۹	۳/۴۴۳	۴۷/۷۶	۹۳/۶۳
G18-20%wt fiber	۱/۶۶۳	۳/۲۹۵	۵۰/۸۳۴	۹۳/۵۱۸
G18-30%wt fiber	۱/۵۹۲	۲/۹۱۵	۴۶/۶۷	۸۷/۷۶
G18-5%wt mica	۱/۸۵۴	۳/۱۹۴	۴۲/۸۸	۸۲/۸۷
G18-10%wt mica	۱/۸۷۵	۲/۶۳۲	۳۰/۶۱۵	۶۹/۵۹
G18-20%wt mica	۱/۸۳۹	۲/۵۷۲	۳۱/۲۰۷	۷۰/۵۶
G18-30%wt mica	۱/۷۴۵	۲/۵۹۸	۳۳/۸۰۸	۷۳/۸۴

به دلیل تغییر شکل نمونه‌های شامل شیشه خالص و شیشه دارای ۵ درصد وزنی الیاف شیشه، این دو نمونه در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد پخت شدند.

شکل ۳-۵ نشان دهنده تغییر شکل ظاهری شیشه خالص و کامپوزیت شامل ۵ درصد وزنی شیشه در دماهای تف جوشی ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی گراد می‌باشد. در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد شکل ظاهری نمونه‌ها تغییر چندانی نداشته و سیلان پیدا نکرده‌اند.



شکل ۳-۵: مقایسه تغییر شکل ظاهری ناشی از سینتر در دماهای ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتیگراد

اطلاعات مربوط به سینتر این دو نمونه در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد در جدول ۳-۳ نمایش داده می‌شود. با توجه به درصد بالای دستیابی به چگالی تئوری برای این دو کامپوزیت، این دما به عنوان بهترین دما برای تف جوشی این کامپوزیت و شیشه خالص معرفی می‌شود.

جدول ۳-۳: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت شامل ۵ درصد وزنی شیشه و شیشه خالص در ۷۵۰ درجه

کامپوزیت	چگالی اولیه (g/cm ³)	چگالی بعد سینتر (g/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18	۲/۷۱۳	۳/۸۹۷	۳۱/۰۷	۹۹/۱۶
G18-5%wt fiber	۲/۷۱۳	۳/۵۹۳	۲۹/۹۹	۹۸/۴۲

جهت بررسی رفتار سینتر سایر کامپوزیت ها در دمای بالاتر، نمونه‌های دیگری در دمای ۹۰۰ درجه سینتر می‌شوند. اطلاعات به دست آمده از سینتر این نمونه‌ها در جدول ۳-۴ مشاهده می‌شود.

جدول ۳-۴: اطلاعات به دست آمده از سینتر نمونه‌ها در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد

کامپوزیت	چگالی اولیه (gr/cm ³)	چگالی بعد سینتر (gr/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18-10%wt fiber	۲/۴۹۷	۳/۳۶۶	۲۹/۷۵۵	۹۶/۶۹
G18-20%wt fiber	۲/۵۴۷	۳/۳۱۱	۲۹/۷۵	۹۳/۰۴۳
G18-30%wt fiber	۲/۳۰۵	۲/۸۶۸	۲۲/۹۸۸	۸۵/۸۷۲
G18-5%wt mica	۲/۷۲۴	۳/۰۷۳	۱۴/۸۵	۸۳/۰۳
G18-10%wt mica	۲/۶۰۱	۲/۸۷۴	۱۳/۱۰	۷۵/۹۹
G18-20%wt mica	۲/۷۲۴	۲/۷۴۲	۰/۶۴	۷۵/۲۴
G18-30%wt mica	۲/۶۷۱	۲/۵۰۰	-۲/۴۰۵	۷۱/۰۶

همانطور که در شکل ۳-۶ مشاهده می‌شود، درصد پایین دستیابی به چگالی تئوری در کامپوزیت‌های میکایی که بیشتر از ۲۰ درصد وزنی میکا دارند، به دلیل تاول‌هایی است که در زمان سینتر روی سطح نمونه به وجود می‌آید. علت وجود این تاول‌ها در سطح نمونه‌ها احتمالا به دلیل خم شدن ورقه‌های میکا در این دما می‌باشد، که موجب متخلخل شدن نمونه می‌شود. حال برای اطمینان بیشتر از دمای مناسب پخت، از کامپوزیت‌های خانواده میکا دوباره نمونه‌سازی انجام گرفته و در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد پخت می‌شوند. اطلاعات به دست آمده از نمونه‌های سینتر شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد مطابق جدول ۳-۵ معرفی می‌شود.



شکل ۳-۶: تاول‌های سطحی ایجاد شده در کامپوزیت‌های شامل میکا

جدول ۳-۵: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت‌های خانواده میکا در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد

کامپوزیت	چگالی اولیه (gr/cm ³)	چگالی بعد سینتر (gr/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18-20%wt mica	۲/۴۹۷	۲/۵۳۱	۶۹/۴۴۱	۷۰/۴۳۶
G18-30%wt mica	۲/۴۹۷	۲/۵۲۷	۲/۷۷۷	۷۸/۱۹۵

همانطور که در جدول ۵-۳ مشاهده می‌شود، اطلاعاتی برای کامپوزیت‌هایی با درصد وزنی ۵ و ۱۰ میکا در این جدول گزارش نشده است. این امر به این دلیل است که این نمونه‌ها در حین تف جوشی به دلیل دمای بالای تف جوشی سیلان یافته و ساختار متخلخلی تشکیل داده‌اند. در مورد کامپوزیت‌هایی با درصد وزنی ۲۰ و ۳۰ میکا، با توجه به افزایش دمای تف جوشی تخلخل این کامپوزیت‌ها نیز نسبت به دمای پایین‌تر افزایش پیدا کرده است. در این دما نیز با توجه به شکل ظاهری نمونه‌ها، ایجاد تاول‌های سطحی دلیلی بر کاهش دستیابی به دانسیته تئوری می‌باشد.

برای بررسی رفتار تف جوشی کامپوزیت‌های دارای میکا، در دمای پایین‌تر و عدم ایجاد تاول‌های سطحی، از این کامپوزیت‌ها نمونه سازی به عمل آمد و در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد پخت شدند. اطلاعات حاصل از سینتر کامپوزیت‌های دارای میکا در جدول ۶-۳ گزارش شده است.

جدول ۶-۳: اطلاعات مربوط به سینتر کامپوزیت‌های دارای میکا در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد

کامپوزیت	چگالی اولیه (g/cm ³)	چگالی بعد سینتر (g/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18-5%wt mica	۲/۶۰۶	۴/۱۳۷	۳۷/۰۱۷	۹۹/۷
G18-10%wt mica	۲/۶۰۶	۳/۵۲۲	۲۶/۱۵۸	۹۳/۱۲۶
G18-20%wt mica	۲/۶۰۶	۳/۲۹۹	۲۰/۱۸۶	۹۰/۵۱۶
G18-30%wt mica	۲/۵۵۵	۳/۱۰۰	۲۰/۱۴۶	۸۸/۱۱۸

همانطور که در جدول ۶-۳ مشاهده می‌شود، با کاهش دمای تف جوشی دستیابی به چگالی تئوری افزایش پیدا کرده و همچنین در این دما تاول‌های سطحی، که در دماهای بالا به وجود می‌آمد، در این دما مشاهده نمی‌شود.

با توجه به جدول ۳-۶ این دما، دمای مناسبی جهت تف جوشی نمونه‌های شامل ۵ و ۱۰ درصد وزنی میکا است. جهت اطمینان در مورد خواص تف جوشی کامپوزیت‌هایی با درصدهای بالاتر میکا، از آن‌ها دوباره نمونه سازی به عمل آمد و این بار در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد پخت شدند. اطلاعات به دست آمده از تف جوشی این دو نمونه در جدول ۳-۷ قابل مشاهده است.

جدول ۳-۷: اطلاعات به دست آمده از سینتر نمونه های میکایی در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد

کامپوزیت	چگالی اولیه (g/cm ³)	چگالی بعد سینتر (g/cm ³)	میزان انقباض نسبت به حجم اولیه (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18-20%wt mica	۲/۶۶۰	۳/۴۱۴	۲۳/۹۸۷	۹۳/۶۷۰
G18-30%wt mica	۲/۶۸۴	۳/۲۳۲	۱۹/۳۹۶	۹۱/۸۸۱

با توجه به اطلاعات جدول ۳-۷، مشخص شد با کاهش دمای تف جوشی، میزان دستیابی به چگالی تئوری افزایش یافته، در حالی که استحکام ظاهری این دو کامپوزیت نسبت به پخت در دمای ۷۵۰ درجه سانتیگراد به صورت قابل توجهی کمتر بوده است. با این توضیح، این دو کامپوزیت با توجه به میزان دستیابی به چگالی تئوری، جهت استفاده به عنوان آببندهای فشاری مناسب می‌باشند و برای کاربرد در گروه آببندهای صلب مناسب نیستند. حال با توجه به استحکام ظاهری پایین نمونه مربوط به پخت در دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد، دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد به عنوان دمای مناسب پخت برای کامپوزیت‌های میکا مشخص شد.

با توجه به چگالی‌های به دست آمده از تف جوشی کامپوزیت‌های شامل ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی از الیاف شیشه که در دماهای ۸۵۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد میزان دستیابی خوب به چگالی تئوری داشته‌اند؛ به دلیل اینکه افزایش دمای سینتر مقدار اندکی سبب افزایش دانسیته شده است ولی در عین حال سبب ایجاد فازهایی از قبیل مونوسلزن می‌شود، که باعث ایجاد فاز هایی با ضریب انبساط حرارتی

بالا در آب‌بند می‌گردد و پیامدهای نامطلوبی در عملکرد آب‌بندی پیل سوختی به دنبال خواهد داشت. برای این کامپوزیت‌ها دمای ۸۵۰ درجه سانتیگراد به عنوان دمای تف جوشی معرفی می‌شود. با توجه به نتایج به دست آمده برای کامپوزیت‌های ساخته شده در این تحقیق، دمای تف جوشی، چگالی به دست آمده و میزان تخلخل کامپوزیت‌ها در مناسب‌ترین دما برای تف جوشی به صورت جدول ۳-۸ معرفی می‌شود.

جدول ۳-۸: خواص پس از سینتر مربوط به کامپوزیت‌های ساخته شده در این تحقیق

کامپوزیت	دمای سینتر (°C)	چگالی بعد سینتر (g/cm ³)	میزان تخلخل (%)	میزان دستیابی به چگالی تئوری (%)
G18	۷۵۰	۳/۸۹۷	۲/۷۶۰	۹۹/۱۶
G18-5%wt fiber	۷۵۰	۳/۵۹۳	۳/۴۳۵	۹۸/۴۲
G18-10%wt fiber	۸۵۰	۳/۳۶۶	۵/۰۴۹	۹۶/۶۹
G18-20%wt fiber	۸۵۰	۳/۳۱۱	۶/۱۰۲	۹۳/۰۴
G18-30%wt fiber	۸۵۰	۲/۸۶۸	۳/۷۱۳	۸۵/۸۷
G18-5%wt mica	۷۵۰	۴/۱۳۷	۶/۰۸۰	۹۹/۷۰
G18-10%wt mica	۷۵۰	۳/۵۲۲	۸/۰۶۴	۹۳/۱۳
G18-20%wt mica	۷۵۰	۳/۲۹۹	۱۰/۸۳	۹۰/۵۲
G18-30%wt mica	۷۵۰	۳/۱۰۰	۱۰/۸۰	۸۸/۱۲

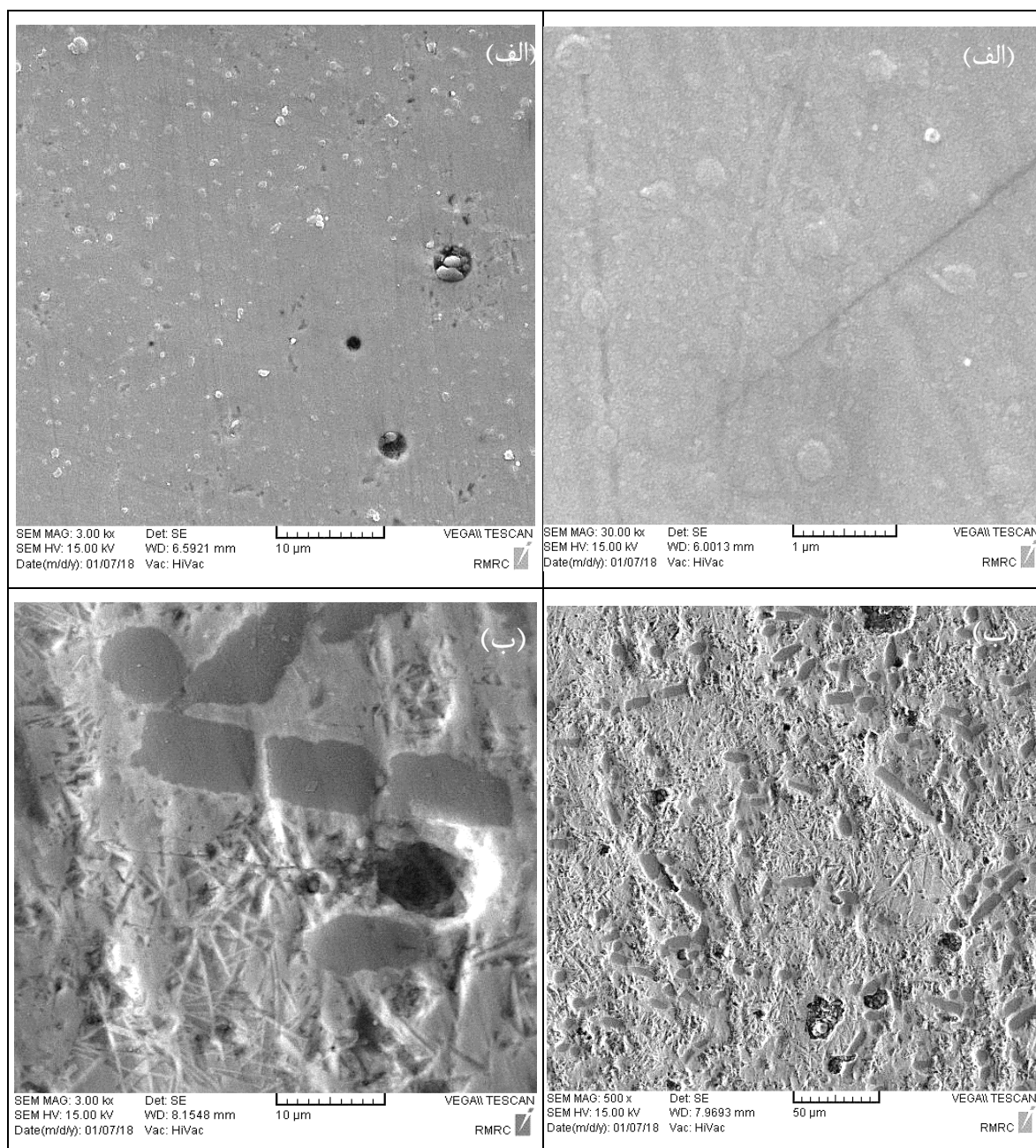
در ادامه تحقیق برای هر یک از آزمون‌های مکانیکی و حرارتی که می‌بایست روی نمونه‌ها انجام شود، از کامپوزیت‌هایی با خواص اولیه و دمای تف جوشی مطابق جدول ۳-۸ استفاده می‌شود.

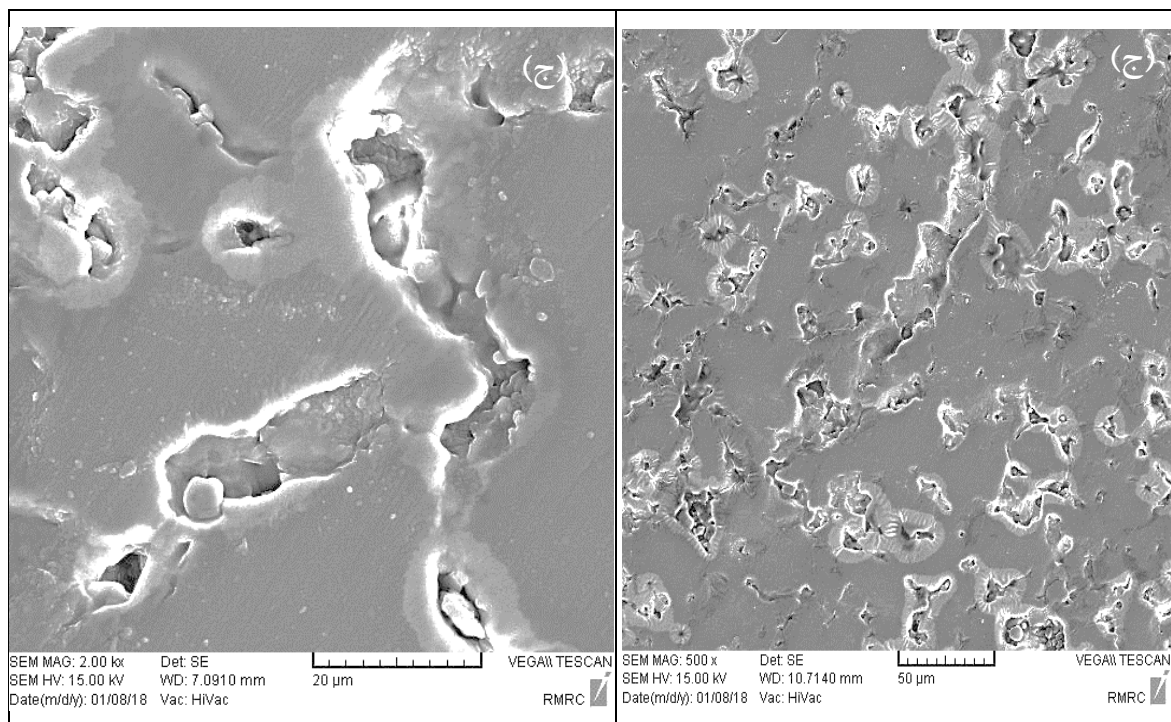
۴-۳- بررسی ریز ساختار توسط میکروسکوپ الکترونی

جهت بررسی ریز ساختار هر نوع از کامپوزیت و شیشه خالص در بزرگنمایی‌های مختلف، سطح

کامپوزیت‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی مورد بررسی قرار گرفت.

شکل ۳-۷ ساختار سطحی شیشه خالص، کامپوزیت الیاف شیشه و کامپوزیت میکا را نشان می‌دهد.





شکل ۷-۳: تصویر میکروسکوپ الکترونی (الف) شیشه خالص (ب) کامپوزیت شیشه و الیاف شیشه

(ج) کامپوزیت شیشه و میکا

همانطور که در شکل ۷-۳ نمایش داده شده است و با توجه با دانسیته نهایی به دست آمده از نمونه‌ها، شیشه خالص نسبت به کامپوزیت‌ها حفره‌های کمتری دارند. فازهای سوزنی که در تصویر میکروسکوپ الکترونی کامپوزیت شیشه و الیاف شیشه نمایش داده می‌شود، با توجه به مطالعات گذشته فاز هگزاسلین می‌باشد. [۳۷]

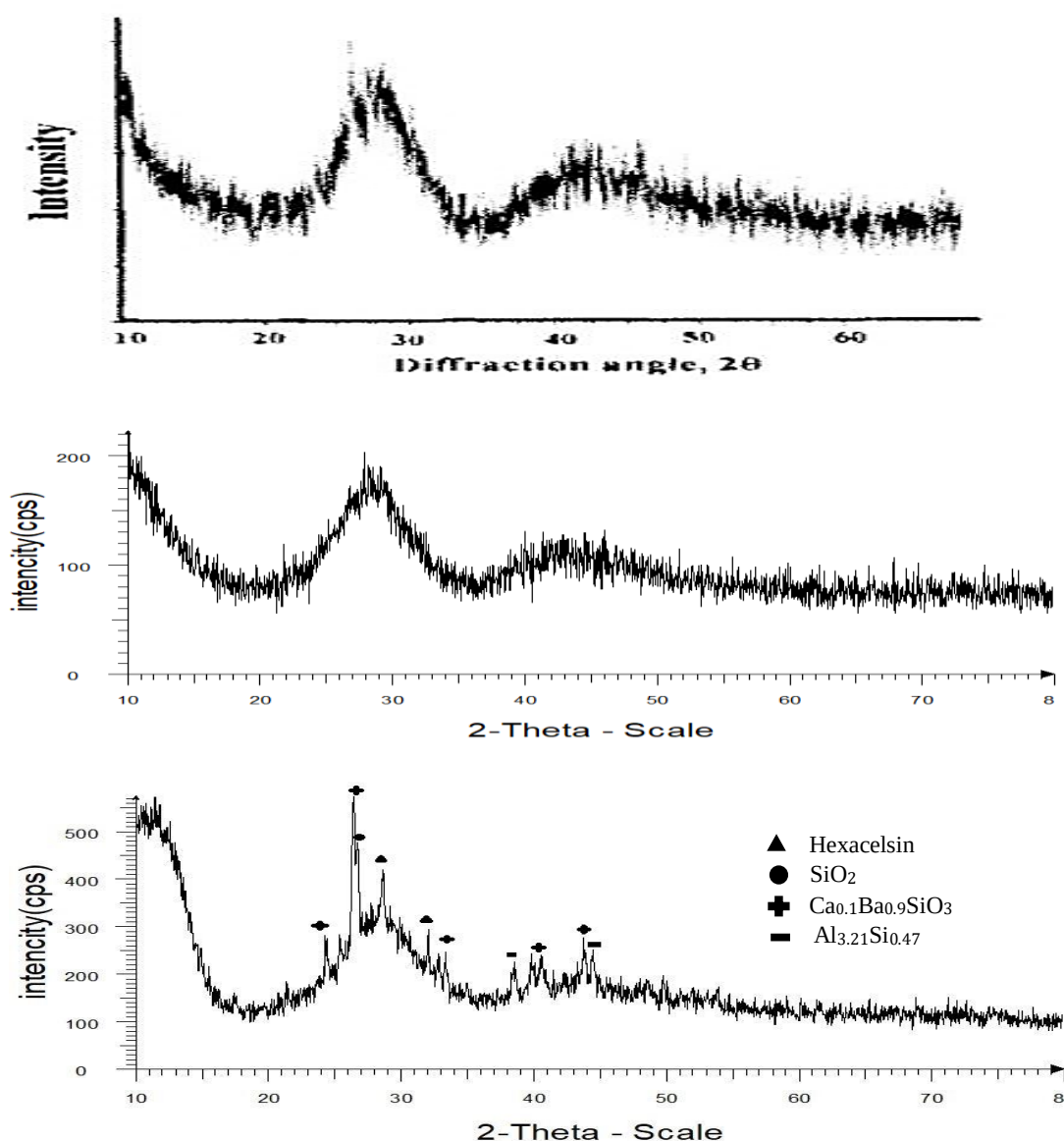
همانطور که از تصاویر مشخص است، فاز هگزاسلین در دمای ۷۵۰ درجه و مدت دو ساعت نگه داری در این دما، فقط در کامپوزیت دارای الیاف شیشه تشکیل شده است. و این نتیجه از این آزمون به دست خواهد آمد که الیاف شیشه مقاومت کامپوزیت را برای کریستاله شدن کاهش می‌دهد.

همانطور که از آزمون‌های قبل مشخص شد، کامپوزیت‌های میکا دارای تخلخل بیشتری نسبت به شیشه خالص و کامپوزیت دارای الیاف شیشه دارد. این افزایش تخلخل که خود را در کاهش سختی و کاهش مدول ینگ نمونه‌ها نشان داده است، به دلیل وجود حفراتی است که در اطراف ورقه‌های میکا با توجه به تصویر میکروسکوپ الکترونی ایجاد شده است.

۵-۳- آزمون پراش اشعه ایکس

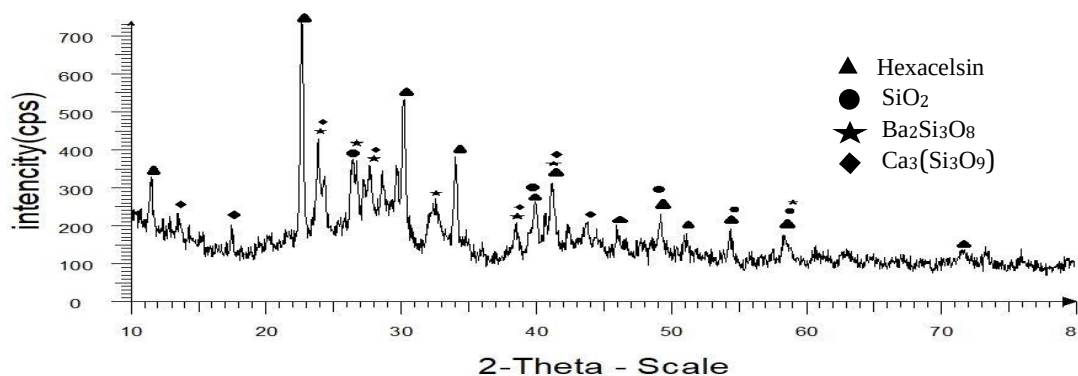
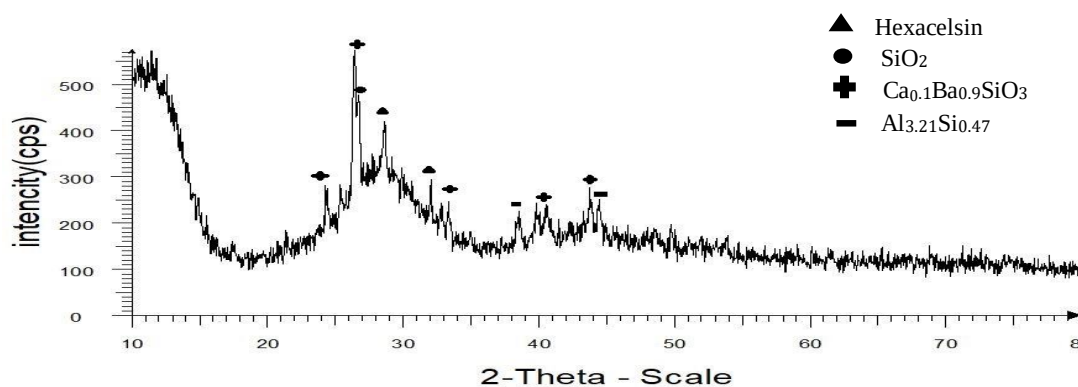
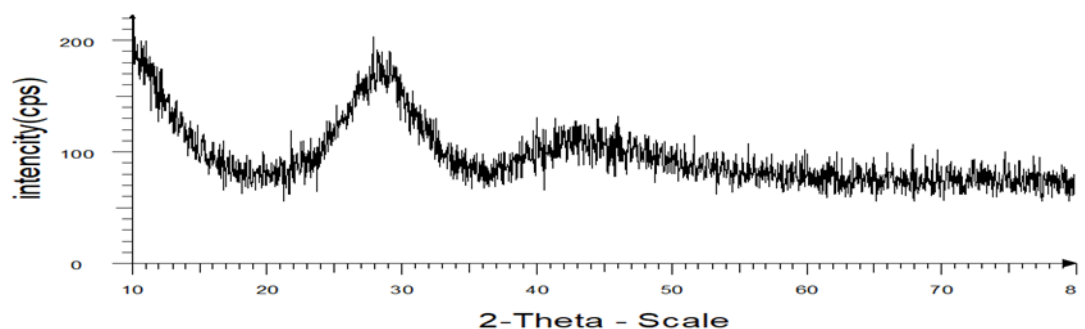
پس از تف جوشی نمونه‌ها در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت چهار ساعت، الگو پراش اشعه ایکس کامپوزیت‌ها و شیشه خالص به دست آمد.

شکل ۸-۳ نمایش دهنده الگو پراش اشعه ایکس شیشه خالص می‌باشد. قسمت (الف) مربوط به الگو پراش شیشه G18 مورد استفاده در تحقیقات قبل و شکل (ب) مربوط به الگو پراش اشعه ایکس شیشه ساخته شده در این تحقیق می‌باشد.



شکل ۸-۳: الگو پراش اشعه ایکس مربوط به شیشه خالص (الف) شیشه استاندارد آب‌بند پیل سوختی [۳۸] (ب) شیشه ساخته شده (ج) شیشه پس از تف جوشی به مدت ۴ ساعت

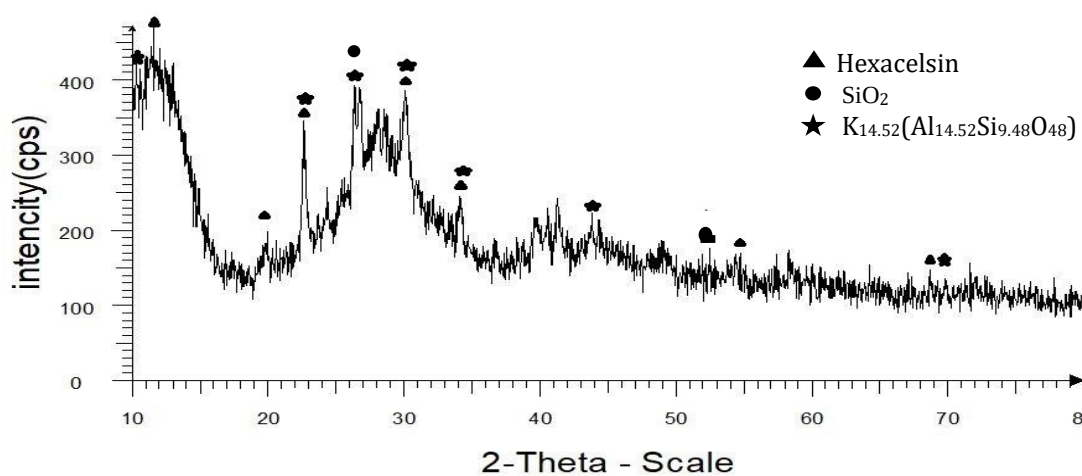
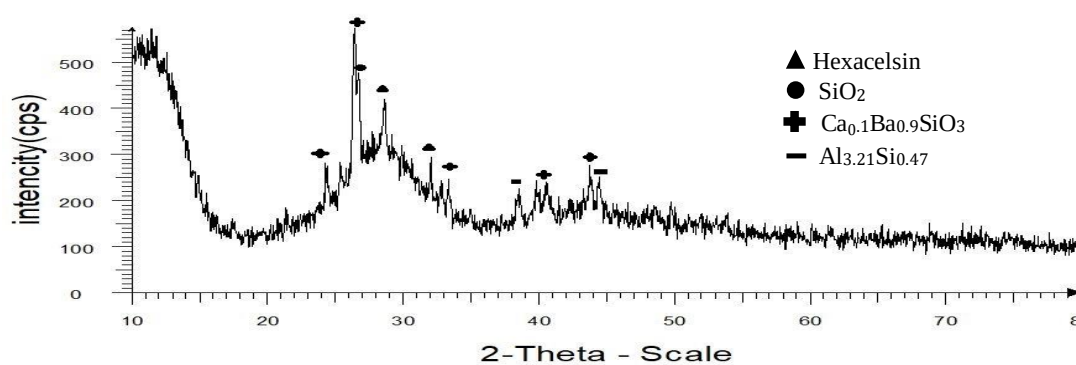
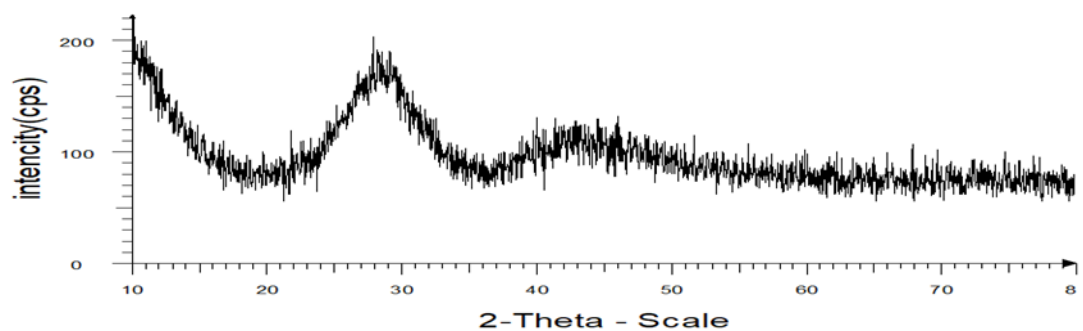
همانطور که مشاهده می‌شود، الگو پراش اشعه ایکس شیشه ساخته شده در این تحقیق با الگو پراش اشعه ایکس شیشه‌های آب‌بند معمول مورد استفاده در پیل سوختی تطابق دارد. شکل (ج) مربوط به شیشه خالص پس از سینتر در دمای ۷۵۰ درجه به مدت ۴ ساعت می‌باشد، همانطور که مشاهده می‌شود، در این دما فازهای مطابق فازهای نمایش داده شده در شکل ۸-۳ (ج) کریستاله شده‌اند.



شکل ۹-۳: مقایسه الگو پراش اشعه ایکس (الف) شیشه خالص قبل تف‌جوشی (ب) شیشه خالص پس از تف‌جوشی (ج) شیشه کامپوزیت شده با الیاف شیشه پس از تف‌جوشی

شکل ۳-۹ نشان دهنده الگو پراش اشعه ایکس مربوط به شیشه خالص قبل و بعد سینتر و شیشه کامپوزیت شده با الیاف شیشه پس از سینتر در دما و زمان مشابه با شیشه خالص می باشد. همانطور که در تصاویر میکروسکوپ الکترونی مشاهده شد، و با توجه به الگو پراش این نوع کامپوزیت مشاهده می شود که فازهای بیشتری نسبت به شیشه خالص در دما و زمان معین تف جوشی، کریستاله می شوند. همانطور که از شکل ۳-۹ (ج) مشاهده می شود، فاز هگزاسلین در این نوع کامپوزیت متبلور شده است. با توجه به مشاهدات میکروسکوپ الکترونی و الگو پراش اشعه ایکس، به دلیل افزایش مقدار فاز کریستالی در کامپوزیت شیشه و الیاف شیشه در مقایسه با شیشه خالص، این نتیجه به دست خواهد آمد که الیاف شیشه سبب کاهش مقاومت کامپوزیت در برابر کریستاله شدن می شود.

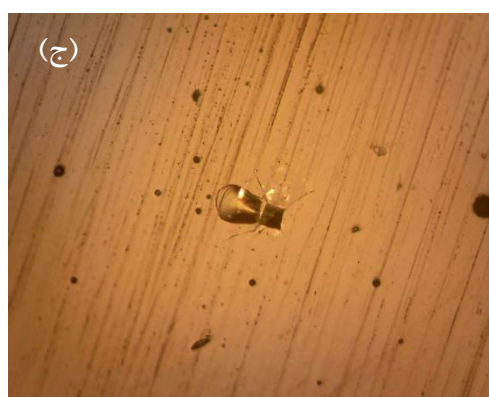
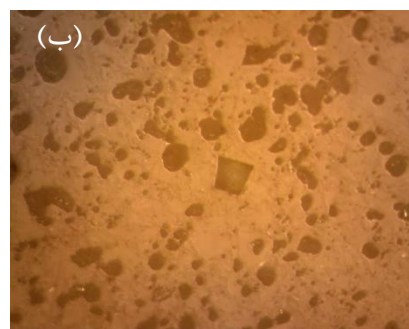
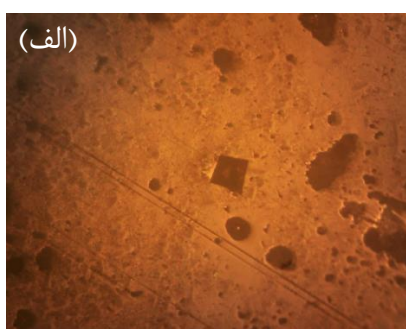
شکل ۳-۱۰ مقایسه کننده الگو پراش اشعه ایکس (الف) مربوط به شیشه خالص قبل از سینتر، (ب) شیشه خالص پس از سینتر و (ج) شیشه کامپوزیت شده با میکا می باشد. همانطور که از الگو پراش این کامپوزیت مشخص است، با توجه به شدت پیک های به دست آمده، تعداد آن ها و تصاویر میکروسکوپ الکترونی، کامپوزیت شامل میکا در مقایسه با کامپوزیت الیاف شیشه، فاز کریستالی کمتری در آن متبلور شده است.



شکل ۳-۱۰: مقایسه الگو پراش اشعه ایکس (الف) شیشه خالص قبل سینتر (ب) شیشه خالص بعد سینتر (ج) شیشه کامپوزیت شده با میکا

۳-۶- سختی سنجی و اندازه گیری چقرمگی

شکل ۳-۱۱ نمایش دهنده تصویر میکروسکوپی با بزرگنمایی ۱۰۰ از سطح نمونه شیشه خالص، شیشه کامپوزیت سازی شده با الیاف شیشه و شیشه کامپوزیت سازی شده با میکا می باشد، که بر سطح آن ها سختی سنجی صورت گرفته است. جدول ۳-۹ نشان دهنده سختی به دست آمده از کامپوزیت ها می باشد.



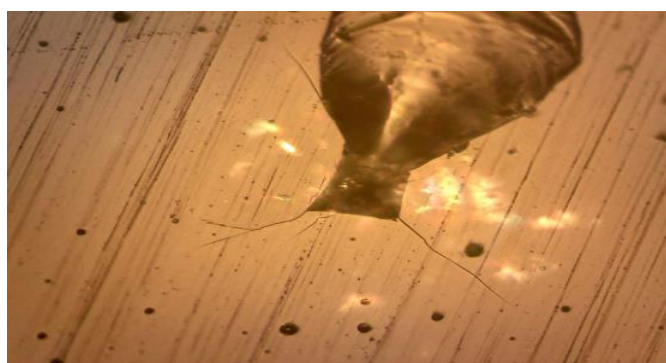
شکل ۳-۱۱: تصویر میکروسکوپی سطح سختی سنجی شده از کامپوزیت ها

(الف) کامپوزیت دارای الیاف شیشه (ب) کامپوزیت دارای میکا (ج) شیشه خالص

برای تعیین چقرمگی هر یک از نمونه ها، فشاری با میزان بالاتر از حالت قبل به نمونه اعمال می شود تا هنگام بارگذاری بر روی نمونه در اطراف فرورونده ترک ایجاد شود. شکل ۳-۱۲ نمونه ای از ترک ایجاد شده در اثر اعمال نیروی بالا بر سطح نمونه را نشان می دهد. با توجه به اطلاعات جدول ۳-۹ سختی به دست آمده از شیشه خالص با سختی شیشه های مشابه در تحقیقات گذشته مطابقت دارد. [۳۷]

جدول ۹-۳: سختی نمونه‌های کامپوزیتی

کامپوزیت	سختی ۱ (GPa)	سختی ۲ (GPa)	سختی ۳ (GPa)	سختی ۴ (GPa)	سختی ۵ (GPa)	میانگین
G18	۵/۷۷۰	۵/۸۸۳	۶/۱۰۰	۶/۸۴۹	۶/۱۴۰	۶/۱۴۹
G18-5%wt fiber	۵/۸۶۴	۶/۰۴۰	۵/۲۵۱	۵/۹۸۰	۶/۰۸۰	۵/۸۴۳
G18-10%wt fiber	۴/۷۵۴	۴/۲۱۴	۵/۸۱۰	۳/۸۴۳	۶/۵۵۴	۴/۹۶۳
G18-20%wt fiber	۲/۱۸۱	۳/۱۶۹	۳/۰۲۳	۳/۱۸۴	۳/۶۰۲	۳/۰۳۲
G18-30%wt fiber	۲/۴۵۵	۳/۰۷۳	۳/۵۷۵	۳/۲۰۷	۲/۸۲۸	۳/۰۲۸
G18-5%wt mica	۵/۹۲۲	۳/۸۴۳	۳/۹۴۶	۵/۷۷۱	۵/۰۶۲	۴/۸۶۹
G18-10%wt mica	۲/۶۵۸	۳/۰۲۳	۳/۲۰۷	۵/۶۷۹	۳/۲۷۷	۳/۵۶۹
G18-20%wt mica	۲/۲۸۹	۱/۷۰۶	۱/۶۵۹	۱/۹۴۱	۱/۵۸۰	۱/۸۳۵
G18-30%wt mica	۱/۷۶۵	۱/۷۶۱	۱/۲۵۶	۱/۴۰۸	-	۱/۵۴۷



شکل ۱۲-۳: ترک ایجاد شده بر سطح نمونه در اثر اعمال فشار بالا

با اندازه‌گیری طول ترک و با در دست داشتن سختی نمونه و مدول یانگ آن که از آزمون نانو فروروندگی به دست می‌آید، می‌توان با استفاده از رابطه ۲-۲ میزان چقرمگی نمونه‌ها را اندازه‌گیری کرد. جدول ۳-۱۰ بیان‌کننده چقرمگی کامپوزیت‌های ساخته شده، بر اساس طول ترک ایجاد شده می‌باشد.

جدول ۳-۱۰: چقرمگی کامپوزیت‌های ساخته شده

کامپوزیت	مدول یانگ (GPa)	سختی (GPa)	چقرمگی ۱ (MPa√m)	چقرمگی ۲ (MPa√m)	میانگین (MPa√m)
G18	۷۲/۷۴	۶/۱۴۸	۰/۰۷۹	۰/۱۰۵	۰/۰۹۲
G18-5%wt fiber	۷۷/۰۲	۵/۸۴۳	۰/۴۱۳	۰/۵۶۸	۰/۴۹۶
G18-10%wt fiber	۸۰/۳۶	۴/۹۶۳	۰/۴۸۳	۰/۶۰۲	۰/۵۴۲
G18-20%wt fiber	۷۲/۹۷	۳/۰۳۱	۱/۴۸۴	۱/۰۷۲	۱/۲۷۸
G18-30%wt fiber	۵۷/۴۲	۳/۰۷۶	۲/۱۹۷	۱/۹۸۳	۲/۰۹۰
G18-5%wt mica	۷۲/۹۰	۴/۸۶۹	۱/۰۲۶	۱/۰۵۷	۱/۰۴۱
G18-10%wt mica	۴۸/۹۶	۳/۵۶۹	۱/۴۳۳	۱/۱۴۴	۱/۲۸۸
G18-20%wt mica	۶۳/۸۸	۱/۸۳۵	۱/۳۷۹	۲/۰۵۲	۱/۷۱۵
G18-30%wt mica	۵۷/۹۹	۱/۵۴۷	۲/۳۳۷	۱/۸۷۲	۲/۱۰۴

نتایج به دست آمده از سختی و مدول یانگ شیشه خالص ساخته شده با نتایج کارهای پیشین مطابقت دارد در حالی که چقرمگی آن مطابقت کمی با تحقیقات گذشته دارد. این امر به دلیل وابستگی چقرمگی مواد با ریز ساختار میکروسکوپی آن‌ها است. عوامل متعددی از قبیل مقدار تخلخل، اندازه دانه که هر

یک از این عوامل بسته به شرایط آزمایشگاهی مربوط به ساخت شیشه و تف جوشی آن می‌تواند در شیشه‌های هرچند از لحاظ ترکیب شیمیایی مشابه، متفاوت باشد، که سبب ایجاد اختلاف بین نتایج چقرمگی به دست آمده در این تحقیق نسبت به تحقیقات پیشین شده است [۳۲، ۳۹].

۳-۷- آزمون نانو فروروندگی

برای به دست آوردن مدول یانگ و نانو سختی برای هر کدام از کامپوزیت‌ها، این تست مورد استفاده قرار گرفت. همچنین به دلیل بزرگنمایی و وضوح بالا تصویر در این تست به مطالعه رفتار ترک حین برخورد با فازهای مختلف درون کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفت. برای یافتن مدول یانگ و نانوسختی کامپوزیت، از محل‌های مختلف سطح نمونه این آزمون انجام گرفت. میانگین نتایج به دست آمده به عنوان مدول یانگ هر کامپوزیت معرفی می‌شود. جدول ۱۱-۳ بیان کننده مدول یانگ کامپوزیت‌های ساخته شده می‌باشد.

همانطور که از نتایج مربوط به مدول یانگ الیاف شیشه مشخص است، با کامپوزیت سازی تا ۱۰ درصد وزنی مدول یانگ افزایش پیدا کرده و در مقادیر بیشتر کامپوزیت سازی کاهش پیدا می‌کند. مدول یانگ کامپوزیت به طور کلی به ریز ساختار و مدول یانگ هر یک از اجزای کامپوزیت بستگی دارد. افزایش اولیه مدول یانگ در کامپوزیت‌های الیاف شیشه به دلیل مدول یانگ بالاتر الیاف شیشه نسبت به شیشه خالص است در حالی که به دلیل مقدار بسیار کم تخلخل درون ساختار، این امر سبب کاهش مدول یانگ نشده است. در کامپوزیت‌هایی با بیش از ۱۰ درصد وزنی الیاف شیشه، به دلیل افزایش حفرات و تخلخل ساختار، مدول یانگ افت کرده است.

در مورد مدول یانگ مربوط به کامپوزیت های میکا، با وجود مدول یانگ بیشتر میکا نسبت به شیشه خالص ولی در این کامپوزیت‌ها، افزایش تخلخل و نقش آن در کاهش مدول یانگ غالب بوده است، به همین دلیل مدول یانگ در این کامپوزیت‌ها کاهش پیدا کرده است.

جدول ۱۱-۳: مدول یانگ کامپوزیت‌های ساخته شده

میانگین (GPa)	مدول یانگ ۴ (GPa)	مدول یانگ ۳ (GPa)	مدول یانگ ۲ (GPa)	مدول یانگ ۱ (GPa)	کامپوزیت
۷۲/۷۴	۷۵/۹۳	۷۴/۳۸	۷۲/۳۵	۶۸/۳۰	G18
۷۷/۰۲	۷۱/۰۳	۸۵/۴۱	۷۲/۶۶	۷۹/۰۴	G18-5%wt fiber
۸۰/۳۶	۸۶/۸۸	۸۶/۷۳	۷۵/۹۸	۷۱/۸۸	G18-10%wt fiber
۷۲/۹۷	–	۸۰/۳۳	۷۳/۸۹	۶۴/۷۱	G18-20%wt fiber
۵۷/۴۲	–	۶۵/۱۷	۴۶/۷۷	۶۰/۳۳	G18-30%wt fiber
۷۲/۹۰	–	۷۸/۰۲	۶۸/۷۵	۷۱/۹۴	G18-5%wt mica
۶۶/۵۹	–	۶۴/۵۱	۶۹/۴۴	۶۵/۸۳	G18-10%wt mica
۶۳/۸۸	–	۵۸/۳۱	۸۰/۳۷	۵۲/۹۸	G18-20%wt mica
۵۷/۹۹	–	۶۶/۰۲	۵۹/۹۸	۴۷/۹۷	G18-30%wt mica

نانوسختی‌های به دست آمده از این آزمون مطابق جدول ۱۲-۳ نمایش داده می‌شود. همانطور که مشاهده می‌شود، نانوسختی‌های به دست آمده از این آزمون با انحراف بسیار کمی با سختی‌های به دست آمده توسط دستگاه سختی سنجی میکرو ویکرز دارد، این امر نشان دهنده ساختار همگن کامپوزیت‌های ساخته شده می‌باشد.

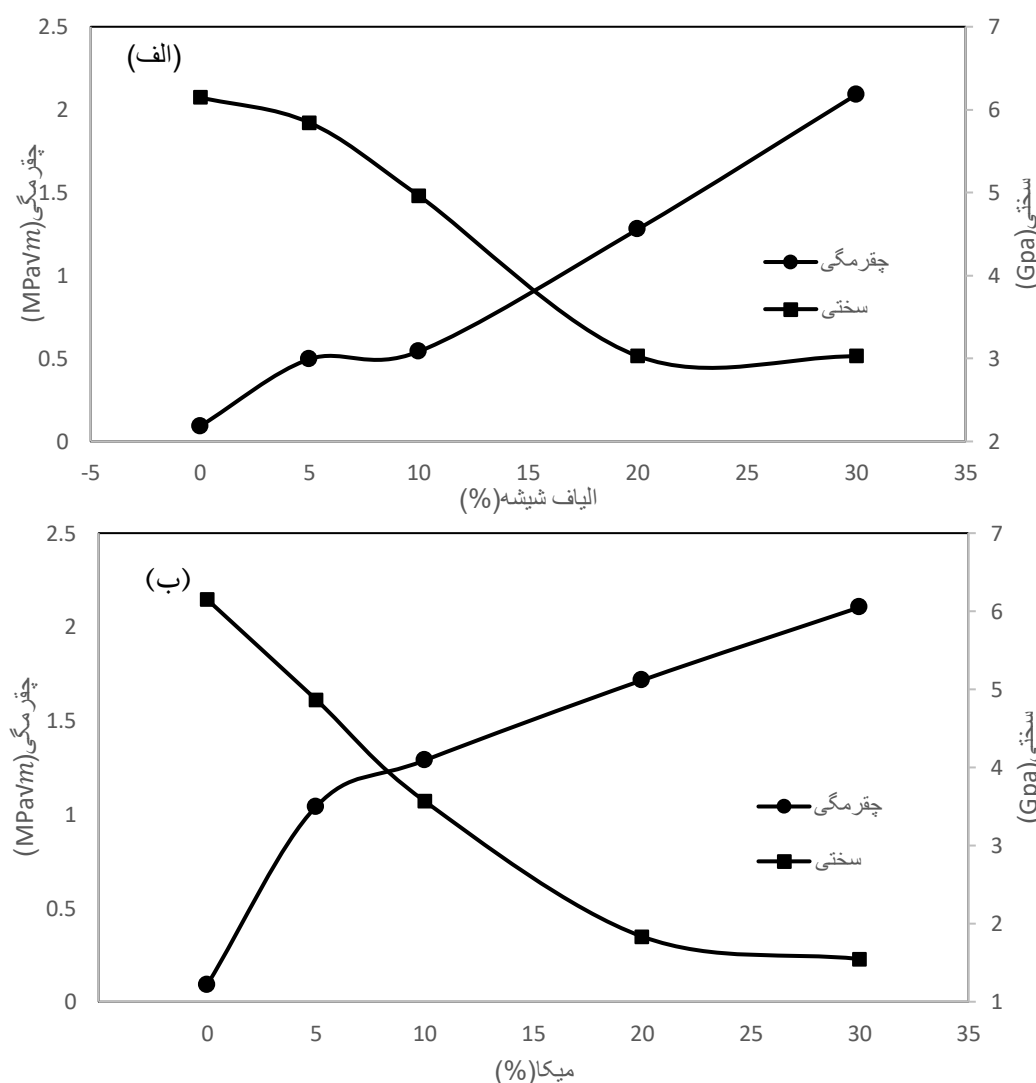
افزایش نانوسختی کامپوزیت شامل ۵ درصد وزنی میکا نسبت به شیشه خالص احتمالاً به دلیل خطا در اندازه گیری سختی و یا ناهمگن بودن ساختار این کامپوزیت در محل‌های مختلف از سطح آن است که

با توجه به حساسیت بالای سختی سنجی توسط این دستگاه و ابعاد نانومتری اندازه‌گیری سختی در سطح نمونه، احتمال بروز خطا وجود دارد و نتایج سختی به دست آمده از دستگاه میکرو سختی قابلیت اطمینان بیشتری دارند. معمولاً نتایج به دست آمده از آزمون نانو فروروندگی نیاز به تکرار دارد، که با حذف داده‌های غیر طبیعی، نتایج اصلی و واقعی گزارش شوند.

جدول ۱۲-۳: نانو سختی کامپوزیت‌ها

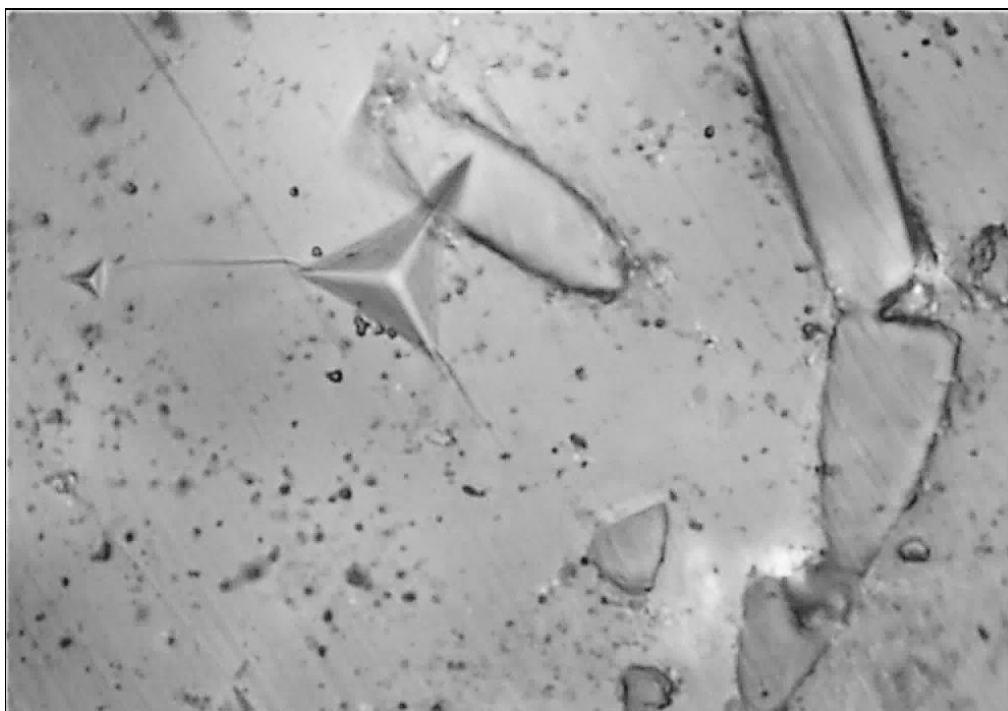
کامپوزیت	نانو سختی ۱ (GPa)	نانو سختی ۲ (GPa)	نانو سختی ۳ (GPa)	میانگین (GPa)
G18	۶/۳۶۱	۶/۶۱۶	۶/۳۸۹	۶/۴۵۵
G18-5%wt fiber	۵/۹۶۸	۵/۷۵۲	۵/۵۹۵	۵/۷۷۱
G18-10%wt fiber	۴/۷۵۴	۴/۲۱۴	۵/۸۱۰	۴/۹۲۶
G18-20%wt fiber	۳/۹۵۵	۲/۶۳۴	۵/۶۸۲	۴/۱۵۰
G18-30%wt fiber	۴/۱۸۹	۵/۴۸۲	۳/۳۶۸	۴/۳۴۶
G18-5%wt mica	۶/۷۳۶	۶/۵۸۸	۷/۸۳۵	۷/۰۵۳
G18-10%wt mica	۶/۱۱۶	۴/۲۴۶	۵/۹۴۵	۵/۴۳۵
G18-20%wt mica	۴/۹۰۶	۴/۳۲۰	–	۴/۶۱۳
G18-30%wt mica	۳/۲۱۷	۳/۱۳۳	۴/۲۵۵	۳/۵۳۵

سختی شیشه خالص از آنجایی که فاز کریستالی کمتری دارد؛ با توجه به تصاویر میکروسکوپ الکترونی و آزمون پراش اشعه ایکس؛ نسبت به سایر کامپوزیت‌ها بالاتر است. با توجه به نتایج به دست آمده از جدول ۳-۱۰، شکل ۳-۱۳ نمایشگر تغییرات سختی و چقرمگی نمونه‌های کامپوزیت سازی شده در مقایسه با یکدیگر و شیشه خالص است. قسمت (الف) مربوط به کامپوزیت‌های شیشه و الیاف شیشه و قسمت (ب) مربوط به کامپوزیت شیشه و میکا می‌باشد.



شکل ۳-۱۳: بررسی تغییرات تافنس و سختی کامپوزیت (الف) کامپوزیت با الیاف شیشه (ب) کامپوزیت با میکا

با توجه به شکل ۱۳-۳ همانطور که مشاهده می‌شود، با وجود اینکه با افزایش درصد الیاف شیشه و میکا در کامپوزیت‌ها و با وجود دانسیته تقریباً یکسان سختی کاهش پیدا می‌کند. که آن هم به دلیل ناهمگن شدن ساختار اولیه است و همچنین با توجه به مباحث بعدی مربوط به کریستاله شدن بیشتر کامپوزیت می‌باشد، اما چقرمگی در کامپوزیت‌های شامل الیاف شیشه و کامپوزیت‌های میکا افزایش پیدا کرده است. این افزایش چقرمگی با توجه به شکل ۱۴-۳ به این بیان می‌شود، زمانی که قطعه تحت تنش قرار می‌گیرد، ترک‌های ایجاد شده هنگام اشاعه در نمونه با الیاف کامپوزیت شده برخورد می‌کند و این سبب جلوگیری از اشاعه ترک در نمونه می‌شود. در نتیجه میزان استحکام شکست قطعه نسبت به شیشه خالص بیشتر خواهد بود.

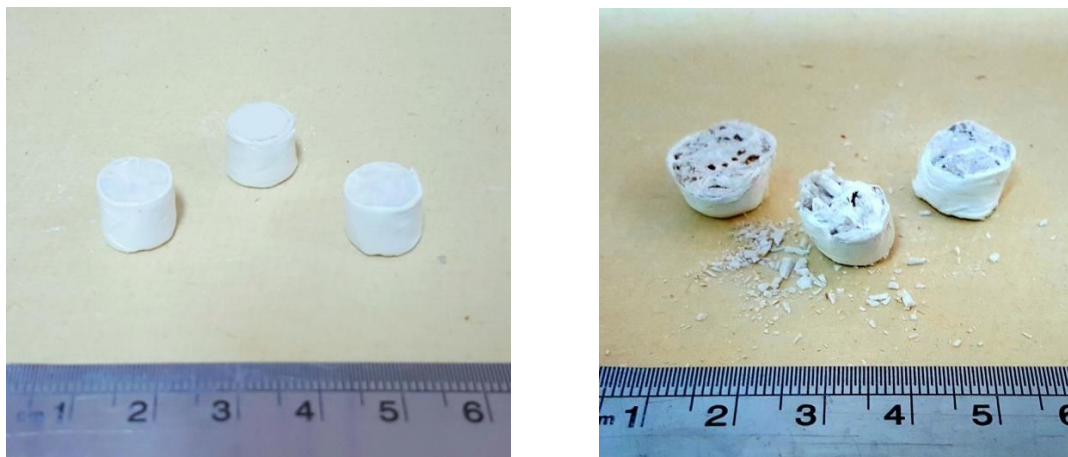


شکل ۱۴-۳: رفتار ترک هنگام مواجهه با الیاف شیشه

۸-۳- آزمون فشار

هدف از انجام این آزمون به دست آوردن ماکزیمم تنش فشاری است که آب‌بند می‌تواند در هنگام عملیات آب‌بندی در پیل سوختی تحمل کند. شکل ۱۵-۳ نشان‌دهنده شکل ظاهری نمونه‌های مورد

استفاده قبل و بعد از انجام تست می‌باشد. جدول ۳-۱۳ استحکام فشاری هر یک از کامپوزیت‌های تولید شده را نشان می‌دهد. استحکام فشاری این کامپوزیت‌ها در محدوده بالاتری نسبت به استحکام فشاری مورد نیاز پیل سوختی می‌باشد.



شکل ۳-۱۵: نمونه‌های تست فشار قبل و بعد از انجام تست

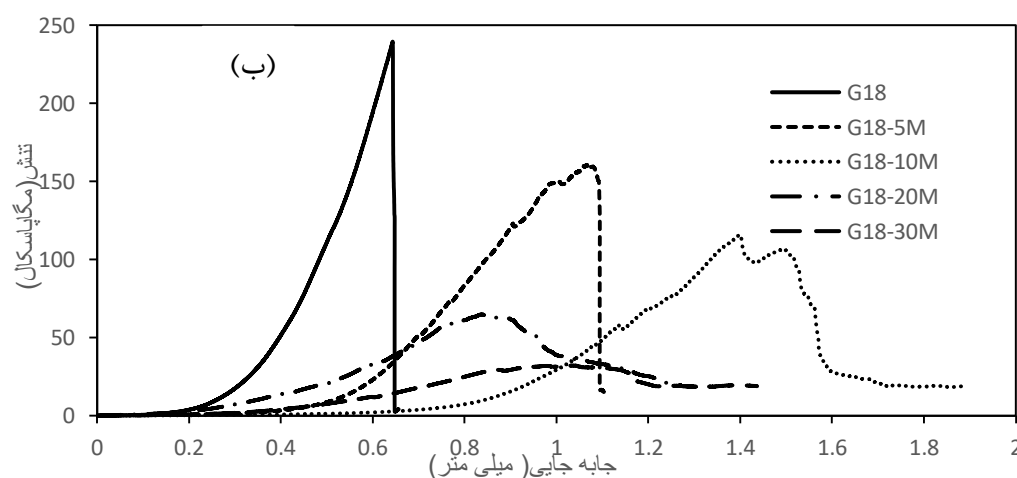
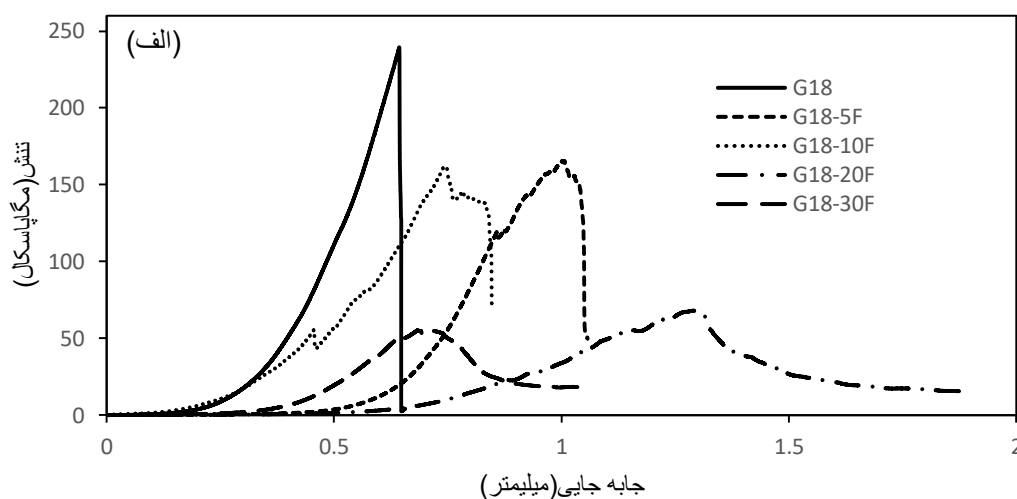
جدول ۳-۱۳: استحکام فشاری کامپوزیت‌ها (الف) کامپوزیت سازی شده با الیاف شیشه
(ب) کامپوزیت سازی شده با میکا

G18- 30%wt fiber	G18- 20%wt fiber	G18- 10%wt fiber	G18- 5%wt fiber	G18	کامپوزیت (الف)
۵۳/۴۴۲	۵۴/۹۰۶	۱۴۳/۱۶۵	۱۶۵/۳۵۹	۱۹۱/۰۲۶	استحکام فشاری (MPa)

G18- 30%wt mica	G18- 20%wt mica	G18- 10%wt mica	G18- 5%wt mica	G18	کامپوزیت (ب)
۳۲/۱۷۵	۴۸/۱۹۰	۸۹/۱۲۹	۱۶۲/۹۹۱	۱۹۱/۰۲۶	استحکام فشاری (MPa)

شکل ۳-۱۶ (الف) برای کامپوزیت‌های دارای الیاف شیشه نمودار تنش بر حسب جابه‌جایی را مقایسه کرده و همچنین شکل ۳-۱۶ (ب) برای کامپوزیت‌های دارای میکا، نمودار تنش بر حسب جابه‌جایی آن را مورد مقایسه قرار داده است.

با توجه به نتایج به دست آمده از آزمون فشار، یکی از عواملی که سبب افت استحکام فشاری با افزایش فاز کامپوزیت شده می‌شود، فصل مشترک ضعیف بین فاز کامپوزیت شده و زمینه شیشه‌ای است، که مقاومت کامپوزیت را نسبت تنش‌های فشاری کاهش داده است.



شکل ۳-۱۶: نمودار تنش-جابه‌جایی کامپوزیت‌ها (الف) کامپوزیت با الیاف شیشه (ب) کامپوزیت با میکا

۹-۳- آزمون دیلاتومتری

برای اینکه یک آب‌بند بتواند عملکرد قابل قبولی در پیل سوختی اکسید جامد داشته باشد، یکی دیگر از شرایطی که در آب‌بند می‌بایست حتما رعایت شود، ضریب انبساط حرارتی متناسب با اجزایی از پیل سوختی است که آب‌بند در حین عملکرد خود در دمای بالا با آن اجرا در تماس قرار می‌گیرد.

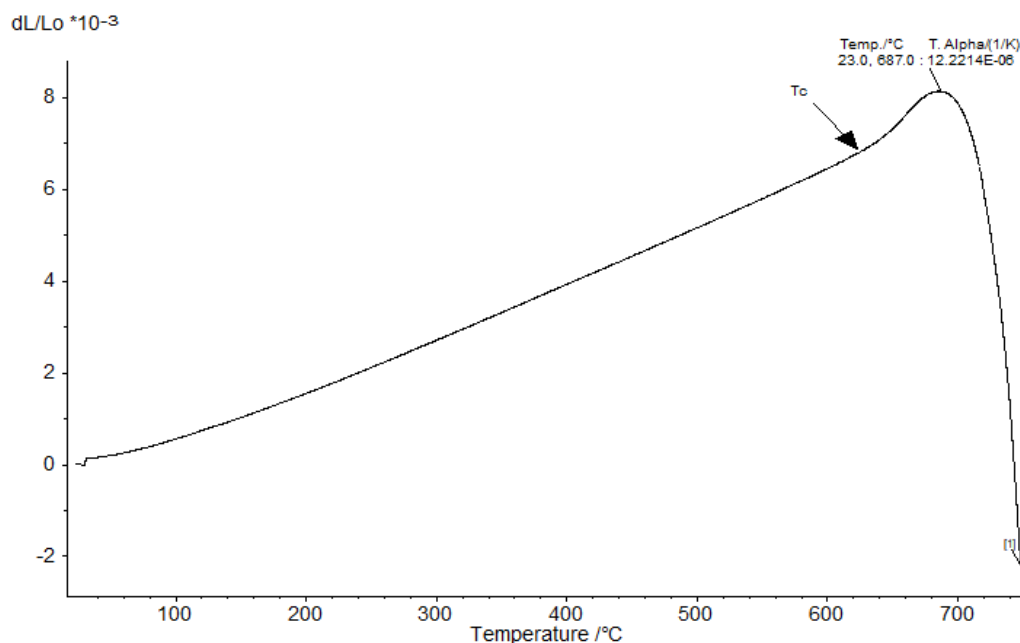
عدم تناسب ضریب انبساط حرارتی اجزا با آب‌بند سبب ایجاد تنش حرارتی و در نهایت منجر کاهش طول عمر آب‌بندی و نشتی در سیستم می‌گردد.

در پیل سوختی اکسید جامد آب‌بند با اجزای مثل زیرکونیای پایدار شده با ایتریا (YSZ) و اتصال دهنده فلزی در تماس است که به ترتیب دارای ضریب انبساط حرارتی $(^{\circ}\text{C}^{-1})$ 10^{-6} تا 11×10^{-6} و $(^{\circ}\text{C}^{-1})$ 10^{-6} تا 13×10^{-6} می‌باشند [۱۶].

همچنین در نوعی دیگر از پیل سوختی اکسید جامد که امروزه کاربرد گسترده‌تری نسبت به سایر انواع این نوع از پیل سوختی دارد، لانتانیم استرانسیوم مگنتایت (LSM) به عنوان کاتد و سمرت نیکل و زیرکونیا پایدار شده توسط ایتریا (Ni-YSZ) به عنوان آنود در نظر گرفته می‌شود، که ضریب انبساط حرارتی آن‌ها از دمای محیط تا ۹۵۰ درجه سانتیگراد به ترتیب $(^{\circ}\text{C}^{-1})$ 10^{-6} تا $12/24 \times 10^{-6}$ و $11/75$ تا $(^{\circ}\text{C}^{-1})$ 10^{-6} تا 14×10^{-6} معرفی شده است [۴۰].

حال آب‌بند تولید شده باید در رنج دمایی کارکرد پیل سوختی ضریب انبساط حرارتی متناسب با اجزای پیل داشته باشد تا عملکرد مطلوبی در دمای بالا از خود نشان دهند. برای بررسی ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های ساخته شده، توسط دستگاه دیلاتومتر هر یک از نمونه‌ها تا دمای ۸۰۰ درجه مورد آزمایش قرار گرفتند. البته کامپوزیت‌های شامل ۵ درصد وزنی الیاف شیشه و شیشه خالص تا دمای ۷۵۰ درجه تحت آزمایش قرار گرفتند، چرا که بعد از این دما این دو نمونه سیالیت بیشتر از حد معمول پیدا می‌کنند و نرم می‌شوند. شکل ۱۷-۳ تغییرات طول نمونه را در دماهای مختلف برای شیشه خالص نشان

می‌دهد. شیب هر یک از خطوط موجود در شکل ۳-۱۷ بیانگر ضریب انبساط حرارتی آن کامپوزیت می‌باشد.

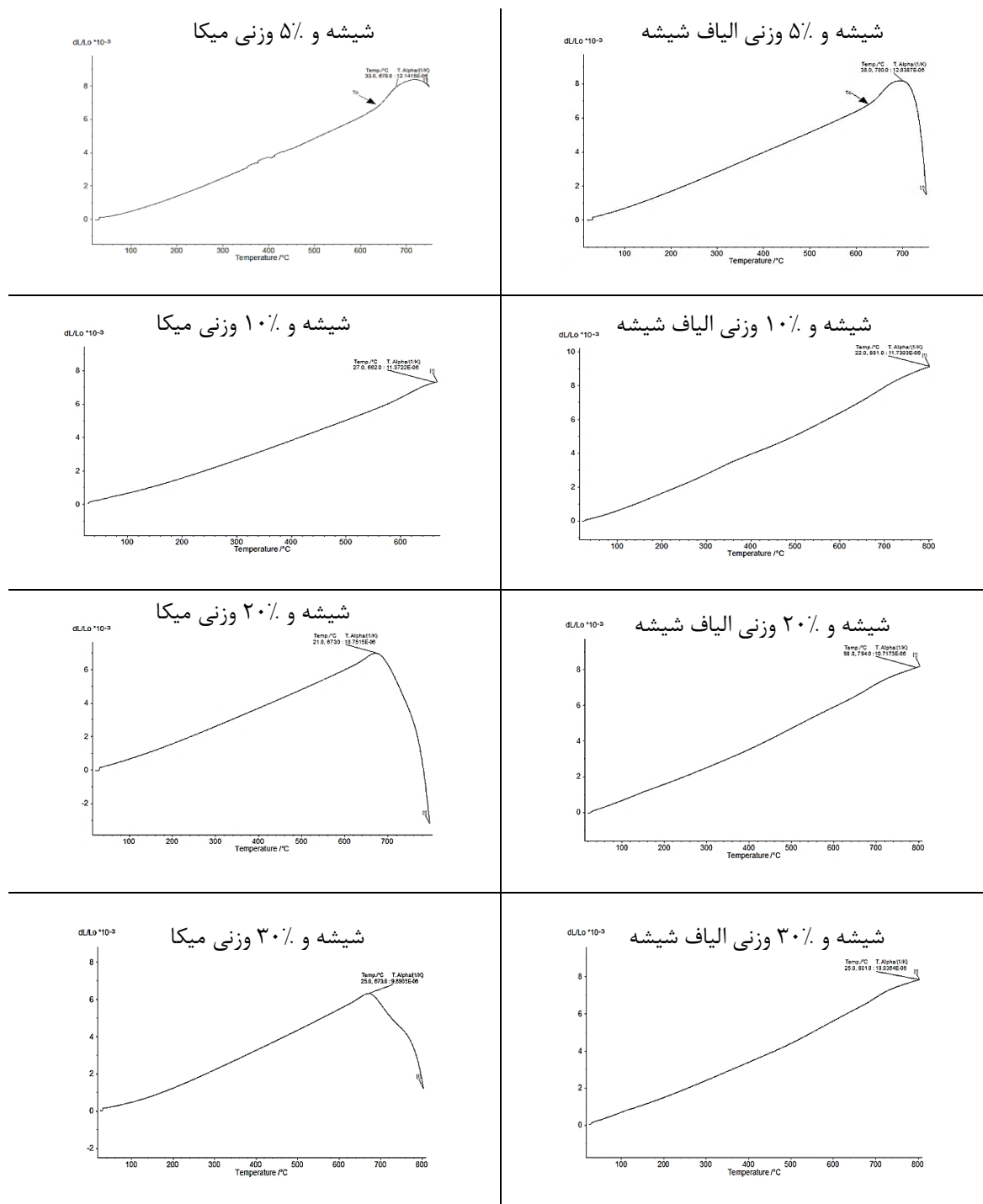


شکل ۳-۱۷: نمودار آزمون دیلاتومتری مربوط به شیشه خالص

همانطور که از شکل ۳-۱۷ مشخص است، نمودار دارای دو نقطه بحرانی می‌باشد. نقطه‌ای در نمودار که با T_c مشخص شده و در دمای ۶۸۷ درجه سانتی گراد واقع شده است، دمایی است که تغییرات طول نسبت به دماهای قبل افزایش داشته است. این افزایش در تغییرات طول ناشی از کریستاله شدن فازهای شیشه‌ای درون نمونه می‌باشد. فازهای کریستالی نسبت به فاز شیشه‌ای به دلیل نظم ساختاری بیشتر و تخلخل کمتر در ساختار خود، در برابر افزایش دما، افزایش طول بیشتری نسبت به فاز شیشه‌ای نشان می‌دهد. پس نقطه‌ای از نمودار که در آن شیب به صورت محسوسی تغییر می‌کند، مربوط به دمای کریستاله شدن نمونه می‌باشد.

نقطه بحرانی دیگر موجود در نمودار مربوط به دمای ۶۸۷ درجه سانتی گراد می‌باشد در این دما، تغییرات طول نمونه به شدت افت کرده است. این دما مربوط به دمای نرم شوندگی نمونه می‌باشد، چرا که در این دما، به دلیل نرم شوندگی و تغییر در شکل ظاهری نمونه، تغییرات طول نمونه که توسط دستگاه

دیلاتومتر ثبت می‌شود، افت محسوسی می‌کند. این دما در نمودار نشان دهنده دمای نرم شوندگی نمونه می‌باشد. نمودار دیلاتومتری کامپوزیت‌ها در شکل ۱۸-۳ نشان داده شده است.



شکل ۱۸-۳: نمودار دیلاتومتری مربوط به کامپوزیت‌های شیشه و الیاف شیشه و کامپوزیت‌های شیشه و میکا

میکا

نتایج حاصل از هر یک از نمودارهای شکل ۳-۱۸ در جدول ۳-۱۴ نشان داده شده است. جدول ۳-۱۴ ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌ها را در محدوده دمای کاری پیل سوختی اکسید جامد، نشان می‌دهد.

جدول ۳-۱۴: ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های ساخته شده (الف) کامپوزیت الیاف شیشه

(ب) کامپوزیت میکا

کامپوزیت (الف)	G18	G18- 5%wt fiber	G18- 10%wt fiber	G18- 20%wt fiber	G18- 30%wt fiber
ضریب انبساط حرارتی ($\times 10^{-6}$) ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	۱۲/۲۲۱	۱۲/۰۳۸	۱۱/۳۳۳	۱۰/۸۴۵	۱۰/۳۱۷

کامپوزیت (ب)	G18	G18- 5%wt mica	G18- 10%wt mica	G18- 20%wt mica	G18- 30%wt mica
ضریب انبساط حرارتی ($\times 10^{-6}$) ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)	۱۲/۲۲۱	۱۲/۱۴۱	۱۱/۸۱۵	۱۱/۰۲۳	۱۰/۲۱۰

نتایج به دست آمده از این تست بیانگر این موضوع است، که ضریب انبساط حرارتی کامپوزیت‌های ساخته شده در محدوده مناسبی از ضریب انبساط حرارتی، جهت به کار گیری در پیل سوختی اکسید جامد قرار دارند. در حالی که ضریب انبساط حرارتی به دست آمده از شیشه خالص با تحقیقات گذاشته که اندازه آن $11/8 \times 10^{-6} (^{\circ}\text{C}^{-1})$ بوده است، با تفاوت اندکی مطابقت دارد [۲۵].

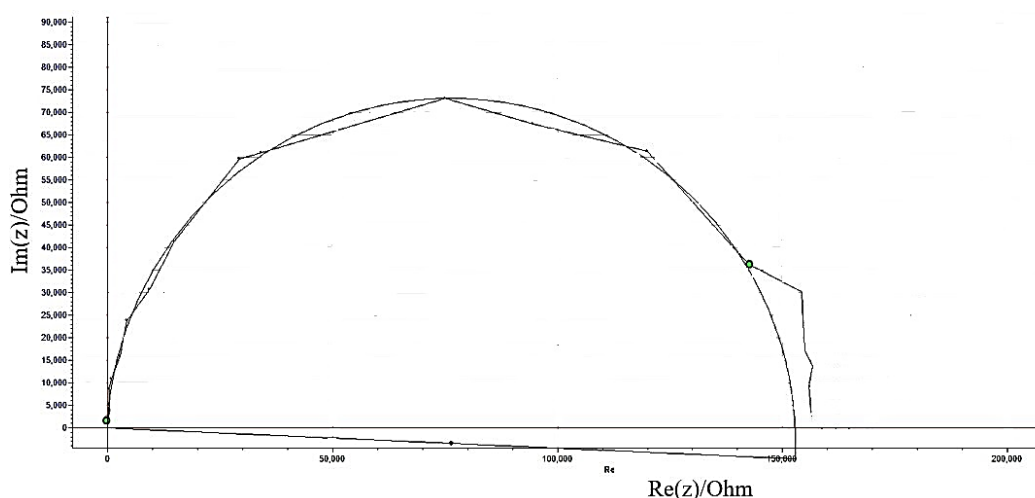
حال با توجه به سایر خواصی که از کامپوزیت‌ها در این تحقیق به عمل می‌آید ترکیب بهینه و مناسب جهت انجام آب بندی معرفی می‌شود. همانطور که از بحث مربوط به خواص مکانیکی آب‌بندهای کامپوزیتی تولید شده مشخص شد، کامپوزیت‌های دارای ۵ درصد وزنی میکا و الیاف شیشه در مجموع خواص مکانیکی مناسب‌تری نسبت به شیشه خالص دارا می‌باشند و با توجه به اینکه این کامپوزیت‌ها

درصد تخلخل بسیار کمتری نسبت با سایر کامپوزیت‌ها دارند و همچنین افزایش نرخ کریستاله شدن نسبت به شیشه خالص و با افزایش فاز کامپوزیت سازی شده، به دلیل درصد پایین فاز کامپوزیت شده، این کامپوزیت‌ها جهت کاربرد در پیل سوختی در مقیاس صنعتی مناسب هستند، پس در نتیجه این کامپوزیت‌ها به عنوان کامپوزیت‌های مطلوب جهت استفاده در پیل سوختی معرفی می‌شوند.

برای اندازه گیری نشتی و آزمون پیل سوختی توسط آب‌بند تولید شده، از آنجا که در تک سل‌های معمول پیل سوختی اکسید جامد که در سطح آزمایشگاهی استفاده می‌شوند، خاصیتی که بیش از همه خواص برای آب‌بند مد نظر است، عدم نشتی آب‌بند در دمای کارکرد پیل سوختی می‌باشد. لذا از آنجا که شیشه خالص تولید شده در این تحقیق بیشترین دستیابی به دانسیته تئوری و در نتیجه کمترین میزان تخلخل را دارا می‌باشد، آزمون مربوط به نشتی و عملکرد آب‌بند در پیل سوختی بر روی شیشه خالص انجام می‌شود.

۳-۱۰- آزمون طیف سنجی امپدانس الکتریکی

برای تحلیل نمودار مقاومت الکتریکی به دست آمده، مطابق شکل ۳-۱۹ دایره معادل نمودار به دست آمده توسط نرم افزار EC-Lab software V10.37 رسم می‌شود.



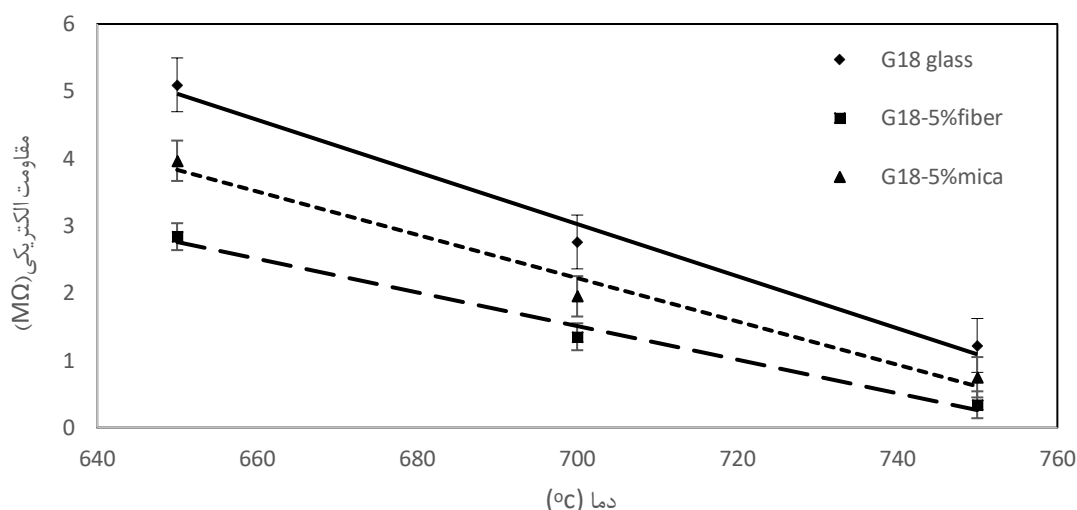
شکل ۳-۱۹: دایره معادل نمودار مقاومت الکتریکی

با رسم دایره معادل، نرم افزار مقدار مقاومت و خازن معادل نمونه را اندازه گیری کرده و نمایش می دهد. جدول ۳-۱۵ نمایشگر مقاومت الکتریکی نمونه های شیشه خالص، کامپوزیت ۵٪ الیاف شیشه و کامپوزیت ۵٪ میکا را نمایش می دهد.

شکل ۳-۲۰ مقاومت الکتریکی کامپوزیت ها را در دماهای مختلف مورد مقایسه قرار داده است. همانطور که در شکل ۳-۲۰ نمایش داده شده است، مقاومت الکتریکی شیشه خالص نسبت به کامپوزیت ها بیشتر می باشد، که به دلیل ساختار کاملاً آمورف شیشه خالص می باشد که سبب افزایش مقاومت الکتریکی شده است. در بین کامپوزیت ها، کامپوزیت تهیه شده با میکا مقاومت الکتریکی بیشتری نسبت به الیاف شیشه دارا می باشد. که دلیل این امر وجود ترکیبات با مقاومت الکتریکی بالا در ساختار میکا می باشد، همچنین فاز کریستالی کمتر متبلور شده در این کامپوزیت سبب شده است که مقاومت آن نسبت به الیاف شیشه بیشتر باشد.

جدول ۳-۱۵: مقاومت الکتریکی کامپوزیت ها

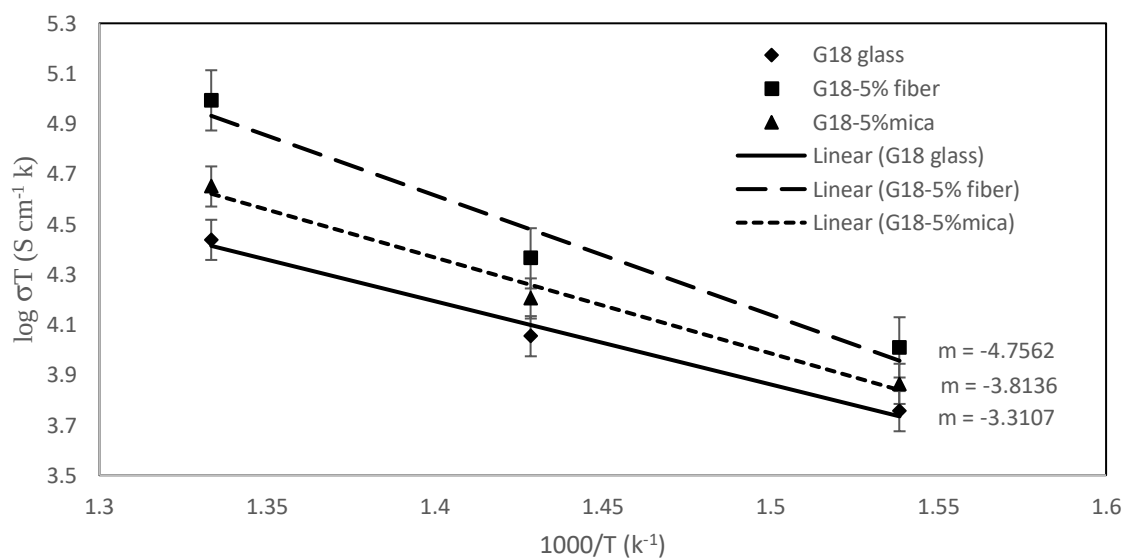
نمونه	دما (°C)	۸۰۰	۷۵۰	۷۰۰	۶۵۰	۶۰۰	۵۵۰
G-18	مقاومت ($\times 10^6$) Ω	-	۱/۲۲۲	۲/۷۶۰	۵/۰۹۶	-	-
	خازن ($\times 10^{-12}$) F	-	۱۵/۴۲۶	۱۴/۶۸۵	۱۲/۶۴۲	-	-
G18- 5%fiber	مقاومت ($\times 10^6$) Ω	۰/۱۳۴	۰/۳۴۰	۱/۳۵۱	۲/۸۳۹	۵/۲۲۳	۲۰/۱۱۲
	خازن ($\times 10^{-12}$) F	۲۰/۳۸۳	۲۵/۶۴۵	۱۳/۳۰۰	۱۶/۲۶۸	۱۴/۱۹۶	۱۰/۰۷۵
G18- 5%Mica	مقاومت ($\times 10^6$) Ω	-	۰/۷۴۹	۱/۹۵۲	۳/۹۶۷	۱۳/۲۹۳	۳۵/۳۷۶
	خازن ($\times 10^{-12}$) F	-	۲۱/۶۰۲	۱۳/۷۹۰	۱۶/۹۰۳	۱۲/۵۶۸	۳۹/۶



شکل ۳-۲۰: مقایسه مقاومت الکتریکی کامپوزیت‌ها و شیشه خالص

با توجه با تحقیقات قبلی در مورد شیشه مشابه و تست مقاومت الکتریکی که روی شیشه صورت گرفته است، نمودار امپدانس الکتریکی شیشه استفاده شده، به صورت مشابه با شیشه مورد استفاده در این تحقیق دارای یک منحنی می‌باشد و میزان مقاومت الکتریکی اندازه گیری شده با مقاومت‌های اندازه‌گیری شده در این تحقیق مطابقت دارد [۴۱].

شکل ۳-۲۱ نمایش دهنده نمودار $\log(\sigma T) - 1000/T$ برای کامپوزیت‌های الیاف شیشه، ورقه‌های میکا و شیشه خالص می‌باشد.



شکل ۳-۲۱: رسم آرنیوس مربوط به کامپوزیت‌های الیاف شیشه، میکا و شیشه خالص

با توجه به رابطه ۵-۲، شیب هر یک از خطوط در شکل ۱۵-۳ نمایش دهنده انرژی اکتیواسیون نفوذ یون‌ها، مربوط به شیشه خالص و کامپوزیت‌های ساخته شده می‌باشد. که با ضرب کردن شیب نمودار در عدد ۰/۱۹ انرژی اکتیواسیون هر یک از کامپوزیت‌ها به دست خواهد آمد. جدول ۱۶-۳ نشان دهنده انرژی اکتیواسیون شیشه خالص، کامپوزیت میکا و کامپوزیت الیاف شیشه می‌باشد.

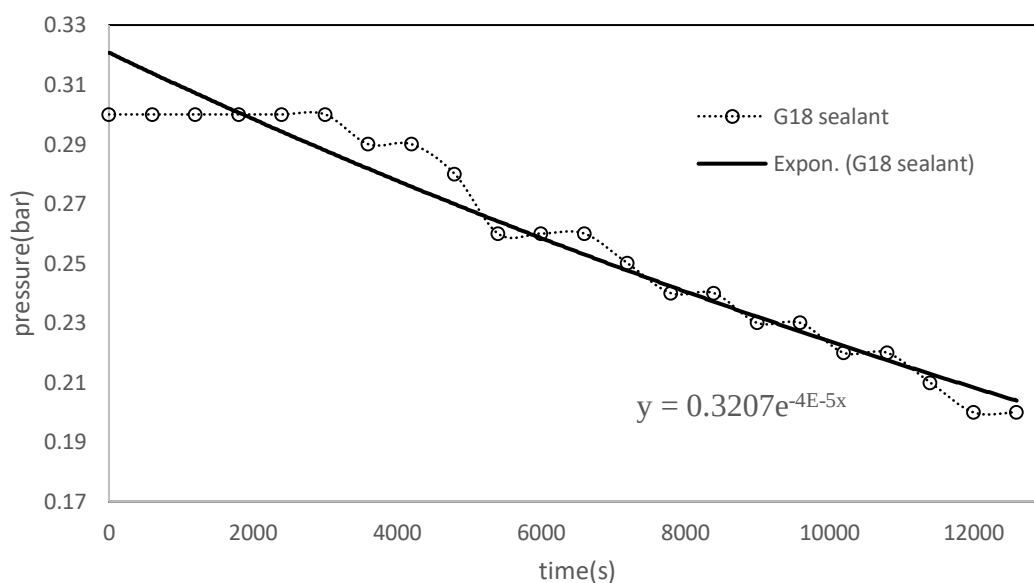
جدول ۱۶-۳: انرژی اکتیواسیون کامپوزیت‌ها و شیشه خالص

نمونه	G18 glass	G18- 5%wt fiber	G18-5% wt mica
انرژی اکتیواسیون (eV)	۰/۶۲۹	۰/۹۰۴	۰/۷۲۵

انرژی اکتیواسیون به دست آمده ، امکان مقایسه خواص الکتریکی کامپوزیت ها و شیشه خالص را با سایر مواد فراهم می‌آورد. این در حالی است که با محاسبه انرژی اکتیواسیون و مقایسه آن با انرژی اکتیواسیون سایر مواد ، خطاهای احتمالی در روند انجام آزمایش با روش نادیده گرفته می‌شود. همانطور که از نتایج حاصل از پراش اشعه ایکس و میکروسکوپ الکترونی مشخص شد، فاز کریستالی موجود در کامپوزیت الیاف شیشه نسبت به کامپوزیت میکا بیشتر است و همچنین میزان فاز کریستالی موجود در کامپوزیت‌ها به نسبت، بیشتر از شیشه خالص است. با مقایسه این نتایج با نتایج به دست آمده از آزمون مقاومت الکتریکی، این نتیجه برداشت می‌شود که در کامپوزیت‌هایی که مقدار فاز کریستالی بیشتری نسبت به سایر کامپوزیت‌ها داشته باشد، مقاومت الکتریکی کمتر در نتیجه رسانایی بیشتری نسبت به سایر کامپوزیت‌ها خواهد داشت.

۳-۱۱- آزمون اندازه گیری نشتی

برای اندازه گیری نشتی ایجاد شده، نمونه در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد تحت فشار گاز ۰/۳ بار قرار گرفت و میزان افت فشار را در فواصل ده دقیقه‌ای اندازه‌گیری و ثبت شد. شکل ۳-۲۲ میزان افت فشار را نسبت به زمان نشان می‌دهد.



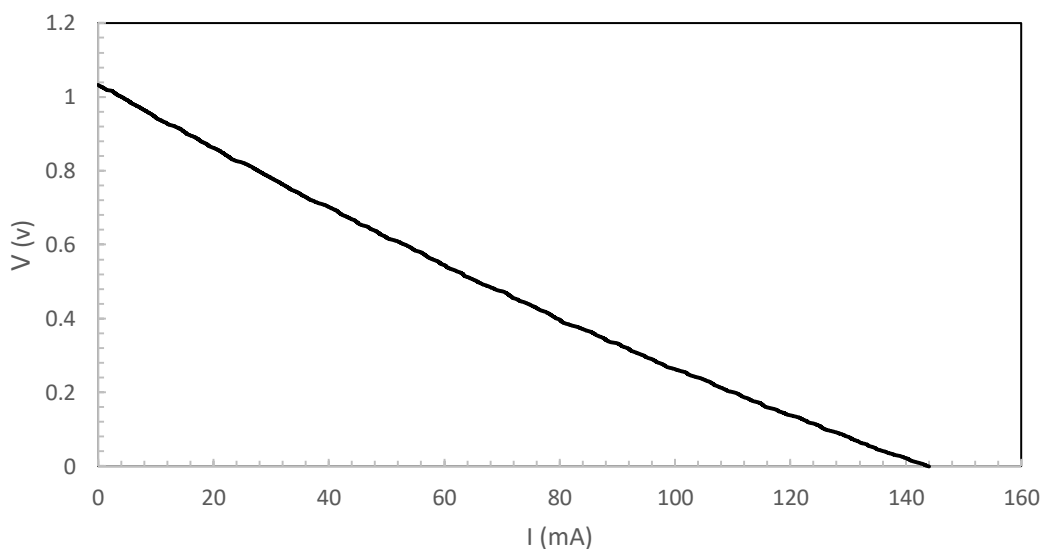
شکل ۳-۲۲: میزان افت فشار نسبت به زمان

با مقایسه معادله مربوط به خط رسم شده در شکل ۳-۲۹ و معادله ۲-۷ مقدار نشتی مربوط به آب‌بند $1/408 \times 10^{-4}$ sccm/cm گزارش می‌شود. با مقایسه میزان نشتی این آب‌بند با آب‌بندهای مشابه با کار برده شده در سایر تحقیقات مشاهده می‌شود، میزان نشتی آب‌بند به کار برده شده در این تحقیق در محدوده نشتی قابل قبول ($1-6 \times 10^{-3}$ sccm/cm) برای به کارگیری در پیل سوختی اکسید جامد می‌باشد [۳۵].

با فرض بر اینکه گاز به کار برده شده در این تحقیق رفتار ایدئال داشته باشد، میزان نشتی محاسبه شده با استفاده از رابطه ۲-۸، $1/183 \times 10^{-9}$ sccm/cm گزارش می‌شود. که در مقایسه با نتایج سایر تحقیقات صورت گرفته ($0/998 \times 10^{-4}$ sccm/cm) با توجه به اینکه در تحقیقات گذشته از آب‌بندهای فشاری استفاده شده است، از میزان قابل قبولی برخوردار می‌باشد [۳۶].

۱۲-۳- عملکرد آب بند در پیل سوختی اکسید جامد

شکل ۲۰-۳ نمودار جریان بر حسب ولتاژ مربوط به پیل سوختی را نشان می‌دهد که توسط آب بند ساخته شده در این تحقیق آب بندی شده است. آب بندی همراه با نشتی در این آزمون سبب می‌شود که ولتاژ به دست آمده از تک سل پیل سوختی به صورت محسوسی کاهش پیدا کند. همانطور که از شکل ۳۰-۳ مشخص است و با مقایسه ولتاژ به دست از تک سل‌های پیل سوختی مشابه، که توسط آب‌بندهای مرسوم آب بندی شده است، مشخص می‌شود که آب بند تهیه شده در این تحقیق مشابه با آب‌بندهای مرسوم مورد استفاده، کارایی دارد [۴۲].



شکل ۲۳-۳: نمودار ولتاژ-جریان تک سل پیل سوختی

معیاری از این که آب بند در پیل سوختی عملکرد قابل قبولی داشته است، ولتاژ مدار باز (OCV) می‌باشد. همانطور که از شکل ۲۳-۳ مشاهده می‌شود ولتاژ مدار باز تک سل پیل سوختی با استفاده از آب بند تولید شده در این تحقیق ۱/۰۵ ولت می‌باشد، که در مقایسه با عملکرد سایر آب‌بندها ($OCV = 0.9 - 1.1$ V) در پیل سوختی نتایج قابل قبولی دارد [۴۲].

فصل ۴ نتیجه‌گیری و پیشنهادها

۴-۱- خلاصه نتایج

- ۱- در سینتر کامپوزیت‌های شامل میکا، با افزایش دمای سینتر به دلیل ایجاد تاول‌های سطحی که احتمالاً به دلیل خم شدن ورقه‌های میکا خواهد بود، چگالی کاهش پیدا می‌کند.
- ۲- چقرمگی کامپوزیت شیشه با ۳۰٪ وزنی الیاف شیشه $2/090 \text{ MPa}\sqrt{m}$ است که در مقایسه با شیشه خالص که چقرمگی $0/092 \text{ MPa}\sqrt{m}$ دارد، افزایش قابل توجهی داشته است.
- ۳- عاملی که سبب کاهش مدول یانگ در کامپوزیت‌های میکا و الیاف شیشه می‌شود، افزایش میزان تخلخل درون کامپوزیت‌ها است.
- ۴- در دمای ثابت مقاومت الکتریکی کامپوزیت‌های الیاف شیشه کمتر از کامپوزیت‌هایی با ورقه‌های میکا است، این امر به دلیل وجود ترکیبات با مقاومت الکتریکی بالا در ساختار میکا می‌باشد. همچنین افزایش فاز کریستالی در کامپوزیت الیاف شیشه، سبب کاهش مقاومت الکتریکی شده است.
- ۵- کاهش سختی کامپوزیت‌ها نسبت به شیشه خالص، به دلیل افزایش میزان فاز کریستالی درون کامپوزیت‌ها بوده است که علاوه بر کاهش سختی سبب افزایش چقرمگی شده است.
- ۶- نمونه‌های کامپوزیت شامل ۵ درصد میکا و کامپوزیت شامل ۵ درصد الیاف، با توجه با آزمون‌های بررسی خواص مکانیکی و حرارتی، پتانسیل بهتری جهت استفاده از آن‌ها، به عنوان آب‌بند در پیل سوختی اکسید جامد دارند.
- ۷- نشتی قابل قبول و عملکرد مناسب آب‌بند در پیل سوختی، امکان استفاده از این آب‌بند را در سطح آزمایشگاهی به عنوان جایگزین مناسبی از آب‌بندهای معمول، قرار داده است.

۴-۲- پیشنهاد ها

- ۱- بررسی و مطالعه بیشتر در مورد میکا و رفتار ورقه های میکا در دمای بالا
- ۲- اندازه گیری میزان نشتی کامپوزیت های الیاف شیشه و میکا در سیستم اندازه گیری نشتی مطمئن
- ۳- بررسی تغییر میزان نشتی آب بندهای کامپوزیتی نسبت به تغییر در اندازه دانه مواد به کار برده شده در آب بند
- ۴- انجام آزمون نشتی برای نمونه های کامپوزیتی تحت فشار
- ۵- بررسی خصوصیات نشتی در زمان های طولانی تر

منابع

۱. جعفرنیا، امیر؛ ۱۳ اردیبهشت ۱۳۹۶؛ به کارگیری پیل سوختی در تولید انرژی الکتریکی با استفاده از روش بردارهای فضایی؛ ۲۰ بهمن ۱۳۹۷؛ از سایت: www.power2.ir
2. Kirubakaran, A., S. Jain, and R.K. Nema, A review on fuel cell technologies and power electronic interface. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2009. 13(9): p. 2430-2440.
3. Fuel Cells for Sustainable Energy, may 16.2014, Solid state ionic and electronic research group, april 8. 2017, web: <http://addis.caltech.edu>
4. Sharaf, O.Z. and M.F. Orhan, An overview of fuel cell technology: Fundamentals and applications. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2014. 32: p. 810-853.
5. Mekhilef, S., R. Saidur, and A. Safari, Comparative study of different fuel cell technologies. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2012. 16(1): p. 981-989.
6. de-Troya, J.J., et al., Analysing the possibilities of using fuel cells in ships. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2016. 41(4): p. 2853-2866.
7. Bischoff, M., Molten carbonate fuel cells: A high temperature fuel cell on the edge to commercialization. *Journal of Power Sources*, 2006. 160(2): p. 842-845.
8. Sanglimsuwan, N. Seepunkai, and J. Wootthikanokkhan, Effects of Concentration of Organically Modified Nanoclay on Properties of Sulfonated Poly(vinyl alcohol) Nanocomposite Membranes. Vol. 2011. 2011.
9. Kamarudin, S.K., F. Achmad, and W.R.W. Daud, Overview on the application of direct methanol fuel cell (DMFC) for portable electronic devices. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2009. 34(16): p. 6902-6916.
10. Abouzari-Lotf, E., M. Etesami, and M.M. Nasef, 18 - Carbon-Based Nanocomposite Proton Exchange Membranes for Fuel Cells A2 - Ismail, Ahmad Fauzi, in *Carbon-Based Polymer Nanocomposites for Environmental and Energy Applications*, P.S. Goh, Editor. 2018, Elsevier. p. 437-461.
11. Sammes, N., R. Bove, and K. Stahl, Phosphoric acid fuel cells: Fundamentals and applications. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2004. 8(5): p. 372-378.
12. Verhaert, I., M. De Paepe, and G. Mulder, Thermodynamic model for an alkaline fuel cell. *Journal of Power Sources*, 2009. 193(1): p. 233-240.
13. McLean, G.F., et al., An assessment of alkaline fuel cell technology. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2002. 27(5): p. 507-526.
۱۴. شوشتری رضوانی، حمید؛ ۱۵ تیر ۱۳۹۳، مروری بر پیل های سوختی اکسید جامد و متانولی؛ ۱۴ اسفند ۱۳۹۶؛ از سایت: <http://www.cleanenergydream.com>
15. Stambouli, A.B. and E. Traversa, Solid oxide fuel cells (SOFCs): a review of an environmentally clean and efficient source of energy. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2002. 6(5): p. 433-455.
۱۶. رضازاده، لیلیا؛ زهره همنبرد؛ احمد نوزادگلی کند و سعید باغشاهی، ۱۳۸۸، مروری بر آب بند های مورد استفاده در توده پیل های سوختی اکسید جامد، سومین همایش پیل سوختی ایران، تهران، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی، -https://www.civilica.com/Paper-PEEL03-PEEL03_059.html

17. Jamil, S.M., et al., Recent fabrication techniques for micro-tubular solid oxide fuel cell support: A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 2015. 35(1): p. 1-22.
۱۸. فرشید، بهزاد؛ امیر حسین قباد زاده و حمدرضا لاری، ۱۳۸۸، ابندی های نوین مورد استفاده در پیل سوختی اکسید حالت جامد، سومین همایش پیل سوختی ایران، تهران، دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی، https://www.civilica.com/Paper-PEEL03-PEEL03_075.html
19. Schott (<https://www.schott.com>)
20. Fergus, J.W., Sealants for solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*, 2005. 147(1): p. 46-57.
21. Singhal, S.C., Advances in solid oxide fuel cell technology. *Solid State Ionics*, 2000. 135(1): p. 305-313.
22. Yang, Z., J.W. Stevenson, and K.D. Meinhardt, Chemical interactions of barium–calcium–aluminosilicate-based sealing glasses with oxidation resistant alloys. *Solid State Ionics*, 2003. 160(3): p. 213-225.
23. Ghosh, S., et al., Microstructure and property evaluation of barium aluminosilicate glass–ceramic sealant for anode-supported solid oxide fuel cell. *Journal of the European Ceramic Society*, 2008. 28(1): p. 69-76.
24. Tucker, M.C., et al., A braze system for sealing metal-supported solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*, 2006. 160(2): p. 1049-1057.
25. Meinhardt, K.D., et al., Synthesis and properties of a barium aluminosilicate solid oxide fuel cell glass–ceramic sealant. *Journal of Power Sources*, 2008. 182(1): p. 188-196.
26. Heydari, F., et al., Mechanical properties and microstructure characterization of zirconia nanoparticles glass composites for SOFC sealant. *Materials Science and Engineering: A*, 2012. 552: p. 119-124.
27. Wang, S.-F., et al., Effect of additives on the thermal properties and sealing characteristic of BaO–Al₂O₃–B₂O₃–SiO₂ glass-ceramic for solid oxide fuel cell application. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2009. 34(19): p. 8235-8244.
28. Wang, X., et al., Optimization of Al₂O₃–glass composite seals for planar intermediate-temperature solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*, 2013. 226: p. 127-133.
29. Chou, Y.-S., J.W. Stevenson, and P. Singh, Thermal cycle stability of a novel glass–mica composite seal for solid oxide fuel cells: Effect of glass volume fraction and stresses. *Journal of Power Sources*, 2005. 152: p. 168-174.
30. Lemes-Rachadel, P., et al., Development of Alternative Glass Ceramic Seal for a Planar Solid Oxide Fuel Cell. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2012. 2012: p. 6.
31. Dev, B., et al., Mechanical and thermal characterization of a ceramic/glass composite seal for solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*, 2014. 245: p. 958-966.
32. Abdoli, H., et al., Fracture toughness of glass sealants for solid oxide fuel cell application. *Materials Letters*, 2014. 115: p. 75-78.
33. Dieter, G.E., H.A. Kuhn, and S.L. Semiatin, *Handbook of Workability and Process Design*. 2003: ASM International.
34. Barsoum, M. and M.W. Barsoum, *Fundamentals of Ceramics*. 2002: Taylor & Francis.

35. Kim, Y.-I., et al., Effect of glass viscosity on gas leak rate in glass seals for solid oxide fuel cell applications. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 2011. 28: p. 111-115.
36. Chou, Y.-S., J.W. Stevenson, and L.A. Chick, Ultra-low leak rate of hybrid compressive mica seals for solid oxide fuel cells. *Journal of Power Sources*, 2002. 112(1): p. 130-136.
37. Milhans, J., et al., Mechanical properties of solid oxide fuel cell glass-ceramic seal at high temperatures. *Journal of Power Sources*, 2011. 196(13): p. 5599-5603.
38. Liu, W., X. Sun, and M.A. Khaleel, Predicting Young's modulus of glass/ceramic sealant for solid oxide fuel cell considering the combined effects of aging, micro-voids and self-healing. *Journal of Power Sources*, 2008. 185(2): p. 1193-1200.
39. Wereszczak, A., E. Lara-Curzio, and N.P. Bansal, *Advances in Solid Oxide Fuel Cells II*. 2006: Wiley.
40. Radovic, M., et al., Thermophysical Properties of YSZ and Ni - YSZ as a Function of Temperature and Porosity. Vol. 39. 2008. 79-85.
41. Muccillo, R., et al., Impedance spectroscopy of a soda-lime glass during sintering. *Materials Science and Engineering: A*, 2003. 352(1): p. 232-239.
42. Smeacetto, F., et al., Performance of a glass-ceramic sealant in a SOFC short stack. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2013. 38(1): p. 588-596.

Abstract

Solid oxide fuel cells (SOFC) are electrochemical devices that convert chemical to electrical energy. High temperature sealant materials are critical component in SOFC. The sealant material prevents the mixing of fuel and air in a SOFC systems. One the most important sealing material are glass ceramic material.

In this research the glass-ceramic composite sealant was studied at first, the BaO-CaO-Al₂O₃-SiO₂ (BCAS) was prepared. The glass fiber/BCAS and mica/BCAS composite were prepared by solid-state mixing method. The microstructure and phase content of the samples were studied SEM and XRD methods respectively. The mechanical properties of composite sealant material were investigated by hardness, compression and nano indentation methods. The thermal properties were measured by dilatometry experiment. The electrical properties of the sealant material were studied by EIS method, and performance of the components were evaluated under SOFC condition. The leak test of the sealant material was tested.

The Results showed that the composite sealants showe improved desired mechanical properties with proper electrical and sealing performance. It was shown that toughness of glass-30%wt fiber glass composite was $2.090 \text{ MPa}\sqrt{m}$.

Keywords: Solid oxide fuel cells, Mechanical properties, sealant, Electrochemical Impedence Spectroscopy, leak



Shahrood University of Technology

Faculty of Chemical and Materials Engineering

M.Sc. Thesis in Ceramic Engineering

**Study of Glass-Ceramic Composite Based Sealant to Be Used
in Solid Oxide Fuel Cells**

By: Peyman Safarzadeh Kermani

Supervisor:

Dr. Mojtaba Ghatee

June 2018