



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 202425385 A

(43)公開日：中華民國 113 (2024) 年 06 月 16 日

(21)申請案號：112139823

(22)申請日：中華民國 112 (2023) 年 10 月 18 日

(51)Int. Cl. : *H01M4/88 (2006.01)*

H01M8/0234 (2016.01)

H01M8/0245 (2016.01)

(30)優先權：2022/10/18 德國

10 2022 127 234.6

(71)申請人：德商卡爾科德寶兩合公司 (德國) CARL FREUDENBERG KG (DE)

德國

(72)發明人：博克 阿奇姆 BOCK, ACHIM (DE)；克萊茵 克里斯托夫 KLEIN, KRISTOF

(DE)；拉庫斯基 克里斯托弗 RAKOUSKY, CHRISTOPH (DE)；巴爾施 漢尼

斯 BARSCH, HANNES (DE)；洛布萊 馬蒂亞斯 LOBLE, MATTHIAS (DE)；萬

施佩 艾米莉 VON SPEE, AMELIE (DE)

(74)代理人：葉昉昇

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：14 項 圖式數：4 共 35 頁

(54)名稱

具有小的可塑性變形性和高的表面品質的氣體擴散層及其製造方法

(57)摘要

本發明涉及一種用於製造用於燃料電池的氣體擴散層的方法，所述氣體擴散層具有小的可塑性變形性(小的永久變形表現)和良好的表面性質，以及涉及一種根據所述方法可獲得的氣體擴散層和一種包含這種氣體擴散層的燃料電池。

The present invention relates to a method for producing a gas diffusion layer for a fuel cell with a low plastic deformability (a low setting behavior) and a good surface quality, as well as to gas diffusion layers obtainable by this method and to a fuel cell containing such a gas diffusion layer.

指定代表圖：

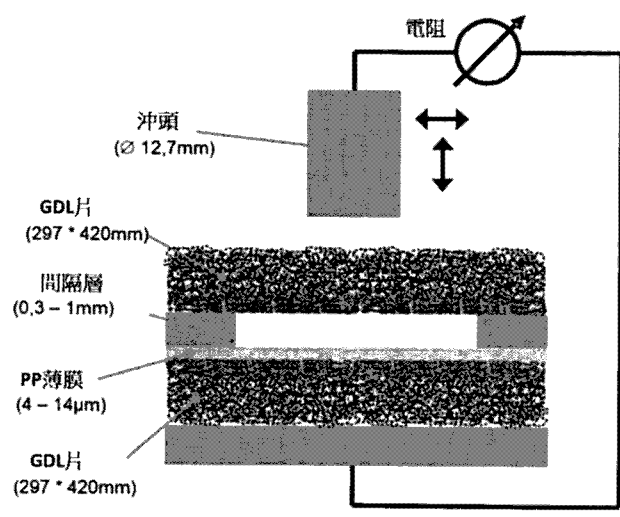


圖 1

發明摘要

※ 申請案號：

※ 申請日：

※IPC 分類：

【發明名稱】(中文/英文)

具有小的可塑性變形性和高的表面品質的氣體擴散層及其製造方法

a gas diffusion layer for a fuel cell with a low plastic deformability and a good surface quality and a method for producing the same

【中文】

本發明涉及一種用於製造用於燃料電池的氣體擴散層的方法，所述氣體擴散層具有小的可塑性變形性（小的永久變形表現）和良好的表面性質，以及涉及一種根據所述方法可獲得的氣體擴散層和一種包含這種氣體擴散層的燃料電池。

【英文】

The present invention relates to a method for producing a gas diffusion layer for a fuel cell with a low plastic deformability (a low setting behavior) and a good surface quality, as well as to gas diffusion layers obtainable by this method and to a fuel cell containing such a gas diffusion layer.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 圖1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

無

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

具有小的可塑性變形性和高的表面品質的氣體擴散層及其製造方法

a gas diffusion layer for a fuel cell with a low plastic deformability and a good surface quality and a method for producing the same

【技術領域】

【0001】 本發明涉及一種用於製造用於燃料電池的氣體擴散層的方法，所述氣體擴散層具有小的可塑性變形性（小的永久變形表現）和良好的表面性質。本發明還涉及一種根據所述方法可獲得的氣體擴散層和一種包含這種氣體擴散層的燃料電池。

【先前技術】

【0002】 燃料電池利用燃料、尤其氫氣與氧氣生成水的化學反應，以便產生電能。在氫氧燃料電池中，氫氣或含氫的氣體混合物被輸送給陽極，在那裡在釋放電子的條件下發生電化學氧化 ($\text{H}_2 \rightarrow 2 \text{H}^+ + 2 \text{e}^-$)。質子經由膜從陽極室傳輸到陰極室，所述膜將反應室以氣密的方式彼此分離並且電絕緣。在陽極處提供的電子經由外部電路導向陰極。氧氣或含氧的氣體混合物被輸送給陰極，其中在吸收電子的條件下發生氧氣的還原。在此形成的氧陰離子在形成水的條件下與經由膜傳輸的質子發生反應 ($1/2 \text{O}_2 + 2 \text{H}^+ + 2 \text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$)。

【0003】 對於許多應用，特別是在汽車動力總成中，都使用低溫質子交換膜燃料電池 (PEMFC, proton exchange membrane fuel cells (質子交換膜燃料電池)，又稱為 polymer electrolyte membrane fuel cells (聚合物電解質膜燃料電池))，所述低溫質子交換膜燃料電池的核心是聚合物電解質膜 (PEM)，所述聚合物電解質膜僅對於質子 (或水合氫離子 H_3O^+) 和水是可穿透的，並且氧化劑、通常空氣氧在空間上與還原劑分離。在氣密的、電絕緣的傳導質子的膜上，在陽極側和陰極側上施加有催化劑層，所述催化劑層構成電極並且所述催化劑層通常包含鉑作為催化活性金屬。在催化劑層中，進行真正的氧化還原反應和電荷分離。膜和催化

劑層形成一個單元，所述單元也稱作為 CCM (catalyst coated membrane (催化劑塗層膜)。在 CCM 的兩側上存在氣體擴散層 (GDL)，所述氣體擴散層使電池構造穩定並且承擔用於反應氣體、水、熱量和電流的傳輸和分配功能。膜、電極和氣體擴散層形成膜電極單元 (MEA, membrane electrode assembly)。在膜電極單元之間設置有流動分配板 (所謂的雙極板)，所述流動分配板具有用於用工藝氣體供應鄰接的陰極和陽極的通道以及通常附加地位於內部的冷卻通道。

【0004】 用於燃料電池的氣體擴散層典型地由碳纖維基板構成，所述碳纖維基板疏水地配備有氟聚合物 (例如 PTFE)，並且接著借助微孔層 (MPL) 面狀地覆層。MPL 通常由作為黏合劑的含氟聚合物 (例如 PTEE) 以及導電材料構成，其中通常使用碳材料，如炭黑或石墨粉。氣體擴散層對燃料電池的功能和性能有重要意義。一方面，通過所述氣體擴散層傳輸在電極反應中消耗的和產生的工藝組分，並且另一方面將在半電池反應中形成的和消耗的電子和在反應中形成的熱量傳導至流動分配板。此外，GDL 也作用為在宏觀結構化的流動分配板和催化劑層之間的機械補償。為此，必須補償構件公差和分配壓縮壓力。GDL 也用作為非常薄的膜的機械保護，所述非常薄的膜在燃料電池中承受高的負荷。敏感的膜應盡可能不通過氣體擴散層和其組分損壞。因此，對 GDL 的機械特性和表面性質提出高的要求。

【0005】 基於纖維的氣體擴散層的一個大的問題是，由於氣體擴散層的不均質的表面或突出的纖維造成燃料電池的膜的可能的損壞。這些纖維通常是非常硬且脆的。此外，纖維厚度通常在燃料電池膜的厚度的範圍內波動，使得存在以下風險，即膜通過纖維穿透並且引起短路。在最壞的情況下，通過膜的纖維穿透引起的短路會造成整個燃料電池堆疊的短路。其他可能導致類似失效或大幅縮短堆疊的使用壽命的故障源例如是非常粗糙的 MPL 表面或集成到 MPL 中的不同硬度的雜質。因為膜在燃料電池的運行期間會經受相當大的機械應力，因此堆疊的失效也可能在較晚的時刻才發生。

【0006】 燃料電池的膜是非常薄的，通常是若干 μm 厚。典型的厚度在 $8\mu\text{m}$ 至 $50\mu\text{m}$ 的範圍內波動，其中部分地已經測試厚度為 $5\mu\text{m}$ 的膜。可預期的是，隨著燃料電池在汽車應用中越來越多地使用，產生以下需求，即所有面狀的元件 (膜，GDL/MPL，其他) 的厚度進一步減小。由於內部短路引起非常大的性能問題，所述內部短路可能通過平放在膜

上的 GDL 的突出的纖維引起。因此產生對避免突出的纖維和/或平整 GDL 的 MPL 表面的需求。在燃料電池中使用時，GDL 通常被強地擠壓（壓縮）。GDL 的由於壓縮引起的特性可以經由彈性和塑性變形的份額來表徵。在塑性變形時，氣體擴散層在載入之後不再次 100% 回到初始形狀，而是保留永久的形變。當施加應力時材料的永久地改變其形狀的特性，即其可變形性，也用術語“設定（Setzen）”表示。具有小的可塑性變形性的材料具有小的永久變形表現。從現有技術中已知的 GDL 的永久變形表現還需要改進。如果 GDL 在燃料電池堆中在高壓下張緊，則由於張緊力和在運行中的動態力變換出現設定。這會造成在燃料電池堆中的壓縮壓力的損失，這提高了大部分部件的材料電阻和特別是在堆中的過渡電阻。此外可能需要對堆設計的調整，如用於補償在設定時產生的應力損耗的附加的彈簧包的使用。因此，堆的長度和用於其安裝所需的空間可以提高。此外，在堆疊安裝時會需要附加的措施，例如其方式為：將堆在組裝時多重地張緊和減荷並且隨後才固定，這提高了生產耗費。

【0007】 開發適合日常使用的燃料電池是對從化石燃料向可持續燃料的能源轉型的重要貢獻。因此，目前對在所描述的複雜特性特徵方面改進的 PEM 燃料電池存在大的需求。

【0008】 已知的是，為了設定燃料電池的應用方面的特性而使用氣體擴散層，所述氣體擴散層關於至少一個物理或化學特性具有梯度。WO 2022/002932A1 描述一種用於燃料電池的氣體擴散層，其中選自疏水性和滲透性的至少一個物理特性沿至少一個方向沿著最大的面狀擴展改變。具體來說，例如疏水性經由疏水材料（如 PTEE）的含量控制而滲透性通過氣體擴散層的孔隙度控制。在施加的微孔層中，可以影響其厚度，這尤其造成到承載層中的改變的局部進入深度。本申請的公開內容是不太具體的並且不僅缺少對實施所描述的構思的說明，而且也缺少可效仿的實施例以及應用方面的數據。

【0009】 EP 3957789 A1 描述一種氣體擴散層，所述氣體擴散層儘管具有小的密度，但是具有高的導熱性並且具有良好的可操作性和電池功率。GDL 包括碳纖維氈，所述碳纖維氈包含平均纖維直徑為 $5\ \mu\text{m}$ 至 $20\ \mu\text{m}$ 的碳纖維，其中形成碳纖維氈的碳纖維的至少一部分具有平坦部分，其中在碳纖維氈的表面的平面視圖中觀察纖維直徑的最大值，所述最大值比平均纖維直徑大 10% 至 50%，並且在碳纖維氈的表面處的平坦部分的

頻率為 $50/\text{mm}^2$ 至 $200/\text{mm}^2$ 。

【0010】 WO 2020/165075 A1 描述一種用於製造氣體擴散層的方法，所述方法包括以下步驟：

a) 製造包含溶劑、氟化黏合劑和傳導的載體微粒的載體-黏合劑-膏，

b) 製造黏性組合物，包括

- 溶劑，

- 氟化黏合劑，和

- 以氟化黏合劑和所有傳導的載體微粒的總重量計基本上沒有或者等於或小於 15 重量%的傳導的載體微粒；以及

c) 將載體材料的層、黏性組合物的層和載體-黏合劑-膏的層組合，其中黏性組合物的層施加在載體材料的層和載體-黏合劑-膏的層之間，以及在至少 15 千帕 (0.15bar) 的壓力壓制由載體材料、黏性組合物和載體-黏合劑-膏構成的組合，和/或將由載體材料、黏性組合物和載體-黏合劑-膏構成的組合加熱到至少 300°C 的溫度。

【0011】 本檔所基於的目的是，已經提供機械穩定的氣體擴散電極，在所述氣體擴散電極中，優選構成為微孔層的載體-黏合劑層與載體材料牢固地連接。這通過附加的黏性層實現，所述黏性層不含導電微粒或僅含少量的導電微粒。在最大 2.5MPa 的壓力和至少 300°C 的溫度進行層的壓制，其中使用至少 15 分鐘並且優選 1 至 4 小時的長的處理時間。通過在基板和 MPL 之間的另外的黏合劑層，所需的工藝步驟的數量提高，此外通過長的壓制時間也使工業可應用性變得非常困難。

【0012】 JP 2007242378 A 描述一種由多孔燒結碳微粒和斥水微粒構成的氣體擴散層。為了其製造，碳顆粒和斥水顆粒在存在非離子表面活性劑的情況下分散到水中，在反相條件下濃縮並且燒結。將所述燒結的薄膜剝離、再次粉碎，並且將產生的燒結的粗顆粒在模具中熱壓成 GDL。因此，如果期望，可以在最終的 GDL 中省去使用基於纖維的基板，使得所述最終的 GDL 僅還由基於碳的粗顆粒和斥水顆粒構成。這種方法預計會導致在切割和製造電池堆時的進一步加工中以及在電池中的穩定性方面的缺點。

【0013】 EP 3276718 A1 描述一種多孔碳電極基板，其在燃料電池中使用時幾乎不會造成短路。在此，在將碳電極基板置於壓力時從基板表面突

出或置於突出的碳纖維以及與基板表面結合不充分的短的碳纖維都被充分去除。為了製造使用短的碳纖維和包含至少 35 重量%的碳含量並且在加熱下碳化的黏合劑樹脂。因此，產生的 GDL 基底基於完全樹脂浸漬的纖維材料。

【0014】 EP 3396753A1 描述一種氣體擴散電極，所述氣體擴散電極在其在燃料電池中使用時不那麼易於出現短路電流。在此，GDL 基板包括用碳樹脂黏合的碳短纖維，其中氣體擴散電極具有多層構造，所述多層構造優選具有至少兩個微孔層，這兩個微孔層的層填充率不同，並且其中（多個）微孔層在壓力載入下必須具有足夠的厚度。為了降低短路概率，描述了多種措施，例如在黏結劑樹脂碳化之前對前體基板進行壓力處理以及提高碳化步驟中的溫度。僅對於期望進一步降低的情況，才描述通過壓延的後處理，跟隨有用空氣吹氣和抽氣。該方法的缺點是，在碳化前的壓力處理需要附加的耗費，纖維基板中的樹脂黏合劑通常是不期望的並且兩個或更多個 MPL 層的使用也提高了耗費。多層構造此外總是提高在纏繞、翹曲、拉伸時或在壓力作用下分層的風險。

【0015】 US 2019/0344405 描述一種用於黏接燃料電池內的氣體擴散層的黏接設備。所述設備具有抽吸設備並且應當黏合或消除氣體擴散層的蓬鬆的或較鬆散的纖維。使用附加的設備提高了製造成本。此外有爭議的是，借助所述設備的使用解決內部短路的問題，所述內部短路可能通過平放在膜上的 GDL 的突出的纖維造成。

【發明內容】

【0016】 本發明基於的目的是，避免或至少減少上文所描述的缺點。

【0017】 令人驚訝地現在發現，當氣體擴散層在提高的壓力和提高的溫度經受後處理時，可以實現具有良好的特性特徵並且特別是具有非常好的表面特性和具有顯著改進的永久變形表現的氣體擴散層。熱壓縮的氣體擴散層的特徵尤其在於在一個/多個用微孔層覆層的側上的明顯更光滑的表面。由此得出通過突出的纖維和位於 MPL 的表面處的雜質、通過

粗糙表面的其他原因或在燃料電池的運行中產生並且會造成膜的穿透的其他效應造成的明顯更小的短路概率。此外，通過在提高的壓力和提高的溫度的後處理可以明顯地降低GDL的塑性變形份額。此外，令人驚訝地發現，通過後處理也可以控制GDL的傳輸特性。因此，特性、如氣體滲透性和幹擴散長度可以與氣體擴散層的材料組成無關地控制。

【0018】 本發明的第一主題是一種用於製造用於燃料電池的氣體擴散層的方法，所述氣體擴散層包括：

A) 面狀的導電的纖維材料，和

B) 在纖維材料的面中的至少一個面上的微孔層，所述微孔層包括在由聚合物黏合劑構成的基質中的傳導顆粒，

其中

i) 提供面狀的導電的纖維材料A)，

ii) 將在步驟i) 中提供的纖維材料借助用於構成微孔層的前體覆層，

iii) 使在步驟ii) 中獲得的覆層的纖維材料在提高的壓力的條件下和可選地提高的溫度的條件下經受後處理。

【0019】 優選地，通過根據本發明的方法，特別是在步驟iii) 中的後處理，實現具有相對於未經後處理的氣體擴散層減小的可塑性變形性的氣體擴散層。尤其地，實現具有相對於未經後處理的氣體擴散層減小的壓縮永久變形值（Compression Set-Wert）的氣體擴散層。

【0020】 優選地，通過根據本發明的方法，特別是在步驟iii) 中的後處理，實現具有至少一個微孔層的更平滑的表面的氣體擴散層。

【0021】 特別是，在步驟iii) 中的後處理在至少0.5MPa的提高的壓力和至少100°C的提高的溫度進行。

【0022】 一個特別的實施方案是一種用於實現氣體擴散層的方法，所述

氣體擴散層具有一個、優選兩個、特別優選三個、尤其四個以下特性：

- 最高 $5\ \mu\text{m}$ 的在 1.0MPa 的壓縮永久變形值，其在單位面積重量為 95g/m^2 至 100g/m^2 並且MPL載入為 15g/m^2 至 22g/m^2 的GDL處對內部直徑為 45mm 並且外部直徑為 56mm 的環形的試樣確定，其中試樣經受從 0.025MPa 到 1.0MPa 的三個載入週期並且壓縮永久變形值由在第一載入週期中和在第三載入週期中在 1.0MPa 測量的厚度的差得出，
- 平均粗糙度值 R_a 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少10%的減少，所述平均粗糙度值根據DIN EN ISO 4288:1998-04借助電動觸針法確定，
- 粗糙深度 R_z 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少10%的減少，所述粗糙深度根據DIN EN ISO 4288:1998-04借助電動觸針法確定，
- 最高25%的短路數（Shorting Number），其在具有 95g/m^2 的單位面積重量和 15g/m^2 的MPL載入的 $297\text{ mm}\times 420\text{mm}$ 基面的GDL處借助於刺穿測量來確定。

【0023】 本發明的另一主題是一種氣體擴散層，其通過如上文和下文中所描述的方法獲得。

【0024】 本發明的另一主題是一種用於燃料電池的氣體擴散層，包括：

A) 面狀的導電的纖維材料，和

B) 在纖維材料的面中的至少一個面上的微孔層，

其中氣體擴散層具有至少一種以下特性：

- 最高 $5\ \mu\text{m}$ 的在 1.0MPa 的壓縮永久變形值，其在單位面積重量為 95g/m^2 至 100g/m^2 並且MPL載入為 15g/m^2 至 22g/m^2 的GDL處對內部直徑為 45mm 並且外部直徑為 56mm 的環形的試樣確定，其中試樣經受從 0.025MPa 到 1.0MPa 的三個載入週期並且壓縮永久變形值由在第一載入週期中和在第三載入週期中在 1.0MPa 測量的厚度的差得出，

- 平均粗糙度值Ra相對於未經後處理的氣體擴散層的至少10%的減少，所述平均粗糙度值根據DIN EN ISO 4288:1998-04借助電動觸針法確定，
- 粗糙深度Rz相對於未經後處理的氣體擴散層的至少10%的減少，所述粗糙深度根據DIN EN ISO 4288:1998-04借助電動觸針法確定，
- 最高25%的短路數（Shorting Number），其在具有95g/m²的單位面積重量和15g/m²的MPL載入的297 mm×420mm基面的GDL處借助於刺穿測量來確定。

【0025】 本發明的另一主題是一種燃料電池，所述燃料電池包括至少一個如在上文和在下文中所限定的氣體擴散層。

【0026】 本發明的另一主題是氣體擴散層在質子交換膜燃料電池中的應用，所述氣體擴散層如在上文和下文中所限定，或能夠通過如在上文和下文中所限定的方法獲得。

【0027】 根據本發明的和依照根據本發明的方法獲得的氣體擴散層具有以下優點：

- 獲得的氣體擴散層具有非常好的表面特性。在提高的壓力和優選提高的溫度經後處理的氣體擴散層的特徵尤其在於在一個/多個用微孔層覆層的側上的明顯更光滑的表面。
- 氣體擴散層具有明顯更小的由於質子交換膜的穿透引起的短路概率，如其特別會通過突出的纖維、位於MPL的表面處的雜質或粗糙表面的其他原因產生。
- 氣體擴散層具有顯著改進的永久變形表現。通過在提高的壓力和優選提高的溫度的根據本發明的後處理可以明顯地降低GDL的塑性變形份額。
- 用於使燃料電池堆匹配於與GDL的永久變形（Setzen）關聯的結果的結構上的措施，如安裝的部件的減小的壓縮壓力、提高的材料電阻和應力損失

可以減小或可以完全地棄用這些措施

- 令人驚訝地發現，通過根據本發明的後處理也可以有針對性地影響氣體擴散層的傳輸特性。因此，特性、如透氣性和幹擴散長度可以與氣體擴散層的物質組成無關地控制。

【0028】 - 根據本發明的氣體擴散層能簡單地且低成本地製造。根據本發明的方法包括以下步驟：

- i) 提供面狀的導電的纖維材料A)，
- ii) 將在步驟i) 中提供的纖維材料借助前體覆層以構成微孔層B)，其中改變前體的組成以產生梯度，
- iii) 對在步驟ii) 中獲得的經覆層的纖維材料在提高的壓力的條件下和可選地提高的溫度的條件下進行後處理。

【0029】 關於纖維材料A) 和用於構成微孔層B) 的前體和條件方面參照在更下文中全面的實施方案。

【0030】 iii) 在提高的壓力和提高的溫度的後處理

【0031】 在一個特別的實施方案中，在至少0.5MPa的提高的壓力和至少100°C的提高的溫度進行步驟iii) 中的處理。

【0032】 優選地，在0.5至10.0MPa (5bar至100bar)、特別優選1.5至8MPa的範圍內的壓力進行步驟iii) 中的處理。

【0033】 優選地，在100°C至350°C、特別優選120°C至330°C、尤其150°C至320°C的範圍內的溫度進行步驟iii) 中的處理。

【0034】 優選地，在5秒至5分鐘、優選10秒至2分鐘的時間段內在壓床中進行步驟iii) 中的處理。

【0035】 優選地，在大於0秒至10秒、優選0.1秒至5秒的時間段內在研光機中進行步驟iii) 中的處理。

【0036】 為了在步驟iii) 中的後處理可以使用常見的設備，如單層壓床或多層壓床，連續帶式壓床或研光機。在一個特別的實施方案中，為了步驟iii) 中的後處理使用至少一個雙帶壓床。在另一特別的實施方案中，為了步驟iii) 中的後處理使用至少一個研光機。

【0037】 單層壓床或多層壓床特別適合於不連續地後處理段狀材料。雙帶壓床不僅適合於處理連續的帶狀材料，也適合於處理段狀材料（板材）。雙帶壓床具有兩個連續環繞的壓帶，在所述壓帶之間GDL帶在壓力和可能還有熱量的作用下在沿著前進方向同時傳輸的情況下經過後處理。帶彼此平行地定向並且在上帶和下帶之間存在間隙，所述間隙可以打開和閉合以匹配於GDL材料的厚度和設定期望的特性。

【0038】 在一個優選的實施方式中，在雙帶壓床中進行步驟iii) 中的處理。特別地，在1MPa至8MPa（10bar至80bar）的範圍內的壓力和在200°C至350°C的範圍內的溫度在雙帶壓床中進行步驟iii) 中的處理。

【0039】 原則上，在根據本發明的方法的步驟iii) 中可以使用已知的和市售的研光機。因此，可行的是，使用具有2、3、4個或多於4個研光機輥的研光機。在最簡單的優選的實施方式中，在根據本發明的方法中所使用的研光機是2輥研光機。氣體擴散層可以引導穿過研光機一次或重複地穿過，例如1、2、3、4、5次或多於5次。研光機輥能夠以適合於壓延氣體擴散層的幾何形狀設置。兩輥研光機可以具有輥的豎直的、傾斜的或水準的設置。三輥研光機可以具有豎直的設置、錯開設置的上輥或錯開設置的下輥。四輥研光機可以具有輥的L型設置、倒L型設置、S型設置、Z型設置或其他設置。

【0040】 優選地，在5N/mm至500N/mm、優選10N/mm至100N/mm的範圍內的線性壓力在研光機中進行步驟iii) 中的處理。

- 【0041】 優選地，以0.05m/min至30m/min的速度執行步驟iii)中的壓延。
- 【0042】 在一個特別優選的實施方式中，步驟iii)中的處理在研光機中進行。特別地，在8N/mm至80N/mm的範圍內的線性壓力和1m/min至10m/min的帶速在130°C至220°C的範圍內的輥溫度在研光機中進行步驟iii)中的處理。
- 【0043】 面狀的導電的纖維材料A)和氣體擴散層(GDL)
- 【0044】 在本發明的範圍內，無紡纖維織物/纖維網(Vlies)通常表示面狀組織結構，其多數地由分開的纖維構成，所述纖維的黏著基本上僅通過其自己的附著得出。通過在纖維之間產生比其在纖維網中存在時更牢固的接合得出的纖維網到無紡布的轉變通過纖維網固化的方法進行，所述纖維網固化通常劃分為機械的、化學的和熱學的方法。纖維網(Vliese)、無紡布(Vliesstoffe)和用於其製造的方法在H. Fuchs, W. Albrecht所著的，無紡布，第2版，Wiley-VCH, Weinheim, 德國中被描述。
- 【0045】 根據本發明使用的面狀的導電材料A)和氣體擴散層是面形的組織結構，所述組織結構具有基本上二維的、平面的擴展和與之相對較小的厚度。根據本發明的氣體擴散層具有基面，所述基面通常基本上對應於具有催化劑層的鄰接的膜的基面和鄰接的電流分配板的基面。氣體擴散層的基面的形狀例如可以是多邊形的(n角的， $n \geq 3$ ，例如三角形的、四角形的、五角形的、六角形的等)、圓形的、圓區段形的(例如半圓形的)、橢圓形的或橢圓區段形的。優選地，基面是矩形的或圓形的。為了描述GDL可以使用正交坐標系，其中GDL的基面位於由x軸和y軸展開的平面(也稱作為x、y平面)中。正交於其的z軸用於描述材料厚度。根據對於纖維複合材料常見的說明，x軸也描述為滾動方向(機器方向，

machine direction, MD) 並且y軸描述為滾動反方向(機器橫向方向, cross machine direction, CMD)。沿z軸的方向主要進行在電流分配板和膜之間的物質傳輸。

【0046】 氣體擴散層作為組分A) 包括至少一種導電的面狀的纖維材料。優選地, 組分A) 包括纖維材料, 所述纖維材料選自纖維網、紙、織物及其組合。適合的基底材料是如下纖維材料, 所述纖維材料本身是導電的或通過添加導電添加劑、如碳顆粒或金屬顆粒變得導電。作為基底材料原則上適用碳纖維、玻璃纖維、有機聚合物的纖維, 如聚丙烯、聚酯、聚苯硫醚、聚醚酮的纖維, 及其混合物。包含在纖維材料A) 中的纖維包括碳纖維(Kohlefasern, Carbonfasern)或優選地由碳纖維構成。這種纖維材料特別有利地滿足對GDL的氣體擴散性、液態水滲透性、導電性和導熱性的要求。纖維材料A) 優選選自碳纖維織物、碳纖維紙和碳纖維無紡布。在一個優選的實施方式中, 纖維材料A) 包括至少一種碳纖維無紡布或纖維材料A) 由碳纖維無紡布構成。

【0047】 碳纖維的製造能夠以常規的方式進行, 其中作為初始材料優選使用聚丙烯腈纖維(PAN纖維)。PAN纖維通過單體組份的自由基聚合來製造, 所述單體組份優選包含以用於聚合的單體的總重量計至少90%的丙烯腈。獲得的聚合物溶液例如通過濕紡和凝固紡成絲並且組成繩。在高溫下將所述PAN前體轉化為碳纖維之前, 所述PAN前體通常在含氧環境中在大約180°C至300°C的提高了的溫度經受氧化環化(也簡稱為氧化)。通過在此得出的化學交聯改進纖維的尺寸穩定性。接著, 在至少1200°C的溫度進行真正的生成碳纖維的熱解。與力求的纖維材料的形狀相關地, 可以將初始纖維或已經面狀的纖維材料用於熱解。與熱解時的溫度相關地, 在碳化和石墨化之間區分。碳化表示在惰性氣氛下在大約

1200°C至1500°C的處理，所述處理造成揮發性產物的分離。通過石墨化，即在惰性氣體下加熱至約2000°C至3000°C，獲得所謂的高模量纖維或石墨纖維。這些纖維具有高純度、是重量輕的、非常堅固的，並且非常好地導電和導熱。

【0048】 纖維材料A)優選地選自碳纖維織物、碳纖維紙和碳纖維無紡布。

【0049】 在碳纖維織物中，面狀的纖維材料通過經線（經紗）和緯線（緯紗）兩個紗體系交叉來製造。與在紡織品中那樣，纖維束靈活地、但彼此不可分離地連接。為了製造碳纖維織物，優選使用氧化的、但尚未碳化或石墨化的PAN纖維。對面狀的纖維材料賦予導電性的碳化或石墨化在編織後進行。

【0050】 如開頭所描述的，氧化的PAN纖維通常用於製造碳纖維紙。所述PAN纖維以本身已知的方式碾碎成纖維碎片、淤漿（aufgeschlämmt），並且類似於紙製造通過篩分（造紙）製造纖維條並且乾燥。在一個優選的實施方案中，附加地將至少一種黏合劑引入到紙中。適合的黏合劑例如是酚醛樹脂、呋喃樹脂、聚醯亞胺樹脂等。為了引入黏合劑，可以將紙用所述黏合劑浸漬並且將黏合劑必要時隨後硬化。在浸漬和硬化之後，使碳纖維紙再次經受碳化/石墨化，以便也將黏合劑轉化為具有改進的導電性的化合物。在另一適合的實施方案中，使用填充的碳纖維紙來提供纖維材料A)。製造首先如在上文所描述的那樣進行，然而代替引入黏合劑和碳化/石墨化，將由聚合物黏合劑中的碳材料構成的填充物引入到仍潮濕的紙中。特別地，為此使用碳-PTFE填充物。通過所述填充提高導熱性和導電性，使得可以省去碳化/石墨化。

【0051】 為了製造碳纖維無紡布，可以使用未氧化的或氧化的PAN纖維。所述PAN纖維可以在第一步驟中幹鋪（梳理）為紗並且接著固化為

無紡布。這例如可以通過水刺法（hydro-entangling）進行，其中將碳纖維定向、交錯從而機械穩定。必要時，可以將固化的無紡布的厚度校準到期望值。基於未氧化的PAN纖維的無紡布在鋪設纖維網和固化之後經受首先在提高的溫度和在氧氣氛圍下的氧化和隨後在惰性氣體氛圍下的碳化/石墨化。基於氧化的PAN纖維的無紡布在鋪設纖維網和固化之後僅經受碳化/石墨化。可選地，在纖維網中可以附加地引入至少一種黏合劑並且所述黏合劑必要時隨後硬化。適合的黏合劑是針對碳纖維紙提到的，特別是酚醛樹脂。黏合劑的引入例如可以緊接著碳化/石墨化並且獲得的浸漬的纖維網最後再次碳化/石墨化。

【0052】 在一個特定的實施方式中，面狀的導電的纖維材料A)包括至少一種碳纖維無紡布。所述碳纖維無紡布尤其是有利的，因為其是壓縮彈性的並且可以簡單地大規模地、例如在卷對卷方法中製造。

【0053】 纖維材料A)通常是纖維複合材料，包括：

- a1) 碳纖維，
- a2) 可能的至少一種聚合物黏合劑和/或其熱解產物。
- a3) 可能的至少一種另外的與a2)不同的添加劑。

【0054】 包含在氣體擴散層中的纖維材料A)可以包含常見的添加劑a3)。所述添加劑優選地選自疏水劑、改進傳導性的添加劑、表面活性物質及其混合物。

【0055】 為了改進通過GDL和在邊界面處的傳輸過程，有利的可以是，提高纖維材料A)的疏水性。適合的疏水劑是含氟聚合物，如聚四氟乙烯（PTFE）和四氟乙烯-六氟丙烯-共聚物（FEP）。優選地，作為疏水劑使用PTFE。纖維材料可以通過常見的浸漬法配設有疏水劑。為此，可在浸泡槽中施用PTFE分散液，蒸發溶劑，並且在通常至少300°C的提

高的溫度燒結經處理的纖維材料。

【0056】 優選地，纖維材料A) 具有以纖維材料A) 的總重量計3重量%至40重量%的疏水劑的含量。在一個特別的實施方式中，纖維材料具有以纖維材料A) 的總重量計3重量%至40重量%的PTFE的含量。

【0057】 為了改進導電性和導熱性，纖維材料A) 可以配設有至少一種改進傳導性的添加劑。適合的改進傳導性的添加劑例如是金屬顆粒、碳顆粒等。優選地，改進傳導性的添加劑選自炭黑、石墨、石墨烯、碳納米管 (CNT)、碳納米纖維及其混合物。纖維材料A) 配設有至少一種改進傳導性的添加劑例如可以與疏水劑、特別是PTFE分散液一起進行。經常地，由於使用的碳纖維，纖維材料A) 無需改進傳導性的添加劑也具有有良好的導電性和導熱性。

【0058】 優選地，纖維材料A) 具有以纖維材料A) 的總重量計0重量%至40重量%的改進傳導性的添加劑的含量。當纖維材料A) 包含改進傳導性的添加劑時，優選量為以纖維材料A) 的總重量計0.1重量%至40重量%，特別優選0.5重量%至30重量%。

【0059】 纖維材料A) 優選地具有在50 μm 至750 μm 、特別優選100 μm 至500 μm 的範圍內的厚度。所述厚度涉及纖維材料A) 的未壓縮的狀態，即在步驟iii) 中的後處理之前和在將GDL裝入燃料電池中之前。

【0060】 纖維材料A) 優選地具有在10%至90%、特別優選20%至85%的範圍內的孔隙度，其根據DIN ISO 15901-1:2019-03借助於汞孔隙度測定法測量。

【0061】 纖維材料A) 的平均孔徑優選處於5 μm 至60 μm 、特別優選8 μm 至50 μm 、尤其10 μm 至40 μm 的範圍內。平均孔徑的確定可以根據DIN ISO 15901-1:2019-03測量地借助於汞孔隙度測定法進行。

【0062】 微孔層B)

【0063】 根據本發明的氣體擴散層由兩層或多層的層複合件構成，所述層複合件基於面狀的、導電的纖維材料A)和在纖維材料A)的面中的至少一個面上的至少一個微孔層(MPL)B)。

【0064】 根據本發明，微孔層B)包括在由聚合物黏合劑構成的基質中的傳導顆粒。傳導顆粒優選地選自傳導的碳顆粒，尤其炭黑、石墨、石墨烯、碳納米管(CNT)、碳納米纖維及其混合物。優選地，使用炭黑、石墨或其混合物。

【0065】 尤其，聚合物黏合劑包含至少一種含氟聚合物。含氟聚合物優選地選自聚四氟乙烯、四氟乙烯-六氟丙烯共聚物、全氟烷氧基聚合物及其混合物。優選地使用聚四氟乙烯(PTFE)。

【0066】 優選地，為了製造微孔層B)使用以聚合物黏合劑和傳導顆粒的總重量計的0.5重量%至50重量%、特別優選1.0重量%至40重量%、尤其10重量%至25重量%的重量總量的聚合物黏合劑。

【0067】 與大孔纖維材料A)相反地，MPL B)是具有以下孔徑的微孔，所述孔徑通常明顯低於一微米，優選最高為900nm，特別優選最高為500nm，尤其最高為300nm。MPL B)的平均孔徑優選在5nm至200nm、特別優選10nm至100nm的範圍內。

【0068】 孔隙度和孔大小分佈的確定可以借助於汞孔隙度測定法進行，如這在DIN ISO 15901-1:2019-03:汞孔隙度測定法中描述。最後提到的平均孔徑尤其適用於將炭黑用作為MPL中的傳導顆粒。通過將石墨用作為MPL中的傳導顆粒或使用成孔劑，也能產生明顯更大的MPL孔。根據組成，平均孔徑那麼例如大於1 μm 。在使用不同的傳導顆粒時，孔直徑可以具有雙峰或多峰分佈曲線。因此，在使用由炭黑和石墨構成的混合

物時可以獲得具有兩個孔峰值(炭黑峰值和石墨峰值)的孔直徑的分佈。

【0069】 微孔層B) 優選具有在 $5\ \mu\text{m}$ 至 $150\ \mu\text{m}$ 、特別優選 $10\ \mu\text{m}$ 至 $100\ \mu\text{m}$ 的範圍內的厚度。所述厚度涉及微孔層B) 的未壓縮的狀態，即在步驟iii) 中的後處理之前和在GDL裝入燃料電池中之前。

【0070】 MPL的存在對燃料電池的水平衡具有大的影響。由於MPL的高的PTFE份額和小的孔，使湧進GDL和電極變難，其方式為：MPL用作為液態水屏障進而有利於氣態的反應物到催化劑的品質傳輸。

【0071】 根據本發明的氣體擴散層優選具有在 $50\ \mu\text{m}$ 至 $1000\ \mu\text{m}$ 、特別優選 $75\ \mu\text{m}$ 至 $500\ \mu\text{m}$ 的範圍內的厚度(由纖維材料A) 和MPL B) 構成的總厚度)。所述厚度涉及GDL的未壓縮的狀態，即在步驟iii) 中的後處理之前和在其裝入燃料電池中之前。

【0072】 此外，氣體擴散層優選地具有高的總孔隙度。所述高的總孔隙度優選處於20%至80%的範圍內，如之前所描述的那樣，通過汞孔隙度測定法以借助於DIN ISO 15901-1:2019-03測量的方式來確定。

【0073】 用於製造氣體擴散層的方法

【0074】 步驟i)

【0075】 關於在步驟i) 中使用的適合的和優選的纖維材料A) 全面地參照之前的實施方案。

【0076】 步驟ii)

【0077】 在步驟ii) 中使用的前體優選地包含至少一種含氟聚合物，至少一種碳材料和可能的至少一種成孔劑。含氟聚合物優選地選自聚四氟乙烯(PTFE) 和四氟乙烯-六氟丙烯-共聚物(FEP)。優選使用PTFE。優選地，碳材料選自炭黑、石墨、石墨烯、碳納米管(CNT)、碳納米纖維及其混合物。優選地使用炭黑或石墨。在一個特別的實施方案中，在

步驟b)中使用的前體包含至少一種成孔劑(Porenbildner)。適合的成孔劑是市售的塑膠顆粒，例如由聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)構成的塑膠顆粒。適合的微粒大小處於 $10\text{ }\mu\text{m}$ 至 $100\text{ }\mu\text{m}$ 的範圍內。

【0078】 優選地，在製成的微孔層中的孔的體積份額，歸因於成孔劑的使用，以製成的微孔層中的孔的總體積計為0體積%至70體積%。

【0079】 MPL到纖維材料上的塗覆能夠以不同的方式進行。在不連續的製造中通常使用噴射、絲網印刷或 Meyer-Rod方法，而在連續的覆層中優選地使用刮塗、縫隙噴嘴和凹版印刷輥工藝。在此，MPL層厚度和進入深度可以通過覆層工藝參數以及覆層的黏度影響。最後，例如在乾燥和燒結爐中，進行重新的熱處理。在此，首先可以在 100°C 至 200°C 的溫度進行乾燥，並且接著在 300°C 至 500°C 的溫度進行燒結。

【0080】 後處理步驟iii)在上文中已經被全面地描述，其通過參引結合於此。

【0081】 壓縮永久變形值：

【0082】 塑性變形表示，材料、如氣體擴散層在載入之後不再次100%回到原始形狀，而是保留永久的形變。變形的一部分是彈性的進而是可逆的，僅特定部分是塑性的且持久保持不變。材料在施加應力時永久改變其形狀的特性，即其可變形性，也用術語“永久變形(Setzen)”表示。具有小的可塑性變形性的材料具有小的永久變形表現。

【0083】 壓縮永久變形值是代表材料、在此為GDL在壓力變形和隨後卸壓的情況下如何表現的量值。GDL在裝入燃料電池時通常被強烈地擠壓(壓縮)。為了表徵GDL由於壓縮引起的特性，使用彈性和塑性變形的份額。壓縮永久變形是在撤除作用力之後剩下的保留的變形。具有小的壓縮永久變形表現的氣體擴散層的特徵在於小的壓縮永久變形值。壓縮

永久變形值的確定能夠以下面的方式和方法進行。可行的是，分別在特定的壓力下和在一次或多次力作用之後，同時確定其他物理變數，如厚度、透氣度、電阻的值。。

【0084】 從待檢查的GDL中在整個寬度的範圍內提取三個試樣（左邊、右邊和中間），從這三個試樣中求取平均值。如果材料由於製造而具有機器方向，則垂直於機器方向（CMD）提取試樣。試樣是環形的，具有45mm的內徑和56mm的外徑。試樣面積為8.72577cm²。在檢查機器中，試樣經受隨時間可變的壓力，所述壓力垂直地作用到試樣的面上。感測器確定在分別作用的壓力下在時間變化中GDL的厚度的改變。試樣安放在用於借助於力感測器確定彈性和塑性變形的設備上，其中運動經由彈簧轉移到試樣上。直至達到最大壓力的移動路徑經由路程感測器確定。因為試樣的變形是非線性的，所以測量曲線匹配於相對改變。測量週期，即直至最大壓力的一次載入和隨後的卸壓持續1分鐘。試樣經過三個載入週期。僅將小的力施加到試樣上的起始值為0.025MPa。用於確定壓縮永久變形值（和另外的物理變數，如厚度、導電性或單位面積電阻、透氣性等）的典型的壓力值例如是0.6MPa，1.0MPa和2.4MPa。

【0085】 用於特定壓力的壓縮永久變形值從在第一載入週期中在該壓力下測量的厚度和在第三載入週期中在該壓力下測量的厚度的差中得出。

【0086】 優選地，根據本發明的GDL具有在10bar（1MPa）下為5 μ m的壓縮永久變形值，其根據上文所描述的方法在單位面積重量為90g/m²至95g/m²並且MPL載入為15.0g/m²至22.0g/m²的GDL處對內部直徑為45mm並且外部直徑為56mm的環形的試樣測量。

【0087】 粗糙度：

【0088】 粗糙度的確定可以根據常用的、本領域技術人員已知的電動觸

針法進行，如其例如在DIN 4768-1:1974-08中以名稱“借助電動觸針儀器求取粗糙度測量變數Ra、Rz和Rmax；基礎知識”描述。

【0089】 已確定平均粗糙度值Ra（表面上的測量點到中線的平均間距）和平均粗糙深度Rz。測量借助具有自由觸針MFW-250的Mahr測量儀器Mahrsurf XCR20來執行。數值分別是6次確定的平均值：3次沿機器方向（MD）並且3次垂直於機器方向（CD）。具體測量條件在實例部分描述，其通過參引結合於此。

【0090】 刺穿測量，短路數：

【0091】 圖1示出一種用於刺穿測量的設備，以確定短路數作為表徵短路的概率的測量值。

【0092】 在刺穿測量中，PP薄膜（PP foil，厚度為4 μm ）安裝在兩個GDL試樣（GDL片）和一個間隔層（Distance layer）之間，所述間隔層包含限定的厚度（0.1mm至1.0mm）和限定的間隙。材料在此處於導電的且光滑的金屬板上。在測量期間，金屬沖頭（Stamp，直徑12.7mm）緩慢地將上部的GDL壓入到間隔層的間隙中並且壓到PP薄膜上。導電的壓力沖頭和金屬板連接於電阻測量裝置。當達到最大壓力時，在檢查部位處的測量終止。如果低於10k Ω 的閾值電阻，則存在穿過PP薄膜的刺穿。所屬的壓力被記錄。因為GDL本身是傳導的，所以所述測量確定PP薄膜由於壓入的GDL引起的損壞。在一次測量過程中，通常在約300 mm $\times$ 400 mm的面積上經過117個測量點。

【0093】 借助不同厚度（4 μm - 14 μm ）的PP薄膜的測試也表明，在PP薄膜的厚度減小時，刺穿薄膜/膜的概率增加，或者在相同的材料/測量參數組合中一定數量的測量中，刺穿的數量增加。對每種組合執行至少117次測量（Standard: 4 Durchläufe á 117 Messungen）。

- 【0094】 短路數作為對短路概率表徵的測量值，定義如下：
- 【0095】 短路數 =
- 【0096】 $(\text{具有刺穿的測量點的數量}/\text{測量點總數}) \times 100$
- 【0097】 換言之，將低於閾值電阻的測量的數量和測量的總數之間的百分比限定為短路數。低於閾值電阻的測量的數量越小，短路數就越小，穿透膜的概率也就越小。
- 【0098】 優選地，根據本發明的氣體擴散層具有最高15%的短路數，其在具有95g/m²的單位面積重量和15g/m²的MPL載入的297 mm×420mm基面的GDL處借助於刺穿測量確定。
- 【0099】 具體的測量條件在實例中描述，其通過參引結合於此。
- 【00100】 其他物理變數：
- 【00101】 垂直於材料平面的透氣性可以經由格利測量來求取，Gurley Precision Instruments公司的自動化的格利密度計可以用於格利測量。在測量中求取以秒為單位的時間，在壓差恒定的情況下直至100 cm³的空氣垂直地流過具有6.42cm²的被穿流的試樣面積的GDL試樣。根據格利的透空氣度的確定在ISO 5636-5中描述。
- 【00102】 幹擴散長度表示氣體分子穿過面狀的纖維材料A) 和/或微孔層B) 所經過的以 μm 為單位的路段的實際長度。所述幹擴散長度借助於固定式Wicke-Kallenbach池確定。
- 【00103】 氣體擴散層的厚度的確定可以根據DIN 53855-1:1993-08 “紡織面狀組織結構的厚度的確定” 進行。在特定壓力下（例如在0.025MPa或在1.0MPa）的厚度的確定可以在用於測量壓縮永久變形的設備中進行，如上文詳細描述的那樣。
- 【00104】 以g/m²為單位的與面積相關的品質的確定可以根據EN

29073-1:1992進行。

【00105】 GDL的孔隙度的確定可以借助於汞孔隙度測定法進行，如這在DIN ISO 15901-1:2019-03:汞孔隙度測量定法中描述。

【00106】 燃料電池

【00107】 本發明的另一主題是一種燃料電池，其包括至少一個氣體擴散層，所述氣體擴散層如上文所限定或可通過如上文所限定的方法獲得。

【00108】 原則上，根據本發明的氣體擴散層適合於所有常見的燃料電池類型。優選地，根據本發明的燃料電池是質子交換膜燃料電池（英語：proton exchange membrane fuel cell, PEMFC）。質子交換膜燃料電池也稱作為聚合物電解質燃料電池（英語：polymer electrolyte fuel cell, PEFC）或低溫聚合物電解質膜燃料電池（英語：low temperature polymer electrolyte membrane fuel cell, LT-PEMFC）。本發明的一個特別的實施方案是呈低溫質子交換膜燃料電池（PEMFC）的形式的水氧燃料電池。全面參照上文關於燃料電池的構造做出的詳述。

【00109】 根據本發明的燃料電池優選地包括聚合物電解質膜，催化劑層在陽極側和陰極側上施加到所述聚合物電解質膜上，所述催化劑層構成電極。優選地，在陽極側和/或陰極側上，氣體擴散層（GDL）與催化劑層接觸。燃料電池特別地具有聚合物電解質膜，催化劑層施加到所述聚合物電解質膜上，所述催化劑層與根據本發明的氣體擴散層的微孔層B）的表面接觸。特別地，燃料電池在陰極側上具有根據本發明的氣體擴散層，其中催化劑層與氣體擴散層的微孔層B）的表面接觸。更特別地，燃料電池在陰極側上和陽極側上具有根據本發明的氣體擴散層，其中陰極層以及陽極層分別與根據本發明的氣體擴散層的微孔層B）的表面接觸。

【00110】 本發明的一個優點是，穿過氣體擴散層的傳輸過程可以有針對性地匹配於流過燃料電池的運行介質和/或燃料電池的運行參數的梯度。為此，氣體擴散層的至少一個特性梯度通常與流過燃料電池的運行介質和/或燃料電池的運行參數的特性梯度中的至少一個特性梯度相符。

【00111】 本發明的另一主題是，如上文所限定或可通過如上文所限定的方法獲得的氣體擴散層在質子交換膜燃料電池中的應用。

【圖式簡單說明】

【00112】 圖 1 示出用於刺穿測量的設備，以確定短路數作為用於表徵短路的概率的測量值。

【00113】 圖 2 針對分別由比較 GDL（左側柱）和根據本發明的 GDL（右側柱）構成的 5 對分別示出根據在 1MPa 的壓縮永久變形值的塑性變形特性（永久變形表現）。

【00114】 圖 3a 針對分別由比較 GDL（左側柱）和根據本發明的 GDL（右側柱）構成的 2 對分別示出根據電動觸針法確定的中間粗糙度值 R_a （MD），如其在 DIN4768-1:1974-08 中描述的。

【00115】 圖 3b 針對分別由比較 GDL（左側柱）和根據本發明的 GDL（右側柱）構成的 2 對分別示出根據電動觸針法確定的中間粗糙度值 R_a （CD），如其在 DIN 4768-1:1974-08 中描述的。

【00116】 圖 4a 針對分別由比較 GDL（左側柱）和根據本發明的 GDL（右側柱）構成的 2 對分別示出根據電動觸針法確定的平均粗糙深度 R_z （MD），如其在 DIN 4768-1:1974-08 中描述的。

【00117】 圖 4b 針對分別由比較 GDL（左側柱）和根據本發明的 GDL（右側柱）構成的 2 對分別示出根據電動觸針法確定的平均粗糙深度 R_z （CD），如其在 DIN 4768-1:1974-08 中描述的。

【00118】 以下實例用於闡述本發明，而不以任何方式限制本發明。

【實施方式】

【00119】 實例

【00120】 I) 製造氣體擴散層

【00121】 製造實例 1：

【00122】 在不具有後處理（實例 V1）和具有在提高的壓力和提高的溫度的根據本發明的後處理（實例 1）的情況下製造氣體擴散層

【00123】 為了製造面狀的導電材料使用由單位面積重量為 100g/m^2 的 100%碳纖維構成的無紡布。為了無紡布的上漿已將浸漬組合物混合，所述浸漬組合物以固體計包含 80%的炭黑和 20%的 PTFE。上漿通過浸軋機（Foulard）浸漬借助含水的分散液進行，具有以 GDL 基板的品質計 15%的上漿重量（對應於 15g/m^2 ）。接著，還在 80°C 乾燥 2 分鐘和在 400°C 燒結 2 分鐘。那麼，在這樣獲得的基板上還施加 MPL，以製造氣體擴散層。為了 MPL 覆層，在纖維材料上塗覆 MPL 膏，所述 MPL 膏包含在蒸餾水中的 2.0 重量%的 PTFE 和 7.8 重量%的碳。接著，將纖維材料 2 在 160°C 乾燥 2 分鐘和在 400°C 燒結 2 分鐘。所得出的 MPL 載入為 15g/m^2 。根據本發明的 GDL 在雙帶壓床中經受在 25bar 的壓力和 320°C 的溫度的後處理 20s。未經後處理的 GDL 用作為比較。

【00124】 II) 應用實例

【00125】 下面的材料用於確定應用方面的特性：

1) 實例 1/V1

製造實例 1 中的 GDL

2) 實例 2/V2

具有 100g/m^2 的單位面積重量的類似製造實例 1 的 GDL。

3) 實例 3/V3

具有 132g/m^2 的單位面積重量的類似製造實例 1 的 GDL。

4) 實例 4/V4

具有 135g/m^2 的單位面積重量的類似製造實例 1 的 GDL。

5) 實例 5/V5

具有 96.5g/m^2 的單位面積重量的類似製造實例 1 的 GDL。

6) 實例 6/V6

具有 94g/m^2 的單位面積重量的類似製造實例 1 的 GDL。

【00126】 壓縮永久變形

【00127】 壓縮永久變形值和厚度的求取根據上面詳細描述的方法進行。
這些值在下面的表格 1 中給出。

【00128】 粗糙度

【00129】 根據電動觸針法進行粗糙度的確定，如在 DIN 4768-1:1974-08 中所描述的。

【00130】 確定中間粗糙度值 R_a （表面上的測量點到中線的平均間距）和平均粗糙深度 R_z 。測量借助具有自由觸針 MFW-250 的 Mahr 測量儀器 Mahrsurf XCR20 來執行。數值分別是 6 次確定的平均值：3 次沿機器方向（MD）並且 3 次垂直於機器方向（CD）。

【00131】 為了測量選擇以下條件：

【00132】 觸針 = MFW-250。觸針金剛石半徑（Tast- Diamantradius） $2\text{ }\mu\text{m}$ ，
錐角 60° 。

【00133】 $LC\text{ (GS)} = 2.5\text{mm} = \text{切斷 (Cut Off)} = LT + LM$

【00134】 $LT = 17.5\text{mm} = \text{觸針路段} = 2.5\text{mm}$ 向前運行和 2.5mm 向後運行，用於高斯濾波器的擺動（Ausschwingen）。在測量中不考慮所述 $2\text{ mm} \times 2.5\text{ mm}$ 的路程。

【00135】 $LM = 12.5\text{mm} = \text{測量路段}$ ，其引起粗糙度值的求取。

【00136】 $Z = 5 = \text{對於 } R_z \text{ 值的單次測量的數量}$ 。測量路程（輪廓）在此被分成 5 個對稱的單個路段（ $= LM / 5$ ）。從每個單個路段中計算平均值。從 5 個平均值中求取 R_z 值的平均值。

【00137】 $VB = \pm 250\text{ }\mu\text{m} = \text{觸針的測量範圍}$

【00138】 每測量路段的輪廓解析度 = 100000 步

【00139】 線性度 $\leq 1\%$

【00140】 探測力（測量力） = 0.8 mN

【00141】 探測速度 = 0.5 mm/秒 。

【00142】 刺穿測量，短路數：

【00143】 用於確定短路數的刺穿測量如上文詳細描述那樣進行。在測量

流程中，在大約 300 mm×400 mm 的面積上經過 117 個測量點。結果在表格 1 中可獲得。

【00144】 根據 ISO 5636-5 標準，借助 Gurley Precision Instruments 公司的 Gurley 密度計分別垂直於材料平面確定 Gurley 透氣性。結果同樣從表格 1 可獲得。

【00145】 幹擴散長度借助於固定式 Wicke-Kallenbach 池確定。結果同樣從表格 1 可獲得。

表格 1

		實例											
特性	單位	V1	1	V2	2	V3	3	V4	4	V5	5	V6	6
在提高的 p·T 的後處理		否	是	否	是	否	是	否	是	否	是	否	是
在 0.025MPa 的厚度	μm	250	230	180	170	247	235	250	220	162		190	170
在 1MPa 的厚度	μm	210	200	150	141	215		213	200	146	134	150	145
單位面積重量	g/m ²	135	135	100	97	132	132	134.5		96.5		94	94
在 1MPa 的壓縮永久變形 (第 1 週期/第 3 週期的差)	μm	8	3	7	3	9.5		9.5	3.2	6.2	4	12	2
格利透氣性	s	2	70	30	70	37.4	67	30	63.5	31	57.5	65	85
幹擴散長度	μm	700	800	640	640			833	842	593	618	602	623
粗糙度 R _a (MD)	μm	2.78	1.91		1.79	3.77	2.90		2.31	2.29	1.59		1.81
粗糙度 R _a (CD)	μm	3.31	2.16		1.96	3.08	2.45		1.89	2.62	1.92		2.39
粗糙度 R _z (MD)	μm	16.85	10.98		11.47	23.77	18.07		13.96	14.45	10.06		12.2
粗糙度 R _z (CD)	μm	18.01	12.75		10.98	18.62	14.65		11.14	15.36	13.01		13.63

(MD) = 沿機器方向，(CD) = 垂直於機器方向

【符號說明】

無

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

【序列表】(請換頁單獨記載)

申請專利範圍

1. 一種用於製造用於燃料電池的氣體擴散層的方法，所述氣體擴散層包括：

A) 面狀的導電的纖維材料，和

B) 在所述纖維材料的面中的至少一個面上的微孔層，所述微孔層包括在由聚合物黏合劑構成的基質中的傳導顆粒，

其中

i) 提供面狀的導電的纖維材料 A)，

ii) 對在步驟 i) 中提供的纖維材料借助用於構成微孔層的前體進行覆層，

iii) 使在步驟 ii) 中獲得的經覆層的纖維材料在提高的壓力的條件下和可選地提高的溫度的條件下經受後處理。

2. 根據請求項 1 所述的方法，所述方法用於實現具有一個或多個以下特性的氣體擴散層：

- 最高 $5\mu\text{m}$ 的在 1.0MPa 的壓縮永久變形值，其在單位面積重量為 95g/m^2 至 100g/m^2 並且 MPL 載入為 15g/m^2 至 22g/m^2 的 GDL 處對內部直徑為 45mm 並且外部直徑為 56mm 的環形的試樣確定，其中所述試樣經受從 0.025MPa 到 1.0MPa 的三個載入週期並且壓縮永久變形值由在第一載入週期中和在第三載入週期中在 1.0MPa 測量的厚度的差得出，

- 平均粗糙度值 R_a 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少 10% 的減少，所述平均粗糙度值根據 DIN EN ISO 4288:1998-04 借助電動觸針法確定，

- 粗糙深度 R_z 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少 10% 的減少，所述粗糙深度根據 DIN EN ISO 4288:1998-04 借助電動觸針法確定，

- 最高 25% 的短路數，其在具有 95g/m^2 的單位面積重量和 15g/m^2 的 MPL 載入的 $297\text{mm} \times 420\text{mm}$ 基面的 GDL 處借助於刺穿測量來確定。

3. 根據請求項 1 或 2 所述的方法，

其中所述纖維材料 A) 選自碳纖維無紡布、碳纖維織物和其混合物。

4. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中在 0.5MPa 至 10.0MPa、優選 1.5MPa 至 8.0MPa 的範圍內的壓力執行步驟 iii) 中的處理。

5. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中在 100°C 至 350°C、優選 120°C 至 330°C、特別優選 150°C 至 320°C 的範圍內的溫度執行步驟 iii) 中的處理。

6. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中為了在步驟 iii) 中的處理使用如下設備，所述設備選自單層壓床、多層壓床、連續帶式壓床、研光機和其組合，優選地選自雙帶壓床、研光機和其組合。

7. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中在壓床中在 5 秒至 5 分鐘、優選 10 秒至 2 分鐘的時間段中執行步驟 iii) 中的處理。

8. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中在研光機中在大於 0 秒至 10 秒、優選 0.1 秒至 5 秒的時間段中執行步驟 iii) 中的處理。

9. 根據上述請求項中任一項所述的方法，

其中步驟 iii) 中的處理在研光機中在 5N/mm 至 500N/mm、優選 10N/mm 至 100N/mm 的範圍內的線性壓力下進行。

10. 一種氣體擴散層，所述氣體擴散層能夠通過如在請求項 1 至 9 中任一項中限定的方法獲得。

11. 一種用於燃料電池的氣體擴散層，所述氣體擴散層包括：

A) 面狀的導電的纖維材料，和

B) 在所述纖維材料的面中的至少一個面上的微孔層，

其中所述氣體擴散層具有以下特性中的至少一個特性：

- 最高 $5\mu\text{m}$ 的在 1.0MPa 的壓縮永久變形值，其在單位面積重量為 95g/m^2 至 100g/m^2 並且 MPL 載入為 15g/m^2 至 22g/m^2 的 GDL 處對內部直徑為 45mm 並且外部直徑為 56mm 的環形的試樣確定，其中所述試樣經受從 0.025MPa 到 1.0MPa 的三個載入週期並且壓縮永久變形值由在第一載入週期中和在第三載入週期中在 1.0MPa 測量的厚度的差得出，

- 平均粗糙度值 R_a 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少 10% 的減少，所述平均粗糙度值根據 DIN EN ISO 4288:1998-04 借助電動觸針法確定，

- 粗糙深度 R_z 相對於未經後處理的氣體擴散層的至少 10% 的減少，所述粗糙深度根據 DIN EN ISO 4288:1998-04 借助電動觸針法確定，

- 最高 25% 的短路數，其在具有 95g/m^2 的單位面積重量和 15g/m^2 的 MPL 載入的 $297\text{mm} \times 420\text{mm}$ 基面的 GDL 處借助於刺穿測量來確定。

12. 一種燃料電池，所述燃料電池包括至少一個氣體擴散層，所述氣體擴散層如在請求項 10 或 11 中限定，或能夠通過如在請求項 1 至 9 中任一項中限定的方法獲得。

13. 根據請求項 12 所述的燃料電池，所述燃料電池包括聚合物電解質膜，在所述聚合物電解質膜上施加有催化劑層，其中所述催化劑層與所述氣體擴散層的所述微孔層 B) 的表面接觸。

14. 一種氣體擴散層在質子交換膜燃料電池中的應用，所述氣體擴散層如在請求項 10 或 11 中限定，或能夠通過如在請求項 1 至 9 中任一項中限定的方法獲得。

図 5

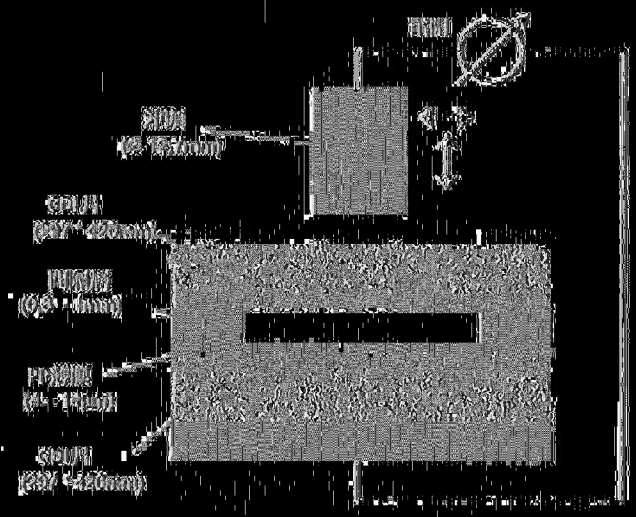


図 6

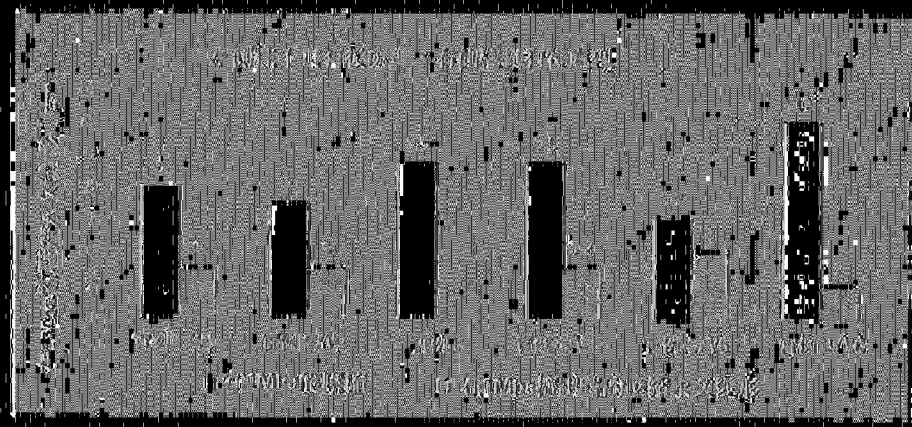


図 7

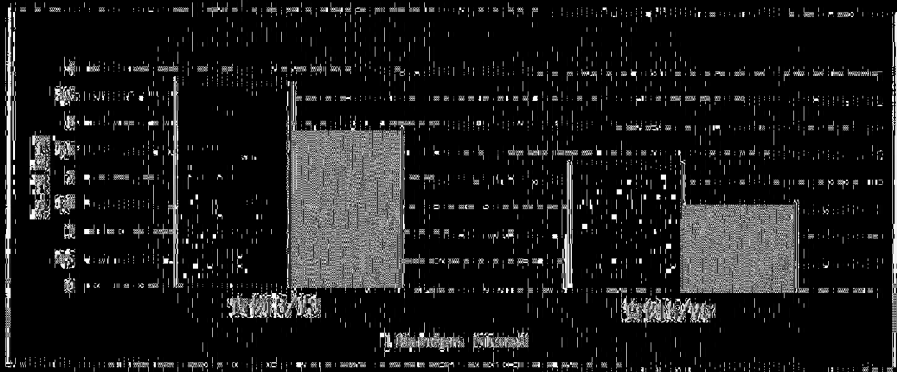


Figure 3a

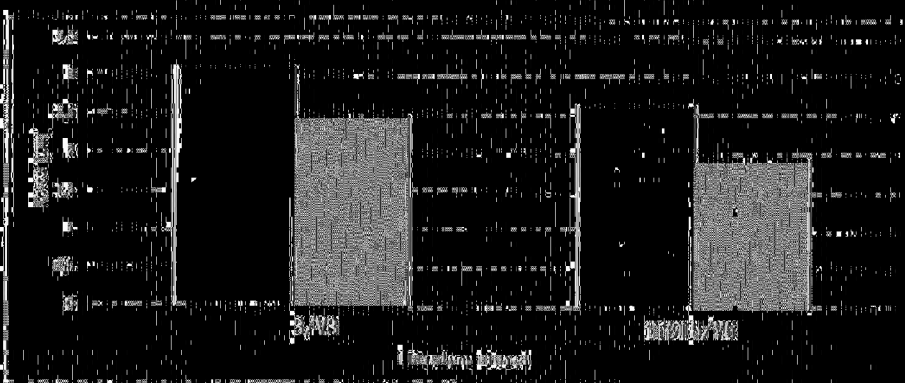
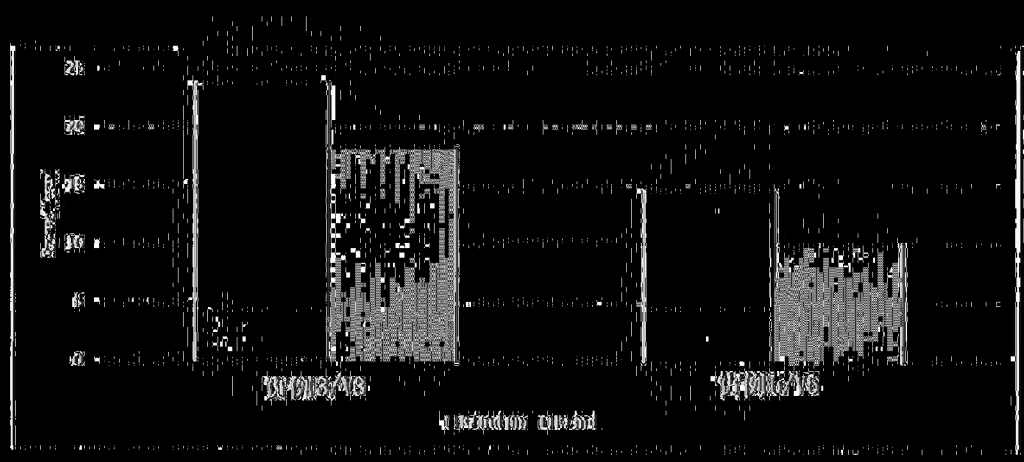
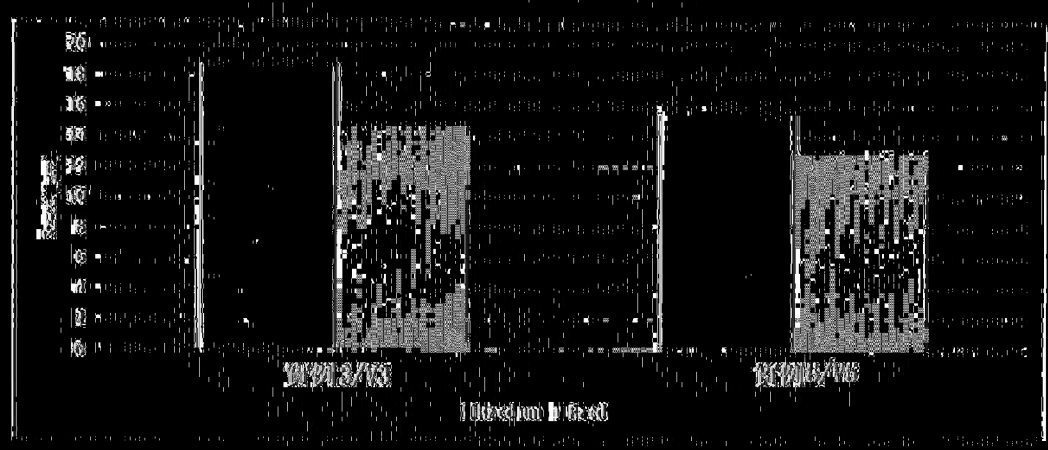


Figure 3b



4a



4b