

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4986450号
(P4986450)

(45) 発行日 平成24年7月25日(2012.7.25)

(24) 登録日 平成24年5月11日(2012.5.11)

(51) Int. Cl. F I
 HO 1 M 8/02 (2006.01) HO 1 M 8/02 E
 HO 1 M 8/10 (2006.01) HO 1 M 8/10

請求項の数 5 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2005-375218 (P2005-375218)	(73) 特許権者	000107387
(22) 出願日	平成17年12月27日 (2005.12.27)		日本ゴア株式会社
(65) 公開番号	特開2007-179809 (P2007-179809A)		東京都港区港南1丁目8番15号
(43) 公開日	平成19年7月12日 (2007.7.12)	(74) 代理人	100099759
審査請求日	平成20年12月15日 (2008.12.15)		弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100128495
			弁理士 出野 知
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 識別マークを有する膜電極接合体およびそれを用いた固体高分子電解質型燃料電池の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高分子電解質膜の片面上にアノード用触媒層を、その反対面上にカソード用触媒層を接合した固体高分子電解質型燃料電池用膜電極接合体であって、該アノード用触媒層と該カソード用触媒層は該高分子電解質膜より面積が小さく、かつ、該高分子電解質膜の少なくとも片面の該アノード用触媒層も該カソード用触媒層も接合されていない縁領域に、当該面上に接合されている触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、該触媒層から分離し、かつ、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けたことを特徴とする膜電極接合体。

【請求項 2】

該高分子電解質膜の両面に、それぞれの面上に接合されている対応する触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けた、請求項 1 に記載の膜電極接合体。

【請求項 3】

該識別マークが表裏で重ならない部分を有する、請求項 2 に記載の膜電極接合体。

【請求項 4】

該アノード用触媒層および/または該カソード用触媒層と対応する識別マークとを同一工程において設けた、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の膜電極接合体。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の膜電極接合体を用いて燃料電池スタックを組み立

てることを特徴とする、固体高分子電解質型燃料電池の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、固体高分子電解質型燃料電池のための膜電極接合体に関する。本発明はまた、そのような膜電極接合体を用いた固体高分子電解質型燃料電池の製造方法にも関する。

【背景技術】

【0002】

水素を含有する燃料ガスと、空気等、酸素を含有する酸化剤ガスとを電気化学的に反応させることで電力と熱を同時に発生させる固体高分子電解質型燃料電池が知られている。固体高分子電解質型燃料電池は、水素イオンを選択的に輸送する高分子電解質膜と、該電解質膜の両面に形成された触媒層（アノード用触媒層およびカソード用触媒層）と、該触媒層の外面に形成された通気性かつ導電性の拡散層とを基本構成要素とする。

10

【0003】

高分子電解質膜の片面にアノード用触媒層を、その反対面にカソード用触媒層を配置して一体化したものの、またはこれに拡散層を組み合わせたものを膜電極接合体（MEA）と称する。通常、アノード用触媒層もカソード用触媒層も、電極同士の電氣的短絡を防止するため、高分子電解質膜の周縁部にまでは延在しないように、電解質膜より面積が小さくされる。MEAの外側には、これを機械的に固定するとともに、隣接するMEAを互いに電氣的に直列に接続するための導電性のセパレータ板が配置される。さらに、供給する燃料ガスおよび酸化剤ガスが外部に漏洩したり、二種類のガスが互いに混合したりしないように、ガスシール材およびガスケットが配置される。セパレータ板のMEAと接触する部分には、電極面に反応ガスを供給し、生成ガスや余剰ガスを運び去るためのガス流路が形成される。実用の燃料電池では、アノードとカソードが所定の側にくるようにMEAとセパレータ板および冷却部を交互に10～100セル積層した後、集電板と絶縁板を介して端板でこれを挟み、締結ボルトで両端から固定する。

20

【0004】

アノード用触媒層とカソード用触媒層は、その面積・形状が同一である場合が多い。一般に、アノード用触媒層もカソード用触媒層も白金系金属触媒担持カーボンからなるため、黒色の外観を呈している。したがって、MEAのアノード側とカソード側をそれらの色で区別することは困難である。また、アノード用触媒層とカソード用触媒層の面積・形状が異なる場合であっても、高分子電解質膜が薄くその反対側が透けて見えるため、MEAのアノード側とカソード側をそれらの面積・形状で区別することも容易でない。このようにアノード用触媒層とカソード用触媒層の判別が難しいため、MEA自体の組み立ての際にアノード側とカソード側とが逆になる（誤組合せ）おそれがある。また、上述のようにMEAをセパレータ板等と幾重にも積層して燃料電池スタックを組み立てる際にも、アノード側とカソード側の向きを間違えて組み合わせてしまう（誤組立）危険性がある。アノード側とカソード側の向きが逆に組み合わせられたMEAまたは燃料電池スタックでは、所期の性能が損なわれるのは当然である。さらに、多数のMEAを組み込んだ後に1枚でも電極の向きが逆であることが判明した場合、当該セルのみを組み替えるのは煩雑であるため、その燃料電池スタック全体が不良品となり、著しく歩留まりを低下させてしまう。したがって、MEAのアノード側とカソード側とが容易に区別されるようにする必要がある。

30

40

【0005】

MEAのアノード側とカソード側とを容易に識別し、誤組合せや誤組立を防止するため、MEAの触媒層およびガス拡散層の少なくとも一つにマーキングを施すことが知られている（特許文献1）。特許文献1には、マーキングとして、触媒層またはガス拡散層の少なくとも一箇所の角部をカットし、触媒層またはガス拡散層の形状を中心軸に対して非対称にすることも開示されている。アノード電極板とカソード電極板とを区別しやすくし、電極板の歩留まりを向上させるため、アノード電極板とカソード電極板とが相違する外観を

50

有するようになることが知られている（特許文献2）。特許文献2には、アノード電極板とカソード電極板の角部の少なくとも一箇所を切断することや、これらの電極板のエッジシール部の形状を相違するようにしたことも開示されている。

【0006】

【特許文献1】特開2003-331851号公報

【特許文献2】特開平7-183033号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

上述した従来技術には、次のような問題がある。まず、アノードおよびカソードの電極形状には、燃料電池性能を阻害しない形・面積であることが必要である、形状に伴いセパレータ形状およびシール材の設計も複雑になる等、設計自由度に制限がある。このような設計上の制約が厳しいと、アノード側とカソード側を容易に区別できるほどの差がつけられない。また、特許文献1に記載されているように電極部にマーキングする場合、マーキング工程を別途追加する必要があり、製造工程を複雑化する。さらに、特許文献1に記載されているように電極部の光沢度を測定することにより判別する方法では、アノード用触媒層とカソード用触媒層の間に検知可能な光沢度差がなければ実施不可能である。

【0008】

アノード側とカソード側を容易に区別するための手段として、高分子電解質膜の電極層が設けられていない周縁部に表裏識別用のスタンプを押すことが考えられる。しかし、この方法には、スタンプ工程を別途追加する必要があること、スタンプ工程において電極の表裏判別ミスが起りかねないこと、さらにはスタンプのインク成分が燃料電池の運転中に経時的に溶出することで運転性能や膜物性に悪影響を与えること等の問題がある。

【0009】

MEAの表裏判別を容易化する要請に加えて、各電極部の組成を正確に把握するための検査を行なう必要もある。この場合、従来は抜取り検査による破壊検査を行っており、全数検査を非破壊的に実施できることが望まれる。また、検査箇所の裏側に反対極の電極層が設けられていると、高分子電解質膜が極めて薄いために裏側の電極組成も分析結果に含まれる可能性があり、片側のみの電極組成を正確に分析することが難しいという問題もある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明によると、

(1) 高分子電解質膜の片面上にアノード用触媒層を、その反対面上にカソード用触媒層を接合した固体高分子電解質型燃料電池用膜電極接合体であって、該アノード用触媒層と該カソード用触媒層は該高分子電解質膜より面積が小さく、かつ、該高分子電解質膜の少なくとも片面の該アノード用触媒層も該カソード用触媒層も接合されていない縁領域に、当該面上に接合されている触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けたことを特徴とする膜電極接合体が提供される。

【0011】

さらに本発明によると、

(2) 該高分子電解質膜の両面に、それぞれの面上に接合されている対応する触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けた、(1)に記載の膜電極接合体が提供される。

【0012】

さらに本発明によると、

(3) 該識別マークが表裏で重ならない部分を有する、(2)に記載の膜電極接合体が提供される。

【0013】

10

20

30

40

50

さらに本発明によると、

(4) 該アノード用触媒層および/または該カソード用触媒層と対応する識別マークとを同一工程において設けた、(1)~(3)のいずれか1項に記載の膜電極接合体が提供される。

【0014】

さらに本発明によると、

(5) (1)~(4)のいずれか1項に記載の膜電極接合体を用いて燃料電池スタックを組み立てることを特徴とする、固体高分子電解質型燃料電池の製造方法が提供される。

【発明の効果】

【0015】

本発明による固体高分子電解質型燃料電池用膜電極接合体は、高分子電解質膜の少なくとも片面のアノード用触媒層もカソード用触媒層も接合されていない縁領域に、当該面上に接合されている触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けたことにより、識別マークの形状・サイズ・位置を任意に選択することができ、MEAの設計自由度に制約を与えることなく容易に表裏の判別することが可能になり、自動装置による判別精度を向上させることもできる。また、識別マークを検査することにより、電極部分を破壊することなく触媒部の組成を正確に把握することができる。その際、抜き取り検査が不要であるため製品の直接検査が可能となり、製造ラインに組み込むことで全数検査も可能となる。さらに、高分子電解質膜の両面に、それぞれの面上に接合されている対応する触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを設けたことにより、アノード用触媒層およびカソード用触媒層の双方の組成を把握することができるとともに、各識別マーク同士が表裏で重ならない部分を有することにより、互いに裏側の組成の影響を受けることなく各触媒組成を正確に分析することができる。また、アノード用触媒層および/またはカソード用触媒層と対応する識別マークとを同一工程において設けることにより、識別マークのための工程を別途追加する必要がなく、製造工程の複雑化を回避することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明による固体高分子電解質型燃料電池用膜電極接合体は、高分子電解質膜の片面上にアノード用触媒層を、その反対面上にカソード用触媒層を接合したものであって、該アノード用触媒層と該カソード用触媒層は該高分子電解質膜より面積が小さく、かつ、該高分子電解質膜の少なくとも片面の該アノード用触媒層も該カソード用触媒層も接合されていない縁領域に、当該面上に接合されている触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けたことを特徴とする。「アノード側とカソード側との識別が可能である」とは、膜電極接合体を裏返してアノードとカソードの向きを逆にしたときに、電解質膜から透けて見える識別マークの位置、形状またはサイズが元の位置、形状またはサイズとは異なることにより一見して膜電極接合体の表裏が判別できることをいう。識別マークを、アノード側とカソード側との識別が可能であるように設けるためには、膜電極接合体において触媒層と識別マークとにより構成される図形が全体として対称軸をもたないように、触媒層および/または識別マークの位置、形状またはサイズを決定すればよい。識別マークは、片面に一つだけ設けてもよいし、片面に二以上設けてもよい。また、識別マークを各面に一つずつ設けること、各面に二以上設けること、片面に一つ、もう片面に二以上設けること等も可能である。

【0017】

識別マークの具体例を図1~図3に示す。図1は、識別マーク2を固体高分子電解質膜10の片面に一つだけ設けた場合であって、膜電極接合体の表裏が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示している。図2は、識別マーク2を固体高分子電解質膜10の片面に二以上設けた場合であって、膜電極接合体の表裏が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示している。図3は、固体高分子電解質膜10の片面に識別マーク2を、その反対面に識別マーク3をそれぞれ一つずつ設けた場合であって、膜電極接合体の表裏

10

20

30

40

50

が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示している。図1~図3に示したいずれの例も、触媒層1自体は位置および形状の対称性が高いものである。当業者であれば、図1~図3において判別できないとされている例であっても、触媒層1と識別マーク2,3とにより構成される図形が全体として対称軸をもたないように触媒層1の位置または形状を変更することにより、判別できる例に変わるものがあることは理解できよう。例えば、図1(B)の例(1)において、触媒層1の位置を上下左右いずれかの方向に顕著に移動させることにより、或いは、触媒層1の形状を長方形とすることにより、当該膜電極接合体の表裏が判別できるようになる。なお、図1~図3に示した例では、いずれも触媒層1と識別マーク2,3とが分離しているが、膜電極接合体の表裏判別が可能である限り、触媒層1と識別マーク2,3とを分離させる必要はない。

10

【0018】

識別マークによる膜電極接合体の表裏判別は、目視、CCDカメラ等により行なうことができる。目視判別する場合、識別マークは、一見して容易に認識され得るように、サイズが 4mm^2 以上、好ましくは 25mm^2 以上であることが望ましい。CCDカメラを用いる場合には、精細な画像処理により識別限界を高めることができるため、識別マークのサイズをより小さくすることが可能である。

【0019】

本発明による識別マークは、同一面上に接合されている触媒層と同一の組成を有する材料でできている。したがって、識別マークを検査することにより、当該面上の触媒層の組成を、その触媒層を破壊することなく正確に把握することができる。識別マークの検査は、X線分析装置を用いて触媒成分(白金、ルテニウム等)を検出することにより行なうことができる。例えば、X線分析装置として波長分散型蛍光X線分析装置を使用する場合、触媒層の代わりに識別マークを切り取りサンプルとし、これを測定することにより触媒層の組成を把握することができる。この場合、識別マークのサイズは 7mm^2 以上、好ましくは 100mm^2 以上あれば、触媒組成の定性分析には十分である。X線分析装置としてエネルギー分散型微小部蛍光X線分析装置(μEDX)を使用する場合には、そのサンプル台上に膜電極接合体を載せてそのまま識別マークを測定することができる。この場合、識別マークのサイズが 1mm^2 以上あれば触媒組成の定性分析には十分である。本発明による識別マークの検査は、膜電極接合体の抜き取り検査が不要であるため、製品の直接検査が可能である。また、上記検査装置を製造ラインに組み込むことにより膜電極接合体の全数検査も可能となる。

20

30

【0020】

従来のように触媒組成を分析するために触媒部を直接検査する場合、検査箇所の裏側に設けられている反対極の触媒層の触媒組成が分析結果に含まれる可能性があるため、片側だけの触媒組成を正確に分析することは事実上不可能であった。本発明によると、高分子電解質膜の両面に、それぞれの面上に接合されている対応する触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを、各識別マーク同士が表裏で重ならない部分を有するように設けたことにより、アノード用触媒層およびカソード用触媒層の双方の触媒組成を、互いに裏側の組成の影響を受けることなく正確に分析することができる。

【0021】

本発明による膜電極接合体に用いられる固体高分子電解質膜は、プロトン(H^+)伝導性が高く、電子絶縁性であり、かつ、ガス不透過性であるものであれば、特に限定はされず、公知の固体高分子電解質膜であればよい。代表例として、含フッ素高分子を骨格とし、スルホン酸基、カルボキシル基、リン酸基、ホスホン基等の基を有する樹脂が挙げられる。固体高分子電解質膜の厚さは、抵抗に大きな影響を及ぼすため、電子絶縁性およびガス不透過性を損なわない限りにおいてより薄いものが求められ、具体的には、 $5\sim 50\mu\text{m}$ 、好ましくは $10\sim 30\mu\text{m}$ の範囲内に設定される。固体高分子電解質膜の代表例としては、側鎖にスルホン酸基を有するパーフルオロポリマーであるナフィオン(登録商標)膜(デュボン社製)およびフレミオン(登録商標)膜(旭硝子社製)が挙げられる。また、延伸多孔質ポリテトラフルオロエチレン膜にプロトン伝導性樹脂を含浸させた補強型固

40

50

体高分子電解質膜であるGORE-SELECT(登録商標)(ジャパングアテックス社製)を好適に用いることもできる。

【0022】

触媒層としては、触媒粒子とイオン伝導性樹脂を含むものであれば特に限定はされず、従来より公知のものを使用することができる。触媒は、通常、触媒粒子を担持した導電材からなる。触媒粒子としては、水素の酸化反応あるいは酸素の還元反応に触媒作用を有するものであればよく、白金(Pt)その他の貴金属のほか、鉄、クロム、ニッケル等、およびこれらの合金を用いることができる。導電材としては炭素系粒子、例えばカーボンブラック、活性炭、黒鉛等が好適であり、特に微粉末状粒子が好適に用いられる。代表的には、表面積 $20\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のカーボンブラック粒子に、貴金属粒子、例えばPt粒子またはPtと他の金属との合金粒子を担持したものがある。特に、アノード用触媒については、Ptは一酸化炭素(CO)の被毒に弱いため、メタノールのようにCOを含む燃料を使用する場合には、Ptとルテニウム(Ru)との合金粒子を用いることが好ましい。

10

【0023】

触媒層中のイオン伝導性樹脂は、触媒を支持し、触媒層を形成するバインダーとなる材料であり、触媒によって生じたイオン等が移動するための通路を形成する役割をもつ。このようなイオン伝導性樹脂としては、先に固体高分子電解質膜に関連して説明したものと同様のものを用いることができる。触媒層は、アノードでは水素、メタノール等の燃料ガスおよびカソードでは酸素、空気等の酸化剤ガスが触媒とできるだけ多く接触することができるように、触媒層は多孔性であることが好ましい。また、触媒層中に含まれる触媒量は、 $0.01\sim 1\text{ mg}/\text{cm}^2$ 、好ましくは $0.1\sim 0.5\text{ mg}/\text{cm}^2$ の範囲内にあることが好適である。

20

【0024】

固体高分子電解質型燃料電池の基本構成要素であるガス拡散層は、導電性および通気性を有するシート材料である。代表例として、カーボンペーパー、カーボン織布、カーボン不織布、カーボンフェルト等の通気性導電性基材に撥水処理を施したものが挙げられる。また、炭素系粒子とフッ素系樹脂から得られた多孔性シートを用いることもできる。例えば、カーボンブラックを、ポリテトラフルオロエチレンをバインダーとしてシート化して得られた多孔性シートを用いることができる。

【0025】

アノード用触媒層およびカソード用触媒層を固体高分子電解質膜に接合する方法としては、固体高分子電解質膜を損なうことなく接触抵抗が低い緻密な接合が達成されるものであれば、従来公知のいずれの方法でも採用することができる。その際、本発明による識別マークを設けるため、アノード用触媒層およびカソード用触媒層を固体高分子電解質膜より面積が小さくなるようにし、固体高分子電解質膜にアノード用触媒層もカソード用触媒層も接合されていない「余白部」を残しておく必要がある。このような余白部は、上述したサイズの識別マークを収容するに十分な面積を有する必要がある。触媒層の接合に際しては、まず触媒層とガス拡散層を組み合わせるアノード電極またはカソード電極を形成し、これらを固体高分子電解質膜に接合することができる。例えば、適当な溶媒を用いて触媒粒子とイオン伝導性樹脂を含む触媒層形成用コーティング液を調製してガス拡散層用シート材料に塗工することによりアノード電極またはカソード電極を形成し、これらを固体高分子電解質膜にホットプレスで接合することができる。また、触媒層を固体高分子電解質膜と組み合わせた後に、その触媒層側にガス拡散層を組み合わせてもよい。触媒層と固体高分子電解質膜とを組み合わせる際には、スクリーン印刷法、スプレー塗布法、デカル法等、従来公知の方法を採用すればよい。

30

40

【0026】

本発明によると、固体高分子電解質膜の上記「余白部」に、アノード側にはアノード用触媒層と同一の組成を、またカソード側にはカソード用触媒層と同一の組成を有する材料でできた識別マークを設ける。その際、アノード用触媒層および/またはカソード用触媒層と、これらに対応する識別マークとを、同一工程において設けることが好ましい。例え

50

ば、触媒層とガス拡散層とからなる電極を固体高分子電解質膜にホットプレスで接合する際に、同じ部材からなる電極を識別マークの形状に形成し、発電に寄与する部分の電極と同時にホットプレスすることにより、電極と識別マークとを同一工程において同時に設けることができる。また、例えば、触媒層を固体高分子電解質膜へ形成する際に、発電に寄与する部分と識別マーク部分とにそれぞれ対応する塗布用の開口部を設けたフレーム状型枠を使用することにより、触媒層と識別マークとを同一工程において同時に設けることができる。

【0027】

上述のようにして接合して得られたMEAを、アノード側とカソード側が所定の側にくるようにMEAとセパレータ板および冷却部を交互に10～100セル積層することにより燃料電池スタックを組み立てる。燃料電池スタックの組み立ては、従来公知の方法によることができる。本発明によると、燃料電池スタックの組み立てに際し、MEAのアノード側とカソード側の判別が容易であるため、電極を逆にしてMEAを組み込むおそれがなくなる。

【実施例】

【0028】

以下、本発明を実施例により具体的に説明する。

例1

白金ルテニウム合金（白金／ルテニウム質量比1：1）担持カーボン（カーボン：合金質量比1：1）と水を質量比1：3で予め混合した。この混合液と、上記白金ルテニウム合金担持カーボンに対して2.5倍量のナフィオン（登録商標）20質量％溶液（デュボン社製：SE-20092、イオン交換容量：0.9ミリ等量／グラム）と、上記白金ルテニウム合金担持カーボンに対して1.8倍量のエタノールとを均一に混合することにより、固形分濃度6質量％のアノード用触媒層形成用塗工液を調製した。また、白金担持カーボン（カーボン：白金質量比1：1）と水を質量比1：3で予め混合した。この混合液と、上記白金担持カーボンに対して2.5倍量の上記ナフィオン（登録商標）20質量％溶液と、上記白金担持カーボンに対して1.8倍量のエタノールとを均一に混合することにより、固形分濃度6質量％のカソード用触媒層形成用塗工液を調製した。

【0029】

固体高分子電解質膜10として、15cm四方の大きさのイオン交換膜GORE-SELLECT（登録商標）（ジャパンゴアテックス社製）を用意した。また、中央部に5cm四方の正方形切抜きパターンと、その角部近傍に一つの直径1cmの識別マーク用円形切抜きパターンとを含むスクリーンメッシュ（ミノグループ社製：T-70）を用意した。このスクリーンメッシュを、上記固体高分子電解質膜10の片面に配置し、その上から上記アノード用触媒層形成用塗工液をパターン塗工して80℃で乾燥する塗工・乾燥工程を繰り返すことにより、各切抜きに対応する厚さ10μm、白金ルテニウム担持量0.45mg/cm²のアノード用触媒層と識別マーク2を同時に形成した。次いで、中央部に5cm四方の正方形切抜きパターンと、その角部近傍に一つの辺1cmの識別マーク用三角形切抜きパターンとを含むスクリーンメッシュ（ミノグループ社製：T-70）を用意した。このスクリーンメッシュを、上記イオン交換膜の上記アノード用触媒層とは反対面に配置し、その上から上記カソード用触媒層形成用塗工液をパターン塗工して80℃で乾燥する塗工・乾燥工程を繰り返すことにより、各切抜きに対応する厚さ10μm、白金担持量0.4mg/cm²のカソード用触媒層と識別マーク3を同時に形成し、MEAを作製した。その際、図4に示したように、識別マーク2と識別マーク3とが表裏で重ならないようにした。

【0030】

例2

円形切抜きに対応する識別マーク2と三角形切抜きに対応する識別マーク3とが、図5に示したように、固体高分子電解質膜10の対角線上において表裏で重なるようにしたことを除き、例1と同様にMEAを作製した。

10

20

30

40

50

【 0 0 3 1 】

例 3

カソード用触媒層と識別マーク 3 を同時に形成する際に、三角形切抜きパターンに代えて直径 1 c m の円形切抜きパターンを含むスクリーンメッシュを用いたことを除き、例 1 と同様に M E A を作製した。その際、図 6 に示したように、識別マーク 2 と識別マーク 3 とが表裏で重ならないようにした。

【 0 0 3 2 】

例 4

識別マーク 2 と識別マーク 3 とが、図 7 に示したように表裏で重なるようにしたことを除き、例 3 と同様に M E A を作製した。

【 0 0 3 3 】

判別テスト 1

例 1 ~ 4 において作製した M E A について、アノード側 / カソード側の判別を、識別マーク 2 , 3 の目視検査および C C D カメラ検査により行なった。図 4 に示したパターンを有する例 1 の M E A は、目視および C C D カメラとも、その表裏を容易に判別することができた。図 5 に示したパターンを有する例 2 の M E A は、その表裏を目視では容易には判別できなかったが、C C D カメラによると、三角形の形状の微細な差異を認識することにより、容易に判別することができた。図 6 に示したパターンを有する例 3 の M E A は、目視および C C D カメラとも、その表裏を判別することができなかった。図 7 に示したパターンを有する例 4 の M E A は、目視および C C D カメラとも、その表裏を容易に判別することができた。

【 0 0 3 4 】

判別テスト 2

例 1 ~ 4 において作製した M E A について、アノード側とカソード側に設けた各識別マーク 2 , 3 のルテニウム成分および白金成分を測定した。測定装置には波長分散型蛍光 X 線分析装置 X R F 1 7 0 0 (島津製作所製) を用いた。分析に際し、各識別マーク 2 , 3 を切り取り、サンプルとした。X 線管 (R h ターゲット) の出力を 4 0 K V ; 1 0 m A に、絞りを 1 0 m m に設定した。M E A の表裏は、カソード側の識別マークからルテニウムが検出されないことにより判別した。

ルテニウム検出条件：フィルター (Z r)、ゴニオメーター (1 7 . 9 ° ~ 1 9 . 0 °)

白金検出条件：フィルター (なし)、ゴニオメーター (3 6 . 0 ° ~ 4 0 . 0 °)

判別テスト 1、2 の結果を表 1 にまとめて示す。

【 0 0 3 5 】

【表 1】

サンプル	目視判定	CCD カメラ 判定	アノード XRF 測定値		カソード XRF 測定値		XRF 判定
			RuK α Net (kcps)	PtLa Net (kcps)	RuK α Net (kcps)	PtLa Net (kcps)	
例 1	○	○	0.031	1.103	0.000	2.554	○
例 2	△	○	0.035	3.452	0.031	3.450	×
例 3	×	×	0.034	1.103	0.000	2.541	○
例 4	○	○	0.033	3.641	0.032	3.645	×

【 0 0 3 6 】

表 1 の結果からわかるように、例 3 については、目視判別は不可能であったが、ルテニウム成分の有無を検出することにより表裏判別をすることができた。しかし、識別マーク同士が表裏で重なる例 2 と例 4 の場合には、アノード側にしかないルテニウム成分がカソード側においてアノード側とほぼ同レベルで検出され、かつ、白金測定値についてもアノ

ード側とカソード側とで同レベルで検出されたことから、表裏判別が不可能であった。

【図面の簡単な説明】

【0037】

【図1】識別マークを片面に一つだけ設けた場合であって、膜電極接合体の表裏が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示す模式図である。

【図2】識別マークを片面に二以上設けた場合であって、膜電極接合体の表裏が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示す模式図である。

【図3】識別マークを各面に一つずつ設けた場合であって、膜電極接合体の表裏が判別できる例(A)と判別できない例(B)を示す模式図である。

【図4】例1における識別マークのパターンを示す模式図である。

【図5】例2における識別マークのパターンを示す模式図である。

【図6】例3における識別マークのパターンを示す模式図である。

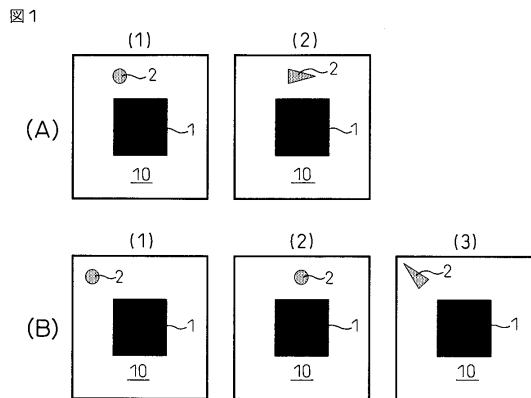
【図7】例4における識別マークのパターンを示す模式図である。

【符号の説明】

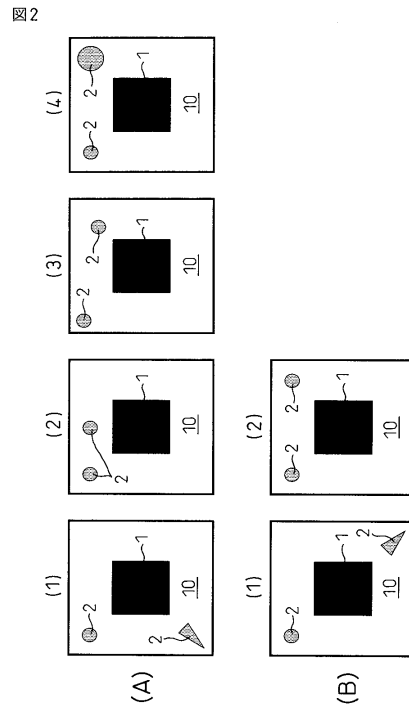
【0038】

- 1 触媒層
- 2, 3 識別マーク
- 10 固体高分子電解質膜

【図1】

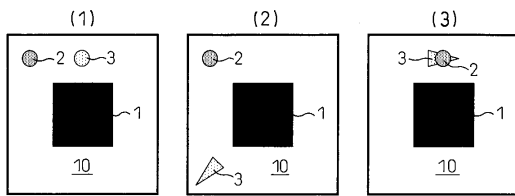


【図2】

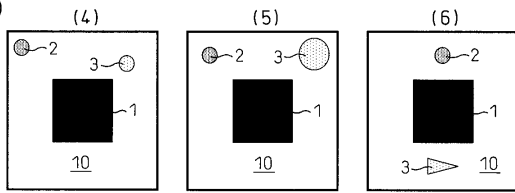


【 図 3 】

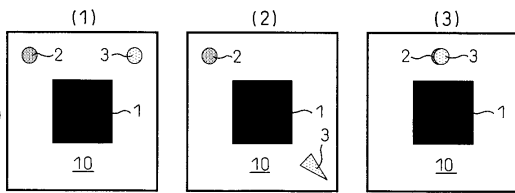
図3



(A)

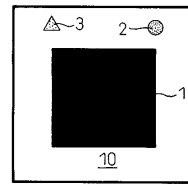


(B)



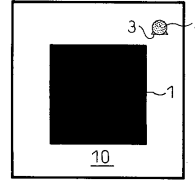
【 図 4 】

図4



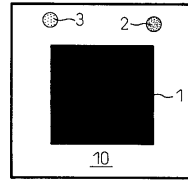
【 図 5 】

図5



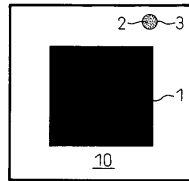
【 図 6 】

図6



【 図 7 】

図7



フロントページの続き

- (72)発明者 和仁 崇行
東京都世田谷区赤堤1丁目4番5号 ジャパンゴアテックス株式会社内
- (72)発明者 藤本 浩良
東京都世田谷区赤堤1丁目4番5号 ジャパンゴアテックス株式会社内
- (72)発明者 西村 晋一
東京都世田谷区赤堤1丁目4番5号 ジャパンゴアテックス株式会社内
- (72)発明者 伊達 裕之
東京都世田谷区赤堤1丁目4番5号 ジャパンゴアテックス株式会社内

審査官 長谷山 健

- (56)参考文献 特開2006-179221(JP,A)
特開2003-331851(JP,A)
特開2002-367662(JP,A)
特開2001-253763(JP,A)
特開2003-346867(JP,A)
特開平07-183033(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H01M 8/02
H01M 8/10