

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-523561
(P2008-523561A)

(43) 公表日 平成20年7月3日(2008.7.3)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1M 8/04 (2006.01)	HO 1M 8/04 Z	2G066
HO 1M 8/02 (2006.01)	HO 1M 8/02 E	5H018
HO 1M 8/10 (2006.01)	HO 1M 8/10	5H026
HO 1M 8/24 (2006.01)	HO 1M 8/24 E	5H027
HO 1M 4/90 (2006.01)	HO 1M 4/90 M	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 24 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2007-545488 (P2007-545488)
 (86) (22) 出願日 平成17年11月10日 (2005.11.10)
 (85) 翻訳文提出日 平成19年6月8日 (2007.6.8)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2005/040838
 (87) 国際公開番号 W02006/065413
 (87) 国際公開日 平成18年6月22日 (2006.6.22)
 (31) 優先権主張番号 11/008,826
 (32) 優先日 平成16年12月10日 (2004.12.10)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

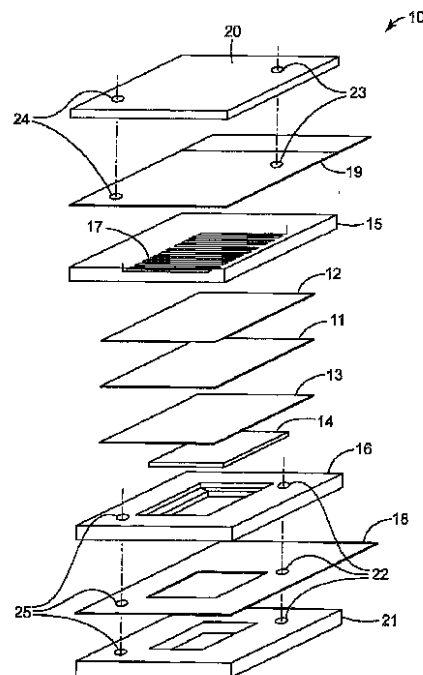
(71) 出願人 599056437
 スリーエム イノベイティブ プロパティ
 ズ カンパニー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
 1000, セント ポール, スリーエム
 センター
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100111903
 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 赤外線サーモグラフィによって燃料電池をテストする方法

(57) 【要約】

膜電極接合体と、膜電極接合体の表面のサーモグラフィ分析のためのIR透過窓とを含む燃料電池を説明する。テスト燃料電池は、燃料電池を監視し、前記燃料電池のサーモグラフィプロファイルをIR検出器アレイで捕捉し、同時に、電流、電圧、および半電池電位を含む、電池の電気化学出力を測定する方法を提供する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

膜電極接合体と、前記膜電極接合体の表面のサーモグラフィ分析のための I R 透過窓と、を含む燃料電池。

【請求項 2】

前記膜電極接合体が、

- a) 第 1 の集電体層と、
- b) 膜電極接合体と、
- c) 第 2 の集電体層と、

を含み、前記 I R 透過窓が、前記第 1 の集電体層に隣接して、かつ前記膜電極接合体と位置合せされて配置される、請求項 1 に記載の燃料電池。

10

【請求項 3】

前記 I R 透過窓が前記膜電極接合体のアノード側にある、請求項 1 に記載の燃料電池。

【請求項 4】

前記 I R 透過窓が前記膜電極接合体のカソード側にある、請求項 1 に記載の燃料電池。

【請求項 5】

- a) I R 透過窓を有する第 1 の分配プレートと、
- b) 第 2 の分配プレートと、
- c) 前記第 1 の分配プレートと前記第 2 の分配プレートとの間に配置された膜電極接合体と、

をさらに含む、請求項 2 に記載の燃料電池。

20

【請求項 6】

前記膜電極接合体が、アノード層と、カソード層と、それらの間に配置されたイオン交換膜とを含む、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 7】

前記膜電極接合体が、第 1 の集電体と、アノード層と、イオン交換膜と、カソード層と、第 2 の集電体とを含む、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 8】

前記窓が前記膜電極接合体のアノード側にあり、前記第 1 の集電体が I R 透過性である、請求項 7 に記載の燃料電池。

30

【請求項 9】

前記窓が前記膜電極接合体のカソード側にあり、前記第 2 の集電体が I R 透過性である、請求項 7 に記載の燃料電池。

【請求項 10】

前記 I R 透過窓が、前記第 1 の分配プレート内の石英窓またはサファイア窓を含む、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 11】

前記第 2 の分配プレートが、燃料および酸化剤の流れを向けるための、その中のチャンネルを有する、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 12】

前記第 1 および第 2 の分配プレートが、燃料および酸化剤の導入、ならびに生成物の放出のための入口ポートおよび出口ポートを有する、請求項 5 に記載の燃料電池。

40

【請求項 13】

構成要素の取替えを可能にするために、前記燃料電池の構成要素を解放可能に結合するための係合手段をさらに含む、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 14】

前記アノード層が、Pt、Ru、Hf、Mo、Sn、および他の貴金属および非貴金属の合金および混合物、およびそれらのオキシ水酸化物から選択される、請求項 5 に記載の燃料電池。

【請求項 15】

50

前記カソード層が、Pt、および他の貴金属および遷移金属、それらの合金および混合物、金属含有ナノ粒子、および非貴金属触媒から選択される、請求項1に記載の燃料電池。

【請求項16】

請求項1～15のいずれか一項に記載の燃料電池と、IR検出器アレイを含む、燃料電池のサーモグラフィプロファイルを得るためのシステム。

【請求項17】

燃料電池をテストする方法であって、

a) 燃料および酸化剤を、請求項1～15のいずれか一項に記載の燃料電池に提供する工程と、

b) 前記膜電極接合体のサーモグラフィプロファイルを、前記IR透過窓を通して赤外線検出器アレイで捕捉する工程と、を含む方法。

10

【請求項18】

前記サーモグラフィプロファイルが、時間の関数として捕捉される、請求項17に記載の方法。

【請求項19】

前記サーモグラフィプロファイルが、前記膜電極接合体上の点に対応する複数の画素を有するデジタル赤外線カメラによって捕捉される、請求項17に記載の方法。

【請求項20】

前記サーモグラフィプロファイルが、前記膜電極接合体上の予め選択された点に対応する複数の出力のために適合されたIR検出器によって捕捉される、請求項17に記載の方法。

20

【請求項21】

前記燃料電池の電気出力が、前記サーモグラフィプロファイルと同時に監視される、請求項17に記載の方法。

【請求項22】

前記燃料電池の性能が、燃料が前記アノード側に導入されるとき、酸化剤が前記カソード側に導入され、電流が発生されるときに、前記サーモグラフィプロファイルを捕捉することによって評価される、請求項17に記載の方法。

30

【請求項23】

前記電流および/または電圧が記録される、請求項17に記載の方法。

【請求項24】

第1のサーモグラフィプロファイルが捕捉され、前記燃料電池の構成要素が変更され、第2のサーモグラフィプロファイルが捕捉され、前記プロファイルが比較される、請求項17に記載の方法。

【請求項25】

前記燃料電池の電圧が、前記サーモグラフィプロファイルの捕捉と同時に記録される、請求項17に記載の方法。

【請求項26】

前記アノードおよび前記カソードの半電池電位が記録される、請求項17に記載の方法。

40

【請求項27】

電極のサーモグラフィプロファイルが捕捉され、前記燃料電池の前記電極が、その表面上に触媒の勾配濃度を有する、請求項17に記載の方法。

【請求項28】

電気負荷に接続される間第1のサーモグラフィプロファイルを得る工程と、前記電気負荷を除去する工程と、第2のサーモグラフィプロファイルを得る工程と、前記第1のサーモグラフィプロファイルから前記第2のサーモグラフィプロファイルを減算する工程とを含む、請求項17に記載の方法。

50

ている。新たな材料および構造の開発においてかなりの努力が続いているが、動作条件下での新たな燃料電池およびそれらの構成要素のテストが、困難な課題である。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、膜電極接合体と、膜電極接合体の表面のサーモグラフィ分析のためのIR透過窓と、を含む燃料電池を提供する。本発明は、また、燃料電池を監視し、前記燃料電池のサーモグラフィプロファイルをIR検出器アレイで捕捉し、同時に、電流、電圧、および半電池電位を含む、電池の電気化学出力を測定する方法を提供する。

【0008】

本発明は、IR透過窓を有するテスト燃料電池を提供し、それにより、動作条件下で、すなわち、反応物が消費され、電力が発生される場合、構造の材料（触媒作用（catalysis）および膜を含む）および構成要素の寸法をテストすることができることによって、当該技術における問題を克服する。本発明は、膜電極接合体の表面のサーモグラフィプロファイルを得、同時に、電気出力、すなわち、電圧および/または電流を測定することによって、燃料電池の評価を可能にする。

10

【0009】

ここで使用されるように、サーモグラムまたはサーモグラフィプロファイルは、燃料電池MEAの1つ以上の表面上の複数の点における燃料電池の温度プロファイル、すなわち、膜電極接合体の表面の「温度マップ」を指す。サーモグラフィプロファイルを、1つの点における温度を測定する1点光学高温測定から得られた結果、または表面の平均温度と

20

【0010】

各サーモグラフィプロファイルを、時間における1つの点において、または時間の関数として捕捉することができる。時間の関数として捕捉される場合、MEAの表面上の個別の点を分析することができ、結果を経時的に比較することができる。個別の点を特定の時間において比較して、どのように電気化学反応がMEA上の異なった点において変わるかを定めることができる。

【0011】

本発明の燃料電池および方法を用いて、関連したサーモグラフィプロファイルを比較し、（任意に）電流および/または電圧を測定することによって、材料、構成要素、構成要素のサイズおよび構成、燃料、酸化剤、およびそれらの量、ガス流の均一性を最適化することができる。サーモグラフィプロファイルを、また、MEAのピンホール、または不均一な触媒層などの、製造プロセスから生じる欠陥を定めるために用いることができる。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明は、膜電極接合体と、膜電極接合体の表面のサーモグラフィ分析のためのIR透過窓と、を含む燃料電池を提供する。一実施形態において、燃料電池MEAは、

- a) 第1の集電体と、
- b) 膜電極接合体と、
- c) 第2の集電体と、

40

を含む「5層膜電極接合体」であることができ、IR透過窓が、前記第1の集電体に隣接して配置される。

【0013】

任意の適切なイオン伝導膜(ICM)を本発明の実施に使用することができる。本発明に有用なポリマー電解質は、典型的には、好ましくはテトラフルオロエチレンおよび1つ以上のフッ素化酸官能性モノマーのコポリマーである。典型的には、ポリマー電解質はスルホネート官能基を有する。ICMは、典型的には、厚さが、50μm未満、より典型的には40μm未満、より典型的には30μm未満、最も典型的には約25μmである。ICMは、典型的には、ナフィオン(Nafion)(登録商標)(デラウェア州ウィルミントンのデュポン・ケミカルズ(DuPont Chemicals, Wilmin

50

gton DE))およびフレミオン (Flemion) (登録商標) (日本、東京の旭硝子株式会社 (Asahi Glass Co. Ltd., Tokyo, Japan))などの酸官能性フルオロポリマーであるポリマー電解質から構成される。最も典型的には、ポリマー電解質はナフィオン (登録商標) である。ポリマー電解質は、典型的には、酸当量が1200以下、より典型的には1100以下、より典型的には1050以下、最も典型的には約1000以下である。

【0014】

1つの有用な膜は、引用によりここに援用する米国特許出願第10/945, 178号明細書に記載されているような、結合されたアニオン官能基と、マンガカチオンまたはルテニウムカチオンを含むポリマーを含む。別の有用な膜は、引用によりここに援用する米国特許出願第10/944, 998号明細書に記載されているような、高フッ素化 (典型的にはペルフルオロ化) ポリマー電解質と、少なくとも1つの酸化マンガンを含み、ポリマー電解質膜の厚さを横切る酸化マンガンの分布は均一である。別の有用な膜は、引用によりここに援用する米国特許第2004/0121210号明細書に記載されているような、高フッ素化主鎖と、式 $-O-CF_2-CF_2-CF_2-CF_2-SO_3H$ のペンダント基を含む少なくとも1つのペンダント基を含むポリマーを含む。

10

【0015】

燃料電池のIRサーモグラフィ分析を用いて、ICMのために使用されるさまざまな材料、ならびにその厚さおよび寸法をスクリーニングすることができる。たとえば、異なったICM材料または寸法を有する燃料電池のサーモグラムを比較することができる。製造プロセスから生じる欠陥を、燃料および酸化剤が化合することから生じるような、サーモグラフィプロファイルに現れる「熱いスポット」によって識別することができる。

20

【0016】

(アノードについて) Pt、Ru、Hf、Mo、Sn、および他の貴金属および非貴金属の合金および混合物、およびそれらのオキシ水酸化物を含む、ならびに、Pt、および他の貴金属および遷移金属、それらの合金および混合物、金属含有ナノ粒子、ならびに非貴金属触媒からの、任意の適切な触媒を本発明の実施に使用することができる。米国特許第2002/0004453号明細書、米国特許第6, 040, 077号明細書、および米国特許第5, 879, 827号明細書を参照することができる。

30

【0017】

典型的には、炭素担持触媒粒子が使用される。典型的な炭素担持触媒粒子は、50~90重量%の炭素および10~50重量%の触媒金属であり、触媒金属は、典型的には、カソードのためのPt、ならびにアノードのための2:1の重量比のPtおよびRuを含む。従来の触媒合金粒子は、典型的には、湿式化学方法または冶金方法によって準備され、従来の炭素担体粒子上に担持される。従来の粒子は、合金化学量論を表す均質な組成、従来の方法によって製造された粒子のクリスタリット成長習性を示す略球状形態を有し、より大きい担体粒子の表面の上にランダムに分配される。触媒粒子は、また、「黒」として担体なしで使用することができる。そのような粒子は、2から25nmのサイズ範囲内であることが報告され、それらは、担体粒子あたりの触媒の量が増加するにつれて直径が増加する。

40

【0018】

いくつかの実施形態において、塗布されたPt微粒子または炭素担持Pt触媒の分散系の形態の触媒電極を使用して、燃料電池MEAを構成することができる。これらの従来の触媒は、インクまたはペースト含有電解質 (ink or paste-containing electrolyte) 中で、ICMに、または膜に隣接して配置されたバッキング層に塗布される。水素-燃料ポリマー電解質膜のために使用される主な触媒形態は、クロロ白金酸の還元などの湿式化学方法によってより大きい炭素粒子上にコーティングされたPtまたはPt合金である。この従来の触媒形態は、イオノマーバインダー、溶媒、およびしばしばポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 粒子で分散されて、膜または電極バッキング材料に塗布されるインク、ペースト、または分散系を形成する。機械的担

50

持に加えて、炭素担体粒子が電極層内の必要な導電性をもたらすと、当該技術において一般に考えられる。

【0019】

典型的には、触媒は、触媒インクの形態で、ICMに、または集電体に塗布される。触媒インクは、典型的には、ICMを構成するのと同じポリマー電解質材料であってもなくてもよいポリマー電解質材料を含む。ポリマー電解質は、典型的には、ナフィオン（登録商標）およびフレミオン（登録商標）などの酸官能性フルオロポリマーである。本発明での使用のためのインクに有用なポリマー電解質は、典型的には、好ましくはテトラフルオロエチレンおよび1つ以上のフッ素化酸官能性モノマーのコポリマーである。典型的には、ポリマー電解質はスルホネート官能基を有する。最も典型的には、ポリマー電解質はナフィオン（登録商標）である。ポリマー電解質は、典型的には、当量が1200以下、より典型的には1100以下、より典型的には1050以下、最も典型的には約700である。触媒インクは、典型的には、ポリマー電解質の分散系中の触媒粒子の分散系を含む。インクは、典型的には、5～30%の固形分（すなわち、ポリマーおよび触媒）、より典型的には10～20%の固形分を含有する。電解質分散系は、典型的には水性分散系であり、これは、さらに、アルコール、ならびにグリセリンおよびエチレングリコールなどの多価アルコールを含有することができる。水、アルコール、および多価アルコールの含有量は、インクのレオロジー特性を変更するように調整することができる。インクは、典型的には、0～50%のアルコールおよび0～20%の多価アルコールを含有する。さらに、インクは、適切な分散剤0～2%を含有することができる。インクは、典型的には、熱とともに攪拌し、その後、コーティング可能なコンシステンシーに希釈することによって製造される。

10

20

【0020】

ハンドブラッシング、ノッチバーコーティング、流体ベアリング（fluid bearing）ダイコーティング、巻線ロッドコーティング、流体ベアリングコーティング、スロット供給ナイフコーティング、3ロールコーティング、またはデカル転写を含む、手動方法および機械方法の両方を含む任意の適切な手段によって、触媒をICMまたは集電体に塗布することができる。コーティングを、1回の塗布または複数回の塗布で行うことができる。

【0021】

別の実施形態において、触媒金属塩を固体ポリマー電解質の有機溶液中で還元して、担体粒子なしで、電解質中の触媒金属粒子の分布物（distribution）を形成することができる。次に、これを電極バッキング層上にキャストして、触媒電極を形成する。

30

【0022】

さらなる実施形態において、Pt微粒子が、溶媒およびポリマー電解質の溶液と直接混合され、電極バッキング層上にコーティングされる。しかし、どのくらい小さく微粒子を製造することができるかの制限、および分散系の安定性のため、この方法は、非常に高い、したがって高価な、触媒のローディングをもたらす。

【0023】

触媒を塗布するか他の態様で触媒を電解質と接触させて、電極を形成するために、さまざまな他の構造および手段が用いられている。これらのMEAは、（a）ICMの表面上に置かれた、多孔性金属フィルム、または金属粒子もしくは炭素担持触媒粉末の平面分布物（planar distributions）、（b）ICM上に置かれるかICMに埋込まれた金属グリッドまたはメッシュ、または（c）ICMの表面に埋込まれた触媒活性ナノ構造化複合要素を含むことができる。

40

【0024】

あるいは、米国特許第5,338,430号明細書（固体ポリマー電解質に埋込まれたナノ構造化電極（nanostuctured electrodes embedded in solid polymer electrolyte））または米国特許第5,879,828号明細書（ナノ構造化要素を含む電極層を有するMEA（MEA'）

50

s having electrode layers comprising nanostructured elements))に開示されているように、ナノ構造化触媒を使用して、触媒コーティング膜(CCM)を製造することができる。

【0025】

特に有用な実施形態において、テスト触媒サンプルが、組成が変わることができる。この実施形態において、組成は、平面触媒表面の1つの領域から別の領域まで変わることができる。たとえば、二次元触媒表面が、サンプルの1つの端縁において、100%の触媒Xと、0%の触媒Yとを含み、サンプルの反対側の端縁において、0%の触媒Xと、100%の触媒Yとを含むことができ、それらの間の2つの触媒の勾配濃度が、2つの端縁の間の軸に沿ってある。望ましい場合、第3の触媒成分Zを、直交軸に沿って、0%とある

10

【0026】

サンプルを横切って触媒の濃度として変わるサンプルに加えて、サンプルは、触媒層の厚さ、および使用される担体のタイプが変わることができる。勾配組成を有するサンプルを、ジェイ・アール・ダーン(J. R. Dahn)ら、ケミストリー・オブ・マテリアルズ(Chemistry of Materials)14、3519(2002)に記載された技術を用いて、およびそこに引用された他の技術によって、準備することができる。

20

【0027】

任意の適切な集電体(また、流体輸送層またはFTLとして説明される)を本発明の実施に使用することができる。集電体は、1)電極との電氣的接触を最大にし、それにより、電極内の電流の長い横断経路によって、抵抗率を最小にする、2)バックングプレートとの接触で抵抗を低下させる、3)MEAからバックングプレートに熱を伝達する、4)最小圧力降下での反応物(燃料および酸化剤)の流れ、およびMEAの表面上の反応物の均一な分配を可能にする、5)水などの反応生成物の容易な除去を可能にする、6)半電池の反応条件下で電気化学的に安定している、ならびに7)IR透過窓を通るMEAの熱放射の直接または間接の観察を可能にするように選択される。

【0028】

燃料電池内の集電体のための金属メッシュの使用が、当該技術において知られている(引用によりここに援用する米国特許第6,207,310号明細書(ウィルソン(Wilson)ら)、および米国特許第5,482,792号明細書(ファイタ(Faita)ら)を参照のこと)。金および白金スクリーンが有利に使用されており、というのは、これらの金属がMEAのアノード側およびカソード側の両方で安定しているからである。さらに、タングステン上の金などの、他のメッシュ材料上の金属コーティングも使用することができる。

30

【0029】

炭素繊維のシート材料を含む集電体も知られている。典型的には、そのような集電体は、織布および不織布炭素繊維構造から選択される炭素繊維構造である。本発明の実施に有用であることができる炭素繊維構造としては、東レ(Toray)(登録商標)カーボン紙(Carbon Paper)、スペクトラカーブ(Spectra Carb)(登録商標)カーボン紙(Carbon Paper)、AFN(登録商標)不織布カーボンクロス、ゾルテック(Zoltek)(登録商標)カーボンクロス(Carbon Cloth)、AVCARB 1071 HCB炭素含浸クロス(巴拉ード・マテリアル・プロダクツ・インコーポレイテッド(Ballard Material Products, Inc.))から市販されている)などを挙げることができる。炭素粒子コーティング、親水性化(hydrophilizing)処理、およびポリテトラフルオロエチレン(PTFE)でのコーティングなどの疎水性化(hydrophobizing)処理を含めて、集電体をさまざまな材料でコーティングするか含浸させることができる。

40

50

【0030】

カーボクロスおよびカーボン紙は、良好な導電性をもたすが、IR透過窓を通るMEAからのIR放射線の直接透過を阻止する。しかし、自由光学経路がないにもかかわらず、そのような材料を有利に使用することができる。MEAからのIR放射線が、隣接した集電体を加熱し、これが、IR放射線を、窓を通してIR検出器アレイまで透過させるので、サーモグラフィプロファイルを間接的に得ることができることがわかっている。有利に、両方が金属ワイヤスクリーンを含むことができる。

【0031】

MEAとIR透過窓との間に配置された集電体があれば、電氣的接触を最大にすることと、IR透過を最大にすることとの間の妥協がある。より良好なIR透過が、より開いたメッシュ（さらに隔置されたより薄いワイヤ）を要求するが、これは、当然、より高い電気インピーダンスおよびより低い電流をもたらす。より導電性の金属が有利であるが、それは、また、電氣化学的に安定していなければならず、したがって、銅および銀、2つの非常に導電性の金属が、MEAのカソード側に適していないが、アノード側のために使用することができる。

10

【0032】

MEAとIR透過窓との間に配置された第1の集電体層は、好ましくは、MEAからのIR放射線を、本質的に遮られていない集電体を透過することができるように、開いたメッシュ構造を有する。第1の集電体層は、IR放射線の少なくとも20%、好ましくはIR放射線の少なくとも40%、最も好ましくはIR放射線の少なくとも60%を透過しなければならない。第2の集電体は、開いたメッシュ構造、または自由光学経路のない閉じた構造（カーボン紙など）を有することができる。

20

【0033】

燃料電池を使用して、集電体のために使用されるさまざまな材料、ならびにその厚さおよび寸法をスクリーニングすることができる。

【0034】

MEAは、典型的には、分配プレートとして知られている2つの剛性プレートの間に挟まれる。そのようなプレートの少なくとも1つが、MEAのサーモグラフィプロファイルを捕捉するためのIR透過窓を有する。集電体と同様に、分配プレートは導電性であることができる。分配プレートは、典型的には、炭素複合材、金属、またはめっき金属材料から製造される。分配プレートは、典型的には、MEAに面する表面に形成された1つ以上の流体伝導チャンネルを通して、MEA電極表面に、およびMEA電極表面から反応物流体または生成物流体を分配する。これらのチャンネルはフローフィールドを構成する。分配プレートの面上のチャンネルの間の領域は、「ランド領域」と呼ばれる。これらのランド領域は、MEAと電氣的接触し、電流を、MEAの電極に、およびMEAの電極から伝導する。一般に、窓を有する分配プレートは、そのようなチャンネルを有さないが、それらをIR透過窓に機械加工することができる。米国特許出願第10/295,292号明細書および米国特許出願第10/295,518号明細書に開示されているようなユニット化燃料電池アセンブリを使用して、燃料電池を構成することができ、これらの開示を引用によりここに援用する。

30

40

【0035】

図1は、本発明のテスト燃料電池を示す。テスト電池10が、両方の主面上に触媒層を有する膜電極接合体(MEA)11を含む。図において、主面のいずれかが、それぞれ、アノードまたはカソードであることができる。2つの集電体12および13がMEA11と電氣的接触し、これらの各々は、説明されるような開いた構造または閉じた構造を有することができる。好ましくは、集電体13は、IR透過窓14と位置合せされた開いた導電性メッシュ構造である。集電体13は、MEA11と位置合せされたIR透過窓14を有する分配プレート16と電氣的接触する。集電体13から遠い分配プレート16の表面は、ポテンショスタットなどの電氣負荷への接続のために、電氣コンタクト18と電氣的接触する。電氣コンタクト18は、実質的に矩形であり、リップが電氣的接続のために設

50

けられるようなより大きい領域と、窓 14 と位置合せされたそれを通る開口とを有するよう示されている。電氣的接続および集電体 13 への光学経路を提供するのであれば、コンタクト 18 の他の形状およびサイズが企図される。

【0036】

集電体 12 は、MEA 11 の反対側の面および分配プレート 15 と電氣的接触する。分配プレート 15 は、MEA 11 への反応物の均一な分配のための、MEA 11 と位置合せされたその中のチャンネル 16 を有する。電気コンタクト 19 は、電気コンタクト 18 と反対側の電極からの電氣的接続を提供するために、分配プレート 15 の外面と接触する。

【0037】

ハウジングプレート 20 および 21 が燃料電池の最も外側の面にあり、これらには、構成要素部品を、位置合せして、かつ電氣的接触して保持するための、通しボルト（図示せず）などのシーリング手段または圧縮手段が設けられる。ハウジングプレート 21 は、MEA 11 の表面から窓 14 を通って IR 検出器アレイまで IR 放射線の光学経路（直接または間接の）を提供するための開口を有する。ハウジングプレート 20 および 21、しかし、好ましくはハウジングプレート 21 には、プレートの面（周囲における）からの熱交換を低減するための絶縁層（図示せず）を設けることができる。ハウジングプレート 20 および 21 には、さらに、MEA 11 の表面への反応物の導入のための反応物入口 22 および 23、ならびに生成物の除去のための出口 24 および 25 が設けられる。ハウジングプレートは、さらに、前記燃料電池の構成要素の取替えを可能にするために、第 1 および第 2 の分配プレートを解放可能に結合するための係合手段を設ける。入口 22 および 23 ならびに出口 24 および 25 は、燃料電池の各面の反対側のコーナに示されているが、他の構成が企図される。ハウジングプレートは、アルミニウムなどの金属、またはエポキシ複合材などの複合材を含む任意の材料から製造することができる。1つのそのような有用な複合材は、望ましい低熱伝導性により、ガラスクロス-エポキシ複合材（G11、カリフォルニア州マウンテンビューのポリマー・プラスチック・コーポレーション（Polymer Plastics Corporation, Mountain View, CA）から入手可能）である。

【0038】

燃料電池は、一般に、当該技術において知られているような層間のシーラントおよび/またはガスケット（図示せず）を含有する。燃料電池は、さらに、燃料電池を、所望の、典型的には高い温度で維持するための抵抗加熱要素（または冷却要素）などの熱交換器（図示せず）を含むことができる。ヒータは、一般に、ハウジングプレート 20 の露出面に取付けられ、また、ハウジングプレート 21 の周囲（開口の周りの領域）に取付けることができる。

【0039】

サンプルのサーモグラフィ画像を IR 検出器アレイで捕捉することができ、IR 検出器アレイは、赤外線高温計アレイ（すなわち、2つ以上の IR 高温計）、赤外線カメラ、および好ましくはデジタル赤外線カメラを含むことができる。図 2 は、本発明の方法に用いられる典型的な実験スキーム 100 を例示する。燃料電池 10 のサーモグラフィプロファイルが IR 検出器アレイ 102 で捕捉され、IR 検出器アレイ 102 は、データ収集および分析のためにコンピュータ 104 とインタフェースされるように示されている。IR 検出器 102 は、好ましくは、IR デジタルカメラであり、多数の点の捕捉のために、各画素を燃料電池 10 の MEA の表面上の点に「マッピングする」ことができる。示されているように、IR 検出器 102 は、燃料電池 10 の MEA 表面に実質的に垂直に配向される。1つの検出器 102 が示されているが、ここで説明されるように、燃料電池 10 の MEA の両面に配向された複数の検出器が企図される。電圧（半電池電位を含む）または電流などの電氣的情報を提供するために使用することができる電気負荷 106 も示されている。望ましい場合、システムは、燃料電池 10 を、検出器アレイ 102 に対して予め選択された距離および配向で維持するための燃料電池マウント（図示せず）をさらに含むことができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 0 】

電池 10 の初期サーモグラフィプロファイルを、後で得られたサーモグラフィプロファイルからのサブトラクションのために捕捉することができる。得られたデータを収集し、コンピュータ 104 によってプロットすることができる。画像を時間の関数として捕捉して、「正規化」ビデオを作ることができ、ここで、電気化学反応、および構造の材料中のいかなる欠陥も認めることができる。このサンプルを、他の変数の中で、構成要素部品、燃料、酸化剤、圧力、または温度、周囲温度もしくは動作温度、入来ガスの相対湿度、燃料もしくは酸化剤中の汚染物質の存在に関して変わる他のサンプルと比較することができる。

【 0 0 4 1 】

実際の動作条件に近似する条件下で、すなわち、電気負荷下でサーモグラフィプロファイルを得ることが特に有用である。一般に、燃料電池が、外部ヒータを使用して所望の温度に加熱され、燃料および酸化剤が電池に導入され、第 1 のサーモグラフィプロファイルが得られる。次に、電池は、電気負荷に接続され、たとえば定電流条件下で動作される。それから第 1 のサーモグラフィプロファイルが減算される第 2 のサーモグラフィプロファイルが得られる。望ましい場合、プロファイルのシーケンスを逆にすることができ、すなわち、電池を電気負荷下で加熱し、サーモグラフィプロファイルを得、負荷を除去し、次に、第 2 のプロファイルを得ることができる。これらの技術は、異なった触媒などの異なった材料の異なる熱放射性による差を低減することを可能にする。これらの技術は、また、熱アーティファクト（たとえば反射）を補正し、および/または測定の間生じることがある凝縮（condensation）の領域を識別する。

【 0 0 4 2 】

検出器は、約 - 20 から約 250 、好ましくは約 20 から約 200 の有用な温度範囲を有さなければならない。検出器は、さらに、 ± 0.5 、好ましくは ± 0.1 、最も好ましくは ± 0.02 の温度解像度を有さなければならない。1つ以上の検出器を使用することができる。

【 0 0 4 3 】

高温計は、サンプル上のスポットから受けられた熱電磁放射線の量から温度を測定する非接触温度センサである。このグループのセンサは、1D を生成し、既知の相対運動で、2D 温度分布を生成することができる線測定放射温度計、および、結果として生じる画像を見られる領域の 2D 温度マップとして表示することができる領域にわたって測定する熱画像形成温度計または領域測定温度計に加えて、スポットまたは「点」測定デバイス両方を含む。IR 光高温計は、赤外波長に敏感であり、典型的には、IC、抵抗温度検出器、または熱電対によって、入力波長を光出力または電子出力に変換する。これに関連して、赤外線光高温計は、白熱による可視光放射に基いて非常に熱い物体（ > 700 ）の温度を測定する他の光高温計と混乱されるべきではない。有用な IR 高温計は、IR における 6 ~ 14 マイクロメートル間の赤外線出力を測定し、一般に、本発明の方法を用いて電気化学反応の発熱（exothermicity）を測定するために必要なものを十分に超える、- 20 から 538 の有用な温度範囲を有する。1つの有用な IR 高温計は、オメガ・インダストリアル（Omega Industrial）IR 温度計（OS552 - V1 - 6）である。

【 0 0 4 4 】

使用されるデバイスのほとんどが、1周波帯温度計（single waveband thermometers）である（それらは、1つの周波帯内の受けられた熱放射線の一部、または電磁スペクトルの赤外部分の一部を測定する）。しかし、市販される比温度計（ratio thermometers）（二色高温計）の数がかなり増大している。1周波帯放射温度計は、正確な表面温度測定を行うために、通常、黒体源と呼ばれる。

【 0 0 4 5 】

赤外線カメラは、センサのリニアアレイがカメラの焦平面を横切って並進されて、二次

元画像を生成する線走査カメラであることができるか、それは、センサの二次元アレイを含有することができる。リニアアレイは120画素以上であることができ、二次元アレイは、一般に、120画素×120画素、256画素×256画素、240画素×320画素、または、時にはより多い。

【0046】

センサ要素は、微細機械加工されたパッドに当たる赤外線が回路の抵抗を変更するマイクロロメータ、微細機械加工されたパッドが熱電対の熱い電極を含有する熱電センサ、またはパッドの放射加熱がキャパシタンスの変化を引起す焦電センサであることができる。これらの種類の熱センサは、通常、8～14マイクロメートルの長波長範囲内の赤外光に敏感であるが、焦電センサを、はるかに広い波長範囲にわたって、近IRまでさえ、使用することができる。あるいは、センサ要素は、3から5マイクロメートルの赤外線を検出するために一般に使用される、アンチモン化インジウム(InSb)、テルル化水銀カドミウム(MCT)、ケイ化白金(PtSi)、セレン化鉛(PbSe)などの光電材料であることができる。ヒ化ガリウム(GaAs)も、0.9～1.7マイクロメートルに敏感なIR検出器アレイを作るために使用されている。第3のタイプのセンサ要素は、8～9マイクロメートルの波長で動作する量子井戸赤外光検出器(QWIP)である。最適な感度を達成するために、通常、液体窒素温度近くに冷却される光電センサおよびQWIPと異なり、熱センサを室温で動作させることができることが留意されるべきである。近IRに敏感であるように設計されたいくつかの測光センサ(たとえば、PbSe)を周囲温度で動作させることができる。カメラは、また、放射測定(radiometric)であることができ、それらは、黒体に対して校正され、したがって、物体の実際の表面温度を与えるか与えないことができる(放射率、距離などのさまざまなパラメータが知られていることを想定して)。熱感度は、センサタイプおよび製造業者とともに変わるが、一般に20mK(InSb、MCT、QWIP)のオーダーであるかより高い。熱感度、または正味等価温度差(net equivalent temperature difference)(NETD)は、変わる。

10

20

【0047】

原則として、黒体放射線が、放射する本体がより熱くなるにつれて、より短い波長で放射され、したがって、より短い波長に敏感なカメラが、より一般的に、より熱い本体のために使用される。しかし、任意の所与の用途のための最適なカメラは、感度、画像安定性、測定温度範囲、所望の画像解像度(画素の数)、フレームレート、および関連波長範囲内の予想される材料の放射率および透明性、ならびに信頼性およびコストの関数である。

30

【0048】

サーモグラフィ画像またはプロファイルがサンプルの実際の温度を示さないことが理解されるであろう。温度を測定するために用いられる非接触光学方法の場合、黒体放射についてのプランクの法則が、「完全な」黒体の放射強度を、温度および波長の関数として提供する。本発明の方法で評価されるMEA表面が完全な黒体ではないので、それらは、プランクの法則が予測する、任意の所与の波長および温度におけるより少ない放射線を放射する。実際の放射と予測される黒体放射との比は、放射率であり、波長、温度、ならびに、サンプルの組成、および表面特徴による。

40

【0049】

多くの場合、サンプルの実際の温度を知ることは必要ではない。1つのサンプルが、より大きい触媒活性が示される、より高い温度に達する(または、サンプルの1つの領域がより高い温度に達する)か、別のサンプルより均一に熱を放射することを観察すれば十分であろう。したがって、サンプル間、またはサンプルの選択された領域もしくは点の間の実験温度差は、サンプルに関する必要な情報を提供することができる。

【0050】

実際の温度が望まれる場合、それを、サンプルの放射率を測定し、結果を、スクリーニング実験の間得られたサーモグラフィプロファイルと比較することによって推定することができる。サンプルの放射率、および実際の温度を定める他の方法が、引用によりここに

50

援用する国際公開第03/087,885号パンフレットおよび米国特許第6,016,190号明細書(グラズマン(Glazman))に開示されている。注意深い校正が、使用コンテナ内の放射率を評価することを必要とするであろう。

【0051】

典型的な市販のカメラが、FLIRシステムズ(FLIR Systems)、エレクトロフィジックス・コーポレーション(Electrophysics Corp.)、インフラレッド・ソリューションズ・インコーポレイテッド(Infrared Solutions, Inc.)、CMCエレクトロニクス(CMC Electronics)、ミクロン(Mikron)などの販売業者から入手可能である。すべてのIRカメラがビデオカメラであるとは限らず、いくつかは静止画像を記録するだけであることに留意されたい。出力信号を、カメラ上のスクリーン上に表示し、メモリ(オンボードRAMまたは補助メモリデバイス)にセーブし、ファイアワイヤ(Firewire)(登録商標)、フレームグラバインタフェースを介してパーソナルコンピュータに与えることができるか、より高いフレームレートまたはより大きいアレイの場合、それを、ドルチ・コンピュータ・システムズ(Dolch Computer Systems)から入手可能なような専用コンピュータに高速インタフェースを介して伝達することができる。

10

【0052】

IR画像が一般に12または14ビットデータファイルとして出力されるので、多くの市販の画像ハンドリングパッケージが適用できない。したがって、カメラは、一般に、それら自体の製造業者の専有ソフトウェアパッケージとともに来る。標準特徴は、1つの画像を、別の画像から、または画像ストリングから減算して、「正規化」ビデオを作る能力、画像(または規定された領域もしくは線)内の最大温度および最小温度の識別、所与の画素の温度を画像(ビデオ)シーケンスによって追跡し、時間/温度プロファイルを生成する能力、さまざまなフォールスカラーパレット、ならびに多くの他の機能を含む。したがって、ソフトウェアは、選択されたサンプル領域をマッピングし、データを時間の関数としてプロットすることを可能にする。

20

【0053】

IR検出器アレイは、通常、燃料電池のMEAの表面に実質的に垂直に配向される。燃料電池に、反対側の面上にIR透過窓が供給される場合、任意に、両面のサーモグラフィプロファイルも捕捉することができる。MEA表面以外の表面上の多数の点を監視することができる。さらに、MEAの両面上の1つ以上の点を監視することができ、サーモグラフィプロファイルを捕捉することができる。

30

【0054】

監視され、サーモグラフィプロファイルをもたらす点は、使用されるIR検出器の解像度、およびサンプルからの検出器の距離によって、サイズがかなり変わることができる。たとえば、赤外線高温計は、典型的には、比較的低い解像度を有し、したがって、サンプル表面の比較的大きい表面領域が監視されるが、典型的には5ミリメートル未満である。多数の高温計を使用して、サンプル上のいくつかの点を監視するためのアレイを形成することができる。しかし、現代のデジタルIRカメラは、非常に高い解像度を有し、非常に小さい領域の多数の点が監視されることを可能にし、したがって、デジタルIRカメラ自体がIR検出器アレイを構成する。デジタルIRカメラの各画素を、各々100マイクロメートル以下の面積に対応するサンプル点に「マッピングする」ことができる。いくつかの市販のデジタルIRカメラが、10マイクロメートルの解像度を可能にし、解像度のさらなる進歩が予期される。

40

【0055】

IR検出器は、一般に、そのMEAに実質的に垂直な焦点経路に沿って配向され、照射源およびIR検出器の相対配向は厳密に90°である必要はないが、それらが、±45°以内、より好ましくは±25°以内、最も好ましくは±10°以内に配向されることが好ましい。望ましい場合、サンプルの温度の変化をよりよく示すために、ある予め選択された初期条件下の初期サーモグラフィプロファイルを、捕捉し、次に、後で捕捉されたサー

50

モグラフィプロファイルから「減算する」ことができる。たとえば、サンプルを第1の温度に加熱し、サーモグラフィプロファイルを捕捉し、この画像を、重合 (polymerizations) の間捕捉された、後のサーモグラフィプロファイルから減算することができる。

【0056】

IR検出器アレイは、一般に、IR電池、より特定的にはMEAが、視野を実質的に満たすような距離に、サンプルから隔置される。あるいは、検出器アレイは、解像度を最大にするために、最小焦点距離に燃料電池から隔置される。検出器アレイが実験装置から隔置されるべきである場合、光ファイバを有利に用いることができる。

【0057】

一般のIR透過性材料としては、石英、サファイア、硫化亜鉛 (ZnS) およびセレン化亜鉛 (ZnSe)、ゲルマニウム (Ge)、硫化ヒ素 (As₂S₃)、ヒ化ガリウム GaAs、ヒ化インジウムガリウム (InGaAs)、ならびに、さまざまなより複雑な材料、たとえば、AMTIR-1 (登録商標) (テキサス州ガーランドのアモルファス・マテリアルズ・インコーポレイテッド (Amorphous Materials, Inc, Garland, TX) から入手可能な、式 Ge₃₃As₁₂Se₅₅ のアモルファスガラス) が挙げられる。他の種類の赤外線透明材料としては、単純ハロゲン化物塩、NaCl、NaIなどが挙げられ、CaF₂が最も人気のあるものの1つである。

【0058】

異なった材料が、赤外スペクトルの異なった領域における赤外線を透過し、したがって、異なったIR検出器での使用に適しており、したがって、窓およびIR検出器の透過率は一致しなければならない。燃料電池における用途の場合、透過率以外の他のパラメータが、窓材料に重要である。

【0059】

窓の電気化学的安定性が望ましく、それがカソード側に装着されるかアノード側に装着されるかによって、酸化的または還元的である。加水分解安定性も望ましく、というのは、燃料電池が水を生成物として放出し、MEAが典型的には高酸性フッ素化スルホン酸を含むからである。燃料電池の動作条件は、70 から 150 またはさらに高い温度における100%を超える湿度を含むことができる。したがって、ゲルマニウムは、燃料電池カソード窓に望ましい材料ではないことがあり、というのは、それは、これらの条件下で酸化的に安定していないからであるが、それはアノードに適している。さらに、燃料電池は、典型的には、ともに締付けられ、したがって、窓材料は、好ましくは、著しい程度の機械的強度を所有する。特に、窓に隣接した集電体のための金属スクリーンの使用は、窓に機械的応力をかけることがある。

【0060】

スペクトルの可視領域内の透明性も有益であり、というのは、それは、電池の内部の直接観察、ならびに可視画像および赤外画像の直接の実時間比較を可能にするからである。IR透過、強度、および電気化学的安定性/加水分解安定性の性能基準により、石英およびサファイアが好ましい。

【0061】

さらに、窓の熱伝導性を考慮しなければならない。たとえば、サファイアの比較的高い熱伝導性は、75 の温度において、8 もの、アルミニウムハウジングプレートを使用するときの、窓を横切る顕著な温度勾配をもたらすことがある。実際には、この温度勾配の影響を、デジタルバックグラウンド減算によって大いに除去することができるが、アルミニウムではなく、ハウジングプレートのための低熱伝導性材料を使用することによって、勾配を減少させることによって、結果のより大きい再現性および繰返し性を達成することができる。低伝導性材料の例示的な例がガラス-ポリマー複合材 G11 であり、これは、熱を窓にそれほど迅速に伝達せず、比較できる条件下でわずか5 の温度差をもたらす。アルミニウムハウジングプレートを絶縁するか積極的に加熱することが、熱影響を低減することができる。ZnSeの熱伝導性および拡散性がサファイアのものに近く、したが

10

20

30

40

50

って、それが、同様に挙動することが予期されることに留意されたい。しかし、石英は、はるかに伝導性が小さく、低減された勾配をもたらすことが観察される。

【 0 0 6 2 】

いくつかの有用な材料、およびそれらの特性が、下記表に示されている。I R 透過率は、石英およびサファイアについて赤外分光法によって測定した。他のデータはすべて、これらの材料の販売業者から得た。

【 0 0 6 3 】

【表 1】

特性\材料	石英	ゲルマニウム	AMTIR	ZnSe	ZnS	サファイア
可溶性	強塩基に可溶性	熱いH ₂ SO ₄ および 王水に可溶性	強塩基に可溶性	強酸に可溶性	強酸に可溶性	酸または塩基に 事実上不溶性
IR透過率	4 μmまで、>80%の 透過率	2-18 mmに わたって、40-45% の透過率	15 μmまで、 60-65%の透過率	0.6 - 16 μmに わたって、70-75% の透過率	0.5 - 13 μmに わたって、60%の 透過率	5 μmまで、 70-90%の透過率
ヌーブ硬度	740 psi	550 psi	170 psi	150 psi	160 psi	1370 psi
ヤング率	335 Gpa	102.7 Gpa	3.2 x 10 ⁶ psi	67.2 Gpa	74.5 Gpa	335 Gpa
破壊係数	1500 psi	7000 psi	2700 psi	8000 psi	10,000 psi,	65,000 psi
屈折率	2.5 μmにおいて 1.4	2.5 μmにおいて 4.0	2.6055 @ 1.0 μm,	10.6 μmにおいて 2.4	10.5 μmにおいて 2.19	2.5 μmにおいて 1.73
反射損失 (2つの表面)		52.9 @ 10.6 μm	2.4977 @ 10.0 μm	10.6 μmにおいて 29%	10.6 μmにおいて 24%	3 μmにおいて 13%
熱伝導性	1.2 W/mK	60 W/mK	0.2 W/mK	18W/mK	27 W/mK	22-40 W/mK
熱膨張係数 @ 25C	11×10 ⁻⁶	6×10 ⁻⁶	12×10 ⁻⁶	7×10 ⁻⁶	6×10 ⁻⁶	6-8×10 ⁻⁶

10

20

30

40

【0064】

サーモグラフィプロファイルの捕捉と同時に、他の分析技術を用いて、サンプルの反応物、生成物、キネティクス、または機械的特性を特徴づけることができる。たとえば、反応物流量、圧力および分圧、湿度レベル、および電池温度を変えることができる。さらに

50

、触媒の特定の部分 / セグメントをテストするために、触媒毒を含有する気体または流体を導入することができる。

【 0 0 6 5 】

電池の性能は、所与のテスト条件（負荷、反応物流量、圧力、反応物の分圧 / 活性、温度、湿度など）における電圧出力および電流出力を同時に測定することによって検査される。M E A / 触媒の活性を、より適切に、強調するか、定め記録するために、電流または電圧を独立して変えることができる。これは、可変負荷、電源、またはポテンシオスタットなどの電気機器の出力を調整することによって達成される。

【実施例】

【 0 0 6 6 】

これらの実施例は、単に例示のためにすぎず、特許請求の範囲を限定することは意図されない。実施例、および明細書の残りの部分における、すべての部、パーセンテージ、比などは、特に明記しない限り、重量による。すべての化学物質は、特に明記しない限り、ウィスコンシン州ミルウォーキーのシグマ - アルドリッチ・ケミカルズ (S i g m a - A l d r i c h C h e m i c a l s , M i l w a u k e e , W I) から得られた。データは、サンプルが 1 の放射率を有すると想定して、収集された。

【 0 0 6 7 】

実施例 1 :

図 1 に従ってテスト燃料電池を準備した。エンドプレート電極および黒鉛ブロックに 5 センチメートル x 5 センチメートル (2 インチ x 2 インチ) の窓をカットすることによって、カソード側を準備した。黒鉛ブロックをさらにカットして、上に G E 2 1 4 石英窓がエポキシセメントで取付けられるレジを設けた。集電体およびフローフィールドのデュアルタスクを、M E A と黒鉛ブロックとの間に配置された微細な白金スクリーン (5 2 メッシュ、直径 0 . 1 m m のワイヤ) によって提供した。白金スクリーンは、M E A と同じ領域を被覆し、石英窓を越えて延在し、黒鉛ブロックと電氣的接触を形成した。アルミニウムエンドプレートと、絶縁層を有する金コーティング電極と、機械加工されたフローフィールドを有する黒鉛ブロックと、東レ (T o r a y) 紙集電体とを含むアノード側は、従来の電池と変わらないままにした。温度制御のために、可撓性シリコンヒータをエンドプレートの外面に付着した。M E A を 2 つの別個のピースから準備し、これらの一方をカソード側に高活性触媒 (P t) でコーティングし、他方を低活性触媒 (P t H f) でコーティングした。上で説明された電池を使用して、F L I R S C 1 0 0 0 I R カメラ (マサチューセッツ州ボストンの F L I R システムズ (F L I R S y s t e m s , B o s t o n M A)) で、電流が流れない状態 (バックグラウンド) で、次に、0 . 5 a m p で、および 4 . 0 a m p で、室温でサンプルを画像形成した。図 3 は、0 . 5 a m p でのバックグラウンド減算 (b a c k g r o u n d - s u b t r a c t e d) サーモグラムを示し、図 4 は、4 . 0 a m p でのバックグラウンド減算サーモグラムを示す。

【 0 0 6 8 】

実施例 2 :

M E A を 4 の四分円 (q u a d r a n t s) における 4 の異なった材料で準備した以外は、上の実施例 1 で説明されたものと同様のテスト電池を組立てた。4 の材料は、P t M n F e 、 P t C o F e 、 P t N i F e 、 および P t H f であった。視野がほぼ 1 平方インチの F L I R S C 1 0 0 0 カメラ (マサチューセッツ州ボストンの F L I R システムズ) を、4 の四分円の交点に焦点を合せ (c e n t e r e d) 、次に、わずかに焦点を外して、白金スクリーンによる線をなくした。電池を 7 6 に加熱し、いったん電池温度が安定化すると、印加電圧なしで、バックグラウンド画像を記録した。次に、画像を、0 . 8 ボルト、0 . 7 ボルト、0 . 6 ボルト、0 . 5 ボルト、および 0 . 4 5 ボルトの定電圧で記録した。図 5 は、これらの電圧におけるバックグラウンド減算サーモグラムを示す。

【 0 0 6 9 】

実施例 3 :

上の実施例 1 で説明されたものと同様の、しかし、2 つの違いを有するテスト電池を準

10

20

30

40

50

備した。第1に、MEAのカソード側を白金および80%Ni/20%Fe合金(パーマロイ)の110の交互の層でコーティングし、ジェイ・アール・ダーン(J. R. Dahn)ら、ケミストリー・オブ・マテリアルズ(Chem. Mater.)、2002、14、3519~3523に記載されているようにスパッタコーティングした。各白金層の厚さは0から11オングストロームに直線的に変わり(左から右)、各パーマロイ層は0から6オングストロームに直線的に変わり(下から上)、それぞれ、垂直な組成勾配をもたらした。第2に、AVCARB 1071 HCB炭素含浸クロス(マサチューセッツ州ローウェル(Lowell, MA)のパラード・マテリアル・プロダクツ・インコーポレイテッド(Ballard Material Products, Inc.)、旧テキストロン・システムズ・コーポレーション(Textron Systems Corporation)から市販されている)のピースをMEAと白金メッシュスクリーンとの間に配置した。視野がほぼ1平方インチのFLIR SC1000カメラ(マサチューセッツ州ボストンのFLIRシステムズ)を、右上の四分円(カーボンクロスがMEAの白金およびパーマロイに富んだ部分を被覆するところ)に焦点を合せ、次に、わずかに焦点を外して、白金スクリーンによる線をなくした。バックグラウンド画像を室温で記録した。図6は、0.4Vで記録されたバックグラウンド減算サーモグラムを示す。最大温度差は、MEAの最も白金およびパーマロイに富んだコーナを被覆するカーボンクロスにおいて観察された。

10

【図面の簡単な説明】

【0070】

20

【図1】本発明の燃料電池の分解図である。

【図2】本発明の方法に使用される燃料電池の概略図である。

【図3】実施例1のサーモグラフィプロファイルのデジタル画像である。

【図4】実施例1のサーモグラフィプロファイルのデジタル画像である。

【図5】実施例2のサーモグラフィプロファイルのデジタル画像である。

【図6】実施例3のサーモグラフィプロファイルのデジタル画像である。

【 図 1 】

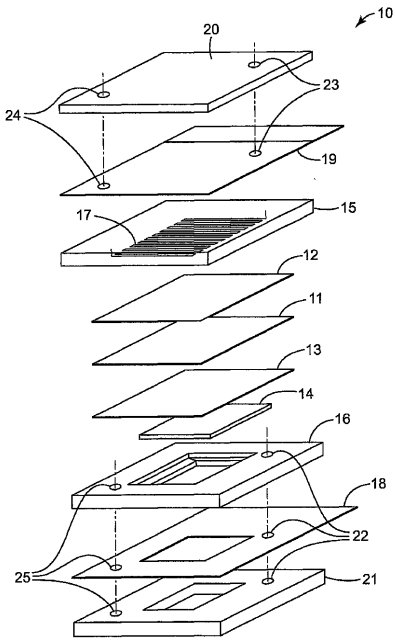


FIG. 1

【 図 2 】

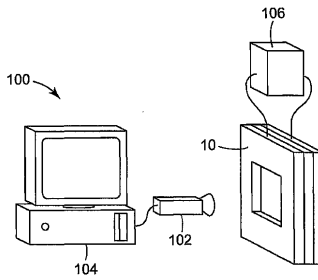


FIG. 2

【 図 3 】

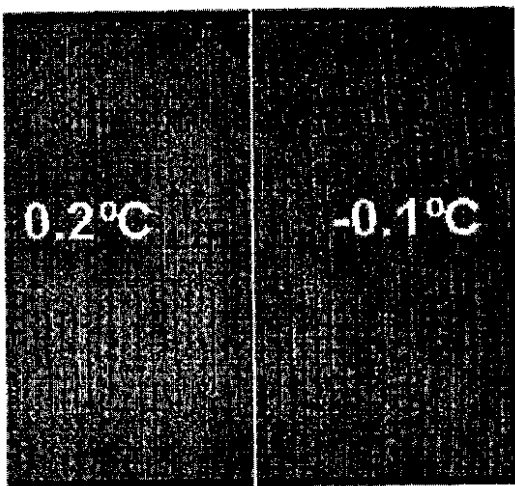


FIG. 3

【 図 4 】

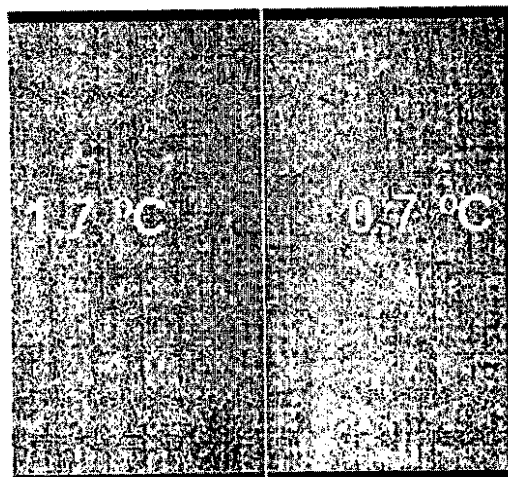


FIG. 4

【 図 5 】

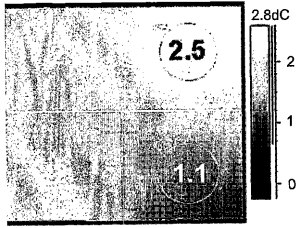


FIG. 5

【 図 6 】

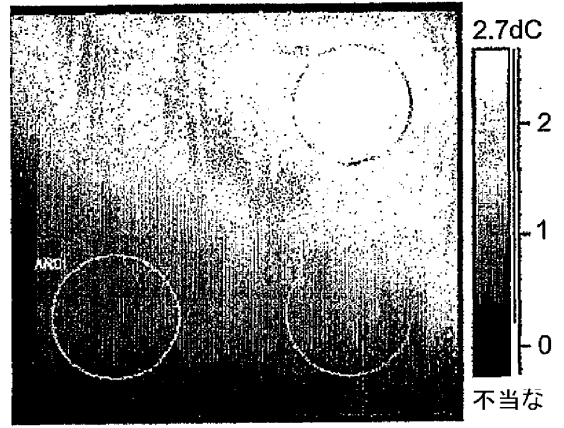


FIG. 6

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No PCT/US2005/040838
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER H01M8/04 H01M8/10 H01M8/02 G01N25/72 G01T1/16 B01D65/10		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01M G01N G01T B01D		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2004/048113 A1 (MURPHY MICHAEL W ET AL) 11 March 2004 (2004-03-11) the whole document	1-9, 11-13,16
X	HAKENJOS A ET AL: "A PEM fuel cell for combined measurement of current and temperature distribution, and flow field flooding" JOURNAL OF POWER SOURCES, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 131, no. 1-2, 14 May 2004 (2004-05-14), pages 213-216, XP004504673 ISSN: 0378-7753 the whole document	1,2,4-9, 11-13, 16,17, 19-25
----- -/-		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the International filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *Z* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the International search 29 March 2006		Date of mailing of the international search report 05/04/2006
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 91 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Koessler, J-L

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/US2005/040838

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P,X	HAKENJOS ET AL: "Spatially resolved measurement of PEM fuel cells" JOURNAL OF POWER SOURCES, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 145, no. 2, 18 August 2005 (2005-08-18), pages 307-311, XP005029496 ISSN: 0378-7753 the whole document	1-9, 11-17, 19-27,29
X	SHIMOI RYOICHI ; MASUDA MASAO ; FUSHINOBU KAZUYOSHI ; KOZAWA YOSHIYUKI ; OKAZAKI KEN: "Visualization of the membrane temperature field of a polymer electrolyte fuel cell" JOURNAL OF ENERGY RESOURCES TECHNOLOGY, TRANSACTIONS OF THE ASME, vol. 126, no. 4, December 2004 (2004-12), pages 258-261, XP009064401 the whole document	1,2, 4-17, 19-25

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No
PCT/US2005/040838

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2004048113 A1	11-03-2004	AU 2003263014 A1	29-03-2004
		CN 1695071 A	09-11-2005
		DE 10393237 T5	22-12-2005
		JP 2005538509 T	15-12-2005
		WO 2004023578 A2	18-03-2004

フロントページの続き

(51) Int. Cl.			F I			テーマコード (参考)
H 0 1 M	4/86	(2006.01)	H 0 1 M	4/86		M
G 0 1 J	5/48	(2006.01)	G 0 1 J	5/48		A

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72) 発明者 ロスコー, スティーブン ピー.
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72) 発明者 ラコー, ニール エー.
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72) 発明者 アタナソスキー, ラドスラフ
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72) 発明者 ジャクソン, エリック アール.
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72) 発明者 トーマス, ジョン エイチ. イー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

(72) 発明者 マキントシュ, レスター エイチ. イー
 アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 3 3 - 3 4 2 7, セント ポール, ポスト オフィス ボックス 3 3 4 2 7, スリーエム センター

F ターム (参考) 2G066 AC20 BA13 BA30 CA02
 5H018 AA06 DD10 EE02 EE03 EE10 HH08
 5H026 AA06 CC03 CC08
 5H027 AA06 KK41 KK46