



등록특허 10-2089022



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년03월16일
(11) 등록번호 10-2089022
(24) 등록일자 2020년03월09일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01M 8/02 (2016.01) *C23C 4/06* (2016.01)
H01M 8/10 (2016.01)
- (21) 출원번호 10-2014-7035562
- (22) 출원일자(국제) 2013년05월28일
심사청구일자 2018년05월04일
- (85) 번역문제출일자 2014년12월18일
- (65) 공개번호 10-2015-0027102
- (43) 공개일자 2015년03월11일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2013/064700
- (87) 국제공개번호 WO 2013/180093
국제공개일자 2013년12월05일
- (30) 우선권주장
JP-P-2012-121286 2012년05월28일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문현
W02006034054 A1*
W02007038882 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문현

- (73) 특허권자
우수이 고쿠사이 산교 가부시키가이샤
일본 시즈오카현 순토군 시미즈쵸 나가사와 131-2
- (72) 발명자
키우치 마나부
(우:108-0014) 일본 도쿄도 미나토구 시바 5쵸메
30반 1고 키우치 켄큐시츠 (KILAMETEC)
쿠라하시 류로우
(우:551-8551) 일본 오사카부 오사카시 다이쇼구
후나마치 1쵸메 1-66 가부시키가이샤 나카야마 세
이코우쵸 내
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
윤의섭, 김수진

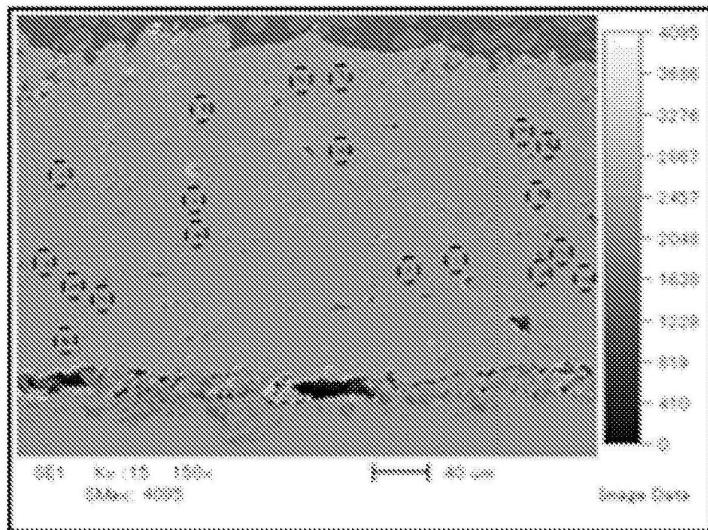
전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 홍성란

(54) 발명의 명칭 내식성, 도전성, 성형성이 뛰어난 박판 및 그 제조 방법

(57) 요 약

내식성, 도전성, 성형성이 뛰어난 박판을 낮은 비용으로 제작한다. 초급행 천이 제어 분사 장치로 모상을 형성하기 위한 내식성을 가진 금속분말과, 도전성을 가진 분말을 혼합시킨 것을 원료로서 박판을 제작한다. 부동태를 형성해서 내식성을 발휘하는 금속 모상 중에 도전성 재료 성분이 고용(固溶)되지 않고 존재해 있는 박판이 얻어지고, 그것이 상기의 특성을 발휘한다.

대 표 도 - 도4

(72) 발명자

타케하라 춘지

(우:551-8551) 일본 오사카부 오사카시 다이쇼구
후나마치 1초메 1-66 가부시키가이샤 나카야마 세
이코우쇼 내

카쿠도우 시게오

(우:551-8551) 일본 오사카부 오사카시 다이쇼구
후나마치 1초메 1-66 가부시키가이샤 나카야마 세
이코우쇼 내

미무라 츠네히로

(우:551-8551) 일본 오사카부 오사카시 다이쇼구
후나마치 1초메 1-66 가부시키가이샤 나카야마 세
이코우쇼 내

명세서

청구범위

청구항 1

작제

청구항 2

부동태(不動態)를 형성해서 내식성을 발휘하는 금속 모상(母相) 중에 도전성 재료 성분이 고용(固溶)되지 않고 존재해 있는 박판(단, 프레스 성형이 이루어져 있는 것을 제외)이며,

상기의 금속 모상으로 하기 위한 금속과 상기의 도전성 재료를, 기재를 향해 분사 건으로부터 화염과 함께 분사해서 용융시키고, 화염이 모재(母材)에 이르기 전부터 냉각 가스로 냉각함으로써 기재상에 적층시킨 피막으로서 제조된 것을 특징으로 하는 박판.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 도전성 재료 성분이 C 또는 B₄C인 것을 특징으로 하는 박판.

청구항 4

제 2항에 기재된 박판을 제조하는 방법이며,

상기의 금속 모상으로 하기 위한 금속과 상기의 도전성 재료를, 기재를 향해 분사 건으로부터 화염과 함께 분사해서 용융시키고, 화염이 모재에 이르기 전부터 냉각 가스로 냉각함으로써 기재상에 피막을 적층시킨 복합 판을 얻는 것을 특징으로 하는 박판의 제조 방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기의 복합 판에서 피막을 박리해서 박판으로서 얻는 것을 특징으로 하는 박판의 제조 방법.

청구항 6

제 4항에 있어서,

금속 모상으로 하기 위한 상기의 금속으로서 급랭에 의해 비정질이 되는 조성의 것을 사용하고, 상기 피막 및 박판에서의 금속 모상을 비정질을 포함하는 것으로 하는 것을 특징으로 하는 박판의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 공업용 재료로서의, 내식성, 도전성, 성형성이 뛰어난 박판(薄板) 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 고체 고분자형 연료 전지(PFEC)는, 수소와 산소가 반응하여 물이 발생할 때의 에너지를 전력으로서 끌어내는 것으로 CO₂를 배출하지 않는 깨끗한 동력원으로서 앞으로의 사회에 필요할 것으로 기대되고 있는 것이다. PEFC의 용도로는 자동차, 가정용 연료 전지, 휴대 전화 등이 잘 알려져 있다. 이 PEFC 내부에는 세퍼레이터라고 불리는 부품이 사용되고 있다. 이것은 주로 수소와 산소의 유로의 형성, 및 셀 간의 통전(通電) 역할을 하는 부품이다.

[0003] PEFC용 세퍼레이터의 재료로는, 일반적으로 카본과 금속의 2종류가 사용된다. 카본은 가공성이 나쁜 것과 두께가 커져 사이즈가 커진다는 이유에서, 자동차용 PEFC에서는 금속제 세퍼레이터가 기대되고 있으며, 제조 업체를

비롯하여 대학 등 연구 기관에서도 개발이 진행되고 있다.

- [0004] 비 특허문헌 1에서는, 금속 유리 재료에 의한 세퍼레이터에 관해서 과냉각 액체 온도 영역에서의 성형성, 내식성, 접촉 저항, 발전 특성이 보고되고 있다.
- [0005] 특허문헌 1에서는, 스테인리스를 모체(母體)로서 적용하여 도전성을 겸비하기 위해 석출물로 부동태(不動態) 내부를 관통시켜 스테인리스 내부와 표면의 도전성을 높이는 제조 방법이 보고되고 있다. 부동태는 전기 저항이 크기 때문에 재료의 표면을 가리면 접촉 저항이 높아진다(도전성이 나빠진다).
- [0006] 특허문헌 2,3에서도, 재료의 표층에 부동태를 형성해서 내식성이 향상되는 것이 선정됐으며, 위에서 설명한 바와 마찬가지로 도전성을 높이기 위해 표면에 도금 등의 특수 처리를 하고 있다.
- [0007] 특허문헌 4에서는, 비정질 박판을 제작하기 위한 제조장치 · 방법에 관해 보고되어 있으며, PEFC용 세퍼레이터에 필요한 사이즈의 박판을 얻는 것이 가능하다. 메인 장치가 되는 분사 건의 구조를, 도 1에 나타낸다. 이 분사건으로, 비행 분말 입자를 급랭하면서 기재(基材) 표면에 성막(成膜)을 하고, 마지막은 기재에서 분리해서 비정질의 박판을 얻는다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 일본특허공개공보 제2003-193206호
- (특허문헌 0002) 일본특허공개공보 제2006-210320호
- (특허문헌 0003) 일본특허공개공보 특개평10-228914호
- (특허문헌 0004) 일본특허공보 제4579317호

비특허문헌

- [0009] (비)특허문헌 0001) 요코야마 마사키(横山雅紀), 야마우라 신이치(山浦眞一), 기무라 히사미치(木村久道), 이노 우에 아키히사(井上明久), Ni 기 금속 유리의 과냉각 액체 상태에서의 온감(溫感) 프레스 가공성 및 연료 전지용 세퍼레이터의 시작(試作), 분말체 및 분말 야금, 54(2007), 773-777

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 그동안 PEFC용 금속제 세퍼레이터의 실용이 어려울 것으로 전망돼 온 것은, 내식성, 도전성, 성형성, 비용을 모두 만족하는 재료를 얻는 것이 어렵기 때문이다. 비 특허문헌 1, 특허문헌 1에서는, 통전 중에 재료 표면의 비도전성 산화물이 성장하여 발전 특성이 저하한다고 한다. 또, 특허문헌 2, 3은, 표면에 특수한 처리를 할 필요가 있는 것과 고가의 재료를 이용한다는 것에서 실용화되려면 비용의 벽이 있을 것으로 생각된다. 본 발명은, 번잡한 작업을 필요로 하지 않고 내식성, 도전성, 성형성을 모두 만족하는 PEFC용 금속제 세퍼레이터 또는 이 세퍼레이터 등의 재료로 할 수 있는 박판, 및 그것들의 제조 방법을 제안하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0011] 본 발명에서는, 금속제의 박판을 만들기 위해서, 도 1 또는 도 2와 같은 초급랭 천이 제어 분사 장치(rapid quenching transition control injection device)를 이용하기로 했다. 이들은, 분말 재료를 원료로 해서, 기재 표면에 일단 용융시킨 분말 재료의 급랭 피막을 형성하고, 그리고 기재에서 박리시킨 급랭 박판을 제작할 수 있는 것으로, 비정질이 되기 쉬운 조성의 분말 재료를 사용하면, 비정질의 피막 및 박판을 얻을 수 있다. 구체적으로는 비행(飛行)시에 화염 속에서 완전히 용융된 분말 재료는, 기재에 도달 전부터 질소 가스나 미스트 등의 냉매에 의해 급랭되어 가서, 결과적으로 기재 표면에 형성되는 피막은 비정질이 되는 것이다. 도 1, 도 2에 있는 초급랭 천이 제어 분사 장치의 차이는, 한번에 형성되는 피막의 폭에서, 도 1은 폭 15mm, 도 2는 300mm으로 되어 있다. 어느 쪽의 초급랭 천이 제어 분사 장치에서도 동질의 피막 및 박판을 얻을 수 있지만, 초급랭 천이

제어 분사 장치 1대당 제작 효율을 생각하면 도 2의 초급랭 천이 제어 분사 장치 쪽이 적합하기 때문에 본 발명에서는 주로 이쪽을 사용해서 박판을 제작하는 것으로 하였다.

[0012] 본 발명에서는, 상기와 같은 초급랭 천이 제어 분사 장치에 공급하는 분말 재료로서, 비정질화되기 쉬운 조성의 것 등에 도전성 분말을 혼입시킨다.

[0013] 통상적으로, 비정질이 되는 조성의 금속이 응고할 때에 이번 혼입하는 도전성 분말과 같은 결정화의 핵이 될 수 있는 것이 있으면, 비정질이 아니라 결정화해서 응고하기 쉬워지지만, 도 1, 도 2와 같은 초급랭 천이 제어 분사 장치를 사용함으로써 그것을 막을 수 있게 된다. 이는, 비행시에 비정질이 되는 조성의 금속 분말과, 도전성 분말이 혼합 상태가 아니라, 독립해서 비행·응고(비정질이 되는 조성의 금속 분말)하기 때문이다. 즉, 비정질이 되기 쉬운 조성의 금속 분말과 도전성 분말을 혼합시킨 분말 재료로 도 1 또는 도 2에 있는 것과 같은 초급랭 천이 제어 분사 장치를 이용함으로써 비정질(을 포함) 금속 모상(母相)에 도전성 물질이 섞여 있는 박판을 제작할 수 있다.

[0014] 이에 대해서는, 실제로 사전 확인을 위해, 비정질이 되는 조성의 금속 분말로서 $\text{Ni}_{65}\text{Cr}_{15}\text{P}_{16}\text{B}_4$, 도전성 분말로서 $\text{C}, \text{B}_4\text{C}$ 를 선정하고, 도 1에 있는 초급랭 천이 제어 분사 장치를 이용한 전술의 방법으로 비정질 박판을 제작했다. 박판의 DSC측정에 의한 발열 에너지로부터, 비정질률을 산출(비정질 $\text{Ni}_{65}\text{Cr}_{15}\text{P}_{16}\text{B}_4$ 리본의 발열 에너지를 100%로 한다)한 결과, $\text{C}, \text{B}_4\text{C}$ 어느 쪽의 도전성 분말을 혼합한 박판에서도 비정질률은 89~95%가 되었다. 이는 도전성 분말을 혼합시키지 않은 $\text{Ni}_{65}\text{Cr}_{15}\text{P}_{16}\text{B}_4$ 박판과 같은 결과로, $\text{Ni}_{65}\text{Cr}_{15}\text{P}_{16}\text{B}_4$ 의 비정질화가 도전성 분말의 혼합의 영향을 받지 않는 것으로 확인됐다. 덧붙여, DSC란, Differential scanning calorimetry(시차 주사 열량 측정)의 약어로 측정 시료와 기준 물질 사이의 열량 차를 측정하는 것으로, 이 측정으로 측정 시료가 비정질에서 결정화될 때의 발열 에너지 값을 얻을 수 있다.

[0015] 모재(모상)가 되는 내식성을 가진 금속 재료로는, 비정질이나 결정 구조 금속의 스테인리스 등을 사용할 수 있다. 비정질도 금속 유리는 과냉각 액체가 되는 온도 영역을 가지기 때문에, 이 온도 영역에서 성형을 하면, 균열을 발생하지 않고 치수 정밀도가 뛰어난 가공을 할 수 있다. 또, 스테인리스에서는, 일반적 제조 방법으로 판 모양의 제품을 생산할 경우, 도전성 석출물을 형성시키기 위해 붕소(B) 등을 많이 첨가해서 합금화 하면, 모상(母相)에 많이 고용(固溶)되어 가공성이 악화된다(고용경화). 그러나, 도 1 또는 도 2에 있는 초급랭 천이 제어 분사 장치를 이용하는 상술의 제조 방법을 이용하면, 혼입되는 도전성의 재료 분말의 성분은 스테인리스 모상에 고용되지 않고, 단독으로 박판 내에 존재하게 되므로 가공성의 저하를 일으키지 않을 것으로 기대된다. 실제로 박판을 제작한 것의 단면 사진을 도 4에 나타낸다. 이는 SUS316L의 분말에 2.5wt%의 B_4C 를 혼합한 분말 재료를, 도 2에 있는 초급랭 천이 제어 분사 장치로 형성한 박판의 단면 사진에서, 점선 동그라미 내의 짙은 회색이 B_4C 이다. 더욱이 이 단면 사진 중, SUS316L 모상 부분을 EDX로 분석한 결과를 도 5에 나타낸다. 여기에서, B의 피크가 확인되지 않는 것으로부터 상술한 바와 같이 B가 스테인리스 모상에 고용되지 않은 것을 실제로 확인했다. EDX란, Energy dispersive X-ray spectrometry(에너지 분산형 X선 분석)의 약어로 전자선을 시료에 조사했을 때에 발생하는 X선을 에너지 분산형 검출기로 검출하고, 그 에너지와 강도로부터 물체를 구성하는 물질과 농도를 조사하는 원소 분석 수법이다. 도 5에서는, 가로축이 에너지, 세로축이 강도에 해당한다.

[0016] 본 발명에서 검토하는 금속 재료는, 부동태(不動態)를 형성해서 내식성을 발휘하는 것이기 때문에 아무런 조치를 하지 않으면 접촉 저항이 클 것으로 생각된다. 따라서, 접촉 저항을 낮추기 위해 부동태 내를 통전(通電)하는 도전성의 재료 분말의 혼입이 필수적이다.

[0017] 도전성의 분말 재료로는, 비금속인 C계의 분말 이용을 검토했다. 비금속의 도전성 분말로는 PEFC의 운전 환경인, $\text{pH}=3, 80^\circ\text{C}$ 에서 안정된 상태를 유지하는 것이 많다는 것과, 비용적으로 저렴하기 때문이지만, 비용과 특성의 효과가 부합하는 것이라면, 도전성 분말로는 다양한 성분을 이용하는 것이 가능하다. 그것은, 본 발명에서 이용하는 초급랭 천이 제어 분사 장치는, 산소의 공급을 줄인 환원성 화염으로 금속의 분말 재료를 2000°C 정도에서 용융하기 때문에, 녹는점이 그 이상인 도전성 분말이라면, 용융시키지 않고 박판 내에 잔류시킬 수 있기 때문이다. 도 4는 실제로 초급랭 천이 제어 분사 장치로 제작한 박판의 구체적인 예로, 박판 내에 B_4C (점선의 동그라미 내)가 잔존하고 있는 것을 확인할 수 있는, 이 B_4C 도 도전성 분말로서 이용하는 것이 가능한 것 중 하나이다.

발명의 효과

[0018] 본 발명에 의해 내식성, 도전성, 성형성이 뛰어난 PEFC용 금속제 세퍼레이터가 낮은 비용으로 제조 가능해진다. 박판의 두께에 관해서는 강철 코일을 이용하는 경우는, 판 두께가 작아짐에 따라 압연 비용의 증가가 생각될 수 있지만, 본 발명의 제조 방법이라면 재료 분말의 공급 속도 저하나 기재와 분사 건의 상태 속도 저하 등에 따라 용이하게 판 두께 저감의 조정이 가능해진다.

[0019] 본 발명의 박판(薄板)은, 모상의 부분에서 내식성이 높고, 도전성 재료를 갖기 때문에 도전성에 뛰어나다. 또, 성형성 및 제조 원가의 면에서도 유리하기 때문에 PEFC용 금속제 세퍼레이터로 하는 것에 매우 적합하다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은, 초급랭 천이 제어 분사 장치의 사용 상황을 나타내는 측면도이고,

도 2는, 대형의 초급랭 천이 제어 분사 장치를 나타내는 측면도(도(a))와 저면도(도(b))이고,

도 3은, 박판 제조 라인의 전체 외관을 나타내는 측면도이고,

도 4는, B₄C 2.5wt% 혼합 SUS316L 박판의 단면을 보여주는 현미경 조직 사진이고,

도 5는, 도 4의 SUS316L 모상 EDX의 결과를 나타내는 선(線) 도면이고,

도 6은, 도 2의 초급랭 천이 제어 분사 장치에 관해서 상류측 및 하류측 미스트 각도를 나타내는 측면도이고,

도 7은, C 0.3wt% 혼합 Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄ 박판의 단면을 보여주는 현미경 조직 사진이고,

도 8은, 측정 회로 1을 나타내는 도면이고,

도 9는, 측정 회로 2를 나타내는 도면이고,

도 10은, 접촉 저항 측정의 결과를 나타내는 선 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 1. 박판 및 시험편(내식성, 접촉 저항)의 제작

[0022] 분사 건(초급랭 천이 제어 분사 장치)으로 사용하는 금속 재료는, Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄(at%)의 조성으로, 직경이 +38/-63 μm로 분급(分級)된 가스 아토마이즈 분말을 사용하였다. 이것은, 급랭하면 금속 유리로서 응고되는 조성이며, 본 발명에서도 과냉각 액체 영역에서 성형 가공할 것을 노리고 이 조성을 선정하였다.

[0023] 상기의 금속 재료에 혼합하는 도전성 분말로서 평균 입경이 5 μm의 인조 흑연(이토 흑연 공업주식회사 제품의 AGB-5)을 사용하였다. (이하, 카본) 이것은 인조 흑연 전극을 분쇄한 것으로 저렴하게 입수할 수 있다.

[0024] Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄와 카본 분말을, 카본이 0.3wt%가 되도록 혼합·교반하여 분사용의 재료로 삼았다. 혼합 후에는 80 °C, 두 시간의 조건으로 건조로(爐)에서 보온하여 수분 제거를 했다. 이는 분말 재료의 분사시에 공급 경로 내에서의 막힘 등을 발생시키지 않고 안정된 분말 공급을 실현할 목적으로 실시하는 것이다.

[0025] 분사 건은, 도 2에 나타내는 초급랭 천이 제어 분사 장치를 이용하였다. 연료에는 산소와 프로판의 혼합 가스가 사용되고 있으며, 폭 방향으로 등간격으로 배열한 분말 분출구(6)의 바깥쪽에 있는 화염 분출구(5)로부터 연소 화염이 분출한다. 분말 분출구(6)에서 분출된 분말 재료는 한번 연소 화염으로 완전히 용융되는데, 용융 직후에 더 바깥쪽에 있는 미스트 분출구(3)에서 분출되는 냉매 미스트에 의해 급랭되면서 기재의 표면에 퇴적되어 가고, 그 결과, 성막(成膜)된다. 이 분사 건은 폭 방향으로 균일하게 재료를 분사하기 때문에 폭 방향으로 균일한 두께를 가진 박판을 제작할 수 있다.

[0026] 상술한 초급랭 천이 제어 분사 장치를, 도 3에 나타내는 박판 제조 라인에 설치했다. 페이오프 릴(7)~코일 권취기(13) 사이에, 두께 2mm × 폭 300mm의 철강 산세정 코일을 세팅하고, 코일 권취기(13) 쪽을 향해서 코일을 움직인다. 우선 예열기(8)로 프로판 화염에 의해 코일이 가열된다. 이어서, 레벨러(9)로, 코일의 형상 보정이 이루어진 후 박판 기재 가열, 균열(均熱) 장치(10)로 코일을 목표의 250°C까지 상승시켰다.

[0027] 목표 온도(250°C)까지 가열된 코일의 표면에, 초급랭 천이 제어 분사 장치 (11)에 의해 혼합 분말로 성막을 하였다. 성막 직후는, 압연기(12)로 10%의 압하(壓下)를 행하고, 코일 권취기(13)에 감아지기 전에 코일에서 박리 시킨 박판(14)을 얻었다. 이때, 압연기(12)로 압하된 직후의 피막 온도는 220~280°C이다. 또한, 일련의 작업 중

에서 코일 속도는 5.7m/min으로 일정하게 하였다. 상술한 박판 제조 조건을 표 1에 나타낸다. 표 1에 있는 상류 측 미스트 각도, 하류 측 미스트 각도란, 미스트 분출 노즐(2)의 코일 이동 방향에 대한 위치 관계와, 코일 평면의 수직 방향에서의 기울기를 나타내며, 상황을 도 6에 나타낸다.

[표1]

합금분말공급량(g/s)	30
프로판가스유량(m ³ /h)	34
산소유량(m ³ /h)	120
정류량 질소 유량(m ³ /h)	400
코일까지의 분사거리(mm)	600
상류측 미스트 각도(°)	9
상류측 미스트 유량(리터/min)	4
하류측 미스트 각도(°)	9
하류측 미스트 유량(리터/min)	4
분사전 코일 표면 온도	250
압연 속도(m/min)	5.7

[0029]

얻어진 박판은, 두께 300μm × 폭 300mm의 사이즈였다. 또한, 박판의 DSC 측정을 행하여 100% 비정질의 리본 재료와 비교해서 85%의 비정질률임을 확인했다. 도 7은 얻어진 박판의 단면 사진으로 Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄의 모상 내에 C(점선의 동그라미 내)가 잔류하고 있음을 확인할 수 있다.

[0031]

그리고 또한, 도전성 분말의 유무에 의한 접촉 저항의 차이를 확인하기 위해 카본 분말을 혼합하지 않는 Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄분말에서도 상술과 같은 순서로 비정질 박판을 제작했다. 최종적으로 제작한 박판은 아래 2종류이다.

[0032]

[표 2]

샘플 No	금속 모상의 조성(at%)	도전성 분말	도전성 분말 혼합률(wt%)
1	Ni ₆₅ Cr ₁₅ P ₁₆ B ₄	없음	-
2	Ni ₆₅ Cr ₁₅ P ₁₆ B ₄	C	0.3

[0033]

2. 접촉 저항 시험

[0034]

제작한 박판으로부터 □35mm사이즈로 마이크로 커터로 잘라내고, 비정질 박판의 반(反) 코일 측(분사한 상태 그대로이기 때문에 Ra10μm 정도의 표면 조도)을 루터로 평활한 표면으로 하였다.

[0036]

재료의 표면에 부동태를 형성시키기 위해 80°C의 pH=3 황산 중에서 2시간의 침지를 수행한 뒤에 시험에 제공하였다.

[0037]

도 8에 나타낸 회로에 1A의 정전류를 흘려서 금 사이(Au-1 - Au-2)의 전위차를 측정하여 음의 법칙에서 저항값을 산출했다. 이 저항값은 회로 중에 2곳 존재하는 Au - 카본(C) 페이퍼의 접촉 저항이므로 2로 나눈 것을 Rc(Au - C페이퍼의 접촉 저항)로 하였다. 또한, 접촉 압력은, 1~7kgf/cm²로 변화시켜서 1kgf/cm²마다 Rc를 산출했다.

[0038]

이어서, 도 9에 나타낸 회로에 마찬가지로 1A의 정전류를 흘려서 Au-1 - 시험편(試驗片) 사이의 전위차를 측정하여 음의 법칙에서 저항값(Ra)을 산출했다. 상술과 마찬가지로 접촉 압력은 1~7kgf/cm²로 변화시켜서 1kgf/cm²마다 Ra를 산출했다. 최종적으로는 아래와 같은 수식에 의해 시험편 - C페이퍼 사이의 접촉 저항값(Rs)을 산출하고, 이 값으로 도전성의 평가를 수행하였다.

[0039]

$$Rs = Ra - Rc$$

[0040]

도 10에 접촉 저항의 측정 결과를 나타낸다. Ni₆₅Cr₁₅P₁₆B₄의 비정질재는, 표면에 부동태를 형성해서 내식성을 발휘하는 것으로, 시험 전의 황산 침지 중에 두 시험편의 표면에는 부동태가 형성되어 있다. 어떤 접촉 압력에서도 C혼합재의 접촉 저항값이 낮아져 있는 것은, 도전체인 C가 부동태 내부에도 존재하고 있기 때문으로 풀이된다. 이 결과로부터, C를 혼합한 분말 재료를 이용해서 초급랭 천이 제어 분사 장치로 금속 박판을 제작함으로써 부동태 형성에 의해 높아지는 접촉 저항을 줄일 수 있다고 할 수 있다.

[0041] 3. 내식성 시험

[0042] 제작한 No2의 박판(C혼합)에서, □20mm사이즈로 마이크로 커터로 잘라내고 그 상태 그대로 시험에 제공하였다. 침지할 약물로는 pH=3의 황산(80°C)을 준비하여 24시간 침지하였다. 침지 전후의 시험편 중량을 측정해서, 중량 변화와 비중으로부터 부식 속도($\mu\text{m}/\text{year}$)을 산출했다.

[0043] 결과는 3 $\mu\text{m}/\text{year}$ 로 PEFC용 세퍼레이터로서는 충분한 내식성을 확인했다.

[0044] 상술한 바와 같이 본 발명의 도전성 분말을 혼합한 박판으로 PEFC용 세퍼레이터에 필요한 도전성, 내식성을 만족할 수 있음을 확인했다.

부호의 설명

[0045] 1; 분말 공급관

2; 미스트 분출 노즐

3; 미스트 분출구

4; 불활성 가스 분출구

5; 화염 분출구

6; 분말 분출구

7; 페이오프 릴

8; 예열기

9; 레벨러

10; 박판 기재 가열, 균열(均熱) 장치

11; 초급랭 천이 제어 분사 장치

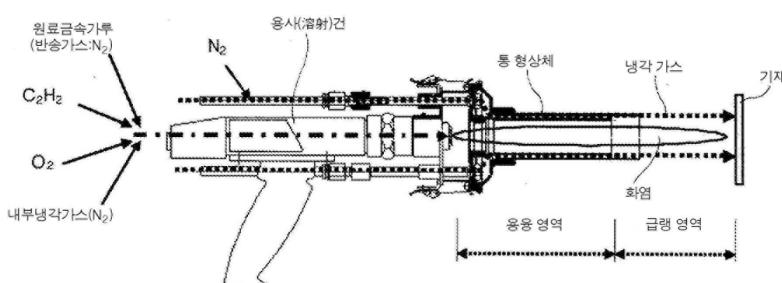
12; 압연기

13; 코일 권취기

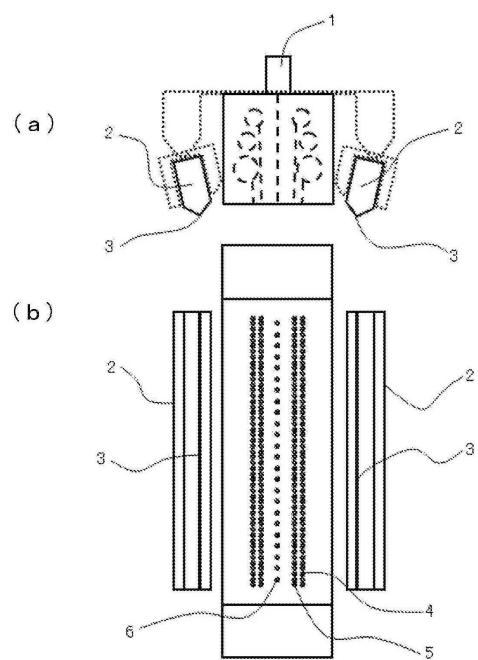
14; 박리시킨 박판

도면

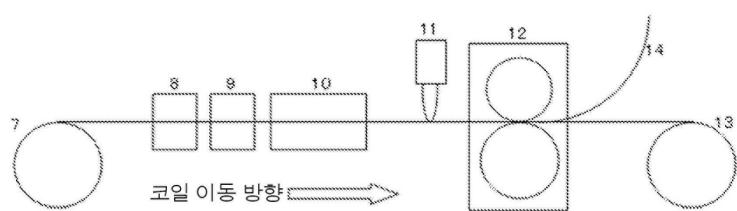
도면1



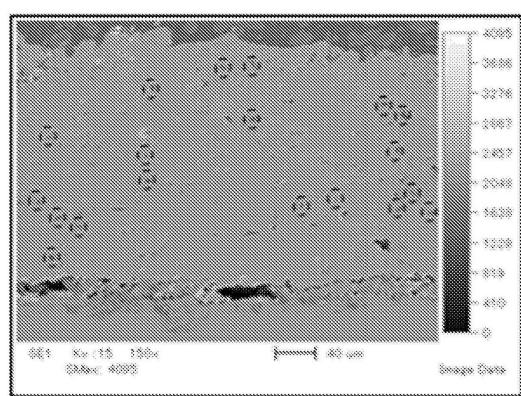
도면2



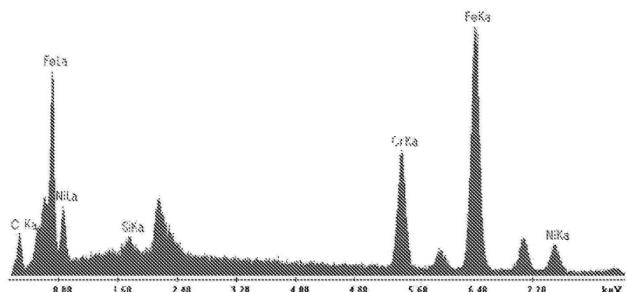
도면3



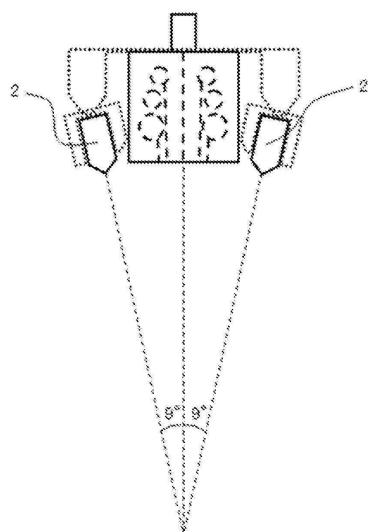
도면4



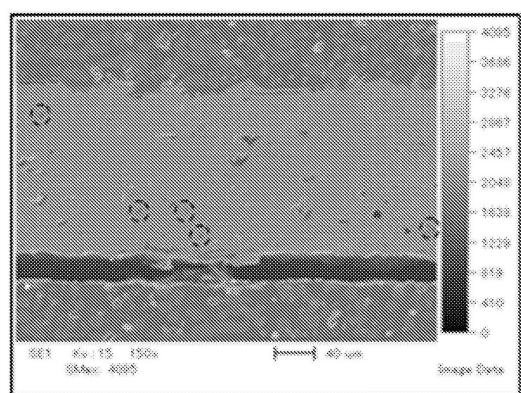
도면5



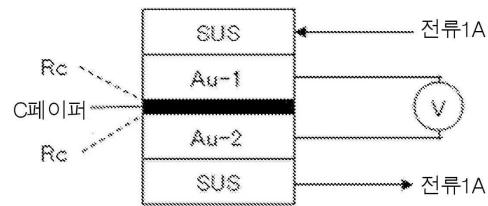
도면6



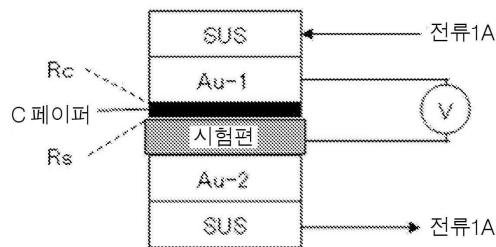
도면7



도면8



도면9



도면10

