

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2016-0051978 (43) 공개일자 2016년05월12일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) H01M 4/88 (2006.01) H01M 4/90 (2006.01) H01M 8/10 (2016.01) (21) 출원번호 10-2014-0149511 (22) 출원일자 2014년10월30일 심사청구일자 2014년10월30일	(71) 출원인 현대자동차주식회사 서울특별시 서초구 현릉로 12 (양재동) 한국과학기술원 대전광역시 유성구 대학로 291(구성동) (72) 발명자 홍보기 서울특별시 송파구 양재대로72길 5, 올림픽파크 동부센트레빌 101동 801호 정병현 경기도 성남시 분당구 성남대로 393, 두산위브과 빌리온 A동 2913호 (뒷면에 계속) (74) 대리인 한라특허법인(유한)

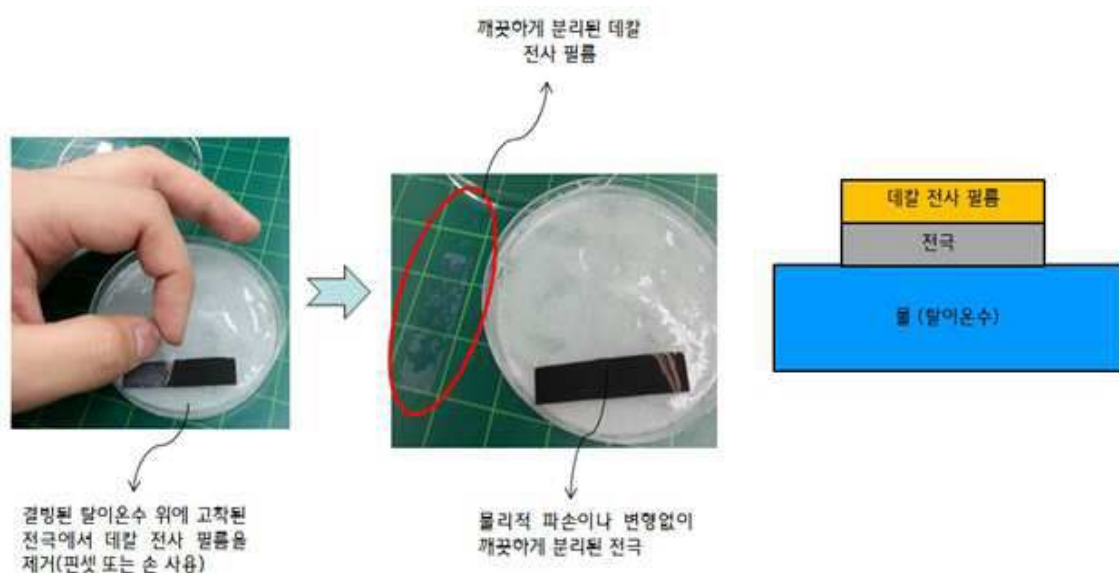
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **연료전지의 고분자 전해질막-전극 접합체용 전극의 분리방법과 그 장치**

(57) 요약

본 발명은 연료전지 연료전지의 고분자 전해질막-전극 접합체용 전극의 분리방법과 그 장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 연료전지의 고분자 전해질막-전극 접합체(MEA; Membrane-Electrode Assembly)용 전극으로서 데칼 전사필름(Decal Transfer Film)에 코팅되어 있는 전극 시편에 대하여 물에 결빙시키는 결빙방법으로 전극만을 손상 없이 그대로 분리하는 새로운 분리방법을 적용함으로써, 고가의 MEA를 파단 또는 변형시키지 않고서도 용이하고 신속하게 전극만을 분리하여 전극의 기계적 물성을 사전에 신속하게 정량화할 수 있게 하여 내구성이 우수한 MEA를 개발하기 위해 필수적인 장기간 내구 평가 기간을 획기적으로 단축시킬 수 있는 새로운 전극 분리방법과 그 장치에 관한 것이다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

김택수

대전광역시 유성구 송림로 13, 509동 1102호

김재한

대전광역시 동구 백룡로5번길 85, 401호

김산위

경기도 안양시 동안구 학의로 408번길 34, 대우아파트 112동 1305호

명세서

청구범위

청구항 1

연료전지용 전해질막-전극 집합체(MEA)에 사용되는 전극을 데칼 전사 필름에 코팅하여 전극 시편을 준비하는 단계;

데칼 전사 필름에 코팅된 전극 시편을 탈이온수 표면 위에 띄워서 침지하는 단계;

전극 시편이 탈이온수 표면 위에서 침지된 상태에서 탈이온수를 결빙시키는 단계;

결빙된 얼음 위에 고착된 전극 시편으로부터 데칼 전사 필름을 제거하는 단계; 및

탈이온수를 해동시켜서 전극만을 분리해내는 단계

를 포함하는 것을 특징으로 하는 연료전지 MEA용 전극 분리방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서, 전극 시편의 준비 단계는 백금 촉매가 담지된 탄소(Pt/C)와 이오노머 바인더(Ionomer Binder)를 포함하는 촉매잉크를 데칼 전사 필름 위에 코팅하고 건조하여 데칼 전사 필름에 코팅된 형태로 전극이 생성되어 있는 전극 시편을 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 전극 분리방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서, 탈이온수는 고유저항이 10 MΩ cm 이상인 것을 특징으로 하는 전극 분리방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서, 데칼 전사 필름은 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE: Polytetrafluoroethylene), 폴리에틸렌 테레프탈레이트(PET: Poly(ethylene terephthalate)), 폴리부틸렌테레프탈레이트(PBT: Poly(butylene terephthalate)), 폴리티리메틸렌테레프탈레이트(PTT: Poly(trimethylene terephthalate)), 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN: Poly(ethylene naphthalate)) 및 폴리이미드(PI: Polyimide) 중에서 선택된 것을 특징으로 하는 전극 분리방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서, 전극 시편을 탈이온수에 침지하는 단계에서 전극 시편 중에서 전극이 탈이온수 쪽의 아래를 향하도록 하고 데칼 전사 필름이 위를 향하도록 침지하는 것을 특징으로 하는 전극 분리방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서, 상기 탈이온수를 결빙시키는 단계 이전에 추가적으로 미리 탈이온수를 끓여서 탈이온수 중에 존재하는 기포 제거 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 전극 분리방법.

청구항 7

연료전지용 전해질막-전극 집합체(MEA)에 사용되는 전극이 데칼 전사 필름에 코팅되어 이루어진 전극 시편과,

탈이온수를 포함하고 상기 전극 시편이 탈이온수에 담겨진 채 결빙 가능하도록 냉동수단을 구비한 시편 시험관과, 상기 결빙된 탈이온수를 가온하여 해동시키기 위한 해동수단을 구비한 것을 특징으로 하는 연료전지용 MEA의 전극 분리장치.

청구항 8

청구항 7에 있어서, 추가적으로 시편의 결빙상태에서 데칼 전사 필름의 제거를 위한 필름제거수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 전극 분리장치.

청구항 9

청구항 7에 있어서, 해동수단은 탈이온수의 가열을 통해 결빙 이전에 탈이온수를 끓여 기포를 제거할 때도 사용되고 동시에 탈이온수의 결빙 이후에는 결빙된 얼음을 해동을 하는데도 이용될 수 있도록 구성된 것을 특징으로 하는 전극 분리장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 연료전지의 고분자 전해질막-전극 접합체용 전극의 분리방법과 그 장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 연료전지의 고분자 전해질막-전극 접합체(MEA: Membrane-Electrode Assembly)용 전극으로서 데칼 전사필름(Decal Transfer Film)에 코팅되어 있는 전극 시편에 대하여 물에 결빙시키는 결빙법으로 전극만을 손상 없이 그대로 분리하는 새로운 분리방법을 적용함으로써, 고가의 MEA를 파단 또는 변형시키지 않고서도 용이하고 신속하게 전극만을 분리하여 전극의 기계적 물성을 사전에 신속하게 정량화할 수 있게 하여 내구성이 우수한 MEA를 개발하기 위해 필수적인 장기간 내구 평가 기간을 획기적으로 단축시킬 수 있는 새로운 전극 분리방법과 그 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 자동차용 연료전지로서 고분자 전해질 막 연료전지(PEMFC: Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell)가 광범위하게 적용되고 있다. 이러한 고분자 전해질 막 연료전지의 단위 셀(Cell)을 수 백장 적층하여 스택(Stack)으로 제작한 후 이를 차량에 탑재하여 다양한 운전조건에서 최소 수십 kW이상 높은 출력 성능을 정상적으로 발현하려면, 연료전지의 단위 셀이 넓은 전류 밀도 범위에서 안정적으로 작동 가능해야 한다(S. Park, J. Lee, and B. N. Popov, *J. Power Sources*, **177**, 457 (2008)).

[0003] 상기 연료전지의 전기 생성을 위한 반응 메커니즘을 보면, 연료전지의 고분자 전해질 막-전극 접합체(MEA: Membrane Electrode Assembly) 내의 산화극인 애노드(Anode)에 공급된 수소가 수소 이온(Proton)과 전자로 분리된 후, 수소 이온은 고분자 전해질 막을 통해 환원극인 캐소드(Cathode)쪽으로 이동하고, 전자는 외부 회로를 통해 캐소드로 이동하게 되며, 상기 캐소드에서 산소 분자, 수소 이온 및 전자가 함께 반응하여 전기와 열을 생성함과 동시에 반응 부산물로서 물을 생성하게 된다. 연료전지 내에서 전기화학 반응시 생성되는 물은 적절한 양이 존재하면 MEA의 가습성을 유지시켜 주는 바람직한 역할을 하지만, 과량의 물이 발생하는 경우에는 이를 적절히 제거해 주지 않으면 높은 전류밀도에서 "물 범람(Flooding)" 현상이 발생하게 되고, 이 범람된 물은 반응 기체들이 효율적으로 연료전지 셀 내까지 공급되는 것을 방해하는 역할을 하여 전압 손실이 더욱 더 커지게 된다.

[0004] 상기와 같이 고분자 전해질 막 연료전지는 수소와 공기 중 산소의 전기화학 반응에 의해 물이 생성되기 때문에 영하의 저온부터 상온 이상의 온도 범위에서 계속 냉해동(Freeze/Thaw) 사이클을 반복하게 되면, MEA 및 기체확산층(Gas Diffusion Layer) 등 연료전지 셀 부품 및 부품 간 계면(Interface)의 물리적 파손이 발생하여 전기화학적 성능 및 내구성이 저하될 수 있다(B. K. Hong, K. Han, S. H. Kim, J. J. Ko, *US 2012/0141902 A1* (2012); Q. Guo and Z. Qi, *J. Power Sources*, **160**, 1269 (2006); C. Lee and W. Merida, *J. Power Sources*, **164**, 141 (2007); S. Kim, B. K. Ahn, and M. M. Mench, *J. Power Sources*, **179**, 140 (2008); S. J. Lim, G.

G. Park, J. S. Park, Y. J. Sohn, S. D. Yim, T. H. Yang, B. K. Hong, and C. S. Kim, *Int. J. Hydrogen Energy*, **35**, 13111 (2010); M. Luo, C. Huang, W. Liu, Z. Luo, and M. Pan, *Int. J. Hydrogen Energy*, **35**, 2986 (2010)). 그러므로 연료전지에서 냉해동 내구성을 증가시키기 위해서는 MEA내 전극의 강건성이 중요하다. 특히, 냉해동시 MEA내 얼음의 생성 및 성장 조건에서도 전극이 변형되거나 파단되지 않아야 하고 또한 전극이 MEA의 전해질 막에 잘 부착되어 있으면서 동시에 전극 촉매끼리도 잘 결합되어 있는 것이 필수적이다.

[0005] 또한, 연료전지는 MEA내 전해질 막에 물을 공급하기 위해 일반적으로 외부 가습기(External Humidifier)를 사용하여 가습을 한다. 또한 통상 60°C 이상의 고온에서 셀을 운전하고 전기화학 반응에 의한 자체 발열(Heat Generation) 때문에 탈습이 반복적으로 발생하기 때문에 MEA에서는 반복적인 건조-젖음 (Dry-Wet Cycling) 현상이 발생하게 된다. 이러한 Dry-Wet Cycling 조건에서는 MEA에 주름형 변형(Wrinkle Deformation)이 발생할 수 있기 때문에 연료전지 MEA의 내구성을 잘 유지하기 위해서는 전해질 막의 강건성 뿐만 아니라 전해질 막에 부착되어 있는 전극의 강건성 또한 중요하다(T. Uchiyama, M. Kato, T. Yoshida, *J. Power Sources*, **206**, 37 (2012)).

[0006] 그러나 이와 같이 연료전지에서 중요한 MEA의 냉해동 내구성이나 건조-젖음 내구성은 일반적으로 수개월 이상의 평가 기간이 소요되기 때문에 내구성이 우수한 MEA를 개발하여 상업화하기 위한 구조 인자를 단기간 내에 도출하는데 많은 어려움이 발생한다.

[0007] 따라서 이러한 MEA의 장기 내구성과 밀접한 관련이 있는 전극 자체의 기계적 물성을 정량화하는 것이 필수적이다. 그러나 전극 자체는 작은 외부 스트레스나 충격에도 쉽게 파손되거나 변형되기 때문에 이러한 전극의 파손이나 변형없이 전극만을 별도로 분리하는 것은 실질적으로 불가능하여 종래 이러한 것이 시도되지 않았다. 일반적으로 MEA용 전극은 먼저 촉매 잉크(Catalyst Ink)를 제조한 후 이를 데칼 전사 필름(Decal Transfer Film) 위에 코팅하여 제조할 수 있다(H. J. Cho, H. Jang, S. Lim, E.A. Cho, T.-H. Lim, I.-H. Oh, H.-J. Kim, J. H. Jang, *Int. J. Hydrogen Energy*, **36**, 12465 (2011)). 이때, 촉매 잉크는 탄소 위에 담지된 백금 촉매(Pt/C), 이오노머 바인더(Ionomer Binder) 등을 이소프로필 알코올(Isopropyl Alcohol), 탈이온수(Deionized Water) 등 용매들과 혼합하여 섞은 후 데칼 전사 필름 위에 코팅 후 건조하여 전극을 제조한다.

[0008] 종래 이러한 MEA에 이미 접합된 전극의 기계적 물성을 DCB(Double Cantilever Beam) 방법을 사용하여 측정하려는 시도가 있었다(R. Jia, S. Dong, T. Hasegawa, J. Ye, R. H. Dauskardt, *Int. J. Hydrogen Energy*, **37**, 6790 (2012)). 그러나 이러한 종래 방법은 전극 자체의 고유 특성이 데칼 전사 필름 위에 코팅된 전극을 전해질 막 위에 전사시킬 때 가해지는 고온(일반적으로 100 °C 이상)과 물리적 압력에 의해 변형될 수 있고 또한 고가의 MEA를 파괴 검사해야 한다고 하는 단점이 있다. 따라서 전극을 전해질 막 위에 전사하기 전에 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극을 그대로 분리하여 그 기계적 물성을 정량화할 수만 있다면 전극 자체의 고유 특성을 이해할 수 있고 고가의 MEA를 파단하지 않아도 되며 장기간의 MEA 내구성 실제 평가를 진행하기 전에 불량한 MEA 샘플을 사전에 걸러내어(Screening) 강건한 MEA 개발 효율성을 높일 수 있는 많은 장점들이 있다.

[0009] 그러나 아직까지 이렇게 전극을 전해질 막 위에 전사하기 전에 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극을 그대로 분리하여 그 기계적 물성을 정량화할 수 있는 방법이 제안된 바 없다.

[0010] 기존에 복수 소재의 적층 부재를 분리하는 방법으로 접합층 사이에 얼음 등의 고체입자를 분사하여 분리하는 방법(일본공개특허 제2001-177080호), 기관 위에 성장된 결정박막 분리를 위해 기관과 결정박막층 사이의 미세 공간 사이로 액체를 주입하고 결빙시켜 결빙에 의한 팽창으로 분리하는 방법(한국공개특허 제2010-48922호), 반도체 기관, 분리층, 반도체층 구조에서 얼음에 의해 분리층을 냉각하여 팽창과 수축에 의한 응력에 의해 분리층의 강도를 저하시킴으로써 분리하는 방법(일본공개특허 제2001-85715호), 실온 이하의 온도로 냉각하여 접합체의 도너 기관을 박리하는 방법(일본공개특허 제2010-263038호) 등의 냉각 기법이 제안되어 있다.

[0011] 그러나 이러한 기존의 층분리 방법은 층분리 과정에서 분리되는 대상물이 훼손되거나 완전한 층분리가 이루어지지 않는 문제가 있어서, 연료전지 MEA용 전극을 분리하는 방법으로 적용하기가 불가능하고, 특히 분리과정에서의 손상 등으로 인해 연료전지 MEA용 전극을 분리하여 정량화할 수 있는 상태로 온전하게 분리하는 방법으로 적용하기에는 불가능한 문제가 있다.

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) 1. 일본공개특허 제2001-177080호
(특허문헌 0002) 2. 한국공개특허 제2010-48922호
(특허문헌 0003) 3. 일본공개특허 제2001-85715호
(특허문헌 0004) 4. 일본공개특허 제2010-263038호

비특허문헌

- [0013] (비특허문헌 0001) 1. H. J. Cho, H. Jang, S. Lim, E.A. Cho, T.-H. Lim, I.-H. Oh, H.-J. Kim, J. H. Jang, Int. J. Hydrogen Energy, 36, 12465 (2011)
(비특허문헌 0002) 2. R. Jia, S. Dong, T. Hasegawa, J. Ye, R. H. Dauskardt, Int. J. Hydrogen Energy, 37, 6790 (2012)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0014] 본 발명은 연료전지 MEA용 전극을 전해질 막 위에 전사하기 전에 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극을 그대로 분리하여 그 기계적 물성을 정량화함으로써 전극 자체의 고유 특성을 이해할 수 있고 고가의 MEA를 파단하지 않아도 되며, 장기간의 MEA 내구성 실제 평가를 진행하기 전에 불량한 MEA 샘플을 사전에 걸러내어 (Screening) 강건한 MEA 개발 효율성을 높일 수 있는 전극 분리방법의 새로운 제안을 해결 과제로 한다.
- [0015] 따라서 본 발명의 목적은 연료전지 MEA용 전극을 전해질 막 위에 전사하기 전에, 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 상태에서 손상없이 용이하게 분리하는 방법을 제공하는데 있다.
- [0016] 또한, 본 발명의 다른 목적은 연료전지 MEA용 전극에 대하여 간편하고 신속하게 정량화할 수 있도록 데칼 전사 필름에 코팅된 전극을 분리하는 방법을 제공하는데 있다.
- [0017] 또한 본 발명의 또 다른 목적은 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 연료전지 MEA용 전극을 간편하게 분리하는 장치를 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0018] 위와 같은 본 발명의 과제 해결을 위해, 본 발명은 연료전지용 전해질막-전극 접합체(MEA)에 사용되는 전극을 데칼 전사 필름에 코팅하여 전극 시편을 준비하는 단계; 데칼 전사 필름에 코팅된 전극 시편을 탈이온수의 표면 위에 띄워서 침지(Soaking an electrode by floating it on deionized water surface)하는 단계; 전극 시편이 탈이온수의 표면 위에서 침지된 상태에서 탈이온수를 결빙시키는 단계; 결빙된 얼음 위에 고착된 전극 시편으로부터 데칼 전사 필름을 제거하는 단계; 및 얼음을 해동시켜서 전극만을 분리해내는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 연료전지용 MEA의 전극 분리방법을 제공한다.
- [0019] 또한, 본 발명은 연료전지용 전해질막-전극 접합체(MEA)에 사용되는 전극이 데칼 전사 필름에 코팅되어 이루어진 전극 시편과, 탈이온수를 포함하고 상기 전극 시편이 탈이온수에 담겨진 채 결빙 가능하도록 냉동수단을 구비한 시편 시험관과, 상기 결빙된 탈이온수를 가온하여 해동시키기 위한 해동수단을 구비한 것을 특징으로 하는 연료전지용 MEA의 전극 분리장치를 제공한다.

발명의 효과

- [0020] 본 발명에 따른 전극 분리방법은 연료전지 MEA용 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극만을 용이하게 그대로 분

리할 수 있어서, 신속하고 용이하게 전극의 기계적 물성을 정량화할 수 있게 함으로써, 고가의 MEA를 판단하지 않아도 되며 내구성이 우수한 MEA를 개발하기 위해 필수적인 장기간 내구 평가 기간을 획기적으로 단축시킬 수 있게 하는 것이다.

[0021] 이러한 전극 분리 및 기계적 물성을 정량화하는 기술은 전극을 파손이나 변형없이 분리하는 것이 실질적으로 불가능하기 때문에 종래 전혀 시도되지 않은 것으로서 종래에 비하여 간단하고 경제적으로 전극의 정량화가 가능한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0022] 도 1은 본 발명에 따른 연료전지용 MEA의 전극 분리장치에 관한 도면이다.

도 2는 본 발명의 실시예로서 전극을 탈이온수 표면에 직접 접촉시키고 결빙시켜 전극을 분리하는 방식(EOWS)의 분리상태를 나타내는 사진과 그 단면 구조의 적용 모식도이다.

도 3은 비교예로서 데칼 전사 필름을 탈이온수 표면에 직접 접촉시키고 결빙시켜 전극을 분리하는 방식(FOWS)의 분리상태를 나타내는 사진과 그 단면 구조의 적용 모식도이다.

도 4는 본 발명에 따른 비교예와 실시예의 비교로서, (a)는 일반 수돗물 사용, (b)는 소금물 사용, (c)는 본 발명의 탈이온수의 사용에 의해 전극을 분리한 상태를 보여주는 사진이다.

도 5는 본 발명에 따른 실시예에서 탈이온수를 끓여 기포를 제거한 후의 전극 분리상태 사진으로서, 각각 (a)는 백금 촉매량이 0.2 mg-Pt/cm^2 인 전극의 경우이고, (b)는 백금 촉매량이 0.4 mg-Pt/cm^2 인 전극의 경우이다.

도 6은 본 발명에 따른 실시예에서 (a) 탈이온수를 끓이고 식혀서 기포를 제거한 후에 사용한 경우의 적용 예와 (b) 탈이온수의 기포를 제거하지 않고 그대로 사용한 경우의 적용 예에 대한 각각의 전극 분리상태 사진이다.

도 7은 비교예로서 전극 시편을 손을 이용하여 분리하는 경우 전극의 분리가 불가능함을 보여주는 사진이다.

도 8은 비교예로서 전극 시편을 구리판 위에 열로써 압착하여 고정시킨 후 전극을 분리한 상태를 보여주는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 이하, 본 발명을 하나의 구현예로서 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다.

[0024] 본 발명은 연료전지용 전해질막-전극 접합체(MEA)에 적용되는 전극의 정량화를 위해, 데칼 전사 필름에 코팅된 전극을 물, 특히 탈이온수에 띄우고 결빙시켜 전극만을 분리하는 것으로 특징으로 하는 연료전지용 MEA의 전극 분리 방법 및 장치에 관한 것이다.

[0025] 본 발명에 따르면, 전극 정량화를 위한 시편으로서, 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극 시편을 탈이온수에서 결빙시켜 전극 시편 내에 있는 이오노머와 물(탈이온수)의 결합력(Interaction Force)을 전극-데칼 전사 필름간 결합력 대비 크게 함으로써 전극만을 용이하게 분리해 낼 수 있다. 이렇게 분리된 전극은 손상없이 매우 용이하게 분리되므로 분리된 전극을 가지고 직접 기계적 물성을 측정하면 전극의 물성에 대한 정량화가 가능해진다.

[0026] 본 발명에서는 전극 시편의 분리를 위해 연료전지용 전해질막-전극 접합체(MEA)에 사용되는 전극을 데칼 전사 필름에 코팅하여 전극 시편을 준비하는 단계를 거친다.

[0027] 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 이러한 전극 시편의 준비 단계에서는 예컨대, 백금 촉매가 담지된 탄소(Pt/C)와 이오노머 바인더(Ionomer Binder)를 포함하는 촉매잉크를 데칼 전사 필름 위에 코팅하고 건조하면 데칼 전사 필름에 코팅된 형태로 전극이 생성되어 있는 전극 시편을 제조할 수 있다.

[0028] 본 발명에 따르면 상기 전극 시편에서 촉매 잉크 제조 시 탄소 위에 담지된 백금 촉매는 30~50 wt%의 함량으로 Pt/C 촉매를 담지하는 것이 바람직하다. 또한 교체상 전극 내에서 이오노머 바인더의 함량은 20~40 wt%인 것이 바람직하다. 이때 이오노머 바인더는 예컨대 10~30 wt%의 불소술폰산계(Perfluorinated Sulfonic Acid) 나피온 이오노머 분산액(Nafion Ionomer Dispersion)이 사용될 수 있다.

[0029] 본 발명의 바람직한 구현예에 의하면, 촉매 잉크는 탄소 위에 담지된 백금 촉매와 이오노머 바인더를 탈이온수

와 이소프로필알코올 등의 용매들과 혼합하고 교반한 다음 초음파 처리하여 제조할 수 있다.

- [0030] 이러한 촉매 잉크는 데칼 전사 필름에 코팅한 후 충분히 건조하여 전극 시편을 제조할 수 있다. 이때, 데칼 전사 필름 위에 형성되는 전극은 촉매의 잉크량 또는 코팅 두께를 조절하여 전극 시편의 건조 후 그 전극내의 백금 촉매 로딩 량(Pt Catalyst Loading)이 $0.01 \sim 1 \text{ mg-Pt/cm}^2$, 더욱 바람직하게는 $0.05 \sim 0.5 \text{ mg-Pt/cm}^2$ 이 되도록 하는 것이 좋다. 만일, 그 로딩량이 너무 적으면 전극을 데칼전사필름 위에 균일하게 코팅하기 어렵고 또한 전극 분리시 파손이 발생하게 되는 반면, 너무 많으면 경제적으로 불리하다.
- [0031] 따라서 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 전극 시편 건조 후 백금촉매 로딩량이 상기 조건을 만족하기 위해서는 전극 시편 제조시, 전극내 백금 촉매 사용량은 $0.05 \sim 0.4 \text{ mg-Pt/cm}^2$ 으로 하고, 바인더 사용량은 30 wt%로 하였다.
- [0032] 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 데칼 전사 필름으로는 기계적 물성이 우수하고 핫 프레스(Hot Press) 또는 롤 라미네이션(Roll Lamination) 공정에 의한 MEA 제조시 전극과의 분리성이 우수한 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE: Polytetrafluoroethylene), 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET: Poly(ethylene terephthalate)), 폴리부틸렌테레프탈레이트(PBT: Poly(butylene terephthalate)), 폴리티리메틸렌테레프탈레이트(PTT: Poly(trimethylene terephthalate)), 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN: Poly(ethylene naphthalate)) 및 폴리이미드(PI: Polyimide) 중에서 선택된 것을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN)를 사용할 수 있다.
- [0033] 상기와 같이 제조된 데칼 전사 필름에 코팅된 전극 시편은 물에 침지하는 단계를 거친다.
- [0034] 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면, 시편을 침지하는 물은 탈이온수를 사용하는 것이 바람직하다. 이때, 사용되는 물이 일반적인 수도물인 경우에는 전극 분리시 전극 파손이 많이 발생하고 부분적 분리만 일어나서 바람직하지 않으며, 수도물 내 이온 등의 불순물이 물-전극의 결합력을 약화시켜서 부분 파손이 발생할 수 있다. 따라서 얼음이 녹은 뒤 전극이 원래 형태를 유지하지 못하고 조각 조각 분리가 된다. 또한 소금물 등 이온수를 사용하는 경우에도 소금의 Na^+ 이온 때문에 전극 내에 함유된 이오노머와 물이 잘 결합하지 않아서 전극 분리가 제대로 일어나지 않는 문제가 있다. 반면에, 탈이온수를 사용하는 경우에는 전체적으로 매우 균일한 형태로 전극 분리가 일어나며, 얼음이 녹은 뒤에도 전극의 형태가 파괴되거나 붕괴되지 않고 잘 유지될 수 있다. 그러므로 본 발명에서 물은 별도의 설명이 없는 한 탈이온수를 의미한다.
- [0035] 본 발명의 바람직한 구현 예에 따르면 탈이온수는 고유저항이 $10 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 그 이유는 탈이온수의 고유저항값이 $10 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ 미만인 경우 이온화도가 증가하여 전극을 오염(Contamination)시킬 수 있기 때문이다.
- [0036] 본 발명에 따르면, 전극 시편을 탈이온수에 침지하는 단계에서 전극 시편 중에서 전극이 물 쪽의 아래를 향하도록 하고 데칼 전사 필름이 위를 향하도록 침지한다. 즉, 전극 시편을 물 표면 위에 띄워서 침지할 때 물의 수면과 동일한 정도로 전극 시편을 침지하되 물 쪽에 전극을 위치시키고 결빙시키는 것이 전극의 파손이나 변형 없이 데칼 전사 필름으로부터 전극을 쉽게 분리할 수 있도록 하는데 바람직하다. 그 이유는 물-전극 간의 물리적 결합력이 결빙에 의해 증가하여 전극-데칼 전사 필름간의 결합력을 능가하기 때문이다. 만일, 물 쪽에 데칼 전사 필름이 위치되도록 하는 경우에는 데칼 전사 필름-물 간의 결합력이 매우 약해서 결빙된다고 하더라도 그 물리적 결합력 증가가 미미하여 전극 시편에서의 데칼 전사 필름-전극 간의 결합력을 능가할 수 없기 때문에 데칼 전사 필름으로부터 전극을 분리할 수 없다. 이러한 물 위에 전극 시편의 침지단계에서 본 발명에 따라 전극 시편을 물에 띄우게 되면 물이 전극으로 흡수하게 되는 상태가 되는 것이다.
- [0037] 상기와 같이 전극 시편을 탈이온수에 침지시킨 다음에는 결빙 단계를 시행한다. 결빙 단계에서는 바람직하게는 결빙기를 이용할 수 있는데, 결빙기에는 적당량의 탈이온수가 채워져 있어서 통상의 방법으로 결빙을 수행한다. 이때 결빙 온도는 탈이온수가 충분히 결빙되는 정도면 충분하고, 통상적으로는 1 ~ 6시간 정도면 결빙이 가능하나 바람직하게는 2~6 시간 결빙시킬 수 있다. 만일 결빙이 제대로 되지 않은 상태에서 데칼 전사 필름을 분리하게 되면 분리가 잘 일어나지 않게 된다.
- [0038] 본 발명의 바람직한 구현예에 따르면 상기 결빙 단계 이전에 추가적으로 물, 즉 탈이온수 중에 존재하는 기포 제거 단계를 거칠 수 있다.
- [0039] 기포 제거 단계는 물을 끓여서 물 중에 존재하는 기포를 제거하는 단계로서 물을 끓인 후 결빙이 시행되도록 하면 물 중에 존재하는 기포가 제거되어 전극 시편의 전극과 물 사이에 결합력이 균일하고 더욱 바람직하게 유지

될 수 있게 하여 전극 분리 과정에서 전극의 파손을 방지하기 위한 것이다. 이러한 기포 제거단계를 거치지 않는 경우는 물 중에 존재하는 기포량이 많게 되면 결빙 후에 전극 시편으로부터 데칼 전사 필름을 제거하는 전극 분리 과정에서 전극의 부분 파손 발생 확률이 증가할 수 있다.

[0040] 본 발명에 따르면, 결빙 단계를 거친 다음에는 결빙된 얼음 위에 고착된 전극 시편으로부터 데칼 전사 필름을 제거하는 단계를 거친다.

[0041] 이 단계는 전극 시편이 물(탈이온수)에 결빙되어 있는 상태에서 데칼 전사 필름만을 벗겨내어 제거하는 과정이다. 이렇게 하면 시편 전극에서 전극의 파손 없이 데칼 전사 필름만 분리되어 용이하게 전극 분리가 가능해진다. 이때 전극 분리는 손으로 분리가 가능하고, 경우에 따라서는 기계적인 필름 박리수단을 이용하여 효과적으로 데칼 전사 필름을 제거할 수도 있다.

[0042] 이와 같이 결빙된 시편으로부터 데칼 전사 필름을 제거한 이후에는 결빙된 탈이온수를 해동시켜서 전극만을 분리해내는 단계를 거친다.

[0043] 이 단계에서는 전극 시편으로부터 이미 데칼 전사 필름이 제거된 상태이므로 결빙된 물을 해동시키게 되면 전극만이 분리되어 남겨진 채 해동된 물에 떠 있게 되므로 분리된 전극을 아무런 손상 없이 보존할 수 있게 된다. 이때 해동은 서서히 해동하는 것이 바람직하며, 통상의 해동을 위한 가열 수단을 구비하여 해동시킬 수 있다. 물이 해동된 상태에서는 전극만이 분리된 채 물에 떠 있게 되므로 전극을 용이하게 수거할 수 있으며, 이러한 전극 분리 단계를 거쳐 얻어진 전극은 아무런 손상 없이 분리되기 때문에 기계적 물성 등을 측정하기 위한 전극 정량화를 위한 시편으로 바람직하게 활용될 수 있다.

[0044] 본 발명에 따르면 상기와 같은 전극 분리방법을 이용하여 데칼 전사 필름이 코팅된 전극으로부터 전극을 분리하게 되면, 기존의 전극 분리방법에 비해 용이하고 신속하게 전극 분리가 가능하고, 전극 분리 과정에서 전극이 파손되는 일이 거의 없어서 전극 물성 정량화를 경제적으로 실행할 수 있는 것이다.

[0045] 이와 같이, 본 발명에 따르면, 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극을 물에서 결빙시켜 전극 내에 있는 이오노머와 물과의 결합력(Interaction Force)을 전극-데칼 전사 필름간 결합력이 비해 더 크게 함으로써 전극으로부터 데칼 전사 필름을 제거하고 물이 해동된 이후에 물에 떠 있는 전극만을 용이하게 분리해 낼 수 있는 것이다.

[0046] 한편, 본 발명에 따르면 상기와 같은 전극 분리 방법을 이용하기에 적합한 전극 분리장치를 포함한다. 일반적으로 자동차용 연료전지의 MEA에 사용하는 전극은 전술한 바와 같이 Pt/C 촉매와 이오노머 바인더로서 구성된다. 본 발명에 사용된 이오노머 바인더는 과불소 술폰산계인데, 이러한 분자 구조의 이오노머는 액상의 물(Liquid Water)과 강한 결합(Strong Interaction)을 형성할 수 있다(K. Jiao and X. Li, *Progress in Energy and Combustion Science*, **37**, 221 (2011); E. L. Thompson, T. W. Capehart, T. J. Fuller, and J. Jorne, *J. Electrochem. Soc.*, **153**, A2351 (2006)). 또한 전극은 다공체 구조(Porous Structure)이기 때문에 기공들(Pores)이 존재하여 액상 물에 전극을 직접 접촉시키면 이러한 기공들이 물로 채워지고 이러한 물은 이오노머 바인더와 강하게 결합할 수 있다. 따라서 전극을 액상 물에 직접 접촉시킨 상태에서 빙점(Freezing Point)인 0 °C 미만의 영하 온도(Subfreezing Temperature)에서 결빙시키면 전극과 물이 강하게 결합하게 된다. 이 때 사용하는 물은 반드시 탈이온수이어야 하는 데 그 이유는 이오노머에 있는 술폰산기(Sulfonic Acid Group)의 수소이온이 물과 강한 결합을 형성해야만 전극-물간 결합력(Interaction Force)이 전극-데칼 전사 필름간 결합력 대비 커져서 전극이 데칼 전사 필름에서 잘 분리되기 때문이다.

[0047] 이러한 이론적인 메커니즘에 기반하여 본 발명에서는 종래 기술들의 문제점을 개선하기 위해 물을 얼려서 전극을 데칼 전사 필름으로부터 독립적으로 분리하는 방법과 그 장치를 발명한 것이다.

[0048] 본 발명에 따른 전극 분리 방법을 적용하기 위한 전극 분리장치를 하나의 구현예로서 설명한다. 이러한 전극 분리 장치의 구현 예는 도 1에 개략도로서 예시하여 나타난 바와 같은 “전극 결빙 분리기(Electrode-Separating Device by Freezing)”로 구성할 수 있다. 이 장치는 도 1에 개념적으로 도시한 바와 같이 전극-데칼 전사 필름 시편(10), 전극(100) 내 이오노머 바인더와 잘 결합할 수 있는 탈이온수(20), 상기 탈이온수를 포함하는 시편 시험관(Specimen Tester)(30), 시편 시험관의 탈이온수에 부유된 전극 및 탈이온수를 결빙시키는 냉동수단(Freezing Device)(40) 등을 포함할 수 있으며, 여기에 추가적으로 결빙시 발생할 수 있는 진동을 최소화하여 전극의 파손을 감소시키는 진동 저감 지지대(Vibration-Reducing Support)(50) 및 외부 오염 물질의 유입을 방지하는 인클로저(Enclosure)(60) 등으로 구성될 수 있다.

[0049] 본 발명의 구현예에 따르면, 전극을 탈이온수에서 결빙시킨 후 분리시키는 데 이용되는 시편 시험관은 유리, 금

속, 플라스틱 재질 등이 모두 가능한데, 본 발명의 바람직한 구현예에서는 일반 페트리 디쉬(Petri Dish)를 사용할 수 있다. 전극 결빙 분리기를 사용할 경우 반드시 전극을 물의 표면 쪽으로 접촉시키는 방식(EOWS: Electrode On Water Surface)을 사용해야 하며, 데칼 전사 필름을 물의 표면 쪽으로 접촉시키는 방식(FOWS: Film On Water Surface)을 사용하면 안 된다. 그 이유는 EOWS 방식만이 물과 전극간의 결합력을 강하게 유지할 수 있게 해 주기 때문이다.

[0050] 결빙이 이루어진 이후에는 전극 시편이 물에 결빙되어 있는 상태에서 전극 시편에 있는 데칼 전사 필름만을 벗겨내어 제거하게 되는데, 이러한 데칼 전사 필름의 제거는 손 또는 핀셋을 이용하여 시행할 수 있다. 또한, 본 발명에 따르면 전극 분리장치에는 데칼 전사 필름의 바람직한 제거를 위해 추가적으로 필름제거수단을 구비할 수 있다. 이러한 필름제거수단은 예컨대 전극의 손상 없이 데칼 전사 필름을 박리하기 위한 블레이드를 구비할 수 있다.

[0051] 본 발명에 따르면, 상기 결빙기에는 물이 결빙된 이후에 얼음을 해동시키기 위한 해동수단을 구비할 수 있다. 이러한 해동수단은 가온이 가능하도록 구성될 수 있어서 경우에 따라서는 상기 결빙 이전에 물을 끓일 수 있는 정도의 고온으로도 가열이 가능하도록 구성될 수 있다. 이러한 해동수단은 바람직하게도 물의 가열을 통해 결빙 이전에 물을 끓일 때도 사용되고 동시에 결빙 이후에는 결빙된 얼음을 해동을 하는 데도 이용될 수 있다. 또한 해동수단은 상기 냉각수단 및 가열수단을 모두 겸하도록 구성할 수도 있다.

[0052] 따라서 상기 결빙기에 결빙된 전극 시편에서 데칼 전사 필름을 제거한 이후에는 결빙된 얼음에 전극만 남아 있게 되고, 이후 해동수단을 이용하여 결빙된 얼음을 해동시키면 해동된 물에 전극이 떠있는 상태가 되어 전극 시편으로부터 전극만을 용이하게 분리할 수 있게 되는 것이다.

[0053] 본 발명에 따르면, 이렇게 분리된 전극은 물에서 별도로 꺼내지 아니하고 물에 떠있는 상태 그대로 전극의 인장 물성 측정을 위해 적용될 수 있는 바, 예컨대 분리된 전극이 그릇에 담겨진 채로 인장시험기로 이동시켜서 전극이 물 위에 떠 있는 상태에서 곧바로 전극의 인장 물성을 측정할 수 있는 것이다. 그러므로 본 발명에 따른 전극 분리방법과 분리장치는 전극을 용이하게 분리한 후에 손상 없이 그대로 인장물성 측정에 적용하기에 매우 효과적인 시스템을 제공할 수 있게 된다.

[0054] 따라서 본 발명에 따르면, 연료전지 MEA용 전극으로서, 데칼 전사 필름에 코팅되어 있는 전극만을 그대로 용이하게 분리할 수 있어서, 고가의 MEA를 파단하거나 변형하지 않고서도 신속하게 전극 분리가 가능하기 때문에 내구성이 우수한 MEA를 개발하기 위해 전극 물성 정량화를 실행함에 있어서 필수적인 장기간 내구 평가 기간을 획기적으로 단축시킬 수 있는 것이다.

[0055] 이하, 본 발명을 실시예에 의거 상세하게 설명하겠는 바, 본 발명이 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0056] 실시예 및 비교예

[0057] 데칼 전사 필름 위에 전극을 코팅한 샘플을 제조하는 방법은 다음과 같다. 먼저 촉매 잉크는 일반적으로 탄소 위에 담지된 백금 촉매(Pt/C), 이오노머 바인더(Ionomer Binder) 및 용매 혼합체(Solvent Mixture) 등으로 구성된다. 이오노머 바인더를 만들기 위한 이오노머 분산액(Ionomer Dispersion)은 20 wt%의 과불소 술폰산계(Perfluorinated Sulfonic Acid) 나피온 이오노머(Nafion[®]/Ionomer) 등으로 구성된다. 촉매로는 40 wt% Pt/C 촉매(HISPEC4000, Johnson Matthey, UK)를 사용하였다. 고체상 전극(Solid Phase Electrode) 내에서 이오노머 바인더 함량은 30 wt%가 되도록 조절하였다. 이와 같은 나피온 이오노머 바인더, Pt/C 촉매를 탈이온수(Deionized Water: Millipore Co., USA), 이소프로필 알코올(IPA: Isopropyl Alcohol) 등을 주성분으로 하는 용매 혼합체와 섞어서 촉매 잉크로 만든 후 상온에서 교반기(WiseStir Daihan Scientific Co., Korea)내에서 약 3일간 교반하였다(Stirring). 이 때 촉매 잉크를 교반하면서 초음파 기기(3510E-DTH, Branson[®] Ultrasonics Cor., USA)를 사용하여 1시간/회를 기준으로 3일간 총 8회 초음파처리(Ultrasonication)하였다. 이렇게 혼합이 완료된 촉매 잉크를 데칼 전사 필름 위에 바 코터(Bar Coater)를 사용하여 코팅한 후 건조기 내에서 80 °C에서 약 2시간 동안 충분히 건조시킨다. 데칼 전사 필름에 코팅된 전극 내 백금 촉매 로딩량(Pt Catalyst Loading)은 0.05 ~ 0.4 mg-Pt/cm²가 되도록 촉매 잉크량 및 두께를 조절하였다. 이 때 데칼 전사 필름으로는 기계적 물성이 우수하고 핫 프레스(Hot Press) 또는 롤 라미네이션(Roll Lamination) 공정에 의한 MEA 제조시 전극과의 분리성이 우수한 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE: Polytetrafluoroethylene), 폴리에틸렌테레프탈레이트(PET:

Poly(ethylene terephthalate)), 폴리부틸렌테레프탈레이트(PBT: Poly(butylene terephthalate)), 폴리티리메틸렌테레프탈레이트(PTT: Poly(trimethylene terephthalate)), 폴리에틸렌나프탈레이트(PEN: Poly(ethylene naphthalate)) 및 폴리이미드(PI: Polyimide) 등을 사용할 수 있는데 본 실시예에서는 일례로서 PEN을 사용하였다.

- [0058] 이렇게 데칼 전사 필름 위에 코팅되어 제조된 전극은(Electrode Coated on Decal Transfer Film)은 실시예 및 비교예의 시편으로 사용되었다.
- [0059] 전극을 얼리는 데 사용되는 탈이온수는 비저항(Resistivity)이 최소 10 MW cm 이상이어야 그 순도를 유지할 수 있는데, 여기에서는 전극 결빙시 비저항이 18 MW cm 이상인 탈이온수만을 사용하였다. 또한 전극의 결빙 및 분리시 방해가 될 수 있는 탈이온수내 기포(Bubble)를 제거하기 위해 사용 전에 미리 비점(Boiling Point) 이상에서 충분히 끓인 후 상온까지 냉각시켜서 사용하였다. 전극을 물에서 결빙시키는 경우 모두 -6°C 에서 실시하였으며 결빙 시간은 최소 2시간 이상을 유지하였다.
- [0060] 전극을 분리할 때 전극을 탈이온수 위에 접촉시키는 방식의 차이에 의한 영향을 도 2 및 도 3에 나타내었다. 도 2 및 도 3의 시험에 사용한 전극 시편은 이오노머 바인더 함량 = 30 wt%, 백금 촉매량 = 0.4 mg-Pt/cm^2 인 것을 사용하였다.
- [0061] 도 2는 전극을 탈이온수 표면에 직접 접촉시키고 결빙시켜 전극을 분리하는 방식(EOWS)의 분리상태를 보여주는 도면이다. 도 2의 경우 전극의 변형이나 파손없이 전극을 데칼 전사 필름으로부터 쉽게 분리할 수 있다. 그 이유는 전극-물간의 결합력이 결빙에 의해 증가하여 전극-데칼 전사 필름간의 결합력보다 더 커지기 때문이다(전극-물간 결합력 > 전극-데칼 전사 필름간 결합력).
- [0062] 반면 도 3은 전극 대신 데칼 전사 필름을 탈이온수 표면에 직접 접촉시키고 결빙시켜 전극을 분리하는 방식(FOWS)의 분리상태를 보여주는 도면이다. 이러한 도 3의 방식으로는 전극을 데칼 전사 필름으로부터 전혀 분리할 수 없다. 그 이유는 물-데칼 전사 필름간의 결합력이 매우 약하기 때문에 물이 결빙한다고 해도 그 결합력 증가가 매우 미미하여(Negligible) 전극-데칼 전사 필름간 결합력보다 더 커질 수 없기 때문이다(즉, 물-데칼 전사 필름간 결합력 < 전극-데칼 전사 필름간 결합력).
- [0063] 전극을 결빙시키는 데 사용한 물 종류의 차이에 따른 영향을 확인하여 EOWS 방식으로 비교 시험하여 전극의 분리상태를 도 4에 예시하였다. 도 4의 시험에 사용한 전극 시편은 이오노머 바인더 함량= 30 wt%, 백금 촉매량 = 0.4 mg-Pt/cm^2 인 것을 사용하였다. 도 4(a)는 일반 수도물(Tap Water)을 사용하여 전극-데칼 전사 필름을 결빙한 후 전극만을 분리한 것이다. 이 경우 도 4(a)에서 보는 바와 같이 전극이 매우 심하게 파손되어 전극을 데칼 전사 필름에서 변형이나 파손없이 분리하기가 불가능하다. 이는 수도물 내에 함유된 각종 미네랄(Mineral) 및 이온 성분들이 전극내 이오노머 바인더와 물 간의 결합을 방해하기 때문이다. 또 다른 예로서 도 4(b)에 소금물(Salt Water)를 사용하여 전극-데칼 전사 필름을 결빙하여 전극을 분리한 것을 나타내었다. 이 때 사용한 소금물은 사전에 끓인 탈이온수에 시약급 소금(Sodium Chloride for Analysis, Merck Co., Germany)을 1M 농도(Molarity, mol/L)가 되도록 조절하여 제조하였다. 이 농도의 소금물을 사용하여 전극을 결빙시킨 후 데칼 전사 필름으로부터 분리하려고 하면 전극이 전혀 분리가 되지 않는데, 이는 소금물 내 존재하는 Na^+ 양이온(Cation)이 불순물로서 이오노머 바인더와 강하게 결합함으로써 이오노머 바인더와 물간의 결합을 크게 방해하기 때문이다. 도 4(c)에 본 발명의 실시예로서 탈이온수를 사용하여 전극-데칼 전사 필름을 결빙한 후 전극만을 분리한 것을 나타내었다. 이 때 사용한 탈이온수는 전극의 분리에 방해가 될 수 있는 기포를 제거하기 위해 미리 충분히 끓이고 상온까지 냉각시킨 후 결빙 시험에 사용하였다. 도 4(c)에서 보는 바와 같이 탈이온수를 사용하는 경우는 전극이 물리적 변형이나 파손없이 데칼 전사 필름으로부터 잘 분리되는 것을 알 수 있다. 따라서 끓인 탈이온수를 냉각시켜 사용하는 경우 전극만을 분리하는 데 매우 효과적임을 알 수 있다.
- [0064] 또한, 결빙하여 전극을 분리할 때 전극 내 백금 촉매량의 영향을 도 5에 나타내었다. 도 5의 시험에 사용한 전극은 이오노머 바인더 함량 = 30 wt%, 백금 촉매량 = 0.2 또는 0.4 mg-Pt/cm^2 인 시편을 사용하여 미리 끓여 기포를 제거한 탈이온수를 -6°C 에서 EOWS 방식으로 얼려서 시험하였다. 도 5(a)에서 보는 바와 같이 백금 촉매량이 0.2 mg-Pt/cm^2 인 전극의 경우에도 도 5(b)의 백금 촉매량이 0.4 mg-Pt/cm^2 인 전극과 유사하게 전극이 데칼 전사 필름으로부터 변형이나 파손없이 잘 분리되어, 이러한 통상적으로 많이 사용되는 범위의 백금량을 함유하는 전극에 잘 적용됨을 알 수 있다.

[0065] 전극을 결빙할 때 사용하는 탈이온수를 미리 끓이고 식혀서 기포를 제거한 것의 영향을 도 6에 나타내었다. 도 6의 시험에 사용한 전극은 이오노머 바인더 함량 = 30 wt%, 백금 촉매량 = 0.05 mg-Pt/cm^2 인 시편을 사용하고 탈이온수를 -6°C 에서 EOWS 방식으로 얼려서 시험하였다. 도 6(a)에서 보는 바와 같이 탈이온수를 미리 끓이고 식혀서 기포를 제거한 후 전극 결빙에 사용한 경우는, 백금량이 0.05 mg-Pt/cm^2 로 적은 전극에서도 비교적 잘 분리되었다. 그러나 도 6(b)에서 보는 바와 같이 미리 탈이온수를 끓이고 식히지 않고 입수한 그대로의 탈이온수(As-received deionized water)를 결빙에 사용한 경우 전극 분리 시 상대적으로 더 많은 전극 손상이 발생함을 알 수 있다.

[0066] 도 7은 상기 실시예와 동일한 방법으로 제조된 전극 시편을 그대로 손을 이용하여 분리하는 상태의 비교예이다. 도 7에서 보는 바와 같이 데칼 전사 필름 위에 코팅된 전극을 직접 손으로 분리하는 것은 전극-데칼 전사 필름 간 결합력(Interaction Force)이 강하여 분리가 불가능하였고, 억지로 전극을 분리한 결과 전극의 파손이 불가피 하였다.

[0067] 도 8은 상기 실시예와 동일한 방법으로 제조된 전극 시편을 구리판 위에 열로써 압착하여 고정시킨 후 전극을 분리하는 비교예이다. 그 결과, 전극에서 데칼 전사 필름만을 분리할 때 전극의 파손 및 변형이 매우 심하여 전극의 훼손없이 구리판에서 분리하기는 거의 불가능한 것으로 확인되었으며, 분리된 전극은 부분 파손이 불가피 하였다.

[0068] 상기와 같은 실시예와 비교예로 수행한 실시 내용 및 시험 결과를 요약하여 정리하면 다음 표 1과 같다.

표 1

구분	분리방법	Pt 로딩량 (mg/cm^2)	전극시편 고정방법	물 종류	물 끓임 여부	결빙시간 (hr)	전극의 분리상태
실시예1	결빙법	0.4	EOWS	탈이온수	Yes	6	◎
실시예2	결빙법	0.4	EOWS	탈이온수	No	6	○
실시예3	결빙법	0.4	EOWS	탈이온수	Yes	4	◎
실시예4	결빙법	0.2	EOWS	탈이온수	Yes	6	◎
실시예5	결빙법	0.1	EOWS	탈이온수	Yes	6	◎
실시예6	결빙법	0.05	EOWS	탈이온수	Yes	6	○
비교예1	손 분리	0.4	-	-	-	-	××
비교예2	구리판	0.4	-	-	-	-	×
비교예3	결빙법	0.4	FOWS	탈이온수	Yes	6	××
비교예4	결빙법	0.4	EOWS	수돗물	Yes	6	××
비교예5	결빙법	0.4	EOWS	소금물	Yes	6	××

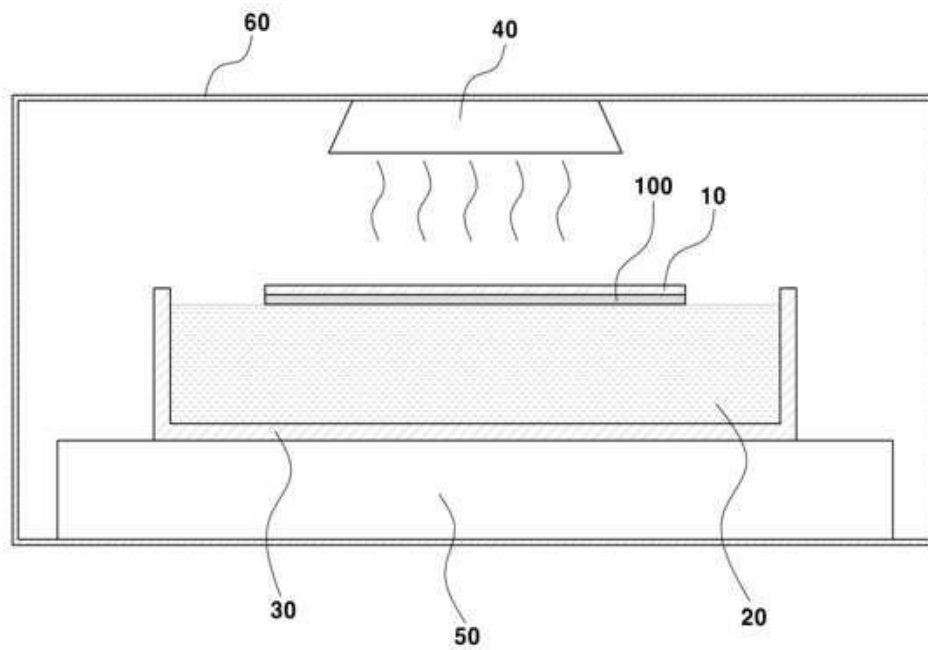
[0070] 상기 표 1에 나타난 전극의 분리상태에 관한 실험결과의 표시에 있어서, ◎는 매우 우수, ○는 우수, × 부분 파손, ××는 완전 파손 또는 분리 불가능인 경우 등을 각각 의미한다. 이러한 실험 결과는 각각의 경우에 대해 수회 이상 실시하여 종합 평가한 결과이다.

부호의 설명

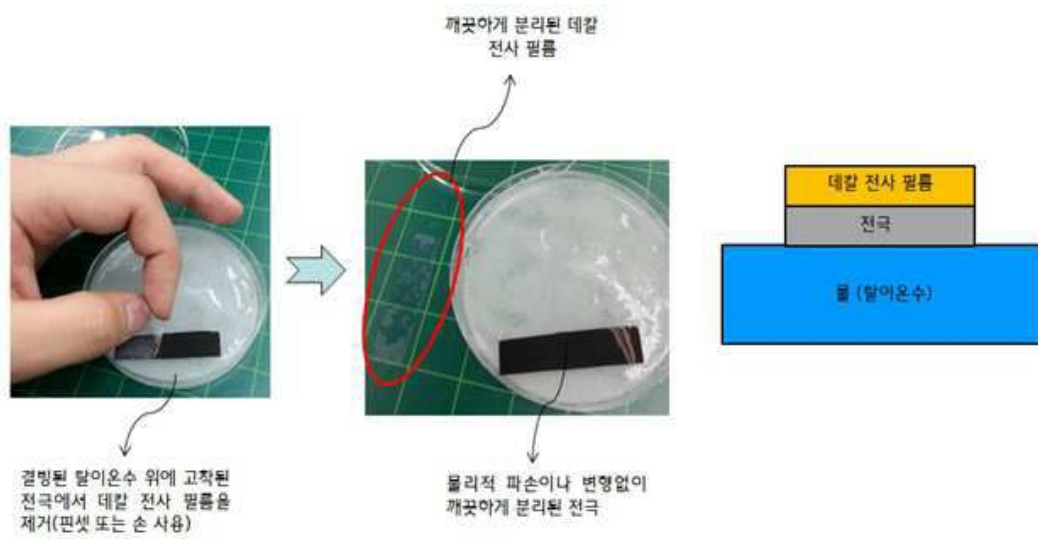
- [0071]
- 10 - 데칼 전사 필름
 - 20 - 탈이온수
 - 30 - 시편 시험관
 - 40 - 냉동수단
 - 50 - 진동 저감 지지대
 - 60 - 인클로저

도면

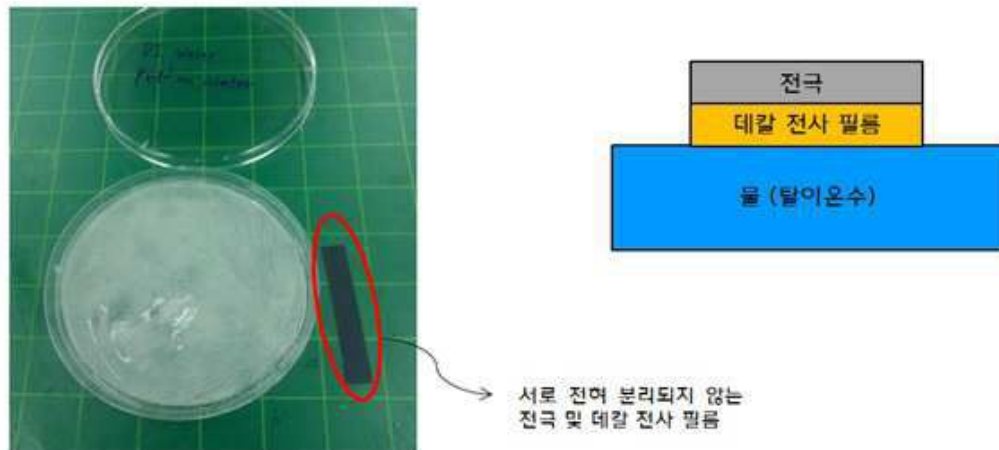
도면1



도면2



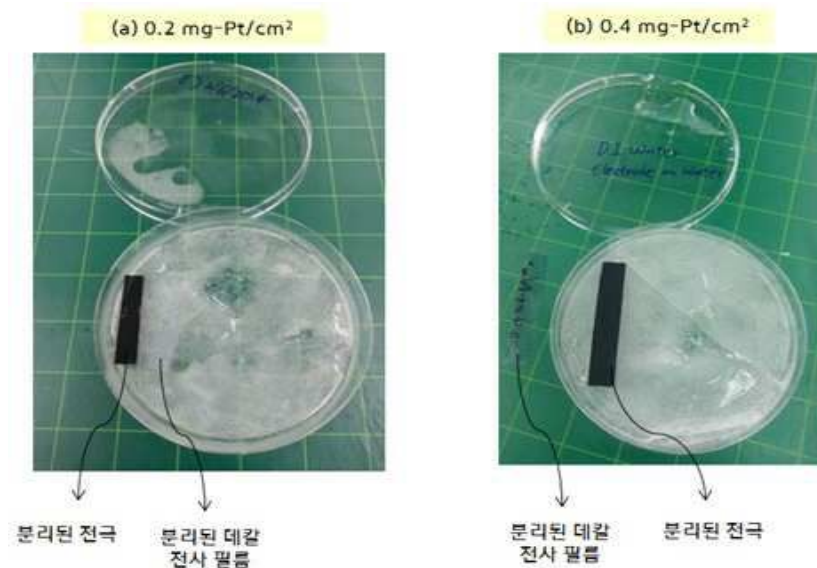
도면3



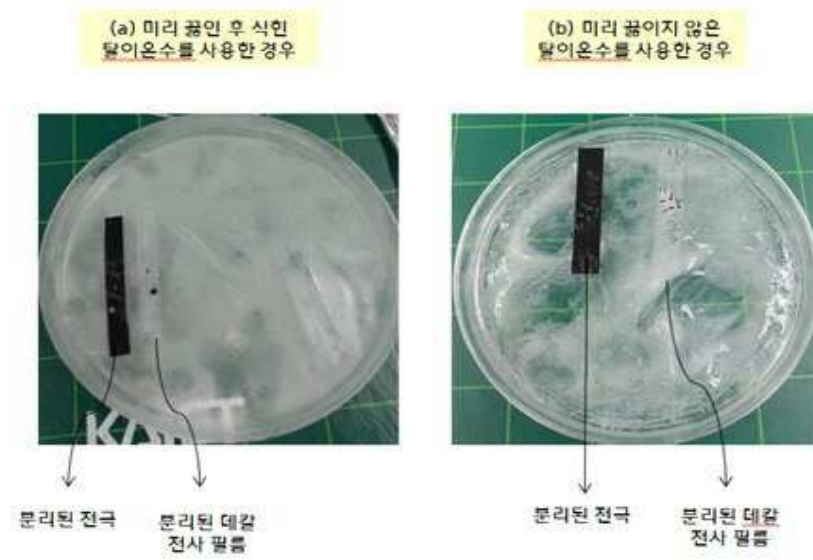
도면4



도면5



도면6



도면7



도면8

