

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200580041979.6

[51] Int. Cl.

H01M 8/04 (2006.01)

H01M 8/10 (2006.01)

H01M 8/02 (2006.01)

G01N 25/72 (2006.01)

G01T 1/16 (2006.01)

B01D 65/10 (2006.01)

[43] 公开日 2007 年 11 月 14 日

[11] 公开号 CN 101073175A

[22] 申请日 2005.11.10

[21] 申请号 200580041979.6

[30] 优先权

[32] 2004.12.10 [33] US [31] 11/008,826

[86] 国际申请 PCT/US2005/040838 2005.11.10

[87] 国际公布 WO2006/065413 英 2006.6.22

[85] 进入国家阶段日期 2007.6.7

[71] 申请人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 史蒂芬·B·罗斯科

尼尔·A·拉科

拉多斯拉夫·阿塔纳索斯基

埃里克·R·杰克逊

约翰·H·托马斯三世

莱斯特·H·麦金托什三世

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司

代理人 黄启行 穆德骏

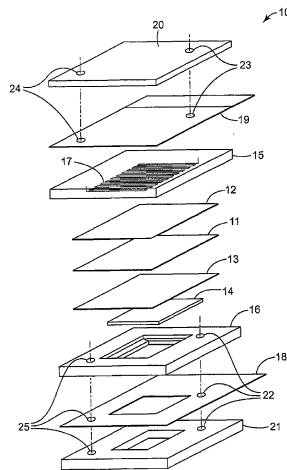
权利要求书 4 页 说明书 19 页 附图 4 页

[54] 发明名称

通过红外热成像法测试燃料电池的方法

[57] 摘要

描述了一种燃料电池，包括膜电极组件和用于对膜电极组件的表面进行热敏成像分析的 IR 透射窗口。该测试燃料电池提供了一种监控燃料电池并且利用 IR 检测器阵列捕获所述燃料电池的热敏成像图，同时测量电池的电能输出，包括电流、电压和半电池电势的方法。



1. 一种燃料电池，包括膜电极组件和用于对膜电极组件的表面进行热敏成像分析的 IR 透射窗口。

2. 根据权利要求 1 的所述燃料电池，其中所述膜电极组件包括：

- a) 第一集电层；
- b) 膜电极组件；以及
- c) 第二集电层；

其中所述 IR 透射窗口与所述第一集电层相邻设置并且与所述膜电极组件配准。

3. 根据权利要求 1 的所述燃料电池，其中所述 IR 透射窗口位于所述膜电极组件的阳极侧上。

4. 根据权利要求 1 的所述燃料电池，其中所述 IR 透射窗口位于所述膜电极组件的阴极侧上。

5. 根据权利要求 2 的所述燃料电池，进一步包括：

- a) 具有 IR 透射窗口的第一分配板；
- b) 第二分配板；以及
- c) 放置在第一分配板和第二分配板之间的膜电极组件。

6. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述膜电极组件包括阳极层、阴极层以及放置在阳极层和阴极层之间的离子交换膜。

7. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述膜电极组件包括第一集电体、阳极层、离子交换膜、阴极层以及第二集电体。

8. 根据权利要求 7 的所述燃料电池，其中所述窗口位于膜电极组

件的阳极侧上，并且所述第一集电体是 IR 透射的。

9. 根据权利要求 7 的所述燃料电池，其中所述窗口位于膜电极组件的阴极侧上，并且所述第二集电体是 IR 透射的。

10. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述 IR 透射窗口包括所述第一分配板中的石英或者兰宝石窗口。

11. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述第二分配板在其中具有用于引导燃料和氧化剂流动的沟槽。

12. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述第一分配板和第二分配板具有入口和出口，用于引入燃料和氧化剂和排放产物。

13. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，进一步包括用于可拆卸地连接燃料电池部件以允许更换部件的啮合装置。

14. 根据权利要求 5 的所述燃料电池，其中所述阳极层选自 Pt、Ru、Hf、Mo、Sn 和其它贵金属和贱金属的合金和混合物以及其氢氧化物。

15. 根据权利要求 1 的所述燃料电池，其中所述阴极层选自 Pt、其它贵金属和过渡金属，其合金以及混合物，包含纳米颗粒的金属以及贱金属催化剂。

16. 一种用于获得燃料电池的热敏成像图的系统，包括权利要求 1-15 中任何一项的燃料电池以及 IR 检测器阵列。

17. 一种测试燃料电池的方法，包括：

a) 向权利要求 1-15 中任何一项的燃料电池提供燃料和氧化剂，

以及

b) 通过所述 IR 透射窗口, 利用红外线检测器阵列捕获所述燃料电池的热敏成像图。

18. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中作为时间的函数捕获所述热敏成像图。

19. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中通过具有多个像素的数字红外线摄像机捕获所述热敏成像图, 其中所述多个像素与所述膜电极组件上的点相对应。

20. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中通过适于多个输出的 IR 检测器捕获所述热敏成像图, 其中所述多个输出与所述膜电极组件上的所述预选点相对应。

21. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中所述热敏成像图与所述燃料电池的电输出同时被监控。

22. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中在将燃料引入阳极侧以及氧化剂引入阴极侧并且产生电流时, 通过捕获热敏成像图来评价燃料电池的性能。

23. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中记录电流和/或电压。

24. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中捕获第一热敏成像图, 改变所述燃料电池的部件, 捕获第二热敏成像图并且比较这些图。

25. 根据权利要求 17 的所述方法, 其中在捕获热敏成像图的同时记录所述燃料电池的电压。

26. 根据权利要求 17 的所述方法，其中记录阳极和阴极的半电池电势。

27. 根据权利要求 17 的所述方法，其中捕获电极的热敏成像图，所述燃料电池的所述电极在其表面上具有催化剂的梯度浓度。

28. 根据权利要求 17 的所述方法，包括获得第一热敏成像图同时与电力负载连接，除去电力负载，获得第二热敏成像图，从第一热敏成像图中减去第二热敏成像图。

29. 根据权利要求 28 的所述方法，其中所述成像图是在恒定高温下获得的。

30. 根据权利要求 17 的所述方法，其中所述成像图是在恒流条件下获得的。

31. 根据权利要求 17 的所述方法，其中所述成像图是在恒压条件下获得的。

通过红外热成像法测试燃料电池的方法

本发明是由政府支持作出的并且在（合作协定 DEFC-36-02AL6721）DOE 授权的范围之内。在这个发明中政府具有一定的权力。

技术领域

本申请涉及光学红外热成像法，并且其用在燃料电池性能的监控、测量和描述。

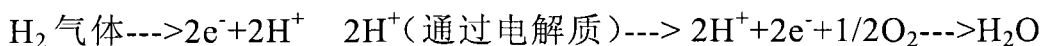
背景技术

光学高温计已经有效地用于测量各种材料特别是遇热发光材料的表面温度，并且用在评价催化活性、单体或者其他反应物的反应性、反应的速率或者薄膜样品的反应条件方面。典型地评价薄膜样品并且记录样品的温度。较高的峰值温度，例如已经用于筛选各种催化剂，假定在给定的一系列条件下显示较高峰值温度的那些样品具有较高的催化活性。

现有技术中已知的电化学电池包括质子交换膜燃料电池、传感器、电解剂和电化学反应器。典型地，这种电池的中央部件是膜电极组件，包括由离子传导膜（ICM，对于质子交换膜来说也称作 PEM）隔开的两个催化电极，通常称为膜电极组件（MEA）。在燃料电池中，MEA 夹在两个多孔的导电支撑层之间而形成 5 层组件。当 3 层 MEA 包括中央聚合物膜时，该燃料电池通常称为聚合物电解质膜燃料电池（PEMFC）。在典型的低温燃料电池中，氢气在阳极被氧化以及氧气（通常为空气）在阴极被还原：

（阳极）

（阴极）



$2 e^-$ (通过电路) --->

PEMFC 被看作是用于例如电动车的潜在能源，因为 PEMFC 已经显示出了高能量转换效率、高能量密度和可忽略不计的污染。在交通工具例如汽车中，一种便利的氢气源可以是甲醇的蒸气重整，因为甲醇比氢气可以更容易地存储在交通工具中。

然而，现有燃料电池的高成本和性能问题已经约束了普及的商业适用性。在新材料的研发和构造方面不断地付出相当多的努力，但是在运行条件下新燃料电池及其部件的测试是个难题。

发明内容

本发明提供一种燃料电池，包括膜电极组件和用于对膜电极组件的表面进行热敏成像分析的 IR 透射窗口。本发明还提供一种监控燃料电池，并且通过 IR 检测器阵列捕获所述燃料电池的热敏成像图的方法，同时测量电池的电化学反应输出，包括电流、电压和半电池电势。

本发明通过提供一种具有 IR 透射窗口的测试燃料电池，由此可以在运行条件下，即在消耗反应物和产生电流的情况下测试构成材料（包括催化剂和膜）和部件的尺寸，从而克服了现有技术中的难题。本发明通过在获得膜电极组件表面的热敏成像图的同时测量电输出即电压和/或电流，可以评价燃料电池。

用在此处时，温谱图和热敏成像图是指在燃料电池 MEA 的一个或者多个表面上的多个点上燃料电池的温度曲线图，即膜电极组件的表面“温度图”。热敏成像图与单点光学高温计获得的结果不同，单点光学高温计测量单个点的温度，或者表面的平均温度。

每个热敏成像图都可以及时地在单个点上捕获，或者作为时间的函数捕获。当作为时间的函数捕获时，可以对 MEA 表面上的各个点进

行分析，然后随着时间比较结果。可以在特定的时间内比较各个点以确定 MEA 上不同点上的电化学反应是如何变化的。

通过对比相关的热敏成像图，同时测量（可选地）电流和/或电压，本发明的燃料电池和方法可以用于使材料、部件、部件的尺寸和构造、燃料、氧化剂及其数量、气流的均匀性最优化。热敏成像图还可以用于确定由制造过程产生的缺陷，例如 MEA 中的针孔或者不均匀的催化层。

附图说明

图 1 是本发明燃料电池的分解图。

图 2 是本发明方法中使用的燃料电池的示意图。

图 3 和图 4 是实施例 1 的热敏成像图的数字图像。

图 5 是实施例 2 的热敏成像图的数字图像。

图 6 是实施例 3 的热敏成像图的数字图像。

具体实施方式

本发明提供一种燃料电池，包括膜电极组件和用于对膜电极组件的表面进行热敏成像分析的 IR 透射窗口。在一个实施方案中燃料电池 MEA 可以是“五层膜电极组件”，包括：

- a) 第一集电层；
- b) 膜电极组件；以及
- c) 第二集电层；

其中 IR 透射窗口与所述第一集电层相邻设置。

在本发明的实践中可以使用任何合适的离子传导膜（ICM）。可用于本发明的聚合物电解质典型地优选是四氟乙烯和一种或者多种氟化的、酸功能团共聚单体的共聚物。典型地聚合物电解质具有磺化官能团。ICM 的厚度典型地小于 $50\ \mu\text{m}$ ，更典型地小于 $40\ \mu\text{m}$ ，更典型地小于 $30\ \mu\text{m}$ ，并且最典型地约 $25\ \mu\text{m}$ 。ICM 典型地包括聚合物电解

质，即酸官能团含氟聚合物，例如 NAFION™（DuPont Chemicals, Wilmington DE）和 Flemion™（Asahi Glass Co. Ltd., Tikyo, Japan）。最典型地聚合物电解质为 Nafion™。聚合物典型地具有 1200 或者更小的酸当量（EW），更典型地为 1100 或者更小，更典型地为 1050 或者更小，并且最典型地为约 1000 或者更小。

一种可用的膜包括含有成键阴离子官能团以及锰或者钌阳离子的聚合物，如 U.S.S.N. 10/945,178 中描述的，在此结合作为参考。另一种可用的膜包括高氟化（典型地全氟化）聚合物电解质和至少一种氧化锰，其中氧化锰在聚合物电解质膜的厚度中的分布是均匀的，例如 U.S.S.N. 10/944,998 中描述的，在此结合作为参考。另一种可用的膜包括含有高氟主链和至少一个侧基的聚合物，其中该至少一个侧基包括 -O-CF₂-CF₂-CF₂-CF₂-SO₃H 形式的侧基，例如在 U.S. 2004/0121210 中描述的，在此结合作为参考。

燃料电池的 IR 热敏成像分析可以用于筛选用于 ICM 的各种材料、及其厚度和尺寸。例如，可以比较具有不同 ICM 材料或者尺寸的燃料电池的温谱图。由制造过程产生的缺陷可以通过燃料和氧化剂结合产生的热敏成像图中出现的“热点”辨认出来。

在本发明的实践中可以使用任何合适的催化剂，包括（用于阳极）Pt、Ru、Hf、Mo、Sn 及其与其它贵金属和贱金属的合金和混合物以及其氢氧化合物，以及 Pt、其它贵金属和过渡金属及其合金和混合物、包含纳米颗粒的金属以及贱金属催化剂。可以参考 U.S. 2002/0004453、U.S. 6,040,077 和 U.S. 5,879,827。

典型地，使用碳载催化剂颗粒。典型的碳载催化剂颗粒是 50-90 重量%的碳和 10-50 重量%，催化剂金属典型地对于阴极来说 Pt，以及对于阳极来说包括重量比为 2:1 的 Pt 和 Ru。常规催化剂合金颗粒典型地由湿化学法或者冶金法制备并且担载在常规碳载颗粒上。常规颗

粒具有由合金化学计量表示的均匀组成，具有表示由常规方法生产的颗粒的晶体生长特性的一般球形形态，并且在较大担载颗粒的表面上随机分布。催化剂颗粒还可以在没有任何载体的情况下“孤立”使用。报道过这种颗粒在 2 到 25nm 尺寸范围内，并且它们的直径随着每个担载颗粒上催化剂数量的增加而增加。

在某些实施方案中，燃料电池 MEA 可以以涂覆的 Pt 精细颗粒或者碳载 Pt 催化剂分散液的形式使用催化电极构成。这些常规催化剂以包含电解质的墨水或者浆料形式涂覆到 ICM 或者与膜相邻设置的支撑层上。用于氢气燃料聚合物电解质膜的主要催化剂形式是通过湿化学法例如氢氯铂酸的还原涂覆在较大碳颗粒上的 Pt 或者 Pt 合金。这种常规形式的催化剂与离聚物粘结剂、溶剂、常常还有聚四氟乙烯 (PTFE) 颗粒一起分散形成涂覆到膜或者电极支撑材料上的墨水、浆料或者分散液。除了机械支撑体，本领域通常认为碳载颗粒提供了电极层内必需的导电性。

典型地，催化剂以催化剂墨水的形式涂覆到 ICM 或者集电体上。催化剂墨水典型地包括聚合物电解质材料，该聚合物电解质材料可以是或者可以不是包括 ICM 的相同聚合物电解质材料。聚合物电解质材料典型地是酸官能含氟聚合物，例如 Nafion™ 和 Flemion™。可用于本发明中使用的墨水中的聚合物电解质典型地优选为四氟乙烯和一种或者多种氟化的、酸功能团共聚单体的共聚物。典型地，聚合物电解质具有磺化官能团。最典型地聚合物电解质为 Nafion™。聚合物电解质典型地具有 1200 或者更小的当量 (EW)，更典型地为 1100 或者更小，更典型地为 1050 或者更小，并且最典型地为约 700。催化剂墨水典型地包括催化剂颗粒在聚合物电解质分散液中的分散体。典型地墨水包含 5-30% 的固体 (即，聚合物和催化剂)，并且更典型地包含 10-20% 的固体。电解质分散液典型地为水分散液，其还可以包含醇和多元醇例如丙三醇和乙二醇。可以调整水、醇和多元醇含量来改变墨水的流变学性质。墨水典型地包含 0-50% 的醇和 0-20% 的多元醇。此外，墨水

可以包含 0-2%的适当分散剂。典型地通过加热搅拌后稀释以使该墨水产生可涂覆一致性。

催化剂可以通过任何合适的方式施加到 ICM 或者集电体上，包括手工方法和机器方法，包括手刷、带缺口棒涂覆、液压轴承模具涂覆、线绕杆涂覆、液压轴承涂覆、槽馈刮刀涂覆、三辊涂覆或者贴花转印。涂覆可以一次实施或者多次实施完成。

在另一个实施方案中，催化剂金属盐可以在固体聚合物电解质的有机溶液中还原，形成催化剂金属颗粒在电解质中的分布，而没有载体颗粒，然后浇注到电极支撑层上形成催化剂电极。

在另一个实施方案中，Pt 精细颗粒直接与溶剂和聚合物电解质的溶液混合，然后涂覆在电极支撑层上。然而，因为受到精细颗粒可以制成多小并且分散体多稳定的限制，这种方法导致非常高以及因此非常昂贵的催化剂加载。

可以使用各种其他结构和方法涂覆或者别的方式使催化剂与电解质接触形成电极。这些 MEA 可以包括：（a）设置在 ICM 表面上的多孔金属膜或者金属颗粒或碳载催化剂粉末的平面分布；（b）设置在 ICM 上后者埋置在 ICM 中的金属网格或者网丝；或者（c）埋置在 ICM 表面上的催化活性纳米结构的复合部件。

可替换地，涂覆催化剂的膜(CCM)可以正如 US 专利 No. 5,338,430 (nanostructured electrodes embedded in solid polymer electrolyte) 或者 US 专利 No.5,879,828 (MEA's having electrode layers comprising nanostructured elements) 中公开的使用纳米结构催化剂来制备。

在特别有用的实施方案中，可以改变合成物中测试催化剂样本。在该实施方案中，从平的催化剂表面的一个区域到另一区域合成物可

以不同。例如，二维催化剂表面在样本的一个边缘上可以包括 100% 的催化剂 X 和 0% 的催化剂 Y，在样本的另一个边缘上可以包括 0% 的催化剂 X 和 100% 的催化剂 Y，两种催化剂在沿着这两个边缘之间的轴之间具有梯度浓度。如果需要，第三种催化剂组分 Z 可以沿着正交坐标轴在 0% 到预定值之间变化。因此可以捕获热敏成像和因此在 X、Y 和 Z 的整个浓度范围，并且确定催化剂的性能。

除了样本随着样本上催化剂的浓度而改变之外，样本还可以随着催化剂层的厚度以及使用的载体类型而改变。具有梯度组分的样本可以通过使用 J.R.Dahn et al., *Chemistry of Materials*, 14,3519 (2002) 中描述的技术而制备。

在发明的实践中可以使用任何合适的集电体（也称为流体传输层或 FTL）。选择集电体使得 1) 与电极最大化地接触由此使因电极中电流的较长横向路径而引起的电阻最小化，2) 降低与支撑板接触的电阻，3) 将热从 MEA 转移到支撑板上，4) 用最小的压降使反应物（燃料和氧化剂）流动并且使反应物在 MEA 的表面上均匀分布，5) 可以容易地除去反应产物，例如水，6) 在半电池的反应条件下电化学稳定以及 7) 可以通过 IR 可透射窗口直接或者间接地观察 MEA 的热发射。

金属网丝用于集电体在本领域是已知的（参见 US 6,207,7310 (Wilson et al.) 和 US 5482792 (Faita et al.)，在此结合作为参考）。已经有利地使用金和铂丝筛网，因为这些金属在 MEA 的阳极和阴极侧上是稳定的。此外，也可以使用其他网丝材料上的金属涂覆，例如钨上的金。

还已知集电体包括碳纤维的片材。典型地，这种集电体为选自纺织和无纺碳纤维构造的碳纤维构造。可以用于本发明实践中的碳纤维构造可以包括：Toray™ 碳纸、SpectraCarb™ 碳纸、AFN™ 无纺碳布、Zoltek™ 碳布、AVCARB 1071HCB 碳浸渍布（从 Ballard Material

Products, Inc.等中购买得到)。集电体可以由各种材料涂覆或者浸渍,包括碳颗粒涂层、亲水处理、疏水处理例如涂覆聚四氟乙烯(PTFE)。

碳布和碳纸提供了良好的导电性,但是阻挡了IR辐射从MEA穿过IR透射窗口的直接传输。然而,尽管缺乏自由光通路,但是也可以有利地使用这种材料。已经发现可以间接地获得热敏成像图,因为由MEA的IR辐射加热相邻的集电体,接着该集电体发射IR辐射透过窗口到达IR检测器阵列。有利地,二者可以包括金属丝网。

通过放置在MEA和IR透射窗口之间的集电体,提供了使电接触最大化和使IR透射最大化之间的折衷。IR透射越好,就需要越多的开口网丝(进一步间隔开的金属丝就越稀),然而这个自然导致更高的电阻抗和更低的电流。更加导电的材料是有利的,然而也必须是电化学稳定的,因此铜和银这两种非常导电的金属不适于MEA的阴极侧,但是可以用于阳极侧。

放置在MEA和IR透射窗口之间的第一集电层,优选具有开口网丝结构,使得来自MEA的IR辐射基本上可以无障碍地透射穿过集电层。第一集电层应当透射IR辐射的至少20%,优选IR辐射的至少40%并且最优选IR辐射的至少60%。第二集电体可以具有开口网丝结构或者缺乏自由光通路的封闭结构(例如碳纸)。

可以使用燃料电池来筛选用于集电体的各种材料及其厚度和尺寸。

MEA典型地夹在两个刚性板之间,已知为分配板。这种板中的至少一个具有用于捕获MEA的热敏成像图的IR透射窗口。与集电体一样,分配板可以是导电的。分配板典型地由碳复合物、金属或者电镀金属材料制成。分配板分配反应物或者产物流体到MEA电极表面或者从MEA电极表面分配,典型地穿过在面向MEA(多个)表面(多个)

中形成的一个或者多个导流槽。这些槽包括流场。在分配板表面上的槽之间的区域称为“凸起区域”。这些凸起区域与 MEA 电接触并且将电流导入 MEA 电极以及从 MEA 电极导出。通常地，具有窗口的分配板没有这种槽，尽管它们可以加工成 IR 透射窗口。可以使用 US 专利申请 10/295,292 和 10/295,518 中公开的成套燃料电池组件构成燃料电池，其公开的内容结合在此作为参考。

图 1 说明了本发明的测试燃料电池。测试电池 10 包括在两个主表面上具有催化剂层的膜电极组件 (MEA) 11。在图中，主表面中之一可以分别是阳极或者阴极。与 MEA 11 电接触的是两个集电体 12 和 13，每个集电体都可以具有上述开口或者封闭结构。优选地集电体 13 是与 IR 透射窗口 14 配准的开口导电网丝结构。集电体 13 与具有与 MEA 11 配准的 IR 透射窗口 14 的分配板 16 电接触。分配板 16 远离集电体 13 的表面与电接触 18 电接触，用于与电负载例如稳压器连接。电接触 18 描述成大致为矩形，并且具有为了设置凸缘用于电接触的更大区域以及与窗口 14 配准的通孔。为电接触 18 设置其他形状和尺寸，它们提供了与集电体 13 的电连接以及到达集电体 13 的光通路。

集电体 12 与 MEA 11 的相反表面电接触并且与分配板 15 电接触。分配板 15 在其中具有与 MEA 11 配准的槽 16，用于均匀地将反应物分配到 MEA 11 上。电接触 19 与分配板 15 的外侧表面接触，用于从作为电极接触 18 的相对电极提供电连接。

在燃料电池的最外侧表面是罩板 20 和 21，其设置有密封或者抗压装置，例如贯穿螺栓（未示出），用于支撑配准的并且电连接的构件。罩板 21 具有孔，用于提供使 IR 幅射从 MEA 11 的表面穿过窗口达到 IR 检测器阵列的光通路（直接或者间接）。罩板 20 和 21，特别优选罩板 21 可以设置有绝缘层（未示出），用于减少（在周边）来自板表面的热交换。罩板 20 和 21 还设置有将反应物（多个）导入 MEA 11 表面的反应物入口 22 和 23，以及用于除去反应物的出口 24 和 25。罩

板还设置了用于可拆卸地连接第一和第二分配板的啮合装置，可以替换所述燃料电池的部件。入口 22 和 23 以及出口 24 和 24 描述在燃料电池的每个表面的对角上，但是也可以设计其他构造。罩板可以由任何材料制成，包括金属例如铝或者复合物例如环氧树脂复合物。一种这样的可用复合物是玻璃布-环氧树脂复合物（G11，可以从 Ploymer Plastics Corporation, Mountain View, CA 购买到），归因于所需的低热传导率。

燃料电池通常在多层例如现有技术中已知的层之间包括密封件和/或垫圈（未示出）。燃料电池可以进一步包括热交换器（未示出），例如耐热部件（或者冷却部件），用于将燃料电池保持在所需温度上，典型地保持在高温。加热器通常连接在罩板 20 的暴露表面上，并且也可以连接在罩板 21 的周边（围绕孔的区域）。

样本（多个）的热敏成像图可以通过 IR 检测器阵列捕获，IR 检测器阵列可以包括红外线高温计阵列（即，两个或者更多个 IR 高温计）、红外线摄像机，并且优选为数字红外线摄像机。图 2 说明了本发明的方法中使用的典型试验方案 100。用 IR 检测器阵列 102 捕获燃料电池 10 的热敏成像图，其解释为与计算机 104 连接，用于数据收集和分析。IR 检测器 102 优选为 IR 数字摄像机，其中每个像素可以被映射至燃料电池 10 的 MEA 表面上的点上，用于多个点的捕获。正如所示，IR 检测器 102 定位成基本上垂直于燃料电池 10 的 MEA 表面。虽然示出了单个检测器 102，但是也可以设计朝向燃料电池 10 的 MEA 相对表面的多个检测器，如其中描述的。还描述了电负载 106，其可以用于提供电信息例如电压（包括半电池电势）或者电流。如果需要，系统可以进一步包括燃料电池底座（未示出），用于使燃料电池 10 保持在预定间距上并且朝向检测器阵列 102。

可以捕获电池 10 的初始热敏成像图，用于从后来得到的热敏成像图中减去。可以收集得到的数据，并且通过计算机 104 绘图。图像可

以作为时间的函数捕获，从而产生“标准化”视频，其中可以记录电化学反应以及构造材料中的任何缺陷。可以将这个样品与随构件、燃料、氧化剂、压力或者温度、周围环境或者操作温度、导入气体的相对湿度、燃料或者氧化剂中杂质的存在等等而改变的其他样品进行比较。

在接近真实操作条件即在电负载的条件下获得热敏成像图是特别有用的。通常地，使用外在的加热器将燃料电池加热到所需的温度，将燃料和氧化剂导入到电池中，并且获得第一热敏成像图。然后将电池连接到电负载上，然后在例如恒流条件下运行。得到第二热敏成像图，从第二热敏成像图中减去第一热敏成像图。如果需要可以颠倒成像图的顺序，即在电负载的条件下对电池进行加热，得到热敏成像图，除去负载，然后得到第二热敏成像图。这些技术可以使某一电池降低因不同材料例如不同催化剂的不同散热率而引起的差异。该技术还可以对热产物（例如，反射）进行校正并且/或者识别可以在测量过程中出现的冷凝区域。

检测器应当具有在大约 -20°C 到大约 250°C 的可用温度范围，优选地在大约 20°C 到大约 200°C 。检测器应当进一步具有 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的温度分辨率，优选为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ，并且最优选为 $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ 。可以使用一个或者多个检测器。

高温计为非接触温度传感器，其通过从样本上的斑点接受的热电磁辐射量测量温度。该组传感器除了测量辐射温度计之外还包括斑点或者“点”测量装置，其产生 1-D，并且根据已知的相对运动，可以产生 2-D 温度分布、以及热成像或者区域测量温度计，其在整个区域上测量，得到的图像可以显示为所观察区域的 2-D 温度图。IR 光学高温计对红外波长是敏感的并且典型地通过 IC、电阻温度检测器或者热电偶将输入波长转换成光学或者电输出。在本文中，没有将红外光学高温计与基于由白炽引起的可见光发射来测量非常热的物体 ($>700^{\circ}\text{C}$)

的温度的其他光学高温计混淆。可用的 IR 高温计将测量 IR 中 6-14 微米之间的红外输出并且通常地具有 -20 到 538°C 的可用温度范围；达到了使用本发明方法测量电化学反应放热性的要求。一个可用的 IR 高温计是欧米加工工业用 IR 温度计（OS552-V1-6）。

使用的大多数设备是单波段温度计（它们在单波段中测量部分接收的热辐射，或者电磁谱中的部分红外部分）。然而，市场上比率温度计的数量增长得已经相当大。为了提供精确的表面温度测量，单波段辐射温度计通常与黑体源有关。

红外摄像机可以是线性扫描摄像机，其中线性阵列传感器平移过摄像机的焦平面，从而产生二维图像，或者它可以包括二维阵列的传感器。线性阵列可以是 120 像素或者更多，而二维阵列通常为 120 像素×120 像素、256 像素×256 像素、240 像素×320 像素或者有时更多。

传感器部件可以是微辐射计（其中微机械加工的衬垫上的红外辐射碰撞改变电路的电阻）、热电传感器（其中微机械加工的衬垫包括热电偶的热电极）或者热释电传感器（其中衬垫辐射加热引起电容变化）。这些种类的热传感器通常对 8-14 微米的长波长范围红外光敏感，虽然热释电传感器可以在非常宽的波长范围内使用，甚至进入到 IR 附近。可替换的，传感器部件可以是光电材料例如锑化铟（InSb）、碲化镉汞（MCT）、硅化铂（PtSi）、硒化铅（PbSe）等，这些通常用于检测 3 和 5 微米之间的红外辐射。砷化镓（GaAs）也已经用于产生对 0.9-1.7 微米敏感的 IR 检测器阵列。第三类传感器部件是在 8-9 微米的波长下工作的量子阱红外光检测器（QWIP）。应当注意，热传感器可以在室温下工作，与光电传感器和 QWIP 不同，它们通常冷却到液氮温度附近以获得最佳敏感度。设计成对 IR 附近敏感的一些光度传感器（例如：PbSe）可以在周围环境温度下工作。摄像机还可以是辐射测量的，其中它们相对于黑体被校准，因此能够给出物体的真实表面温度（假设各种参数例如发射率、间距等已知），或者不是辐射测量的。热敏度

随着传感器类型和制造厂商而不同，但是通常在 20mK 左右（InSb，MCT，QWIP）或者更大。热敏度或者净等效温差（NETD）不同

原则上，当发射体变得越热，黑体辐射就以越小的波长发射，因此对较短波长敏感的摄像机就普遍地用于较热的物体。然而，用于任何给定应用的最佳摄像机会是敏感度、图像稳定性、测量的温度范围、所需图像分辨率（像素数）、帧率以及在相关波长范围内的预期材料的发射率和透明度、以及可靠性和成本的函数。

应当理解，热图像或者热敏成像图没有显示样本的真实温度。对于用于测量温度的非接触光学方法来说，用于黑体辐射的普朗克定律规定“理想”黑体的辐射强度作为温度和波长的函数。当用本发明的方法评价的 MEA 表面不是理想黑体时，普朗克定律预测它们在任何给定的波长和温度下极少发出辐射。实际辐射与预测的辐射之间的比率是发射率，并且取决于样本的波长、温度和组成以及表面特性。

在很多情况下都不必知道样本的实际温度。观察到一个样本达到表示较大催化活性的较高温度（或者样本的一个区域达到较高的温度），或者发热比另一个样本更均匀就足够了。因此样本之间或者样本中所选区域或者点之间的温度经验差值可以提供关于样本（多个）的必需信息。

如果实际温度是所需要的，那么可以通过测量样本的发射率来对其估计，并且将结果与筛选实验过程中得到的热敏成像图进行比较。WO03/087885 和 US6016190（Glazman）中公开了确定样本发射率以及实际温度的其他方法，在此结合作为参考。仔细校准会需要评价在使用的容器中的发射率。

典型的商品摄像机是可以从供应商例如 FLIR Systems、Electrophysics Corp., Infrared Solutions, Inc., CMC Electronics、Mikron

等购买得到。值得注意的是，不是所有的 IR 摄像机都是视频摄像机，有些仅仅记录静止图像。输出信号可以显示在摄像机上的屏幕上，保存到存储器（板上 RAM 或者辅助存储器设备）中，通过 FireWire™、帧捕获接口提供给个人计算机，或者为了更高的帧频或者更大的阵列，它能够通过高速接口传送至专用计算机，例如可以从 Dolch Computer Systems 获得。

由于 IR 图像通常输出为 12-或者 14-比特数据文件，所以许多商品图像处理包都不可用。因此摄像机通常带有它们自己制造商的专有软件包。标准特征包括由一个图像或者一连串图像减去另一个图像从而产生“标准化”视频，辨别图像（或者限定的区域或者行）中最大和最小温度的能力，通过图像序列（视频）追踪给定像素温度从而产生时间/温度图的能力，多种假色调色板以及许多其他功能。因此该软件允许对所选样本区域进行映射，并且将数据作为时间的函数制图。

IR 检测器阵列通常定位成基本垂直于燃料电池的 MEA 表面。任选地，如果燃料电池在相反表面上具有 IR 透射窗口，也可以捕获相反表面的热敏成像图。可以对不同于 MEA 表面的表面上的多个点监控。此外，可以对 MEA 的相反表面上的一个或者多个点监控并且捕获热敏成像图。

被监控并且导致热敏成像图的点的尺寸可以根据所使用的 IR 检测器的分辨率以及检测器距离样本（多个）的距离而发生相当大的变化。红外高温计例如典型地具有相对低的分辨率，所以对样本表面中相对大的表面区域监控，但是典型地少于 5 毫米。可以使用多个高温计形成用于监控样本上若干点的阵列。然而现代数字 IR 摄像机具有非常高的分辨率，可以监控非常小区域的多个点，因此数字 IR 摄像机自身构成 IR 检测器阵列。可以将数字 IR 摄像机的每个像素“映射至”样本点，每个对应于 100 毫米或者更小的区域。某些商用数字 IR 摄像机可以具有 10 微米的分辨率，在所期望的分辨率中具有进一步提高。

IR 检测器通常沿着基本垂直于那个 MEA 的焦点路径定位，同时相对放射源和 IR 检测器的相对方位不需要准确地是 90° ，优选它们定位在 $\pm 45^\circ$ ，更优选在 $\pm 25^\circ$ ，最优选在 $\pm 10^\circ$ 。如果需要，可以捕获在某些预先选择的初始条件下的初始热敏成像图，然后从后来捕获的热敏成像图中“减去”，从而更好地说明了样本的温度变化。例如，可以将样本加热到第一温度，捕获热敏成像图，然后从后来聚合过程中捕获的热敏成像图中减去这个图像。

IR 检测器阵列通常与样本（多个）间隔一定距离，使得 IR 单元，更特别是 MEA，基本上填满视野。可替换地，检测器阵列以最小焦点长度到最大分辨率与燃料电池间隔开。如果检测器阵列要与试验仪器间隔开，可以有利地使用光学纤维。

普通 IR 透射材料包括石英、硫化锌（ZnS）和硒化锌（ZnSe）、锗（Ge）、硫化砷（As₂S₃）、砷化镓 GaAs、砷化镓铟（InGaAs），以及许多种更复杂的材料，例如：AMTIR-1TM（从 Amorphous Materials, Inc, Garland, TX 得到的化学式为 Ge₃₃As₁₂Se₅₅ 的无定形玻璃）。其他类红外透射材料包括简单的卤化物盐，NaCl、NaI 等；CaF₂ 是最普遍的一种。

不同材料在红外光谱的不同区域上透射红外辐射，因此适用于不同的 IR 检测器，因此窗口的透射率和 IR 检测器应当匹配。为了在燃料电池中应用，对于窗口材料来说，除了透射率之外的其他参数也是重要的。

窗口的电化学稳定性是需要的，氧化性或者还原性取决于它是安装在阴极侧还是阳极侧。水解稳定性也是需要的，因为燃料电池释放产物水，并且 MEA 典型地包括强酸性氟化磺酸。燃料电池的运行条件可以包括在 70°C 到 150°C 或者更高的温度下大于 100% 的湿度。因此，

对于燃料电池阴极窗口来说锗不会是令人满意的材料，因为它在这些条件下氧化性是不稳定的，但是它适于阳极。此外，燃料电池典型地夹在一起，因此窗口材料优选具有相当的机械强度。特别地，使用金属滤网用于与窗口相邻的集电体可以将机械应力施加到窗口上。

光谱的可视区域中的透明度也是有益的，因为它可以直接观察电池的內部和直接实时比较可视和红外线图像。因为 IR 透射的性能标准、强度和电化学/水解稳定性，优选石英和兰宝石。

进一步地，应当考虑窗口的热传导性。例如，在使用铝罩板时，兰宝石相对高的热传导性可以在整个窗口上产生明显的温度梯度，在 75°C 的温度下达到 8°C。实际上，通过数字背景减成可以在很大程度上除去该温度梯度的影响，然而通过对于罩板使用铝之外的低热传导率材料来减少这个梯度，可以获得更大的结果再现性和可重复性。低传导性材料的示例是玻璃-聚合物复合物 G11，其没有尽快地将热传递给窗口，结果在可比较的条件下仅有 5°C 的温度差值。绝缘或者积极地加热铝罩板可以降低热效应。值得注意的是，ZnSe 的热传导率和扩散率与兰宝石的接近，因此认为表现相似。然而石英是低传导性的并且观察到导致降低的梯度。

下表中使出了一些可用的材料及其性质。通过红外光谱对石英和兰宝石测量 IR 透射率。从这些材料的供应商中获得所有其他数据。

性质/材料	石英	锗	AMTIR	ZnSe	ZnS	兰宝石
溶解度	在强碱中可溶解	在热 H ₂ SO ₄ 和王水中可溶解	在强碱中可溶解	在强酸中可溶解	在强酸中可溶解	在酸或碱中实质不溶解
IR 透射率	>80% 透射率直到 4 μm	40-45% 折射率高于 2-18mm	60-65% 透射率直到 15 μm	70-75% 折射率高于 0.6-16 μm	>60% 折射率高于 0.5-13 μm	70-90% 透射率直到 5 μm
努氏硬度	740 psi	550 psi	170 psi	150 psi	160 psi	1370psi
杨氏模量	335 Gpa	102.7 Gpa	3.2 × 10 ⁶ psi	67.2 Gpa	74.5 Gpa	335Gpa
破裂模量	1500 psi	7000 psi	2700 psi	8000 psi	10,000 psi	65,000 psi
折射率	在 2.5 μm 时 1.4	在 2.5 μm 时 4.0	2.6055@1.0 μm	在 10.6 μm 时 2.4	在 10.5 μm 时 2.19	在 2.5 μm 时 1.73
反射损失 (2 表面)		52.9@10.6 μm	2.4977@10.0 μm	在 10.6 μm 时 29%	在 10.6 μm 时 24%	在 3 μm 时 13%
导热率	1.2W/mK	60W/mK	0.2W/mK	18 W/mK	27 W/mK	22-40W/mK
热膨胀系数 @25C	11 × 10 ⁻⁶	6 × 10 ⁻⁶	12 × 10 ⁻⁶	7 × 10 ⁻⁶	6 × 10 ⁻⁶	6-8 × 10 ⁻⁶

在捕获热敏成像图的同时，可以使用其他分析技术对反应物、产物、样本的动力学或者机械特性定性。例如，可以改变反应物流速、压力和分压、湿度水平和电池温度。此外，为了测试催化剂的某一部分或者段，导入包含催化剂毒物的气体或者流体。

通过同时在给定测试条件（负载、反应物流速、压力、分压/反应

物的活性、温度、湿度等)下测量电压和电流来检查电池的性能。为了更适当地强调或者确定并且记录 MEA/催化剂的活性,可以单独改变电流或者电压。这可以通过调整电子仪器例如可变负载、电源或者稳压器的输出来实现。

实施例

这些实施例仅仅是为了说明的目的并且不是要限制附带权利要求的范围。说明书的实施例以及余下部分中的所有份数、百分比、比率等都是针对重量,除非另有说明。所有化学试剂都是从 Sigma-Aldrich Chemicals, Milwaukee, WI 获得,除非另有说明。假定样本具有的发射率为一来收集数据。

实施例 1:

根据图 1 制备测试燃料电池。通过在端板电极和石墨阻挡层中切出 5 厘米×5 厘米(2 英寸×2 英寸)的窗口来制备阴极侧。另外将石墨阻挡层切割,以设置突出部分,在其上用环氧树脂接合剂粘贴 GE214 石英窗口。通过放置在 MEA 和石墨阻挡层之间的精细铂筛网(52 网孔, 0.1mm 直径的金属线),提供了集电体和流场的双重任务。铂筛网与 MEA 覆盖在同一区域上并且延伸过石英窗口,使得它形成与石墨阻挡层的电接触。保留常规电池中阳极侧不变,其包括铝端板、具有绝缘层的金涂覆电极、具有机械加工流场的石墨阻挡层和 Toray 纸集电体。挠性硅加热器附着在端板的外表面上用于温度控制。由两个分开的片制造 MEA,其中一个具有高活性催化剂(Pt)涂覆在阴极侧上,另一个具有低活性催化剂(PtHf)。使用上述电池,在室温下没有电流流过(背景)的情况使样本成像,然后使用 FLIR SC1000IR 摄像机(FLIR Systems, Boston MA)具有 0.5amps 和 4.0amps。图 3 示出了利用 0.5amps 的除去背景的温谱图以及图 4 示出了利用 4.0amps 的除去背景的温谱图。

实施例 2:

组装与实施例 1 中描述的测试电池相似的测试电池，只是在四个象限中用四种不同的材料制备 MEA。四种材料是 PtMnFe、PtCoFe、PtNiFe 和 PtHf。FLIR SC1000 摄像机 (FLIR Systems, Boston MA)，具有大致一平方英寸的视角，集中在四个象限的交叉点上，然后略微散开，以消除铂筛网造成的线。电池温度一经稳定，就在没有施加电压的情况下将电池加热到 76°C 并且记录背景图像。然后在恒压 0.8 伏、0.7 伏、0.6 伏、0.5 伏和 0.45 伏下记录图像。图 5 示出了在这些电压下的除去背景的温谱图。

实施例 3:

制备与上述实施例 1 中描述的测试电池相似的测试电池，只是具有两点不同。第一，MEA 的阴极侧涂覆有铂以及 80%Ni/20%Fe 合金 (镍铁导磁合金) 的 110 个替换层，如 J.R.Dahn et al., Chem. Mater., 2002, 14, 3519-3523 中描述的溅射涂覆。每个铂层的厚度分别从 0 到 11 埃线性变化 (左到右) 并且每个镍铁导磁合金层分别从 0 到 6 埃线性变化 (下到上)，产生了垂直的合成物梯度。第二，将 AVCARB 1071 HCB 碳浸渍布 (从 Ballard Material Products, Inc. 前 Textron Systems Corporation; Lowell, MA 购买到) 片段放置在 MEA 和铂筛网之间。FLIR SC1000 摄像机 (FLIR Systems, Boston MA)，具有大致一平方英寸的视角，集中在右上象限 (其中碳布覆盖 MEA 的铂和镍铁导磁合金部分) 上，然后略微散开，以消除铂筛网造成的线。在室温下记录背景图像。图 6 示出了 0.4V 下记录的除去背景的温谱图。在覆盖 MEA 大部分铂和富镍铁导磁合金角的碳布上观察到最大的温差。

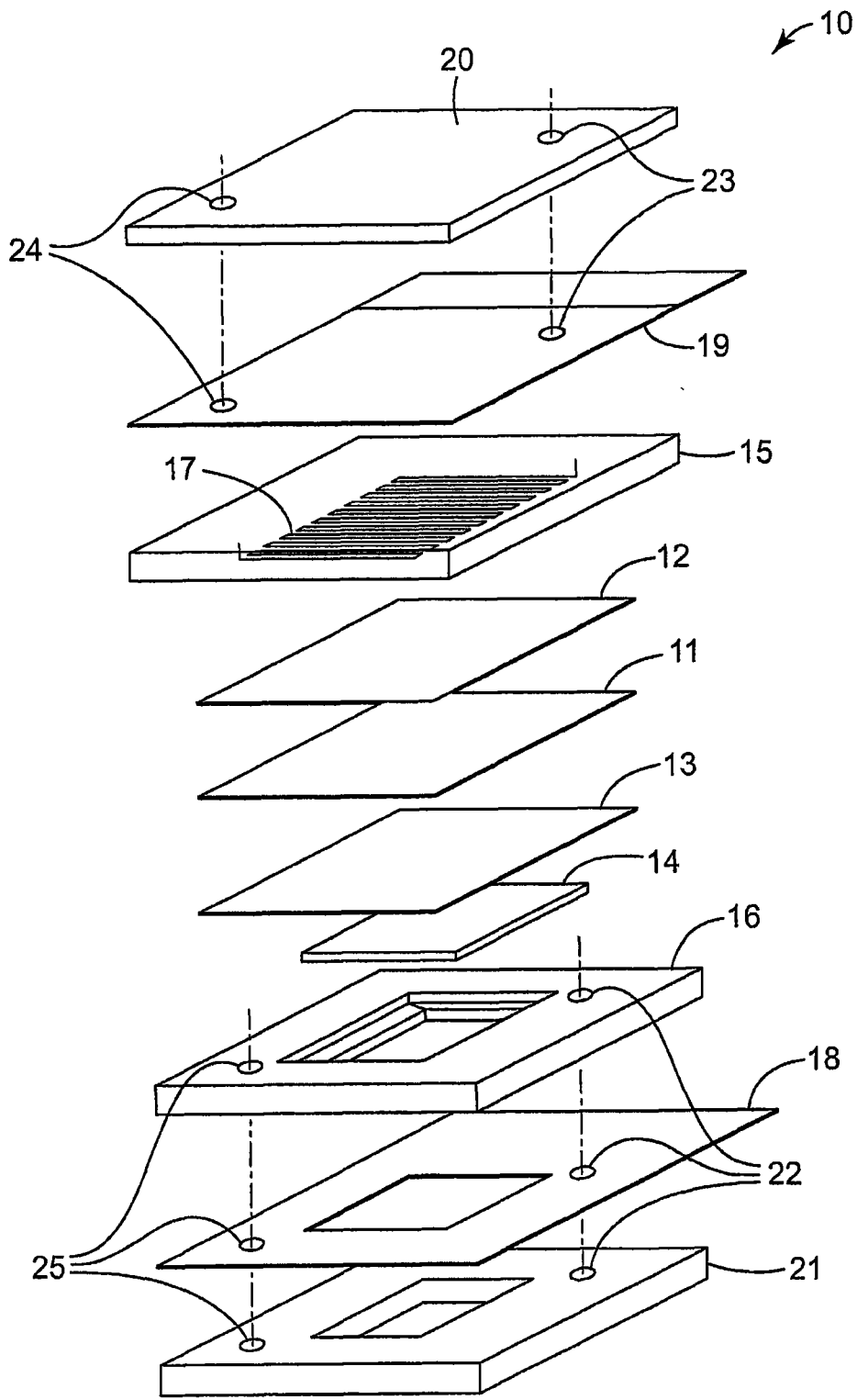


图1

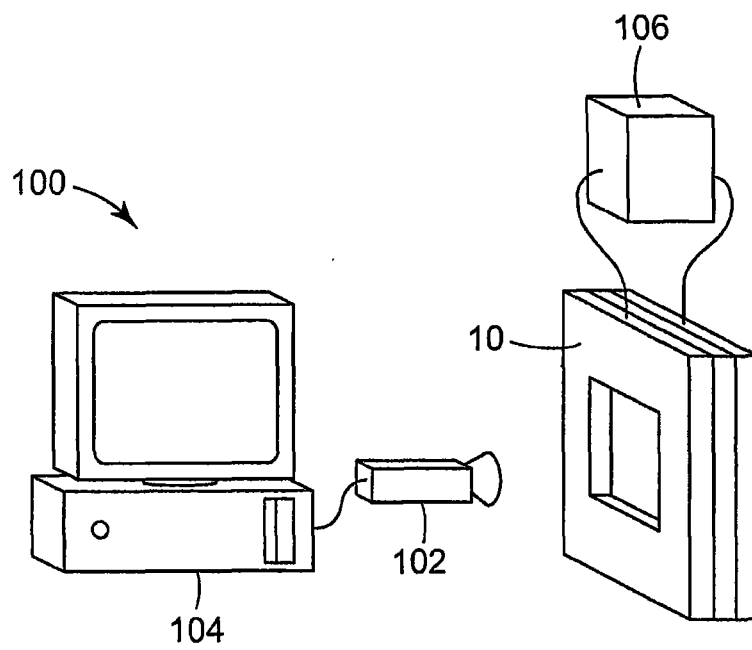


图2

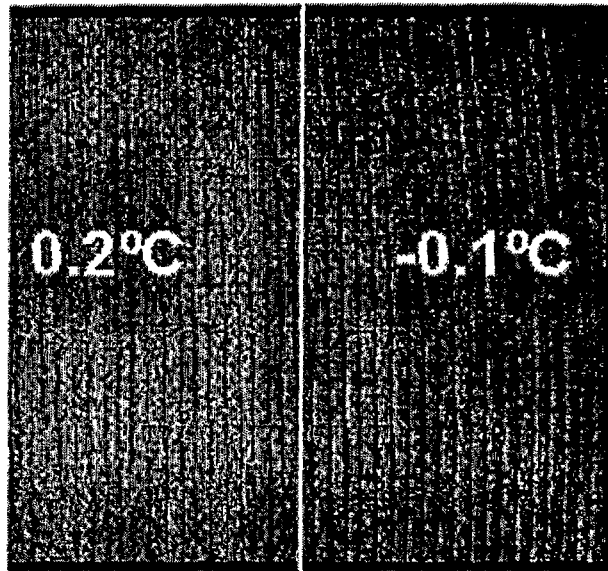


图3

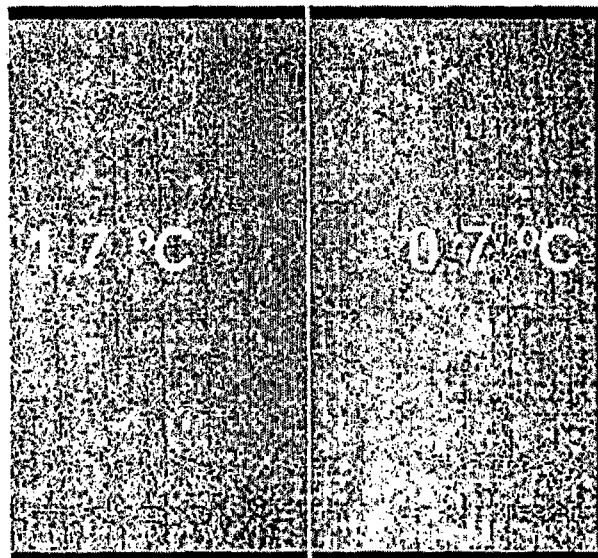


图4

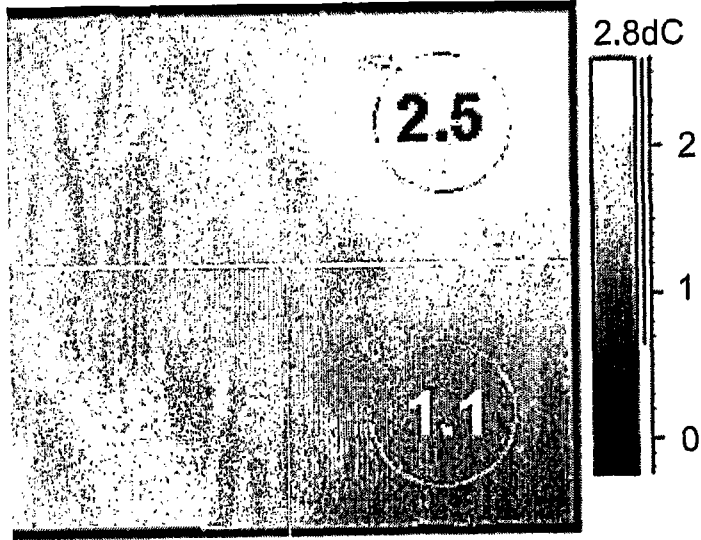


图5

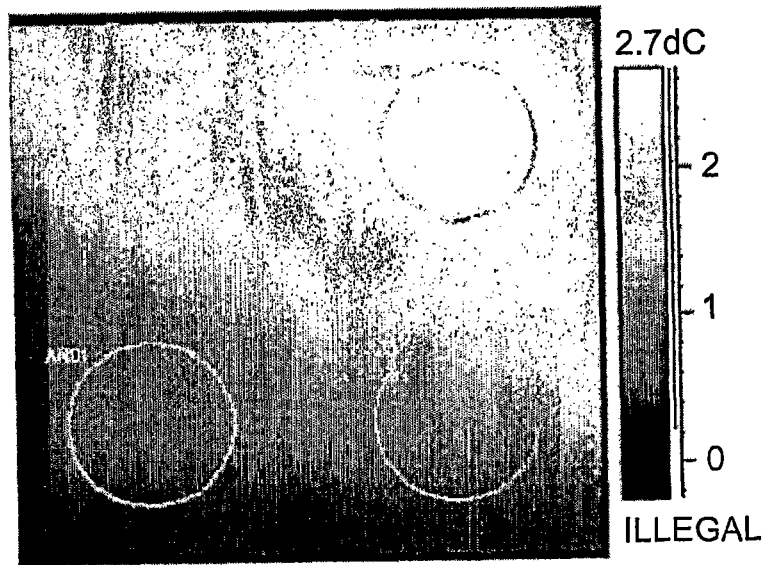


图6