(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl.
H01M 8/04 (2006.01)
H01M 8/10 (2006.01)
H01M 8/02 (2006.01)
G01N 25/72 (2006.01)

(11) 공개번호 10-2007-0085908
(43) 공개일자 2007년08월27일

(21) 출원번호 10-2007-7012922
(22) 출원일자 2007년06월08일
심사청구일자 없음
번역문 제출일자 2007년06월08일
(86) 국제출원번호 PCT/US2005/040838
국제출원일자 2005년11월10일
(87) 국제공개번호 WO 2006/065413
국제공개일자 2006년06월22일

(30) 우선권주장 11/008,826 2004년12월10일 미국(US)

(71) 출원인 쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠 센터

(72) 발명자 로스코 스티븐 비.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터
라코우 닐 에이.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터
아타나소스키 라도스라브
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터
잭슨 에릭 알.
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터
토마스 존 에이치. 3세
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터
매킨토시 레스터 에이치. 3세
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박스 33427 쓰리엠센터

(74) 대리인 김영
양영준
안국찬

전체 청구항 수 : 총 31 항

(54) 적외선 서모그래피에 의한 연료 전지 테스트 방법

(57) 요약

멤브레인 전극 조립체와, 멤브레인 전극 조립체의 표면의 서모그래피 분석을 위한 IR 투과창을 포함하는 연료 전지가 기술된다. 테스트 연료 전지는 연료 전지를 체크하는 단계와, IR 검출기 어레이로 연료 전지의 서모그래피 프로파일을 캡처하며, 동시에 전류, 전압, 및 반쪽 전지 포텐셜을 포함하는, 전지의 전기 화학 출력값을 측정 단계를 포함하는 방법을 제공한다.

대표도

도 1

특허청구의 범위

청구항 1.

연료 전지이며,

멤브레인 전극 조립체와, 상기 멤브레인 전극 조립체의 표면의 서모그래피 분석을 위한 IR 투과창을 포함하는 연료 전지.

청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 멤브레인 전극 조립체는

a) 제1 집전기 층,

b) 멤브레인 전극 조립체, 및

c) 제2 집전기 층을 포함하며,

상기 IR 투과창은 상기 멤브레인 전극 조립체 등록시 상기 제1 집전기 층과 인접하여 배치되는 연료 전지.

청구항 3.

제1항에 있어서, 상기 IR 투과창은 상기 멤브레인 전극 조립체의 애노드 측 상에 위치하는 연료 전지.

청구항 4.

제1항에 있어서, 상기 IR 투과창은 상기 멤브레인 전극 조립체의 캐소드 측 상에 위치하는 연료 전지.

청구항 5.

제2항에 있어서,

a) IR 투과창을 갖는 제1 분배판,

b) 제2 분배판, 및

c) 상기 제1 및 제2 분배판 사이에 배치된 멤브레인 전극 조립체를 더 포함하는 연료 전지.

청구항 6.

제5항에 있어서, 상기 멤브레인 전극 조립체는 애노드 층, 캐소드 층 및 그 사이에 배치된 이온 교환 멤브레인을 포함하는 연료 전지.

청구항 7.

제5항에 있어서, 상기 멤브레인 전극 조립체는 제1 집전기, 애노드 층, 이온 교환 멤브레인, 캐소드 층 및 제2 집전기를 포함하는 연료 전지.

청구항 8.

제7항에 있어서, 상기 창은 상기 멤브레인 전극 조립체의 애노드 측 상에 위치하고, 상기 제1 집전기는 IR 투과성인 연료 전지.

청구항 9.

제7항에 있어서, 상기 창은 상기 멤브레인 전극 조립체의 캐소드 측 상에 위치하고, 상기 제2 집전기는 IR 투과성인 연료 전지.

청구항 10.

제5항에 있어서, 상기 IR 투과창은 상기 제1 분배판 내에 쿼츠 또는 사파이어 창을 포함하는 연료 전지.

청구항 11.

제5항에 있어서, 상기 제2 분배판은 연료 및 산화제의 유동을 유도하도록 그 내부에 채널을 갖는 연료 전지.

청구항 12.

제5항에 있어서, 상기 제1 및 제2 분배판은 연료 및 산화제의 도입 및 생성물의 배출을 위한 입구 및 출구를 갖는 연료 전지.

청구항 13.

제5항에 있어서, 부품의 교체를 허용하도록, 연료 전지의 부품을 해제 가능하게 결합하는 결합 수단을 더 포함하는 연료 전지.

청구항 14.

제5항에 있어서, 상기 애노드층은 Pt, Ru, Hf, Mo, Sn과, 다른 귀금속, 비귀금속 및 그 옥시하이드록사이드의 합금 및 혼합물로부터 선택되는 연료 전지.

청구항 15.

제1항에 있어서, 상기 캐소드 층은 Pt와, 다른 귀금속 및 전이 금속, 그 합금 및 혼합물, 나노 입자를 포함하는 금속, 및 비귀금속 촉매로부터 선택되는 연료 전지.

청구항 16.

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 연료 전지와, IR 검출기 어레이를 구비하여 연료 전지의 서모그래피 프로파일을 얻기 위한 시스템.

청구항 17.

연료 전지를 테스트하는 방법이며,

a) 제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 따른 연료 전지에 연료 및 산화제를 제공하는 단계와,

b) 상기 IR 투과창을 통해서 적외선 검출기 어레이를 구비하여 상기 멤브레인 전극 조립체의 서모그래피 프로파일을 캡처하는 단계를 포함하는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 18.

제17항에 있어서, 상기 서모그래피 프로파일은 시간의 함수로서 캡처되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 19.

제17항에 있어서, 상기 서모그래피 프로파일은 상기 멤브레인 전극 조립체 상의 지점에 대응되는 복수의 픽셀을 갖는 디지털 적외선 카메라에 의해 캡처되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 20.

제17항에 있어서, 상기 서모그래피 프로파일은 상기 멤브레인 전극 조립체 상의 상기 미리 선택된 지점에 대응하는 복수의 출력값을 위해 구성되는 IR 검출기에 의해 캡처되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 21.

제17항에 있어서, 상기 연료 전지의 전기 출력값은 상기 서모그래피 프로파일과 동시에 모니터링되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 22.

제17항에 있어서, 상기 연료 전지의 성능은 연료가 상기 애노드 측에 도입될 때 서모그래피 프로파일을 캡처함으로써 측정되고, 전류가 발생할 때 산화제가 상기 캐소드 측에 도입되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 23.

제17항에 있어서, 상기 전류 및/또는 상기 전압이 기록되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 24.

제17항에 있어서, 제1 서모그래피 프로파일이 캡처되고, 상기 연료 전지의 부품이 변경되고, 제2 서모그래피 프로파일이 캡처되고 상기 프로파일들이 비교되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 25.

제17항에 있어서, 상기 연료 전지의 전압은 상기 서모그래피 프로파일의 캡처와 함께 동시에 기록되는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 26.

제17항에 있어서, 상기 애노드 및 캐소드의 반쪽 전지 포텐셜이 기록되는 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 27.

제17항에 있어서, 전극의 서모그래피 프로파일이 캡처되고, 상기 연료 전지의 상기 전극은 상기 그 표면 상에서 촉매의 구배 농도를 갖는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 28.

제17항에 있어서, 전자 부하기에 연결되는 동안 제1 서모그래피 프로파일을 얻는 단계와, 전자 부하기를 제거하는 단계와, 제2 서모그래피 프로파일을 얻는 단계와, 제1 서모그래피 프로파일로부터 제2 서모그래피 프로파일을 감산하는 단계를 포함하는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 29.

제28항에 있어서, 상기 프로파일은 일정한 상승된 온도에서 얻어지는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 30.

제17항에 있어서, 상기 프로파일은 일정한 전류 하에서 얻어지는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

청구항 31.

제17항에 있어서, 상기 프로파일은 일정한 전압 하에서 얻어지는, 연료 전지를 테스트하는 방법.

명세서

기술분야

본 발명은 미국 에너지국(DOE)에 의해 수여된 (협력 협약 DE-FC-36-02AL67621)하에서 정부 지원으로 이루어졌다. 본 정부는 본 발명에 대해 소정의 권리를 갖는다.

본 발명은 광학 적외선 서모그래피와, 연료 전지의 성능을 모니터링, 측정, 및 특성을 부여하는데 있어서 그것의 사용에 관한 것이다.

배경기술

광학 고온 측정은 다양한 재료, 특히 백열 재료의 표면 온도를 측정하는데 효율적으로 사용되고, 촉매 활성도, 단량체 또는 다른 반응물의 반응성, 반응 속도, 또는 박막 샘플의 반응 조건을 평가하는데 사용된다. 일반적으로, 박막 샘플이 평가되고 샘플의 온도가 기록된다. 예를 들어, 더 높은 피크 온도가 다양한 촉매를 스크린하는데 사용되고, 그 샘플들은 소정의 설정 조건 하에서 더 높은 촉매 활성을 갖는다고 추정되는 더 높은 피크 온도를 나타낸다.

양성자 교환 멤브레인 연료 전지, 센서, 전해조, 및 전기 화학 리액터(reactor)를 포함하는 전기 화학 전지가 본 기술에 공지된다. 일반적으로, 이런 전지의 주요 부품은, 주로 멤브레인 전극 조립체(Membrane Electrode Assembly ; MEA)라고 언급되는 멤브레인 전극 조립체이며, 이온 전도 멤브레인(ICM 또는 양성자 교환 멤브레인이라는 점에서 PEM라고 명명됨)에 의해 분리되는 두 개의 촉매 전극을 포함한다. 연료 전지에서, MEA는 5층 조립체를 형성하도록 두 개의 투과성, 전기 전도성 방지층 사이에 개재된다. 3층 MEA가 중심 중합체 멤브레인을 포함할 때, 종종 연료 전지는 중합체 전해질 멤브레인 연료 전지(polymer electrolyte membrane fuel cell ; PEMFC)로 언급된다. 일반적인 저온도 연료 전지에서, 수소 가스는 애노드에서 산화되고 (보통 공기처럼)산소 가스는 캐소드에서 환원된다.

(애노드) (캐소드) H_2 가스 --> $2e^-$ + $2H^+$ $2H^+$ (전해질을 통해) --> $2H^+$ + $2e^-$ + 1/2 O_2 -->H_2O

$2e^-$(전자 회로를 통해) -->

PEMFC는 고 에너지 변환율, 고 동력 밀도 및 적은 오염도를 보이기 때문에, PEMFC는 예를 들어, 전기 자동차에 대한 잠재적 에너지원으로서 알려진다. 자동차와 같은 차량에서, 메탄올은 차량에서 수소보다 더 쉽게 저장되기 때문에, 수소 가스의 하나의 편리한 재료는 메탄올의 증기 변형일 수 있다.

하지만, 종래 연료 전지의 고 비용 및 성능 문제는 상용으로 널리 보급되는 것을 방지한다. 상당한 노력이 새로운 재료 및 구조의 개발로 계속되고 있지만, 작동 조건 하에서, 새로운 연료 전지 및 그 부품을 테스트하는 것은 매우 어려운 문제이다.

발명의 상세한 설명

본 발명은 멤브레인 전극 조립체와, 멤브레인 전극 조립체의 표면의 서모그래피 분석을 위한 IR 투과창을 포함하는 연료 전지를 제공한다. 또한, 본 발명은 연료 전지를 모니터링하고, IR 검출기 어레이를 구비한 연료 전지의 서모그래피 프로파일을 캡쳐하는 방법을 제공하고, 동시에 전류, 전압, 및 반쪽 전지 포텐셜을 포함하는 전지의 전기 화학 출력값을 측정한다, .

본 발명은 IR 투과창을 갖는 테스트 연료 전지를 제공함으로써 본 기술에서의 문제점을 극복하여, (촉매 및 멤브레인을 포함하는)구조의 재료 및 부품의 치수가 작동 조건 하에서 테스트될 수도 있다. 즉, 그 때 반응물은 소비되고 전력은 발생된다. 본 발명은 멤브레인 전극 조립체의 표면의 서모그래피 프로파일을 얻음으로써, 동시에 전기 출력값 즉, 전압 및/또는 전류를 측정하여, 연료 전지의 평가를 허용한다.

본 원에서 사용되는 바와 같이, 서모그램 또는 서모그래피 프로파일은 연료 전지 MEA의 하나 이상의 표면 상의 복수의 지점에서의 연료 전지의 온도 프로파일, 즉 멤브레인 전극 조립체의 표면의 "온도도(temperature map)"로 언급된다. 서모그래피 프로파일은 단일 지점에서 온도를 측정하는 단일 지점 광학 고온 측정, 또는 표면의 평균 온도와는 구별된다.

각각의 서모그래피 프로파일은 적시에 단일 지점에서, 또는 시간의 함수로서 캡쳐될 수도 있다. 시간의 함수로서 캡처될 때, MEA의 표면 상의 개별적인 지점이 평가될 수 있어, 그 결과는 시간에 걸쳐 비교된다. 개별적인 지점들은, 전지 화학 반응이 MEA 상의 다른 지점에서 어떻게 변경되는지 판단하도록 특정 시간에서 비교될 수도 있다.

본 발명의 연료 전지 및 방법은, 전류 및/또는 전압을 (선택적으로)측정하면서 연관된 서모그래피 프로파일을 비교함으로써 재료, 부품, 부품의 크기 및 구성, 연료, 산화제 및 그 양, 기체 흐름의 균일성을 최적화하는데 사용될 수도 있다. 또한, 서모그래피 프로파일은 MEA 내의 핀홀(pinhole) 내에서 또는 비균일 촉매 층 내에서와 같은, 제조 공정에서 야기되는 결점을 판단하는데 사용될 수도 있다.

실시예

본 발명은 멤브레인 전극 조립체와, 멤브레인 전극 조립체의 표면의 서모그래피 분석을 위한 IR 투과창을 포함하는 연료 전지를 제공한다. 일 실시예에서, 연료 전지 MEA는

a) 제1 집전기,

b) 멤브레인 전극 조립체, 및

c) 제2 전류 집전기

를 포함하는 "5층 멤브레인 전극 조립체"일 수도 있고, 여기서 IR 투과창은 제1 집전기와 인접해서 배치된다.

임의의 적합한 이온 전도 멤브레인이 본 발명의 적용례에서 사용될 수도 있다. 본 발명 내에서 유용한 중합체 전해질은 일반적으로 테트라플루오로에틸렌의 공중합체 및 하나 이상의 플루오르화된, 산-작용기 공단량체인 것이 바람직하다. 일반적으로, 중합체 전해질은 설포네이트 작용기에 적합하다. 일반적으로 ICM은 50㎛ 이하, 더 일반적으로는 40㎛ 이하, 더 일반적으로는 30㎛ 이하, 가장 일반적으로는 대략 25㎛의 두께를 갖는다. 일반적으로, ICM은 (독일 윌밍턴 소재의 DuPont Chemicals사의)Nafion™ 및 (일본 도쿄 소재의 Asahi Glass Co. Ltd.사의)Flemion™과 같은, 산 작용기 플루오로 중합체인 중합체 전해질을 포함한다. 가장 일반적으로, 중합체 전해질은 Nafion™이다. 일반적으로, 중합체 전해질은 1200 이하, 더 일반적으로 1100 이하, 더 일반적으로 1050 이하, 가장 일반적으로 대략 1000 이하의 산 당량 중량을 갖는다.

하나의 유용한 멤브레인은, 참조로서 본 원에 통합되는 미국 특허 출원 번호 제10/945,178호에 기술된 바와 같이, 결합된 음이온성 작용기 및 망간 또는 루테늄 양이온을 포함하는 중합체를 포함한다. 또 다른 유용한 멤브레인은 고도로 플루오르화된(일반적으로 과플루오르화된)중합체 전해질 및 하나 이상의 산화 망간을 포함하며, 여기서 중합체 전해질 멤브레인의 두께에 걸친 산화 망간의 분포는 참조로서 본 원에 통합된 미국 특허 출원 번호 제10/944,998호에 기술된 바와 같이 균일하다. 다른 유용한 멤브레인은, 참조로서 본 원에 통합되는 미국 특허 번호 제2004/0121210호에 기술되는 바와 같이 고도로 플루오르화된 골격을 포함하는 중합체와, 화학식 $-O-CF_2-CF_2-CF_2-CF_2-SO_3H$의 펜던트기를 포함하는 하나 이상의 펜던트기를 포함한다.

연료 전지의 IR 서모그래피 분석은 ICM에 사용되는 다양한 재료, 및 그 두께 및 치수를 스크린하는데 사용될 수도 있다. 예를 들어, 다양한 ICM 재료 또는 치수를 갖는 연료 전지의 서모그램이 비교될 수도 있다. 제조 공정으로부터 야기된 결함은 서모그래피 프로파일 내에 나타난, 연료 및 산화제 조합으로부터 야기되는 바와 같은 "열점(hot spots)"에 의해 확인될 수도 있다.

(애노드용으로)Pt, Ru, Hf, Mo, Sn과, 다른 귀금속, 비귀금속 및 그 옥시하이드로옥사이드, 및 Pt로부터의 합금 및 혼합물과, 다른 귀금속, 전이 금속과, 그 합금 및 혼합물과, 나노 입자를 포함하는 금속을 포함하는 임의의 적당한 촉매뿐 아니라 비귀금속 촉매 본 발명의 적용례에 사용될 수도 있다. 미국 특허 번호 제2002/0004453호, 제6,040,077호 및 제5,879,827호가 참조될 수도 있다.

일반적으로, 탄소-지원 촉매 입자가 사용된다. 일반적인 탄소-지원 촉매 입자는 중량으로 50-90% 탄소 및 10-50% 촉매 금속이고, 일반적으로 촉매 금속은 캐소드용으로 Pt를 포함하고, 애노드용으로 2 : 1의 중량비로 Pt 및 Ru를 포함한다. 일반적으로, 종래의 촉매 합금 입자는 습식 화학 또는 야금 방법에 의해서 준비되고 종래의 탄소 지원 입자 상에 지지된다. 종래의 입자는 합금의 화학량론을 나타내는 균질한 조성과, 종래의 방법에 의해서 제조된 입자의 결정 성장 성향을 표시하

는 일반적인 구형의 형태를 갖고, 더 큰 지원 입자의 표면에 걸쳐 불규칙하게 분배된다. 또한 촉매 입자는 "블랙" 과 같은 지원 없이 사용될 수도 있다. 이런 입자는 2 내지 25㎚ 사이즈 범위 내에 존재한다고 보고되고 그들은 지원 입자당 촉매의 양이 증가함에 따라 직경이 증가한다.

몇몇 실시예에서, 연료 전지 MEA는 Pt 분말 또는 탄소 지원 Pt 촉매 중 하나의 가압된 분산의 형태로 촉매 전극을 사용하여 구성될 수도 있다. 이러한 종래의 촉매는 잉크 또는 페이스트 함유 전해질 내에서 막에 인접해서 위치된 방지층 또는 ICM 중 하나에 인가된다. 수소 연료 중합체 전해질 멤브레인에 사용되는 지배적인 촉매 형태는 클로로백금산(chloroplatinic acid)의 환원과 같은, 습식 화학 방법에 의해서 더 큰 탄소 입자 상에 도포된 Pt 또는 Pt 합금이다. 이런 종래의 형태의 촉매는 멤브레인 또는 전극 방지 재료에 인가되는 잉크, 페이스트 또는 분산을 형성하도록 이오노머 결합제, 용매 및 때론 폴리플루오르에틸렌(PTFE) 입자와 함께 분산된다. 기계적인 지지뿐만 아니라, 탄소 지원 입자가 전극층 내에 필요한 전기 도전성을 제공한다는 것이 본 기술에서 일반적으로 믿어진다.

일반적으로, 촉매는 촉매 잉크의 형태로 집전기 또는 ICM에 인가된다. 일반적으로, 촉매 잉크는 중합체 전해질 재료를 포함하고, 그것은 ICM을 포함하는 동일한 중합체 전해질 재료일 수도 있고 아닐 수도 있다. 일반적으로, 중합체 전해질은 Nafion™ 및 Flemion™와 같은, 산-작용기 플루오로중합체이다. 일반적으로, 바람직하게는, 본 발명에서 사용되는 잉크에 효율적인 중합체 전해질은 테트라플루오로에틸렌 공중합체 및 하나 이상의 플루오르화된, 산-작용기 공단량체이다. 일반적으로, 중합체 전해질은 설포네이트 작용기에 적합하다. 가장 일반적으로, 중합체 전해질은 Nafion™이다. 일반적으로, 중합체 전해질은 1200 이하, 더 일반적으로는 1100 이하, 더 일반적으로는 1050 이하, 및 가장 일반적으로는 대략 700 이하의 당량을 갖는다. 일반적으로, 촉매 잉크는 중합체 전해질의 분산에서 촉매 입자의 분산을 포함한다. 일반적으로, 잉크는 5-30% 고체(즉, 중합체 및 촉매) 및 더 일반적으로는 10-20% 고체를 포함한다. 일반적으로 전해질 분산은 글리세린(glycerin) 및 에틸렌 글리콜(ethylene glycol)과 같은 폴리알코올 및 알코올을 추가로 포함할 수도 있는 수성 분산이다. 물, 알코올, 및 폴리알코올 함유량은 잉크의 유동 특성을 바꾸는데 적합할 수도 있다. 일반적으로, 잉크는 0-50% 알코올 및 0-20% 폴리알코올을 포함한다. 추가로, 잉크는 0-2%의 적절한 분산제를 포함할 수도 있다. 일반적으로, 잉크는 코팅 가능한 농도를 위해 희석 전에 열을 가해 섞음으로써 제조된다.

촉매는 수동식 및 기계식 방법을 모두 포함하고, 솔질, 노치 바 코팅(notch bar coating), 유체 베어링 다이 코팅(fluid bearing die coating), 전선 권취 막대 코팅(wire-wound rod coating), 유체 베어링 코팅, 슬롯 피드 나이프 코팅(slot fed knife coating), 쓰리롤 코팅, 또는 전사 이동(decal transfer)을 포함하는 임의의 적절한 수단에 의한 집전기 또는 ICM에 도포될 수도 있다. 코팅은 한 번의 도포 또는 다중의 도포로 얻어질 수 있다.

다른 실시예에서, 촉매 금속염이, 지원 입자 없이 전해질 내에서 촉매 금속 입자의 분포를 형성하도록 고체 중합체 전해질의 유기 용액 내에서 감소될 수도 있고, 그 후 촉매 금속염은 촉매 전극을 형성하도록 전극 배면층 상에 주조된다.

또 다른 실시예에서, Pt 분말은 중합체 전해질 및 용매의 용액과 직접 혼합되고 전극 배면층 상에 코팅된다. 그러나, 분말이 어느 정도 작게 제조될 수 있는 지에 대한 한계 및 분산의 안정성으로 인해, 이 접근은 매우 높은, 따라서 매우 고가의 촉매 하중을 야기한다.

다양한 다른 구조 및 수단이, 전극을 형성하도록 전해질과 접촉하여 촉매를 도입하거나 또는 도포하도록 사용된다. 이런 MEA는 (a) ICM의 표면 상에 적층된 탄소 지원 촉매 파우더 또는 금속 입자의 다공성 금속막 또는 평면 분포, (b) ICM 내에 개재되거나 또는 ICM 상에 적층되는 금속 격자 또는 메쉬, 또는 (c) ICM의 표면 내에 개재된 촉매 활노 구성의 나조 합성 요소를 포함할 수 있다.

다르게는, 촉매 코팅된 멤브레인(CCM)은 (고체 중합체 전해질 내에 개재된 나노 구조의 전극에 관한)미국 특허 제5,338,430호 또는 (나노 구조의 요소를 포함하는 전극층을 구비한 MEA에 관한)미국 특허 제5,879,828호에 개시된 바와 같이, 나노 구조의 촉매를 사용해서 제조될 수도 있다.

특히 유용한 실시예에서, 테스트 촉매 샘플은 조성이 변경될 수 있다. 이 실시예에서, 조성은 평면 촉매 표면의 일 영역으로부터 다른 영역까지 변경될 수도 있다. 예를 들어, 이차원 촉매 표면은 샘플의 일 에지에서 100%의 촉매 X 및 0%의 촉매 Y, 및 샘플의 대향 에지에서 0%의 촉매 X 및 100%의 촉매 Y를 포함하고, 두 개의 에지 사이에서의 축을 따라 그 사이에 두 촉매의 구배 농도를 구비한다. 바람직한 경우, 제3 촉매 성분 Z는 0%와 수직축을 따라 미리 선택된 값 사이에서 다양하게 될 수도 있다. 서모그래피 프로파일, 따라서 X,Y 및 Z의 농도의 전체 범위가 캡쳐되어 촉매의 성능이 판단될 수도 있다.

샘플을 가로질러 촉매의 농도가 변경되는 샘플과 더불어, 샘플은 촉매 층의 두께, 및 사용되는 지지원의 타입이 변경될 수도 있다. 구배 조성을 갖는 샘플은 2002년에 J.R.Dahn 등에 의해 발행된 Chemistry of Materials, 14,3519에 기재되는 기술, 및 본원에서 참조되는 다른 기술들을 사용해서 준비될 수도 있다.

임의의 적절한 집전기(또는 유체 수송층 또는 FTL로서 기술됨)가 본 발명의 적용례에서 사용될 수도 있다. 집전기는 1) 전극과의 전기적 접촉을 최대화하여 전극 내 전류의 긴 횡방향 경로로 인한 비저항을 최소화하며, 2) 배면판과 접촉하여 저항을 낮추고, 3) MEA로부터 배면판으로 열을 전달하고, 4) 최소한의 압력 강하 및 MEA의 표면 상의 반응물의 균일한 분포로 반응물(연료 및 산화제)의 유동을 허용하고, 5) 물과 같은, 반응의 생성물의 용이한 제거를 허용하고, 6) 반쪽 전지의 반응 조건 하에서 전기 화학적으로 안정하게 하고, 및 7) IR 투과창을 통해 MEA의 열 방출의 직접 또는 간접 관찰을 허용하도록 선택된다.

연료 전지에서 집전기를 위한 금속 메쉬의 사용이 본 기술 분야에 공지된다(본 원에서 참조로서 통합되는 Wilson 등에게 허여된 미국 특허 제6,207,310호, 및 Faita 등에게 허여된 미국 특허 제5,482,792호 참조). 금 및 백금 스크린은, 금속이 MEA의 애노드 및 캐소드 양측 상에서 안전하기 때문에, 유리하게 사용된다. 추가로, 텅스턴 상의 금과 같이, 다른 메쉬 재료 상의 금속 코팅 또한 사용될 수도 있다.

또한, 탄소 섬유의 시트 재료를 포함하는 집전기가 공지된다. 일반적으로, 이런 집전기는 직조된 및 직조되지 않은 탄소 섬유 구조로부터 선택된 탄소 섬유 구조이다. 본 발명의 적용에서 유용할 수도 있는 탄소 섬유 구조는 Toray™ 탄소 페이퍼, SpectraCarb™ 탄소 페이퍼, AFN™ 직조되지 않은 탄소 섬유, Zoltek™ 탄소 섬유, (Ballard Material Products, Inc.사로부터 상용으로 입수 가능한)AVCARB 1071 HCB 탄소 주입된 섬유 등을 포함할 수도 있다. 집전기는 탄소 입자 코팅, 친수화 처리, 및 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE)으로 코팅된 것과 같은 소수화 처리를 포함하는, 다양한 재료로 코팅될 수도 있고 주입될 수도 있다.

탄소 섬유 및 페이퍼는 양호한 도전성을 제공하지만, IR 투과창을 통해 MEA로부터 IR 복사의 직접 투과를 차단한다. 그러나, 자유 광학 경로의 부족에도 불구하고, 이런 재료들은 유리하게 사용될 수도 있다. MEA로부터의 IR 복사가 인접 집전기를 가열하고, 그것은 이어서 창을 통해 IR 검출기 어레이로 IR 복사를 투과하기 때문에 서모그래피 프로파일이 간접적으로 얻어질 수도 있다고 알려졌다. 유리하게, 둘 모두는 메탈 도선 스크린을 포함할 수도 있다.

MEA와 IR 투과창 사이에 배치된 집전기를 구비하여, 전기 접촉의 최대화와 IR 투과의 최대화 사이에 절충안을 얻는다. 더 좋은 IR 투과는 더 많은 개방 메쉬(더욱 얇은 도선이 더욱 이격된)를 요구하지만, 이는 자연적으로 더 높은 전기 임피던스 및 더 낮은 전류를 유도한다. 더 큰 도전성을 갖는 금속이 유리하지만, 그것은 또한 전기 화학적으로 안정해야만 하며, 따라서 구리 및 은, 2개의 높은 도전성을 갖는 금속은 MEA의 캐소드 측에는 적합하지 않지만, 애노드 측에는 사용될 수도 있다.

바람직하게는, MEA와 IR 투과창 사이에 배치된 제1 집전기 층은 MEA로부터의 IR 복사가 본질적으로 가로막히지 않은 집전기를 통해 투과될 수도 있도록 개방된 메쉬 구조를 갖는다. 제1 집전기 층은 20% 이상의 IR 복사, 바람직하게는 40% 이상, 및 가장 바람직하게는 60% 이상의 IR 복사를 투과해야만 한다. 제2 집전기는 개방된 메쉬 구조 또는 (탄소 페이퍼와 같은)자유 광학 경로가 부족한 폐쇄된 구조를 가질 수도 있다.

연료 전지는 집전기에 사용되는 다양한 재료 및 그 재료의 두께 및 치수를 스크린하는데 사용될 수도 있다.

일반적으로, MEA는 분배판으로서 공지된, 두 개의 강성한 판 사이에 개재된다. 이런 판의 하나 이상은 MEA의 서모그래피 프로파일을 캡처하기 위해서 IR 투과창을 갖는다. 집전기와 같이, 분배판은 전기적으로 도전성을 가질 수도 있다. 일반적으로, 분배판은 탄소 혼합물, 금속, 또는 도금된 금속 재료로 제조된다. 분배판은, 일반적으로 MEA에 대향하는 표면 내에 형성된 하나 이상의 유체 전달 채널을 통해 MEA 전극 표면으로 및 MEA 전극 표면을 향해 반응물 또는 생성물 유체를 분배시킨다. 이런 채널은 유동장을 포함한다. 분배판의 면 상의 채널 사이의 영역은 "랜드 영역(land area)"로 불린다. 이러한 랜드 영역은 전기적으로 MEA와 접촉하고 MEA의 전극으로 및 MEA 전극으로부터 전류를 유도한다. 일반적으로, 창을 갖는 분배판은 이런 채널을 갖지 않지만, 채널은 IR 투과창 내로 기계화될 수도 있다. 연료 전지는 미국 특허 제10/295,292호 및 제10/295,518호에 개시된 바와 같이 결합된 연료 전지 조립체를 사용해서 구성될 수도 있고, 그 개재물은 참조로서 본원에 통합된다.

도1은 본 발명의 테스트 연료 전지를 도시한다. 테스트 전지(10)는 두 개의 주요 표면 상에 촉매층을 갖는 멤브레인 전극 조립체(MEA ; 11)를 포함한다. 도면에서, 주요 표면 중 하나는 각각 애노드 또는 캐소드일 수 있다. 두 개의 집전기(12,

13)가 MEA(11)와 전기적으로 접촉하고, 그 각각은 기술된 바와 같이 개방된 또는 폐쇄된 구조를 가질 수도 있다. 바람직하게는, 집전기(13)는 IR 투과창(14) 등록시 개방된, 도전성 메쉬 구조이다. 집전기(13)는 MEA(11) 등록시 IR 투과창(14)을 갖는 분배판(16)과 전기적 접촉을 한다. 집전기(13)로부터 이격된 분배판(16)의 표면은, 일정전위 전해장치(potentiostat)와 같은 전자 부하기에 연결하기 위해 전기 접촉부(18)와 전기적으로 접촉한다. 전기 접촉부(18)는 실질적으로 직사각형으로 도시되고 립부(lip)가 전기 연결부를 위해 제공되도록 더 큰 영역을 갖고, 창(14) 등록시 그를 관통하는 개구를 갖는다. 접촉부(18)를 위한 다른 형태 및 사이즈는 그들이 집전기(13)에 광학 경로 및 전기 연결부를 제공한다면 고려될 수 있다.

집전기(12)는 MEA(11)의 대향 면 및 분배판(15)과 전기적으로 접촉한다. 분배판(15)은 MEA(11)에 반응물의 분배를 균일하게 하도록 MEA(11)와 등록시 그 내부에 채널(16)을 갖는다. 전기 접촉부(19)는 전기 접촉부(18) 같이 대향 전극으로부터 전기적 연결을 제공하도록 분배판(15)의 외측 표면과 접촉한다.

하우징 판(20, 21)은 연료 전지의 최외측 면에 위치하고, 그것은 등록시 및 전기 접촉 시에 부품 파트를 지지하도록, 관통 볼트(도시 생략)와 같은, 밀봉 또는 압축 수단이 제공된다. 하우징 판(21)은 창(14)을 통해서 MEA(11)의 표면으로부터 IR 검출기 어레이로 IR 복사의 (직접 또는 간접)광학 경로를 제공하는 개구를 갖는다. 하우징 판(20, 21), 그러나 더 바람직하게는 하우징 판(21)은 (주연부에서)판의 면으로부터의 열교환을 감소시키는 절연층(도시 생략)이 제공될 수도 있다. 또한, 하우징 판(20, 21)은 MEA(11)의 표면에 반응물의 주입을 위한 반응물 입구(22, 23) 및 생성물의 제거를 위한 출구(24, 25)가 제공된다. 추가로, 하우징 판은 연료 전지의 부품의 교체를 허용하도록, 제1 및 제2 분배판을 해제가능하게 결합하는 결합 수단을 제공한다. 입구(22, 23) 및 출구(24, 25)가 연료 전지의 각 면의 대향 코너에 도시되지만, 다른 구성도 고려된다. 하우징 판은 알루미늄 같은 금속, 또는 에폭시 혼합물과 같은 혼합물을 포함하는 임의의 재료로부터 제조될 수도 있다. 하나의 이런 유용한 혼합물은, 바람직한 낮은 열 전도성으로 인해, (캘리포니아주 마운틴 뷰 소재의 Polymer Plastics Corporation사로부터 입수가능한, G11)유리 섬유 에폭시 혼합물이다.

대체로, 연료 전지는 기술 분야에서 공지된 바와 같이 층 사이에 밀봉제 및/또는 개스캣(도시 생략)을 포함한다. 또한, 연료 전지는, 일반적으로 요구되는 상향된 온도에서 연료 전지를 유지하는, 저항성 발열체(또는 흡열체)와 같은 열 교환기(도시 생략)를 포함할 수도 있다. 대체로, 가열기는 하우징 판(20)의 노출된 면에 부착되거나, 또는 하우징 판(21)의 주연(개구 주변의 영역)에 부착될 수도 있다.

샘플의 서모그래피 이미지는 IR 검출기 어레이에 캡처될 수도 있고, IR 검출기 어레이는 적외선 고온계 어레이(즉, 둘 이상의 IR 고온계), 적외선 카메라, 및 바람직하게는 디지털 적외선 카메라를 포함할 수도 있다. 도2는 본 발명의 방법에 사용되는 일반적인 실험안(100)을 도시한다. 연료 전지(10)의 서모그래피 프로파일은 IR 검출기 어레이(102)에 캡처되고, IR 검출기 어레이는 데이타 수집 및 분석을 위해 컴퓨터(104)와 인터페이스 되는 것으로 도시된다. 바람직하게는, IR 검출기(102)는 IR 디지털 카메라이고, 여기서 각각의 픽셀은 다중 지점의 캡처를 위해 연료 전지(10)의 MEA의 표면 상의 지점에 "표시될 수도 있다." 도시된 바와 같이, IR 검출기(102)는 연료 전지(10)의 MEA 표면에 대해 실질적으로 수직으로 배향된다. 단일의 검출기(102)가 도시되었지만, 연료 전지(10)의 MEA의 대향 표면에 대해 배향되는, 복수의 검출기가 본원에 기술된 바와 같이 고려된다. 또한, (반쪽 전지 포텐셜을 포함하는)전압 또는 전류와 같은 전기적 정보를 제공하도록 사용될 수도 있는 전자 부하기(106)가 도시된다. 바람직한 경우, 시스템은 검출기 어레이(102)에 대해 미리 선택된 거리 및 방향으로 연료 전지(10)를 유지하는 연료 전지 장착부(도시 생략)를 포함할 수도 있다.

전지(10)의 초기 서모그래피 프로파일은 나중에 획득되는 서모그래피 프로파일로부터의 감산을 위해 캡처될 수도 있다. 획득된 데이터는 수집될 수도 있고, 컴퓨터(104)에 의해 기입될 수도 있다. 이미지는 전기 화학 반응, 및 구성의 재료 내의 임의의 결함이 기록될 수도 있는 "정규화된" 비디오를 생성하도록, 시간의 함수로서 캡처될 수도 있다. 이 샘플은 부품 파트, 연료, 산화제, 압력, 또는 온도, 대기 또는 작동 온도, 주입 가스의 상대 습도, 연료 또는 산화제 내의 오염 물질의 존재, 다른 변수들에 대해 변경되는 다른 샘플들과 비교될 수도 있다.

실제 작동 조건과 근사한 조건 하에서, 즉 전기 부하 하에서 서모그래피 프로파일을 획득하는 것은 특히 유용하다. 대체로, 연료 전지는 외부 가열기를 사용해서 요구되는 온도까지 가열되고, 연료 및 산화제가 전지에 도입되고, 제1 서모그래피 프로파일이 획득된다. 그 후, 전지는 전자 부하기에 연결되고, 예를 들어 일정한 전류 조건 하에서 작동된다. 제2 서모그래피 프로파일이 획득되고, 그로부터 제1 서모그래피 프로파일이 감산된다. 프로파일의 순서는, 원하는 경우 역으로 될 수도 있는데, 즉 전지가 전기 부하 하에서 가열되고, 서모그래피 프로파일이 획득되고, 부하가 제거된 후, 제2 프로파일이 획득된다. 이런 기술은 다양한 촉매와 같은, 다양한 재료의 다른 열 방사율로 인한 차이를 감소시키는 것을 허용한다. 또한 기술은 열적 인공물(예를 들어, 반사)을 보정하고/보정하거나 측정 동안 오를 수도 있는 응축의 영역을 확인한다.

검출기는 대략 -20℃부터 대략 250℃까지, 더 바람직하게는 대략 20℃부터 대략 200℃까지의 유용한 온도 범위를 가져야 한다. 또한, 검출기는 ±0.5℃, 더 바람직하게는 ±0.1℃ 및 가장 바람직하게는 ±0.02℃의 온도 해상도를 가져야한다. 하나 이상의 검출기가 사용될 수도 있다.

고온계는 샘플 상의 스폿(spot)으로부터 수신되는 열적 전자기적 복사의 양으로부터 온도를 측정하는 비접촉식 온도 센서이다. 이런 그룹의 센서는 1-D를 나타내고, 공지된 관련 모션으로, 2-D 온도 분포를 나타낼 수 있는 라인 측정 복사 온도계에 더불어 스폿 또는 "지점" 측정 장치와, 영역 전체에 걸쳐 측정하고 그로부터 얻어지는 이미지는 도시된 구역의 2-D 온도 맵으로서 표시될 수 있는 온도 이미징, 또는 영역 측정 온도계를 포함한다. IR 광학 고온계는 적외선 파장에 대해 민감하고, 일반적으로 입력 파장을 IC, 저항 온도 검출기 또는 열전대에 의해서 광학 또는 전자 출력으로 변환한다. 이 분야에서, 적외선 광학 고온계는 고온 발광으로 인한 그들의 가시적 광 방출에 기초한 매우 고온의 물질(>700℃)의 온도를 측정하는 다른 광학 고온계와 혼돈되지 않는다. 유용한 IR 고온계는 IR 내의 6-14㎛ 사이의 적외선 출력값을 측정하고, 대체로 본 발명의 방법을 사용하여 전기 화학 반응의 발열성을 측정하는데 요구되는 적당한 -20℃ 내지 538℃의 유용한 온도 범위를 갖는다. 하나의 유용한 IR 고온계는 Omega Industrial IR 온도계(OS552-V1-6)이다.

사용되는 장치의 대다수는 단일 주파대 온도계이다(그들은 단일 주파대 내에서 수용되는 열적 복사의 일부, 또는 전자기 스펙트럼의 적외선 파트의 일부를 측정한다). 그러나, 시장에서 무선 온도계(두 색의 고온계)의 수는 상당히 증가했다. 보통, 단일 주파대 무선 온도계는 정확한 표면 온도 측정을 제공하기 위해서 흑체 광원으로 언급된다.

적외선 카메라는 라인-스캔 카메라(line-scan camera)일 수도 있으며, 여기서 센서의 선형 어레이는 2차원 이미지를 제작하도록 카메라의 초점면을 가로질러 이동되거나, 또는 그것은 센서의 2차원 어레이를 포함할 수 있다. 선형 어레이는 120 이상의 픽셀이며, 일반적으로 2차원 어레이는 120 픽셀 ×120 픽셀, 256 픽셀× 256 픽셀, 240 픽셀× 320 픽셀 또는 때로는 그 이상이다.

센서 요소는 마이크로 머신 패드 상에서 충돌하는 적외선이 회로의 저항을 바꾸는 마이크로볼로미터(microbolometer)일 수 있고, 마이크로 머신 패드가 열전대의 활성 전극을 포함하는 열전기 센서일 수 있고, 또는 패드의 복사 열이 전기 용량의 변화를 유발하는 초전기 센서일 수 있다. 초전기 센서가 상당히 넓은 범위의 파장, 심지어 거의 IR을 걸쳐서 사용될 수 있을지라도, 보통 이런 종류의 열 센서는 8 내지 14 ㎛의 긴 파장 범위 내의 적외선에 민감하다. 다르게는, 센서 요소는 대체로 3과 5㎛ 사이의 적외선을 검출하도록 사용되는, 인듐 안티모나이드(InSb), 머큐리 카드뮴 텔룰라이드(MCT), 플래티늄 실리사이드(PtSi), 리드 셀레나이드(PbSe) 등과 같은 광전자 재료일 수도 있다. 또한, 갈륨 아세나이드(GaAs)는 0.9 내지 1.7㎛에 민감한 IR 검출기 어레이를 생성하도록 사용된다. 센서 요소의 제3 타입은 8 내지 9㎛의 파장에서 작동하는 양자 우물구조 적외선 검출기(QWIP)이다. 광학 민감도를 성취하도록 거의 액체 질소 온도까지 냉각되는 광전자 센서 및 QWIP와는 달리, 열 센서는 실온에서 작동될 수도 있다고 공지된다. IR에 민감하도록 설계되는 일부 광도 측정 센서(예를 들어, PbSe)가 대기 온도에서 작동될 수도 있다. 또한, 카메라는 방사 분석될 수도 있고, 그들은 흑체에 대해 조정되어 (방사율, 거리 등과 같은 공지된 다양한 파라미터를 예측하는)물체의 실제 표면 온도를 제공할 수 있거나 또는 없다. 열적 민감도는 센서 타입 및 제조자에 의해 다양하지만, 대체로 20mK(InSb,MCT,QWIP) 이상이다. 열적 민감도, 또는 네트 등가 온도 차이(NETD)가 변경된다.

원리적으로, 흑체 복사는 방출하는 본체가 더욱 뜨거워짐에 따라 더욱 짧은 파장이 방출되므로, 따라서 더욱 짧은 파장에 민감한 카메라가 뜨거운 본체를 위해 더 통상적으로 사용된다. 그러나, 소정의 용도에 대한 광학 카메라는 안정성 및 가격뿐만 아니라 민감도, 이미지 안정도, 측정된 온도 범위, 바람직한 이미지 해상도(픽셀의 수), 촬영 속도, 및 관련 파장 범위 내에서 기대되는 재료의 방사율 및 투명도의 함수일 것이다.

서모그래피 이미지 또는 프로파일은 샘플의 실제 온도를 드러내지 않는다고 이해된다. 비접촉식 광학 방법이 온도를 측정하도록 사용되기 때문에, 흑체 복사에 대한 플랑크의 법칙은 온도 및 파장의 함수로써, "완벽한" 흑체의 방출 강도를 제공한다. 본 발명의 방법으로 측정된 MEA 표면은 완벽한 흑체가 아니기 때문에, 그들은 플랑크의 법칙이 예측하는 임의의 소정의 파장 및 온도에서 더 적은 양의 복사를 방출한다. 예측된 흑체 방출에 대한 실제 방출의 비가 방사율이고, 이는 샘플의 조성 및 표면 성질뿐만 아니라 파장 및 온도에 의존한다.

많은 경우에, 샘플의 실제 온도를 아는 것이 필요하지 않다. 일 샘플이 더 높은 촉매 활성도를 나타내는 더 높은 온도에 도달했거나(또는 샘플의 일 영역이 더 높은 온도에 도달했거나), 또는 다른 샘플보다 더 균일하게 열을 방출하는 것을 관찰하는 것으로 충분하다. 따라서, 샘플 사이에서, 또는 샘플의 선택된 영역 또는 지점 사이에서의 온도의 실험적 차이는 샘플과 관련된 필요한 정보를 제공할 수도 있다.

실제 온도가 요구될 경우, 실제 온도는 샘플의 방사율을 측정함으로써, 탐색 실험 동안 획득된 서모그래피 프로파일에 대한 결과치를 비교함으로써 추정될 수도 있다. 샘플의 방사율 및 실제 온도를 결정하는 다른 방법이, 참조로서 본 원에 통합되는 (Glazman에게 허여된)국제 공보 제03/087,885호 및 미국 특허 제6,016,190호에 개시된다. 신중한 측정은 사용 용기 내에서 방사율을 측정하도록 요구한다.

일반적으로 상용되는 카메라는 FLIR Systems, Electrophysics Corp., Infrared Solutions, Inc., CMC Electronics, Mikron 등과 같은 납품업체로부터 입수가능하다. 모든 IR 카메라는 비디오 카메라가 아니며, 일부만이 이미지를 저장할 수 있다는 점을 기억해라. 출력 신호는 카메라 상의 스크린에 표시될 수 있고, (온보드 RAM 또는 부속 메모리 장치)메모리에 저장될 수 있고, 프레임 그레버 인터페이스인 Firewire™를 통해 개인용 컴퓨터에 제공되고, 또는 고속이 촬영 속도 또는 큰 어레이를 위해서 그것은 Dolch Computer Systems사로부터 입수가능한 것 전용 컴퓨터에 고속의 인터페이스를 통해 연통될 수 있다. .

통상적으로 IR 이미지는 12 또는 14 비트의 데이타 파일과 같은 출력값이기 때문에, 많은 종래의 이미지 처리 패키지가 적용가능하지 않다. 따라서, 대체로, 카메라는 그 자체 제작자 독점의 소프트웨어 패키지로 구성된다. 표준 특성은 한 이미지를 다른 이미지로부터 감산하거나, 또는 "정규화된" 비디오를 생성하는 이미지의 스트링으로부터 감산하는 능력과, 이미지(또는 소정의 구역 또는 라인) 내에서의 최대 및 최소 온도의 확인, 시간/온도 프로파일, 적외선 사진 색감(false color palettes), 및 다른 많은 기능들을 발생시키는 이미지(비디오)의 연속을 통해 소정의 픽셀의 온도를 추적하는 능력을 포함한다. 따라서, 소프트 웨어는 선택된 샘플 영역을 표시하도록 하고, 시간의 함수로서 데이터를 작성하도록 허용한다.

보통, IR 검출기 어레이는 실질적으로 연료 전지의 MEA의 표면에 수직으로 배향된다. 또한, 선택적으로, 대향 표면의 서모그래피 프로파일은 연료 전지가 대향면 상에 IR 투과창을 제공받는 경우에 캡처될 수 있다. MEA 표면 이외에 다른 표면 상의 다중의 지점이 모니터될 수도 있다. 추가로, MEA의 대향 표면 상의 하나 이상의 지점이 모니터되어, 서모그래피 프로파일이 캡처될 수도 있다.

서모그래피 프로파일이 얻어지도록 모니터된 지점은 사용된 IR 검출기의 해상도, 및 샘플로부터의 검출기의 거리에 의존하여 사이즈가 상당히 변경될 수도 있다. 예를 들어, 일반적으로 적외선 고온계는 상대적으로 낮은 해상도를 가져, 샘플 표면의 상대적으로 큰 표면 영역이 모니터되지만. 일반적으로 5㎜이하이다. 다중의 고온계가 샘플 상의 여러 지점을 모니터하는 어레이를 형성하도록 사용될 수도 있다. 그러나, 현재 디지털 IR 카메라는 고 해상도를 가져, 매우 작은 영역의 다중 지점을 모니터되는 것을 허용하며 따라서 디지털 IR 카메라 자체가 IR 검출기 어레이를 구성한다. 디지털 IR 카메라의 각각의 픽셀은 샘플 지점에 "표시될 수도 있어," 그 각각은 100㎛ 이하의 영역에 대응된다. 일부 상용으로 입수 가능한 디지털 IR 카메라는 예상되는 해상도보다 앞서는 10㎛의 해상도를 허용한다.

대체로, IR 검출기는 MEA에 실질적으로 수직인 초점면을 따라 배향되지만, 조사원과 IR 검출기의 상대적인 배향은 정확히 90°일 필요는 없고, ±45° 이내로 배향되는 것이 바람직하고, 더 바람직하게는 ±25°, 가장 바람직하게는 ±10°로 배향된다. 원하는 경우, 일부 미리 선택된 초기 조건 하에서, 초기 서모그래피 프로파일이 캡처되며, 그 후 샘플의 온도 변화를 더 잘 설명하도록 나중에 캡처된 서모그래피 프로파일로부터 "감산된다". 예를 들어, 샘플은 제1 온도까지 가열되고, 서모그래피 프로파일이 캡처되며, 이 이미지는 중합 반응 동안 캡처된 나중의 서모그래피 프로파일로부터 감산된다.

대체로, IR 검출기 어레이는 샘플로부터 일정 거리로 이격되어, IR 전지, 특히 MEA가 실질적으로 시야를 가득 채운다. 다르게는, 검출기 어레이는 연료 전지로부터 해상도를 최대화하는 최소 초점 길이만큼 이격된다. 검출기 어레이가 실험 장치로부터 이격될 경우, 광섬유가 유리하게 사용될 수도 있다.

통상의 IR 투과 재료는 쿼츠(quartz), 사파이어, 징크 설파이드(ZnS), 징크 셀레나이드(ZnSe), 게르마늄(Ge), 아세닉 설파이드(As_2S_3), 갈륨 아세나이드(GaAs), 인듐 갈륨 아세나이드(InGaAs)와 함께, 더욱 복잡한 다양한 재료, 예를 들어 (텍사스주 갈런드 소재의 Amorphous Materials, Inc.사로부터 입수 가능한, 화학식 $Ge_{33}As_{12}Se_{55}$의 비결정질 유리)AMTIR-1™를 포함한다. 적외선 투명 재료의 다른 집단은 단순한 할로겐화 염, NaCl, NaI, 및 가장 인기있는 것 중 하나인 CaF_2를 포함한다.

다양한 재료가 적외선 스펙트럼의 다양한 구역으로 적외선을 투과시킴으로 다양한 IR 검출기와 함께 사용하는 것이 적합하며, 따라서, 창 및 IR 검출기의 투과율이 일치되어야만 한다. 연료 전지로의 적용을 위해, 투과율 이외의 다른 파라미터가 창 재료를 위해서 중요하다.

창의 전기 화학 안정도가 요구된다. 산화력 또는 환원력은 캐소드 또는 애노드 측에 장착되는지 여부에 달려있다. 또한, 연료 전지가 생성물로서 물을 방출하기 때문에, 가수분해 안정성이 요구되고, 일반적으로, MEA는 고도의 산화 플루오르 설포닉 산(acidic fluorinated sulfonic acids)을 포함한다. 연료 전지에 대한 작동 조건은 70℃ 내지 150℃ 또는 그 이상의 온도에서 습도 100% 이상을 포함할 수도 있다. 따라서, 게르마늄은 이런 조건하에서 산화적으로 안정하지 않기 때문에, 애노드으로는 적합할지라도, 연료 전지의 캐소드 창으로는 바람직한 재료가 될 수 없다. 또한, 일반적으로, 연료 전지가 함께 체결되기 때문에, 창 재료는 상당한 기계적 강도를 소유하는 것이 바람직하다. 특히, 창에 인접한 집전기를 위한 금속 스크린의 사용은 창 위에 기계적 응력을 가할 수도 있다.

또한, 스펙트럼의 가시적 구역 내의 투명도는 전지의 내부의 직접 관찰 및 가시적인, 적외선 이미지의 직접적인 리얼 타임 비교를 허용하기 때문에, 유용하다. IR 투과, 강도, 및 전기 화학적/가수분해 안정성의 성능 표준으로 인해, 쿼츠 및 사파이어가 바람직하다.

또한, 창의 열 전도성이 고려되어야만 한다. 예를 들어, 사파이어의 상대적으로 높은 열 전도성은 알루미늄 하우징 판을 사용할 때, 75℃의 온도에서 8℃ 만큼의, 창을 가로질러 현저한 온도 구배를 이끌 수 있다. 적용례에서, 이 온도 구배의 효과는 디지털 배경 감산에 의해 크게 제거될 수 있지만, 결과물의 더 큰 재생산 가능성 및 반복성은 알루미늄보다는 하우징 판에 대한 낮은 열 전도성을 갖는 재료를 사용하여 구배를 감소함으로써 성취될 수도 있다. 저 전도성 재료의 예는 신속하게 창으로 열을 전송하지 못해 유사한 조건 하에서 5℃만 온도 차이를 나타내는 유리-중합체 혼합물 G11이다. 알루미늄 하우징 판을 절연하거나 또는 활성적으로 가열하는 것은 열적 효과를 감소시킬 수도 있다. ZnSe의 열 전도성 및 열 확산성은 사파이어의 열 전도성 및 열 확산성과 유사하고, 따라서 유사하게 행동할 것으로 예상된다. 그러므로, 쿼츠는 낮은 전도성을 갖고 감소된 구배를 만들 것으로 관찰된다.

일부 유용한 재료, 및 그들의 특성이 하기의 테이블에 도시된다. IR 투과율은 쿼츠 및 사파이어에 대한 적외선 흡수 분광법에 의해 측정된다. 다른 모든 데이터는 이런 재료의 납품업자로부터 획득된다.

특성＼재료	쿼츠 (Quartz)	게르마늄 (Germanium)	AMTIR	ZnSe	ZnS	사파이어 (Sapphire)
안정성	강한 염기에가용	뜨거운 H_2SO_4 및 왕수에 가용	강한 염기에가용	강한 산에가용	강한 산에가용	산 또는 염기에서 실질적으로 가용
IR 투과도	4㎛까지 >80%의 투과도	2내지 18㎛ 이상에서 40-45%의 투과도	15㎛까지 60-65%의 투과도	0.6-16㎛ 이상에서 70-75%의 투과도	0.5-13㎛에서 >60%의 투과도	5㎛까지 70-90%의 투과도
누프 경도	740 psi	550 psi	170 psi	150 psi	160 psi	1370 psi
영률	335 Gpa	102.7 Gpa	3.2×10^6 psi	67.2 Gpa	74.5 Gpa	335 Gpa
파괴 강도	1500 psi	7000 psi	2700 psi	8000 psi	10,000 psi	65,000psi
굴절률	2.5㎛에서 1.4	2.5㎛에서 4.0	1.0㎛에서 2.6055	10.6㎛에서 2.4	10.5㎛에서 2.19	2.5㎛에서 1.73
반사 손실 (2 표면)		10.6㎛에서 52.9	10.0㎛에서 2.4977	10.6㎛에서 29%	10.6㎛에서 24%	3㎛에서 13%
열 전도성	1.2 W/mK	60 W/mK	0.2 W/mK	18 W/mK	27 W/mK	22-40 W/mK
25℃에서 열 팽창 계수	11×10^{-6}	6×10^{-6}	12×10^{-6}	7×10^{-6}	6×10^{-6}	$6\text{-}8\times10^{-6}$

서모그래피 프로파일의 캡처와 함께, 동시에 다른 분석적인 기술이 샘플의 역학적 또는 기계적 특성, 반응물, 및 생성물에 특성을 부여하도록 채용될 수도 있다. 예를 들어, 반응물 유속, 압력, 및 부분 압력, 습도 레벨, 및 전지 온도가 변경될 수 있다. 또한, 촉매독을 포함하는 가스 또는 유체가 촉매의 일정 파트/세그먼트를 테스트하기 위해 도입될 수 있다.

전지의 성능은 소정의 테스트 조건(부하, 반응물 유속, 압력, 반응물의 부분 압력/활성도, 온도, 습도 등)에서 전압 및 전류 출력을 동시에 측정함으로써 점검된다. 더욱 적합한 MEA/촉매의 활성도를 강조 또는 결정 및 기록하기 위해서, 전류 또는 전압이 독립적으로 변경될 수 있다. 이는 다양한 부하, 동력 공급 또는 일정전위 전해장치와 같은 전기 장치의 출력을 조정함으로써 성취된다.

예시

이 예들은 단지 설명만을 위한 목적인 것이지, 첨부된 청구항의 범주를 제한하려고 함이 아니다. 다른 방법으로 공지되지 않는 경우, 본 예시에서의 모든 파트, 퍼센트, 비율 등과, 본 명세서의 나머지 부분은 중량에 의한 것이다. 다른 방법으로 공지되지 않는 경우, 모든 화학 제품은 위스코신주 밀워키 소재의 Sigma-Aldrich Chemicals사로부터 획득된다. 샘플은 하나의 방사율을 갖는다고 간주하여 데이터가 수집된다.

예시 1 :

테스트 연료 전기가 도1에 따라 준비된다. 캐소드 측은 종판 전극 및 흑연 블록 내에 5㎝ × 5 ㎝ (2 inch × 2 inch)의 창을 절단함으로써 준비된다. 또한, 흑연 블록은 렛지(ledge)를 제공하도록 절단되고, 그 상에서 GE 214 쿼츠 창은 에폭시 시멘트로 체결된다. 집전기 및 유동장의 이중 과제는 MEA와 흑연 블록 사이에 위치 설정된 미세 백금 스크린(52 메쉬, 0.1mm 직경 도선)에 의해 제공된다. 백금 스크린은 그것이 흑연 블록과 전기 접촉을 형성하도록 MEA와 동일한 영역을 덮고, 쿼츠 창을 넘어서 연장된다. 알루미늄 종판, 절연층을 구비한 금 도금 전극, 유동장 및 Toray 페이퍼 집전기를 구비한 흑연 블록을 포함하는 애노드 측은 종래의 전지와 다름없이 존재한다. 가요성 실리콘 가열기는 온도 제어를 위해서 종판의 외측면에 부착된다. MEA는 두 개의 분리된 부분으로 준비되고, 그 중 하나는 높은 활성 촉매(Pt)를 구비한 캐소드 측 상에 코팅되고, 그 중 다른 하나는 낮은 활성 촉매(PtHf)를 구비한 캐소드 측 상에 코팅된다. 상기에 기술된 전지를 사용하여, 샘플은 전류 유동(배경) 없이 실온에서 결상되고, 그 후 (메사추세츠주 보스톤 소재의 FLIR Systems 사의)FLIR SC 1000 IR을 구비하여 0.5 amps 및 4.0 amps를 갖는다. 도3은 0.5 amps로 배경 감산된 서모그래피를 도시하고 도4는 4.0 amps로 배경 감산된 서모그래피를 도시한다.

예시 2 :

MEA가 4 사분면 내에 4개의 다른 재료를 구비하여 준비되었다는 점을 제외하고, 상기 예시 1에 기술된 것과 유사한 테스트 전지가 조립된다. 4개의 재료는 PtMnFe, PtCoFe, PtNiFe 및 PtHf이다. 대략 1 제곱 인치의 시야를 갖는, (메사추세츠주 보스톤 소재의 FLIR Systems 사의)FLIR SC 1000 카메라는 4 사분면의 교차점 상의 중심에 위치되어 백금 스크린으로 인한 라인을 제거하도록 경미하게 초점이 흐려진다. 전지는 76℃ 까지 가열되고 일단 전지 온도가 안정화되면 인가되는 전압 없이 배경 이미지가 기록된다. 그 후, 이미지는 0.8 Volts, 0.7 Volts, 0.6 Volts, 0.5 Volts 및 0.45 Volts의 일정 전압으로 기록된다. 도5는 이런 전압에서 배경 감산된 서모그래피를 도시한다.

예시 3 :

테스트 전지는 예시 1에 기술된 것과 유사하게 준비되지만, 두 가지 차이점을 갖는다. 첫째, MEA의 캐소드 측은 백금 및 80% Ni/ 20% Fe 합금(퍼멀로이 : permalloy)의 110 교차 층으로 코팅되고, 2002년에 J.R Dahn 등에 의해 집필된 Chem,Mast., 14, 3519-3523에 기술된 바와 같이 스퍼터 코팅된다. 수직 조성 구배를 산출하면서, 각각의 백금 층의 두께는 선형적으로 0부터 11 Å까지(좌우로) 변경되고 각각의 퍼멀로이 층의 두께는 선형적으로 0부터 6Å까지(아래위로) 각각 변경된다. 둘째, (매사추세츠주 로웰 소재의 Ballard Material Products, inc.사, 이전 명칭 Textron Systems Corporation사로부터 상용으로 획득 가능한)AVCARB 1071 HCB 탄소 주입된 섬유가 MEA와 백금 메쉬 스크린 사이에 위치 설정된다. 대략 1 제곱 인치의 시야를 구비한 (매사추세츠주 보스톤 소재의 FLIR Systems사의)FLIR SC 1000 카메라가 (탄소 섬유가 MEA 중 백금 및 퍼멀로이가 많은 부분을 덮는) 1 사분면 상에서 중심에 위치되어 백금 스크린으로 인한 라인을 제거하도록 경미하게 초점이 흐려진다. 배경 이미지는 실온에서 저장된다. 도6은 0.4 V에서 기록된 배경 감산 서모그래피를 도시한다. 가장 큰 온도 차이는 대부분의 백금 및 MEA 중 퍼멀로이가 많은 코너를 덮는 탄소 섬유 내에서 관찰된다.

도면의 간단한 설명

도1은 본 발명의 연료 전지의 분해도이다.

도2는 본 발명의 방법에 사용되는 연료 전지의 개략도이다.

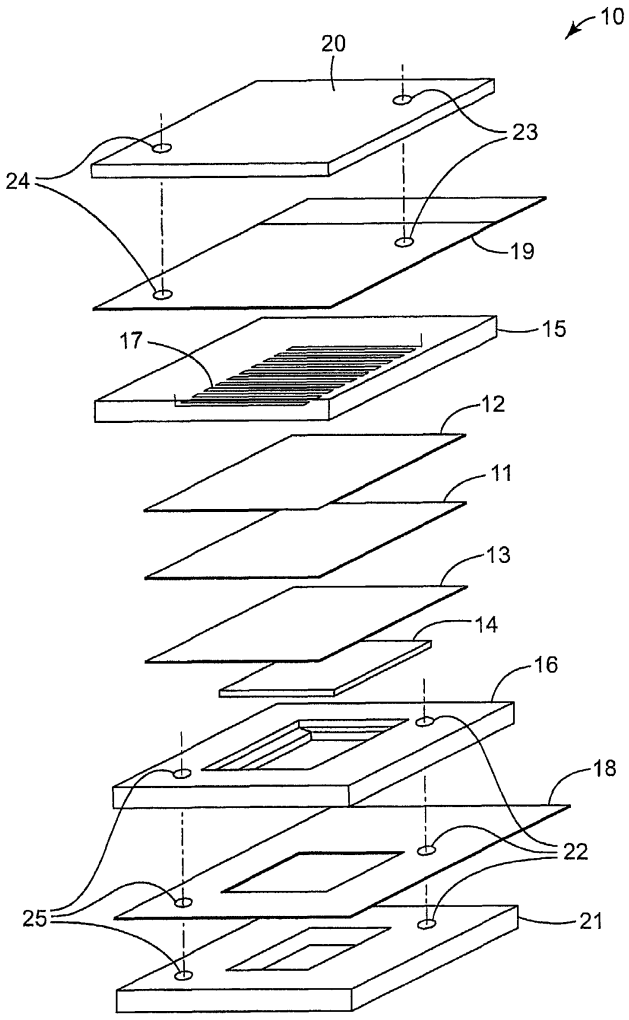
도3 및 도4는 예1의 서모그래피 프로파일의 디지털 이미지이다.

도5는 예2의 서모그래피 프로파일의 디지털 이미지이다.

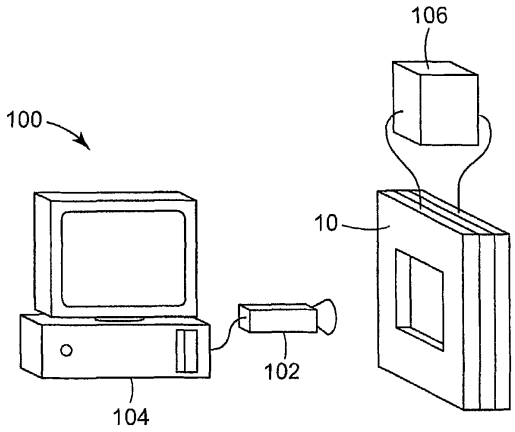
도6은 예3의 서모그래피 프로파일의 디지털 이미지이다.

도면

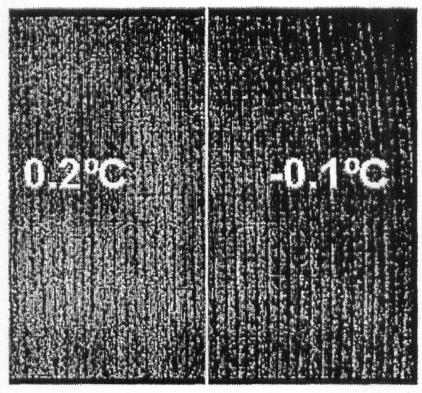
도면1



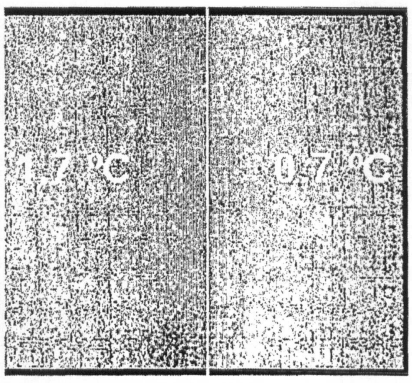
도면2



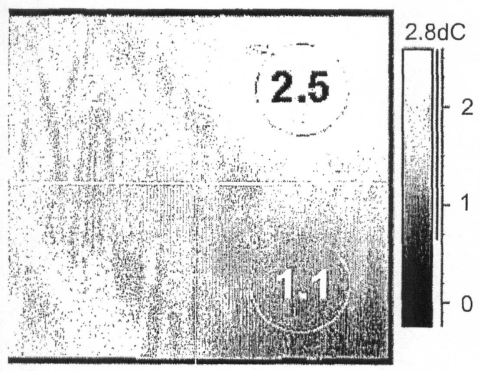
도면3



도면4



도면5



도면6

