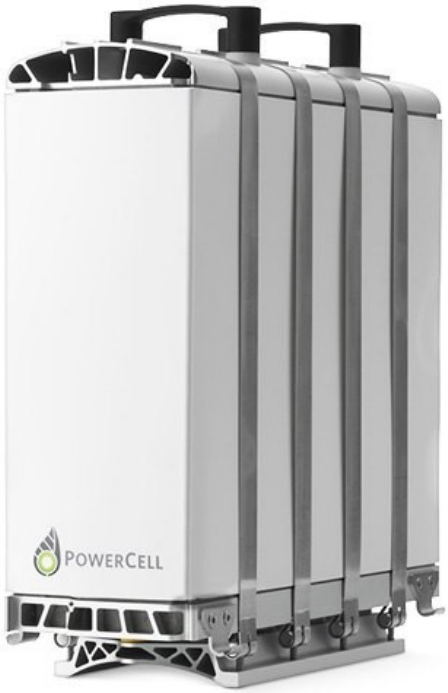
CHALMERS



Elektrokemisk undersökning av katalysatorlagret i PEM-bränsleceller

Metodutveckling och undersökning av påverkan av dispersion på katalysatorlagrets elektrokemiska yta och struktur

Exjobb i Kemiteknik för högskoleingenjör

ADAM HURTIG, JOEL ERIKSSON

INSTITUTIONEN FÖR KEMI OCH KEMITEKNIK, KEMITEKNOLOGSEKTIONEN

CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2022
www.chalmers.se

EXJOBB 2022

Elektrokemisk undersökning av katalysatorlagret i PEM-bränsleceller

Metodutveckling och undersökning av påverkan av dispersion på katalysatorlagrets elektrokemiska yta och struktur

ADAM HURTIG, JOEL ERIKSSON



CHALMERS

Institutionen för kemi och kemiteknik
Chalmers tekniska högskola
Göteborg 2022

Elektrokemisk undersökning av katalysatorlagret i PEM-bränsleceller
Metodutveckling och undersökning av påverkan av dispersion på katalysatorlagrets elektrokemiska yta och struktur
ADAM HURTIG, JOEL ERIKSSON

© ADAM HURTIG, JOEL ERIKSSON, 2022.

Handledare: Marika Männikkö, Powercell Sweden AB
Examinator: Maths Karlsson, Kemi och kemiteknik

Exjobb i kemiteknik för högskoleingenjörer 2022
Institutionen för kemi och kemiteknik
Kemiteknologsektionen
Chalmers tekniska högskola
SE-412 96 Göteborg
Telefon +46 31 772 1000

Omslag: Bränslecellsstack tillverkad av PowerCell Sweden AB

Formaterad i LaTeX
Tryckt av Chalmers digitaltryck
Göteborg 2022

Elektrokemisk undersökning av katalysatorlagret i PEM-bränsleceller
Metodutveckling och undersökning av påverkan av dispersion på katalysatorlagrets elektrokemiska yta och struktur
ADAM HURTIG, JOEL ERIKSSON
Institutionen för kemi och kemiteknik
Chalmers Tekniska Högskola

Abstract

The fuel cell industry is an industry with tremendous potential, but before it can reach new heights and mainstream use in society there are some obstacles to be overcome. One of these is the heavy price tag of the used Platinum catalyst and therefore the need to improve and optimize the use of said catalyst. A way of evaluating this optimisation is by analysing the electrochemically active surface area (ECSA) of a catalyst coating, using a rotating disc electrode (RDE). This was done for this project, where the effect of the dispersion on the catalyst ink and coating was analysed using an RDE and a reliable method for the analysis is proposed. In the beginning the results showed big fluctuations of ECSA and the method was therefore considered too unreliable. A new method with 60 cleaning scans, run 2 times was therefore proposed and tested. This new method was deemed to achieve reproducible results and was therefore used in subsequent analyses. These analyses showed that dispersion of the ink is required for reproducible results and they indicated that the ECSA decreases with increasing amplitude during dispersion and increasing dispersion energy after a certain threshold. Although further investigation is required in order to confirm these indications. The maximum ECSA of 77,6 m^2/g_{Pt} was found after dispersing an ink with 60% amplitude to a total energy of 6300 Ws.

Nyckelord: ECSA, RDE, Cyklisk voltametri, MEA, PEM, Bränslecell, Katalysator, Pt/c, Ex-situ.

Förord

Först och främst skulle vi vilja tacka Marika Männikkö på Powercell AB för hennes hjälp och vägledning under arbetet, men vi vill också tacka alla andra på Powercell för deras varma välkomnande och hjälpsamhet, däribland Gabor, Felix, Lorena. Vi vill också tacka Maths Karlsson som tagit av sin tid för att hjälpa oss och agera som våran examinator för detta arbete.

Adam Hurtig, Joel Eriksson , Göteborg, juni 2022

Lista med förkortningar

Nedan följer en lista över förkortningar som använts under arbetet:

MEA	Membrane Electrode Assembly
PEM	Proton-Exchange Membrane Fuel Cell
ESCA	Electrochemically Active Surface Area
RDE	Rotating Disc Electrode
CV	Cyklisk voltametri
GDL	Gas Diffusion Layer(Gasdiffusionslager)
ORR	Oxygen Reduction Reaction
Pt	Platina
RHE	Reference Hydrogen Electrode
RE	Referenselektrod
ME	Motelektrod
AE	Arbetselektrod

Innehållsförteckning

Lista över förkortningar **x**

Tabeller **xvi**

Figurer **xvii**

1 Introduktion **1**
1.1 Bränslecell . . . 1
1.1.1 Bränsleceller genom tiderna . . . 1
1.2 Syfte . . . 2
1.2.1 Avgränsningar . . . 3

2 Bakgrund **5**
2.1 MEA-bränslecell . . . 5
2.1.1 Elektrokemiska reaktioner i MEA . . . 5
2.1.2 Jonomermembran . . . 6
2.1.3 Katalysator . . . 6
2.1.4 Gasdiffusionsskikt . . . 7
2.1.5 Bipolära plattor . . . 7
2.2 Ink . . . 8
2.2.0.1 Begränsningar och förbättring av katalysator . . . 8
2.3 Ex-situ testning . . . 8
2.4 Optisk mikroskop . . . 9
2.5 Analys med roterande disk elektrod (RDE) . . . 9
2.5.1 Cyklisk Voltametri . . . 9
2.5.2 Torkning av droppe på RDE-elektroden . . . 11
2.5.2.1 Rotationstorkning . . . 11
2.6 Elektrokemiskt aktiv ytarea . . . 11
2.6.1 Nova . . . 12
2.7 Ultraljud . . . 12
2.7.0.1 Ultraljudsdispergerings påverkan på katalysatorinket 13

3 Metod **15**
3.1 Tillverkning av ink . . . 15
3.1.1 Dispergering av ink . . . 15
3.2 RDE-mätning . . . 18
3.2.1 Polering av RDE-elektroder . . . 18

3.2.2 Tillverkning av RDE-elektroder . . . 19
3.2.2.1 Blandning av utspätt MEA-ink . . . 19
3.2.2.2 Validering av automatpipetter . . . 20
3.2.3 Förberedning och mätning med RDE . . . 20
3.2.3.1 Undersökning av degraderingen hos katalysatorbeläggning över tid . . . 21
3.2.3.2 Undersökning om RDE-analysen påverkar katalysatorbeläggningen . . . 21
3.2.3.3 Undersökning av ny reproducerbar metod . . . 22
3.2.4 Beräkning av ECSA . . . 22

4 Resultat **23**
4.1 Polerade elektroder . . . 23
4.2 Ink-belagda elektroder . . . 23
4.2.1 Mikroskopbilder . . . 24
4.2.1.1 RDE Ink 1 . . . 24
4.2.1.2 RDE Ink 2 . . . 24
4.2.1.3 RDE Ink 3 . . . 25
4.2.1.4 MEA Ink 4 . . . 25
4.2.1.5 MEA Ink 5 . . . 26
4.2.1.6 RDE Ink 6 . . . 26
4.2.1.7 MEA Ink 7 . . . 27
4.2.1.8 RDE Ink 8 . . . 27
4.2.1.9 RDE Ink 9-14 . . . 27
4.2.2 Degradering över tid . . . 28
4.2.3 RDE-analysens påverkan på katalysatorbeläggningen . . . 28
4.2.4 Val av metod för reproducerbara resultat . . . 29
4.2.5 Smutsig elektrods påverkan på RDE-analysen . . . 29
4.2.6 Alkoholavdunstningens påverkan på beräknad ECSA . . . 30
4.3 ECSA . . . 31
4.3.1 ECSA på elektroder belagda med Ink 1 . . . 31
4.3.2 ECSA på elektroder belagda med Ink 2 . . . 33
4.3.3 ECSA på elektroder belagda med Ink 3 . . . 33
4.3.4 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 4 . . . 34
4.3.5 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 5 . . . 37
4.3.6 ECSA på elektroder belagda med Ink 6 . . . 38
4.3.7 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 7 . . . 38
4.3.8 ECSA på elektroder belagda med Ink 8 . . . 41
4.3.9 ECSA på elektroder belagda med Ink 9-13 . . . 42
4.3.10 ECSA på elektroder belagda med Ink 14 . . . 44
4.4 Övergripande diskussion om ECSA resultat . . . 45

5 Slutsats **47**
5.1 Metodutveckling . . . 47
5.2 ECSA . . . 48
5.3 Rekommendationer för fortsatt arbete . . . 49

Litteraturförteckning **53**

Bilagor **i**

Tabeller

3.1 Sammansättning av tillverkade RDE-ink. 16
3.2 Sammansättning av färdiga MEA-ink. 16
3.3 Etapper för dispergering av Ink 1, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering. 16
3.4 Etapper för dispergering av Ink 2, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering. 17
3.5 Tid för dispergering av Ink 3, uttagen volym och temperatur efter dispergering. 17
3.6 Etapper för dispergering av Ink 4, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering. 17
3.7 Etapper för dispergering av Ink 5, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering. 17
3.8 Energin vid dispergering av Ink 6, uttagen volym och temperatur efter dispergering. 18
3.9 Etapper för dispergering av Ink 7, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering. 18
3.10 Etapper för dispergering av Ink 8, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering. 18
3.11 Etapper för dispergering av Ink 10-14, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering. 18
3.12 Validering av automatpipetter. 20

4.1 ECSA degradering över tid. 28
4.2 Beräknad ECSA beroende på ändrad vikt på grund av avdunstning. . 31
4.3 Beräknad ECSA för 10 elektroder tillverkade av Ink 1 med 20% amplitud. 32
4.4 Beräknad ECSA för 6 elektroder tillverkade av Ink 2 med 20% amplitud. 33
4.5 Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 3 med 40% amplitud. 34
4.6 Beräknad ECSA för 8 elektroder tillverkade av Ink 4 med 30% amplitud. 36
4.7 Beräknad ECSA för 8 elektroder tillverkade av Ink 5 med 30% amplitud. 37
4.8 Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 6 med 30% amplitud. 38
4.9 Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 7 med 30% amplitud. 39
4.10 Beräknad ECSA för 5 elektroder tillverkade med Ink 7, efter ytterligare dispergeringar. 41
4.11 Beräknad ECSA för 5 elektroder tillverkade av Ink 8 med 30% amplitud. 42
4.12 Beräknad ECSA för 10 elektroder tillverkade med Ink 9-13. 43

4.13 Beräknad ECSA för 2 elektroder tillverkade av Ink 14 med minimal dispersionsenergi. 44

Figurer

2.1 Figur över hur elektroner, protoner och reaktantgaser strömmar genom en MEA-bränslecell. Modifierad från[1]. 6
2.2 Platinapartiklar på aktivt kol i kol-supportstruktur[6]. 7
2.3 Bild på RDE-elektrod. 10
2.4 Bild på RDE-utrustning som använts för att utföra experimenten i detta arbete. 10
2.5 Baslinje och integrationsgränser i Nova. 12
2.6 Förväntad trend av ECSA mätningar plottade mot dipersionsenergi. . 13

3.1 Smutsig RDE-elektrod. 19
3.2 Ren RDE-elektrod. 19
3.3 RDE-elektrod med katalysatorbeläggning före analys. 21
3.4 RDE-elektrod med katalysatorbeläggning efter analys. 21

4.1 ECSA för nya och gamla elektroder tillverkade med MEA-ink 5. . . . 29
4.2 Jämförelse av ECSA för RDE-Ink med nya och gamla metoden 30
4.3 CV för en smutsig elektrod jämfört med en elektrod belagd med ink. 30
4.4 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje. . 32
4.5 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 3 elektroder efter 20 min och 3 efter 55 min dispersion. 34
4.6 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 3 elektroder efter dispergering i 10 minuter. 35
4.7 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje. . 36
4.8 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje. . 38
4.9 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 5 elektroder efter dispergering i 25 minuter. 39
4.10 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje. . 40
4.11 Jämförelse av ECSA mot energi per massa Pt vid dispersion, för ett MEA och RDE-ink. 40
4.12 Jämförelse av ECSA mot energi per massa Pt vid dispersion för två MEA och ett odispergerat RDE-ink. 41
4.13 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje. . 42
4.14 Graf av ECSA mot amplitud vid dispergering. 44
4.15 Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink, för samtliga tillverkade elektroder. 45

1
Introduktion

1.1 Bränslecell

En bränslecell är en uppfinning som kan omvandla kemisk energi till elektrisk energi genom elektrokemiska reaktioner mellan två reaktanter. I bränslecellen sker en anodreaktion vanligtvis med vätgas och en katodreaktion med syre från luften. Produkten av denna reaktion är vatten. En bränslecell har inte några rörliga delar istället används flera olika stationära delar. Det finns flera olika sorters bränsleceller men de vanligaste är så kallade PEM-bränsleceller[1]. I detta arbete har en typ av PEM-bränslecell som kallas MEA undersökts.

Framställning av elektricitet med hjälp av bränsleceller är intressant både ur ett miljömässigt och ingenjörsmässigt perspektiv. Bränslecellen släpper endast ut vatten vilket gör att den är en möjlig miljövänlig ersättare till förbränningsmotorn. Batterier skulle också kunna ersättas med bränsleceller vilket skulle minska behovet av metaller som litium och kobolt.

Anledningen till att bränsleceller idag inte används så mycket beror delvis på att det ännu inte finns någon bra och ekonomiskt genomförbar metod för framställning av bränsleceller i stora mängder. Ett annat problem är att framställningen av vätgas måste utvecklas för att möjliggöra tillverkning av stora mängder billig och miljövänlig vätgas. Bränslecellens potential som ett framtida miljövänligt alternativ till energiförsörjning medför att intresset för att utveckla tekniken är stort.

1.1.1 Bränsleceller genom tiderna

Redan år 1838 gjordes den första observationen av effekten av en bränslecell och 4 år senare, i 1842, tillverkades den första bränslecellen av Sir William Grove. Denna bränslecell kallade han för ett gasformigt batteri och den producerade elektrisk energi från en kombination av syre och väte. Det skulle dock dröja länge innan några ytterligare större framsteg gjordes inom området. Där det enda av anmärkning som hände mellan Groves första cell och 1932 var att den vid 1890 fick sitt nutida namn bränslecell[1].

Vid 30-talet påbörjade Francis Bacon sitt arbete på en mer praktisk och applicerbar bränslecell. Hans arbete avslutades 1952 och kort därefter användes celler, baserade på hans patent, bland annat i NASAs Gemini Program. Där användes cellen för att generera elektricitet till livsuppehållande system, datorer och andra

instrument i rymdskeppet. Bränsleceller fortsatte sedan att användas i efterföljande rymdprogram. Andra framsteg runt den här tiden hände hos General Motors, som började experimentera med bränslecells-drivna skåpbilar. Detta gav dock ingen större påverkan på bränsleceller som en industri, utan det skulle dröja till 90-talet[1].

1989 demonstrerade nämligen Perry Energy Systems en bränslecells-driven ubåt, med ett polymer elektrolyt membran (PEM) och vid tidigt 90-talet kom ett flertal fordon drivna med liknande celler. Bland annat demonstrerades bränslecells-drivna personbilar och bussar 1993. Detta ledde till utvecklingen av en ny industri och mot slutet av 90-talet hade de flesta större biltillverkarna tagit fram egna versioner av fordon drivna av bränsleceller. Bränslecellers nya popularitet fortsatte sedan in på 2000-talet, där man bland annat kunde se en stadig ökning i antal årligt publicerade patent[1].

Trots populariteten och mängder av teknologiska framsteg inom sektorn, så har bränsleceller ännu inte helt slagit igenom och etablerat sig som det självklara valet av drivmedel. Några anledningar till varför detta är fallet kommer att tas upp och diskuteras i detta arbete[1].

1.2 Syfte

Som nämndes tidigare så finns det fortfarande problem med bränslecellen och dess tillverkning, som förhindrar industrin från att ta sig till nästa steg. Hos många av dessa problem ligger grunden i katalysatorns sammansättning och beläggning. Här debatteras det fortfarande om den bästa sammansättningen, dispersionen, strukturen och beläggningen av katalysatorlagret och då katalysatorn är väldigt dyr innebär det att en lösning på dessa problem behöver tas fram[2][3][4]. Detta, kombinerat med att ovissheten kring tillverkningen är ett hinder för möjligheten till masstillverkning och därmed lägre tillverkningskostnader, är grunden till varför detta arbete har utförts.

Syftet med detta arbete är därför att definiera lämpliga parametrar för blandning och dispergering av katalysator ink, för användning i specifika tillämpningar som behövs längs vägen till att slutligen utveckla ett bränslecells-MEA. Detta innebär att korrekt beläggningsbeteende och hållbara elektrokemiska egenskaper hos de funktionella materialen skall säkerställas. Detta görs genom analys av katalysatorblandningen och dess beläggning på elektroden, med mikroskop och roterande disk elektrod (RDE). Där mikroskopet möjliggör en visuell analys av beläggningen och med RDE kan den elektrokemiska ytan (ECSA) bestämmas.

I planen för arbetet tas studier av följande i beaktande:

- Egenskaper hos ingående ingredienser och deras interaktion i blandningen
- Omrörning och mognad av blandningen
- Parametrar för dispergering
- Karakterisering av katalysatorblandningens egenskaper, relaterade till egenskaper hos den senare beläggningen och användningsfallet

1.2.1 Avgränsningar

Hela bränslecellen kommer inte att behandlas, utan bara parametrar som påverkar katalysatorblandningen och dess beläggning på elektroden. Från början skulle vi med hjälp av RDE analysera både ECSA och syrereduktionsreaktionen (ORR) hos elektroden, samt att vi skulle undersöka dispergeringens påverkan på blandningens viskositet. På grund av tidsbegrännsingarna satta för detta arbete ändras dock planen till att utelämna analys av ORR och viskositeten.

2
Bakgrund

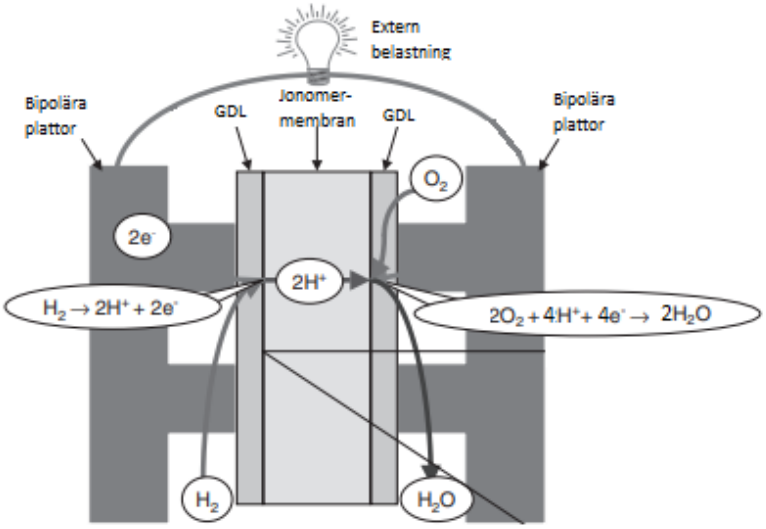
2.1 MEA-bränslecell

MEA vilket står för membrane electrode assembly"innebär att bränslecellen är uppbyggd av flera olika lager och är den typ av bränslecell som har beaktats i detta arbete. I mitten av bränslecellen finns ett jonomermembran bestående av polymeren Nafion. På båda sidor om detta membran finns ett GDL eller gas diffusion layersom är ett poröst elektriskt ledande material gjort av kol-fiberpapper. Mellan jonomermembranet och kol-fiberpappret finns ett fastpressat lager av Pt-baserad katalysator som kan sitta fast antingen på elektroderna eller på jonomermembranet[1]. Detta innesluts mellan två metallplattor som på insidan har kanaler där reaktantgaserna kan strömma in i bränslecellen. En enskild bränslecell byggd på det här sättet kan alstra ungefär 1V men den elektriska spänningen kan ökas genom att flera bränsleceller kopplas ihop i en så kallad stack". När man har flera sammankopplade bränsleceller använder man mellan dem något som kallas för bipolära plattor som kan agera som både anod och katod[1].

2.1.1 Elektrokemiska reaktioner i MEA

Som tidigare nämnts använder sig bränslecellen av elektrokemiska reaktioner för att producera elektricitet. Ofta används väte som bränsle och det är väte som utger anodreaktionen i bränslecellerna som testats i arbetet. På katodsidan används syre som fås ut från luften och totalreaktionen ger produkten vatten. Detta kan ses i Ekvation 2.1. I anodreaktionen bildas protoner och elektroner från den inströmmande vätgasen. De bildade produkterna används sedan i katodreaktionen tillsammans med syre från luften och bildar vatten. För att kunna utvinna elektricitet från bränslecellen måste elektronerna på något sätt kunna separeras och strömma från en position till en annan. I Figur 2.1 exemplifieras detta med en lampa. Detta uppnås genom att jonomermembranet endast släpper igenom protoner medan elektronerna kan strömma mellan de elektriskt ledande GDL plattorna. Det är på detta sättet en elektrisk ström kan utvinnas ur en bränslecell genom att den tankas med väte samtidigt som syre finns tillgängligt[5].

$$\begin{aligned} &Totalreaktion : 2H_2 + O_2 \rightarrow 2H_2O \\ &Anodreaktion : H_2 \rightarrow 2H^+ + 2e^- \\ &Katodreaktion : 2O_2 + 4H^+ + 4e^- \rightarrow 2H_2O \end{aligned} \tag{2.1}$$



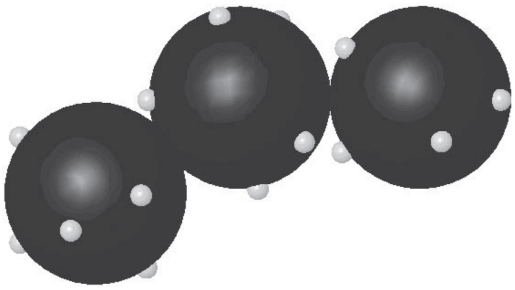
Figur 2.1: Figur över hur elektroner, protoner och reaktantgaser strömmar genom en MEA-bränslecell. Modifierad från[1].

2.1.2 Jonomermembran

I mitten av cellen finns ett membran som ofta kallas jonomermembran. Dess uppgift är att transportera protoner från anod till katodsidan av cellen, samtidigt som den måste vara en barriär för de reagerande gaser och vätskor som finns i cellen. Ett av de vanligaste materialen till membranet, som också användes i detta arbetet, kallas Nafion och den är baserad på en perfluorosulfonderad monomer (PSEPVE). Jonomernamnet kommer ifrån änden av sidokedjorna där sulfat trixoxid är jonbundet med en vätejon. Detta innebär att membranets ändar är starkt hydrofila, samtidigt som dess Teflon liknande stomme är mycket hydrofobisk. Det är de hydrofila ändarna som gör att membranet kan leda protoner, eftersom dessa regionerna kan absorbera mycket vatten, som i sin tur gynnar rörelsen av protoner[1].

2.1.3 Katalysator

En katalysator finns i bränslecellen för att på-skynda och få reaktioner att ske. I MEA-bränslecellen finns katalysatorn i form av ett tunt lager mellan GDL och jonomermembranet på båda sidor. Det är i den här delen av bränslecellen som elektrokemiska reaktioner sker mellan väte från anodsidan och syre från katodsidan. Det är på ytan av katalysatorlagret som dessa reaktioner sker och för att de ska kunna göra det måste reaktantgaser, protoner och elektroner kunna komma i kontakt på ytan. Detta medför att katalysatorlagret måste ha kontakt med jonomermembranet. Reaktionerna producerar elektroner som används till elektricitet men även värme bildas i katalysatorlagret. I MEA-bränsleceller är det vanligt att man använder en Pt-baserad katalysator som innehåller aktivt kol och ibland andra ämnen. Två exempel är Vulcan och Pt/C. Aktivt kol finns i katalysatorn för att ge platina-



Figur 2.2: Platinapartiklar på aktivt kol i kol-supportstruktur[6].

nanopartiklarna stöd och detta kallas för kol-support struktur[7]. Nanopartiklarna fäster sig på större kolagglomerat och får därigenom en ökad aktivitet eftersom partiklarna kopplas ihop elektriskt via strukturen[8]. Detta illustreras i Figur 2.2.

2.1.4 Gasdiffusionsskikt

Gasdiffusionsskiktet (GDL) ligger mellan katalysatorlagret och de bipolära plattorna. Några av GDLs viktiga funktioner är att det tillhandahåller en väg för reaktantgaserna i flödes-fältskanalerna att ta sig till katalysatorlagret, vilket ökar kontaktytan, samt att det transporterar produktvatten åt andra hållet. Detta medför att lagret behöver vara tillräckligt poröst för att gaserna ska kunna flöda, men det ska också vara värme- och elektriskt ledande. Detta eftersom GDL kopplar ihop katalysatorlagret med de bipolära plattorna och måste därför kunna leda elektroner ut och in, samt leda produktvärmen ut till plattorna. GDL måste även vara lite styvt för att undvika att det och katalysatorlagret tränger in i flödes-fältskanalerna, men det måste samtidigt vara tillräckligt flexibelt för att ge en bra kontaktyta till katalysatorn. För att kunna möta dessa kraven används oftast olika typer av kolfiber baserade material, såsom kol-fiberpapper eller vävda kol-fiberdukar[1].

2.1.5 Bipolära plattor

Bipolära plattor använder man bara om man har flera sammankopplade celler. Om man studerar en ensam cell så har man istället en anod och katod samlarplatta på var sida av cellen. Har man en serie av celler kräver det dock att man använder bipolära plattor. Deras uppgift är att sammankoppla anoden från ena cellen till katoden av den andra, hålla gaserna i de olika cellerna separerade samtidigt som flödes-fältskanaler i dess struktur kan leda gaserna, samt att de ska ge ett strukturellt stöd till hela stacken och kunna avleda den värmen som bildas i cellen. Detta medför höga krav på plattorna och dess egenskaper, egenskaper som att den ska vara värme- och elektriskt ledande, impermeabel för gaser, formbar och ha en stark struktur med låg densitet. Utöver det så måste plattorna vara korossionsresistanta, samtidigt som materialet och tillverkning måste vara relativt billiga. Att hitta ett material som är optimalt för alla nämnda krav är dock näst intill omöjligt och man får därför välja ett material som funkar bäst generellt sett. De material som används är därför ofta någon typ av ytbehandlad metall eller grafit-komposit. Metallen behöver ytbehandlas för att inte korrodera och grafiten måste behandlas för att bli

ogenomsläpplig för gaser[1].

2.2 Ink

I detta arbete undersöks en katalysatorblandning av Pt/C som består av ungefär hälften Pt-nanopartiklar och hälften aktivt kol. Katalysatorpulvret innehåller dessutom en liten andel fukt. Vid tillverkning av ink blandas katalysatorpulvret med bland annat jonomer och 2-propanol. Jonomer blandas i vårt fall i för att inket ska fästa på RDE-elektroderna. Tillsats av jonomer i inket skapar också ett trefassystem där jonomeren möjliggär för effektivare protontransport. Alkoholhalten av 2-propanol i inket påverkar dispergeringen och för att en god dispergering ska uppnås har literatur visat att alkoholhalten bör ligga runt 20%[9]. Utöver detta innehåller inket också 1-propanol och vatten. 1-Propanolen kommer från att jonomeren som i detta arbetet är Nafion är löst i detta. Vatten används för att späda inket och inket som tillverkas i det här arbetet innehåller ungefär 80%. Den största delen av inket utgörs alltså av vatten och 2-propanol medan Pt/C-pulver, Nafion och 1-propanol finns i små mängder.

2.2.0.1 Begränsningar och förbättring av katalysator

Katalysatorn i bränslecellen har som tidigare nämnts rollen att få reaktionen mellan bränslet vätgas och luft att ske. För att en effektiv bränslecell ska kunna framställas finns ett par krav på katalysatorn. Ett är att den ska ha en jämn och uniform beläggning som möjliggör att de elektrokemiska reaktionerna kan ske över hela katalysatorytan[10]. Det är också en av anledningarna till varför ECSA undersöks i detta arbete. En annan viktig parameter är katalysatorns livslängd som just nu är stark bidragande orsak till att bränslecellens livslängd inte är tillräckligt lång. En av de största anledningarna till att bränsleceller inte massproduceras är på grund av Platina nanopartiklarna som är dyra[11]. Katalysatorn är en bidragande orsak till att bränsleceller är dyra och därför har det även forskats på om katalysator utan Platina skulle kunna användas.

2.3 Ex-situ testning

Metoden som används för att testa katalysatoraktiviteten är en ex-situ metod. Genom att använda RDE elektroder och cyklisk voltametri kan den miljö som man finner hos katalysatorn i bränslecellen simuleras. Eftersom bränsleceller är dyra är detta ett fördelaktigt sätt att testa egenskaper hos katalysatorlagret. En annan fördel är att möjliga nya katalysatorer kan undersökas och även hur olika parametrar påverkar katalysatorns egenskaper. Det skulle bli mer tidskrävande och dyrt att utföra testen in-situ i en bränslecell. Ex-situ testningen med RDE möjliggör för att olika parametrar för katalysatorn kan testas billigt och på kort tid. I det här arbetet testas bland annat hur olika dispergeringstider av inket påverkar den elektrokemiska ytarean. Detta med andra parametrar som testas kan sedan ge en uppfattning om hur bra och effektiv katalysatorn skulle fungera i en riktig bränslecell[12]. Det blir

lättare att testa och utvärdera nya katalysatorer som skulle kunna ge en mer effektiv process eller som har andra egenskaper som är fördelaktiga.

2.4 Optisk mikroskop

Ett optiskt mikroskop, även kallat ljusmikroskop, använder synligt ljus för att visa förstorade bilder av små föremål och ämnen, via en lins. Föremålet man vill undersöka läggs på en plattform där man kan se det genom okularen. Föremålet lyses sedan upp, vilket sker på olika sätt beroende på dess egenskaper och med hjälp av olika lenser med varierande styrka kan man sedan få en klar och förstorad bild på föremålet. I mikroskopet finns också ofta en kamera, som möjliggör fotografering av den förstorade bilden.

2.5 Analys med roterande disk elektrod (RDE)

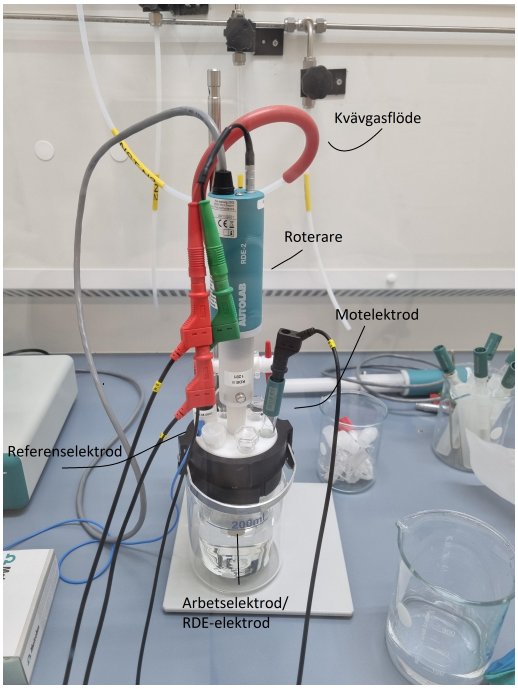
För att kunna vidare analysera katalysator-inkets beläggning på elektroden och för att kunna beräkna dess ECSA användes en Rotating Disc Electrode, som förkortas till RDE. En RDE-elektrod är en cylinder gjord av Teflon. I ena änden av cylindern finns en 5mm stor cirkel gjord av kolglas och det är här som katalysatorinket appliceras. Hur RDE-elektroden ser ut kan ses i Figur 2.3. Beläggningen erhålls genom att en droppe ink pipetteras på kolglaset som sedan får lufttorka. RDE-elektroden ingår i ett system där den agerar som arbetselektrod tillsammans med en referenselektrod och en motelektrod[13]. I det här arbetet användes en reversibel vätereferenselektrod och en motelektrod av platina. RDE-elektroden fästs i ett metallskaft som kan roteras av en elektrisk borstmotor. Rotering används inte i detta arbetet eftersom den inte behövs för att mäta ECSA[14]. Roteringen kan användas för att beräkna till exempel ORR-aktivitet som det till en början var planerat skulle undersökas i detta arbete. Istället valdes det att fokusera mer på ECSA som inte behöver någon rotering utan kan beräknas genom att använda cyklisk voltametri. RDE uppställningen innefattar även ett gasinlopp och utlopp. I detta arbetet används perklorsyra som elektrolyt och denna mättas med kvävgas vilket görs via gasinloppet. Innan RDE körs bubblas också perklorsyran med kvävgas i cirka 30 min. Möjligheten finns också att kyla eller värma RDE-uppställningen med ett vätskeflöde där en slang kopplas till ett inlopp och en till ett utlopp. Mätningarna av ECSA utförs genom att arbetselektroden med katalysatorbeläggningen fästs på metallskaftet och sänks ned i elektrolyten. Sedan appliceras en ström på provet med hjälp av en potentiostat och genom att använda datorprogrammet Nova kan cyklisk voltametri utföras och sedan användas för att beräkna ECSA. Uppställningen kan ses i Figur 2.4.

2.5.1 Cyklisk Voltametri

Cyklisk voltametri (CV) är en av de vanligaste metoderna för kvalitativ analys av elektrokemiska reaktioner och system. Principen bakom CV är att potentialen som appliceras ökas linjärt inom ett visst interval och den resulterande strömmen mäts kontinuerligt över intervallet. Efter att slutet av intervallet har nåtts, vänder



Figur 2.3: Bild på RDE-elektrod.



Figur 2.4: Bild på RDE-utrustning som använts för att utföra experimenten i detta arbete.

man och börjat istället minska potentialen inom samma interval. Därav namnet cyklisk voltametri. Vad detta innebär är att man kan analysera systemet från två olika jämviktslägen, samt att man kan repetera cykeln önskat antal gånger och på så sätt får ett noggrant och reproducerbart resultat. CV är alltså fördelaktigt då

den ger snabba och noggranna resultat, samt att man kan få ut information om reaktionens potentialregion för elektrodisk aktivitet och dess reversibilitet. Genom integration av ett specifikt område från en så kallad CV-plot, där potentialen ställs mot strömmen, kan man även få ut den elektrokemiskt aktiva ytan hos beläggningen på elektroden[15].

2.5.2 Torkning av droppe på RDE-elektroden

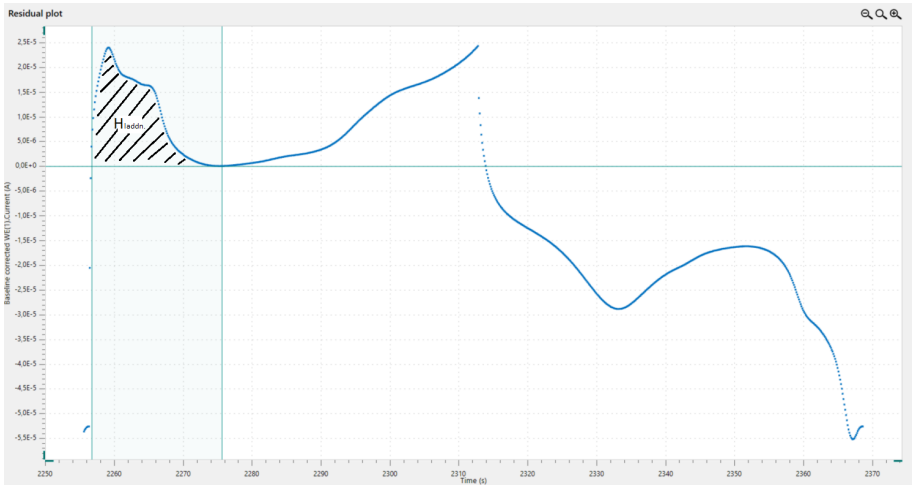
Inket läggs med hjälp av en automatpipett på RDE-elektroden och formar en droppe. Vätskan i droppen måste sedan avdunsta för att beläggningen ska fastna på kolglaset. Omständigheterna som dropparna torkar under påverkar sedan hur den erhållna beläggningen ser ut. När droppen torkar avdunstar olika mycket av droppen på olika ställen. Torkningen sker snabbast i kanterna och långsammast i mitten av droppen. Detta ger upphov till en så kallad kaffering där mer av katalysatorn beläggs i kanterna av elektroden och en svart ring bildas där[16]. I en undersökning fann forskare att tjockleken av filmen varierade från 0,042μg till 4,5μg där den största skillnaden var mellan den yttre ringen och mitten av elektroden[17]. Önskat är att tjockleken på filmen ska vara jämn och uniform vid elektrokemiska mätningar. Detta är viktigast vid mätning av ORR men inte lika viktigt vid mätning av ECSA eftersom ECSA beror mest på hur mycket platina det finns på elektroden och inte lika mycket hur stor ytan är. För att få en jämnare yta och få bort kafferingen kan något som kallas rotationstorkning användas.

2.5.2.1 Rotationstorkning

Vid rotationstorkning roteras elektroden under torkningen genom att elektroden med droppen på fästs i en uppochnedvänd rotationsmotor. Rotationsmotorn ställs sedan in på ca 700 varv/min[17] och körs tills provet torkat vilket tar minst 2h. Centrifugalkraften gör så att droppen dras ut mot kanterna och avdunstningen blir mer jämn över hela ytan. Under arbetet kommer denna metod inte användas på de prover som ECSA testas på.

2.6 Elektrokemiskt aktiv ytarea

Den elektrokemiskt aktiva ytarean beräknas genom att integrera från regionen för väteabsorption till dubbelskikt-regionen. i CV-diagrammet. Den beräknade integralen divideras sedan med 0,77 som är ett förhållande mellan hur många Pt som finns på ytan och Pt som finns tillgängliga för adsorption av väte. Värdet som erhållits från integralen divideras dessutom med 0,210 mC/cm^2_{Pt} vilket är förhållandet mellan väteadsorption och desorption mot elektrokemiskt aktiv ytarea och även med hur många gram Pt som finns på elektroden. Den elektrokemiskt aktiva ytarean kan beräknas enligt formeln nedan, där $H_{laddn.}$ är värdet på integralen och m_{Pt} är massan platina, i gram, på elektroden. Värdet som erhålls har enheten m^2/gPt beroende på vilka värden som sätts in[10]. Undersökningarna som gjorts har gett värden på ECSA som ligger mellan 30-80m^2/gPt.



Figur 2.5: Baslinje och integrationsgränser i Nova.

$$ECSA = \frac{H_{laddn.}}{0,77 * 0,210 mC/cm^2_{Pt} * m_{Pt}} \tag{2.2}$$

2.6.1 Nova

$H_{laddn.}$ beräknas som tidigare nämnts som en integral i programmet Nova. Programmet körs på en dator som är kopplad till RDE utrustningen. Innan RDE:n startas ställs inställningar in för att få önskat resultat och välja om mätningen ska vara på ECSA, ORR eller något annat. Efter mätningarna gjorts erhålls ett CV-diagram och genom att integrera fås ett värde på $H_{laddn.}$. Detta görs genom att lägga en baslinje vid toppen i den platta delen av diagrammet. Sedan bestäms den nedre gränsen för integrationen med hjälp av toppen för väteabsorption och den övre gränsen läggs ungefär i mitten där grafen ser platt ut. Genom att testa olika positioner på denna har det också visats att arean inte påverkas avsevärt av vad denna linje dras. Hur denna integrering kan se ut visualiseras i Figur 2.5

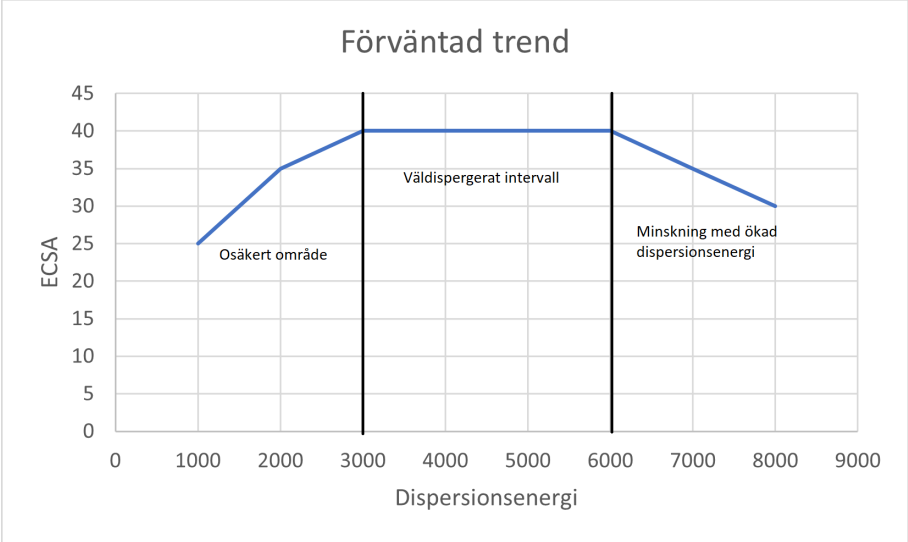
2.7 Ultraljud

Definitionen för ultraljud är en ljudvåg med en frekvens över gränsen för den mänskliga hörslen, vilket ligger någonstans mellan 16-20 kHz och är något som ofta används inom den kemiska industrin. Där används det vanligen för dispergering av svårlösta ämnen i vätskor, vilket sker via kavitation av små bubblor som bildas i vätskan. Dessa bubblor bildas under ett första skede i vågen, där ultraljudet är tillräckligt starkt för att övervinna de intermolekylära bindningarna i vätskan. Under nästa skede sker en kompression där bubblans storlek minskar och om den redan är för stor och instabil kommer den att implodera. När bubblan imploderar släpper den ut en stor mängd energi, vilket bland annat skapar höghastighets-vätskestrålar och ökar temperaturen i vätskan. Detta leder till en mer homogen och bättre löst blandning.

Blandningen bör dock inte utsättas för ultraljud allt för länge, då detta kan leda till degradering av partiklarna i vätskan. De två vanligaste sätten att utsätta en blandning för ultraljud är antingen i ett ultraljudsbad eller med en ultraljudssond, där sonden används i detta arbetet. Skillnaden mellan dessa är att i badet så ställs behållaren med blandningen ner i vätskan och att sonden istället sätts ner i vätskan i behållaren[9].

2.7.0.1 Ultraljudsdispergerings påverkan på katalysatorinket

Arbetets syfte är att undersöka hur olika dispersionsparametrar påverkar den elektrokemiska ytarean (ECSA). Detta görs utifrån en metod som baserats på en artikel skriven av Bruno G. Pollet som forskar på bränsleceller och elektrokemi. Där har Pollet kommit till olika slutsatser som också undersöks i detta arbete. Det förväntas att ultraljudsdispersionen kommer påverka ECSA på följande sätt. Innan inket dispergerats och vid låga tider för dispersionen kommer ECSA-värdena att fluktuera. Vid en viss dispersionstid uppnås ett maximalt ECSA värde som håller sig på samma nivå under en tid. Till slut nås en tid där ECSA minskar med högre dispersionsenergi[9][18]. När ECSA plottas mot dispersionstiden eller dispersionsenergin förväntas ett diagram som ser ut enligt följande.



Figur 2.6: Förväntad trend av ECSA mätningar plottade mot dipersionsenergi.

Det osäkra området till vänster i figuren ovan uppkommer eftersom inket inte är väldispergerat. Detta medför att andelen platina som faktiskt är på elektroden är okänd eftersom det är svårt att veta hur mycket som pipetteras upp ur lösningen. Vid uträkning av ECSA blir sedan värdet större om det finns mer katalysator än vad som räknats med. Sedan återfinns ett intervall där ECSA inte ändras avsevärt och detta intervall brukar för de flesta katalysatorerna börja efter relativt kort dispersionstid. I Pollets artikel undersöker han en typ av katalysator som heter E-TEK med 50% Pt/C som har en tröskel på ungefär 30 minuter. I intervallet är inket utblandat homogent i lösningen och platina-kol supportstrukturen är intakt. Det är när denna struktur förstörs som ECSA börjar minska men det finns också andra orsaker till att

ECSA minskar efter längre dispersionstider. Även bildandet av agglomerat påverkar ECSA negativt. Detta kan vara agglomerat av kol och platinapartiklar som är i kolsupport men också agglomeration av endast platinapartiklar. Därför är det allstå viktigt att inket dispergeras men också viktigt att det inte dispergeras för länge[9].

3
Metod

I detta kapitel kommer metoden för arbetet att presenteras, såsom hur katalysatorblandningen och elektroderna tillverkades, samt hur de analyserades.

3.1 Tillverkning av ink

RDE-inken tillverkades genom att de ingående ämnena vägdes och mättes upp, för att sedan blandas. Först vägdes cirka 3,7 mg av katalysatorpulvret upp och placerades i en 4 ml stor vial. Under vägningen användes också en antistatpistol för att minska pulvrets statiska effekt. Den katalysatorfyllda vialen vägdes sedan, med locket på, för att få dess totala vikt. Beroende på vikten av katalysatorn mättes sedan de resterande ämnena upp. Detta eftersom 2-propanol skulle få 20 volymprocent, samt att den totala volymen inte fick överstiga 4 ml. Utöver detta skulle även en Pt-laddning på cirka $20\mu g/cm^2$ uppnås. Alltså behövde mängden alkohol, Nafion och vatten justeras för att uppnå dessa kvar. För 3,7 mg pulver innebär det att 3 ml vatten mättes upp och tillsattes till vialen. För att säkerställa att rätt massförhållanden uppnås vägdes vialen återigen efter tillsatts av vatten och även efter tillsatts av de andra ämnena. Efter vattnet mättes 0,748ml 2-propanol upp och tillsattes till vialen. Sist mättes $9{,}06\mu l$ Nafion upp och tillsattes till vialen. Efter att alla ämnen tillsatts förberedes ultraljudssonden för dispergering.

Ink 1-3, 6, 8-9 och 10-14 är RDE-ink som har blivit tillverkade enligt ovan instruktioner, medan Ink 4, 5 och 7 är ett MEA-ink som redan var färdigblandad för dispergering. Inkens resulterande sammansättning ges i Tabell 3.1 för RDE-ink och Tabell 3.2 för MEA-ink.

3.1.1 Dispergering av ink

Ovan tillverkade ink utsattes sedan för en dispergering i olika etapper, där den dispergerades med 20% amplitud en viss tid, innan en delvolym togs ut för tillverkningen av RDE-elektroder. För Ink 1 var de olika etapperna 1,9,10 och 15 minuter långa, med en total dispergeringstid på 115 minuter. Med dessa etapper förberedes det totalt 10 olika dispergeringshalter, där samma delvolym på $8{,}6\mu l$ togs ut emellan varje etapp, enligt Tabell 3.3. Detta gjordes dock bara för det första inket som tillverkades. Dispersionparametrarna för resterande ink valdes baserat på tidigare inkbeläggningars beräknade ECSA, se Kapitel 4.2, där vissa dispergeringstider, energier, trender och amplituder valdes för vidare undersökning. Valda parametrar

Tabell 3.1: Sammansättning av tillverkade RDE-ink.

$RDE-ink$	mg_{Pt}	$ml_{UltrapureH_20}$	$\mu l_{2-propanol}$	$\mu l_{NafionD2020}$	$Volym\%_{Alcohol}$	$Totalvolym(ml)$
Ink 1	3,8	3,121	776	9,27	20,5	3,94
Ink 2	3,8	3,109	805	9,27	20,6	3,93
Ink 3	3,7	3,004	785	9,06	20,8	3,8
Ink 6	3,7	3,012	824	9,06	21,5	3,66
Ink 8	3,78	3,05	748	9,06	19,7	3,82
Ink 9	3,64	3,033	753	10,21	20	3,8
Ink 10	3,65	3,016	760	8,7	20,2	3,79
Ink 11	3,8	3,12	739	8,96	19,2	3,87
Ink 12	3,79	3,077	760	9,82	19,9	3,85
Ink 13	3,71	3,04	749	8,85	19,8	3,8
Ink 14	3,67	2,977	710	5,17	19,3	3,7

Tabell 3.2: Sammansättning av färdiga MEA-ink.

$MEA-ink$	g_{Pt}	$g_{UltrapureH_20}$	$g_{1-propanol}$	$g_{Jonomer}$	g_{Etanol}
Ink 4	1,31	2,12	3,51	2,58	3,75
Ink 5	1,31	2,12	3,51	2,58	3,75
Ink 7	1,33	1,99	3,51	2,58	3,74

för efterföljande ink kan ses i Tabell 3.4, 3.5, 3.6, 3.7 3.8, 3.9, 3.10 och 3.11.

För att dispergera inket användes en Hielscher ultrasonic processor med en 3mm sonotrod (S24d3). Under dispergeringen lades vialen med inket ner i en bägare med kallt vatten. Detta gjordes för att motverka den ökande temperaturen som orsakas av ultraljudet. En termometer tillsattes till bägaren och användes för att försöka kontrollera en jämn temperatur över de olika etapperna. Sonotroden fördes sedan ner i vialen och dispersionen startades efter valda parametrar.

Tabell 3.3: Etapper för dispergering av Ink 1, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering.

$Tid(min)$	1	9	10	10	10	15	15	15	15	15	Totalt 115 min
$Delvolym(\mu l)$	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	Totalt 86 μl
$Temperatur(C)$	24	27	28	27	29	29	33	29	32	29	
$Energi(Ws)$	190	1258	1215	1215	1215	1892	1819	1830	1973	1821	Totalt 14428 Ws

Dispergeringen av MEA-ink, Ink 4, 5 och 7, gjordes lite annorlunda jämfört med ovan beskrivna dispergering. Detta eftersom MEA-inket hade en betydligt högre koncentration av katalysatorpulver, samt att vialen för inket var 20ml, jämfört med tidigare vial på 4ml. Ändringar som gjordes för MEA-inken var därför att en större sonotrod (S24d7) som var bättre anpassad till vialen och den energi som skulle krävas för dispergeringen användes, en större delvolym togs ut då denna volym an-

Tabell 3.4: Etapper för dispergering av Ink 2, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering.

$Tid(min)$	20	35	Totalt 55 min
$Delvolym(\mu l)$	8,6x3	8,6x3	Totalt 51,6 μl
$Temperatur(C)$	27	28	
$Amplitud(\%)$	20	20	
$Energi(Ws)$	2434	4211	Totalt 6645 Ws

Tabell 3.5: Tid för dispergering av Ink 3, uttagen volym och temperatur efter dispergering.

$Tid(min)$	10
$Delvolym(\mu l)$	25,8
$Temperatur(C)$	32
$Amplitud(\%)$	40
$Energi(Ws)$	3087

vändes för att späda ut inket, en annan amplitud användes, samt att begränsningen för dispergeringen sattes för olika energier, istället för begränsning av tiden som tidigare använts. Dispergeringen av första MEA-inket, Ink 4, går att se i Tabell 3.6. Parametrarna för efterföljande dispergeringar av MEA-ink ändrades sedan baserat på de ECSA resultat som gavs efter beläggning av varje MEA-ink, se Kapitel 4.2. Hur parametrarna ändrades för Ink 5 och 7 går att se i Tabell 3.7 och 3.9.

Tabell 3.6: Etapper för dispergering av Ink 4, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering.

$Energi(kWs)$	10	10	10	10	10	25	25	Totalt 100 kWs
$Amplitud(\%)$	30	30	30	30	30	30	30	
$Delvolym(\mu l)$	33,9	33,9	33,9	33,9	33,9	33,9	33,9	Totalt 237,3 μl
$Temperatur(C)$	30	37	31	38	32	41	41	
$Tid(min:sek)$	9:41	10:28	10:02	9:59	10:05	24:25	25:45	Totalt 100:42 min

Tabell 3.7: Etapper för dispergering av Ink 5, uttagna delvolymer och temperatur efter dispergering.

$Energi(kWs)$	10	10	10	10	10	25	25	Totalt 100 kWs
$Amplitud(\%)$	30	30	30	30	30	30	30	
$Delvolym(\mu l)$	15,6	15,6	15,6	15,6	15,6	15,6	15,6	Totalt 109,2 μl
$Temperatur(C)$	29	35	29	34	29	38	40	
$Tid(min:sek)$	9:35	10:16	5:01	10:03	10:16	26:28	25:46	Totalt 95:25 min

Tabell 3.8: Energin vid dispergering av Ink 6, uttagen volym och temperatur efter dispergering.

$Energi(Ws)$	5990
$Amplitud(\%)$	30
$Delvolym(\mu l)$	43
$Temperatur(C)$	33
$Tid(min:sek)$	25:06

Tabell 3.9: Etapper för dispergering av Ink 7, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering.

$Energi(kWs)$	17,5	15,27	10,75	10,88	27,21	27,22	Totalt 108,83 kWs
$Amplitud(\%)$	30	30	30	30	30	30	
$Delvolym(\mu l)$	15,6	15,6	15,6	15,6	15,6	15,6	Totalt 93,6 μl
$Temperatur(C)$	51	34	31	31	39	41	
$Tid(min:sek)$	19:02	14:40	8:36	10:08	26,21	25,17	Totalt 104:04 min

Tabell 3.10: Etapper för dispergering av Ink 8, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering.

$Energi(kWs)$	1,45	2,43	3,11	3,64	3,8	Totalt 14,43 kWs
$Amplitud(\%)$	30	30	30	30	30	
$Delvolym(\mu l)$	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6	Totalt 43 μl
$Temperatur(C)$	28	33	36	37	38	
$Tid(min:sek)$	6:00	13:18	17:12	20:07	21:01	Totalt 77:38 min

Tabell 3.11: Etapper för dispergering av Ink 10-14, uttagna delvolymer och temperaturer efter dispergering.

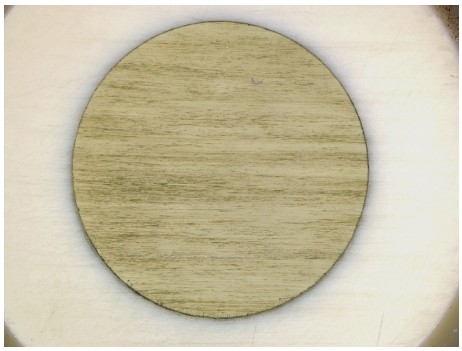
Ink	10	11	12	13	14
$Energi(kWs)$	6,2	6,3	6,3	6,2	0,04
$Amplitud(\%)$	40	60	80	100	20
$Delvolym(\mu l)$	8,6	8,6	8,6	8,6	8,6
$Temperatur(C)$	30	34	36	37	23
$Tid(min:sek)$	25:48	18:18	15:42	9:25	0:10

3.2 RDE-mätning

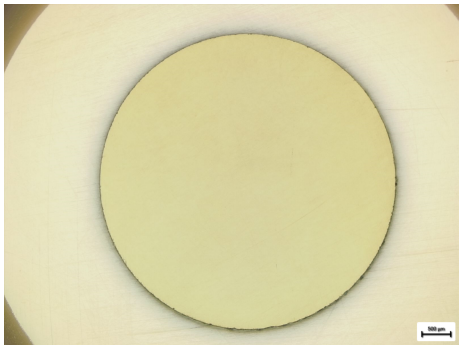
3.2.1 Polering av RDE-elektroder

Innan RDE-elektroderna används måste de tvättas, poleras och undersökas i mikroskop. Aluminiumoxid (Al_2O_3) och vatten används för att polera elektroderna. En liten mängd aluminiumoxid som är ett vitt pulver hälls på en polerduk i en petriskål och blandas sedan med vatten med hjälp av en pipettspets. Sedan gnids elektroden med kolglaset nedåt i en åtta på polerduken. Detta görs åtta gånger åt båda hål-

len för varje elektrod. Därefter sköljs elektroden med avjonat vatten och torkas med specialservetter avsedda för linser som inte ger av sig något ludd. Elektroderna ställs sedan i ett ställ och under ett skydd för att skydda mot damm i luften. För att veta om elektroderna faktiskt var rena kollades de i mikroskop. Om elektroderna inte var rena torkades de igen med linsrengörare blöta med avjonat vatten tills de blev tillräckligt rena. Nedan följer en bild av en smutsig elektrod till höger och en av en ren elektrod till vänster.



Figur 3.1: Smutsig RDE-elektrod.



Figur 3.2: Ren RDE-elektrod.

3.2.2 Tillverkning av RDE-elektroder

Delvolymen som tidigare togs ut från dispersionen användes sedan till tillverkningen av RDE-elektroderna. Från RDE-inken var varje delvolym 8,6μl och togs ut i två omgångar på 4,3μl var. Volymerna togs med hjälp av en automatpipett och pipetterades direkt över på en glassy carbon elektrod, som hade en diameter på 5mm. När alla dispersioner för det behandlade inket hade pipetterats på var sin elektrod, ställdes elektroderna i ett ställ och täcktes över med en låda. De fick sedan stå och torka i rumstemperatur. Efter att elektroderna hade torkat undersöktes dem i ett mikroskop, för att senare kunna undersöka beläggningen och dess påverkan på RDE-analysen.

Ovan beskrivning gäller för elektroder tillverkade med RDE-ink, men tillverkningen av elektroder med MEA-ink var lite annorlunda. Detta på grund av att inkens höga koncentration krävde att de först späddes ut. Därför togs en större delvolym ut, cirka 15,6μl, från det dispergerade inket och tillsattes till en 4ml vial. I denna vialen späddes inket ut med en alkohol och vattenblandning med cirka 20 volym% alkohol. Mängden koncentrerad ink som togs för utspädning valdes för att få en Pt-laddning av cirka 20$\mu g/cm^2$ på elektroden, när sedan 8,6μl togs från det utspädda inket och lades på elektroden.

3.2.2.1 Blandning av utspätt MEA-ink

När MEA-inket späds ut i 2-propanol måste det blandas på något sätt. Det första sättet som användes var att efter spädningen sonikera proverna i ett ultraljudsbad i

1 min. Detta blandade lösningen bra men eftersom det inte går att veta om denna ytterligare ultraljudsbehandling påverkar mätningarna valdes det att istället skaka vialerna för han i en minut. Detta medgav att lösningen blev full med bubblor. Vilket gjorde det svårare att få en bra beläggning på elektroderna. Den metod som senare kom att användas var att efter spädningen lägga vialen på en rullmixer anpassad för att blanda blod och lösningar utan att bubblor bildas[19].

3.2.2.2 Validering av automatpipetter

Vid tillverkning av både inket och RDE- elektroderna användes automatpipetter. Därför gjordes tester av hur noggranna pipetterna är. Testerna gjordes på en automatpipett av storleken 1-5μl som användes både till att mäta upp hur mycket jonomer som skulle vara i inket och sedan också för att droppa inket på elektroderna. Sedan gjordes också tester på en automatpipett i storleken 100-1000μl. Pipetterna testades genom att tio gånger pipettera upp lika stor mängd vatten i en bägare på en våg och nollställa vågen mellan mätningarna. Detta gjordes tre gånger för olika inställda volymer enligt tabellen nedan. Därefter beräknades också medelvärde och standardavvikelse för mätningsserierna.

Tabell 3.12: Validering av automatpipetter.

Pipettstorlek (μl)	1-5	1-5	100-1000
Inställd volym (μl)	4,3	4,4	750
Vikt (mg)	4,1	3,3	746,9
	4,2	3,7	748,7
	4,1	4,0	749,8
	3,7	4,2	746,3
	4,2	3,9	749,7
	4,3	4,4	749,5
	3,7	4,1	747,4
	4,8	4,0	751,5
	3,8	3,8	751,6
	4,9	4,4	750,8
Medelvärde	4,18	3,98	749,22
Avvikelse (%)	9,3	8,0	0,2

3.2.3 Förberedning och mätning med RDE

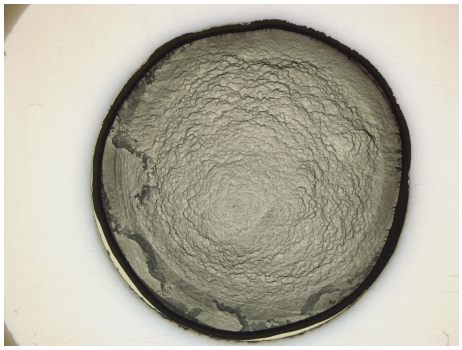
Efter att elektroderna hade tillverkats, så förberedes RDE för analysen. För analysen användes en RDE-roterare, en reversibel väteelektrod (RHE) som referenselektrod (RE) och en Pt-elektrod som motelektrod (ME). RE och ME kopplades först in i cellen, som var fylld med 0.1M perklorsyra. Perklorsyran hade innan användning blivit mättad genom att bubbla kvävgas i cirka 30min. Sedan kopplades den första tillverkade elektroden på RDE-roteraren och fördes in i cellen. När alla elektroder var inkopplade sattes roteraren på och arbetselektroden (AE) undersöktes för att säkerställa att det inte fanns några bubblor på ytan. Om bubblor hittades så ökades

varvtalet till cirka 2000 varv/min för att bli av med dessa och återgick sedan till minimum av cirka 100 varv/min. Körning sattes sedan igång genom programmet Nova och med förinställda inställningar. Dessa inställningar var att en cyklisk voltametri skulle göras med skanningshastigheter på 100 och 20mV/s. Den snabbare skanningen sker först och är främst till för att rengöra elektroden från möjliga föroreningar och det är sedan den långsamma skanningen som används för vidare analys. Eftersom att ECSA skulle undersökas, och inte ORR, så skedde också analysen utan någon rotation av elektroden. Potentialspannet sattes med 1,2V som övre och 0,075V som undre gräns, där analysen startade på 0,4V och alla potentialer är i förhållande till RHE.. Den snabba skanningen sker sedan i 20 cykler, varpå den långsamma analysen sker i 3 cykler. Totalt tar en körning cirka 15 minuter och varje elektrod kördes 3 efterföljande gånger till en total tid på cirka 45 minuter. Efter 3 körningar byttes elektroden ut mot nästa i serien, som sedan analyserades på samma sätt. Samtliga RDE-analyser utfördes enligt denna metoden, oberoende av vilket ink som hade belagts på RDE-elektroden.

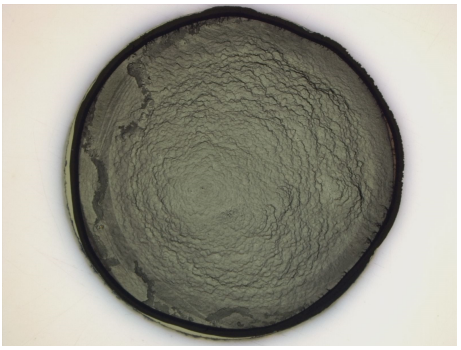
3.2.3.1 Undersökning av degraderingen hos katalysatorbeläggning över tid

För att kunna fastställa om katalysatorbeläggningen degraderar över tid vid förvaring i rumstemperatur och luft utfördes ovannämnda RDE-mätning två gånger på elektroderna belagda med Ink 5. Den första mätningen utfördes 3 dagar efter att elektroderna hade tillverkats och den andra mätningen 11 dagar efter tillverkningen. Den beräknade ECSA:n från dessa mätningar jämfördes sedan för att kunna säkerställa hur mycket beläggningen hade degraderat över de 8 dagarna mellan mätningarna.

3.2.3.2 Undersökning om RDE-analysen påverkar katalysatorbeläggningen



Figur 3.3: RDE-elektrod med katalysatorbeläggning före analys.



Figur 3.4: RDE-elektrod med katalysatorbeläggning efter analys.

För att undersöka om filmen påverkas av RDE-analysen och därigenom påverkar resultaten togs mikroskopbilder på ett par elektroder efter de hade analyserats. Sedan jämfördes dessa bilder med bilderna som togs på elektroderna innan körningarna

för att se om det fanns någon skillnad. Figur 3.3 och 3.4 är exempel på samma elektrod före och efter RDE-analysen. Bilden före analys är lite ljusare och detta beror på att mikroskopet var inställt lite annorlunda när bilderna togs. Detta gör inte så mycket eftersom det som eftersöks är tydliga skillnader i filmens struktur såsom deformationer eller skrapmärken som kan ha uppstått vid analysen eller vid transport mellan mikroskopet och RDE-utrustningen.

3.2.3.3 Undersökning av ny reproducerbar metod

Under arbetet upptäcktes det att spridningen hos beräknade ECSA var ganska stor för de första RDE-analyserna. Det bestämdes därför att en ny metod skulle testas, som förhoppningsvis skulle ge mindre spridning och reproducerbara resultat. Denna metod innebar att delvolymen som togs ut från MEA-inken, och tillsattes till en mindre vial för utspädning, vägdes, samt att delvolymen som för båda inken togs ut och lades på elektroderna också vägdes. Den nya metoden innebar också att en ny procedur användes vid RDE-analysen. Enligt tidigare metod gjordes tre omgångar med 20 reningscyklar och en CV var, men med den nya metoden gjordes 60 reningscyklar och en CV per omgång. Tre omgångar med den nya proceduren testades på elektrod 6, Ink 5, och ECSA beräknades på samtliga omgångar. Den beräknade ECSA:n visade sig öka efter varje omgång och standardavvikelsen räknades därför ut emellan de olika omgångarna. Den visade att avvikelsen var betydligt större mellan första och andra omgången, än mellan den andra och tredje. Detta tillsammans med att varje omgång enligt den nya proceduren tog 30min, jämfört med tidigare 45min för en hel analys, ledde till att två omgångar antogs vara tillräckligt för reproducerbara resultat.

För att säkerställa reproducerbarheten hos den nya metoden, gjordes ett test där fem elektroder belagda med samma RDE-ink och tre elektroder med samma MEA-ink analyserades. Beläggningarna skedde också efter samma dispergeringsenergi per volym ink dispergerat. Resulterande ECSA för respektive inks elektroder jämfördes sedan för att säkerställa att avvikelsen hade minskat jämfört med tidigare metod. Den nya metoden ansågs ge mer reproducerbara resultat och användes därför på efterföljande RDE-analyser.

3.2.4 Beräkning av ECSA

Från RDE-analysen beskriven i förgående paragraf får man ut 5 olika grafer. 2 av dessa, som kommer från den långsamma analysen, används sedan för att kunna beräkna ECSA. Ena är den traditionella potential mot ström-grafen som man får ut av CV och den andra är en tid mot ström graf. Dessa två grafer användes sedan för att beräkna ECSA, enligt instruktionerna i Kapitel 2.4.

4
Resultat

I detta kapitel kommer resultat från experiment och analyser att presenteras samt diskuteras. Detta för att i nästa kapitel, kunna nå en slutsats.

4.1 Polerade elektroder

Med hjälp av ljusmikroskopi kunde de polerade elektroderna utvärderas ifall de var rena nog för vidare användning eller om extra rengöring krävdes. Anledningen till att elektroderna måste vara ordentligt rena är för att föroreningar inte ska påverka beläggningen av ink och en acceptabel elektrod ser ut som elektroden i Figur 3.2.

Under samtliga analyser polerades och rengjordes 10 elektroder innan beläggningen av ink. Av dessa 10 polerade elektroder så var det i genomsnitt cirka 7 stycken som krävde ytterligare rengöring, ofta räckte det dock att gnugga elektroden med en fuktad linsrengörare. Anledningen till att så många elektroder inte var tillräckligt rena kan bland annat bero på att de emellan analysen och poleringen inte har varit tillräckligt skyddade och har därför kontaminerats under flytten mellan dragskåpet och mikroskopet, vilket var i ett annat rum. En annan anledning kan vara att inte tillräckligt med alliminiumoxid användes eller att poleringsduken var kontaminerad. Det sistnämnda gäller speciellt för elektroderna som polerades inför beläggning med Ink 1. Detta då poleringsduken tidigare hade använts för att polera en Pt-elektrod och därmed bilvit förorenad. Duken sköljdes med vatten emellan, men det kan fortfarande vara så att Pt och annan kontaminering var kvar från den tidigare polerade elektroden och detta är en trolig anledning till varför dessa polerade elektroder var de smutsigaste vid analysen med mikroskop. Vid resterande poleringar användes därför en ny poleringsduk. Även om en del elektroder var smutsigare eller mer kontaminerade i första skedet, så kunde samtliga elektroder tvättas och re-evalueras som godkänt rena, vilket innebär att poleringen och rengöringen av elektroderna troligen inte har haft någon större påverkan på den efterföljande beläggningen av ink.

4.2 Ink-belagda elektroder

Efter att elektroderna hade belagts med ink och inket hade fått torka, undersöktes elektroderna återigen i ett mikroskop. Detta gjordes för att utvärdera om inket hade belagts korrekt och för att senare kunna jämföra de olika elektrodernas beläggning med deras beräknade ECSA.

4.2.1 Mikroskopbilder

4.2.1.1 RDE Ink 1

Mikroskopbilderna för Ink 1, se Bilaga 1, visade att inket hade torkat bra över elektroderna och därmed att beläggningen var framgångsrik. Enda undantaget är elektrod 10 som har en betydligt mindre area av beläggning än de andra. Anledningen till varför detta har hänt är okänt, men det ser ut som att ink-droppen har vid något tillfälle under torkningen imploderat. Detta då det finns en klart synlig svart yttre ring, som indikerar att droppen var så bred vid påläggning. Som tidigare nämnt så hade de andra elektroderna en något liknande beläggning, med avseende på dess area på elektroden och samtliga elektroder hade en distinkt yttre svart ring. Ringens svarta färg indikerar att det är ett område av hög koncentration av katalysatorpulvret, alltså hög koncentration av kol och platina. För vissa elektroder kan man även se ett antal små svarta prickar, vilka också indikerar på en agglomerering av katalysatorpulver. Elektroderna 4 och 6 uppvisar även mörkare områden som inte tillhör ringen eller är en liten prick.

Vad som skiljde sig mellan samtliga elektroder var strukturen och grovheten hos beläggningen innanför cirkeln. Där elektroder som 1 och 3 uppvisar en ganska slät och jämn struktur, medan elektroder som 6 och 8 uppvisar en betydligt mer ojämn struktur. På elektroderna 8 och 9 kan man på några ställen även se en röd nyans, som troligen innebär att det finns större Pt-partiklar i dessa områden, som har lossnat från deras kol-support på grund av för lång dispergering.

Från dessa bilder antog vi att de elektroder som var mest täckta med ink, samt vars ink struktur var grövre, skulle ge efter RDE-analysen ge högst beräknad ECSA. Detta på grund av att både en större belagd area av ink och en grövre struktur troddes ge en större kontaktyta för Pt-partiklarna där de elektrokemiska reaktionerna sker. Om så var fallet kommer att diskuteras vidare i Kapitel 4.3.1.

4.2.1.2 RDE Ink 2

De bilder som togs av elektroder belagda med Ink 2, se Bilaga 2, visade att även denna beläggningen hade lyckats. Liknande beläggning till dem för Ink 1 gick att se, med en tjockare svart ring ytterst och en varierande struktur innanför ringen. För den varierande strukturen uppvisar den femte elektroden en jämnare och slätare struktur, medan elektrod 3 och 4 uppvisar en grövre och resterande elektroders grovhet ligger någonstans emellan dessa. Dock uppvisar disk 4, som belagdes med ink som dispergerats i 55 minuter, den grövsta strukturen. Elektroderna 1-3 dispergerades i 20 minuter och 4-6 i 55 minuter, men det går inte att hitta något tydligt mönster för hur dispergeringen kan ha påverkat beläggningen. Utöver att båda dispergeringarna gav både en jämnare och grövre struktur, så gav de även varsin elektrod, 1 och 5, som uppvisar agglomerering av katalysatorpulvret. Elektrod 6 har också ett mörkare område, inuti ringen, men detta tros inte vara agglomerering utan ser istället ut att vara någon slags skugga, som troligen skapats av en brant topp av inket. Det går alltså inte att påpeka att ena dispergeringen är troligare att leda till agglomerering

än den andra.

Vi antog att elektroderna 3 och 4 skulle uppvisa en något högre beräknad ECSA, baserat på att deras grövre struktur kan ge en större kontaktyta för Pt-partiklarna. Detta kommer att diskuteras vidare i Kapitel 4.3.2.

4.2.1.3 RDE Ink 3

I Bilaga 3 kan bilderna för de elektroder som var belagda med Ink 3 ses. Som för tidigare elektroder visade även dessa bilder att ett skikt av inket fanns på elektroderna och att beläggningen därmed lyckades. Den mest märkbara skillnaden till tidigare beläggningar av Ink 1 och 2 var att beläggningarna för Ink 3 i genomsnitt täckte en betydligt större yta av elektroden, där elektroderna 2,3 och 4 täckte nästan hela ytan. Utöver det så var strukturen likt tidigare elektroder, med en svart yttre cirkel och en ljusare inre del. Strukturen på den inre delen var för dessa elektroder mestadels ganska grov och därmed inte så slät och jämn, som för några tidigare elektroder. Elektrod 3 har grövst struktur med ett flertal toppar närmare kanterna och en stor topp i mitten. De andra och fjärde elektroden var jämförelsevis slätare än den tredje, men de hade trots det en större topp i mitten och en eller två mindre toppar runtom.

Baserat på att samtliga elektroder täckte en större yta en för tidigare ink, samt att deras struktur var förhållandevis grov, så antog vi att dessa elektroder skulle ge en högre beräknad ECSA än för tidigare elektroder. Om detta visade sig vara fallet, samt vilken elektrod som gav högst ECSA diskuteras i Kapitel 4.3.3.

4.2.1.4 MEA Ink 4

Den fjärde beläggningen av elektroder gjordes med MEA Ink 4 och resulterande beläggning kan ses i Bilaga 4. Återigen visade mikroskopbilderna att beläggningen av inket var lyckat och några få skillnader till tidigare belagda RDE-ink kunde konstateras. Den tydligaste skillnaden kan ses i beläggningens yttre ring. För tidigare RDE-ink var denna ring en förhållandevis tjock och svart ring, utan andra nyanser. För samtliga beläggningar med MEA Ink 4 är detta dock inte fallet. Dessa beläggningar har visserligen också en yttre och hyfsat tjock ring, som vid första anblick ser lika svart ut som i tidigare fall, men vid inzoomning på ringarna syns märkbara skillnader. Varje beläggnings ring är nämligen två ringar där det utanför en inre svart ring, likt de ringar från tidigare beläggningar, finns en ytterligare ring. Denna ringen är tydligt blekare än den svarta ringen, men fortfarande mörkare än beläggningen innanför ringen. Utöver en andra ring står också den inre beläggningen på elektrod 4, ut från tidigare beläggningar. Här syns ett flertal mindre områden med en blå nyans, vilka troligen är orsakade av agglomerationer av jonomeren i inket. Anledningen till varför jonomeren har agglomererat för specifikt denna elektroden är dock okänt. Bortsett från detta så följer de inre beläggningarnas struktur de för tidigare RDE-ink, med några elektroder som uppvisar en slätare struktur, elektrod 2 och 3, och några som har en grövre struktur, elektrod 7 och 8.

Med detta i åtanke så antogs elektrod 7 och 8 att ge högre beräknade ECSA och

detta på grund av tidigare givna skäl där en stor yta och grov struktur antas ge högre ECSA. En avvikelse som enligt literatur kan ge högre eller lägre ECSA är agglomerationen av jonomer på elektrod 4[14]. Med bara mikroskopbilder är det dock svårt att resonera kring om det i specifikt detta fallet ger en högre eller lägre ECSA. Vilket som är fallet för elektrod 4, och vilken ECSA som resterande elektrod fick, kommer istället att presenteras i Kapitel 4.3.4

4.2.1.5 MEA Ink 5

Bilaga 5 visar mikroskopbilder på 8 elektroder belagda med MEA Ink 5. Även denna beläggningen hade lyckats och de resulterande beläggningarna uppvisade mönster liknande de på tidigare tillverkade elektroderna, dock med två avvikelser för elektrod 1 och 7. Beläggningen på elektrod 1 är nämligen betydligt ljusare än de andra elektroderna, samt att dess yttre ring inte är lika definierad på ett flertal ställen. Med tanke på att denna elektrod tillverkades innan inket hade dispergerats innebär troligen den ljusare färgen att koncentrationen av katalysatorpulver är lägre för den här beläggningen, vilket också kan ha påverkat den yttre ringens struktur. Avvikelsen hos elektrod 7 är att den uppvisar, som en tidigare elektrod för ink 4, agglomerering av jonomeren. Övriga beläggningar uppvisade struktur liknande tidigare ink-belagda elektroder, där elektroder som 4 och 8 uppvisade en grövre struktur och elektroderna 3 och 6 uppvisade en något slätare struktur. Utöver det var den yttre ringen likt dem för MEA Ink 4, med en inre mörkare och en yttre ljusare del.

Baserat på detta så antogs det att elektroder som 4 och 8 skulle resultera i en högre beräknad ECSA. Detta kommer att diskuteras vidare i Kapitel 4.3.5

4.2.1.6 RDE Ink 6

Enligt mikroskopbilderna i Bilaga 6 var beläggningen av 5 elektroder med Ink 6 framgångsrikt. Till skillnad från Ink 5 så uppvisar dessa beläggningar inga avvikelser, utan de har liknande strukturer som tidigare beläggningar. En yttre ring som har en yttre ljusare och en inre mörkare nyans och en inre struktur som varierade något mellan de olika elektroderna. För dessa elektroder är det dock inte lika tydligt att se huruvida någon elektrods inre struktur är grövre än de andras, utan de har alla en liknande grovhet. Det är dock värt att nämna att den yttre ringens två nyanser inte har synts lika tydligt eller har registrerats för tidigare elektroder belagda med RDE-Ink. Anledningen till att de syns på dessa elektroder tros dock vara någon skillnad i inställningarna på mikroskopet. Bilderna från beläggningen med Ink 6 ser något ljusare ut än tidigare bilder på RDE-beläggningar och det har därför troligen varit för mörkt för att se de olika nyanserna på ringen hos de tidigare beläggningarna.

I och med att alla beläggningarna har liknande strukturer och det inte finns någon som har en avsevärt grövre struktur än de andra, så var det svårt att anta vilken eller vilka elektroder som skulle ge högst beräknad ECSA. Istället antogs det att elektroderna skulle ha en snarlik ECSA, vilket kommer att presenteras och diskuteras vidare i Kapitel 4.3.6.

4.2.1.7 MEA Ink 7

Mikroskopbilderna i Bilaga 7 visar att beläggningen av 5 elektroder med Ink 7 vid samma dispergeringsenergi var framgångsrik och att de olika beläggningar är jämförbara med tidigare beläggningar med MEA-Ink. I Bilaga 9 kan bilder för 5 ytterligare elektroder med ink 7 ses, där de olika beläggningarna har olika dispergeringsenergier. En avvikelse för båda omgångarna är dock elektrod 10, som har både en betydligt slätare inre struktur och en yttre ring som går utanför CG-disken. Detta tros ha påverkat den inre strukturen och gett dess skuggliknande utseende runt de områden där den yttre ringen går utanför GC:n. Utöver detta följer elektroderna tidigare MEA-beläggningar, med en yttre ring som uppvisar två nyanser, en inre mörkare och en yttre ljusare. På ett flertal av elektroderna är det dock mycket tydligare än tidigare att den yttre ljusare delen inte är helt uniformt torkade. Det kan man se i dess taggiga yttre mönster och de ljusare strecken som syns utanför ringen. Detta tyder bland annat på att droppen upptog en större area av disken när den tillsattes och att den sedan har dragits ihop under något tillfälle av torkningen. Detta skulle kunna tydas som att inket inte har lika stark adhesion till disken som tidigare ink har haft.

Baserat på beläggningarna var det svårt att se om någon elektrod skulle ge en högre ECSA än de andra. Dock antogs det, bland annat på grund av dess skuggliknande och slätare struktur, att elektrod 10 skulle resulterade i en lägre ECSA, vilket kommer att presenteras och diskuteras vidare i Kapitel 4.3.7.

4.2.1.8 RDE Ink 8

I Bilaga 8 kan beläggningarna med Ink 8 ses och de visar tydligt att beläggningarna var framgångsrika. De flesta följer en struktur lik de för tidigare RDE-beläggningar, med en yttre mörk ring och en inre struktur med varierande grovhet och nyans. En utmärkande elektrod är den första, som har en mindre definierad yttre ring och uppvisar agglomeration av Nafion.

Det antogs att den första elektrodens agglomerering av Nafion skulle påverka dess ECSA, men det var svårt att anta om det skulle påverka negativt eller positivt. Hos de andra elektroderna antogs den sista få en något högre ECSA, detta då den har en lite grövre struktur och mörkare nyans. Vilka ECSA de olika elektroderna fick och varför kommer att diskuteras vidare i Kapitel 4.3.8.

4.2.1.9 RDE Ink 9-14

De sista beläggningarna gjordes med Ink 9-14 och kan ses i Bilaga 10 och 11. Bilderna visar att det för första gången var två misslyckade beläggningar. Nämligen för elektrod 1 och 2, med Ink 9. Anledningen till att dessa misslyckades var för att de inte har blivit dispergerade och katalysatorpulvret har därför inte blandats eller löst sig tillräckligt i lösningen. Detta kan man tydligt se på bilderna då att de olika komponenterna har torkat var för sig. Katalysatorpulvret har torkat som svarta prickar och Nafionet som ett skimrande, regnbågsfärgat område. Elektrod 1 och 2 för Ink 14

är också tydligt avvikande från tidigare beläggningar. Denna beläggningen uppvisar agglomerationer av katalysatorpulvret och detta tros vara på grund av dess korta dispergeringstid, på 10 sekunder. Bilderna visar alltså att 10 sekunders dispergering blandar inket tillräckligt för en lyckad beläggning, men att inket inte hinner bli helt homogent. Det går även att se agglomerering av katalysatorpulvret på elektrod 3, 5 och 9.

På elektrod 1 och 2, med Ink 9, är det svårt att avgöra hur mycket katalystorpulver som finns och det var därför svårt att anta hur stor ECSA dessa elektroder skulle ge. Men på grund av deras dåliga homogenitet antogs det att de skulle ge en lägre ECSA. Samma anledningen gäller för varför elektrod 1 och 2 med Ink 14 antogs ge lägre ECSA. Utöver dessa var det svårt att anta hur deras beläggning skulle påverka ECSA:n, men detta är något som diskuteras mer i Kapitel 4.3.9 och 4.3.10.

4.2.2 Degradering över tid

Vid mätning av ECSA av elektroder efter olika lång tid enligt metodiken under Kapitel 3.2.3.1 kunde det konstateras att degradering av beläggningen förekommer. Värdena som erhållits på ECSA mätningarna återfinns i tabellen nedan.

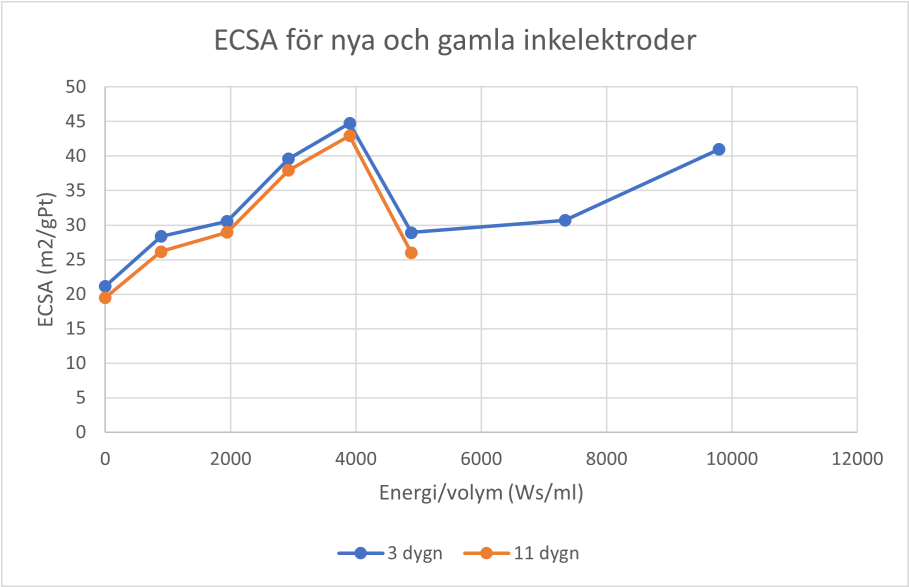
Tabell 4.1: ECSA degradering över tid.

Elektrod	$ECSA(m^2/g_Pt)$ 3 dygn	$ECSA(m^2/g_Pt)$ 11 dygn
1	21,2	19,5
2	28,4	26,2
3	30,6	28,9
4	39,6	37,9
5	44,7	42,9
6	28,9	*26,0

För den 6 elektroden testades det att köra 60 rengörningsskanningar istället för 20 och göra en körning istället för 3. Värdet 26,0 i tabellen är uträknat från 60 rengörningar och en körning men det gjordes även två till skannrar med 60 rengörningar. Detta värdet anses vara ekvivalent och följer samma trend som de för 20 rengörningar gjort. Detta kan ses i Figur 4.1 nedan där den sista punkten i den orange serien är den med 60 rengörninsskanningar. Det valdes senare att inte fortsätta jämföra för elektrod 7 och 8 eftersom resultaten som erhållits givit nog med data.

4.2.3 RDE-analysens påverkan på katalysatorbeläggningen

Som nämns i Kapitel 3.2.3.2 undersöktes hur RDE analysen påverkade beläggningen. Genom att titta på de bilder som togs av ett antal elektroder före och efter RDE-analys kunde det avgöras att analysen inte gav några märkbara ändringar i filmens struktur. Detta kan ses i Figur 3.3 och 3.4 där före och efter bilderna är lika borstsätt från att mikroskopet av misstag var inställt olika och ljuset blev annorlunda. Det



Figur 4.1: ECSA för nya och gamla elektroder tillverkade med MEA-ink 5.

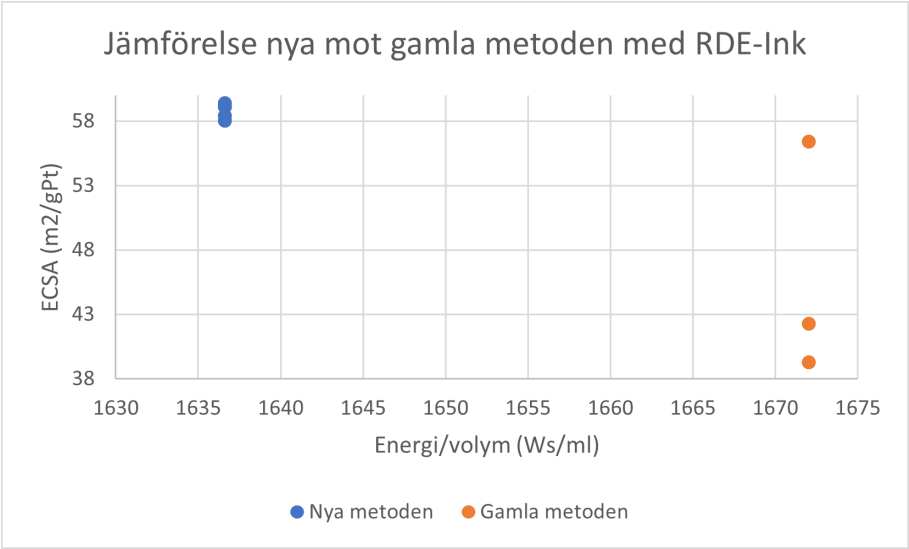
upptäcktes inte heller några skrapmärken eller tecken på att filmen skulle lossnat vid transport mellan våg, mikroskop och RDE-utrustningen.

4.2.4 Val av metod för reproducerbara resultat

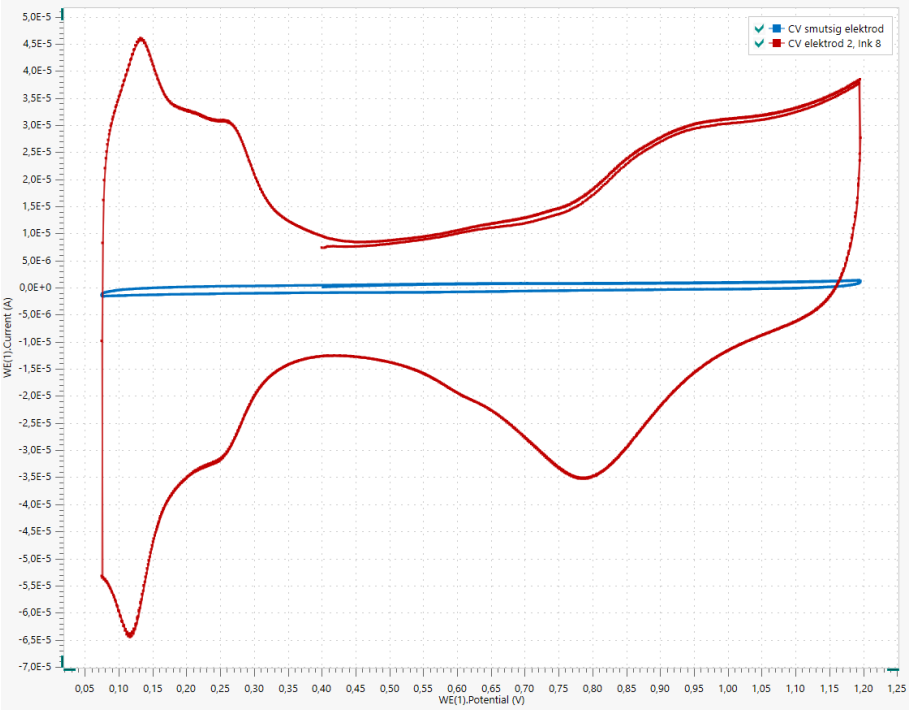
I Kapitel 3.2.3.3 förklaras det hur en ny metod undersöktes i hopp om att hitta en process som gav ett mer reproducerbart resultat. Detta gjordes eftersom RDE-analyserna av de första fem inken visade på stora avvikelser och därmed gjorde det svårt att dra några konkreta slutsatser om resultaten. Till exempel så var standardavvikelsen av ECSA:n 9,14 m^2/g_{Pt}, för 3 elektroder belagda med Ink 2 och med samma dispergeringsenergi. Med den nya metoden blev standardavvikelsen för Ink 6: 0,58 m^2/g_{Pt}. En jämförelse av båda inken kan också ses i Figur 4.2 och det blir tydligt att den nya metoden ger betydligt mer reproducerbara och trovärdiga resultat. Den nya metoden valdes därför att användas för efterföljande analyser.

4.2.5 Smutsig elektrods påverkan på RDE-analysen

Under poleringen och tvättningen av elektroderna märktes det att smuts från kanterna av GC-ringen ofta smetades ut på elektroden och att dessa kanterna var svåra att få helt rena. Det behövde därför undersökas ifall denna smuts kan ge utslag på CV:n vid RDE-analysen. Därför valdes en elektrod som hade blivit polerad och torkad, men som fortfarande visade prov på att smuts hade kommit in från kanterna, för ett RDE-test. Resulterande graf jämfördes sedan med en graf från en tidigare analyserad elektrod, belagd med Ink 8. Denna jämförelse, som kan ses i Figur 4.3, visar hur litet utslag den smutsiga elektroden gav och att om arean hade tagits fram, som visat i Figur 2.4, så hade den varit alldeles för liten för att ge någon betydande storlek på den beräknade ECSA:n.



Figur 4.2: Jämförelse av ECSA för RDE-Ink med nya och gamla metoden



Figur 4.3: CV för en smutsig elektrod jämfört med en elektrod belagd med ink.

4.2.6 Alkoholavdunstningens påverkan på beräknad ECSA

Ett test kördes för att undersöka hur snabbt 2-propanolen i inket avdunstar när ink-droppen läggs på elektroderna, samt hur denna ändring i vikt kan tänkas påverka den beräknade ECSA:n. Detta gjordes eftersom det i början togs två omgångar av 4,3 μl, vilket i vissa fall kunde ta upp mot en halv minut. Det var därför viktigt att säkerställa hur mycket den här variationen i tid för påläggning av droppen och avläsning av vikten kan ha påverkat ECSA:n. Testet utfördes genom att 8,6 μl av en

20 vol% 2-propanol/vatten-blandning tillsattes till en bägare på en våg. Vikten av droppen antecknades direkt efter tillsättning och igen efter 30 sekunder. För att få en bra förståelse för hur mycket alkohol som avdunstar under dessa 30 sekunderna så upprepades denna proceduren 10 gånger. Testerna visade att cirka 0,5-1 mg av droppen hinner avdunsta.

Ovan nämnda avdunstning, i vikt, användes sedan för att räkna om vikten platina på två olika elektroder och därefter även beräkna ECSA vid de nya vikterna. Resultatet av detta kan ses i Tabell 4.2, som visar hur ECSA ökade med 1,3-2% för ena elektroden och 0,6-1,2% för den andra. Detta är ingen avsevärd skillnad och avdunstningen av alkohol vid tillsättningen av ink-dropparna på elektroderna antogs därför inte ha en betydande påverkan på deras slutliga ECSA.

Tabell 4.2: Beräknad ECSA beroende på ändrad vikt på grund av avdunstning.

Vikt droppe 1 (μg)	8,1	8,05	8,0
Beräknad ECSA	21,2	21,4	21,6
Procentuell ändring		1,3	1,9
Vikt droppe 2 (μg)	8,4	8,35	8,3
Beräknad ECSA	27,8	27,9	28,1
Procentuell ändring		0,6	1,2

4.3 ECSA

I detta kapitel har samtliga ECSA beräknats enligt Kapitel 2.4 och för att lättast jämföra dem till mikroskopbilderna av tillhörande elektroder, kommer varje ink och dess elektroders ECSA att presenteras för sig.

4.3.1 ECSA på elektroder belagda med Ink 1

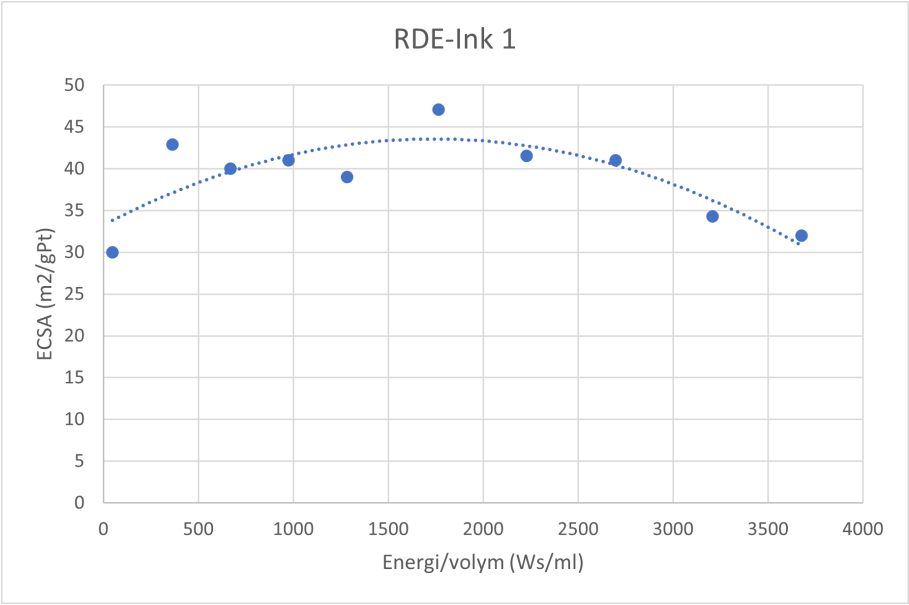
Meningen med testningen av Ink 1 var att undersöka ECSA på samma ink efter olika dispersionstider. De uträknade ECSA värdena ses i Tabell 4.3 och i Figur 4.4 plottas ECSA värdena mot dispersionsenergi per volym. I Excel har även en linjär anpassning gjorts där den bäst anpassade kurvan var en andragradskurva och dessutom erhålls ett värde på R^2. För ink 1 blev R^2 67% vilket kan ses som ett mått på hur väl trendlinjen anpassar sig till datapunkterna. 67% anses vara ett acceptabelt värde och anledningen till att kurvan inte är bättre anpassad är på grund av värdenas avvikelser. Det mer intressanta är att den delvis följer den trend som förutspåddes i bakgrunden. Där diskuterades det hur värdena bör fluktuera i början, tills de når en punkt där inket är homogent blandat. Runt denna punkt finns då en platå där värdena är liknande, men efter en viss tröskel nås kommer mer tillsatt energi medföra att ECSA minskar. Det som inte syns i trendlinjen är en tydlig platå. Dock så innebär de stora avvikelserna att resultaten inte blir lika trovärdiga. Med start vid elektrod 3 blev ECSA någonstans mellan 39,5 och 41,5 m^2/g_{Pt}. Detta

stämmer för elektrod 3, 4, 5, 7 och 8 som alla ligger i intervallet men inte för elektrod 6 som är 16,2% över medelvärdet för elektroderna i intervallet. Vad som kan orsaka denna avvikelse är okänt men en rimlig förklaring skulle kunna vara att det är olika mycket platina på varje elektrod. I beräkningarna räknades det med att alla elektroderna hade en lika stor mängd ink på och i vidare undersökningar valdes det därför sedan att elektroderna skulle vägas under tillverkning. Vid tillverkning av ink 2 och 3 gjordes inte detta men däremot testades det att beräkna ECSA för samma ink på olika elektroder. Detta kan sedan visa hur tillförlitliga resultaten från Ink 1 är.

En annan observation som görs är att elektrod 9 och 10 har liknande ECSA värden. Detta fastän elektrod 10 har avsevärt mindre area vilket kan ses i Bilaga 1. Som nämnts i bakgrunden så påverkar inte hur stor yta som inkbeläggningen täcker utan viktigare är hur mycket platina som finns på elektroden. Eftersom beläggningen är mer viktig för nästa steg i processen som är att beräkna ORR-aktivitet vilket inte görs i detta arbete är det ändå önskvärt att beläggningen är uniform, tunn och täcker hela elektroden.

Tabell 4.3: Beräknad ECSA för 10 elektroder tillverkade av Ink 1 med 20% amplitud.

Elektrod	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Dispersionstid(min)	1	10	20	30	40	55	70	85	100	115
$ECSA(m^2/gPt)$	30,5	42,9	39,6	41,4	39,2	47,1	41,5	40,9	34,3	32,0



Figur 4.4: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje.

4.3.2 ECSA på elektroder belagda med Ink 2

Vid ECSA mätning av elektroderna från Ink 2 var det reproducerbarhet som undersöktes. 3 elektroder gjordes av samma ink som dispergerats i 20 min och sedan 3 till efter 55 minuter. ECSA borde alltså om den använda metoden fungerar bra vara ungefär samma vid samma tidpunkt. Som kan ses i Tabell 4.4 är det inte så och det är spridning på resultaten på elektroderna som är tillverkade med likadana dispersionsparametrar. Elektrod 1 och 2 har till exempel en differens på nästan 10 m^2/g_Pt. Med dessa test kunde det konstateras att metoden behövde utvecklas för att mer tillförlitliga resultat ska kunna erhållas. Trenden som setts i ECSA resultaten för Ink 1 kan ha uppkommit av en slump fastän den liknar resultat från tidigare forskning[9]. Skillnaden mellan de olika mätningarna illustreras i Figur 4.5.

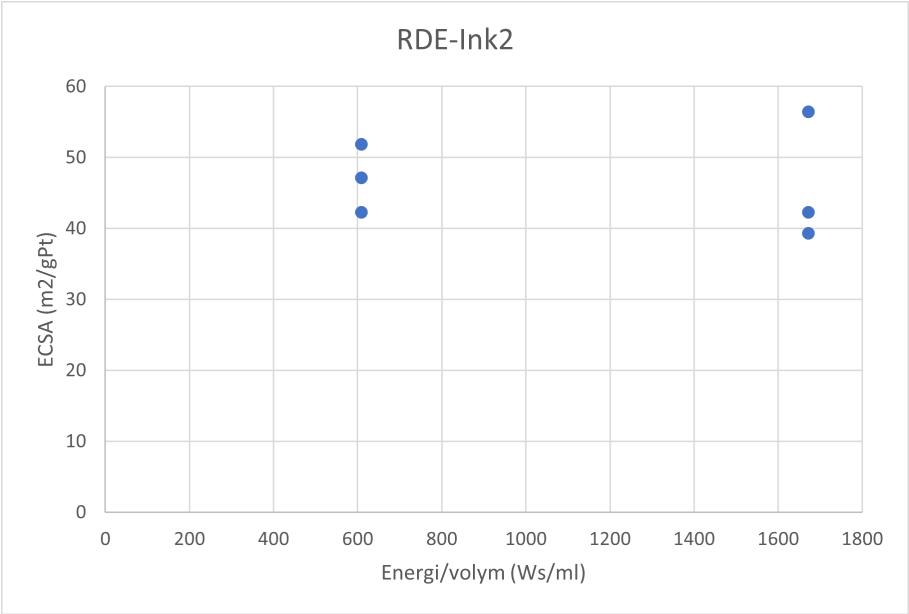
Tidigare, i Kapitel 4.2.1.2, diskuterades mikroskopbilderna tagna på beläggningarna med Ink 2. Där konstaterades det att beläggningarna var framgångsrika och de hade en någorlunda liknande struktur. Dock var det några som stod ut där bland annat elektrod 3 och 4 antogs ge en högre ECSA, på grund av deras grövre struktur och tabell 4.4 visar att detta antagande var någorlunda korrekt. Detta eftersom elektrod 4 har högst ECSA av samtliga elektroder, men elektrod 3 har bara tredje högst ECSA. Näst högst ECSA har nämligen elektrod 2 och anledningen till att dess ECSA är något högre än elektrod 3 kan vara att den också har en grov struktur, som även är lite mer symmetrisk. Från ECSA resultaten går det även att se att elektrod 1 och 5, som båda visade uppvisade agglomerering, har bland de lägsta ECSA:n. Vilket skulle kunnat tyda på att agglomerering leder till en lägre kontaktyta för Pt-partiklarna.

Tabell 4.4: Beräknad ECSA för 6 elektroder tillverkade av Ink 2 med 20% amplitud.

$Elektrod$	1	2	3	4	5	6
$Dispersionstid(min)$	20	20	20	55	55	55
$ECSA(m^2/g_Pt)$	42,3	51,9	47,2	56,4	39,3	42,3

4.3.3 ECSA på elektroder belagda med Ink 3

Ink 3 som tillverkades vid samma tillfälle som ink 2 kördes som tidigare sagts med 40% amplitud. Detta med 10 minuters dispersion alltså halva tiden mot ink 2 med 20% amplitud och 20 minuters dispersion. En fördubbling av amplituden borde medföra att dispersionstiden för att uppnå samma dispersionsenergi i lösningen halveras. Det upptäcktes dock att så inte var fallet utan att det också finns andra faktorer än dispersionstiden som påverkar hur mycket energi inklösningen får. Dispersionsenergierna för de olika dispersionerna, som kan ses i Tabell 4.4 och 4.5, var 2434 Ws för 20% amplitud och 3087 Ws för 40% amplitud. Vad skillnaden i dispersionsenergi beror på är okänt men en förklaringen skulle kunna vara skillnader på sonotrodens position i vialen. Sonotroden har vid de olika körningarna kanske varit olika långt ned i lösningarna eller så har sonotroden lagt sig mot vialens kant och energin som lösningen får blir på så sätt påverkad. Efter dessa resultat bestämdes det att disper-



Figur 4.5: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 3 elektroder efter 20 min och 3 efter 55 min dispersion.

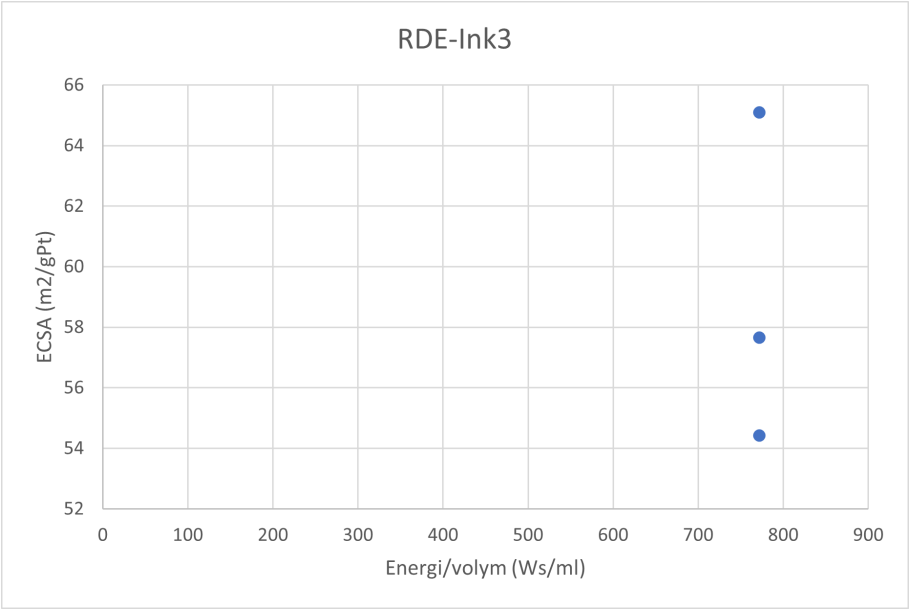
geringarna istället för att köras en viss tid skulle köras till de uppnåt en viss energi. Ink 3 har i detta fall mottagit 26,8% mer dispersionsenergi än Ink 2. Detta gör det svårt att som tanken med testet var jämföra och hitta skillnader mellan inklösningar med olika amplitud. Ink 3 uppvisar precis som ink 2 också en stor spridning mellan de 3 elektroder som är tillverkade på samma sätt. En observation som kan göras är att ECSA värdena för Ink 3 som kan ses i Figur 4.6 generellt är större än de för ink 2. Om detta beror på skillnaden i amplitud eller något annat är svårt att säga och amplitudens inverkan kommer därför testas igen med samma dispersionsenergi istället för tid. Det kan också bero på, som lades fram i Kapitel 4.2.1.3, att beläggningarna med Ink 3 täcker en större yta av GC:n än Ink 2. Detta då en större yta skulle kunna innebära att en större droppe har lagts på elektroden och därmed ökar mängden platina och den elektrokemiska ytan. Osäkerheten kring hur mycket ink som tillsatts på elektroderna är anledningen till att dropparna vägdes för efterföljande ink.

Tabell 4.5: Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 3 med 40% amplitud.

$Elektrod$	1	2	3
$Dispersionstid(min)$	10	10	10
$ECSA(m^2/g_Pt)$	54,4	65,1	57,7

4.3.4 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 4

Elektroderna som tillverkades för MEA ink 4 var de sista som inte vägdes och omräknades med en ny mängd platina för varje elektrod. Som ses i Figur 4.7 är dessa resultat också spridda. Punkt nr 5 i grafen har ett ECSA värde som är mycket lägre



Figur 4.6: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 3 elektroder efter dispergering i 10 minuter.

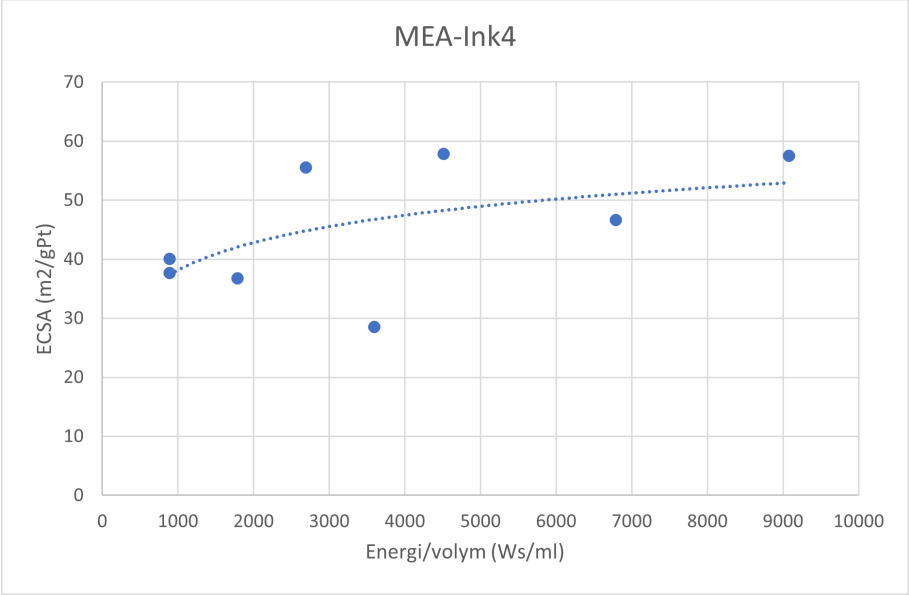
än punkt 4 och 6. Detta följer inte den tidigare nämnts modell där det väldispergerade området i mitten borde ha liknande ECSA som varandra. I slutet av grafen återfinns inte heller den förväntade minskningen av ECSA och trendlinjen forsätter att ha positiv lutning till slutet på mätserien som återfinns i Tabell 4.6. Den anpassade trendlinjen har ett R^2 värde på 29% vilket innebär att punkterna inte är väl anpassade till linjen. Detta är det första MEA-inket som testades och här var tillverkningsprocessen som tidigare nämnts annorlunda från de tidigare tillverkade RDE-inken. MEA-inket dispergerades först och späddes sedan med alkohollösning. Problemet som uppstod i detta steget var att ytterligare blandning behövdes för att blanda det dispergerade inket med alkohollösningen och detta valdes för ink 4 att göras med ett ultraljudsbad. Ultraljudsbadet fungerade för att blanda lösningen och uppnå en homogen blandning men med ytterligare dispersion tillsätts också mer energi till inket. Hur stor mängd energi som tillsätts till lösningen i ultraljudsbadet går inte att veta exakt vilket gör att en okänd variabel tillförs i mätningarna. Tanken var först att energin från ultraljudsbadet i 1 min skulle vara försumbar jämfört med den energi som tillsätts från sonotroden i den tidigare gjorda dispergeringen. Eftersom inket sedan späds blir påverkan av ultraljudsbadet större när en mindre mängd katalysatorpulver tar emot en större mängd energi. Detta skulle kunna leda till att resultaten som erhållits maskerats av ultraljudsbadet och inte alls visar ECSA vid de önskade dispersionsenergierna. En annan felkälla som skulle kunna förklara varför resultaten är spridda är som för de tidigare inken att olika mängd platina har hamnat på glaskolytan. Denna skillnad i platina skulle kunna uppkomma vid pipettering på elektroderna men också vid utspädningen när en mindre mängd MEA-ink späds i alkohollösning. MEA-inket har också hög viskositet vilket gör att det fastnar i och utanpå pipettspetsen vid pipettering vilket gör det svårt att pipettera en exakt mängd. Efter detta ink valdes det att alla volymer som tillsattes vägdes så att nya

mer exakta värdena på hur mycket platina som finns på kunde beräknas för varje elektrod.

I Kapitel 4.2.1.4 diskuterades det, baserat på mikroskopbilderna, hur beläggningarna av Ink 4 kan ha för påverkan på elektrodernas ECSA. Där antogs det att elektroderna 7 och 8 skulle ha en högre ECSA än resterande elektroder, samt att det nämndes hur agglomereringen av jonomeren på elektrod 4 kan ha både positiv och negativ påverkan på ECSA:n. Antagandet för elektrod 8 stämde då denna elektroden hade högst ECSA, men den 7:e gav endast 4:e högst ECSA där elektrod 4 och 6 också hade högre. Anledningen till att elektrod 4 har så hög ECSA tros vara på grund av dess många agglomereringar av jonomeren. Detta eftersom sådan agglomerering kan antingen höja eller sänka ECSA:n och det blir i detta fallet tydligt att de har verkat positivt[14]. Varför ECSA:n för elektrod 6 är betydligt högre än för elektrod 7 går dock inte att konstatera baserat på mikroskopbilderna. Båda täcker nämligen en liknande yta på CG:n, har en hyfsat grov struktur och har inga större märkbara skillnader från varandra.

Tabell 4.6: Beräknad ECSA för 8 elektroder tillverkade av Ink 4 med 30% amplitud.

$Elektrod$	1	2	3	4	5	6	7	8
$Dispersionsenergi(kWs)$	10	10	20	30	40	50	75	100
$ECSA(m^2/g_{Pt})$	40,1	37,7	36,8	55,6	28,5	57,8	46,7	57,5



Figur 4.7: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje.

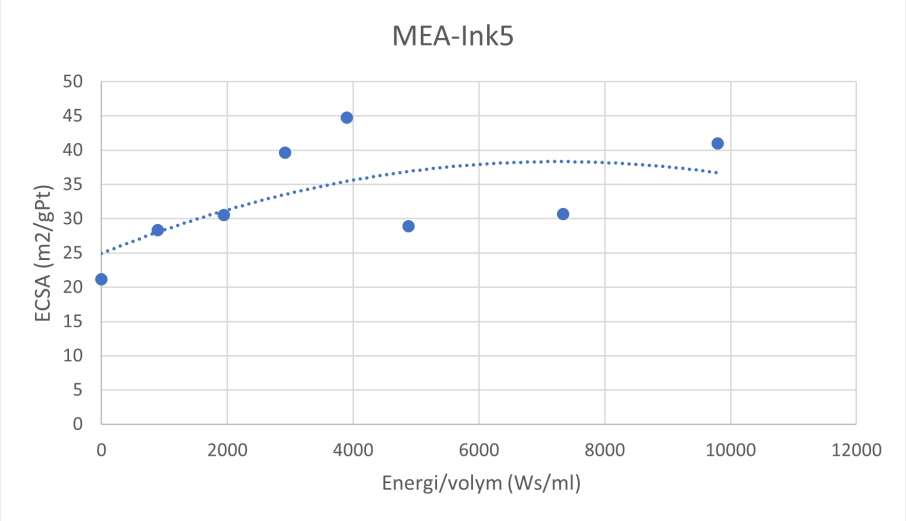
4.3.5 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 5

För MEA Ink 5 var det första gången som vikten av ink-droppen på elektroderna mättes. Detta för att mer korrekt kunna beräkna hur mycket platina som är på elektroden och därmed få ett mer trovärdigt ECSA-värde. Dessa värden går att se i Tabell 4.7 och i Figur 4.8 är de plottade mot dispergeringsenergi per volym ink. Två saker som tydligt utmärker sig i grafen är att elektrod ett, där inket inte hade blivit dispergerat, har betydligt lägre ECSA än resterande elektroder och att resterande elektroder fortfarande är förhållandevis spridda. Detta går bland annat att se på intervallet mellan elektrod 3-6, där ECSA skiljer sig mellan 5,4% och 35%. Den förstnämnda avvikelsen är dock förväntad och visar på hur ett icke-dispergerat ink är inhomogent och att detta leder till en lägre ECSA. Den stora spridningen i resterande elektroder, som dock var något mindre än den för Ink 4, visar att vägning av ink-dropparna ger mer trovärdiga resultat, men att det fortfarande är något i metoden som behöver ändras för att få helt trovärdiga och reproducerbara resultat. Detta är något som först diskuteras i Kapitel 3.2.3.3 och i Kapitel 4.2.4 konstateras ett förslag av en ny metod. Trendlinjen som syns i Figur 4.8 uppvisar dock än indikation till vad som nämns i literatur, nämligen att ECSA bör uppnå en slags platå innan den blir lägre av fortsatt dispergering[9]. Denna indikation kan man alltså se på trendlinjen då den planar ut något vid elektrod 6-7 och böjer sig sedan nedåt. Hade ytterligare dispergering skett och fler elektroder tillverkats hade dessa kunnat följa trendlinjen nedåt mot ett lägre ECSA.

I Kapitel 4.2.1.5 diskuterades det hur de olika beläggningarna av Ink 5 såg ut på elektroderna och hur dessa kan tänkas påverka ECSA:n. Det nämndes bland annat hur den grova strukturen hos elektroderna 4 och 8 troddes ge en högre ECSA och att elektrod 7 uppvisade agglomerering av jonomeren. Teorin om den grövre strukturen visade sig vara delvis korrekt då elektrod 4 och 8, enligt Tabell 4.7, har näst- och tredjehögst ECSA av samtliga elektroder. Den enda elektroden med högre ECSA är elektrod 5 och anledningen till att den har högre ECSA än elektrod 4 tros vara därför att dess beläggning också är grov samtidigt som den upptar en större yta på CG:n, samt att den har en mer definierad yttre ring. Att dess ECSA är högre än för elektrod 8 kan däremot bero på att 8:an uppvisar några agglomereringar av katalysatorpulvret, vilket enligt litteratur och våra tidigare mätningar verkar påverka ECSA:n negativt[9]. Resultaten stärker alltså teorin om att en grövre yta leder till en större kontaktyta för platina-partiklarna. Elektrod 7 som uppvisade agglomerering av både jonomeren och katalysatorpulvret har dock inget avvikande ECSA-värde, vilket skulle kunna bero på att de båda agglomereringarna tar ut varandras påverkan. Alltså att den positiva påverkan på ECSA:n från agglomereringen av jonomeren, som enligt literatur kan innebära en högre ECSA, neutraliseras av den negativa påverkan från agglomereringen av katalysatorpulvret[14].

Tabell 4.7: Beräknad ECSA för 8 elektroder tillverkade av Ink 5 med 30% amplitud.

Elektrod	1	2	3	4	5	6	7	8
$ECSA(m^2/g_Pt)$	21,2	28,4	30,6	39,6	44,7	28,9	30,7	40,9



Figur 4.8: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje.

4.3.6 ECSA på elektroder belagda med Ink 6

Vid tillverkning av ink 6 valdes det att igen testa reproducerbarheten men nu med att väga alla steg och med 60 rengörningscykler. Här tillverkades 5 elektroder från samma dispersion. Värdena som kan ses i Tabell 4.8 är nu också närmare varandra. Det verkar alltså som att de nya åtgärderna fungerar och ger ett mer reproducerbart resultat. I Figur 4.9 illustreras detta och en jämförelse med spridningen från tidigare reproducerbarhetsförsök kan ses i Figur 4.2. Efter detta resultat valdes det därför sedan att alltid köra med 60 rengörningsskanningar vid varje mätning.

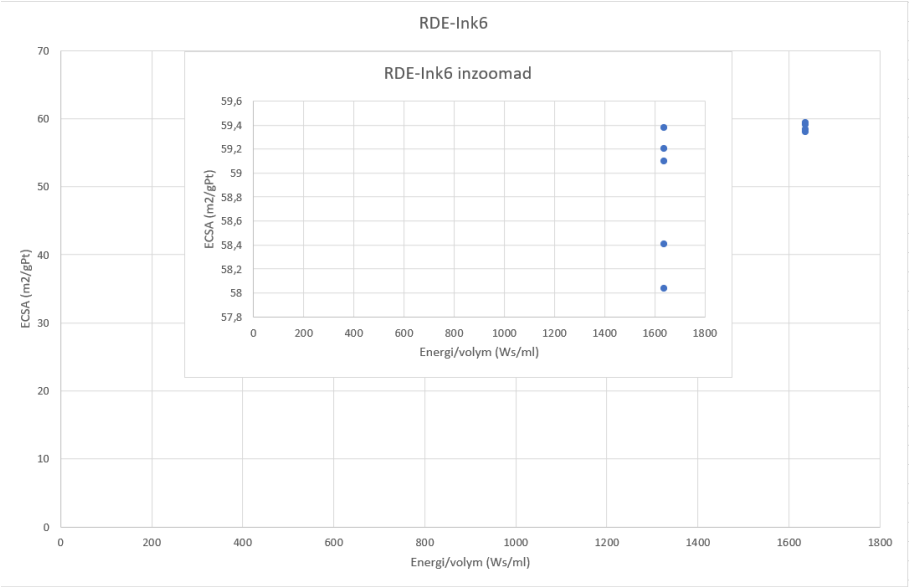
I Bilaga 6 finns bilder på de 5 elektroderna som tillverkats. Ytorna på elektroderna ser liknande ut och det som skiljer dem åt är hur stor del av kolglasytan som täcks. Disk 1-3 täcker inte hela ytan medan 4 och 5 gör det men ECSA för elektroderna är ändå liknande. Detta styrker ytterligare påståendet om att hur stor del av elektroden som täcks inte påverkar ECSA avsevärt mycket.

Tabell 4.8: Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 6 med 30% amplitud.

Elektrod	1	2	3	4	5
$Dispersionsenergi(kWs)$	1,66	1,66	1,66	1,66	1,66
$ECSA(m^2/g_Pt)$	59,4	59,2	59,1	58,0	58,4

4.3.7 ECSA på elektroder belagda med MEA Ink 7

Liknande som för Ink 6 så tillverkades 5 elektroder med Ink 7, vid samma dispergeringsenergi, för att testa reproducerbarheten av den nya metoden. Dock så analyserades ECSA:n endast på tre av elektroderna och detta var på grund av tidsbegränsningar. Resultaten för de tre analyserade elektroderna presenteras i Tabell



Figur 4.9: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink för 5 elektroder efter dispergering i 25 minuter.

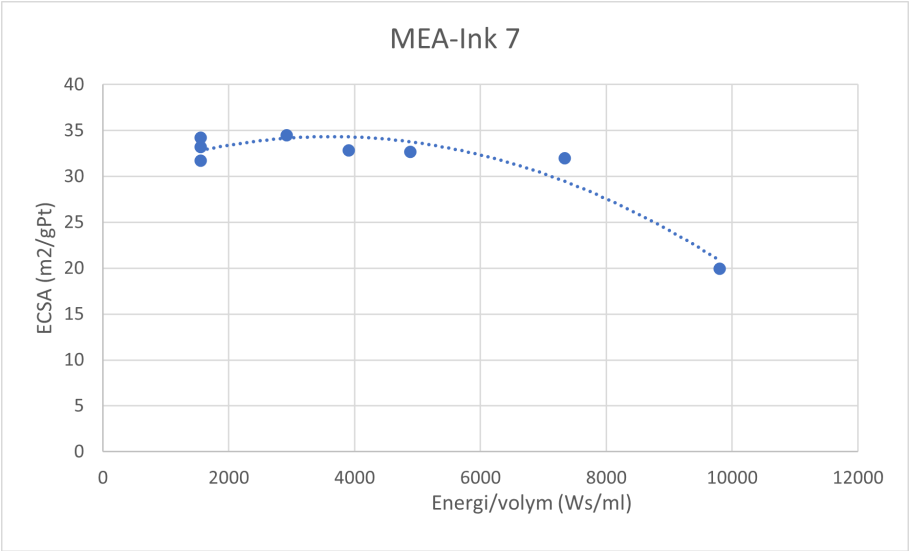
4.9 och går även att se som de tre första punkterna i Figur 4.10. Precis som för Ink 6 så ligger dessa värdena betydligt närmare varandra med en standardavvikelse på 1,26, jämfört med 6,56 för Ink 2 som var gjord enligt den gamla metoden. Detta tyder alltså på att den nya metoden ger reproducerbara resultat oavsett om den används för RDE eller MEA-ink.

Något som sticker ut är dock hur pass lägre ECSA:n för Ink 7 är, jämfört med Ink 6. Den kanske största anledning till detta tros vara på grund av att MEA-inket har fått en betydligt lägre dispergeringsenergi per gram platina i inket, se Figur 4.11. En lägre dispergeringsenergin per gram platina kan innebära att MEA-inket inte är lika väldispergerat som RDE-inket och detta skulle alltså innebära att MEA-inkets ECSA värden bättre jämförs med RDE-värden med låg dispersion, se Figur 4.12. När denna jämförelse görs kommer värdena närmre, men RDE-värdena är fortfarande högre och när en odispergerad MEA och en odispergerad RDE jämförs är skillnaden väldigt stor. Den enda anledningen till varför de odispergerade uppvisar en sådan stor variation tros vara att utspädning av MEA-inket gör att det inte blir lika väldispergerat när inket tillsätts till elektroden.

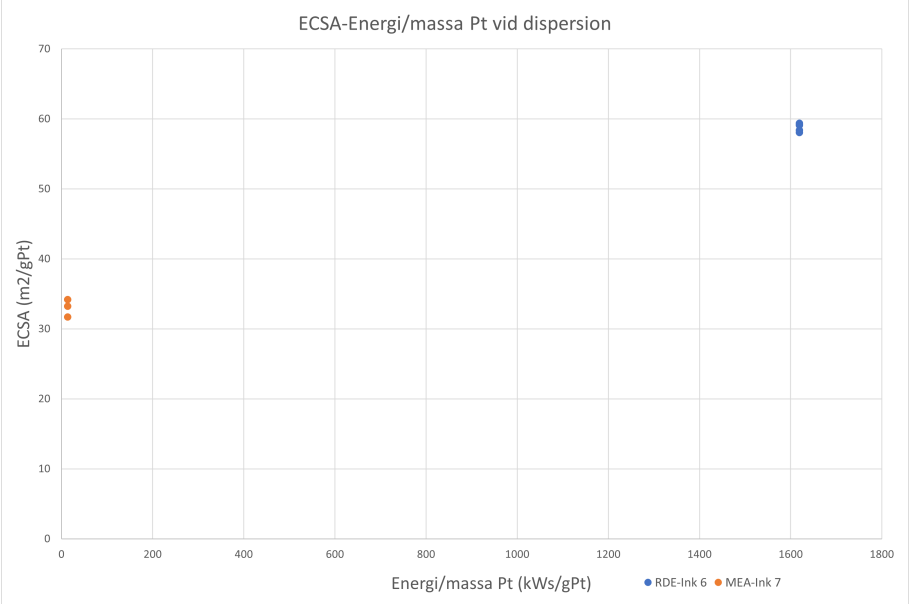
Tabell 4.9: Beräknad ECSA för 3 elektroder tillverkade av Ink 7 med 30% amplitud.

Elektrod	7	8	9
$ECSA(m^2/g_Pt)$	33,2	34,2	31,7

Efter att reproducerbarheten hade undersökts så dispergerades Ink 7 ytterligare och beräknade ECSA för dessa elektroder kan ses i Tabell 4.10. Tanken var att skapa

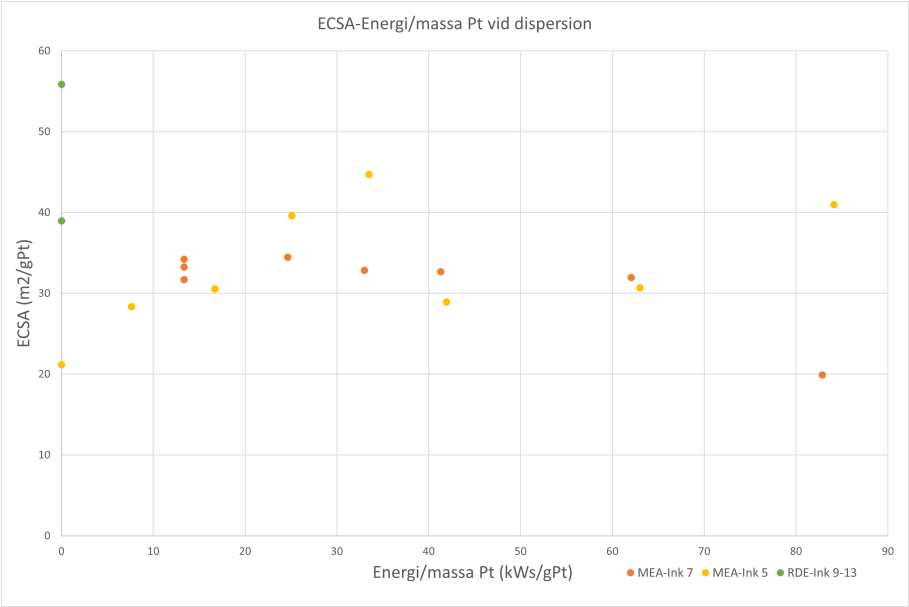


Figur 4.10: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje.



Figur 4.11: Jämförelse av ECSA mot energi per massa Pt vid dispersion, för ett MEA och RDE-ink.

en serie likt de för tidigare MEA-ink, fast med mer trovärdiga resultat med den nya metoden. Resulterande serie ses i Figur 4.10, där de 5 sista punkterna är från de elektroder som tillverkades efter ytterligare dispergering. Vad som är tydligt är att värdena ligger betydligt närmare varandra än för tidigare ink, med endast en avvikelse i den sista punkten. Mikroskopbilden för den sista punkten visar dock att dess beläggning inte varit helt framgångsrik och det bland annat är en del ink utanför GC:n, men också att den har en del skuggiga områden som tidigare inte setts på elektroderna. Detta är den troliga anledningen till att denna elektroden har



Figur 4.12: Jämförelse av ECSA mot energi per massa Pt vid dispersion för två MEA och ett odispergerat RDE-ink.

fått ett såpass lägre ECSA än de andra elektroderna och den har därför inte tagits med i beräkning av standardavvikelsen, som för Ink 7 blev 1,04. Den trendlinje som syns i Figur 4.10 använder sig av den sista punkten, men den visar en likadan trend även utan sista punkten. Detta är bra eftersom det innebär att testet uppvisar en platå som sedan går nedåt vid ökad dispergering, vilket skulle stämma överens med rapporterade resultat från Pollet och Goh[9].

Tabell 4.10: Beräknad ECSA för 5 elektroder tillverkade med Ink 7, efter ytterligare dispergeringar.

Elektrod	1	2	3	4	5
$ECSA(m^2/g_{Pt})$	34,5	32,8	32,7	31,9	19,9

4.3.8 ECSA på elektroder belagda med Ink 8

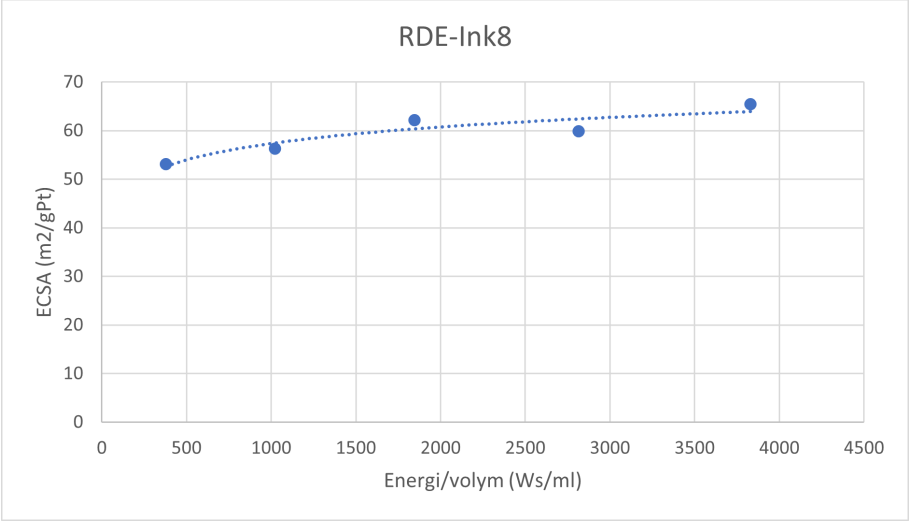
Ink 8 gjordes på samma sätt som ink 1 fast nu med färre punkter för mätningen, med 30% istället för 20% amplitud och med det nya tillvägagångssättet. Nu med mindre spridning i resultaten på grund av att mängden platina på elektroden är mer exakt känd och att analysen körs med 60 rengörningsskannrar. Resultaten visar också att det nu är mindre spridning mellan resultaten vilket kan ses i Figur 4.13. Det är till exempel ingen av datapunkterna som mitt i serien är mycket större eller mycket mindre än de två intilliggande punkterna. Mätserien följer till en början den förväntade ökningen av ECSA och verkar sedan plana ut men sedan uppkommer inte någon minskning i ECSA. Den sista datapunkten förväntades egentligen ligga en bit lägre än de föregående punkterna. Om det antas att den här mätningen är korrekt skulle detta betyda att kolsupport-strukturen ännu är intakt och även att bildandet

av agglomerer inte börjat än. De tillverkade MEA inken i Figur 4.7, 4.8 och 4.10 visar vid ungefär samma energi/volym (ca 4000 Ws/ml) inte heller någon markant nedgång i ECSA. Körningen för RDE Ink 8 kanske inte än nått den punkt där ECSA börjar minska utan fortfarande är kvar i intervallet där inket är väldispergerat. Mätningen borde egentligen körts till en högre energi för att testa om detta är fallet men i brist på tid gjordes detta inte.

Mikroskopbilderna som ses i bilaga 8 visar ingen större skillnad mellan de 5 olika elektroderna. Disk 1 har en del svarta klumpar och dessutom ett ställe där jonomerern medför att filmen blir blåaktig. Den yttre kafferingen är också inte helt jämn med en del sprickor detta borde dock inte påverka ECSA avsevärt mycket. Sedan förekommer det också svarta prickar i några av de andra elektroderna som till exempel disk 3 men inte på en så stor skala så att detta skulle påverka ECSA resultaten mycket. Det är i detta fallet svårt att koppla ihop hur bilderna ser ut till dem faktiska ECSA värdena som erhölls vid mätningarna.

Tabell 4.11: Beräknad ECSA för 5 elektroder tillverkade av Ink 8 med 30% amplitud.

Elektrod	6	7	8	9	10
$Dispersionenergi(kWs)$	0,40	1,08	1,94	2,95	4,01
$ECSA(m^2/g_Pt)$	53,1	56,3	62,1	59,9	65,4



Figur 4.13: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink med trendlinje.

4.3.9 ECSA på elektroder belagda med Ink 9-13

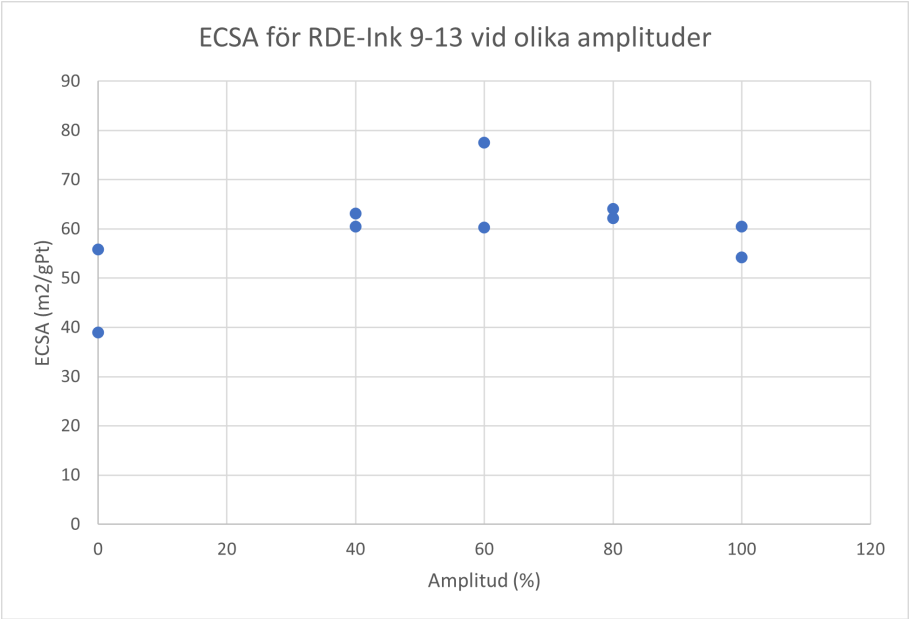
För Ink 9-13 tillverkades två elektroder av varje ink och varje ink dispergerades till samma dispergeringsenergi, men vid olika amplituder. Undantag till detta är Ink

9 som inte dispergerades överhuvudtaget. De olika amplituderna som användes var 40% för Ink 10, 60% för Ink 11, 80% för Ink 12 och 100% för Ink 13 och resulterande ECSA kan ses i Tabell 4.12 och Figur 4.14. Anledningen till att dessa amplituder användes var för att resulterande ECSA vid amplituder under 40% hade redan analyserats för ett flertal prover. Det var därför av intresse att se hur en dispergering till samma energi som för Ink 6, men med betydligt högre amplituder skulle påverka ECSA:n. Enligt literatur kan nämligen en högre kraft, alltså amplitud, leda till högre ECSA tills en viss tröskel nås. Efter denna tröskel kommer högre kraft vid dispergering leda till en lägre ECSA, samt att det kan leda till nedbrytning av katalysator-kolsupportstrukturen[9].

I Figur 4.14 blir några avvikelser tydligt synliggjorda. Det är en större spridning i ECSA för punkterna vid 3 olika amplituder, ECSA vid ingen dispergering ligger i ett intervall som är lägre än för dispergerade ink, samt att bortsett från den övre punkten för 60% amplitud så verkar en platå uppnås mellan 40-80% amplitud. Den stora spridningen kan, för inket med ingen dispergering förklaras med att inket inte är tillräckligt homogent och katalysatorpulvret är inte löst i blandningen. Detta leder till att mängden katalysator som tillsätts till elektroderna kan skilja sig avsevärt emellan varje elektrod och det är också inhomogeniteten som orsakar den låga ECSA:n. Spridningen för de två punkterna vid 60% förklaras av att den övre punktens mikroskopbild visade en förhållandevis stor mängd agglomerering av katalysatorpulvret. Denna typ av agglomerering har vid tidigare analyser visats påverka ECSA:n och ibland ganska kraftigt. Vad som är avvikande för just denna elektroden är att agglomerering har, i motsatt till tidigare fall, ökat ECSA:n. Anledningen till detta tros vara för att elektroden är jämförelsevis mörkare än de andra och att detta kan vara en indikation till att det finns mer katalysatorpulver i beläggningen vilket skulle kunna leda till högre ECSA. Den sista spridningen, vid 100% amplitud är inte lika stor som de tidigare spridningarna, men anledningen är samma som för 60%. Detta eftersom elektrod 9 också uppvisar en stor mängd agglomerering av katalysatorpulvret. Om dessa avvikelser bortses ifrån uppvisar testet en trend som stämmer hyfsat överens med resultat rapporterade av Pollet och Goh då ECSA uppnår en platå vid 40-80% amplitud och går nedåt vid en högre kraft på 100% amplitud[9]. Vad Figur 4.14 också visar är att en tillräckligt hög kraft för total nedbrytning av strukturen och adhesionen mellan katalysatorn och kolsupporten inte har uppnåtts. Detta eftersom ingen substantiell minskning av ECSA har uppvisats vid ökande amplitud.

Tabell 4.12: Beräknad ECSA för 10 elektroder tillverkade med Ink 9-13.

Ink	Ink 9	Ink 9	Ink 10	Ink 10	Ink 11	Ink 11	Ink 12	Ink 12	Ink 13	Ink 13
Elektrod	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Amplitud	0%	0%	40%	40%	60%	60%	80%	80%	100%	100%
$ECSA(m^2/g_Pt)$	38,9	55,9	63,1	60,5	77,6	60,3	64,1	62,1	60,5	54,2



Figur 4.14: Graf av ECSA mot amplitud vid dispergering.

4.3.10 ECSA på elektroder belagda med Ink 14

Ink 14 tillverkades därför att beläggningen av den odispergerade Ink 9 blev misslyckad och dess resulterande ECSA hade en avsevärd spridning. Anledningen till att beläggningen misslyckades var för att rotering och skakning av vialen inte var tillräckligt för att katalysatorpulvret skulle blanda sig. Det bestämdes därför att Ink 14 skulle dispergeras i med minimal amplitud och tid, vilket var 20% och 10 sekunder, för att kunna få en tillräckligt homogen blandning för beläggning på elektroderna. Denna gången var beläggningen framgångsrik, vilket visar att 10 sekunder var tillräckligt med blandning, och resulterande ECSA går att se i Tabell 4.13. Även om den är mindre så visar Ink 14 en stor spridning i ECSA med en standardavvikelse på 6,1 jämfört med 11,9 för Ink 9. Den stora spridningen beror på troligen både på att beläggningarna har olika mängd platina, samt att även om båda uppvisar många agglomereringar så har den andra elektroden fler och större. 10 sekunders dispergering var alltså tillräckligt för att få en beläggningen av inket, men inte tillräckligt för att få ett homogent ink.

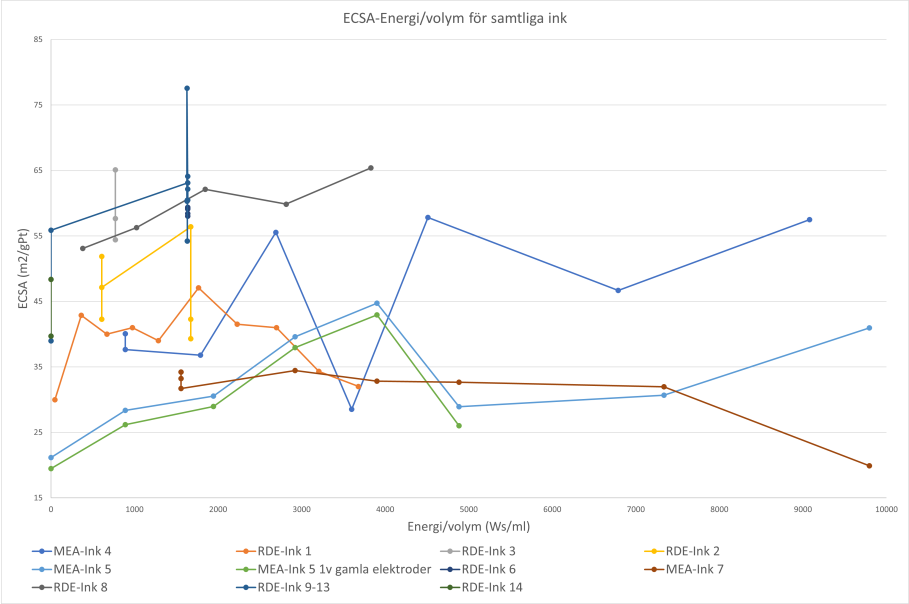
Tabell 4.13: Beräknad ECSA för 2 elektroder tillverkade av Ink 14 med minimal dispersionsenergi.

Elektrod	1	2
$ECSA(m^2/g_{Pt})$	39,7	48,4

4.4 Övergripande diskussion om ECSA resultat

I Kapitel 4.3.7 togs det upp att elektroderna tillverkade med MEA Ink 7 har betydligt lägre ECSA än de med RDE Ink 6. Detta är intressant att ta upp igen eftersom, som kan ses i Figur 4.15, det visar sig att över alla tillverkade elektroder har de som är belagda med RDE-ink generellt högre ECSA än de med MEA och det blir naturligtvis av intresse att veta varför RDE-inket ger högre ECSA. Tidigare diskuterades det, baserat på Figur 4.11, hur den högre energin per massa platina för RDE-inket kan vara en bidragande faktor till dess högre ECSA. Detta då det är katalysatorn som undersöks och ett mer väldispergerat ink med avseende på katalysatorpulvret borde därför leda till högre ECSA.

Av totalt 14 ink och 74 tillverkade elektroder var det elektrod nummer 67, belagd med Ink 11 och dispergerad i 18 minuter med 60% amplitud och 6300 Ws, som gav högst ECSA på 77,6 m^2/g_{Pt}.



Figur 4.15: Graf av ECSA mot dispersionsenergi per volym ink, för samtliga tillverkade elektroder.

5

Slutsats

5.1 Metodutveckling

Till en början var inte meningen med detta arbetet att göra någon metodutveckling. Utveckling av metoden som användes blev nödvändigt när det upptäcktes att den nuvarande metoden inte fungerade tillräckligt bra. Det största problemet med metoden i början var att den inte gav tillräckligt reproducerbara resultat. För att på ett säkert sätt kunna testa att mäta ECSA för olika parametrar såsom tid och amplitud blev det nödvändigt att ändra processen. Ändringarna som gjorts från tillverkning av de första elektroderna omfattar i stort sett hela processen från tillverkning av inket till beläggning av elektroderna och mätning av ECSA i RDE testen. När metoderna sedan jämförts och testats för sin reproducerbarhet har den mer utvecklade metoden visat sig ge mer reproducerbara resultat. Detta illustreras i resultatdelen i Figur 4.2 med tillhörande förklarande text. Utvecklingen av metoden gav önskad effekt och det blev sedan möjligt att vidare testa parametrar för dispersion av katalysatorink med större säkerhet.

Vid tillverkning av elektroder med ink 1-4 vägdes inte det som togs upp med automatpipetterna. Istället antogs det att volymen som togs upp var i närheten av den volym som ställts in och att möjliga avvikelser var försumbara. Efter vidare eftersökning upptäcktes det att så inte var fallet utan att mängden vätska som togs upp kunde variera betydande. Detta speciellt hos de viskösa vätskorna som användes såsom det tjockare MEA inket och jonomeren nafion. Felet blev också markant vid beläggning av elektroderna där en liten volym ink ($8{,}6\mu l$) lades på elektroden. Genom att väga alla tillsatta volymer och med hjälp av deras densitet sedan beräkna en faktisk volym kunde mer exakta värden erhållas. Under vägningen och tillverkning av elektroderna upptäcktes det också att skillnaden mellan olika uppmätningar av samma storlek kunde vara stor. Detta ledde bland annat till att några av de spädda MEA ink lösningarna gjordes om eftersom de fick en för stor koncentration katalysator. Vid de tidigare mätningarna utan kontrollerande vägning är det alltså möjligt att mängden platina på varje elektrod varierar.

Även RDE-proceduren har ändrats och undersökts under arbetets gång. Detta innebär för det mesta att inställningarna i programmet Nova som använts vid körningarna ändrats. Under arbetets gång har två olika program använts. Ett med 20 rengörningsskanningar som körs 3 gånger och ett med 60 rengörningsskanningar som körs 2 gånger. Dessutom har det experimenterats med inställningar såsom in-

tegrationsgränser och dragning av baslinje. De 10 olika elektroderna har dessutom studerats för att se om det finns ett samband för specifika elektroder men inget samband har hittats och det antas att de individuella elektroderna inte har någon betydande effekt på mätningarna.

Antalet rengörningsskanningar ändrades under arbetets gång som tidigare nämnts från 20 till 60 gånger. Något som upptäckts under arbetet är att ECSA ökar för fler rengörningskanningar. Rengörningen tar dock tid och eftersom det är ett stort antal elektroder som ska mätas ska mätningarna helst inte ta för lång tid. ECSA kommer inte öka för evigt med antalet rengörningskannar utan skillnaden borde plana ut efter att ett antal gjorts. Skillnaden var störst i början för att sedan bli mindre ju fler skanningar som görs. Därför var det viktigt att hitta en metod där ESCA på en kortare tid kom till en punkt där ytterligare körningar inte påverkade det slutliga värdet mycket. Den första metoden gjorde totalt 60 skanningar i 3 omgångar och tog ungefär 45 minuter att genomföra. Medan den nya metoden gjorde totalt 120 skanningar i 2 omgångar och tog ungefär 60 minuter. Fördelen som upptäcktes med 120 gånger skanning var att resultaten vid reproducerbarhetstest blev mindre spridda.

Det undersöktes också om RDE-analysen påverkade filmen och därigenom resultatet. Detta bland annat genom att köra samma elektrod flera gånger och att dessutom ta bilder i mikroskop. Vilket gjordes både före och efter elektroden hade genomgått ett test. Inga stora skillnader upptäcktes sedan när elektroderna studerades.

5.2 ECSA

Under arbetet har det framgått att mikroskopbilderna tagna på samtliga tillverkade elektroder inte är en självklar representation av hur högt eller lågt ECSA värde beläggningen kommer att få. I många fall så kunde antagningarna av beläggningens ECSA, baserat på bilderna, konstateras vara korrekta, men i nästan lika många fall var antagningarna felaktiga eller inte helt korrekta. Det föreslås därför att mikroskopbilderna endast bör användas för att säkerställa att beläggningarna var framgångsrika och som en indikation för tänkbart ECSA värde.

Det har också framgått att RDE-ink ger högre ECSA än MEA-ink, där högst ECSA på 77,6 m^2/g_{Pt} nåddes för RDE Ink 11 efter att det dispergerats med 60% amplitud och 6300 Ws. Det har också blivit tydligt att den nya framtagna metoden ger acceptabla och reproducerbara resultat. De förväntade trenderna vid ökad dispergeringsenergi och amplitud som har diskuterats är dock något som inte kan bekräftas efter detta arbetet. Resultaten indikerar på att dessa teorietiska trender kan stämma, men ytterligare körning skulle behövas för att bekräfta att så är fallet. Det enda som kan bekräftas gällande dessa trender är att oavsett ink så krävs det dispergering för att få en homogen blandning, samt att det räcker med en lägre dispergeringsenergi för att få reproducerbara resultat.

5.3 Rekommendationer för fortsatt arbete

Baserat på slutsatserna dragna från det här arbetet så framstår det klart att mer arbete krävs för att få en bättre förståelse kring dispersionens påverkan på beläggningen och dess ECSA. För att öka denna förståelsen rekommenderas det att med den nya metoden utföra ytterligare tester med varierande dispersionsenergier och amplituder. Förslag på sådan tester är att dispergera inket med 30% amplitud i upp till 2 timmar, samtidigt som delvolymer tas ut under dispersionstiden. Detta test skulle vara för att för se om en liknande trend som för Ink 1 kan åstadkommas, men nu med mer trovärdiga resultat. Ett annat test kan vara att tillverka ett MEA-ink och dispergera detta till liknande energi per massa Pt som för RDE-Ink 6. Detta för att testa antagandet att den lägre dispersionsenergin per massa Pt var en anledning till att MEA-inken generellt gav lägre ECSA än RDE-inken. Något som också hade varit intressant att fortsätta undersöka på är de olika amplituderna som testades för ink 10-12, alltså 40, 60 och 80%. Som nämnts i arbetet så uppvisade dessa något av en platå och det hade därför varit intressant att göra en liknande serie som för Ink 1, fast med dessa amplituder. På så sätt kan det undersökas om den uppvisade platån också gäller vid andra dispersionsenergier eller om det bara var en tillfällighet. Detta är av intresse då en högre amplitud innebär kortare dispersionstid och om liknande ECSA ges oberoende av amplitud, över detta intervallet, blir självklart den högre amplituden fördelaktig att använda.

Litteraturförteckning

[1] Barbir F. PEM fuel cells, theory and practice [Internet]. 2:a upplagan. USA: Elsevier; 2013. [2022-03-23]. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/book/9780123877109/pem-fuel-cells#book-description

[2] Takahashi I, Kocha S. Examination of the activity and durability of PEMFC catalysts in liquid electrolytes [Internet]. Utgivningsort HITTA INTE: Elsevier; 2010. Journal of Power Sources 195; 6312-6322. [2022-03-23]. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0378775310006877

[3] Bapat S, Giehl C, Kohsakowski S, Peinecke V, Schäffler M, Segets D. On the state and stability of fuel cell catalyst inks [Internet]. Utgivningsort HITTA INTE: Elsevier; 2021. Advanced Powder Technology 32; 3845-3859. [2022-03-23]. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921883121004040?via%3Dihub

[4] Gasteiger H, Kocha S, Sompalli B, Wagner F. Activity benchmarks and requirements for Pt, Pt-alloy, and non-Pt oxygen reduction catalysts for PEMFCs [Internet]. Honeoye Falls, USA: Elsevier; 2004. Applied Catalysis B: Environmental 56; 9-35. [2022-03-23]. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926337304004941

[5] Litster S, McLean G. PEM fuel cell electrodes [Internet]. Angstrom Power Inc., 106 980 W. 1st-St, North Vancouver, BC, Canada V7P 3N4: Journal of Power Sources 130 (2004) 61–76. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0378775304000631

[6] Nikiforov A, Hämtad från: https://www.researchgate.net/figure/The-idealised-structure-of-carbon-supported-platinum-catalyst-for-PEMFC-15_fig19_281269425

[7] Hou J, Yang M, Ke C, Wei G, Priest C, Qiao Z, Wu G, Zhang J. Platinum-group-metalcatalystsforprotonexchangemembranefuelcells:Fromcatalystdesigntoelectrodestructureopti [Internet]. School of Mechanical Engineering, Institute of Fuel Cells, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China: EnergyChem 2019. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2589778019300260

[8] Majlan E.H, Rohendi D, Daud W.R.W, Husaini T, Haque M.A. Electrode for proton exchange membrane fuel cells: A review [Internet]. Fuel Cell Institute, Universiti Kebangsaan Malaysia, UKM, 43600 Bangi, Selangor, Malaysia: Renewable and Sustainable Energy Reviews 89 (2018) 117–134. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032118300935

[9] Pollet B, Goh J. The importance of ultrasonic parameters in the preperation of fuel cell catalyst inks [Internet]. Kapstaden, Sydafrika: Elsevier; 2013. Electrochimica Acta 128; s.292-s.303. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0013468613019658

[10] Kabza A. Fuel Cell Formulary[Internet]. Tyskland: www.kabza.de; 2016. Hämtad från:http://www.kabza.de/

[11] Zamel N. The catalyst layer and its dimensionalitye - A look into its ingredientsand how to characterize their effects [Internet]. Fraunhofer Institute for Solar Energy Systems ISE, Freiburg, Germany: Journal of Power Sources 309 (2016) 141-159. Hämtad från: https://www.researchgate.net/publication/293196631_The_catalyst_layer_and_its_dimensionality_-_A_look_into_its_ingredients_and_how_to_characterize_their_effects

[12] Taylor R. Garrick, Thomas E. Moylan, Micheal K. Carpenter, Anusorn Kongkanand. Electrochemically Active Surface Area Measurment of Aged Pt Alloy Catalysts in PEM Fuel Cells by CO Stripping [Internet]. Pontiac, Michigan, USA: Depratment if Chemical Engineering, University of South Carolina, Columbia, USA: Journal of The Electrochemical Society 2017 164 (2) F55-F59. Hämtad från: https://www.researchgate.net/publication/311621591_Editors'_Choice-Electrochemically_Active_Surface_Area_Measurement_of_Aged_Pt_Alloy_Catalysts_in_PEM_Fuel_Cells_by_CO_Stripping

[13] Chunyu D, Qiang T, Geping Y, Jiujun Z. Rotating Electrode Methods and Oxygen Reduction Electrocatalysts [Internet]. Harbin, China: Elsevier; 2014. 5, Rotating Disc Electrode Method; s.171-s.198. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780444632784000057

[14] Chen Y, Zhong Q, Li G, Tian t, Tan J, Pan m. Electrochemical study of temperature and Nafion effects on interface property for oxygen reduction reaction [Internet]. Wuhan, Kina: Springer; 2018. Ionics(2018) 24; s.3905-s.3914. Hämtad från: https://link.springer.com/article/10.1007/s11581-018-2533-3

[15] Göransson G. Electrocatalytic Activity of Ni Hydroxides with Zn or Co in the Ni Matrix [doktorsavhandling tryckt form]. Göteborg: Chalmers Reproservice; 2014 [2022-03-24]. Hämtad från: http://hdl.handle.net/2077/34697

[16] Kocha S, Shinozaki K, Zack J, Myers D, Kariuki, N Nowicki T, Stamenkovic V, Kang Y, Li D, Papageorgopoulos. Best Practices and Testing Protocols for Benchmarking ORRActivities of Fuel Cell Electrocatalysts Using RotatingDisk Electrode [Internet]. Electrochemical Characterization Laboratory, National RenewableEnergy Laboratory, Golden, CO 80401, USA: DOI 10.1007/s12678-017-0378-6. Hämtad från: https://link.springer.com/article/10.1007/s12678-017-0378-6

[17] Garsany Y, Singer I, Swider-Lyons K. Impact of film drying procedures on RDE characterization of Pt/VC electrocatalysts [Internet]. Springfield, United States: Elsevier; 2011. Journal of Electroanalytical Chemistry 662, 2; s.396-s.403. Hämtad från: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1572665711004693

[18] Wang M, Hyung Park J, Kabir S, Neyerlin K. C, Kariuki N, Haifeng Lv, Stamenkovic V, Myers D, Ulsh M, Mauger S. Impact of Catalyst Ink Dis-

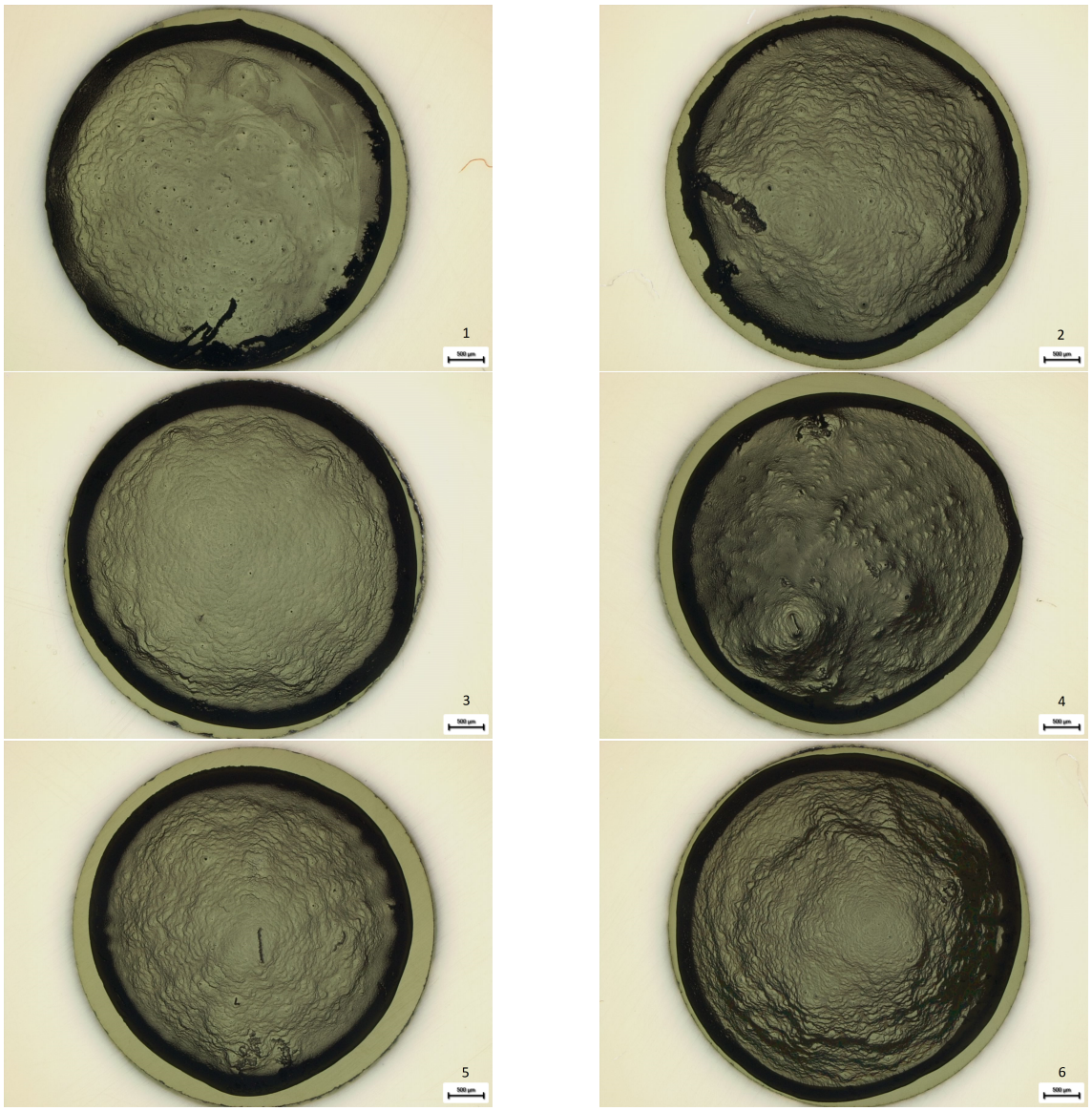
persing Methodology on Fuel CellPerformance Using in-Situ X-ray Scattering [Internet]. Chemical Sciences and Engineering Division and§Materials Science Divisions, Argonne National Laboratory, Argonne, Illinois60439, United States: ACS Applied Energy Materials 2019, 2, 6417-6427. Hämtad från: https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsaem.9b01037

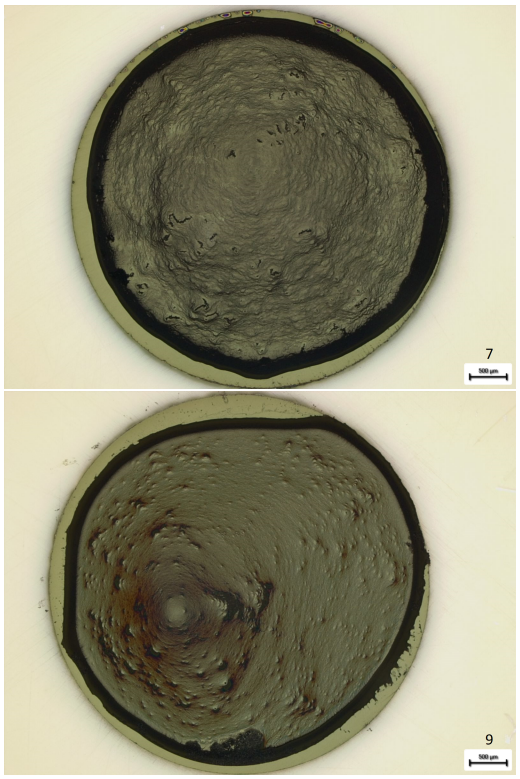
[19] BIOBASE Group. Roller Mixer [Internet]. Kina; BIOBASE 2022 [Citerad 26/4-2022]. Hämtad från: https://www.biobase.com/product/biobase-mx-t6-s-mx-t6-pro-laboratory-roller-mixer-mixing-blood-samples-mixers

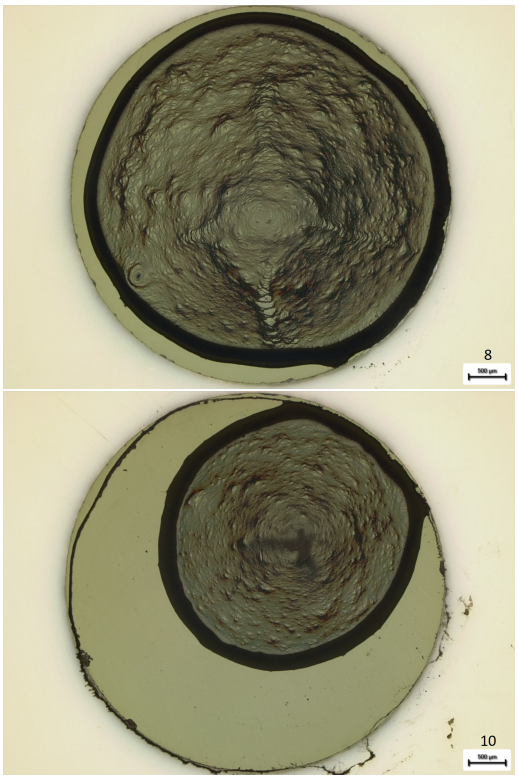
Bilagor

Bilaga 1

Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 1.




7
500 µm

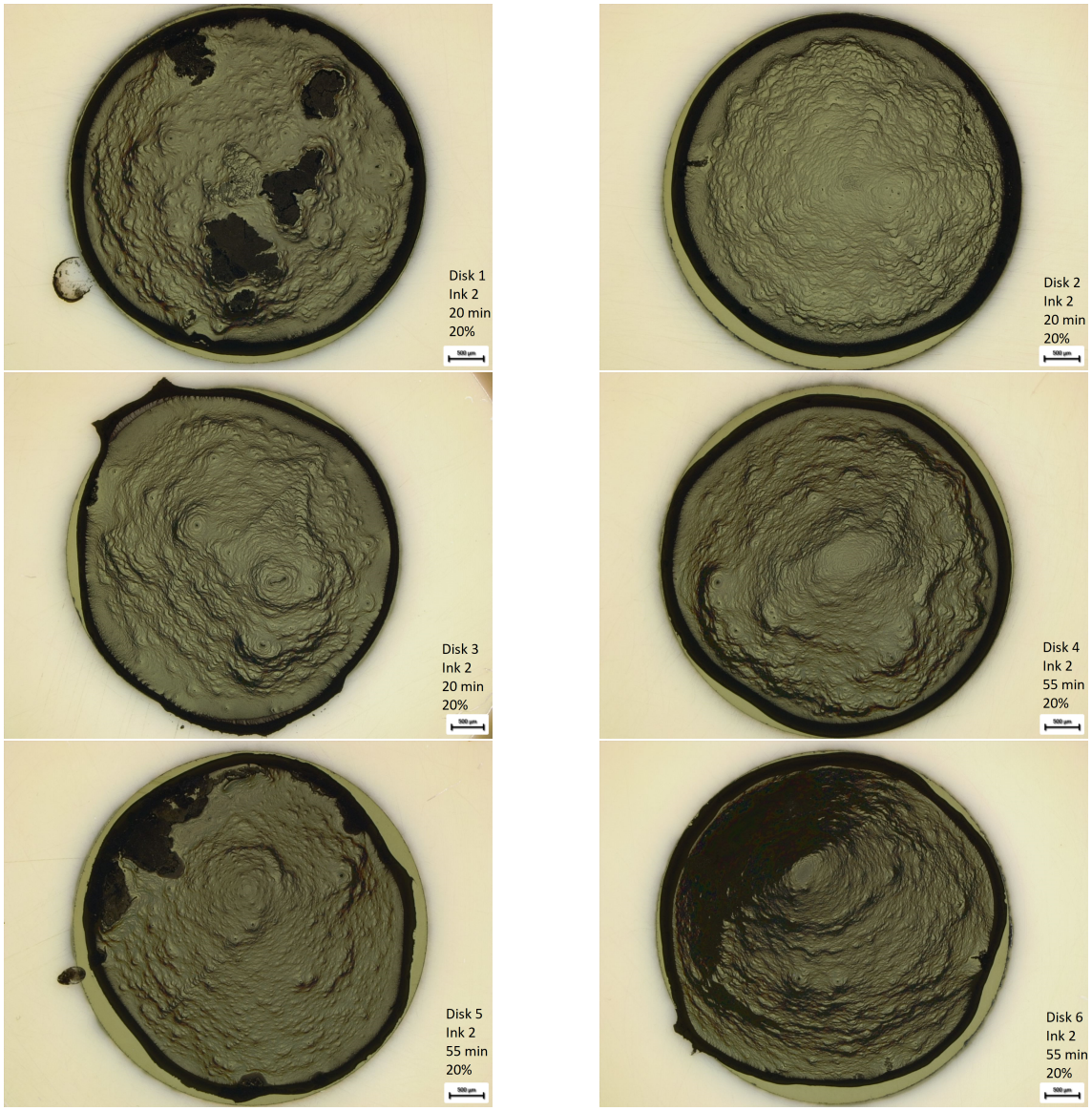

8
500 µm

9
500 µm

10
500 µm

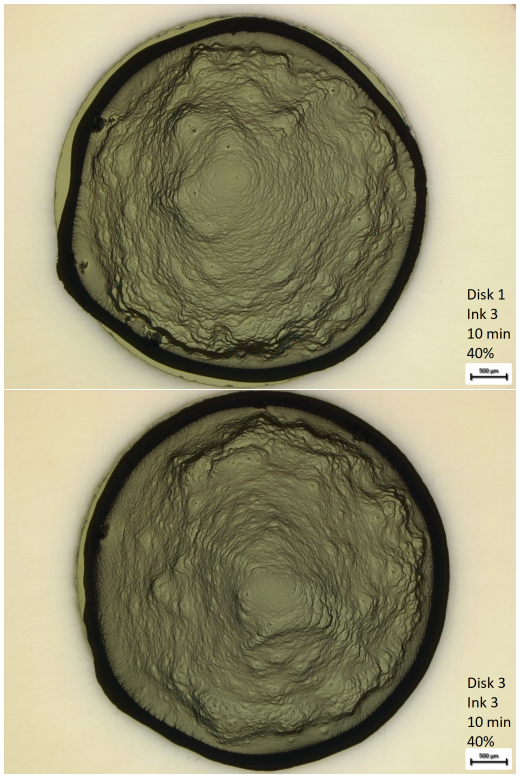
Bilaga 2

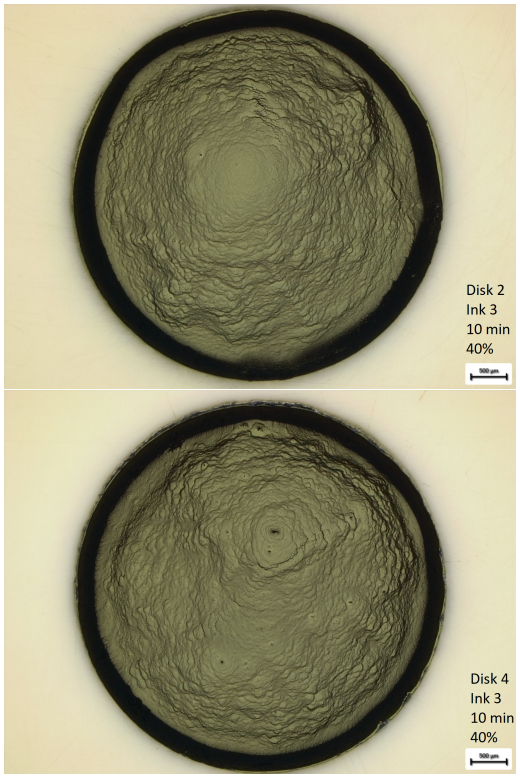
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 2 med 20% amplitud.



Bilaga 3

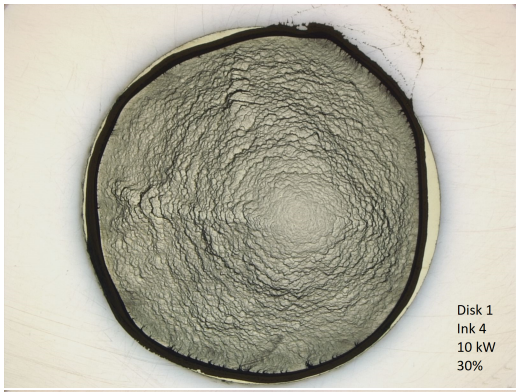
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 3 med 40% amplitud.

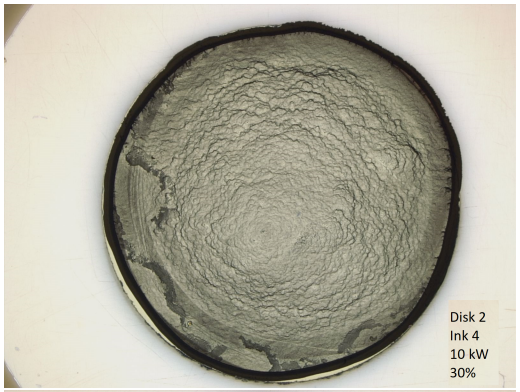


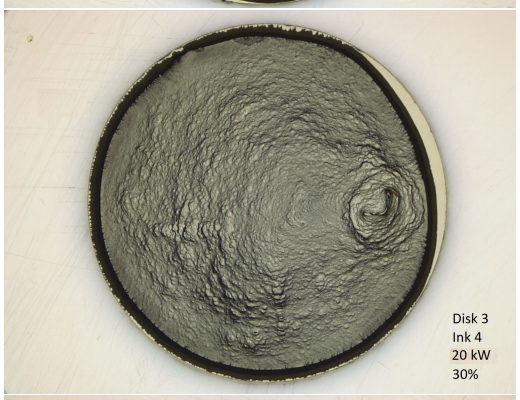


Bilaga 4

Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 4 med 30% amplitud.

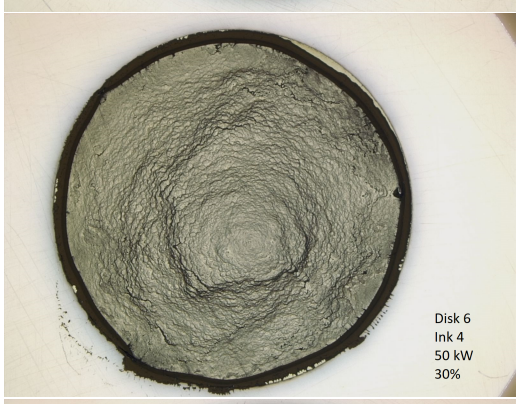


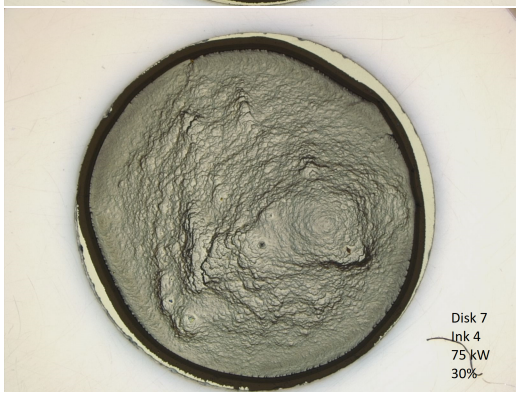


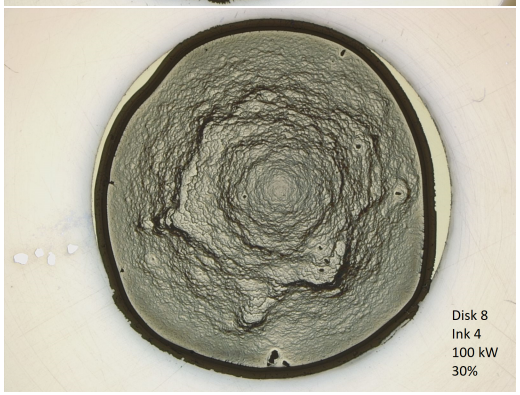






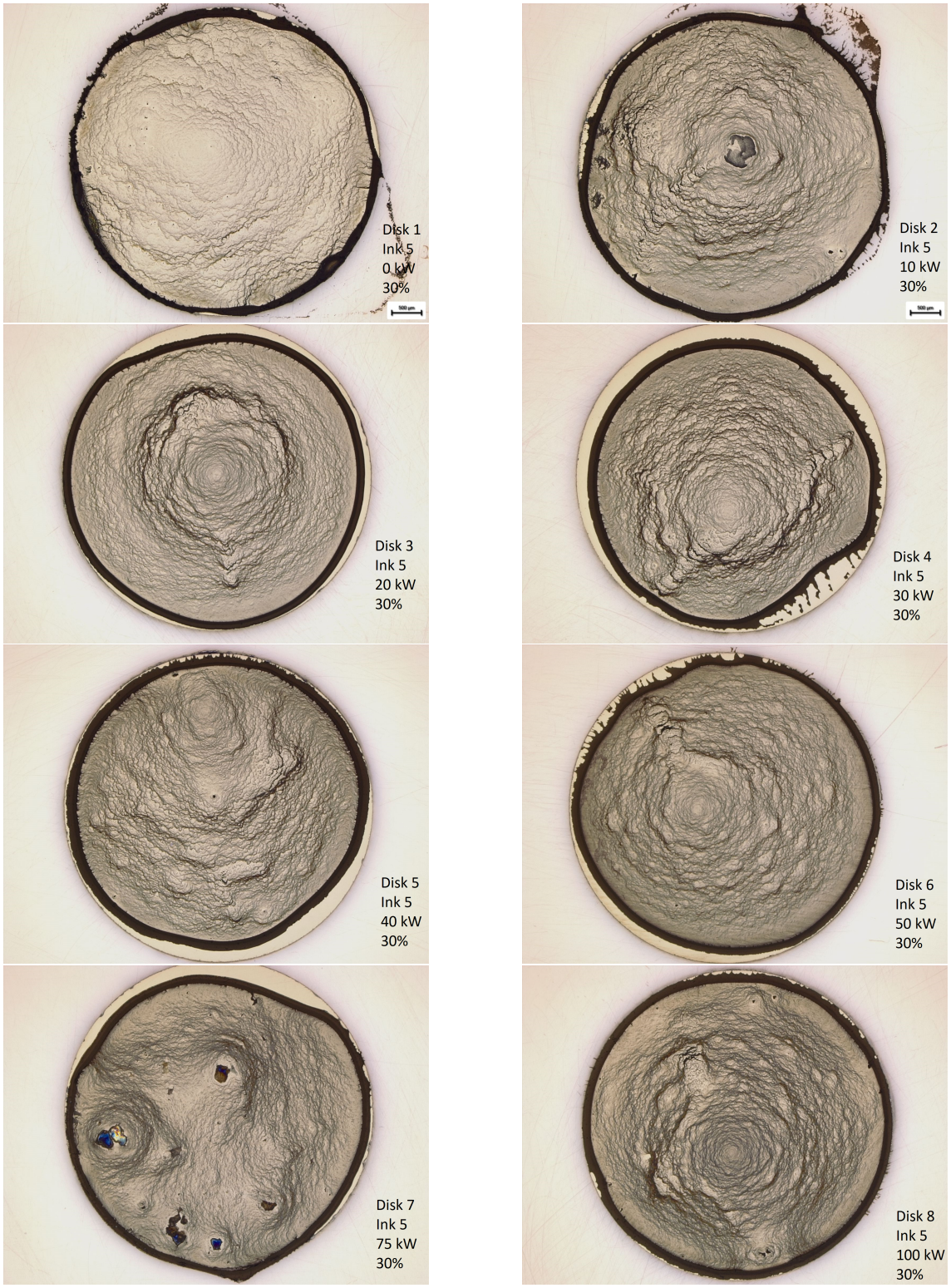






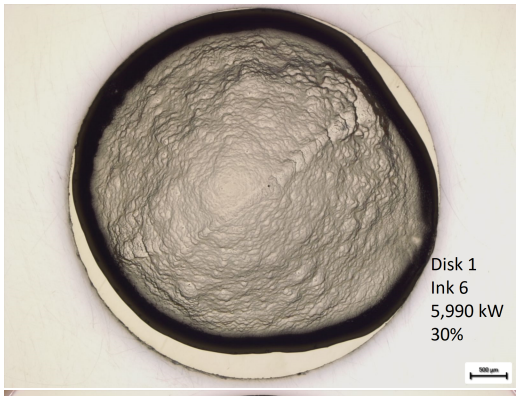
Bilaga 5

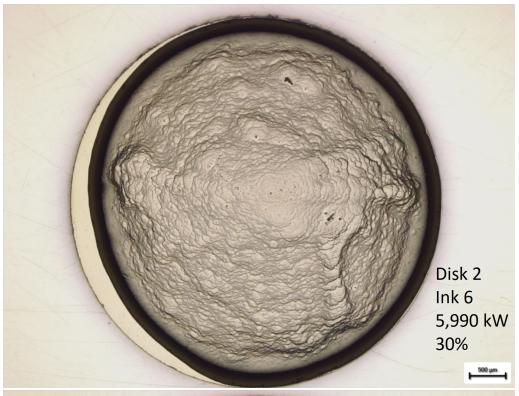
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 5 med 30% amplitud.

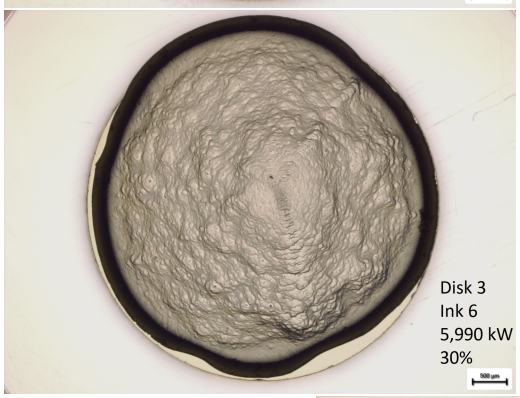


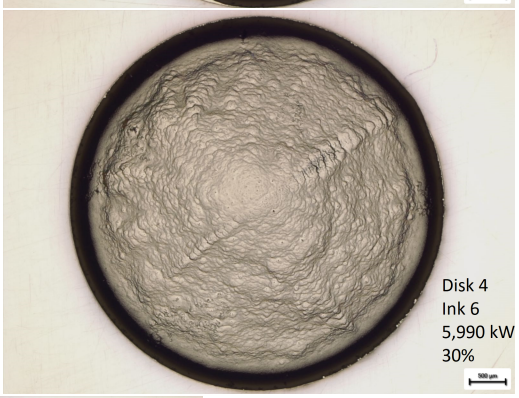
Bilaga 6

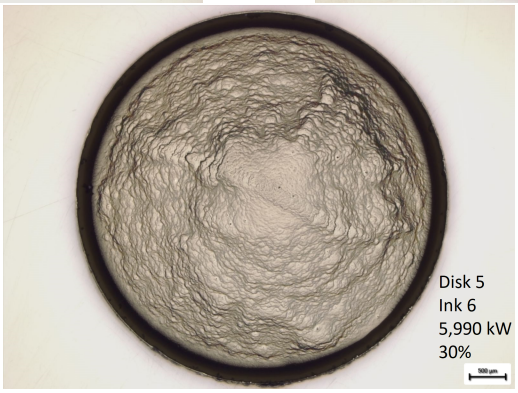
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 6 med 30% amplitud.





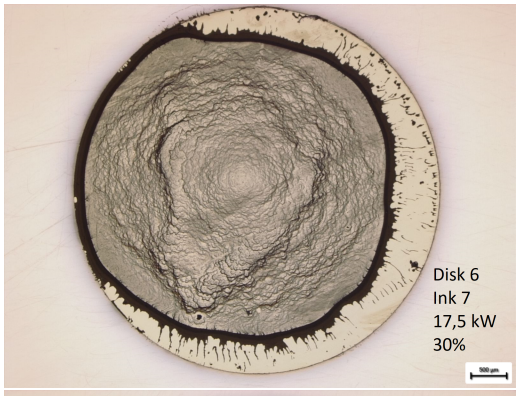


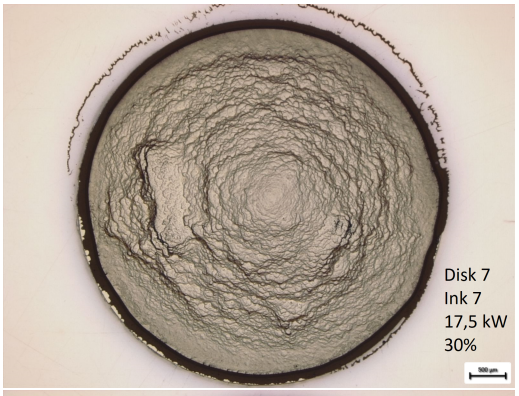




Bilaga 7

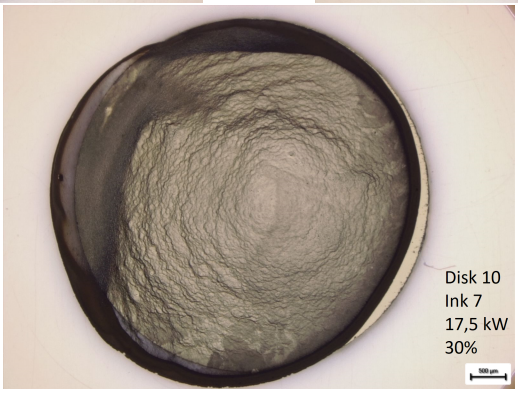
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 7 med 30% amplitud.





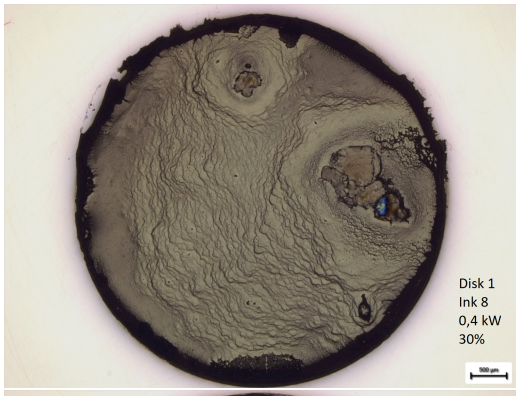


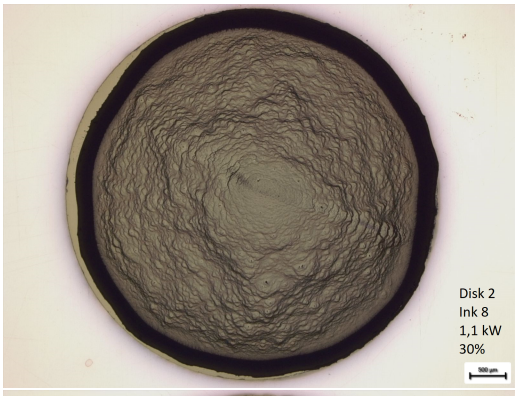


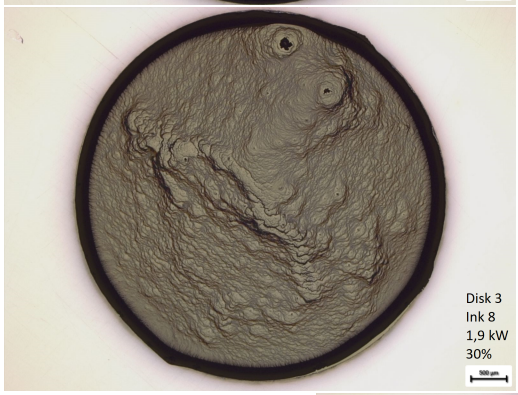


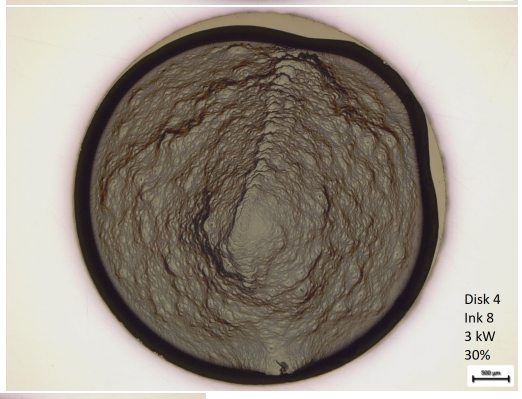
Bilaga 8

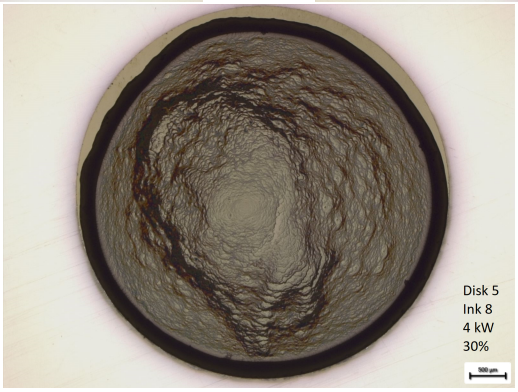
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 8 med 30% amplitud.





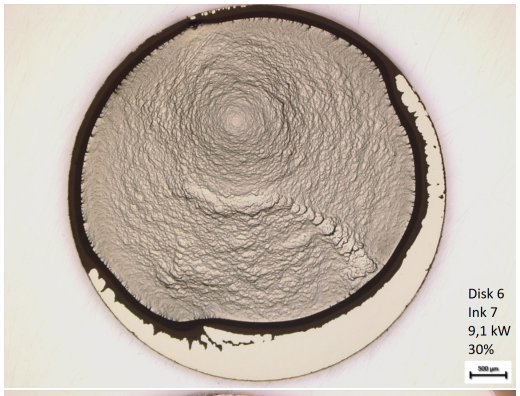


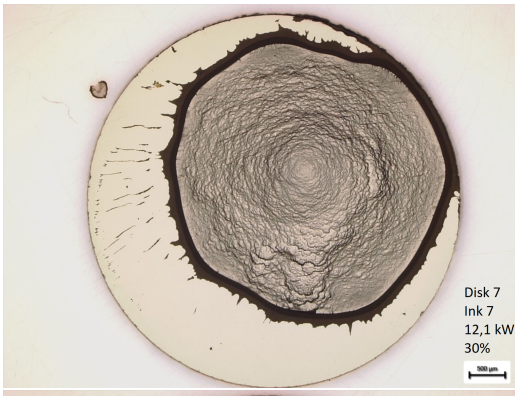




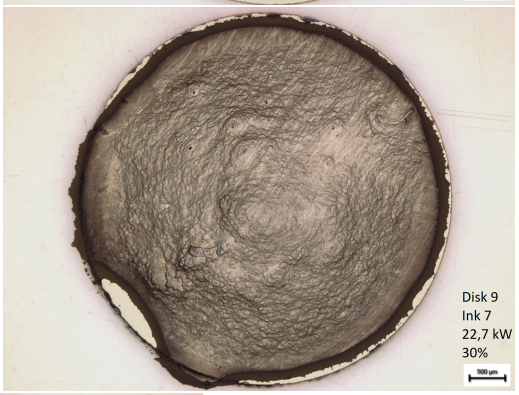
Bilaga 9

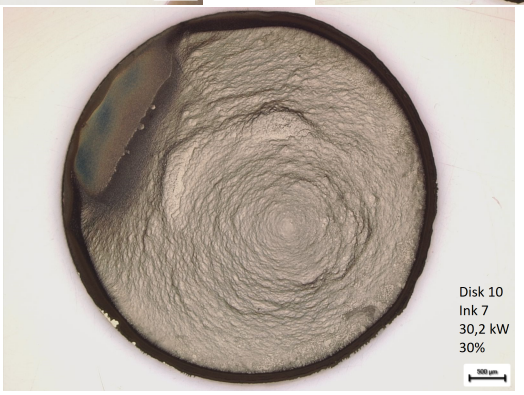
Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 7 med 30% amplitud.





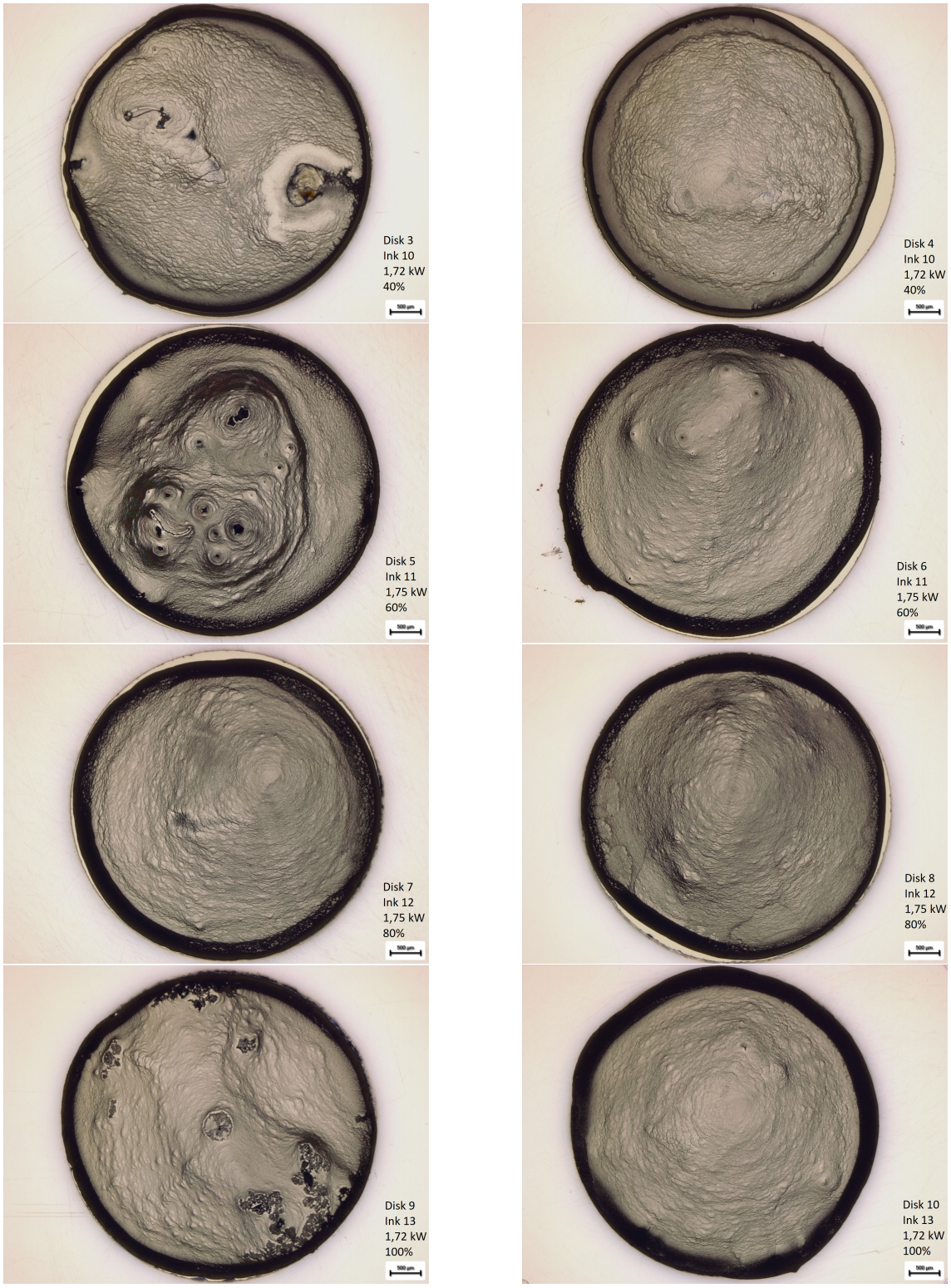






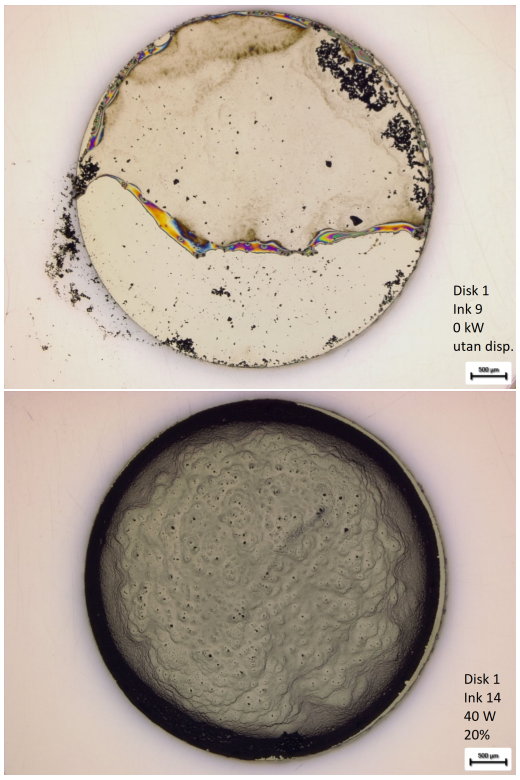
Bilaga 10

Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 10-13 med 40-100% amplitud.



Bilaga 11

Mikroskopbilder av RDE-elektroder tillverkade av ink 9 med mekanisk omrörning och 14 med 20% amplitud i 10 sekunder.



Instutitionen för kemi och kemiteknik
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige
www.chalmers.se



CHALMERS