

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS



 $\bigcirc$  Número de publicación:  $2\ 372\ 755$ 

21) Número de solicitud: 201031024

(51) Int. Cl.:

**H01M 8/10** (2006.01) **H01M 8/02** (2006.01) **H01M 2/16** (2006.01)

② SOLICITUD DE PATENTE

Α1

- 22 Fecha de presentación: 02.07.2010
- 43) Fecha de publicación de la solicitud: 26.01.2012
- 43 Fecha de publicación del folleto de la solicitud: 26.01.2012

- Solicitante/s: Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC) c/ Serrano, 117 28006 Madrid, ES
- (72) Inventor/es: Esquivel Bojorquez, Juan Pablo; Sabaté Vizcarra, María de les Neus; Santander Vallejo, Joaquín; Torres Herrero, Nuria; Gràcia Tortadès, Isabel y Cané Ballart, Carles
- (74) Agente: Pons Ariño, Ángel
- 54) Título: Celda combustible polimérica.
- (57) Resumen:

Celda combustible polimérica.

La presente invención se refiere a una celda combustible polimérica fabricada con la fotoresina SU-8, todos los componentes de la celda de combustible, colectores de corriente y MEA, están fabricados en base a este mismo material. Además la presente invención también se refiere a su procedimiento de obtención y a los usos de dicha celda combustible.

#### DESCRIPCIÓN

Celda combustible polimérica.

La presente invención se refiere a una celda combustible polimérica fabricada con la fotorresina SU-8, todos los componentes de la celda de combustible, colectores de corriente y MEA, están fabricados en base a este mismo material. Además la presente invención también se refiere a su procedimiento de obtención y a los usos de dicha celda combustible.

#### Estado de la técnica anterior

La demanda de fuentes de energía miniaturizadas ha aumentado rápidamente en los últimos años debido a la difusión de los equipos electrónicos portátiles. Se han desarrollado numerosas estrategias diferentes para abordar esta necesidad haciendo uso de las tecnologías de micromecanizado. A este respecto, las micropilas de combustible han adquirido gran interés como fuentes de energía portátiles debido a su elevada eficiencia y densidad energética teóricas. Las pilas de combustible aseguran un suministro de energía portátil más duradero y de mayor fiabilidad que las pilas convencionales, ya que su energía se almacena como combustible, en lugar de ser parte de la fuente energética (A. Kundu *et al. Journal of Power Sources*, 170 (1) (2007) 67-78 y en S. K. Kamarudin *et al. Journal of Power Sources*, 163 (2) (2007) 743-754). La miniaturización de estos dispositivos generadores de energía promete mayor eficiencia y rendimiento, pero la completa integración del sistema sigue siendo un reto clave. En la mayoría de los casos descritos, las arquitecturas de las micropilas de combustible requieren envoltorios complejos y voluminosos para mantener juntos los componentes. Sin embargo, se han ideado diseños innovadores de micropilas de combustible como alternativas para conseguir sistemas de gran compacidad (N. Kuriyama *et al. Sensors and Actuators A: Physical*, 145-146 (2008) 354-362).

En la búsqueda de un dispositivo totalmente integrado y de bajo coste, se han propuesto recientemente materiales poliméricos para la producción de los componentes de las micropilas de combustible. Debido a que sus procedimientos de microfabricación son rápidos y versátiles, los polímeros han demostrado ya ser adecuados para una serie de funciones y aplicaciones en chips (G. S. Fiorini, D. T. Chiu, BioTechniques, 38 (3) (2005) 18). En los últimos años se han descrito estrategias interesantes en relación con desarrollos de micropilas de combustible, por ejemplo, Shah y col. en Sensors and Actuators B: Chemical, 97 (2-3) (2004) 157-167, usaron distintas técnicas de microfabricación para desarrollar una micropila de combustible con polidimetilsiloxano (PDMS) como soporte y carcasa de la pila y Chan y col, en Journal of Micromechanics and Microengineering, 15 (1) (2005) 231-236, aplicaron las técnicas de micromecanizado para producir microcanales con forma de campana de Gauss en polimetacrilato de metilo (PMMA) por medio de un laser de CO<sub>2</sub>, obteniendo una micropila de combustible de alta potencia alimentada por hidrógeno. Además, las resinas sensibles a UV como SU-8 han demostrado ser candidatos excelentes para obtener componentes poliméricos de pequeño tamaño y microestructura de gran precisión (A. d. Campo, C. Greiner, Journal of Micromechanics and Microengineering, 17 (6) (2007) R81), por ejemplo, Hsieh y col. (en Microsystem Technologies, 10 (2) (2004) 121 - 126) describieron el uso de resinas sensibles a UV metalizadas como placas de campo de flujo y Cha y col. (en Electrochimica Acta, 50 (2-3) (2004) 795-799) usaron el mismo material para fabricar colectores de corriente en uno de los primeros intentos descritos de obtención de una microDMFC totalmente polimérica. Recientemente, Weinmueller y col. (en Journal of Power Sources, 195 (12) (2010) 3849-3857) describieron una micropila de combustible de conversión directa de metanol basada en la microestructuración de una película delgada de polímero fotosensible metalizada, en la que se enfatizaron las aptitudes flexibles de la resina SU-8.

#### Descripción de la invención

55

La presente invención proporciona una celda de combustible polimérica que comprende un ensamblaje electrodomembrana (MEA) emparedado entre dos colectores de corriente.

Un primer aspecto de la presente invención se refiere a una celda de combustible polimérica, que comprende:

- a. una membrana emparedada entre dos colectores de corriente, y
- dos electrodos que se encuentran unidos cada uno a ambas caras de la membrana o en cada uno de los colectores de corriente,
- caracterizada porque la membrana comprende un polímero SU-8 microporoso, un polímero de intercambio protónico y donde los colectores de corriente comprenden el polímero SU-8 microporoso parcialmente metalizado.

Está parcialmente metalizado, ya que como se muestra en la figura 1, la zona metalizada del colector es la que solapa con la correspondiente zona activa de la membrana, siendo la zona activa (también denominada de unión) de la membrana la zona microporosa rellena de polímero de intercambio protónico.

En la presente invención se entiende por "SU-8", a una fotoresina polimérica de base epoxídica, en concreto se refiere a un glicidil-éter derivado del Bisfenol-A novolac.

En una realización preferida el electrodo comprende al menos un catalizador que se selecciona de entre platino, rutenio, osmio, estaño, cobalto, paladio o cualquiera de sus combinaciones.

En otra realización preferida el electrodo es en base de carbono cuando está depositado sobre la membrana, formando en este caso un ensamblaje electrodo-membrana (MEA).

En una realización preferida el polímero de intercambio protónico está solidificado en los microporos del polímero SU-8.

Preferiblemente el polímero de intercambio protónico es Nafion.

En una realización preferida el polímero SU-8 microporoso tiene un tamaño de poro de entre 50 y 500  $\mu$ m.

Preferiblemente la distancia entre los microporos del SU-8 es de entre 10 y 500  $\mu$ m.

En otra realización preferida el espesor de la membrana es menor a 200  $\mu$ m.

Preferiblemente el colector de corriente de SU-8 está metalizado parcialmente con una capa de metales por la cara que está en contacto con la membrana.

En una realización preferida la capa de metales se selecciona de entre titanio, níquel, oro, cromo o cualquiera de sus combinaciones.

En otra realización preferida el espesor de la capa de metales es de entre 5 y 5000 nm.

En un segundo aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de la celda de combustible de la invención que comprende las etapas:

- a. relleno de la estructura microporosa del polímero SU-8 con el polímero de intercambio protónico,
- b. protección de las zonas de unión estructura microporosa obtenida en (a),
- c. deposición del electrodo sobre las dos caras del producto obtenido en (b),
- d. protección de la zona de unión del polímero SU-8 de los colectores de corriente,
- e. metalización parcial de los colectores de corriente obtenidos en (d), y
- f. ensamblaje del producto obtenido en (c) con el producto obtenido en (e).

Un tercer aspecto de la presente invención se refiere al procedimiento de obtención de la celda de combustible de la invención, que comprende las etapas:

- a. relleno de la estructura microporosa del polímero SU-8 con el polímero de intercambio protónico,
- b. protección de la zona de unión del polímero SU-8 de los colectores de corriente.
- c. metalización parcial de los colectores de corriente obtenidos en (b),
- d. deposición del electrodo sobre la cara metalizada del producto obtenido en (c), y
- e. ensamblaje del producto obtenido en (a) con el producto obtenido en (d).

En una realización preferida el procedimiento de la presente invención además comprende una etapa previa a la etapa (a) de litografía con UV de la superficie del polímero SU-8, para formar las microperforaciones o microporos.

Preferiblemente el relleno de la etapa (a) se realiza con una disolución que comprende el polímero de intercambio iónico y una posterior evaporación del disolvente. Este relleno se realiza con el fin de proveer de la conductividad iónica requerida a las membranas de SU-8.

En una realización preferida la protección de la zona de unión se realiza mediante la deposición de polidimetilsiloxano (PDMS) o un poliacetato, que actúa como sombra sobre el colector de corriente para impedir la deposición metálica sobre el área activa central, y sobre la membrana para impedir la deposición del electrodo sobre el área activa central.

3

60

55

50

25

30

35

Preferiblemente la deposición del electrodo se realiza por pulverización o por electrodeposición, y más preferiblemente el depósito tiene una carga de metal entre 0,1 a 4 mg/cm<sup>-2</sup>. La deposición se puede realizar con una mezcla de PtRu/C para la zona anódica y de Pt/C para la zona catódica.

Para proveer de conductividad eléctrica a los colectores de corriente, en una realización preferida la metalización parcial de los colectores se realiza mediante la pulverización catódica de metales. En una realización más preferida los metales se seleccionan de entre titanio, níquel, cromo o cualquiera de sus combinaciones. Y en otra realización más preferida la capa metálica obtenida por pulverizado tiene un espesor de entre 20 y 60 nm.

En otra realización preferida el procedimiento de la invención además comprende un electrodepósito de metales sobre la superficie metalizada obtenida anteriormente por pulverizado. En una realización más preferida los metales se seleccionan de entre níquel, oro, cromo o cualquiera de sus combinaciones. Y en otra realización más preferida el espesor de la capa metálica obtenida por electrodepósito es de entre 1 y  $5 \mu m$ .

Una vez obtenidos los componentes de la celda de combustible por separado, se puede colocar por alienación los colectores a ambos lados de la membrana, formando un emparedado.

Preferiblemente el ensamblaje de la celda de combustible se realiza mediante prensado en caliente entre dos colectores de corriente obtenidos en (d) a una temperatura de entre 80 y 200°C y a una presión de entre 1 y 20 atm. Después del ensamblaje se puede enfriar por convención natural.

Preferiblemente el ensamblaje de la celda de combustible se realiza con un material que se selecciona de entre metacrilato, policetona, policarbonato o un derivado acrílico. Encapsulando los componentes entre dos piezas de dichos materiales, pudiéndose apretar mediante tornillos.

En una realización preferida el procedimiento de la presente invención además comprende el fresado del producto ensamblado, para permitir el acceso de los reactantes, los cuales puede ser cualquier combustible con aire.

Por "fresado" en la presente invención se entiende por el corte de un material mecanizado, realizado con una herramienta rotativa de varios filos.

Las vistas del ensamblaje de la celda de combustible se muestran en la figura 2.

Un tercer aspecto de la presente invención se refiere al uso de la celda de combustible descrita anteriormente, para la obtención de energía donde el combustible se selecciona de entre alcohol, hidrógeno, ácido fórmico o glucosa En una realización preferida el combustible de alcohol se selecciona de entre metanol o etanol. Y en una realización más preferida el combustible es metanol.

Ya que las dimensiones de la celda de combustible pueden ser del orden de micrómetros, una posibilidad de la presente invención es la obtención de una microDMFC compacta (micropila de combustible de conversión directa de metanol) en la que todos los componentes están fabricados con la resina SU-8. Además, el presente desarrollo no solamente saca ventaja de las propiedades mecánicas y de estructuración mencionadas para esta resina, sino que también explota la capacidad que presentan los componentes de SU-8 de unirse entre sí por un procedimiento de prensado en caliente para obtener una micropila de combustible de conversión directa de metanol compacta. Adicionalmente, cuestiones tales como la reducción de la complejidad del dispositivo han determinado el diseño de este, concebido para funcionar en condiciones de operación pasiva (transporte del combustible por difusión) con una cantidad mínima de catalizador de Pt. Como se mostrará a continuación, en primer lugar se caracterizan y validan independientemente todos los componentes de la pila de combustible. Después se lleva a cabo el ensamblaje con el fin de evaluar el rendimiento de la pila de combustible para concentraciones de metanol y temperaturas diferentes.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

# Descripción de las figuras

2.5

50

Figura 1. Vista en despiece de los componentes de SU-8 de la celda de combustible en la que se identifican las partes principales.

Figura 2. Muestra las vistas de la celda de combustible, a) Muestra el despiece de los componentes del SU-8 de la celda de combustible sin el polímero de intercambio protónico, b) Muestra la sección transversal de la celda de combustible montada, c) Muestra el despiece de los componentes de SU-8 de la celda de combustible con el polímero de intercambio protónico y la metalización parcial de los colectores, y d) muestra el esquema de la celda de combustible montada.

- Figura 3. Ilustraciones y vistas de sección transversal de las diferentes etapas de fabricación del ensamblaje electrodo-membrana: a) membrana porosa de SU-8 liberada del sustrato, b) relleno de los microporos con Nafion<sup>®</sup> y c) deposición de los electrodos a base de carbono. Las ampliaciones muestran un área circular de 5 mm de diámetro.
- Figura 4. Gráfico de Nyquist de las medidas de EIS para diferentes membranas de SU-8 rellenas de Nafion<sup>®</sup> a temperatura ambiente en aire. El inserto muestra un detalle de los valores de alta frecuencia de la impedancia.
  - Figura 5. Curvas de polarización de la micropila de combustible de SU-8 prensada por una carcasa exterior funcionando con concentraciones de metanol de 2 M y 4 M a dos temperaturas.
  - Figura 6. a) Ilustración de los dos ensamblajes de la micropila de combustible durante la caracterización. b) Vista lateral de la micropila de combustible de SU-8 (la barra de escala en el recuadro corresponde a  $200 \,\mu\text{m}$ ).
- Figura 7. Curvas de polarización de la micropila de combustible de SU-8 compacta funcionando con concentraciones de metanol de 2 M y 4 M a dos temperaturas.

#### **Ejemplos**

10

20

30

45

55

- A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la especificidad y efectividad de la celda o pila de combustible polimérica, su procedimiento de obtención y su uso con un combustible alcohólico.
- El objetivo del presente ejemplo fue obtener un diseño sencillo y compacto de una micropila de combustible. Por esta razón, el sistema se basa en una alimentación de metanol y aire por difusión, que reduce la complejidad y permite descartar todo dispositivo auxiliar. La micropila de combustible consta de un ensamblaje de tres componentes hechos de la fotorresina SU-8: un ensamblaje electrodo-membrana (MEA) emparedado entre dos colectores de corriente. La figura 1 representa una vista en despiece de la micropila de combustible propuesta que muestra la estructura del MEA y los colectores de corriente.
  - El MEA consta de una membrana de un tamaño de 10 x 10 mm con un área central de 5 x 5 mm, provista de una disposición ordenada de microporos en cuadrícula. Estos microporos están rellenos con un polímero de intercambio protónico y son responsables de la conductividad protónica de la membrana de SU-8. En esta configuración, la estructura de SU-8 actúa como soporte mecánico del polímero conductor protónico y, al mismo tiempo, ofrece la posibilidad de unirse directamente a los otros componentes de SU-8 de la pila de combustible.
  - Se estableció un espesor total de la membrana de SU-8 de 170  $\mu$ m, ya que este es el espesor nominal de una película de Nafion® 117, la membrana electrolítica polimérica que se usa típicamente en las pilas de combustible de conversión directa de metanol. Se fabricaron membranas con tres diseños de disposición diferentes; la longitud del lado de los microporos se fijó en 250  $\mu$ m y se definieron razones de abertura de membrana crecientes estableciendo separaciones entre los poros de 250  $\mu$ m, 100  $\mu$ m y 50  $\mu$ m, con el fin de maximizar el área de conductividad protónica sin comprometer la estabilidad mecánica de la estructura de SU-8. Después de ello, el área activa se recubrió con una capa delgada de electrodos a base de carbono. El marco de SU-8 alrededor del área activa se dejó descubierto para la unión posterior con los colectores de corriente.
  - Los colectores de corriente de SU-8 tienen un tamaño de  $10 \times 14 \text{ mm}$  y un espesor de  $250 \mu\text{m}$ . Las estructuras están provistas también de una rejilla de agujeros de paso sobre un área de  $5 \times 5 \text{ mm}$ , coincidente con el área activa del MEA. De este modo, las estructuras de SU-8 actúan como colectores de corriente y, al mismo tiempo, suministran los reactantes a ambos lados del MEA por difusión. En este caso, se fabricaron dos diseños diferentes de colector de corriente para los lados del ánodo y del cátodo; ambos diseños están provistos de agujeros de paso en cuadrícula de  $100 \mu\text{m}$  de lado, pero las separaciones entre los agujeros se establecen como  $50 \mu\text{m}$  en el ánodo y  $100 \mu\text{m}$  en el cátodo. Se ha demostrado que en una microDMFC pasiva, el desequilibrio entre las razones de abertura del cátodo y el ánodo evita la inundación del cátodo y minimiza el traspaso de metanol. Un marco alrededor de la cuadricula de agujeros se dejó descubierto para permitir la unión al MEA, como se indica en la figura 1.

Fabricación y caracterización de los componentes de SU-8 de la pila de combustible

- El procedimiento de fotolitografía se optimizó para obtener estructuras liberadas de SU-8 adecuadas, capaces de unirse entre sí por un procedimiento posterior de prensado en caliente. Algunos parámetros de litografía, como los tiempos de calentamiento y la dosis de exposición, deben ajustarse para encontrar un compromiso entre una exposición total y un nivel de polimerización de la fotorresina adecuado para la unión térmica.
- La litografía de los componentes de SU-8 se realizó en obleas de Si de 100 mm y de 500 μm de espesor, pulidas por un solo lado. La primera etapa consistió en la deposición de una capa sacrificial que debe eliminarse al final del procedimiento para liberar las estructuras de SU-8. Para ello, se aplica una capa de Omnicoat<sup>TM</sup> (Microchem Corp., MA, EEUU) sobre el sustrato por centrifugación (velocidad: 2.000 rpm, tiempo: 35 s), a lo que sigue una etapa de calentamiento a 200°C durante 1 min para evaporar el disolvente. A partir de este punto se usaron procedimientos

diferentes para la fabricación de los colectores de corriente y los ensamblajes electrodo-membrana. Los colectores de corriente se fabricaron usando una sola capa de SU-8 100, mientras que las membranas necesitaron un procedimiento multicapa de SU-8 50 (ambos de Microchem Corp., MA, EEUU).

Fabricación del ensamblaje electrodo-membrana

La fabricación del ensamblaje electrodo-membrana de SU-8 consta de una serie de pasos que pueden agruparse en tres etapas principales: 1) obtención de las estructuras de fotorresina por un procedimiento de litografía con UV; 2) funcionalización de las membranas por relleno de las cavidades en dichas membranas con un polímero de intercambio protónico y 3) deposición del electrodo a base de carbón por pulverización con aire comprimido. Cada una de estas etapas se describe en detalle en las secciones siguientes y puede seguirse en la figura 3.

#### 15 Estructura porosa de SU-8

La membrana de SU-8 está compuesta de dos capas de SU-8. La primera capa define una disposición ordenada de microporos en cuadrícula sobre un área de 5x5 mm centrada en la membrana. La segunda capa define un marco de 2,5 mm de ancho alrededor de la disposición de microporos. Para su fabricación, la primera capa de SU-8 50 se aplicó por centrifugación a 2.000 rpm durante 35 s para obtener un espesor de 50 μm. El calentamiento ligero de esta capa constó de 60 min a 25°C, 6 min a 65°C, 30 min a 95°C y 10 horas de enfriamiento hasta 25°C en una placa caliente, con aumentos lineales entre las temperaturas. La exposición a UV se realizó con un alineador de máscaras MA6/BA6 (Karl Süss MicroTec GmbH, Alemania) a una dosis de 190 mJ cm<sup>-2</sup>, usando una lámina transparente impresa como máscara para definir la membrana con la disposición de microporos. El calentamiento después de la exposición constó de 1 min a 65°C en una placa caliente seguido de 5 min a 95°C en un horno de convección. Después se aplicó la segunda capa de SU-8 50 por centrifugación a 1.000 rpm durante 35 s para obtener un espesor de 120 μm. El calentamiento ligero de esta segunda capa constó de 60 min a 25°C, 6 min a 65°C, 60 min a 75°C y 10 horas de enfriamiento hasta 25°C en una placa caliente. La exposición de esta capa se realizó con una dosis de 270 mJ cm<sup>-2</sup>, usando una máscara para definir el marco alrededor de la disposición de microporos in la membrana. El calentamiento después de la exposición constó de 1 min a 65°C en una placa caliente seguido de 12 min a 95°C en un horno de convección. Finalmente, las dos capas se revelaron simultáneamente durante 30 min con agitación en el revelador mr-600 Dev (Micro Resist Technologies GmbH, Alemania) y después se lavaron en 2-propanol y agua desionizada. Para liberar del sustrato las estructuras de SU-8 reveladas se eliminó la capa de Omnicoat<sup>TM</sup> poniendo las obleas en remojo con agitación en el revelador ma-D 332/S (Micro Resist Technologies GmbH, Alemania). La duración de esta etapa varió desde alguno

#### Membranas de SU-8 rellenas de Nafion®

Con el fin de proveer de la conductividad protónica requerida a las membranas de SU-8, sus microperforaciones se rellenaron con una disolución líquida de un polímero de intercambio protónico (en este caso, una disolución perfluorada de la resina Nafion® al 20% en peso en alcoholes alifáticos inferiores y agua de Sigma-Aldrich) que solidificó después de la evaporación del disolvente. Las cavidades vacías de ambas capas de SU-8 (la rejilla de 50  $\mu$ m de espesor y el marco de 120  $\mu$ m de espesor) se rellenaron con volúmenes de 20-25  $\mu$ l de la disolución, dependiendo del diseño de la membrana, por medio de una micropipeta. El marco cuadriculado definido por el segundo nivel de litografía sirvió como reservorio de disolución de Nafion® durante el rellenado y la evaporación posterior del disolvente. De este modo, el Nafion® pudo limitarse al área deseada, evitando cualquier goteo o derrame, y el contenido en cada membrana se controló de manera precisa. La figura 3b muestra una ilustración y una vista de sección transversal de la membrana porosa de SU-8 rellena de Nafion®.

Las aptitudes de las membranas de SU-8 rellenas de Nafion® respecto a la conductividad protónica se evaluaron por espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS). Dado que la disolución de la resina Nafion® usada para rellenar las membranas se suministró en forma protonada (H<sup>+</sup>), no fue necesario activar las membranas antes de la medición. Por lo tanto, las membranas solamente se hidrataron poniéndolas a remojo en agua desionizada a 80°C durante 3 h en el interior de un soporte hecho a medida con el fin de evitar la deformación de la estructura de SU-8 por la temperatura. El montaje usado para obtener las medidas constó de una pila electroquímica simétrica en la que las membranas se colocaron entre dos placas delgadas de Pt. Las medidas de EIS se realizaron mediante un analizador de impedancia/ganancia-fase (SI 1260, Solartron Analytical) en el intervalo de frecuencias de 0,1 Hz a 1 MHz y a una pequeña amplitud de CA en el intervalo entre 25 y 100 mV a temperatura ambiente en aire ambiental saturado de agua (humedad ambiental = 100%). Los espectros de impedancia se adquirieron y analizaron con los programas informáticos ZPIot y ZView. Antes de medir la conductividad de la membrana los electrodos de la pila se cortocircuitaron para determinar la resistencia de contacto. Esta resistencia en serie se consideró como una compensación para las medidas de la pila. La figura 4 muestra el gráfico de Nyquist de las medidas de EIS obtenidas de los diferentes tipos de membrana. El inserto muestra un detalle del intervalo de alta frecuencia de la impedancia. Los valores de la conductividad protónica de las membranas se calcularon según un procedimiento de análisis descrito en la publicación de P. Esquivel et al. Journal of Micromechanics and Microengineering, 19 (6) (2009) 065006. La tabla 1 muestra un resumen de las características principales de las membranas medidas y los valores calculados para la conductividad protónica.

Puede observarse que la conductividad protónica obtenida para las membranas híbridas ( $\sigma_{total}$ ) fue de  $10 \pm 1$ ,  $23 \pm 1$  y  $28 \pm 1$  mS cm<sup>-1</sup> para las membranas A, B y C, respectivamente. Estos valores se obtuvieron considerando un área de membrana efectiva de 5 x 5 mm ( $A_{total}$ ), es decir, incluyendo la contribución de la parte de SU-8 no activa de la membrana. Teniendo en cuenta solamente el área rellena con el polímero Nafion<sup>®</sup>, los valores de la conductividad asociados con el electrolito ( $\sigma_{activa}$ ) resultaron ser muy similares entre todas las membranas, con valores de aproximadamente  $43 \pm 2$  mS cm<sup>-1</sup>. Estos resultados confirman la correcta funcionalidad del polímero conductor protónico una vez incorporado en la matriz porosa de SU-8. La variabilidad encontrada en el valor de la conductividad para las diferentes matrices de soporte podría atribuirse a ligeras discrepancias en el espesor real de la membrana respecto al valor de 170  $\mu$ m usado para los cálculos.

Después de las mediciones, todas las membranas fabricadas mostraron una buena estabilidad mecánica. No se observó ninguna fractura o combado significativo, lo que prueba que la matriz de SU-8 fue capaz de contener la expansión volumétrica del Nafion<sup>®</sup> hidratado sin que su estructura quedara afectada. Por este motivo, se usaron las membranas de SU-8 con la mayor razón de abertura para fabricar los MEA para la micropila de combustible.

TABLA 1

Resumen de los parámetros de las membranas y las conductividades protónicas medidas

	Tamaño de				
	poros-			σ <sub>activa</sub>	$\sigma_{total}$
	separación	A <sub>activa</sub>	A <sub>activa</sub> /A <sub>total</sub>	(10 <sup>-3</sup> S	(10 <sup>-3</sup> S
	(µm)	(cm <sup>2</sup> )		cm <sup>-1</sup> )	cm <sup>-1</sup> )
Membrana A	250-250	0,0625	0,25	40 ± 2	10 ± 1
Membrana B	250-100	0,1225	0,49	46 ± 2	23 ± 1
Membrana C	250-50	0,1600	0,64	43 ± 2	28 ± 1

# Capas de electrodos a base de carbono

15

20

25

30

35

50

55

La deposición del catalizador se realizó mediante la pulverización de una tinta catalítica sobre las membranas seleccionadas. Con el fin de definir el área activa donde depositar el catalizador, las membranas se colocaron entre láminas de plástico de las que se recortaron cuadrados de 5 x 5 mm. De este modo, las láminas actuaron como plantilla durante la pulverización del catalizador. La preparación de la suspensión de catalizador se realizó por mezcla del catalizador (PtRu/C al 30% en peso, razón atómica Pt:Ru 1:1, para el ánodo y Pt/C al 40% en peso para el cátodo, Johnson Matthey), con una disolución al 5% del ionómero Nafion® (Aldrich), isopropanol (Merck) y agua Milli-Q. El contenido de Nafion® en la tinta fue del 55% en peso. La cantidad de Nafion® en la tinta ha sido optimizada para evitar la inundación de los electrodos o la disminución del rendimiento de la pila individual. La suspensión se dispersó en un baño de ultrasonidos durante 45 minutos. Después, la tinta se pulverizó sobre una cara de la membrana y el proceso general se repitió para depositar el catalizador en la otra cara de la membrana. En cada caso, la carga metálica fue de 1,0 mg cm<sup>-2</sup>. La figura 3c muestra una ilustración y una vista de sección transversal del MEA de SU-8 obtenido.

#### Fabricación de los colectores de corriente de la pila de combustible

Para la fabricación de los colectores de corriente de SU-8, se aplicó una capa de SU-8 100 sobre la oblea por centrifugación a 1.000 rpm durante 35 s para obtener una capa de 250  $\mu$ m de espesor. El calentamiento ligero constó de una serie de pasos térmicos realizados sobre una placa caliente, comenzando con un período de reposo de 60 min a 25°C, seguido de 6 min a 65°C, 90 min a 95°C y 10 horas de enfriamiento hasta 25°C. La exposición a UV se realizó con una dosis de 400 mJ cm<sup>-2</sup>. El calentamiento después de la exposición constó de 1 min a 65°C en una placa caliente seguido de 20 min a 95°C en un horno de convección. Finalmente, la capa se reveló en mr-600Dev con agitación durante 1 h y luego se lavó en 2-propanol y agua desionizada. Los colectores de SU-8 revelados se liberaron del sustrato eliminando la capa de Omnicoat<sup>TM</sup> en el revelador ma-D 332/S con agitación.

Con el fin de proveer de conductividad eléctrica a los colectores de corriente se depositó una bicapa de 50 nm de Ti y 50 nm de Ni por pulverización catódica (MRC-903, MRC Systems) sobre una de sus lados. Una pieza a medida de polidimetilsiloxano (PDMS) se colocó como máscara de sombra sobre el colector de corriente para impedir la

deposición metálica sobre el área activa central de 5 x 5 mm. De este modo, la superficie alrededor del área activa mantiene el SU-8 expuesto y disponible para unirse directamente al MEA de SU-8 por prensado en caliente. Después de esto, la máscara de PDMS se despegó de la estructura de SU-8, dejando la capa metálica en los puntos deseados. La capa aplicada por pulverización catódica se usó entonces como capa madre para la electrodeposición de una capa de Ni de 1,5  $\mu$ m de espesor y una capa delgada de Au para evitar la oxidación.

La resistividad eléctrica de los colectores de corriente de SU-8 se caracterizó mediante medidas de cuatro sondas, realizadas en una muestra de prueba con la misma metalización pero de las dimensiones apropiadas. La resistencia laminar del metal dio como resultado un valor de 46,6 mΩ por cuadrado, lo que estuvo en concordancia con la resistencia nominal de los materiales para el espesor depositado.

#### Resultados y discusión

15

Ensamblaje y caracterización de la micropila de combustible

Una vez obtenidos todos los componentes por separado, la micropila de combustible se montó por alineación de dos colectores de corriente a ambos lados del MEA. Antes de proceder a la unión térmica de todos estos componentes de SU-8 se realizó un ensayo preliminar de la pila de combustible de SU-8, usando la misma carcasa exterior desarrollada para una estrategia análoga para una micropila de combustible de silicio [J. P. Esquivel y col. Journal of Power Sources, 194 (1) (2009) 391-396]. Los componentes se encapsularon colocándolos entre dos piezas mecanizadas de metacrilato que se apretaron mediante cuatro tornillos. Una ventana cuadrada de 5,2 x 5,2 mm se fresó a través de las piezas acrílicas para permitir el acceso de los reactantes (metanol diluido y aire) a las áreas activas a través de los colectores de corriente. En uno de los bordes de las dos piezas se definió una ranura redondeada para ajustar los conectores eléctricos a los colectores de corriente. La curva de polarización galvanostática de la micropila de combustible se obtuvo con un multímetro con fuente integrada, Keithley 2400 SourceMeter, usando el programa informático propio LabVIEW. La caracterización se llevó a cabo con concentraciones de metanol de 2 M y 4 M -ya que generalmente estos valores se hallan dentro del intervalo de concentraciones que produce rendimientos óptimos de la pila de combustible en dispositivos pasivos- y a temperaturas de 22°C (temperatura ambiente) y 40°C. La figura 5 muestra las curvas de polarización obtenidas con este ensamblaje.

Puede observarse que a temperatura ambiente (22°C) la micropila de combustible alcanza una densidad de potencia máxima de 2,20 mW cm<sup>-2</sup>, independientemente de la concentración de metanol. No se aprecian diferencias significativas en la tensión de circuito abierto (OCV) debidas al traspaso de metanol y las curvas l-V están controladas fundamentalmente por las pérdidas óhmicas. Al aumentar la temperatura de la pila a 40°C, las densidades de potencia máximas se elevan hasta 3,75 mW cm<sup>-2</sup> y 4,15 mW cm<sup>-2</sup> para concentraciones de combustible de 2 M y 4 M, respectivamente. Esto se debe fundamentalmente a la mejora del rendimiento de la micropila de combustible en la región óhmica a causa del aumento de la conductividad protónica del Nafion® a temperaturas crecientes. Esta vez puede observarse una mejora visible en la región limitada por el transporte de la curva l-V al aumentar la concentración de metanol de 2 M a 4 M.

Después de este ensayo, las estructuras de SU-8 se unieron entre sí por un procedimiento de prensado en caliente para obtener el dispositivo compacto. Se fabricó un soporte adecuado para alinear y presionar entre sí los colectores de corriente y el MEA. El alineamiento se realizó mediante la inserción de cuatro agujas a través de los pequeños agujeros circulares situados en las esquinas de los componentes de SU-8. El ensamblaje se colocó entonces en una prensa caliente comercial (P/O/Weber, Alemania) y se calentó a 85°C durante 10 min y a 120°C con una fuerza de 2 kN durante 20 min. Después, el ensamblaje se enfrió por convección natural y la micropila de combustible de SU-8 unido se liberó para su ensayo. Con este ensamblaje, el volumen total del dispositivo se reduce más de 50 veces (0,12 cm3 respecto a 6,75 cm³). Las figuras 6a y 6b muestran fotografías de los dos ensamblajes ensayados y una vista lateral del dispositivo compacto, en las que se observa claramente la reducción significativa de tamaño entre las dos estrategias.

La caracterización se realizó en las mismas condiciones que para el montaje anterior. La figura 7 muestra las curvas de polarización obtenidas. Después de la unión de los componentes, todas las curvas presentan valores de tensión superiores en condiciones de circuito abierto (500-580 mV) y, a continuación, una caída de tensión repentina, debida a las pérdidas de activación. Después de ello, las curvas se hallan controladas fundamentalmente por pérdidas óhmicas, sin mostrar limitaciones en la región de transporte de masa. En este caso, la micropila de combustible produjo una densidad de potencia máxima muy similar con las dos concentraciones de metanol y temperaturas de trabajo ensayadas. Con una concentración de 2 M, el incremento de temperatura de 22°C a 40°C aumentó la densidad de potencia de 0,35 a 0,55 mW cm<sup>-2</sup>, mientras que con 4 M, la potencia aumentó de 0,40 a 0,65 mW cm<sup>-2</sup>.

#### Discusión

Los resultados muestran una clara diferencia en la potencia suministrada por la micropila de combustible de SU-8 en función del ensamblaje. Cuando se halla apretada con una carcasa acrílica externa, la máxima densidad de potencia de 4,15 mW cm<sup>-2</sup>, obtenida a 40°C y con una concentración de metanol de 4 M, es comparable a los resultados descritos en la bibliografía para otras microDMFC fabricadas en parte con componentes de SU-8 [H. -Y. Cha y col.

Electrochimica Acta, 50 (2-3) (2004) 795-799. Y en C. Weinmueller y col. Journal of Power Sources, 195 (12) (2010) 3849-3857], Es importante tener en cuenta que, a diferencia de los trabajos anteriores, la presente estrategia reduce tanto la complejidad del dispositivo como su coste, gracias al uso de una alimentación de metanol y aire por difusión y a la minimización de la cantidad de catalizador de Pt a 1 mg cm<sup>-2</sup>. Además, la película continua de Nafion<sup>®</sup>, usada típicamente en otras estrategias, ha sido sustituida en este caso por una membrana porosa de SU-8 rellena de Nafion<sup>®</sup>. El uso de la membrana aumenta claramente el nivel de integración del dispositivo final, aunque reduce el área de conductividad protónica disponible en el 36%.

Cuando los componentes se unen entre sí formando un dispositivo compacto, la densidad de potencia máxima producida por la micropila de combustible de SU-8 disminuye a 0,65 mW cm<sup>-2</sup>. Esto es debido a un aumento de las pérdidas de tensión en la región óhmica de las curvas de polarización. Puede observarse que las curvas de la figura 7 presentan la misma pendiente, independientemente de la temperatura y la concentración de metanol, lo que indica la existencia de una resistencia de contacto significativa entre la membrana y los colectores de corriente. Es decir, aunque los componentes de SU-8 están satisfactoriamente unidos y no se observa ninguna fuga de combustible, la presión aplicada entre estos es inferior a la presión ejercida por la carcasa externa. No obstante, a pesar de la disminución de su rendimiento, la drástica reducción de las dimensiones del dispositivo que se consigue con esta estrategia resulta en un aumento sustancial de la densidad de potencia volumétrica, de 0,15 mW cm<sup>-3</sup> cuando se usa la carcasa externa a 1,35 mW cm<sup>-3</sup> en la estrategia del dispositivo compacto.

Conclusiones

20

30

En el ejemplo de la presente invención se presenta una estrategia para la obtención de una micropila de combustible totalmente polimérica, a base de la fotorresina SU-8. Todos los componentes de la pila de combustible (colectores de corriente y MEA) están fabricados con un mismo material, cuyas capacidades de unión se explotan para obtener un dispositivo de gran compacidad. La integración se consigue en dos etapas; en primer lugar mediante la incorporación de un electrolito polimérico en una membrana porosa de SU-8 y, en segundo lugar, mediante la unión de todos los componentes de SU-8 entre sí.

La micropila de combustible se caracterizó primeramente usando una carcasa exterior para validar la funcionalidad de sus componentes. A pesar de la simplicidad asociada al suministro pasivo del combustible y al bajo contenido de catalizador, el rendimiento de la presente micropila de combustible es comparable al de los pocos dispositivos poliméricos descritos hasta el momento. Después de la validación, los componentes se unieron entre sí por prensado en caliente, con el fin de obtener el dispositivo compacto. La caracterización del ensamblaje mostró una disminución de la densidad de potencia debida a un aumento de la resistencia de contacto. Sin embargo, la drástica reducción de las dimensiones del dispositivo al prescindir de la carcasa externa resultó en una mayor densidad de potencia volumétrica.

No obstante, los resultados presentados demuestran la potencialidad de esta estrategia para obtener fuentes de energía totalmente poliméricas y beneficiarse de las ventajas asociadas con la tecnología de la resina SU-8 (por ejemplo, alta estabilidad química y mecánica de las estructuras, elevada resolución de patrones, bajo coste). Además, el uso de esta tecnología ofrece oportunidades adicionales para la integración de una micropila de combustible dentro de una diversidad de dispositivos poliméricos, como el laboratorio en chip (*lab-on-chip*) y otras plataformas microfluídicas.

45

50

55

60

#### REIVINDICACIONES

1. Celda de combustible polimérica que comprende:

5

10

50

- a. una membrana emparedada entre dos colectores de corriente, y
- dos electrodos que se encuentran unidos cada uno a ambas caras de la membrana o en cada uno de los colectores de corriente,
- caracterizada porque la membrana comprende un polímero SU-8 microporoso, un polímero de intercambio protónico y donde los colectores de corriente comprenden el polímero SU-8 microporoso parcialmente metalizado.
- 2. Celda de combustible según la reivindicación 1, donde el electrodo comprende al menos un catalizador que se selecciona de entre platino, rutenio, osmio, estaño, paladio, cobalto o cualquiera de sus combinaciones.
  - 3. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, donde el electrodo es en base de carbono cuando está depositado sobre la membrana.
- 4. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el polímero de intercambio protónico está solidificado en los microporos del polímero SU-8.
- 5. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el polímero de intercambio protónico es Nafion.
  - 6. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde el polímero SU-8 microporoso tiene un tamaño de poro de entre 50 y 500  $\mu$ m.
- 7. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde la distancia entre los poros del SU-8 es de entre 10 y 500  $\mu$ m.
  - 8. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde el espesor de la membrana es menor a  $200 \, \mu \text{m}$ .
- 9. Celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde el colector de corriente de SU-8 está metalizado parcialmente con una capa de metales por la cara que está en contacto con la membrana.
- 10. Celda de combustible según la reivindicación 9, donde la capa de metales se selecciona de entre titanio, níquel, oro, cromo o cualquiera de sus combinaciones.
  - 11. Celda de combustible según cualquiera de las 9 ó 10, donde el espesor de la capa de metales es de entre 5 y 5000 nm.
- 45 12. Procedimiento de obtención de la celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que comprende las etapas:
  - a. relleno de la estructura microporosa del polímero SU-8 con el polímero de intercambio protónico,
  - b. protección de las zonas de unión estructura microporosa obtenida en (a),
  - c. deposición del electrodo sobre las dos caras del producto obtenido en (b),
  - d. protección de la zona de unión del polímero SU-8 de los colectores de corriente,
  - e. metalización parcial de los colectores de corriente obtenidos en (d), y
  - f. ensamblaje del producto obtenido en (c) con el producto obtenido en (e).
- 13. Procedimiento de obtención de la celda de combustible según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, que comprende las etapas:
  - a. relleno de la estructura microporosa del polímero SU-8 con el polímero de intercambio protónico,
  - b. protección de la zona de unión del polímero SU-8 de los colectores de corriente.
    - c. metalización parcial de los colectores de corriente obtenidos en (b),

- d. deposición del electrodo sobre la cara metalizada del producto obtenido en (c), y
- e. ensamblaje del producto obtenido en (a) con el producto obtenido en (d).

5

- 14. Procedimiento según la reivindicación 12 ó 13, que además comprende una etapa previa a la etapa (a) de litografía con UV del polímero SU-8.
- 15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, donde el relleno de la estructura microporosa se realiza con una disolución que comprende el polímero de intercambio iónico y una posterior evaporación del disolvente.
  - 16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 15, donde la protección de las zonas de unión se realiza mediante la deposición de polidimetilsiloxano o un poliacetato.

15

- 17. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 14 ó 15, donde la deposición del electrodo se realiza mediante pulverizado o electrodeposición.
- 18. Procedimiento según la reivindicación 17, donde la carga del depósito es de entre 0,1 a 4 mg/cm<sup>-2</sup>.

20

- 19. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 18, donde la metalización parcial se realiza mediante la pulverización catódica de metales.
- 20. Procedimiento según la reivindicación 19, donde los metales pulverizados se seleccionan de entre titanio, níquel, cromo o cualquiera de sus combinaciones.
  - 21. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 19 ó 20, donde la capa metálica obtenida por pulverizado tiene un espesor de entre 20 y 60 nm.
  - 22. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 19 a 21, que además comprende un electrodepósito de metales sobre la superficie metalizada.
  - 23. Procedimiento según la reivindicación 22, donde los metales electrodepositados se seleccionan de entre níquel, oro o cualquiera de sus combinaciones.

35

30

- 24. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 22 ó 23, donde el espesor de la capa metálica obtenida por electrodepósito es de entre 1 y 5  $\mu$ m.
- 25. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 24, donde el ensamblaje se realiza mediante prensado en caliente, a una temperatura de entre 80 y 200°C y a una presión de entre 1 y 20 atm.
  - 26. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 25, donde el ensamblaje se realiza con un material que se selecciona de entre metacrilato, policetona, policarbonato o derivado acrílico.
- 45 27. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 26, que además comprende el fresado del producto ensamblado.
  - 28. Uso de la celda de combustible polimérica según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, como celda combustible de un combustible que se selecciona de entre alcohol, hidrógeno, ácido fórmico o glucosa.

50

- 29. Uso según la reivindicación 28, donde el combustible de alcohol se selecciona de entre metanol o etanol.
- 30. Uso según la reivindicación 29, donde el combustible es metanol.

55

60

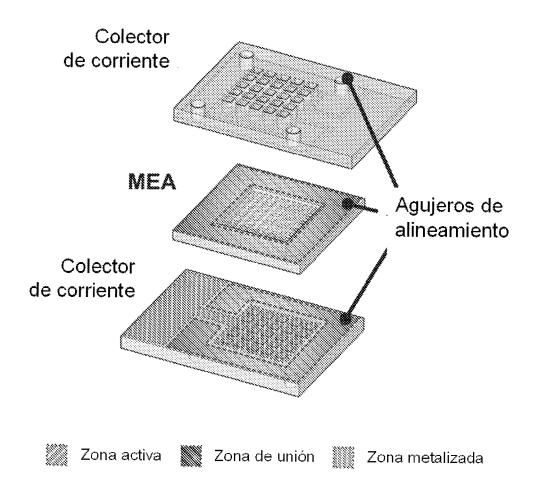


FIG. 1

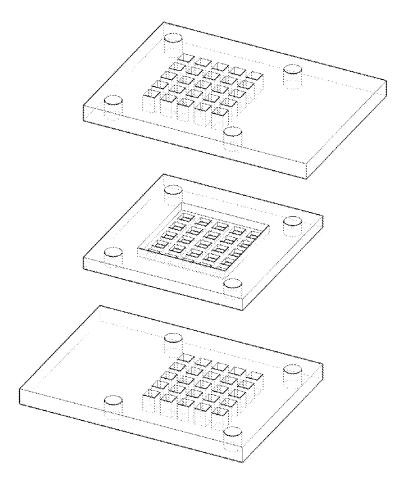


FIG.2.a



FIG.2.b

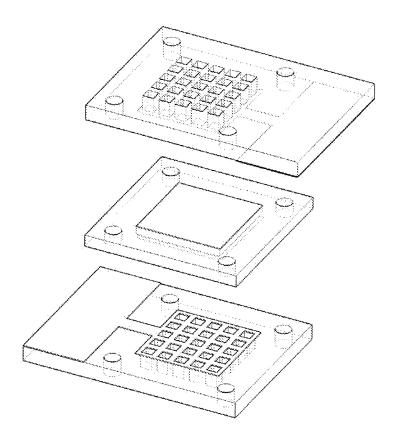


FIG. 2.c

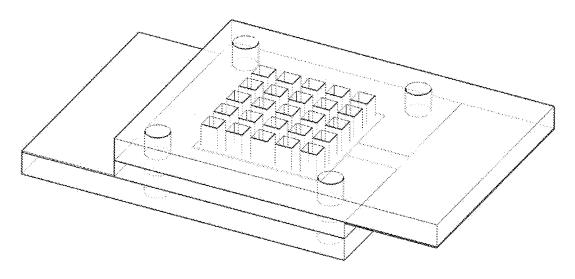


FIG. 2.d

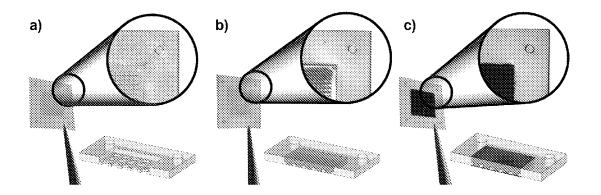


FIG. 3

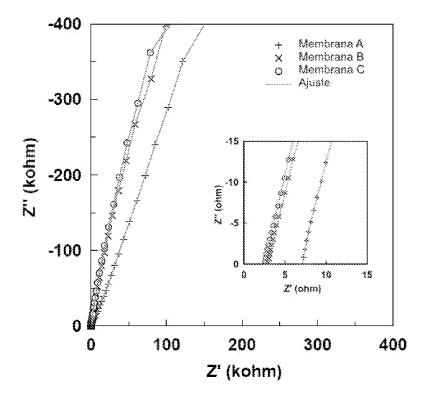


FIG. 4

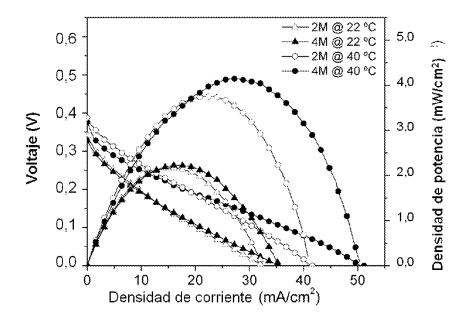
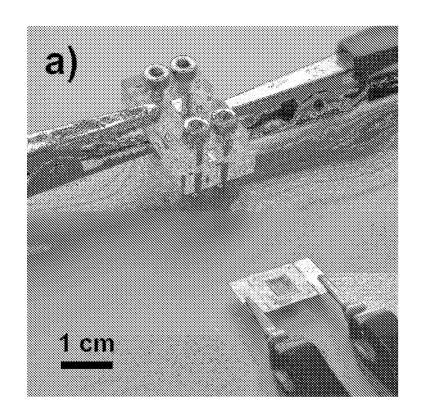


FIG. 5



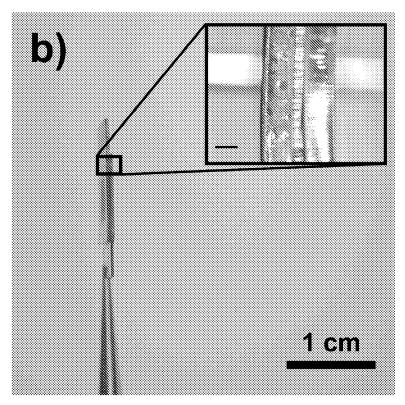


FIG. 6

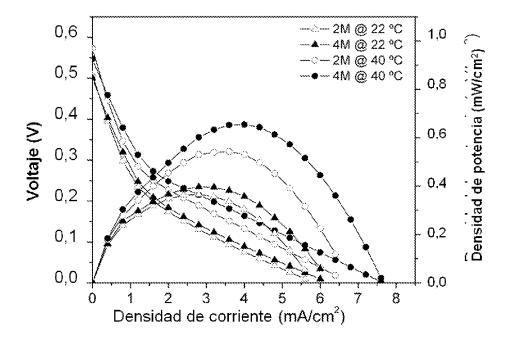


FIG. 7



(21) N.º solicitud: 201031024

2 Fecha de presentación de la solicitud: 02.07.2010

32 Fecha de prioridad:

# INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.:	Ver Hoja Adicional

# **DOCUMENTOS RELEVANTES**

Categoría		Reivindicaciones afectadas	
А	CHA, H-Y. et al. Fabrication of Electrochimica Acta 2004, Vol. 50,	1-30	
А		H, S-S. et al. SU-8 flow field plates for a micro PEMFC. Journal of Solid State ochemistry 2005, Vol. 9, páginas 121-123. Ver página 122.	
А	US 2004053100 A1 (STANLEY K. párrafo [0037].	US 2004053100 A1 (STANLEY K. G et al.) 18.03.2004,	
Α	CHA, S.W. et al. Electrochemical proton exchange membrane fuel cover Experimental.	1-30	
Categoría de los documentos citados  X: de particular relevancia  Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría  A: refleja el estado de la técnica  C: referido a divulgación no escrita  P: publicado entre la fecha de prioridad y la de pri			
	presente informe ha sido realizado para todas las reivindicaciones	para las reivindicaciones nº:	
Fecha	de realización del informe 03.11.2011	<b>Examinador</b> M. C. Bautista Sanz	Página 1/4

# INFORME DEL ESTADO DE LA TÉCNICA

Nº de solicitud: 201031024

# CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD **H01M8/10** (2006.01) **H01M8/02** (2006.01) H01M2/16 (2006.01) Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación) H01M, Y02E Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados) INVENES, EPODOC, WPI, NPL, XPESP, HCAPLUS

**OPINIÓN ESCRITA** 

Nº de solicitud: 201031024

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 03.11.2011

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)

Reivindicaciones 1-30

Reivindicaciones NO

Reivindicaciones

Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986) Reivindicaciones 1-30 SI

Reivindicaciones NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

# Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

Nº de solicitud: 201031024

#### 1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación	
D01	CHA, H-Y. et al. Electrochimica Acta, Vol. 50, pp. 795-799.	2004	
D02	HSIEH, S-S. et al. Journal of Solid State Electrochemistry, Vol. 9, pp. 121-123.	2005	
D03	US 2004053100 A1 (STANLEY K. G et al.)	18.03.2004	
D04	CHA, S.W. et al. Journal of Power Sources 2006, Vol. 161, pp. 138-142.	2006	

# 2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es una pila de combustible polimérica en la que la membrana y los colectores de corriente están realizados con la fotoresina epoxi SU-8 así como la obtención de la pila y su uso para obtener energía a partir de distintos combustibles.

El documento D01 divulga una pila de combustible micro-DMFC completamente polimérica en la que la membrana de intercambio iónico se empareda entre dos láminas de polímeros con canales que actúan de ánodo y de cátodo y dos capas de polímeros fotosensibles actuando así de colectores de corriente, capa de difusión del combustible y soportes del catalizador. La formación de canales se lleva a cabo por fotolitografía ultravioleta con la resina epoxi SU-8 y el ensamblaje final del conjunto se realiza mediante prensado en caliente (Ver resumen; Introducción y Experimental).

Los documentos D02 a D04 divulgan pilas de combustible poliméricas en las que se utiliza la resina epoxi SU-8 para placas de campo de flujo hechas por fotolitografía y Nafion como membrana de intercambio iónico (Ver D02: página 122; D03: párrafo [0037]; D04: Experimental).

Ninguno de los documentos citados, ni cualquier combinación relevante de los mismos, divulga una pila de combustible polimérica en la que la membrana esté formada por un polímero de intercambio protónico solidificado en los microporos del polímero SU-8 y en la que los colectores de corriente estén realizados con el mismo polímero epoxi SU-8 microporoso.

Por lo tanto, la invención definida en las reivindicaciones 1 a 30 cumple con los requisitos de novedad y actividad inventiva según los artículos 6.1. y 8.1. de la ley 11/1986 de patentes.