

NEDO PEFC セル評価解析プロトコル 2023年版

国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)

燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型
産学官連携研究開発事業
共通課題解決型基盤技術開発
電気化学的特性測定技術の研究開発
(技術研究組合 FC-Cubic、山梨県)

2023年 7月



目次

1. 初めに

2. FCCJ推奨の各要素の性能目標

3. セル性能評価プロトコル

(1)電解質膜

A.膜単体での評価方法

- ・M- 1 (III-1-1) 試験名:プロトン伝導度測定方法 1/2、2/2
- ・M- 2 (III-1-4) 試験名:軟化点(ガラス転移点)測定方法
- ・M- 3 (III-1-5) 試験名:体積膨潤率測定方法
- ・M- 4 (III-1-7) 試験名:電解質膜の化学的耐久性評価方法
(H₂O₂ガス暴露法) 1/2、2/2

B.セルでの評価・耐久方法

- ・M- 5 試験名:プロトン輸送抵抗(電解質膜)
- ・M- 6 (III-1-2) 試験名:ガス透過性測定方法(水素/酸素)
- ・M- 7 (III-1-3) 試験名:水蒸気透過性測定方法
- ・M- 8 (III-1-6) 試験名:熱水浸漬試験方法(耐熱評価)1/2、2/2
- ・M- 9 (III-3-1) 試験名:高電位(OCV)保持試験方法
- ・M-10 試験名:加圧高電位(OCV)保持試験方法
- ・M-11 (III-1-8) 試験名:電解質膜の膨潤耐性評価方法(湿度サイクル試験) 1/2、2/2

(2)電極触媒(ハーフセル・RDE)

- ・R- 1 (III-2-1) 試験名:ORR活性評価方法(ハーフセル)
- ・R- 2 (III-2-2) 試験名:電位サイクル試験方法 1/2、2/2(ハーフセル)

(3)電極触媒・電極触媒層

A. 評価方法

- ・C- 1 試験名:I-V測定方法・過電圧分離解析方法
- ・C- 2 (III-3-4) 試験名:CV評価方法(ECA測定方法)
- ・C- 3 試験名:クロスオーバー電流測定方法
- ・C- 4 (III-3-2) 試験名:ORR活性評価方法
- ・C- 5 試験名:HOR性能(アノード触媒)
- ・C- 6 試験名:酸素拡散抵抗測定(触媒層)
- ・C- 7 試験名:プロトン輸送抵抗(触媒層)
- ・C- 8 試験名:高温評価(セル温度120℃まで)

B.耐久方法

- ・C- 9 (III-3-3) 試験名:電位サイクル(起動停止)試験方法
- ・C-10 (III-3-3) 試験名:電位サイクル(負荷応答)試験方法
- ・C-11 試験名:高温定常連続運転
- ・C-12 試験名:水素欠乏に対する触媒耐性評価(アノード電位変動耐久)
- ・C-13 試験名:水素欠乏に対する触媒耐性評価(水電解耐久)
- ・C-14 試験名:燃料コンタミ評価(アノード触媒)

注) 黒字:策定済

灰字:現在、未策定。今後、策定予定。

(4)拡散層

A. 評価方法

- G- 1 試験名:ガス拡散抵抗
- G- 2 試験名:電気抵抗(貫通方向)
- G- 3 試験名:熱抵抗(貫通方向)
- G- 4 試験名:ばね特性

B.耐久方法

- G- 5 試験名:繰り返し荷重試験方法
- G- 6 試験名:高電位腐食試験方法

(5)ハイポラプレート

A. 評価方法

- B- 1 試験名:接触抵抗試験方法(対GDL)
- B- 2 試験名:接触抵抗試験法(対BPP)
- B- 3 試験名:密着性試験方法(表面処理層)

B.耐久方法

- B- 4 試験名:耐食性試験方法(アノード腐蝕)
- B- 5 試験名:耐食性試験方法(カソード腐蝕)
- B- 6 試験名:対冷却水耐食性

(6)Appendix

- ①標準材料とMEA仕様
- ②セルの仕様と使い分け
- ③コンディショニング方法
- ④標準材料による性能評価・耐久性の評価結果例

注) 黒字:策定済

灰字:現在、未策定。今後、策定予定。

1. 初めに

NEDO事業の「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業／共通課題解決型基盤技術開発／電気化学的特性測定技術の研究開発」において、燃料電池の小型単セルを用いたセル評価解析プロトコルの策定を進めています。

NEDO事業においては、固体高分子形燃料電池(PEFC)の高性能、高耐久、低コスト化を目指して種々の研究機関で様々な新規材料の開発が進められています。これらの新規の材料を共通な評価方法、耐久方法で試験し公平に評価することで開発の促進をはかることができます。この共通な評価方法、耐久方法としてセル評価解析プロトコルの策定を推進しています。

セル評価解析プロトコルについては、燃料電池実用化推進協議会(FCCJ)が平成19年(平成23年改訂)にMEA材料の開発促進の必要性から「固体高分子燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」の小冊子を発行して、共通の評価方法・プロトコルの適用を提案、推進してきました。NEDO事業においては、FCCJが推奨するセル評価解析プロトコルを汎用のものとし、より幅広く活用されるよう平成22年度から平成26年度の「固体高分子形燃料電池実用化推進技術開発／基盤技術開発／セル評価解析の共通基盤技術」事業にて実施しました新規材料のMEA化技術、セル評価技術確立の内容を盛り込んだ「セル評価解析プロトコル」の小冊子を発行し、共通の評価方法の普及を推進してきました。

PEFCの研究開発レベルの向上により、従来の小冊子で記載されているセル評価解析プロトコルのみではPEFCの研究開発には不十分になってきており、新たに必要な評価項目に関してFCCJで見直しが行われました。その結果は2020年3月に公開されましたが、その評価項目の追加をうけ、実際にその項目を共通の評価解析方法で行うセル評価解析プロトコルの検討をNEDO事業の「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業／共通課題解決型基盤技術開発／電気化学的特性測定技術の研究開発」で進め、追加項目の一部についてセル評価解析プロトコルを策定して2022年3月版として公開を行なっています。今回、新たに拡散層、バイポーラプレートも含めた評価解析プロトコルの策定を行いましたので2023年5月版として公開いたします。

今後、未策定のプロトコルにつきましても策定を進め、順次、公開を行っていく予定であります。

2. FCCJ推奨の各要素の性能項目-1

経済産業省、NEDOのロードマップ等の達成すべきターゲット、達成性能レベルを実現するために、MEAおよびMEA構成材料に関してセル、MEAでの性能項目をFCCJとして以下の表に示すように定めています。

電解質膜に関しては、セル、MEAとして性能評価を行うためには膜として最低限、自立することが必要があるため膜単体として必要な特性についても示しています。

■電解質膜として機能するために必要な性能項目（FCCJ推奨）

要素	項目	条件等		単位	評価法		備考
					ツール	手法	
電解質膜	プロトン伝導度	@80℃	RH100%	S/cm	面内：膜単体	Ⅲ-1 電解質膜材料物性・耐久性評価方法 Ⅲ-1-1 プロトン伝導度測定方法（交流インピーダンス法）	
		@120℃-150℃（仮）	RH30% （≒RH0）				
	耐水性 （水への溶解、流出）				膜単体	浸漬前後の有機/無機成分量測定し、重量維持率を算出	
	耐熱性	上限温度指標：分解温度・融点・揮発性 下限温度指標：凍結温度		℃	↑	上限温度：TG,DSC,DMA 下限温度： Ⅲ-1-4 軟化点（ガラス転移点）測定方法	
	化学的耐久性	H ₂ O ₂ ガス暴露試験			↑	Ⅲ-1-7 電解質膜の化学的耐久性評価方法 （H ₂ O ₂ ガス暴露法）	
	機械強度	水による膨潤・収縮耐性		%	↑	Ⅲ-1-5 体積膨潤率測定方法	
		熱による膨潤・収縮耐性		%	↑	Ⅲ-1-5 体積膨潤率測定方法と同様な方法で測定	
		引張強度		MPa	↑	引張試験機により測定	
		破断伸び		%	↑	↑	
		引張弾性率		%	↑	↑	
		突き刺し強度		N	↑	突き刺し試験 （フィルム突き刺し試験 JIS規格に準拠）	
		圧縮クリープ		%	↑	圧縮クリープ機により測定	
	ガスバリア性	水素のガス透過性	40℃-80℃	cm ³ /(cm ² ・s・kPa)	↑	Ⅲ-1 電解質膜材料物性・耐久性評価方法 Ⅲ-1-2 ガス透過性測定方法（水素/酸素） （40℃-80℃ RH20%-RH95%）	
			80℃-150℃				
					Ⅲ-1-2と同じ測定手法でいかなかの確認必要 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。		

2. FCCJ推奨の各要素の性能項目-2

■ P E F Cの主要要素の性能項目と評価法 (FCCJ推奨)

要素	項目	条件等	単位	評価法		備考		
				ツール	手法			
触媒 (層)	ORR活性 @0.9V [A/cm ²] (MEA カソード触媒)	RDE	A/cm ²	RDE	Ⅲ-2 触媒活性・耐久性評価方法(ハーフセル) Ⅲ-2-1 ORR活性評価方法			
		セル (80℃)		セル (MEA)	Ⅲ-3 MEA評価方法 Ⅲ-3-2 ORR活性評価方法			
		セル (120℃-150℃) (仮)			Ⅲ-3 MEA評価方法 Ⅲ-3-2 ORR活性評価方法: 120℃-150℃条件追加			
	HOR性能 (アノード触媒)	セル (80℃)	セル (MEA)	触媒層抵抗過電圧測定: 水素ポンプ法による測定				
		セル (120℃-150℃) (仮)		触媒層抵抗過電圧測定: 水素ポンプ法による測定-120℃-150℃でも同じ方法でいのかの検討。				
	酸素拡散抵抗	セル (80℃)	sec/m	↑	限界電流密度法			
		セル (120℃-150℃) (仮)			限界電流密度法: 120℃-150℃でも同じ方法でいのかの検討			
	プロトン輸送抵抗 (追加)	低加湿 (RH50%以下)	セル (80℃)	↑	EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy)			
			セル (120℃-150℃) (仮)		EIS: 120℃-150℃でも同じ方法でいのかの検討			
	耐久性	起動停止			RDE等	Ⅲ-2-2 電位サイクル試験方法 1/2	Final Target として60000サイクル (ECSA低下率が50%以下)	
		電位変動	セル (80℃)		セル (MEA)	Ⅲ-2-2 電位サイクル試験方法 2/2	Final Target として40万cycle (ECSA低下率が50%以下)	
			セル (120℃-150℃) (仮)		↑	電位変動 (0.6V-0.95V) サイクル耐久を120℃ (当面)、150℃ (将来) で検討 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める		
		高温定常連続運転	セル (120℃-150℃) (仮)		↑	120℃ (当面)、150℃ (将来) で一定電圧で数時間 (ex.5時間) 連続運転し性能評価 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。	・現状の乗用車でも起きている高温運転環境を想定した評価 ・商用車向けの条件は別途、耐久条件の検討は進めて決めていく。	
		水素欠乏に対する触媒耐性評価 : アノード電位変動耐久				↑	Ca-Air/An-N ₂ 過加湿状態で0.1V-1.15Vで電位サイクル耐久	試験前後でECSA、触媒層抵抗、ガス拡散抵抗等を測定。
		水素欠乏に対する触媒耐性評価 : 水電解耐久				↑	過加湿状態で一定電位掃引 (0.7A/cm ²) で運転、インターロック (-2.0V) で終了。	試験前後でECSA、触媒層抵抗、ガス拡散抵抗等を測定。
燃料コンタミ評価 (アノード触媒評価)				↑	H ₂ +コンタミ成分 (H ₂ S,CO等) /Air 250kPa (絶対圧) で0.6V定常運転し試験前後の特性比較			

2. FCCJ推奨の各要素の性能項目-3

■ P E F C の主要要素の性能項目と評価法 (FCCJ推奨)

要素	項目	条件等		単位	評価法		備考		
					ツール	手法			
電解質膜	プロトン輸送抵抗	@ 80℃	RH100%		面直：セル (MEA)	HFR 水素ポンプ法	膜単体に関しては別途記載する。		
			RH30%			HFR (精度の確認が必要な場合はEISを併用)			
		@120℃-150℃	RH30%		未定	←		冷却水120℃までの運転を想定し材料評価としては150℃の評価も想定。 RH≒0についても水蒸気量として定義する。	
			(≒RH0)						
	ガスバリア性	水素のガス透過性	40℃-80℃	cm ³ /(cm ² ・s・kPa)	膜単体	↑	Ⅲ-1 電解質膜材料物性・耐久性評価方法 Ⅲ-1-2 ガス透過性測定方法(水素/酸素) (40℃-80℃ RH20%-RH95%)		
			80℃-150℃				Ⅲ-1-2と同じ測定手法でいかなの確認必要 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。		
		酸素のガス透過性	40℃-80℃				Ⅲ-1 電解質膜材料物性・耐久性評価方法 Ⅲ-1-2 ガス透過性測定方法(水素/酸素) (40℃-80℃ RH20%-RH95%)		
			80℃-150℃				Ⅲ-1-2と同じ測定手法でいかなの確認必要 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。		
	水蒸気の透過性		g/(cm ² ・s・kPa)	↑	Ⅲ-1-3 水蒸気透過性測定方法 (80℃ 平均RH30%(35%-25%))				
	熱水耐性： 熱水浸漬試験 80℃純水 100時間 後の残存率	IEC残存率		%	↑	Ⅲ-1-6 1/2,2/2 熱水浸漬試験方法			
		プロトン伝導度残存率		%					
		引張強度、伸び残存率		%					
		イオン溶出特性 (F-,SO42-)							
	耐久性	OCV	90℃		セル (MEA)	↑	Ⅲ-3-1 高電位 (OCV) 保持試験方法 加圧 (250kPa 絶対圧 出口) OCV保持試験方法の追加 従来のOCV耐久を120℃ (当面) 、150℃ (将来) で検討加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。		
			120℃-150℃ (仮)						
Dry/Wet		80℃	↑				Ⅲ-1-8 電解質膜の影響耐性評価方法 (湿度サイクル試験) 2/2		Final Target として、> 20000回 (クロスオーバー電流の増加が初期の10倍になるまでの時間)
		120℃-150℃ (仮)					従来のDry/Wet耐久を120℃ (当面) 、150℃ (将来) で検討。 加湿条件は外部加湿無しと低加湿条件を検討し、結果を見て加湿条件を決める。		

2. FCCJ推奨の各要素の性能項目-4

■ P E F Cの主要要素の性能項目と評価法 (FCCJ推奨)

要素	項目	条件等		単位	評価法		備考	
					ツール	手法		
拡散層	ガス拡散抵抗	アノード(水系)	80℃	sec/m	セル (MEA)	限界電流密度法		
			120℃-150℃ (仮)			限界電流密度法：120℃-150℃でも同じ方法でいいかの検討		
		カソード(酸素)	80℃			↑	限界電流密度法	
			120℃-150℃ (仮)				限界電流密度法：120℃-150℃でも同じ方法でいいかの検討	
	ばね特性 (参考値)	アノード	80℃	Gpa/m	GDL単体		応力-歪測定	
			120℃-150℃ (仮)					
		カソード	80℃					
			120℃-150℃ (仮)					
	電気抵抗 (貴層方向)			80℃	mΩ cm ²	↑	加圧下での電気抵抗測定	
				120℃-150℃ (仮)			加圧下での電気抵抗測定:120℃-150℃でも同じ方法でいいかの検討	
熱抵抗 (貴層方向)			80℃	K cm ² /W	↑	例, ISO 22007-2ホットディスク式 熱伝導度測定法		
			120℃-150℃ (仮)			例, ISO 22007-2ホットディスク式 熱伝導度測定法: 120℃-150℃でも同じ方法でいいかの検討		
耐久性	繰り返し荷重試験				↑	繰り返し荷重試験法	試験後に応力歪測定、電気抵抗、熱抵抗、ガス拡散抵抗測定を実施	
	高電位腐食試験				↑	高電位腐食試験法		
バイポーラプレート (BPP)	接触抵抗試験	対GDL		mΩ cm ²	BPP単体	接触抵抗試験法		
		対BPP			↑	今後検討して設定		
	密着性試験	表面処理層		mΩ cm ²	↑	密着性試験法		
	耐食性試験	アノード腐蝕		mol cm ⁻² h ⁻¹ (Fe,その他基材 元素溶出量)	↑	アノード腐蝕試験法		
		カソード腐蝕		mol cm ⁻² h ⁻¹ (Fe,その他基材 元素溶出量)	↑	カソード腐蝕試験法		
対冷却水耐食性		mW cm ²	↑	今後検討して設定				

注：1. 備考に示す通り、現在FCCJにて議論中の案がある。ただし、今後検証をし評価方法を決めていく必要があり、場合によっては今後変更することもある。
2. 各要素の目標値は同時に達成することを目指すべき。

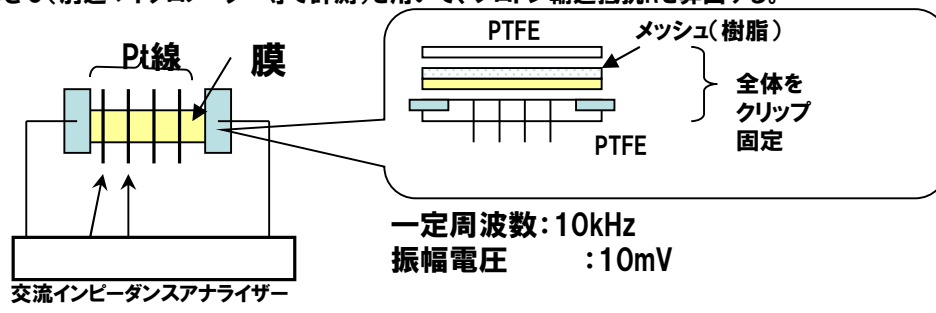
3. セル性能評価プロトコル

1で示した性能項目についてのFCCJが推奨する評価手法、耐久性評価方法として個々の項目に対して評価プロトコルを以下のように策定しました。

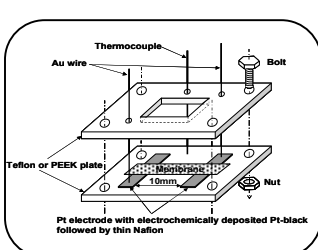
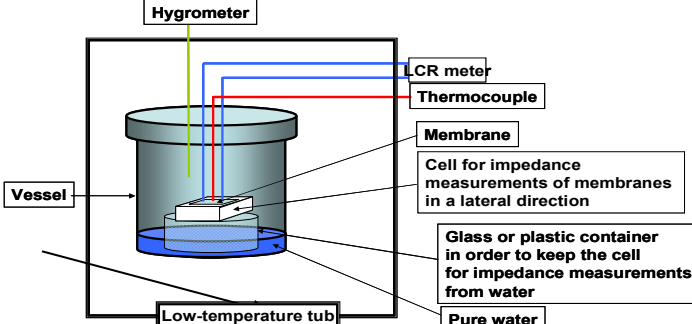
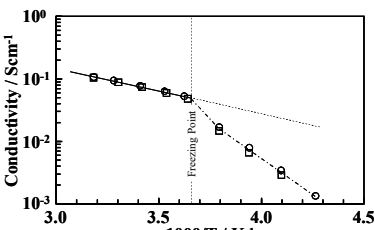
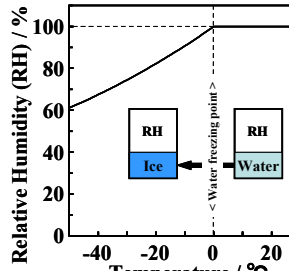
(1) 電解質膜

A 膜単体での評価方法:M-1(III-1-1). 試験名:プロトン伝導度測定方法

M-1(III-1-1) 試験名: プロトン伝導度測定方法 1/2

目的	電解質膜のプロトン伝導度(プロトン輸送抵抗)を測定する。
テスト方法	<p>膜平面方向で測定を行うのが最も簡便で正確に測定しうる。 4端子法とする。形状は下記を参考とする(任意)。</p> <ol style="list-style-type: none"> 膜サイズとして、1cm幅×7cm長 膜下面に等間隔(1cm)にPt線(線径:0.5mmφ)を配置し接触させる。 電極間に交流電圧を印加し、Pt線間隔を変えたときのインピーダンスを測定する。間隔に対する抵抗の傾きΔRを求める。(以下) 電解質膜の厚さδ(別途マイクロメーター等で計測)を用いて、プロトン輸送抵抗Rを算出する。 <div style="text-align: center;">  <p>一定周波数: 10kHz 振幅電圧: 10mV</p> <p>交流インピーダンスアナライザ</p> <p>全体をクリップ固定</p> </div> <p>プロトン伝導度 σ (S/cm) = $1 / (\text{抵抗傾き } \Delta R \text{ (}\Omega/\text{cm)} \times \text{膜断面積 (cm}^2\text{)})$ プロトン輸送抵抗 R (Ωcm^2) = $1 / (\sigma \text{ (S/cm)} / \text{膜厚 (cm)})$</p>
条件	恒温恒湿槽内で実施する。 80℃(湿度:30~95%RH)(熱水浸漬試験法の条件に準拠)

M-1(III-1-1) 試験名: プロトン伝導度測定方法 2/2

目的	氷点下における電解質膜のプロトン伝導度を測定する。
テスト方法	<ol style="list-style-type: none"> ①サンプル形状は、図M-1-2のように10mm×30mm ②膜試料は、事前に水に漬けて含水させ、表面の水滴を軽くふき取った後、ホルダーに装着する。 ③図M-1-1のようにホルダー内に試料が浸からないよう水を入れる。 ④Nは1以上。 ⑤-30℃～40℃の範囲を低温側から10℃刻みで測定のこと。 ⑥各温度で6時間以上放置し、プロトン伝導度が安定したことを確認すること。 <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div data-bbox="242 1388 556 1678">  <p>図M-1-2 ホルダー拡大図</p> </div> <div data-bbox="571 1388 1256 1709">  <p>図M-1-1 ホルダー</p> </div> </div>
テスト例と留意点	<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div data-bbox="228 1740 599 2009">  <p>Nafion112での測定結果</p> </div> <div data-bbox="614 1844 971 1989"> <p>注意事項: 右図のように過飽和水の水蒸気圧と氷の水蒸気圧では異なるので、0℃を境にプロトン伝導の傾きも変わる</p> </div> <div data-bbox="999 1740 1285 2009">  </div> </div>

M-2(Ⅲ-1-4). 試験名:軟化点(ガラス転移点)測定方法

M-2(Ⅲ-1-4) 試験名: 軟化点(ガラス転移点)測定方法

<p>目的</p>	<p>電解質膜の軟化点(ガラス転移点)に関連した物性として、動的粘弾性 (Dynamic Mechanical Analysis: DMA) の評価を行う。</p>
<p>テスト方法</p>	<ul style="list-style-type: none"> 電解質膜の試料を作製する。専用のカッターを用い、電解質膜を所定の寸法(長さ:30 mm、幅:5 mm)に打ち抜く。なお、打ち抜く際には試料の方向性に注意する。通常は、MD(Machine Direction、製膜の流れ方向)とTD(Transverse Direction、MDの直角方向)の2方向について、試料を作製する。 試料を装着する。試料の両端をチャックした後(つかみ間距離:25 mm)、弛みを取り除くために所定の荷重(10 cN)を加える。 測定を開始する。加振条件は、類似特性の膜に対して一般的に用いられている値(周波数:10Hz、歪み:つかみ間距離の0.1%)を用いる。 一定温度条件(RH50%程度)において、温度をスイープさせる。液体窒素・吸入空気ブレンド比とヒーター出力により、-70℃から2℃/minの勾配で温度を上昇させる。上限温度は、スルホン酸基の熱安定性を考慮して200℃とするが、試料によっては、試料がチャック部へ融着することを防止するため、150℃程度とする場合もある。 測定の再現性を高めるため、装置は恒温恒湿ルーム(23℃・RH50%)に設置することが望ましい。また、電解質膜も同ルームに保管し、少なくとも1日の静置期間を置く。電解質膜を取り扱う際には、ゴム手袋や指サックを着用し、素手が直接触れないように注意する。 <p>ロードセルの静的および動的変位: $FD_0 + \Delta FD$ 試料のうける静的ちから $SF = Kf * FD_0$ 試料のうける動的ちから $DF = Kf * \Delta FD * (1 - (f/f_c)^2)$ $f_c = (Kf/Mf)^{1/2} / 2\pi$ 試料の現在長 $SL_t = SL_0 + SD - SF * (1/K_s + 1/K_f)$ 試料の動的変位 $DD_t = DD - \Delta FD$ 試料のバネ定数 $Z = DF / DD_t$ 試料の弾性率 $E = Z * SL_t / (\text{断面積})$</p> <p>定盤 Mb (移動台1、移動台2、ロードセル等の固定部分の質量もここに含まれる)</p>

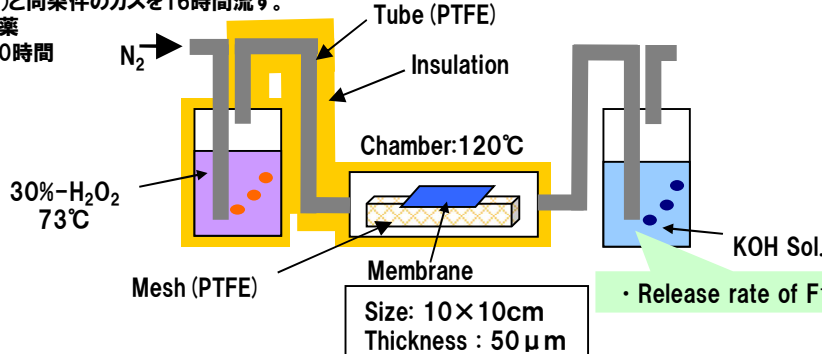
M-3(Ⅲ-1-5). 試験名:体積膨張率測定方法

M-3(Ⅲ-1-5) 試験名: 体積膨潤率測定方法

<p>目的</p>	<p>電解質膜の体積膨潤率の評価を行う。</p>
<p>テスト方法</p>	<ul style="list-style-type: none"> 約6cm角の電解質膜に、5cm幅の寸法測定用の基準線を引く。(図参照) 常温、常湿時において、試料辺長さ4点(≒5cm、上下左右)とサンプル膜厚5点(4隅+中央)の平均値を各々の「基準値」とする。 ※ MDとTDがある場合は、上下および左右で平均化する。 ※ サンプル辺長さ計測には、0.5mm目盛りの定規を使用する。 ※ サンプル膜厚計測には、マイクロメーターを用いる。 80℃純水を入れたビーカーに試料を1時間浸漬させた後、取り出す。 膜を常温純水のバットに移し、すばやくサンプル辺長さ4点(基準値5cmの辺)、サンプル膜厚5点(下図×印)を測り、「吸水値」とする。(図参照) 下記式にて、膨潤率を算出する。 膨潤率(%) = (「吸水値」-「基準値」)/「基準値」×100 <p>× 測定点</p> <p>基準線</p> <p>図M-3-1 膨潤率測定試料</p>

M-4(III-1-7). 試験名:電解質膜の化学的耐久性評価方法 (H₂O₂ガス暴露法)

M-4(III-1-7) 試験名:電解質膜の化学的耐久性評価方法 (H₂O₂ガス暴露法) 1/2

<p>目的</p>	<p>電解質膜耐熱性の評価燃料電池環境を模擬した条件下で電解質膜の化学的劣化を加速し、その耐久性能を評価する。(旭硝子法)</p>
<p>テスト方法</p>	<p>①試験片サイズ: 10cm×10cm×厚み50μm ②N数: 1枚 ③手順 1)電解質膜(10cm×10cm×厚み50μm)を120℃に加温されたチャンバー内に設置されたメッシュ(材質PTFE)上に置く。(※1) 2)73℃に加温された30%過酸化水素水(※2)中に窒素を吹き込み(50ml/min)、そのガスをチャンバー(材質PTFE)内に導く。 3)電解質膜が劣化して発生する分解ガスを、0.1N-水酸化カリウム溶液でトラップする。(※3)</p> <p>※1:試験前に上記2)と同条件のガスを16時間流す。 ※2:特級グレード試薬 ※3:試験時間は100時間</p>  <p>図M-4-1 H₂O₂ガス暴露法(旭硝子法)試験装置概略</p>

M-4(III-1-7) 試験名:電解質膜の化学的耐久性評価方法 (H₂O₂ガス暴露法) 2/2

<p>テスト(測定)項目</p>	<p>フッ素系電解質膜 ・フッ素イオンの排出速度(100h経過までの排出挙動)</p> <p>炭化水素系電解質膜(FCCJステコミ検討グループの暫定法。検討継続予定) ・重量減少率(100h経過までの減少挙動) ・分子量変化(100h経過までの変化挙動) ・スルホン酸基の排出(100h経過までの排出挙動)</p> <p>※テスト結果の評価に関しては今後、第三者機関を通して実施する。</p>
<p>テスト(測定)条件</p>	<p>・フッ素イオン排出速度:トラップした水酸化カリウム溶液中のフッ素イオン濃度をイオンクロマトグラフィで計測し、フッ素イオンの排出速度を算出 ・重量減少率:[(試験前の重量)-(試験後重量<熱水抽出10h後>)]/(試験前の重量)×100 ・分子量:GPC</p>
<p>参考文献</p>	<p>第54回高分子討論会予稿集(2005) Vol.54, 1R11</p>

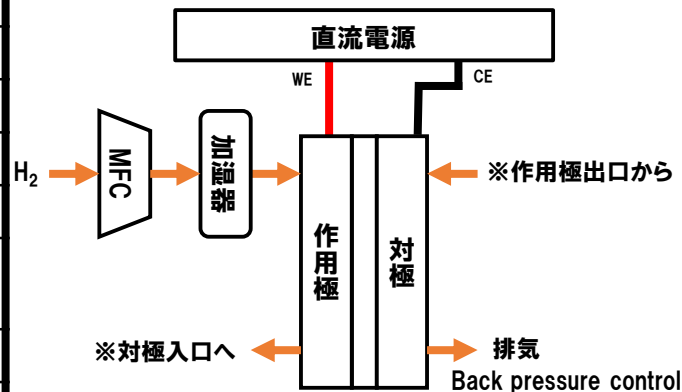
M-5. 試験名:プロトン輸送抵抗(電解質膜)

下記の条件に従って、水素ポンプ法(Hydrogen Pump Test)により電解質膜の面直方向のプロトン伝導度(プロトン輸送抵抗)の測定を行う。

テスト方法
測定条件

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	H ₂	H ₂
カソードガス種	H ₂	H ₂
アノードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
カソードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
設定ガス圧力 (背圧)	150 kPa (絶対圧)	150 kPa (絶対圧)
セル温度	70℃	70℃
アノード露点 (相対湿度)	44.6℃ (RH 30%)	44.6℃ (RH 30%)
カソード露点 (相対湿度)		
電流密度	0.005, 0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 A/cm ²	
保持時間	3 min	

装置構成



テスト手順:

○電気抵抗 R_C の計測

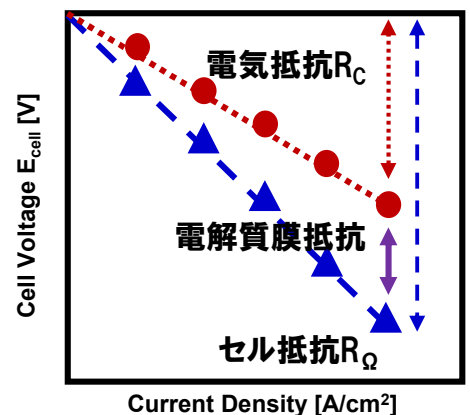
- ・ブランクセル(電解質膜無しのGDL, MPLのみ)を評価装置にセッティングする。
- ・ガスを流さずに1.0A/cm²の電流を印加しそのときの電圧の値を測定し、セル電圧と電流密度の傾きから電気抵抗 R_C を算出する。

○セル抵抗 R_Ω の計測

- ・セルを評価装置に取り付け、所定の条件でエージングを行う。
- ・作用極出口の配管を対極の配管につなげ漏れがないことを確認する。
このとき配管中での結露を防ぐため接続する配管を加熱*する。
*装置によるが、一般的にセル温度+10℃~20℃の温度に設定する。
- ・所定のガス圧で所定のガス流量を流し、セル温度、露点を設定した値にして、0.005 A/cm² - 0.5 A/cm²の電流密度を測定条件の間隔で印加し、所定の時間(3min)保持した時の電圧の値を測定する。
- ・測定したセル電圧 E_{cell} と電流密度をプロットしてその傾きから、セル抵抗 R_Ω を算出する。

○電解質膜抵抗 R の計測

- ・セル抵抗 R_Ω から電気抵抗の R_C を差し引き、電解質膜の面直方向の抵抗を算出する。



参考文献

- K. C. Neyerlin et.al., Journal of The Electrochemical Society, 152 6 A1073-A1080 2005
- K. C. Neyerlin et.al., Journal of The Electrochemical Society, 154 2 B279-B287 2007
- K. C. Neyerlin et.al., Journal of The Electrochemical Society, 154 7 B631-B635 2007

M-6(III-1-2). 試験名:ガス透過性測定方法(水素/酸素)

M-6(III-1-2) 試験名: ガス透過性測定方法(水素/酸素)

目的	電解質膜の反応ガス透過性を測定する。
テスト方法	<p>【ガス透過測定(湿潤状態)】 方法:等圧法 試験片サイズ(透過面直径):10~150mmΦ(セル形状による) 試験数:N=3 測定温度(標準的範囲):40~80℃ 相対湿度:10~95%(相対湿度は流すガスの流量と恒温槽温度で調整) 測定ガス:水素、酸素など キャリアガス:測定ガスが水素の場合はアルゴンガス 測定ガスが水素以外の場合はヘリウムガス</p> <p style="text-align: center;">図M-6-1 水素/酸素透過性測定方法の概略図</p>

M-7(III-1-3). 試験名:水蒸気透過性測定方法

M-7(III-1-3) 試験名: 水蒸気透過性測定方法

目的	電解質膜の水蒸気透過性を測定する。(RH30%条件)
テスト条件	<p>方法:等圧法 試験片サイズ(透過断面積):20~25cm²程度(セル形状による) 膜厚:複数種(3種類以上が望ましい) 試験数:N=3 測定温度:80℃ 相対湿度:平均RH30%(35%-25%) 測定ガス:水蒸気 キャリアガス:窒素</p> <ul style="list-style-type: none"> 電解質膜の両側に相対湿度差を設けたキャリアガスを供給する。(RH35%-25%) 透過した水(水蒸気)量を、鏡面露点計または熱交換器を用いた凝縮水回収法により算出する。 異なる膜厚のサンプルを測定し、膜厚の増加分に対する透過量の逆数(=透過抵抗)の変化から正味の透過抵抗を得る。(右図) <p style="text-align: center;"> $\text{水蒸気透過性} = \frac{1}{(\text{正味透過抵抗} \times \text{膜厚})}$ $(\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{kPa})) \quad ((\text{cm}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{kPa})/(\text{cm} \cdot \text{g})) \quad (\text{cm})$ </p>
テスト方法	<p style="text-align: center;">水蒸気透過性測定方法の概略図</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 10px auto;"> <p>MFC : Mass flow controller Tc : Thermocouple P : Pressure gage B : Ball valve Pg : Differential pressure gage</p> </div>
留意点	<ul style="list-style-type: none"> セル性能に関する重要物性である膜内部(正味)の水蒸気透過量を測るため、複数の膜厚サンプルを使用する。 複数の膜厚サンプルが用意できない場合は、ホットプレスにて膜厚の異なるサンプルを作製し、測定する。その際、基準となる1枚の膜もホットプレスを施して測定すること。
参考文献	K.Aotani, S.Miyazaki, N.Kubo, M.Katsuta, ECS Trans. 16, 341 (2008).

M-8(Ⅲ-1-6). 試験名:熱水浸漬試験方法(耐熱評価)1/2

M-8(Ⅲ-1-6) 試験名: 熱水浸漬試験方法(耐熱評価) 1/2

目的	電解質膜の耐熱性の評価を行う。
テスト方法	<p>①試験片サイズ: 50mm×150mm(JIS準拠の引っ張り試験を実施する場合)※1 任意サイズ(引っ張り試験をJIS準拠しない場合)</p> <p>②N数: 各7枚が望ましい</p> <p>③手順</p> <ol style="list-style-type: none"> 1)試験片と50(～100)mlの純水(イオン交換水)をテフロン容器(またはガラス容器)に入れる。 2)このテフロン容器をSUS製圧力容器(オートクレーブ)に収める。 3)このSUS製圧力容器を恒温槽に入れて、所定の温度(※2)および時間放置(※3)する。 4)前後の評価項目の推定残存率を評価する(※4)。 <div style="text-align: center;"> <p>図M-8-1 熱水浸漬試験装置概略</p> </div>

M-8(Ⅲ-1-6). 試験名:熱水浸漬試験方法(耐熱評価)2/2

M-8(Ⅲ-1-6) 試験名: 熱水浸漬試験方法(耐熱評価) 2/2

テスト方法	<p>※1 : 試験片は評価後、引っ張り試験に必要な大きさに切り出して評価する。</p> <p>※2 : 温度は開発世代に合わせて、100℃、120℃の2水準から選択とする。 (定置用の場合は85℃の水準も選択肢とする)</p> <p>※3 : 1,000時間放置が望ましいが必要に応じて、推定を認める(最低100時間)</p> <p>※4 : 各評価項目測定前に110℃、24時間真空下で乾燥させる。</p>
テスト(測定)項目	<p>・熱水浸漬前後の下記項目の推定残存率の評価</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. IEC 2. プロトン伝導度(Ⅲ-1-2に記載のプロトン伝導度測定方法により測定する。) 3. 引っ張り強度、伸び (N=7 上下値を除いたN=5 の平均) 4. イオン溶出特性(測定イオン種は、各社の膜物性に合わせる)
テスト(測定)条件	<p>・温度: 100℃、120℃の2水準±2℃(オートクレーブ使用)(定置用は85℃も選択肢とする)</p> <p>・IEC残存率 : 膜重量およびイオン交換基濃度(滴定法)より算出</p> <p>・プロトン伝導度 : 交流比抵抗から算出 測定温度は80℃、相対湿度は30,40,60,80,95%RH(湿度5水準)</p> <p>・引っ張り強度、伸び : JIS規格(JK7127)を参考とする。TPサイズは任意。</p>
参考文献	<p>●新エネルギー・産業技術総合開発機構 「固体高分子形燃料電池システム開発事業 固体高分子形燃料電池要素技術開発等事業 固体高分子形燃料電池用高耐久性炭化水素系電解質膜の研究開発」 平成14年度成果報告書 株式会社日立製作所</p> <p>●新エネルギー・産業技術総合開発機構 「燃料電池発電技術開発 固体高分子型燃料電池の研究開発 要素研究開発 (高性能電池実用化のためのイオン交換膜に関する研究)」 平成8年度、平成9年度成果報告書 旭硝子株式会社</p>

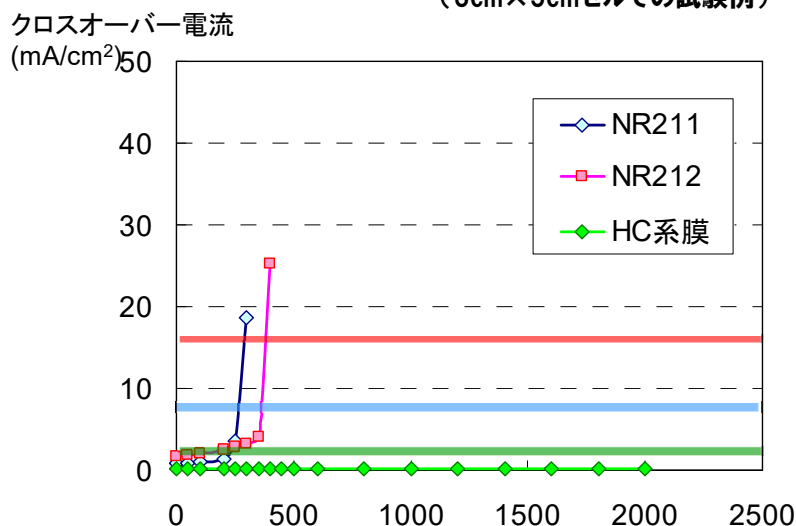
M-9(III-3-1). 試験名:高電位(OCV)保持試験方法

・以下の方法で電解質膜の化学的劣化耐久性を評価する。

高電位保持試験方法	
コンディショニング	所定のコンディショニングを行う。
初期診断	プロトコルC-1、C-2、C-3に記載のI-V、ECA、クロスオーバー電流を測定する。
高電位保持	アノード:0.500L/min, カソード:Air 1.000NL/min (1cm×3cmセル) アノード:H ₂ 0.829 NL/min, カソード:Air 0.829 NL/min (JARI標準セル) Tcell=90°C, Tda=Tdc=61°C (RH30%) 開回路電圧(OCV)で保持。
途中診断	50~100時間ごとにプロトコルC-3に記載のクロスオーバー電流測定を行う。 必要に応じてプロトコルC-1およびC-2に記載のI-V測定、ECA測定を行う。
フッ化物イオン濃度測定 (フッ素系膜対象)	途中診断の際に、アノードおよびカソード排水中のフッ素イオン濃度をイオンクロマトグラフで測定する。
試験終了条件	水素クロスリーク量が初期の10倍以上。 または500時間到達時。

・高電位(OCV)保持試験は電解質膜の化学的な劣化を加速するための評価試験法であると考えられてきたが、下図の例にも見られるように、水素クロスリーク量が初期クロスリークの10倍を越えるまでに2000時間以上を要する場合がある。しかしながら、このようにクロスリークに関して高い耐久性を示す膜も、セルの内部抵抗は顕著に増大することが判明しており、劣化が進んでいないわけではない。これらのことを鑑み、電解質膜の化学的耐久性の評価プロトコルについては、今後も必要に応じて改訂を行う。

上記プロトコルによるNR211膜、NR212膜、炭化水素系膜の高電位(OCV)保持試験結果例
(3cm×5cmセルでの試験例)



参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.20 III-3-1
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・"DOE Fuel Cell Program: Durability Technical Targets and Testing Protocols"
Nancy Garland, Thomas Benjamin and John Kopasz
ECS Trans. 2007, Volume 11, Issue 1, Pages 923-931.

M-10. 試験名:加圧高電位(OCV)保持試験方法

・以下の方法で電解質膜の化学的劣化耐久性を評価する。

高電位保持試験方法	
コンディショニング	所定のコンディショニングを行う。
初期診断	プロトコルC-1、C-2、C-3に記載のI-V、ECA、クロスオーバー電流を測定する。
背圧	250kPa abs. 出口
高電位保持	アノード:H ₂ 0.500 NL/min, カソード:Air 1.000 NL/min (1cm×3cmセル) アノード:H ₂ 0.829 NL/min, カソード:Air 0.829 NL/min (JARI標準セル) Tcell=90°C, Tda=Tdc=61°C (RH30%) 開回路電圧(OCV)で保持。
途中診断	22時間ごとにプロトコルC-3に記載のクロスオーバー電流測定を行う。 必要に応じてプロトコルC-1およびC-2に記載のI-V測定、ECA測定を行う。
フッ化物イオン濃度測定 (フッ素系膜対象)	途中診断の際に、アノードおよびカソード排水中のフッ素イオン濃度をイオンクロマトグラフで測定する。
試験終了条件	水素クロスリーク量が初期の10倍以上。

・高電位(OCV)保持試験は電解質膜の化学的な劣化を加速するための評価試験法であると考えられてきたが、下図の例にも見られるように、水素クロスリーク量が初期クロスリークの10倍を越えるまでに2000時間以上を要する場合がある。しかしながら、このようにクロスリークに関して高い耐久性を示す膜も、セルの内部抵抗は顕著に増大することが判明しており、劣化が進んでいないわけではない。これらのことを鑑み、電解質膜の化学的耐久性の評価プロトコルについては、今後も必要に応じて改訂を行う。

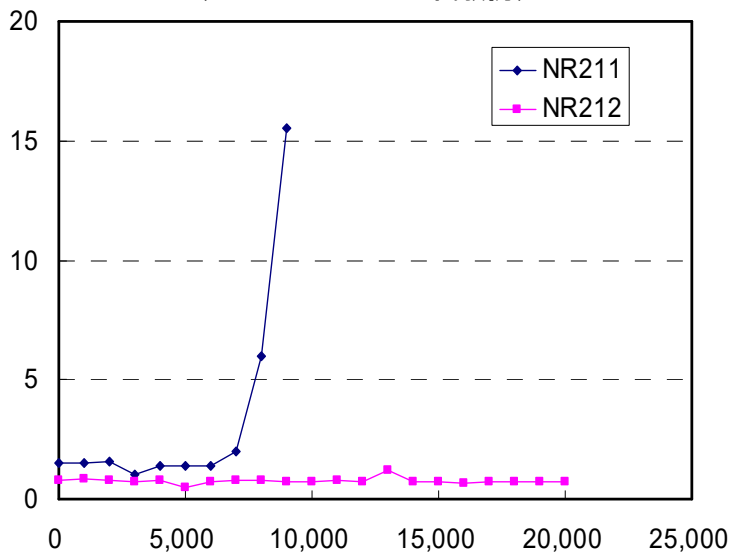
M-11(Ⅲ-1-8) 試験名: 電解質膜の膨潤耐性評価方法 (湿度サイクル試験)

・以下の方法で電解質膜の機械的劣化耐久性を評価する。

湿度サイクル試験方法	
セル組付け時の注意点	カーボン繊維による局所的劣化を防止するため、MPL付きのGDL(SGL24-BCH等)を使用する。
コンディショニング	所定のコンディショニングを行う。
初期診断	プロトコルC-1、C-2、C-3に記載のI-V、ECA、クロスオーバー電流を測定する。
湿度サイクル	アノード: N ₂ 800NmL/min, カソード: N ₂ 800NmL/min (JARI標準セル) Tcell= 80°C, Wet : Tda=Tdc= 90°C (RH 150%) 2min Dry : Tda=Tdc= Dry (RH 0%) 2min
途中診断	1,000cycle(67h)ごとにプロトコルC-3に記載のクロスオーバー電流測定を行う。 必要に応じてプロトコルC-1およびプロトコルC-2に記載のI-V測定、ECA測定を行う。
試験終了条件	水素クロスリーク量が初期の10倍以上。 または20,000cycle到達時。

・FCCJやDOEは、電解質膜の機械的な耐久性を評価する手法として湿度サイクル試験とそのプロトコルを提案している。しかし、その提案のプロトコルはセル構成や運転条件の詳細が規定されていなかったため、同じ電解質膜の評価結果のばらつきが非常に大きかった。セル評価プロジェクトにおいて評価結果に及ぼすセル構成や運転条件などの影響度を評価した結果、セル構造としてはMPLおよび皿ハネの有無による影響度が大きく、運転条件としては湿度サイクル周期の影響が大きいことが明らかになった。これらの検討を踏まえ、上記試験方法を決定した。湿度サイクルプロトコルについては、今後も必要に応じて改訂を行う。

上記プロトコルによるNR211膜(t 25 μm)とNR212膜(t 50 μm)の湿度サイクル試験結果例
(3cm×5cmセルでの試験例)



参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.16 III-1-8
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・"DOE Fuel Cell Program: Durability Technical Targets and Testing Protocols"
Nancy Garland, Thomas Benjamin and John Kopasz
ECS Trans. 2007, Volume 11, Issue 1, Pages 923-931.

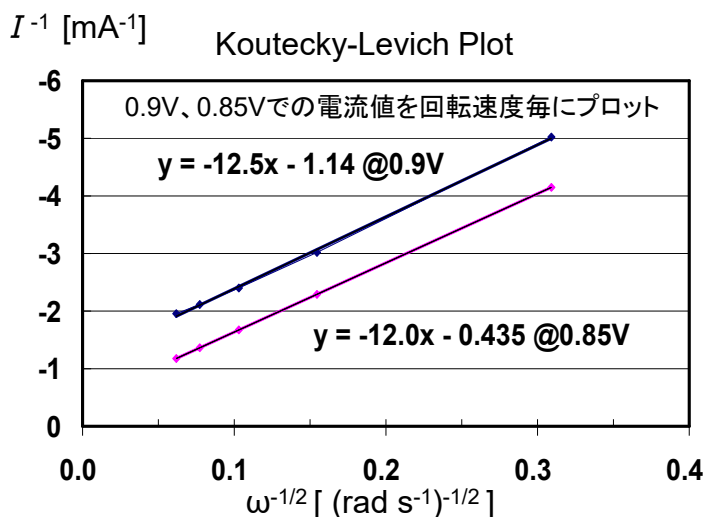
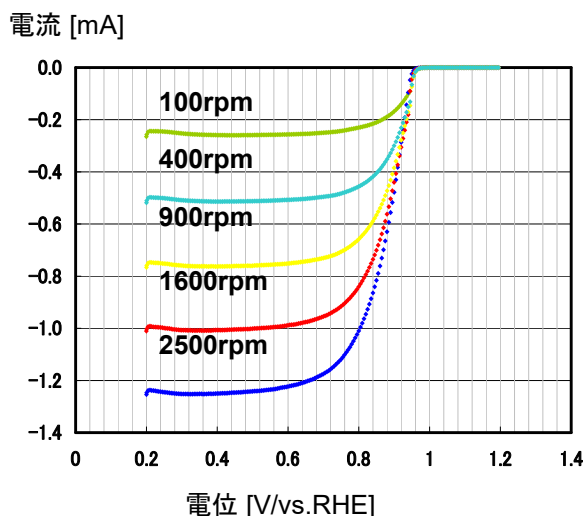
(2)電極触媒(ハーフセル・RDE)

R-1(III-2-1)試験名:ORR活性評価方法(ハーフセル)

・触媒材料単体としての電気化学的特性把握のため、回転電極(RDE)による評価を行う。

RDEによるECA測定・ORR活性評価法	
試験条件	試験温度 25℃ 電解質 0.1M HClO ₄ 溶存ガス O ₂ 飽和 電極回転速度 100, 400, 900, 1600, 2500 rpm
試験手順	① 清浄に洗浄されたセル*に電解質液を注ぎ、セルを所定温度に保ちながらガラスセル内に窒素をバブリングする。 *セル洗浄方法は下記FCCJ発行参考資料のp.19 III-2-3を参照。
	② 電極回転数ゼロの状態でのCVを実施する。再現性のあるボルタモグラムが得られるまで繰り返し実施し、ECAを求める。 CV条件: 0.05~1.20V, 50mV/s
	③ 30分間酸素をバブリングし、電解質液に酸素を飽和させる。
	④ 5水準の電極回転速度条件で10mV/sの対流ボルタンメトリーを実施し、0.9Vおよび0.85Vでの電流値を記録する。
	⑤ Koutecky-Levich式を用いて物質移動(酸素拡散)補正を行ない、0.9Vと0.85Vでの質量活性(A/g-Pt)と面積比活性(μA/cm ²)でORR活性を示す。

電極上に3.25 μgの白金を含む触媒を塗布したRDEでの測定例 (ECA 81.4 m²/g-Pt)



0.9Vでの質量活性は3.25 μgのPtに対し1.14⁻¹mAであるから(1.14⁻¹×10⁻³A)/(3.25×10⁻⁶g)= 270 A/g-Pt
 0.9Vでの面積比活性は (270 A/g-Pt) / (81.4m²/g-Pt) = 3.32 A/m²-Pt = 332 μA/cm²-Pt
 0.85Vでの質量活性は3.25 μgのPtに対し0.435⁻¹mAであるから(0.435⁻¹×10⁻³A)/(3.25×10⁻⁶g)= 708 A/g-Pt
 0.85Vでの面積比活性は (708 A/g-Pt) / (81.4m²/g-Pt) = 8.70 A/m²-Pt = 870 μA/cm²-Pt

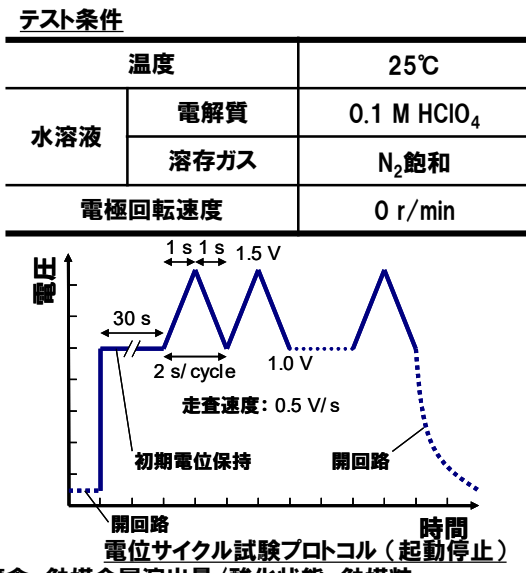
参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.17 III-2-1, p.19 III-2-3
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・Polymer Electrolyte Fuel Cell Degradation
Edited by Matthew M. Mench, Emin Caglan Kumbur, T. Nejat Veziroglu,
Academic Press (2011); p.148-152, 3.1.1. Electrochemical Half Cells

R-2(III-2-2). 試験名: 電位サイクル試験方法(ハーフセル) 1/2

R-2(III-2-2) 試験名: 電位サイクル試験方法 1/2

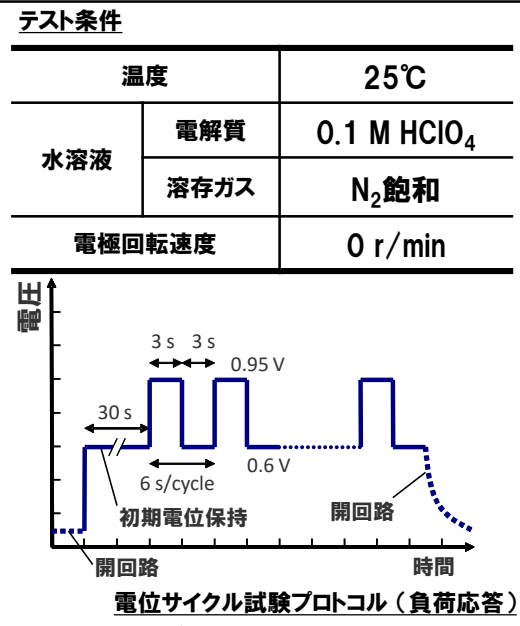
目的	触媒の電位サイクル試験により、起動停止耐久性の評価を行う。 (ハーフセル、RDEを推奨)	
テスト条件	右表を参照。	
テスト方法	<ul style="list-style-type: none"> 超音波洗浄や煮沸洗浄により、セルを十分に洗浄し、所定の濃度に調製した電解液をセルに注ぐ。 セルを所定の温度に制御しながら、ガラスセル内に窒素をバブリングする。 電極の回転数をゼロとした状態で、電極表面のクリーニングと表面積の測定のため、サイクリックボルタンメトリー(CV)を実施する。 (参考条件: 0.05~1.20 V vs. RHE, 50mV/s) 再現性のあるボルタモグラムが得られたら、右図のような条件・プロトコルに従い、電位サイクル試験を実施する。(高温: 60~80℃で実施しても可。) 途中、10~1000サイクル程度の頻度で、診断試験として、ORR活性評価(III-2-1)、CVを実施する(25℃)。電気化学的有効表面積(ECA)の求め方は、III-3-4を参照。(高温: 60~80℃で実施しても可。) ECAが初期の50%となるまで試験を継続する。 試験後の触媒材料の分析項目としては、触媒担体の腐食、触媒金属溶出量/酸化状態、触媒粒径変化などが挙げられる。 	
参考文献	2009年度 NEDO成果報告書 固体高分子形燃料電池実用化戦略的技術開発/要素技術開発/低白金化技術	



R-2(III-2-2). 試験名: 電位サイクル試験方法(ハーフセル) 2/2

R-2(III-2-2) 試験名: 電位サイクル試験方法 2/2

目的	触媒の電位サイクル試験により、負荷応答耐久性の評価を行う。 (ハーフセル、RDEを推奨)	
テスト条件	右表を参照。	
テスト方法	<ul style="list-style-type: none"> 超音波洗浄や煮沸洗浄により、セルを十分に洗浄し、所定の濃度に調製した電解液をセルに注ぐ。 セルを所定の温度に制御しながら、ガラスセル内に窒素をバブリングする。 電極の回転数をゼロとした状態で、電極表面のクリーニングと表面積の測定のため、サイクリックボルタンメトリー(CV)を実施する。 (参考条件: 0.05~1.20 V vs. RHE, 50mV/s) 再現性のあるボルタモグラムが得られたら、右図のような条件・プロトコルに従い、電位サイクル試験を実施する。(高温: 60~80℃で実施しても可。) 途中、10~1000サイクル程度の頻度で、診断試験として、ORR活性評価(III-2-1)、CVを実施する(25℃)。電気化学的有効表面積(ECA)の求め方は、III-3-4を参照。(高温: 60~80℃で実施しても可。) ECAが初期の50%となるまで試験を継続する。 試験後の触媒材料の分析項目としては、触媒担体の腐食、触媒金属溶出量/酸化状態、触媒粒径変化などが挙げられる。 	
参考文献	2009年度 NEDO成果報告書 固体高分子形燃料電池実用化戦略的技術開発/要素技術開発/低白金化技術	



(3)電極触媒・電極触媒層

A. 評価方法

C-1 試験名: I-V測定方法・過電圧分離解析方法

下記の条件に従って電流密度、セル電圧、セル抵抗を測定し、I-V特性から過電圧の分離解析を行う。

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル	JARI標準セル
燃料(H ₂)利用率	2%	5%	70%
酸化剤(Air)利用率	2% O ₂ ゲイン測定は必要に応じて行う。	5% O ₂ ゲイン測定は必要に応じて行う。	40% O ₂ ゲイン測定は必要に応じて行う。
設定ガス圧力	常圧	常圧	常圧
セル温度	80℃	80℃	80℃
アノード露点 (相対湿度)	*80℃ (RH 100%)	80℃ (RH 100%)	77℃ (RH 88%)
カソード露点 (相対湿度)	*80℃ (RH 100%)	80℃ (RH 100%)	60 (RH 42%)
電流密度と保持時間	①** 2,4,6,10,20,50,75,100 mA/cm ² (各5min) ②200,400,600,800,1000, 1500,2000mA/cm ² (各10min)	① 2,4,6,10,20,50,75,100 mA/cm ² (各5min) ② 200,400,600,800,1000, 1200 mA/cm ² (各10min)	① 25,50,75,100 mA/cm ² (各5min) ② 200,400,600,800,1000, 1200 mA/cm ² (各10min)
備考	* 80℃未満の露点でも測定する。 (より高いI-V特性が見込まれる場合) ** 20mA/cm ² 以上の電流密度が 確保できない新規触媒に対応するた め、2~10mA/cm ² の範囲でも測定 を実施する。	膜性能の湿度依存性を評価す るため、露点温度を低温度から 高温度まで振った測定を実施す る。高温性能評価としてセル温 度100℃、露点温度70℃も 実施可能。	O ₂ ゲイン測定時の O ₂ 利用率は8.4%

IR-free 電圧 (V)

I-V測定結果を基に、下記の手法によって過電圧の分離解析を行う。

$$E_{rev}(P_{H_2}, P_{O_2}, T) = 1.23 - 0.9 \times 10^{-3} (T - 298) + \frac{2.303RT}{4F} \times \log \left[\left(\frac{P_{H_2}}{P_{H_2}^*} \right)^2 \left(\frac{P_{O_2}}{P_{O_2}^*} \right) \right]$$

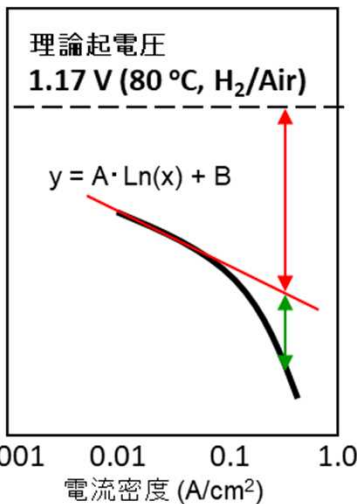
$P_{H_2}^* = P_{O_2}^* = 101.3 \text{ kPa}$

*左の例では理論起電圧算出は上式に以下の値を適用した。
T=80℃ (353 K), (P_{H₂}/P*H₂)=1.0, (P_{O₂}/P*O₂)=0.21

加湿、加圧によりガス中の水素分圧、酸素分圧は変化するので正確に理論起電圧を求めるには、その都度P_{H₂}およびP_{O₂}の値を計算する。

参考文献

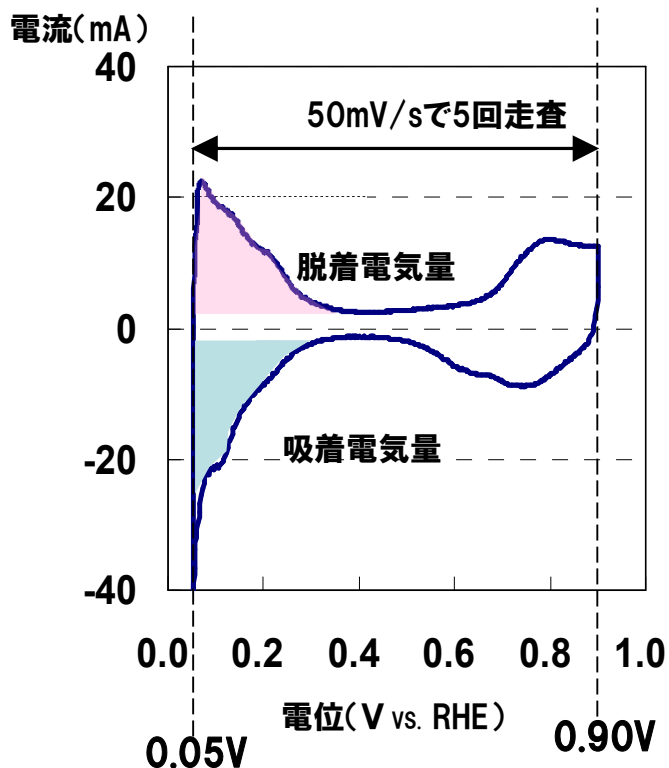
Handbook of Fuel Cells - Fundamentals, Technology and Applications,
Edited by Wolf Vielstich, Hubert A. Gasteiger, Arnold Lamm,
Vol. 3: Fuel Cell Technology and Applications, John Wiley & Sons, Ltd., p.597 (2003)



- ① 横軸電流密度(対数軸)、縦軸IR-free電圧としたTafelプロットを作成する。
- ② 低電流密度側で直線性がある3~4点の値から回帰直線の式を求める。
- ③ 分析したいポイントの電流密度の値を式のxとして代入し回帰式上での電圧yを求める。
- ④ 理論起電圧1.17 V*とyの値との差 1.17 - y を活性化過電圧とする。
- ⑤ 分析したいポイントの電流密度(A/cm²)×内部抵抗値(Ω·cm²)を拡散過電圧とする。
- ⑥ 電流密度xでの回帰式上での電圧yの値とIR-free電圧値との差を拡散過電圧とする。

C-2(III-3-4). 試験名:ECA測定方法

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル	JARI標準セル
H ₂ 流量	70 NmL/min	200 NmL/min	200 NmL/min
N ₂ 流量	166 → 0 NmL/min (測定前に窒素遮断)	500 → 0 NmL/min (測定前に窒素遮断)	200 → 0 NmL/min (測定前に窒素遮断)
設定ガス圧力	常圧	常圧	常圧
セル温度	40℃* 80℃	40℃* 80℃	40℃* 80℃
アノード露点 (相対湿度)	40℃* (RH 100%) 80℃ (RH 100%)	40℃* (RH 100%) 80℃ (RH 100%)	40℃* (RH 100%) 80℃ (RH 100%)
カソード露点 (相対湿度)	耐久性評価試験の途中 診断としてのECA測定は 80℃での測定のみを行う。	耐久性評価試験の途中 診断としてのECA測定は 80℃での測定のみを行う。	耐久性評価試験の途中 診断としてのECA測定は 80℃での測定のみを行う。
走査条件	窒素遮断後に0.05~0.9Vの間を50mV/sで5回走査する。		
ECA算出方法	走査5回目の水素吸着電気を測定し、210 μC/cm ² の値を用いてECAに換算する。ただし、吸着電気量と脱着電気量がほぼ等量と見なされる場合には脱着電気量からECAを算出してもよい(下図参照)。		
* 40℃でのECA測定	ECAは測定温度によって変化するため、RDEで測定されたECAとMEAのECAとの比較からPtの利用率を算出する場合には、RDEの測定条件(25℃)に近い40℃での測定と実セル運転条件に近い80℃での測定の両方を行う。		



測定例

カソードPt担持量	0.39	mg/cm ²
セル面積	1.00	cm ²
面積換算電気量	2.10×10^{-4}	C/cm ²
5回目脱着電気量	5.83×10^{-2}	C
Pt 表面積	278	cm ²
ECA	71.2	m ² /g-Pt
5回目吸着電気量	6.01×10^{-2}	C
Pt 表面積	286	cm ²
ECA	73.4	m ² /g-Pt

参考資料: 「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」 p.21 III-3-2
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行

・"Pt Utilization Analysis Using CO Adsorption"

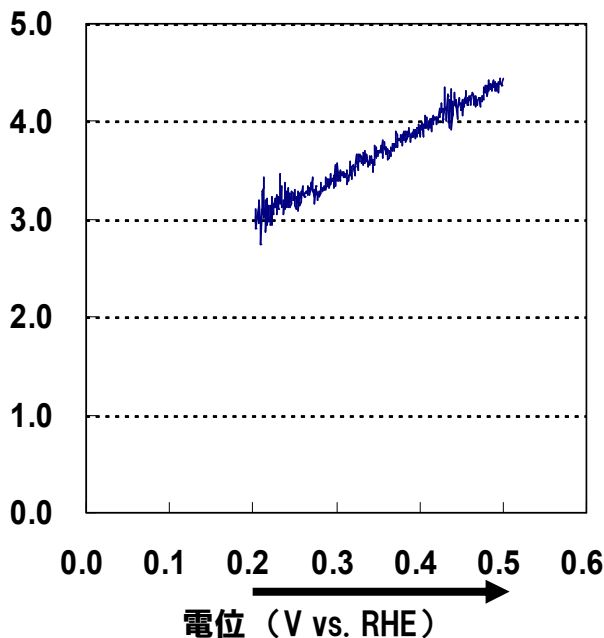
K. Shinozaki, T. Hatanaka, and Y. Morimoto, ECS Transactions, 11 (1) 497-507 (2007)

C-3. 試験名:クロスオーバー電流測定方法

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル	JARI標準セル
H ₂ 流量	70 NmL/min	200 NmL/min	200 NmL/min
N ₂ 流量	166 NmL/min	500 NmL/min	200 NmL/min
設定ガス圧力	常圧	常圧	常圧
セル温度	80℃	80℃	80℃
アノード露点 (相対湿度)	80℃ (RH 100%)	80℃ (RH 100%)	80℃ (RH 100%)
カソード露点 (相対湿度)			
電位スイープ範囲・速度	0.2~0.5V vs. RHE の範囲を低電位側から 0.5mV/s でスイープする。		
リーク電流の算出方法	0.2~0.5V の電位間をスイープしたときに得られる電位/電流密度曲線の 0.4~0.5V 近傍の直線部を 0V まで外挿したときの切片の電流密度がクロスオーバー電流となり、傾きの逆数が電子抵抗(短絡抵抗)となる。		

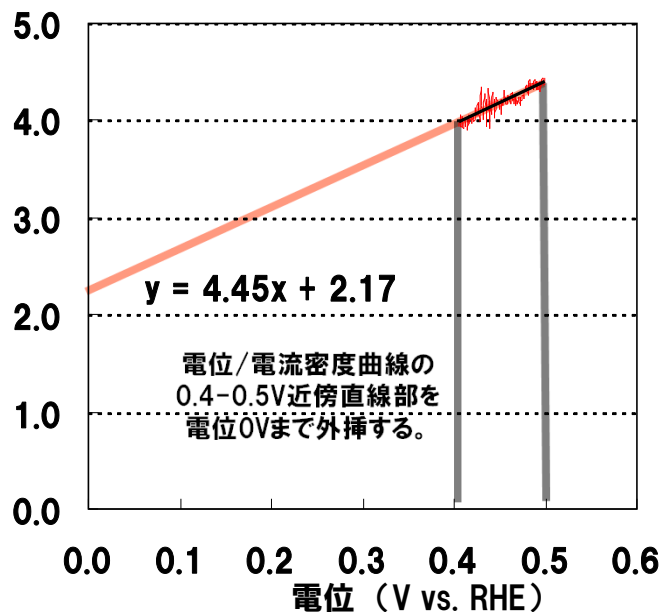
測定例

電流密度(mA/cm²)



0.2~0.5Vを0.5mV/sでスイープ

電流密度(mA/cm²)

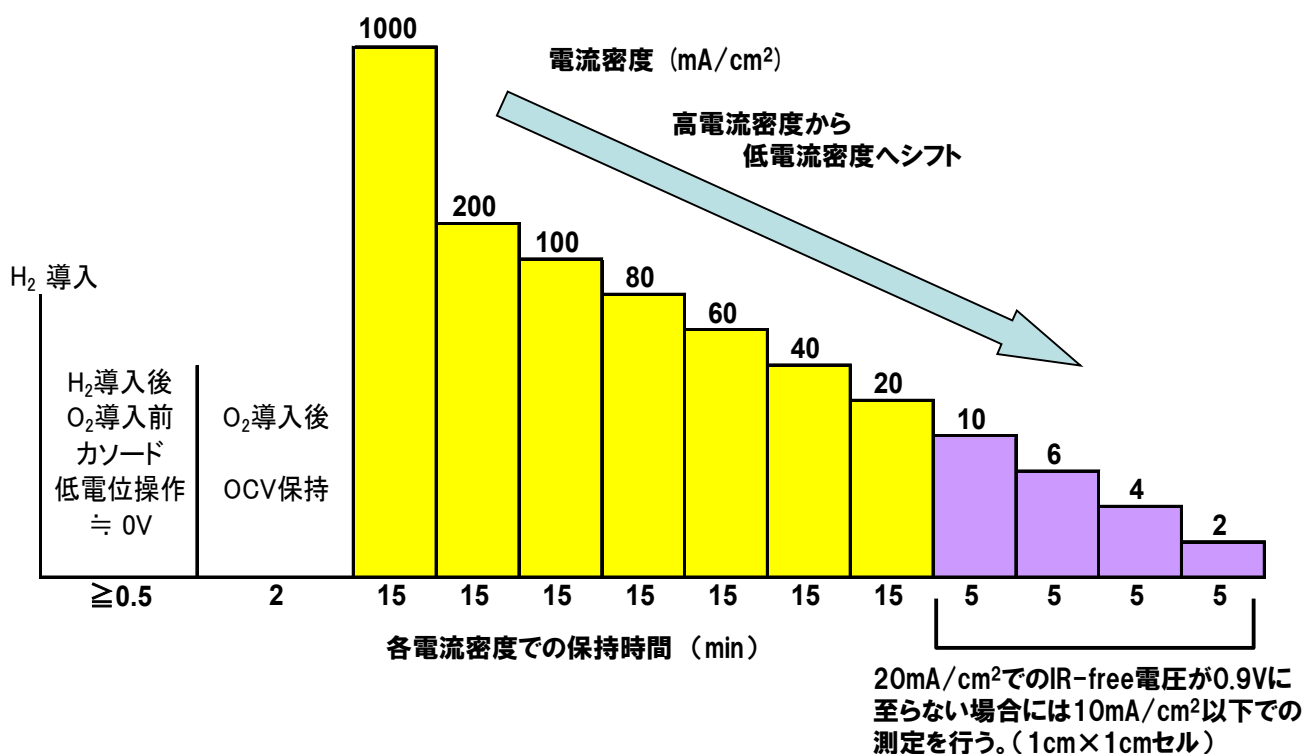


クロスオーバー電流密度	2.17 mA/cm ²
短絡抵抗	1/4.45 = 0.225 kΩ·cm ²

参考資料: 「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」 p.17 III-1-8
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行

C-4(III-3-2). 試験名: ORR活性評価方法

	1cm×1cmセル	JARI標準セル
燃料(H ₂)利用率	70 NmL/min (固定流量)	70%
酸化剤(O ₂)利用率	166 NmL/min (固定流量)	最大で 8.4%
設定ガス圧力	絶対圧150kPa または 常圧	絶対圧150kPa または 常圧
セル温度	80℃	
アノード露点 (相対湿度)	80℃ (RH 100%)	
カソード露点 (相対湿度)	80℃ (RH 100%)	
電流密度と保持時間	① 0 mA/cm ² (O ₂ 導入後2min) ② 1000, 200, 100, 80, 60, 40, 20 mA/cm ² (各15min)	① 0 mA/cm ² (O ₂ 導入後2min) ② 1000, 200, 100, 80, 60, 40, 20 mA/cm ² (各15min)
高電流密度から 低電流密度へシフト	必要に応じて ③ 10, 6, 4, 2 mA/cm ² (各5min)	



参考資料

・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.21 III-3-2

平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行

・Polymer Electrolyte Fuel Cell Degradation,

Edited by Matthew M. Mench, Emin Caglan Kumbur, T. Nejat Veziroglu,

Academic Press (2011); p.156-159, 3.2.2. Specific (i_s) and Mass Activity (i_m)

C-4(III-3-2). 試験名: ORR活性評価方法 実施例 ORR活性測定と質量活性の算出

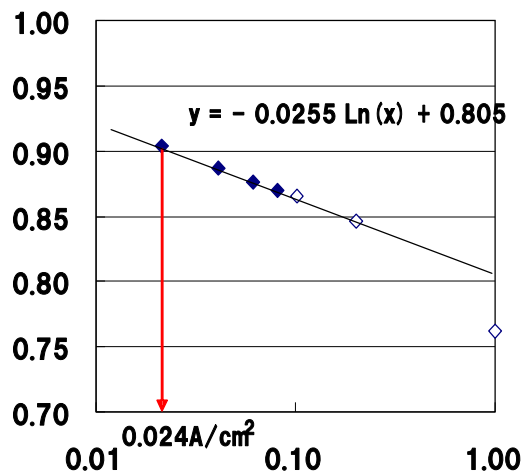
- ① ORR活性測定の前にプロトコルC-2およびプロトコルC-3の方法でECAとクロスオーバー電流密度(COC)を求める。
- ② プロトコルC-4の方法でセルの電流、電圧、抵抗を測定する。
- ③ 横軸を測定電流密度 + COC(対数軸)、縦軸をIR-free電圧としたTafelプロットを作成する。
- ④ 低電流密度側で直線性がある3~4点の値から回帰直線の式を求める。
- ⑤ IR-free電圧0.9Vでの電流密度を回帰式から求める。0.9Vの値を得ることができない場合には、0.85Vまたは0.8Vでの電流密度を求める。
- ⑥ IR-free 0.9Vでの電流密度をカソードの1cm²当り白金担持量で除して、白金1g当りの電流値を求め、質量活性の値とする。表示単位は A/g-Pt または A/g_{Pt} とする。
- ⑦ IR-free 0.9Vでの電流密度を白金1cm²当りのECAの値で除して、白金1cm²当りの電流値を求め、面積比活性の値とする。表示単位は μA/cm²-Pt または μA/cm²_{Pt} とする。

測定例

カソード触媒: Pt 担持量 0.30mg-Pt/cm²
 ECA 73.4 m²/g-Pt
 COC 2.17 mA/cm² = 0.00217 A/cm²

測定電流密度 (A/cm ²)	測定電流密度 + COC (A/cm ²)	測定電圧 (V)	測定抵抗 (Ω・cm ²)	IR-free電圧 (V)
0.999	1.001	0.702	0.060	0.762
0.199	0.201	0.835	0.060	0.846
0.099	0.101	0.860	0.061	0.866
0.079	0.081	0.865	0.061	0.870
0.059	0.061	0.873	0.062	0.876
0.039	0.041	0.884	0.062	0.887
0.019	0.021	0.903	0.063	0.904

IR-free 電圧(V)



測定電流密度+クロスオーバー電流密度 (A/cm²)

0.9Vでの 質量活性 = $0.024 / (3.0 \times 10^{-4}) = 80 \text{ A/g-Pt}$
 面積比活性 = $0.024 / (73.4 \times 3.0 \times 10^{-4}) = 1.1 \text{ A/m}^2\text{-Pt} = 110 \text{ } \mu\text{A/cm}^2\text{-Pt}$

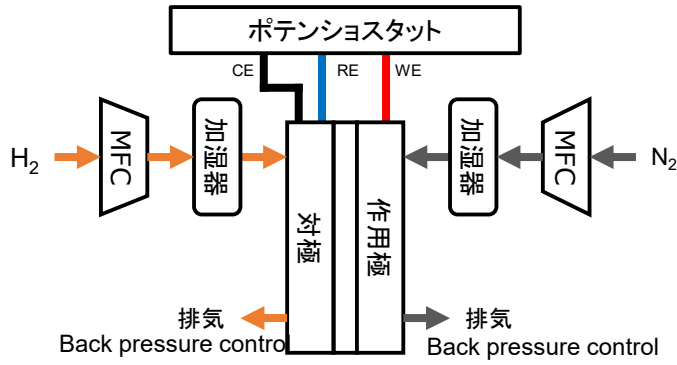
C-5. 試験名: HOR性能(アノード触媒)

下記の条件に従って、水素ポンプ法(Hydrogen Pump Test)によりアノードの水素酸化(HOR)過電圧の測定を行う。

テスト方法
測定条件

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	H ₂	H ₂
カソードガス種	N ₂	N ₂
アノードガス 流量	1.0 NL/min	3.0 NL/min
カソードガス 流量	1.0 NL/min	3.0 NL/min
設定ガス圧力 (背圧)	150 kPa (絶対圧)	150 kPa (絶対圧)
セル温度	45, 60, 82℃	45, 60, 82℃
アノード露点 (相対湿度)	55℃ (45℃ RH165%)	55℃ (45℃ RH165%)
カソード露点 (相対湿度)	60℃ RH 80% 82℃ RH 30%	60℃ RH 80% 82℃ RH 30%

装置構成

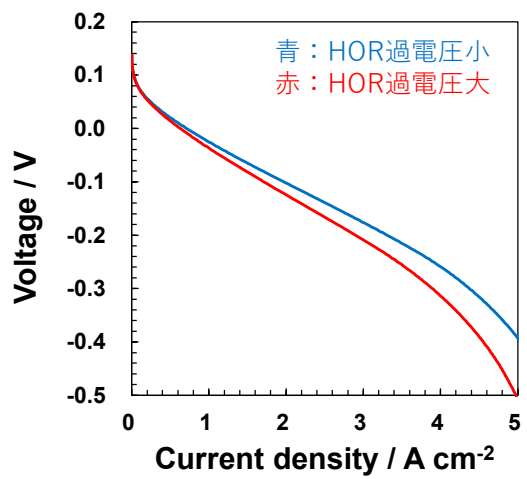


ポテンシostat設定

電圧走査範囲	0CV~-0.5 V または 5A/cm ² まで
走査速度	20 mV/s

テスト手順:

- セルを評価装置に取り付け、所定の条件でエージングを行う。
- 所定のガス圧で所定のガス流量を流し、セル温度、露点を設定した値にし、0.2 V以下で電圧が安定するまで待つ。
- ポテンシostatを用いて所定の条件で電圧走査を行う。
- 測定した電流密度*i*とセル電圧*E_{cell}*とプロットしてアノード反応過電圧の比較を行う。



C-6. 試験名: 酸素拡散抵抗(触媒層)

下記の手法に従って、触媒層の酸素拡散抵抗を測定する

測定条件

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	H ₂	
カソードガス種	0.5 - 4% O ₂ /N ₂ バランス	
アノードガス 流量	0.21 NL/min	0.63 NL/min
カソードガス 流量	1.00 NL/min	3.00 NL/min
ガス圧力(背圧)	110, 150, 200, 300 kPa abs out	
セル温度	80℃	
アノード露点 (相対湿度)	30-90%RH(入口)	
カソード露点 (相対湿度)		

電子負荷制御設定

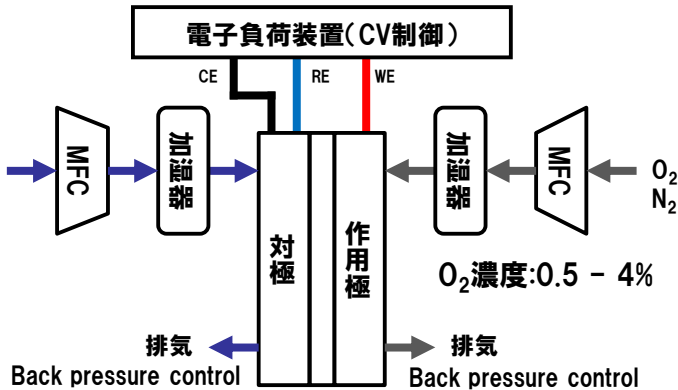
電圧	0.3 ~ 0.06 V 0.06 V 刻み
保持時間	2 min

テスト手順

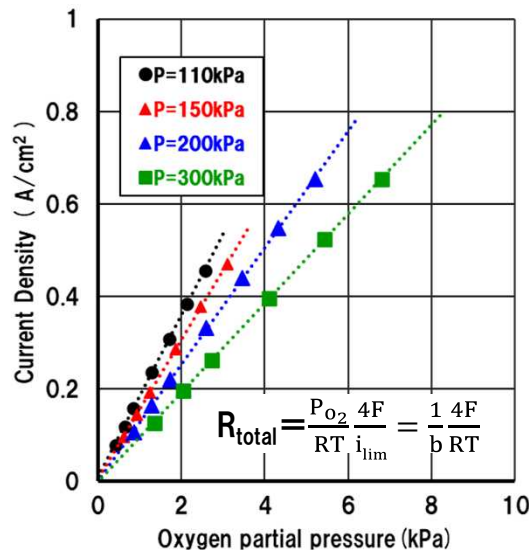
- セルを評価装置にセッティングする。
- エージングによりセルの初期化を行う。
*エージング条件はそれぞれに確立した条件を用いる。
- 酸素濃度の低いカソードガスから酸素濃度の高いガス条件の順に測定を実施する。酸素濃度の調整には酸素濃度5%程度の標準ガスを希釈する
- 所定のガス流量、セル温度、露点、圧力に設定しI-V測定を行いIVカーブが問題なく測定できることを確認する。
(・ほとんど電流が流せない、電流を流しても分極特性の判別が困難である場合は酸素輸送抵抗の測定が困難であるとみなす。)
- 電圧を0.3Vから0.06Vまで0.06V刻みで測定を行う。
(電流の変動が20mA/cm²以下の範囲を限界電流として扱う)
- 一定圧力における酸素濃度の影響を測定した後に圧力を変化させ同様に測定を実施する。圧力は低圧側から高圧側に向けて測定する。
- 露点の影響を評価する場合、露点は低い条件から高い条件の順番で測定を実施する。
- 酸素分圧(P_{O₂})を横軸、限界電流密度実測値(i_{lim})を縦軸にしたグラフの傾きから酸素拡散抵抗(R_{total})を算出する。(図C-6-2)
- R_{total}の圧力依存性データから、非圧力依存成分(R_{other})を推定し、触媒層の酸素拡散抵抗と定義する。(図C-6-3)

参考文献:

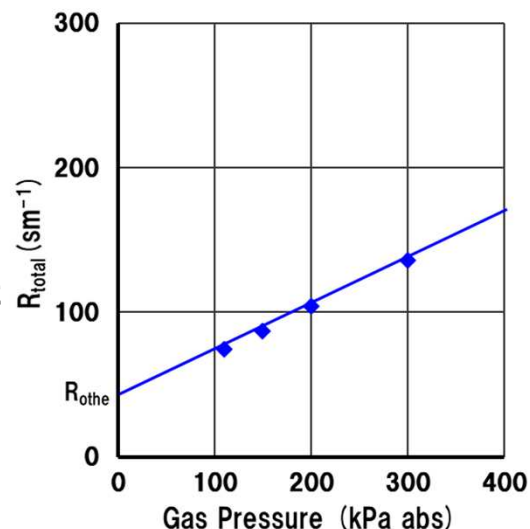
D. R. Baker et.al., Journal of The Electrochemical Society, 156 9 B991-B1003 2009



図C-6-1.測定装置構成



図C-6-2.酸素分圧vs.限界電流密度



図C-6-3.酸素輸送抵抗(R_{total}) vs.圧力

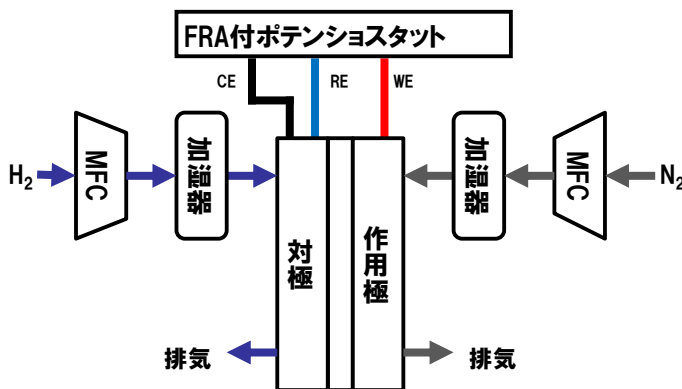
C-7. 試験名:プロトン輸送抵抗(触媒層)-1

下記の条件に従って、電気化学インピーダンス法(EIS)により触媒層の面直方向のプロトン伝導度(プロトン輸送抵抗)の測定を行う。

テスト方法 セルの設定

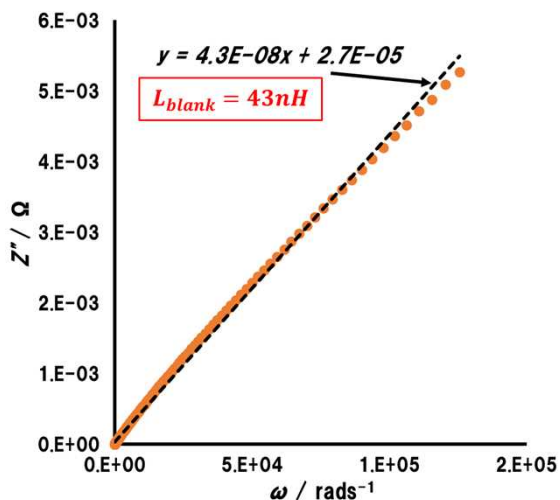
	1cm×1cm セル	1cm×3cm セル
アノードガス種	H ₂	H ₂
カソードガス種	N ₂	N ₂
アノードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
カソードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
設定ガス圧力 (背圧)	大気圧 (絶対圧)	大気圧 (絶対圧)
セル温度	比較したい条件と 同温度	比較したい条件と 同温度
アノード露点 (相対湿度)	比較したい条件と 同湿度	比較したい条件と 同湿度
カソード露点 (相対湿度)		

装置構成



ポテンシostat設定

バイアス電圧	0.45 V
振幅	10 mV
周波数	100 kHz → 0.2 Hz



図C-7-1. ブランクセルのインダクタンス成分

テスト手順:

- 配線とセルのインダクタンスの測定
- ・ブランクセル (CCM無しのGDL、MPLのみ) を評価装置にセッティングする。
- *使用するGDLや配線の取り回しはMEA評価時と一致させる。
- ・ガスを流さずに所定の周波数範囲でインピーダンス測定を行う (バイアス電圧は0V)。
- ・実測したインピーダンスのリアクタンス (Z'') と角周波数 (ω) をプロットし、得られた直線の傾きから配線とセルのインダクタンス (L_{blank}) を求める (図C-7-1)。

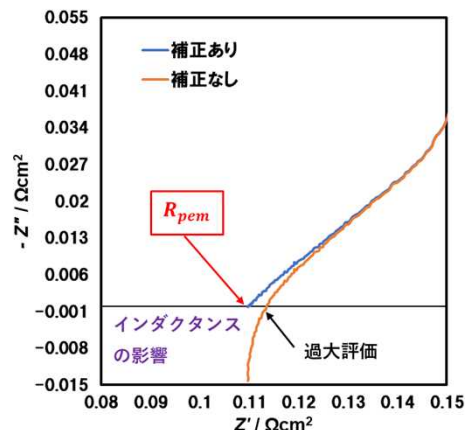
$$Z = R + j\omega L$$

インダクタンスは角周波数 (ω) とリアクタンス (Z'') の傾き

○インピーダンスの計測とインダクタンス補正の方法

- ・セルを評価装置にセッティングし、所定の条件でエージングを行う。
- ・所定のガス種、ガス流量、ガス圧力に設定し、測定を行うセル温度、ガス露点、所定の周波数範囲でインピーダンス測定を行う。
- ・上記のリアクタンスの傾きから求めた配線とセルのインダクタンス (L_{blank}) を用いて補正を行う。
- *高周波でのインダクタンス成分の影響を取り除くため行う。

$$\frac{Z''_{f,MEA}}{\text{MEA入り}} = \frac{Z''_{f,all}}{\text{MEAなしインダクタンス}} - 2\pi f L_{blank}$$



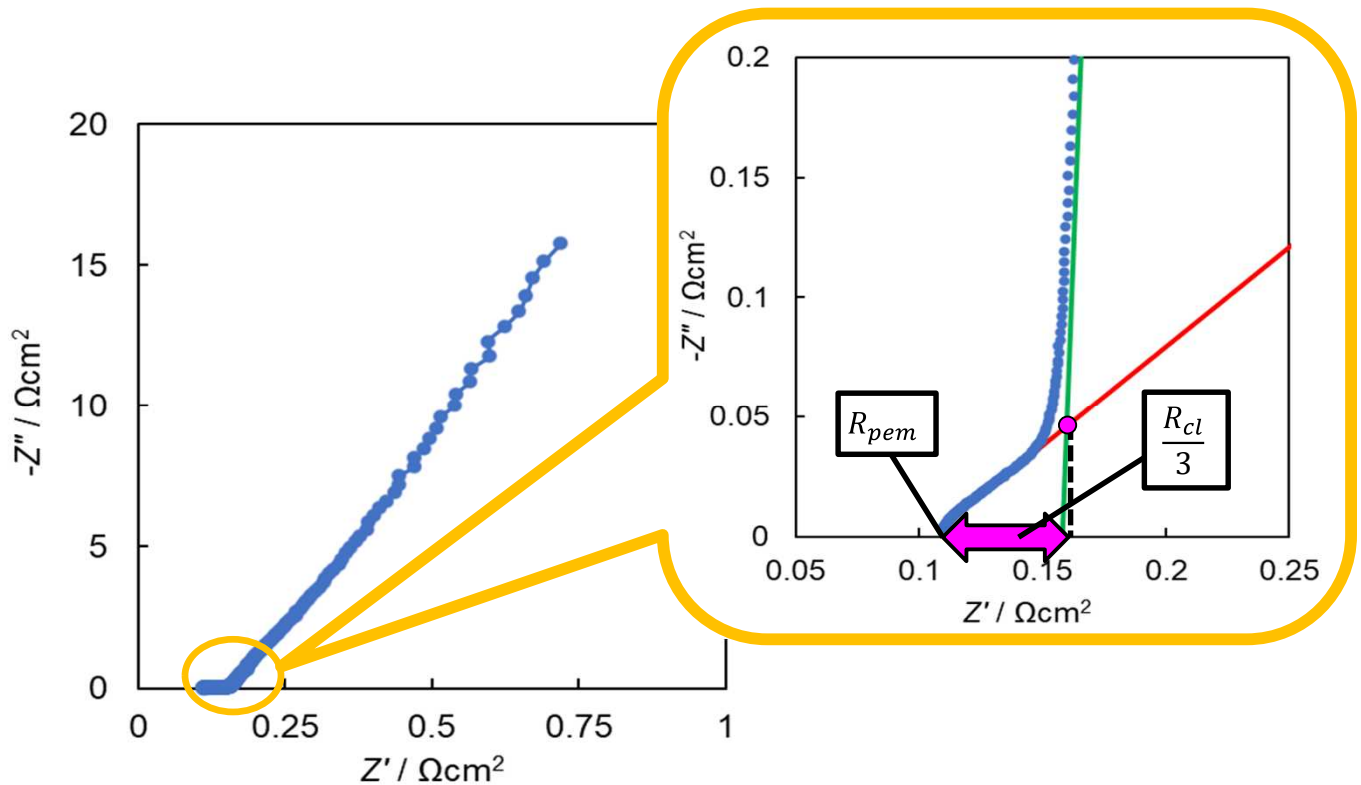
図C-7-2. EISのインダクタンス補正結果

C-7. 試験名:プロトン輸送抵抗(触媒層)-2

○触媒層プロトン伝導抵抗 R_{cl} の算出

・実測したインピーダンスの実数成分 (Z') と補正した虚数成分 (Z'') をプロットし、実測データの直線部分を外挿し実軸との交点を電解質膜のプロトン伝導抵抗 R_{pem} とする。

・実測データの直線部分を外挿した実軸との交点と低周波数域に見られる直線を外挿した線(図の緑線)と実測データの直線部分を外挿した線(図の赤線)の交点の差を $R_{cl} / 3$ として触媒層のプロトン輸送抵抗 R_{cl} を求める。



- ・M. Lefebvre, R. Martin, and P. Pickup, *Electrochemical and Solid-State Letters*, **2** (6) 259-261 (1999)
- ・M. Eikerling, A. Kornyshev, *Journal of Electroanalytical Chemistry* **475** (1999) 107-123
- ・R. Makharia, M. Mathias, and D. Baker, *Journal of The Electrochemical Society*, **152** (5) A970-A977 (2005)

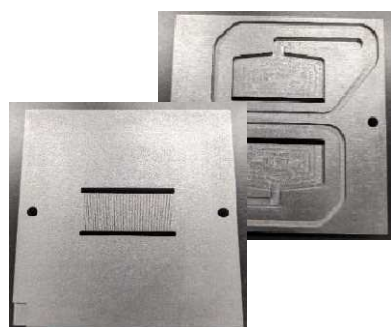
C-8. 試験名：高温評価(セル温度120℃まで) 評価セルと装置

- 高温(120℃)での評価に用いるセルと評価装置の推奨仕様を以下に示す。
高温ではカーボンへの含浸樹脂の溶け出し、集電板の酸化、ヒーターの容量不足、材料の熱膨張の影響などが懸念される。また、評価装置も十分な加熱能力、背圧制御能力が必要となる。

評価セルの推奨仕様

項目	推奨仕様	備考
セパレータ	PPS樹脂含浸カーボン材	
集電板	Ti母材Ptめっき(2μm)	
ヒーター	耐熱アルミテープを剥離 ジャケットヒーター	どちらかを選択
締結部品	皿ばねを使用	WDS1L-SUS-M8 (SUNCO製)

*エンドプレート等はJARI標準セルの物を使用



セパレータ



集電板



ジャケットヒーター



皿ばね

評価装置の推奨仕様

項目	推奨仕様
セル温度	40~120℃
加湿器温度	40~120℃
配管保温	40~150℃
制御圧力	大気圧~200 kPaG
露点安定性	±1.0℃/p-p以下
セル配線の被覆	耐熱120℃以上

C-8. 試験名:高温評価(セル温度120℃まで) 初期評価方法

初期評価方法

- ・120℃での評価を行うにあたっては、下記のステップでの評価を推奨。
- ・C-1まで実施し、C-2に戻り複数回、繰り返し測定することを推奨。
- ・温度条件以外は従来の測定手法と同様に行う。

試験No.	試験項目	測定条件
(5) ④	コンディショニング	80℃, 80%RH, 101kPa
C-2	ECA測定	40℃, 100%RH, 101kPa
C-2 C-3	ECA測定 クロスオーバー電流測定	80℃, 100%RH, 150kPa
C-4	ORR活性評価	80℃, 100%RH, 150kPa
C-2 C-3 C-7	ECA測定 クロスオーバー電流測定 プロトン輸送抵抗(触媒層)	120℃, 100%RH, 301kPa
C-4	ORR活性評価	120℃, 100%RH, 301kPa $P_{O_2}=103kPa$
C-1	i-V測定	120℃, 100%RH, 301kPa $P_{O_2}=21kPa$

繰り返し測定を推奨

比較用CCMの推奨仕様

- ・高温(120℃)で評価する時の比較用CCMの推奨仕様を以下に示す。アノード触媒の影響はほとんどないが、カソード触媒は熱処理したPt/CB (HT) 触媒を推奨している。これは繰り返し評価を実施してもORR活性が変化が少なく安定した評価が行えるためである。電解質膜はNRE211で初期評価が可能なことを確認している。
GDLはSGL 22BBを使用した。

部位	仕様
アノード触媒	Pt/GCB 0.1 mg·cm ⁻²
カソード触媒	Pt/CB (HT) 0.2 mg·cm ⁻²
アイオノマー	Nafion
電解質膜	NRE 211
GDL	SGL 22BB / 215 μm

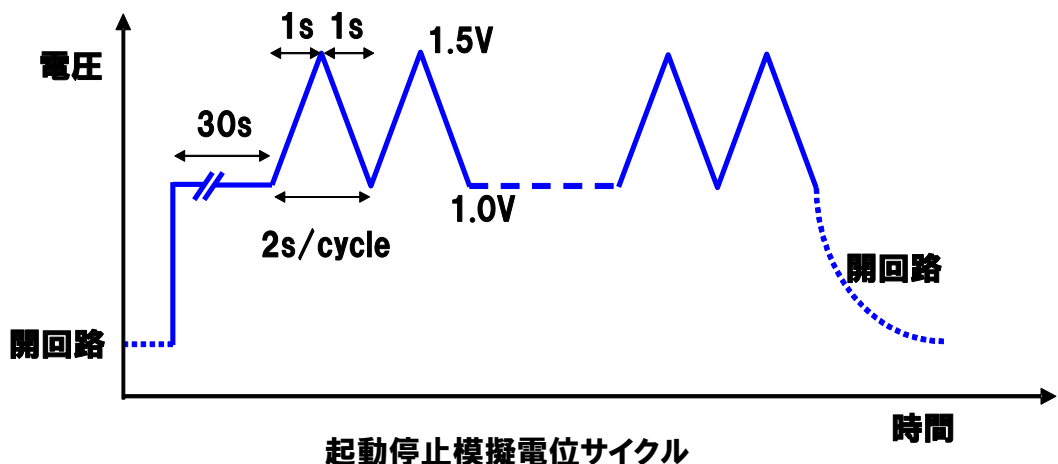
B.耐久方法

C-9(III-3-3). 試験名:電位サイクル(起動停止)試験方法

・MEA化された触媒材料の耐久性評価の内、担体(主にカーボン)の劣化を加速させる「起動停止模擬電位サイクル試験」を実施する。試験方法はFCCJ推奨プロトコルに従う。

起動停止模擬電位サイクル試験方法		
	1cm×1cmセル	JARI標準セル
コンディショニング	所定のコンディショニングを行う。	所定のコンディショニングを行う。
初期診断	プロトコルC-1およびプロトコルC-2に記載のI-V測定およびECA測定を行う。	プロトコルC-1およびプロトコルC-2に記載のI-V測定およびECA測定を行う。
電位サイクル	An:H ₂ 70NmL/min, Ca:N ₂ 166NmL/min Tcell=80℃, Tda=Tdc=80℃ 電位変動条件は下図の通り。	An:H ₂ 200NmL/min, Ca:N ₂ 800NmL/min* Tcell=80℃, Tda=Tdc=80℃ 電位変動条件は下図の通り。
途中診断	プロトコルC-1、プロトコルC-2およびプロトコルC-4に記載のI-V測定、ECA測定およびORR活性測定を実施する。 試験開始後、500cycleで1回目の途中診断を行う。 次は1,000cycleで2回目の診断。以後、1,000cycleごとを目安として途中診断を実施する。	
試験終了条件	ECAの測定値が初期の50%以下となったとき。または60,000cycle終了時点。	

* カソード排気中CO₂濃度の連続測定を行う場合には、カソードのN₂流量は使用するCO₂計の仕様に依拠して変更する。



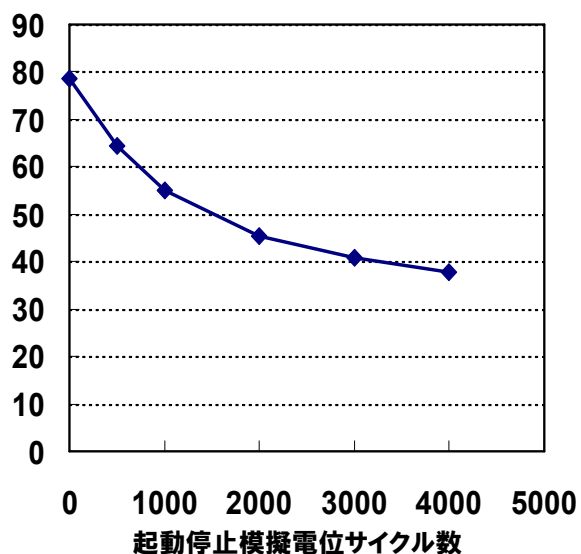
参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.21 III-3-3
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・平成22年度および平成23年度NEDO中間年報
固体高分子形燃料電池実用化推進技術開発／基盤技術開発／セル評価解析の共通基盤技術
- ・「自動車用燃料電池MEAの耐久性評価(その1)起動停止試験」
日本自動車研究所 清水他、電気化学会第79回大会講演要旨集 p.442、3P10
- ・"Analysis of Durability of MEAs in Automotive PEMFC Applications"
Randal L. Perry DuPont, 2012 Annual Merit Review Proceedings FC089, May 16, 2012
http://www.hydrogen.energy.gov/pdfs/review12/fc089_perry_2012_o.pdf
- ・"Membrane and Catalyst Performance Targets for Automotive Fuel Cells by FCCJ Membrane, Catalyst, MEA WG" A.Ohma, K.Shinohara, A.Iiyama, T.Yoshida, and A.Daimaru
ECS Transactions, 41 (1) 775-784 (2011)

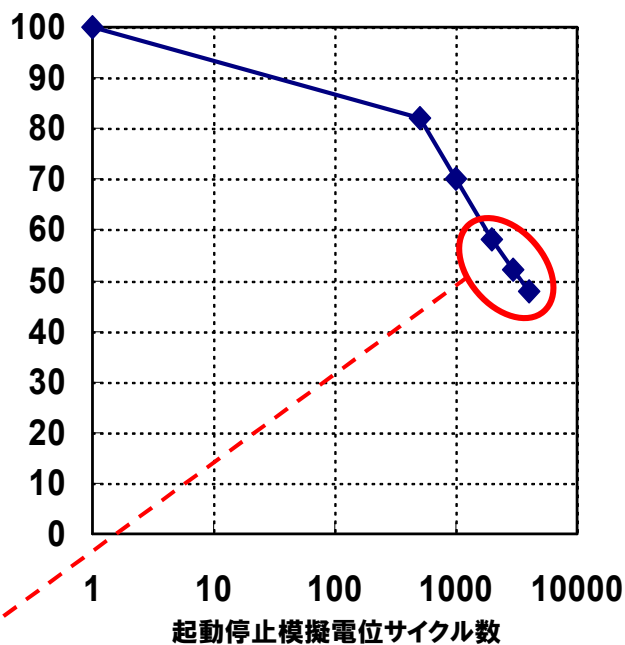
C-9(Ⅲ-3-3). 試験名:電位サイクル(起動停止)試験方法 実施例 起動停止模擬電位サイクル試験

起動停止模擬電位サイクル数	ECA測定値 (m ² /g-Pt)	ECA残存率 (%)
0	78.5	100
500	64.4	82
1000	55.0	70
2000	45.5	58
3000	40.8	52
4000	37.7	48

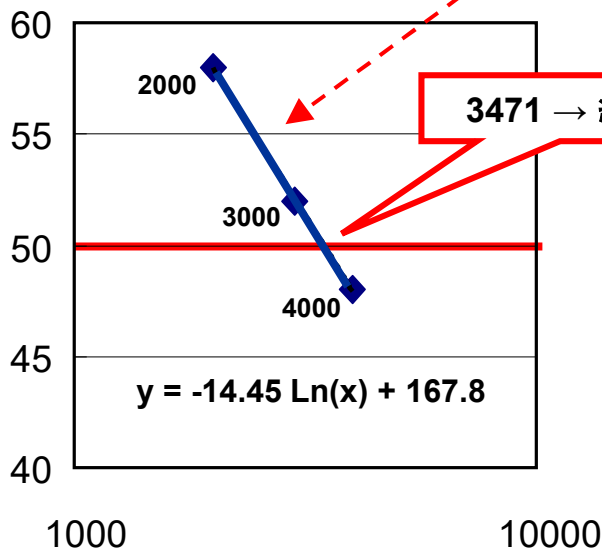
ECA測定値(m²/g-Pt)



ECA残存率(%)



ECA残存率(%)



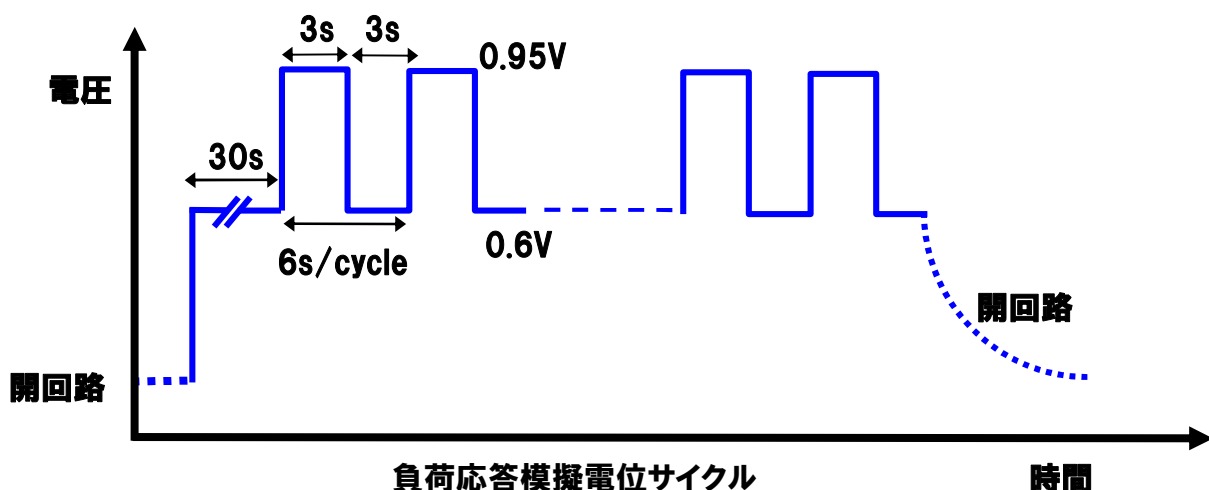
$$y = -14.45 \ln(x) + 167.8$$

サイクル数の対数とECA残存率の値が直線性を持つ3~4点から近似直線を作り、近似直線の式 $y = a \ln(x) + b$ において残存率 $y = 50$ としてサイクル数 x の値を推定することができる。
(この例の場合には約3,500サイクル)

C-10(III-3-3). 試験名: 電位サイクル(負荷応答)試験方法

・MEA化された触媒材料の耐久性評価の内、白金触媒の劣化を加速させる「負荷応答模擬電位サイクル試験」を実施する。試験方法はFCCJ推奨プロトコルに従う。

負荷応答模擬電位サイクル試験方法		
	1cm×1cmセル	JARI標準セル
コンディショニング	所定のコンディショニングを行う。	所定のコンディショニングを行う。
初期診断	プロトコルC-1およびプロトコルC-2に記載のI-V測定およびECA測定を行う。	プロトコルC-1およびプロトコルC-2に記載のI-V測定およびECA測定を行う。
電位サイクル	An:H ₂ 70NmL/min, Ca:N ₂ 166NmL/min Tcell=80℃, Tda=Tdc=80℃ 電位サイクル条件は下図の通り	An:H ₂ 200NmL/min, Ca:N ₂ 800NmL/min Tcell=80℃, Tda=Tdc=80℃ 電位サイクル条件は下図の通り
途中診断	プロトコルC-1、プロトコルC-2およびプロトコルC-4に記載のI-V測定、ECA測定およびORR活性測定を実施する。 試験開始後、500cycleで1回目の途中診断。次は1,000cycleで2回目の診断。 以降は1,000cycle間隔を目安とし、サイクル数の対数プロット上で等間隔となるようなサイクルで途中診断を行う。	
試験終了条件	CV測定によるECAの値が初期の50%以下となったとき。または400,000cycle終了時点。	



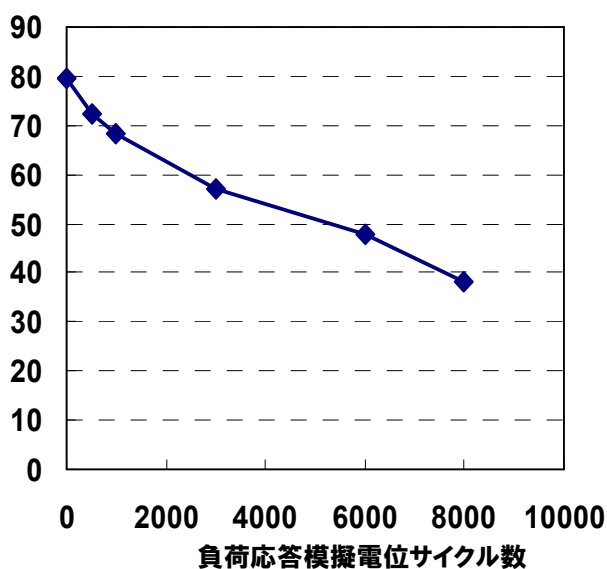
参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」p.22 III-3-3
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・平成22年度および平成23年度NEDO中間年報
固体高分子形燃料電池実用化推進技術開発 基盤技術開発/セル評価解析の共通基盤技術
- ・「自動車用燃料電池MEAの耐久性評価(その2)負荷応答試験」
日本自動車研究所 橋正他、電気化学会第79回大会講演要旨集 p.443、3P11
- ・“Analysis of Durability of MEAs in Automotive PEMFC Applications”
Randal L. Perry DuPont, 2012 Annual Merit Review Proceedings FC089, May 16, 2012
http://www.hydrogen.energy.gov/pdfs/review12/fc089_perry_2012_o.pdf
- ・“Membrane and Catalyst Performance Targets for Automotive Fuel Cells by FCCJ Membrane, Catalyst, MEA WG” A.Ohma, K.Shinohara, A.Iiyama, T.Yoshida, and A.Daimaru
ECS Transactions, 41 (1) 775-784 (2011)

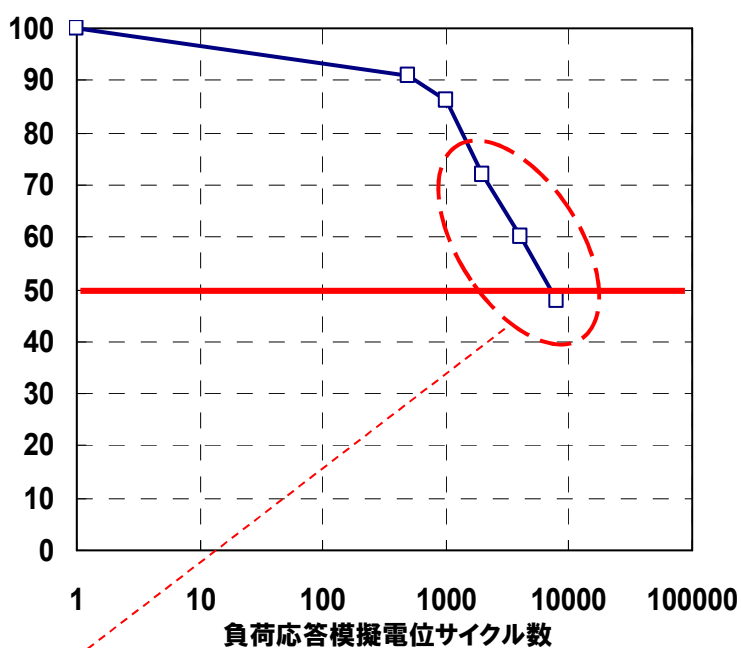
実施例 電位サイクル(負荷応答)試験

負荷応答模擬 電位サイクル数	ECSA測定値 (m ² /g-Pt)	ECSA残存率 (%)
0	79.4	100
500	72.2	91
1000	68.3	86
2000	57.2	72
4000	47.6	60
8000	38.1	48

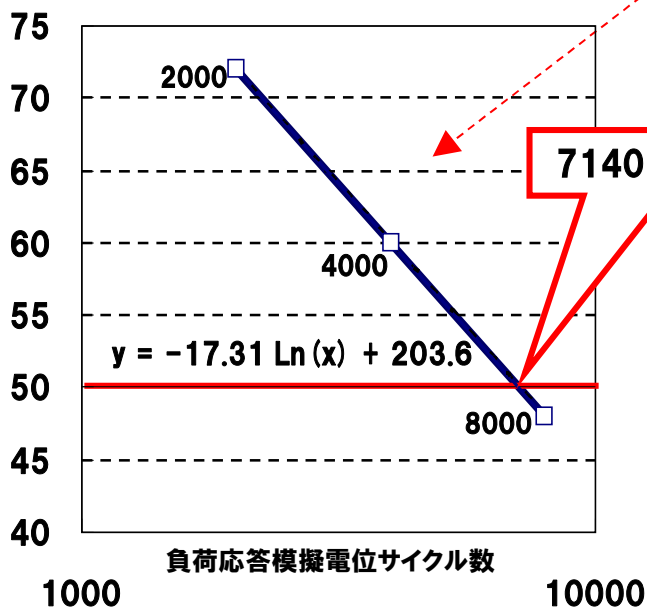
ECSA測定値(m²/g-Pt)



ECSA残存率(%)



ECSA残存率(%)



サイクル数の対数とECSA残存率の値が直線性を持つ3~4点から近似直線を作り、近似直線の式 $y = a \ln(x) + b$ において残存率 $y = 50$ としてサイクル数 x の値を推定することができる。
(この例の場合には約7,100サイクル)

C-12 試験名:水素欠乏に対する触媒耐性評価

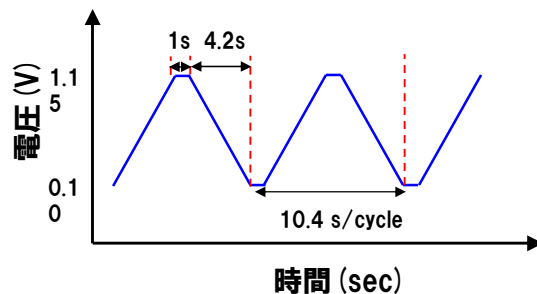
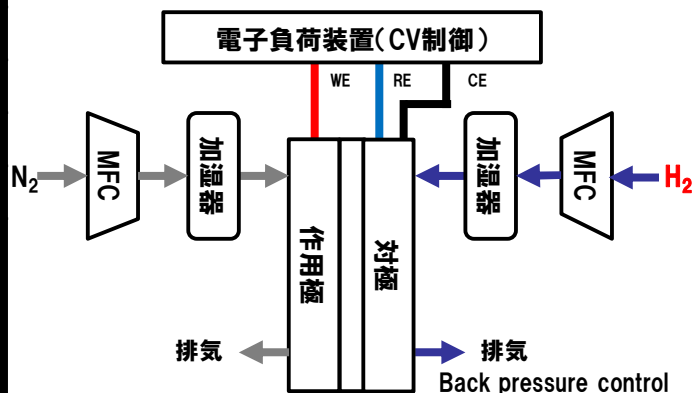
(アノード電位変動耐久)

下記の条件に従って、水素欠乏に対するアノード電位変動評価を行う。

テスト方法
測定条件

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	N ₂	N ₂
カソードガス種	H ₂	H ₂
アノードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
カソードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
設定ガス圧力 (背圧)	アノード 100 kPa	アノード 100 kPa
	カソード 150 kPa	カソード 150 kPa
	(絶対圧)	(絶対圧)
セル温度	40℃	40℃
アノード露点 (相対湿度)	45℃	45℃
カソード露点 (相対湿度)	RH165%	RH165%

装置構成



ポテンシostat設定

電圧制御	0.1 V ⇔ 1.15 V 各電圧で1 s保持 各電圧間はスイープ(台形波) 走査速度 250 mV/s
サイクル数	1200 回

*想定している条件

- 水素欠乏が生じやすい氷点下始動時に複数セルがあるなかで、あるセルが水素欠乏になることを想定。
- CVM(セルボルテージモニター)があることを前提とし、システムは水素欠乏時にあるセル電圧(-0.3V:-0.2V以下では触媒の溶出が加速するため、負荷制限に至る閾値としては-0.3Vと設定)をCVMで検知し負荷を制限する。この時のカソード電位は最悪0.85Vを想定。そうするとアノード電位としては 0.3+0.85=1.15Vとなる。*)
- CVMで検知して負荷制限をかけるまでの時間を1sと想定して1s保持。-0.3Vの負電圧へも緩やかに低下するため三角波とする。
- 15年間の氷点下始動回数を想定し1200回(80回/年 x 15年)
- 氷点下始動時を想定しているため温度上限は45℃(室温 + α:実験上安定的にできる条件)と設定。

*参照資料

特許4930818号
特開2020-205202

テスト手順:

- セルを評価装置に取り付け、所定の条件でエージングを行う。
- 所定の条件で下記に示す耐久前の特性評価を行う。
- 所定のガス圧で所定のガス流量を流し、セル温度、露点を設定した値にし、0.2 V以下で電圧が安定するまで待つ。
- ポテンシostatを用いて所定の条件で電圧走査を所定の回数行う。
- 所定の条件で下記に示す耐久後の特性評価を行う。

耐久試験前後での評価項目: 下記項目を必要に応じて実施する。

手法	狙い	条件など(An/Ca)
CV	Pt表面積 (ECSA) 測定	N ₂ /H ₂ 電位サイクル
H ₂ ポンプ	アノード過電圧測定	H ₂ /N ₂ 電位スイープ
EIS	触媒層抵抗測定	N ₂ /H ₂ ACインピーダンス
限界電流測定	電極のガス拡散抵抗測定	希釈O ₂ /H ₂
IV	発電性能	H ₂ /Air

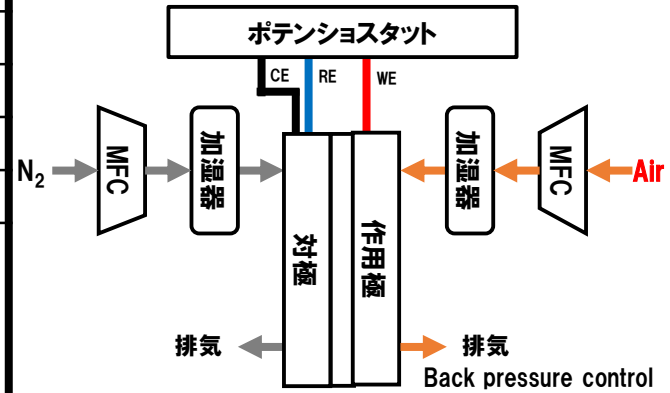
C-13. 試験名:水素欠乏に対する触媒耐性評価(水電解耐久)

下記の条件に従って、水素欠乏に対するアノード水電解耐久性評価を行う。

テスト方法
測定条件

装置構成

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	N ₂	N ₂
カソードガス種	Air	Air
アノードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
カソードガス 流量	0.33 NL/min	1.0 NL/min
設定ガス圧力 (背圧)	アノード 100 kPa	アノード 100 kPa
	カソード 150 kPa (絶対圧)	カソード 150 kPa (絶対圧)
セル温度	40℃	40℃
アノード露点 (相対湿度)	45℃ RH130%	45℃ RH130%
カソード露点 (相対湿度)		

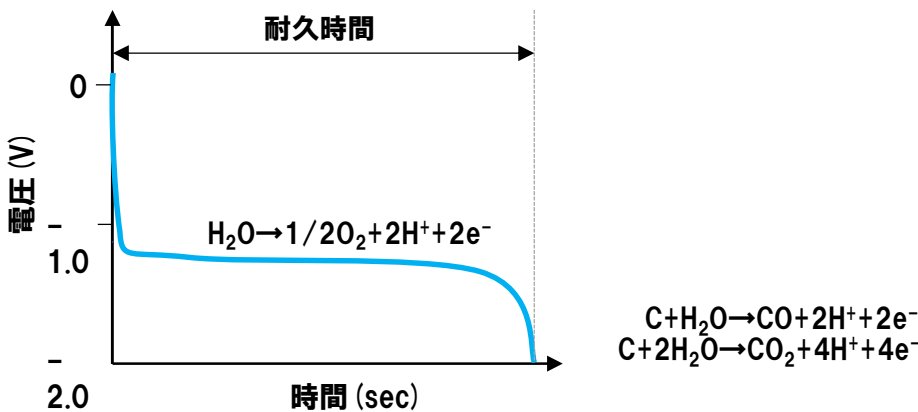


ポテンシostat設定

電流制御	0.7 A/cm ²
終了条件	-2.0 Vに到達したら終了

テスト手順:

- セルを評価装置に取り付け、所定の条件でエージングを行う。
- 下記に示す耐久前の特性評価を行う。
- 温度、湿度を所定の条件に設定しアノードにH₂、カソードにAirを所定の流量で供給する。
- ポテンシostatを用いて0.7 A/cm²で電流保持する。30秒後アノードガスをN₂に切り替え電圧が-2.0 V以下になったら測定を終了する。
- N₂に切り替えた時間を0秒とし電圧が-2.0 V以下になるまでの時間により水電解耐久性を評価する。
- 所定の条件で耐久後の特性評価を行う。



耐久試験前後での評価項目:下記項目を必要に応じて実施する。

手法	狙い	条件など(An/Ca)
CV	Pt表面積 (ECSA) 測定	N ₂ /H ₂ 電位サイクル
H ₂ ポンプ	アノード過電圧測定	H ₂ /N ₂ 電位スイープ
EIS	触媒層抵抗測定	N ₂ /H ₂ ACインピーダンス
限界電流測定	電極のガス拡散抵抗測定	希釈O ₂ /H ₂
IV	発電性能	H ₂ /Air

(3) 拡散層

A. 評価方法

G-1 試験名: ガス拡散抵抗

下記の手法に従って、拡散層の酸素拡散抵抗を測定する

測定条件

	1cm×1cmセル	1cm×3cmセル
アノードガス種	H ₂	
カソードガス種	0.5 - 4% O ₂ /N ₂ バランス	
アノードガス 流量	0.21 NL/min	0.63 NL/min
カソードガス 流量	1.00 NL/min	3.00 NL/min
ガス圧力(背圧)	110, 150, 200, 300 kPa abs out	
セル温度	80℃	
アノード露点 (相対湿度)	30-90%RH(入口)	
カソード露点 (相対湿度)		

電子負荷制御設定

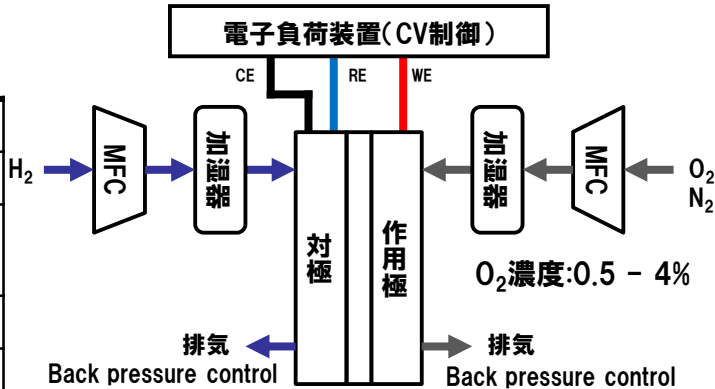
電圧	0.3 ~ 0.06 V 0.06 V 刻み
保持時間	2 min

テスト手順

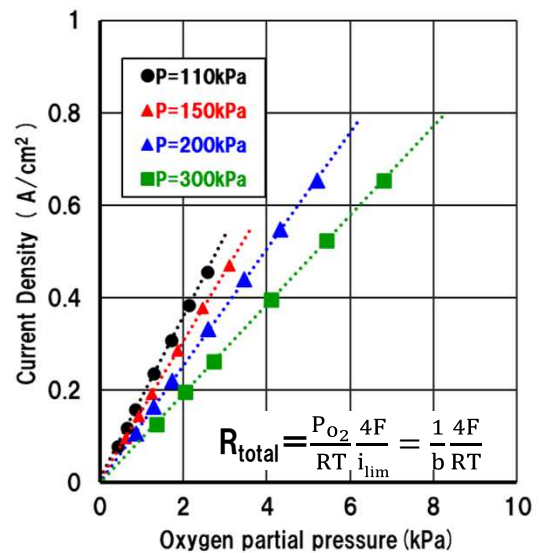
- セルを評価装置にセッティングする。
- エージングによりセルの初期化を行う。
*エージング条件はそれぞれに確立した条件を用いる。
- 酸素濃度の低いカソードガスから酸素濃度の高いガス条件の順に測定を実施する。酸素濃度の調整には酸素濃度5%程度の標準ガスを希釈する
- 所定のガス流量、セル温度、露点、圧力に設定しI-V測定を行いIVカーブが問題なく測定できることを確認する。
(・ほとんど電流が流せない、電流を流しても分極特性の判別が困難である場合は酸素輸送抵抗の測定が困難であるとみなす。)
- 電圧を0.3Vから0.06Vまで0.06V刻みで測定を行う。
(電流の変動が20mA/cm²以下の範囲を限界電流として扱う)
- 一定圧力における酸素濃度の影響を測定した後に圧力を変化させ同様に測定を実施する。圧力は低圧側から高圧側に向けて測定する。
- 露点の影響を評価する場合、露点は低い条件から高い条件の順番で測定を実施する。
- 酸素分圧(P_{O₂})を横軸、限界電流密度実測値(i_{lim})を縦軸にしたグラフの傾きから酸素拡散抵抗(R_{total})を算出する。(図G-1-2)
- R_{total}の圧力依存性データから、非圧力依存成分(R_{other})を推定し、R_{total}からR_{other}を引いた値をガス拡散層抵抗(R_{gdl})と定義する。(図G-1-3)

参考文献:

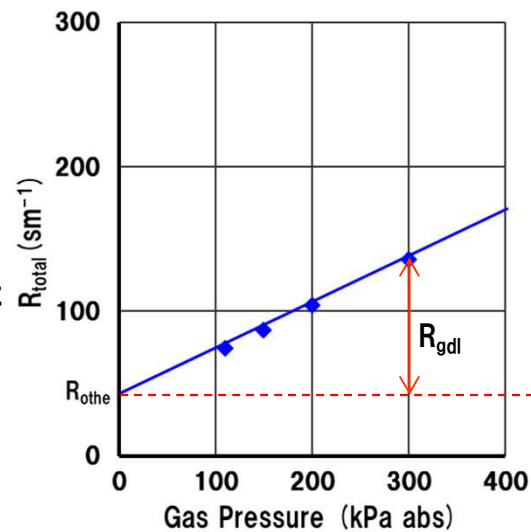
D. R. Baker et.al., Journal of The Electrochemical Society, 156 9 B991-B1003 2009



図G-1-1.測定装置構成



図G-1-2.酸素分圧vs.限界電流密度



図G-1-3.酸素輸送抵抗(R_{total}) vs.圧力

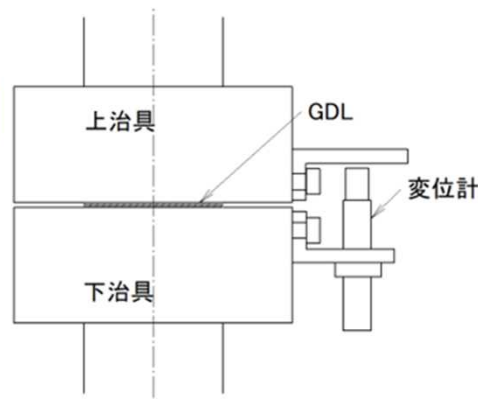
G-4 試験名:ばね特性

下記の条件に従って、ばね特性評価を行う。

テスト方法

測定条件

項目	条件
温度	室温
荷重範囲	0.5-3.0Mpa(0.5Mpa刻み)
試料面積	30mm x 30mm



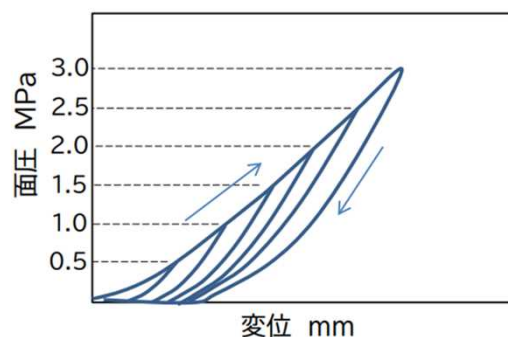
図G-4-1試験方法

試験装置

荷重容量±5kN または10kN の荷重 - 変位測定装置を用いる（疲労試験機、オートグラフ等）。

テスト手順

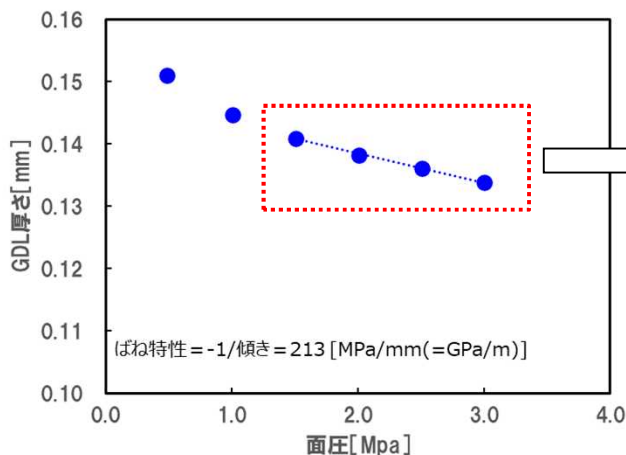
- 所定のサイズのGDLを1枚、測定治具に設置する。
- 初期では塑性変形にともなう特性変化が発生する可能性があるため、加重-抜重を3回行い、荷重-厚さ特性が安定したのちに本測定を実施する。
- 0.5Mpa刻みで加重と抜重の両方で厚さの変化を測定し、荷重-厚さ特性（ヒステリシス特性を含め）のデータを記録する。



図G-4-2
応力-歪み測定試験イメージ図

算出方法

- 荷重(面圧)の変化に対するGDL厚さの変化をプロットする。面圧とGDL厚さの関係が線形となる部分からばね特性を算出する。



線形となる部分からばね特性を算出

(4) 拡散層

B. 耐久方法

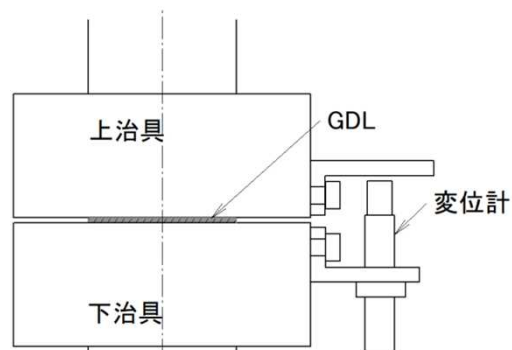
G-5 試験名: 繰り返し荷重試験方法

下記の条件に従って、繰り返し荷重試験を行なう。

テスト方法

試験条件

項目	条件
試験片形状	GDLのみ。30mm x 30mm。
繰り返し回数	10,000回
試験周波数	1Hz
基準面圧	1.0Mpa、±0.2MPa
試験温度、湿度	室温(湿度は特に指定なし)



図G-5-1試験方法

試験装置

荷重容量±5kN または10kN の荷重 - 変位測定装置を用いる
(疲労試験機、オートグラフ等)。

テスト手順

- ・所定のサイズのGDLを1枚、測定治具に設置する。
- ・基準面圧までの加重および抜重を周波数1Hzで繰り返し行なう。加重と抜重のサイクルを10,000回繰り返す。
- ・10,000回終了後にばね特性測定試験を行う。
- ・GDLを測定治具から取り出し、ガス拡散抵抗等の測定を行う。

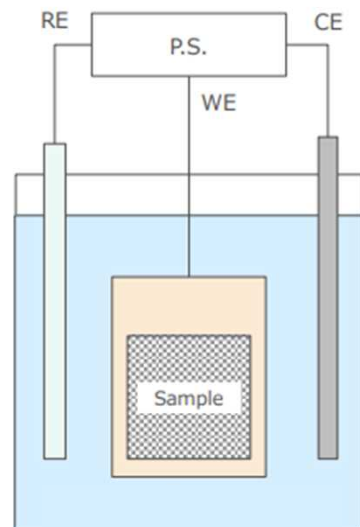
G-6 試験名:高電位腐食試験方法

下記の条件・手順でGDLを硫酸中で腐食開始電位以上で保持し、腐食耐久試験を行う。

テスト方法

腐食試験条件

項目	条件
WE	サンプル(ホルダーに固定)
CE	カーボン電極
RE	Hg/Hg ₂ SO ₄ /sat-K ₂ SO ₄
電解質	0.5M-H ₂ SO ₄
温度	RT
保持電位	2.0V vs RHE
保持時間	4.0H



図G-6-1試験方法

テスト手順

- GDLを1枚、測定ホルダーにセットする。
- 測定ホルダーにセットしたGDLをエタノールに浸漬させたのち純水で置換する。
- 測定系に測定ホルダーをセットする。
- 不活性ガス(Ar, N₂等)を流してバブリングを行う。(30分)
- 上記の条件で耐久を実施する。
- 所定時間(4時間)後に測定ホルダーを引き上げGDLを測定治具から取り出し、純水で洗浄、乾燥後にガス拡散抵抗等の測定を行う。

(4)バイポーラプレート(BPP)

A. 評価方法

B-1 試験名: 接触抵抗試験方法(対GDL)

目的 バイポーラプレートとガス拡散層 (GDL) の接触抵抗の評価

テスト方法

測定手順

GDLはTGP-H-060を使用する。

測定面積: 2 cm x 2 cm (推奨)

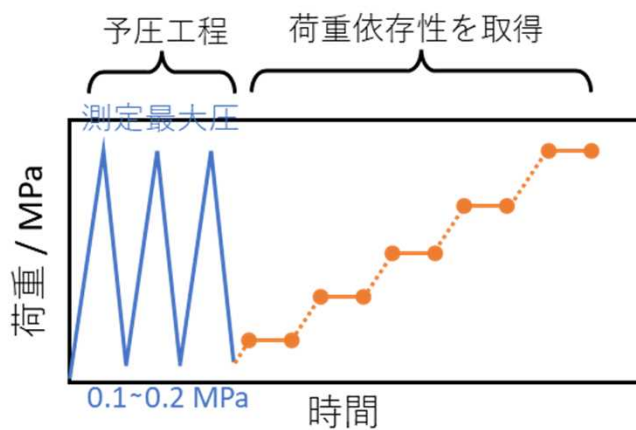
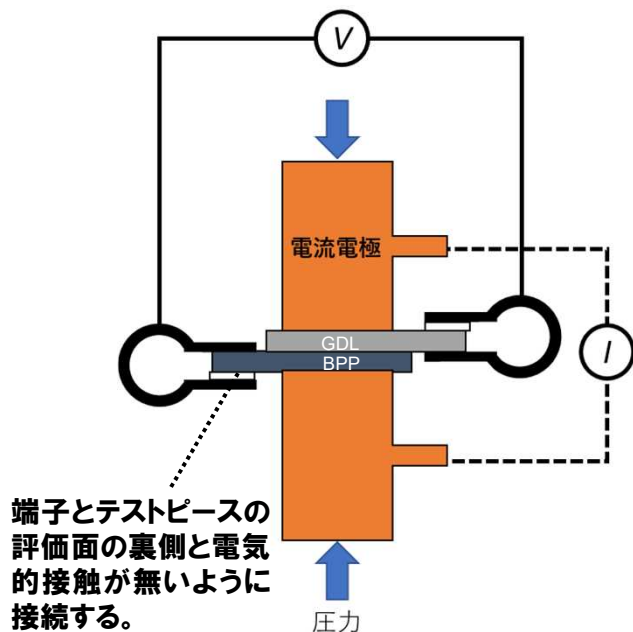
温度: 室温

- 試験片及びGDLが、電流電極接触部の全ての辺ではみ出すようにし、GDLの基材側と試験片のガス面側が接するように重ねて設置する。
- 上下の電流電極の接触面がずれないように接触させ、予圧を3セット印加する。
- 試験片及びGDLに電圧測定端子(クリップ)を接続する。目標圧力になるように荷重を加え、電流電極を通して貫層方向に任意の電流を流す。
- 電流を印加してから10～30秒後の抵抗値を計測する。抵抗値の荷重依存性を計測する。

データ処理

抵抗値に接触面積(≒電流電極接触部面積)を乗じた値を接触抵抗 [$m\Omega \text{ cm}^2$] とする。

装置構成



目標値

BOL: < 3 $m\Omega \text{ cm}^2$ @1MPa

EOL: < 5 $m\Omega \text{ cm}^2$ @1MPa

※1.0 MPa時の接触抵抗で比較する事

(4)ハイポラプレート(BPP)

B. 耐久方法

B-3 試験名:密着性試験方法(表面処理層)

目的 ハイポラプレートの表面処理層の密着性を評価

テスト方法

測定条件

プレッシャークッカー試験

130℃、100%RH(または不飽和)の加圧水蒸気中に試験片を暴露

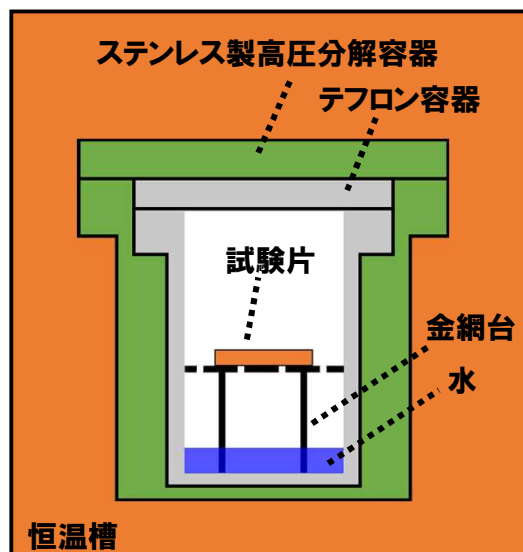
容器:耐圧性の密閉容器

試験液:イオン交換水

試験液の温度:130±2℃

試験時間:4Hr以上

装置構成



目標値

○剥がれなき事 ($\phi 80 \mu\text{m}$ 以上を剥がれ定義)

○プレッシャークッカー試験後、初期の抵抗値を満足する事

⇒密着性試験前後で接触抵抗試験を実施

B-4 試験名:耐食性試験方法(アノード腐食)

目的 FCV運転環境下を模擬した腐食試験におけるハイポラプレート[®]の金属溶出量の評価(アノード腐食)

テスト方法

測定条件

	ワーク	平板を20%引っ張り、もしくは表面処理検討においては平板可。
環境	試験容器	電気化学測定で使用されている標準的な容器とする。 ただし、フッ化物イオンと反応しないもの(例:PE製)を使用のこと。
	試験液	イオン交換水(導電率10 μ S/cm以下)に下記試薬を加え、希硫酸にてpH3 \pm 0.05に調整する。 NaCl特級試薬 16.5 \pm 0.1mg/L (Clとして10ppm相当) NaF特級試薬 6.65 \pm 0.1mg/L (Fとして3ppm相当)
	試験液の温度	80 \pm 2 $^{\circ}$ C
	試験雰囲気	不活性ガス(Ar, N ₂ 等)
電位	参照電極	下記電位を印加できる電極を使用する。例えば銀塩化銀参照電極など。
	対極	白金
	印加電位	0.0 \pm 0.01V vs RHE
	印加時間	60Hr以上

評価面以外はマスキング^{※1}を行い、マスキング剤^{※2}は、マスキング成分が試験液に溶出しないものを使用すること。

※1) 評価面の面積は、2.5cm \times 2.5cm以上4cm \times 5cm以下とする。

※2) 例えば、信越化学工業製の信越シリコン(KE-44,KE-45など)や、ポリエチレン製のラミネート材

装置構成

フッ素で溶解しないテフロンやPE製のものを使用のこと。

データ処理

- (1) 測定条件に従い定電位試験を実施する。
ただし、本評価の電位の印可時間は60Hr以上でも可。
- (2) 試験後の試験液を回収し、ICP-MSにより金属溶出量の定量を実施する。
ただし、腐食試験においてFe²⁺などの金属イオンが総量に対して約10%対極に析出することがあるため留意すること(Appendixのデータを参照のこと)。

目標値

溶出速度 (Fe) : < 3 x 10⁻¹⁰ mol cm⁻² h⁻¹

目標とする濃度のうちFe以外については別途検討

※腐食試験においてFe²⁺などの金属イオンが対極に析出することがあるため留意すること(Appendix参照)。

B-5 試験名:耐食性試験方法(カソード腐食)

目的 FCV運転環境下を模擬した腐食試験におけるバイポーラプレートの金属溶出量の評価(カソード腐食)

テスト方法

測定条件

	ワーク	平板を20%引っ張り、もしくは表面処理検討においては平板可。
環境	試験容器	電気化学測定で使用されている標準的な容器とする。 ただし、フッ化物イオンと反応しないもの(例:PE製)を使用のこと。
	試験液	イオン交換水(導電率10 μ S/cm以下)に下記試薬を加え、希硫酸にてpH3 \pm 0.05に調整する。 NaCl特級試薬 16.5 \pm 0.1mg/L (Clとして10ppm相当) NaF特級試薬 6.65 \pm 0.1mg/L (Fとして3ppm相当)
	試験液の温度	80 \pm 2 $^{\circ}$ C
	試験雰囲気	Air, 大気暴露
電位	参照電極	下記電位を印加できる電極を使用する。例えば銀塩化銀参照電極など。
	対極	白金
	印加電位	1.1 \pm 0.01 V vs RHE
	印加時間	60Hr以上

評価面以外はマスキング^{*1}を行い、マスキング剤^{*2}は、マスキング成分が試験液に溶出ししないものを使用すること。

※1) 評価面の面積は、2.5cm \times 2.5cm以上4cm \times 5cm以下とする。

※2) 例えば、信越化学工業製の信越シリコン(KE-44,KE-45など)や、ポリエチレン製のラミネート材

装置構成

フッ素で溶解しないテフロンやPE製のものを使用のこと。

データ処理

- (1) 測定条件に従い定電位試験を実施する。
ただし、本評価の電位の印可時間は60Hr以上でも可。
- (2) 試験後の試験液を回収し、ICP-MSにより金属溶出量の定量を実施する。
ただし、腐食試験においてFe²⁺などの金属イオンが総量に対して約10%対極に析出することがあるため留意すること(Appendixのデータを参照のこと)。

目標値

溶出速度 (Fe) : < 3 x 10⁻¹⁰ mol cm⁻² h⁻¹

目標とする濃度のうちFe以外については別途検討

※腐食試験においてFe²⁺などの金属イオンが対極に析出することがあるため留意すること(Appendix参照)。

2. セル性能評価プロトコル (6) Appendix

(6) Appendix ②セルの仕様

・セルの仕様と使い分け

セル評価解析で使用するセルは、以下の考え方にに基づき使い分けを行う。

(1) 1cm×1cmセル:パラレル(平行)流路セル【少量試料評価用】

大学等の実験室で新たに開発されるMEA材料としては、触媒のようにサンプル量が数100mgと限られていたり、電解質膜のように大きい面積のサンプルの調整が難しい場合も多い。このような少量サンプルのセル評価を行なうため、1cm×1cmの小型電極を付けたMEAを作製し、このMEAに対応可能な専用セルを使用する。

セル面内の反応場が均一になるようにパラレル型流路構造のセルを使用し、燃料および酸化剤の利用率5%となるように条件を設定する。これらの設定により実用サイズの燃料電池セルの面内の特定部分の反応場を再現した条件での材料自体の特性に起因する発電性能を見ることができ、1cm×1cmセルとしてはエンドプレート等をJARI標準セルと同じ物を使ってセパレータのみを変えたセルとエンドプレート等も小型にしたセルの2種類のセルの仕様について記載する。

(2) 1cm×3cmセル:パラレル(平行)流路セル【性能解析・耐久性評価】

MEA材料としてある程度の量が確保できる場合のセル性能解析・耐久性評価を行うために用いる。セル面内の反応場が均一になるようにパラレル型流路構造のセルを使用し、燃料および酸化剤の利用率5%となるように条件を設定する。これらの設定により1cm×1cmセルと同様に実用サイズの燃料電池セルの面内の特定部分の反応場を再現した条件での性能解析、耐久性評価が行える。また、用いるMEAサイズが1cm×1cmより大きくなることにより耐久後の材料の構造解析等の項目がより多く実施でき性能解析と材料構造解析との関連付けがより詳細に実施可能となる。

1cm×3cmセルとしてはエンドプレート等をJARI標準セルと同じ物を使ってセパレータのみを変えたセルの仕様について記載する。

(3) 5cm×5cmJARI標準セル【スケールアップ用試作材料評価】

JARI標準セルは1本のサーペンタイン型流路構造を有し、ガス流速が大きいこと、セルの入口から出口まで分布のある反応場となっていること、背圧を生じやすいことなどの特徴があり実際のPEFCスタック内で生じているのと同様な現象が生じていると考えられる。スケールアップ用試作材料について、セル内の面内分布が生じた条件での評価を行うには、JARI標準セルを用いた発電試験(性能評価および耐久性評価)を実施する。

JARI標準セルでの発電試験ではPEFCの実用条件に近い運転条件を用い、燃料および酸化剤の利用率も高い値(例えば $U_f:70\%$ $U_{ox}:40\%$)で試験を行う。本冊子ではこのセルを JARI標準セル と記載する。

参考資料

- ・平成28年度、平成29年度NEDO中間年報
固体高分子形燃料電池利用高度化技術開発事業／普及拡大化基盤技術開発／触媒・電解質・MEA
内部現象の高度に達成した解析、セル評価
- ・平成30年度NEDO中間年報
固体高分子形燃料電池利用高度化技術開発事業／普及拡大化基盤技術開発／触媒・電解質・MEA
内部現象の高度に達成した解析、セル評価(平成27年～29年度)、MEA性能創出技術開発(平成30
年度～31年度)
- ・2015年度～2019年度NEDO成果報告書
固体高分子形燃料電池利用高度化技術開発事業／普及拡大化基盤技術開発／触媒・電解質・MEA内
部現象の高度に達成した解析、セル評価(平成27年～29年度)、MEA性能創出技術開発(平成30年
度～31年度)
- ・実用新案登録第3219697号
- ・"Study of fuel cell structure and heating method Development of JARI's standard single cell"
Y.Hashimasa et.al, Journal of Power Sources 155 (2006) 182-189

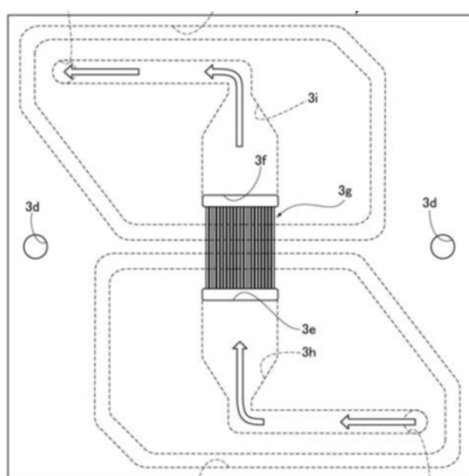
(6) Appendix ②セルの仕様:セルの仕様と使い分け

1cm×1cmセル (エンドプレート:JARI標準セル共用)【少量試料評価用】

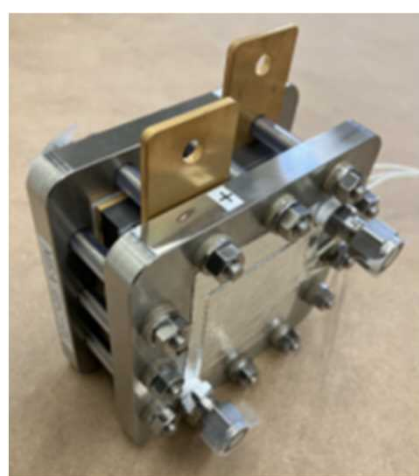
- ・数100mg未満の触媒の少量開発品で作製する1cm×1cmの電極に対応して、JARI標準セルのエンドプレート、集電板をそのまま使用可能なセル。このセルでの評価に必要な触媒量は最小限200mgである。
- ・1cm×1cmセルの発電評価には、微少ガス流量対応可能な評価装置を使用する。
- ・1cm×1cmセルでの発電評価は燃料・酸化剤の利用率を低くした条件で実施する。
- ・セル形状としてはJARI標準セルと同じであり、セパレータ部分のみがJARI標準セルと異なる。

1cm×1cmセル仕様	
項目	仕様
流路形状	パラレル(平行)流路 20本
流路幅・リブ幅	アノード側、カソード側ともに 流路幅0.4mm、リブ幅0.2mm
流路深さ	アノード側、カソード側ともに 0.2mm
MEA電極寸法	1cm×1cm
締め付け用ボルト穴数	12

1cm×1cmセル用の発電評価装置仕様・評価条件	
項目	条件・仕様
ガス利用率	IV測定時のガス利用率 3A/cm ² で5%あるいは2A/cm ² で5%となるように設定可能
ガス圧力	常圧(0kPa-G)から加圧(200kPa-G)で変化させて評価可能
セル加熱	60～120℃の範囲はシート式ヒータを使用 120℃より高温ではジャケット式ヒータを使用
電子負荷装置	電流:MAX5～10A 電圧:0～3V



ガス流路



セルの組付け状態

参考資料

- ・実用新案登録第3219697号

(6) Appendix ②セルの仕様:セルの仕様と使い分け

1cm×1cmセル(FC-Cubic小型燃料電池セル)【少量試料評価用】

- ・数100mg程度の触媒や数cm²程度の電解質膜といった少量開発品に対して作製される1cm×1cmの電極に対応したセル。このセルでの評価に必要な触媒量は最小限200mg、電解質膜は直径3cm程度である。
- ・1cm×1cmセルの発電評価には微少ガス流量対応可能な評価装置を使用する。
- ・1cm×1cmセルでの発電評価は燃料・酸化剤の利用률을低くした条件で実施する。

1cm×1cmセル仕様	
項目	仕様
流路形状	パラレル(平行)流路 17本
流路幅・リブ幅	アノード側、カソード側ともに 流路幅0.4mm、リブ幅0.4mm
流路深さ	アノード側、カソード側ともに 0.5mm
MEA電極寸法	1cm×1cm
締め付け用ボルト穴数	8

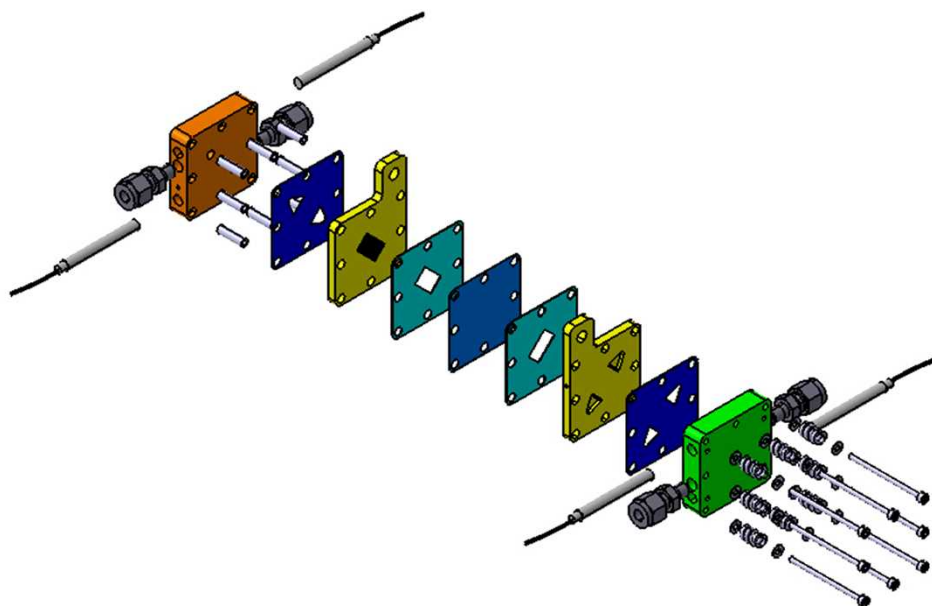
1cm×1cmセル用の発電評価装置仕様・評価条件	
項目	条件・仕様
ガス利用率	IV測定時のガス利用率 3A/cm ² で5%あるいは2A/cm ² で5%となるように設定可能
ガス圧力	常圧(0kPa-G)から加圧(200kPa-G)で変化させて評価可能
セル加熱	カートリッジヒーターを使用
電子負荷装置	電流:MAX5~10A 電圧:0~3V



ガス流路



セルを組付けた状態



セルの構成

参考資料

- ・「FC-Cubic 小型燃料電池セル」カタログ
[技術情報 | 燃料電池 固体高分子形 PEFC \(fc-cubic.or.jp\)](http://fc-cubic.or.jp)

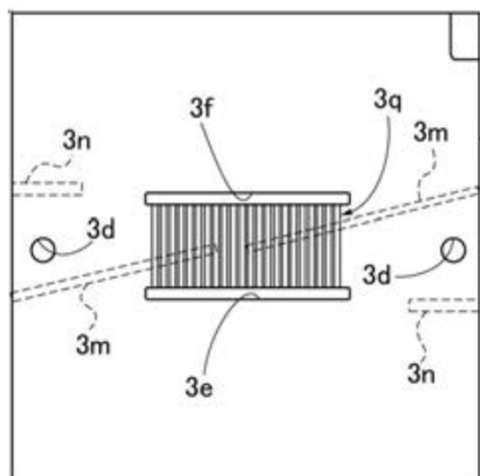
(6) Appendix ②セルの仕様:セルの仕様と使い分け

1cm×3cmセル (エンドプレート:JARI標準セル共用)【性能解析・耐久性評価】

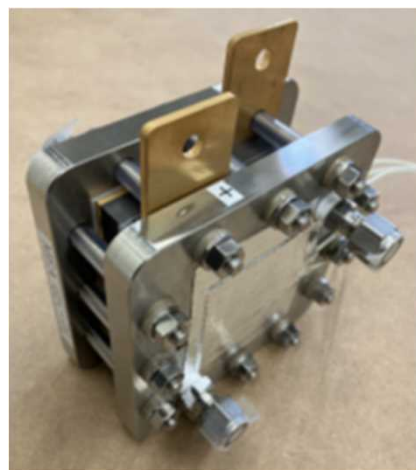
- ・ある程度の材料が確保できてMEA試作が可能な場合に性能評価、性能解析を行う時に用いる。
- ・1cm×3cmセルでの発電評価は燃料・酸化剤の利用効率を低くした条件で実施するため、それに相当する条件が設定できる評価装置を使用する。。
- ・セル形状としてはJARI標準セルと同じであり、集電板等はJARI標準セルの物を使用可能。セパレータ部分のみがJARI標準セルと異なる。

1cm×3cmセル仕様	
項目	仕様
流路形状	パラレル(平行)流路 54本
流路幅・リブ幅	アノード側、カソード側ともに 流路幅0.4mm、リブ幅0.2mm
流路深さ	アノード側、カソード側ともに 0.2mm
MEA電極寸法	1cm×3cm
締め付け用ボルト穴数	12

1cm×3cmセル用の発電評価装置仕様・評価条件	
項目	条件・仕様
ガス利用率	IV測定時のガス利用率 3A/cm ² で5%あるいは2A/cm ² で5%となるように設定可能
ガス圧力	常圧(0kPa-G)から加圧(200kPa-G)まで変化させて評価可能
セル加熱	60~120℃の範囲はシート式ヒータを使用 120℃より高温ではジャケット式ヒータを使用
電子負荷装置	電流:MAX~20A 電圧:0~3V



ガス流路



セルの組付け状態

参考資料

・実用新案登録第3219697号

(6) Appendix ②セルの仕様:セルの仕様と使い分け

5cm×5cmセルJARI標準セル【スケールアップ用試作材料評価】

- ・電極面積5cm×5cm、膜面積8cm×8cmのMEA化が可能な量を確保できる材料に対してJARI標準セルを使用することが可能である。JARI標準セルで用いるMEAを作製するための電極触媒の必要量の目安は2gである。
- ・JARI標準セルはサーペンタイン型ガス流路構造に起因する反応場の分布を有しており、得られる結果はそれぞれの場所での反応結果が平均化された結果となる。JARI標準セルでの発電評価試験条件は実際のスタックでの使用条件に近い利用率・加湿条件で実施することが一般的である。

JARI標準セル仕様	
項目	仕様
流路形状	サーペンタイン流路 1本
流路幅・リブ幅	アノード側、カソード側ともに 流路幅1.0mm、リブ幅1.0mm
流路深さ	アノード側、カソード側ともに 1.0mm
MEA電極寸法	5cm×5cm
締め付け用ボルト穴数	12

5cm×5cmセル用の発電評価装置仕様・評価条件	
項目	条件・仕様
ガス利用率	IV測定時のガス利用率 燃料および酸化剤の利用率も高い値(例えば $U_f: 70\%$ $U_{ox}: 40\%$)で行う
ガス圧力	常圧(0kPa-G)から加圧(200kPa-G)まで変化させて評価可能
セル加熱	シート式ヒータを使用
電子負荷装置	電流:MAX~75A 電圧:0~3V



JARI標準セルのガス流路



JARI標準セルの組付け状態

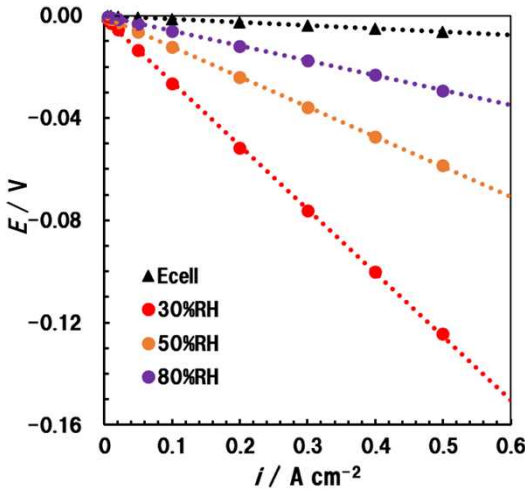
(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例 M-5 プロトン輸送抵抗(電解質膜)

測定例

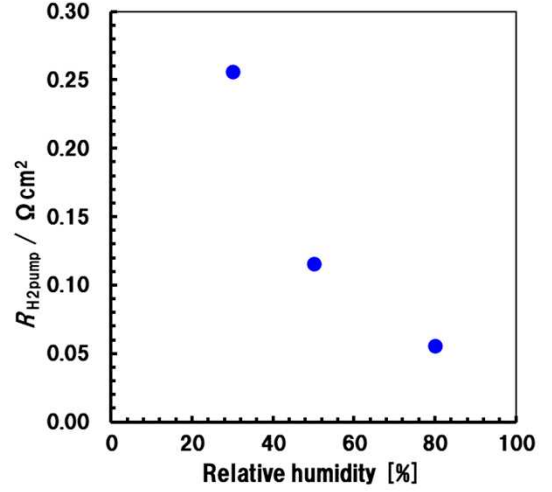
MEA カソード触媒:TEC10V30E Pt担持量:0.202 mg-Pt/cm²
 アノード触媒:TEC10EA50E Pt担持量:0.202 mg-Pt/cm²
 電解質膜 :Nafion211
 ECSA 73.4 m²/g-Pt

●加湿条件の影響 温度:70℃ 加湿:30%RH,50%RH,80%RH

測定結果

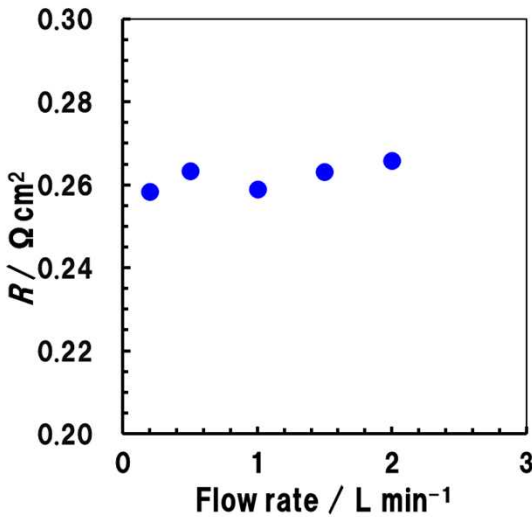


測定結果から求めたプロトン輸送抵抗



●ガス流量の影響

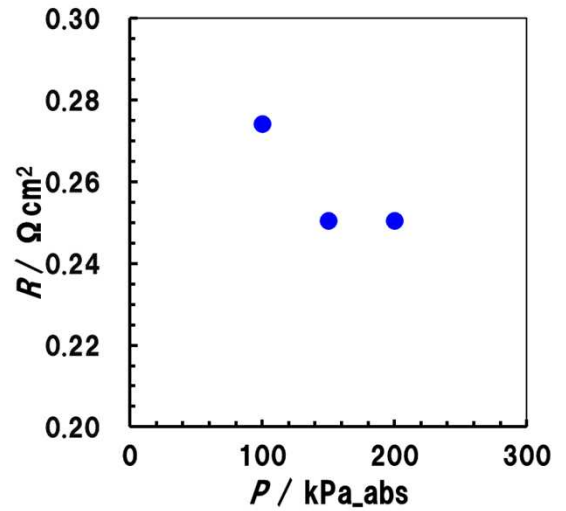
セル温度:70℃ 加湿:30%RH



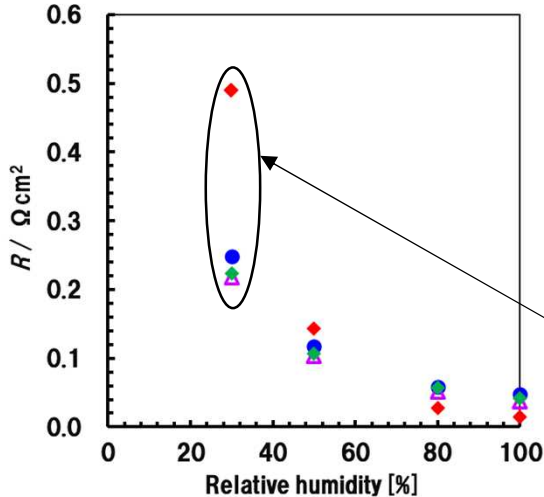
ガス流量による影響は誤差範囲

●ガス圧力の影響

セル温度:70℃ 加湿:30%RH



●他の測定手法で得られるプロトン抵抗との比較

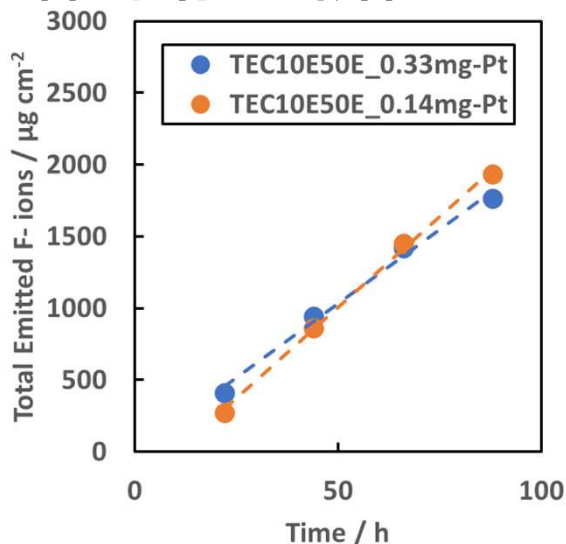


- R_{H2pump} :水素ポンプ法
- △ R_{HFR} :交流抵抗測定装置による結果
- ◆ R_{EIS_CL} :EIS法による触媒層のプロトン抵抗
- ◇ R_{EIS_PEM} :EIS法による電解質膜のプロトン抵抗

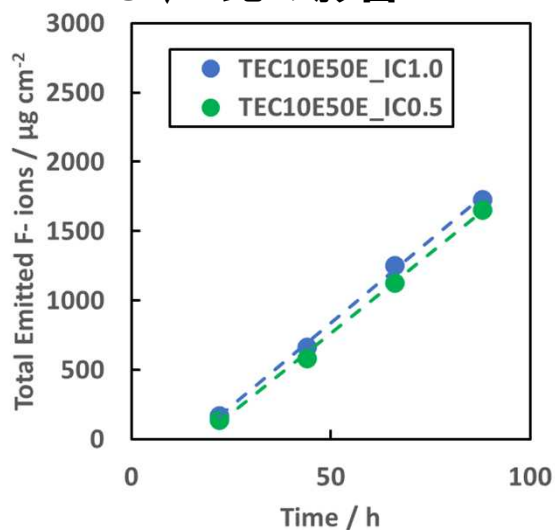
低湿度(30%RH)では電解質膜のプロトン輸送抵抗以外に触媒層による抵抗が重畳($R_{H+CL}, R_{HOR}, R_{HER}$)

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例 M - 10 加圧高電位(OCV)保持試験方法

●白金目付量の影響



●I/C比の影響



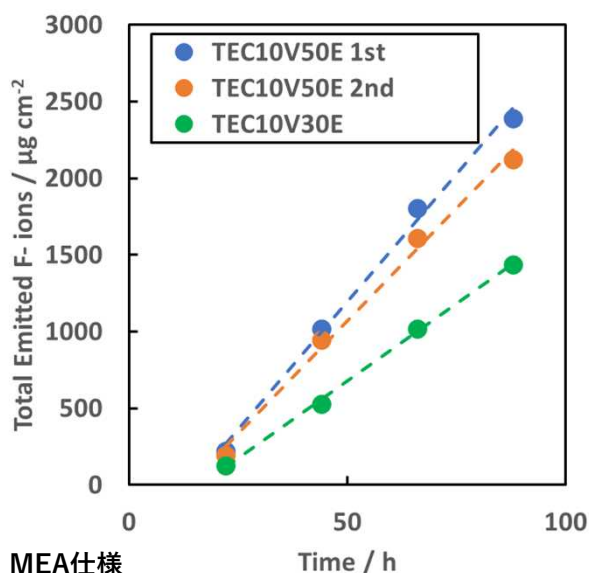
MEA仕様

Anode	TEC10E50E_IC 0.8	0.33 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.36 mg-Pt/cm ²
Anode	TEC10E50E_IC 0.8	0.14 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.33 mg-Pt/cm ²

Anode	TEC10E50E_IC 1.0	0.31 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.34 mg-Pt/cm ²
Anode	TEC10E50E_IC 0.5	0.28 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.28 mg-Pt/cm ²

●白金担持量の影響

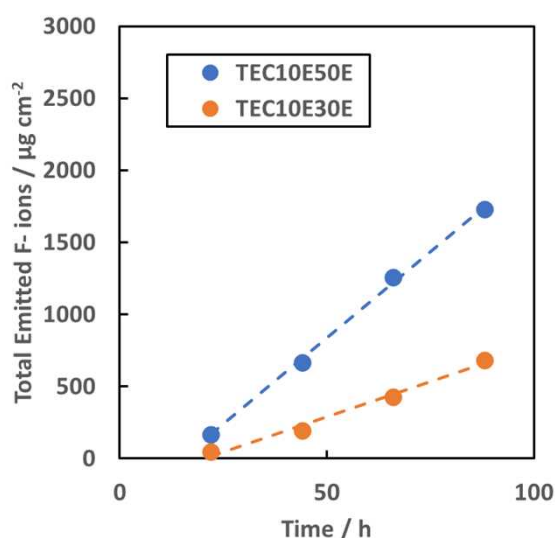
Vulcan



MEA仕様

Anode	TEC10V50E_IC 0.8	0.36 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.31 mg-Pt/cm ²
Anode	TEC10V30E_IC 1.0	0.32 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.29 mg-Pt/cm ²

Ketjen



Anode	TEC10E50E_IC 1.0	0.31 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.34 mg-Pt/cm ²
Anode	TEC10E30E_IC 1.0	0.29 mg-Pt/cm ²
Cathode	TEC10E50E_IC 0.8	0.31 mg-Pt/cm ²

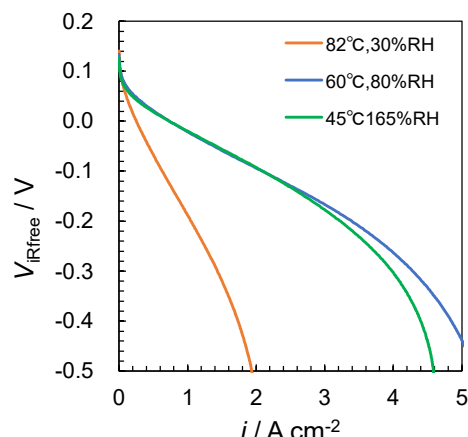
(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

C-5 HOR性能(アノード触媒)

●測定条件の影響

セル温度,湿度:45℃,165%RH, 60℃,80%RH, 82℃,30%RH 測定結果

アノード	触媒	TEC10E50E
	I/C	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.372
	ECSA / $\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$	63.1
カソード	触媒	TEC10E50E
	I/C	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.355
	ECSA / $\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$	59.0
電解質膜		Nafion NR211



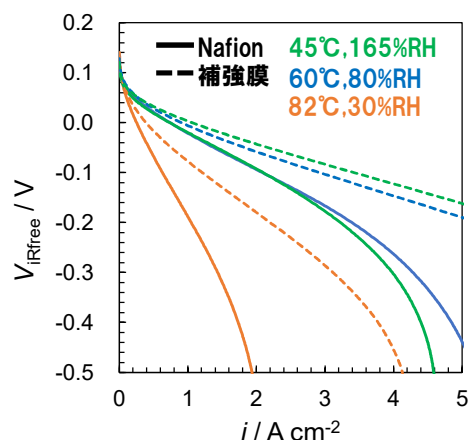
・HOR活性化過電圧、触媒層中のプロトン伝導抵抗過電圧、 H_2 拡散過電圧が重畳した過電圧として評価する。

●電解質膜種の影響

セル温度,湿度:45℃,165%RH, 60℃,80%RH, 82℃,30%RH

		Nafion	補強膜
アノード	触媒	TEC10E50E	TEC10E50E
	I/C	0.8	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.372	0.348
カソード	触媒	TEC10E50E	TEC10E50E
	I/C	0.8	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.355	0.361
電解質膜		Nafion NR211	補強膜

測定結果



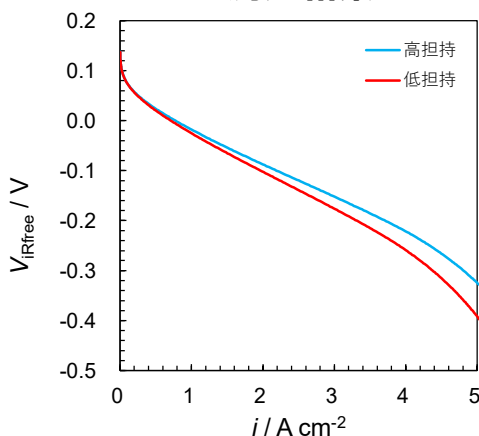
・電解質膜種により過電圧に大きく影響する。電解質膜特性(電気浸透や透過性など水輸送特性やプロトン輸送特性)によるものと考えられ、公平な評価には同一の電解質膜での評価が必要。

●アノード白金担持量の影響

セル温度:60℃ 加湿:80%RH

		高担持	低担持
アノード	触媒	TEC10E30E	TEC10E30E
	I/C	1.0	1.0
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.150	0.051
	ECSA / $\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}^{-1}$	79.3	79.0
カソード	触媒	TEC10E50E	TEC10E50E
	I/C	0.8	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.304	0.307
	ECSA / $\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}^{-1}$	74.3	68.7
電解質膜		Nafion NR211	Nafion NR211

測定結果



・アノードPt担持量で過電圧は変わるので公平な評価にはPt担持量が同等の試料で比較する。

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

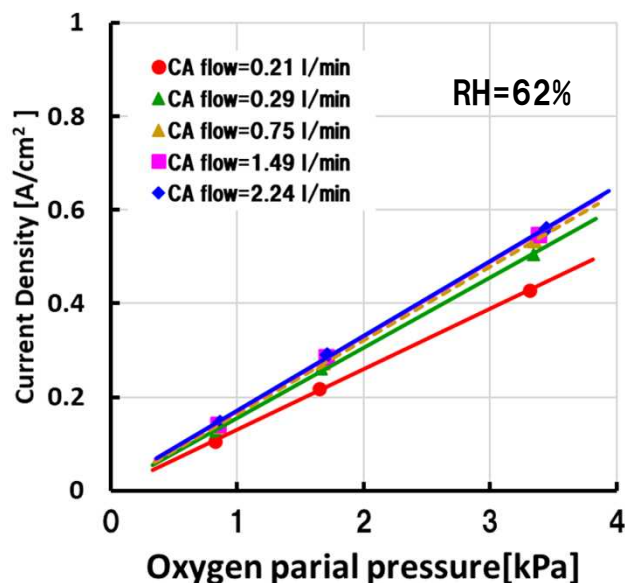
C-6 酸素拡散抵抗測定(触媒層)

MEA仕様

電解質膜	NRE211
触媒種類	TEC10E50E
白金量 (AN/CA) (mg-Pt/cm ²)	0.15/0.21
カソードECSA (m ² /g-Pt)	69.7

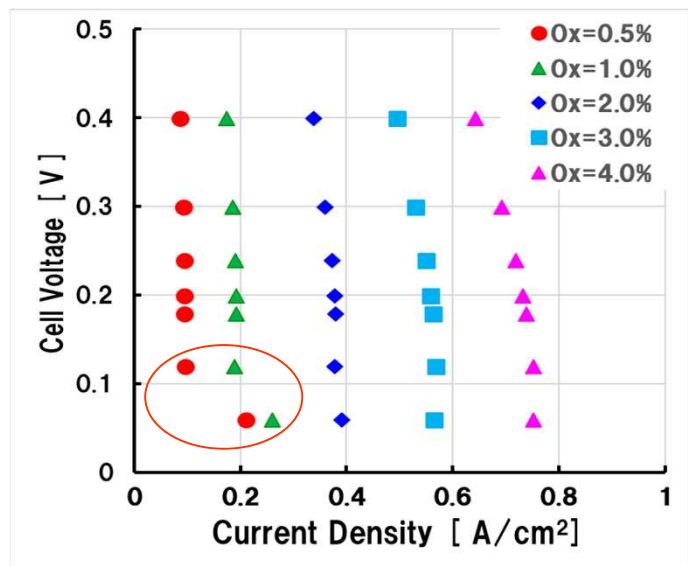
●ガス流量の影響

- ・ 流量1.5L/min以上で流量による傾きが同程度になる(図C-6-4)。
- ・ 流量の選択は使用する装置のマスフローメータの仕様などを考慮して決定する



図C-6-4. 流量が傾きに与える影響

●酸素濃度の影響



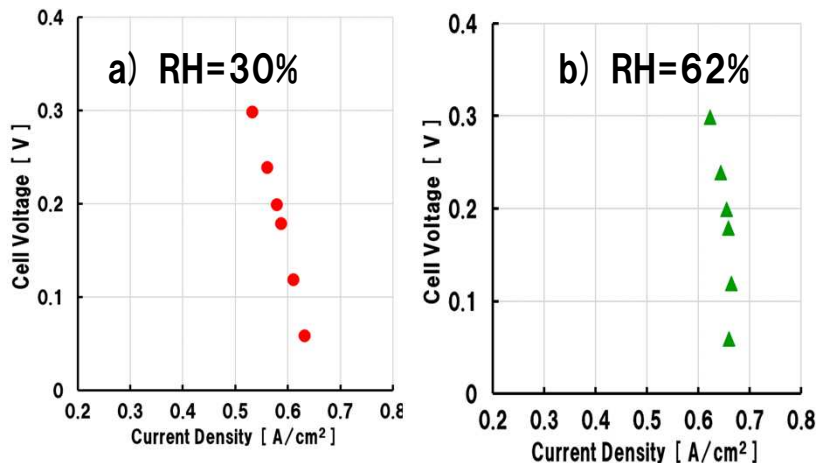
図C-6-5. 酸素濃度による特性の違い

- ・ 酸素濃度1%以下ではセル電圧0.1V以下において水素発生電流が電流値に上乘せされる(図中赤枠)。(図C-6-5.)。
- ・ 水素発生電流が上乘せされている部分は限界電流として扱わずセル電圧0.1V以上の範囲を限界電流として扱う。

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

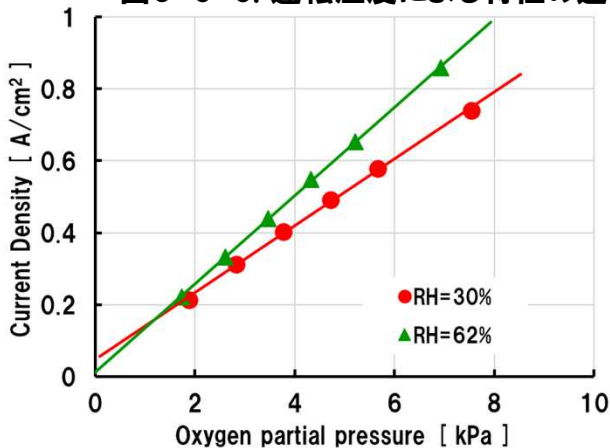
C-6 酸素拡散抵抗測定(触媒層)

●加湿条件の影響



・ RH=62% (図C-6-6.b)では限界電流としてセル電圧0.2V以下において電流密度の変動が小さくなることが確認できるが、RH=30% (図C-6-6.a)では電流密度が変動を続けており限界電流の特定が困難となっている

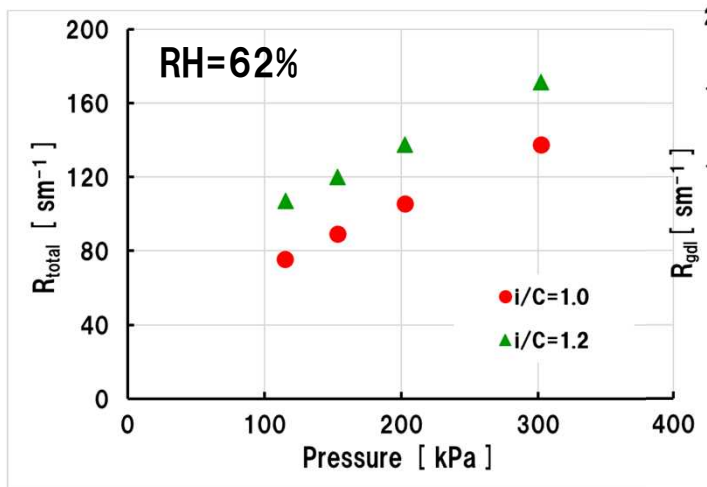
図C-6-6. 運転湿度による特性の違い



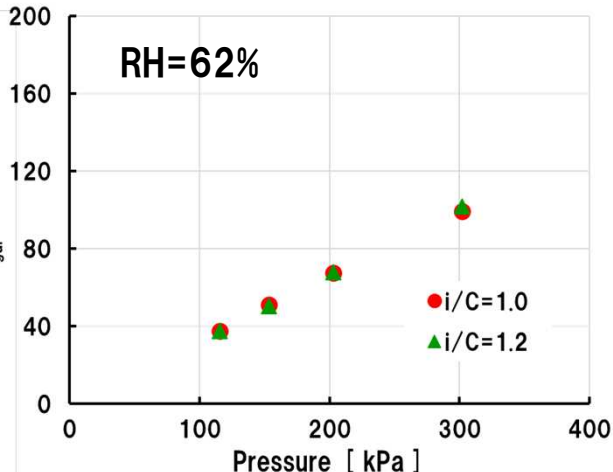
・ 限界電流が酸素分圧との関係で近似直線が原点付近を通ることを確認する。限界電流が明確なRH=62%では原点近くを通過するが、RH30%では原点付近を通過しないため限界電流とは判断し難い (図C-6-7.)。

図C-6-7. 運転湿度による特性の違い

●仕様の異なる触媒層での測定例



図C-6-8. 酸素輸送抵抗比較 (R_{total})



図C-6-9. ガス拡散層酸素輸送抵抗比較 (R_{gdl})

・ 触媒層内のイオノマー量 (i/C) のみが異なるMEAを使用。得られた酸素輸送抵抗 (R_{total}) はサンプルにより異なる (図C-6-8.)。得られた結果から圧力非依存成分 (R_{other}) を差し引くとサンプル間で同一のガス拡散層の輸送抵抗 (R_{gdl}) は同程度となる。(図C-6-9.)

	$i/C=1.0$	$i/C=1.2$
R_{other} (s m⁻¹)	38.32	69.51

(6) Appendix **④標準材料による性能・耐久性の評価結果例**
C-7プロトン輸送抵抗(触媒層)

各試験に用いたMEA仕様

● **バイアス電位/相対湿度の影響**

カソード触媒	TEC10V30E_I/C 1.0	Pt担持量	0.121	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E_I/C 1.0	Pt担持量	0.336	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	65.99			

● **I/Cの影響**

I/C=0.5

カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.17	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	未定量	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	66.43			

I/C=0.7

カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.182	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	未定量	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	65.41			

I/C=1.0

カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.202	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	未定量	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	70.53			

● **担持密度の影響**

カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.121	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	0.336	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	65.99			

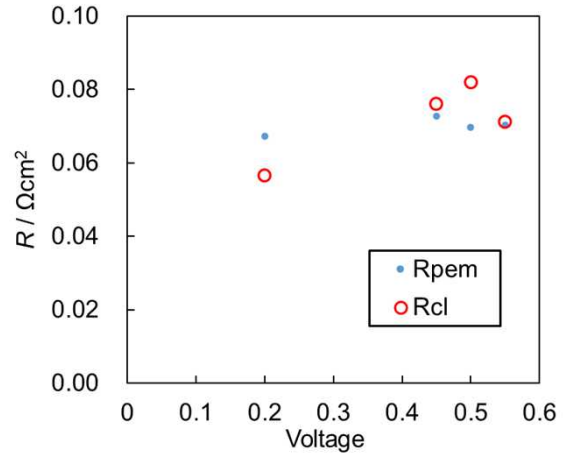
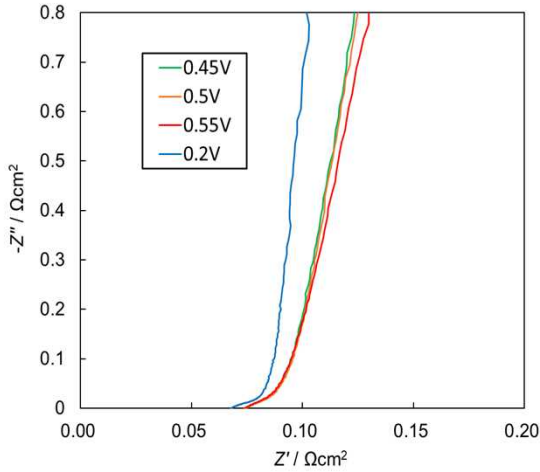
カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.202	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	未定量	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	70.53			

カソード触媒	TEC10V30E	Pt担持量	0.388	mg-Pt/cm ²
アノード触媒	TEC10EA50E	Pt担持量	未定量	mg-Pt/cm ³
電解質膜	Nafion211			
ECA	65.09			

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例 C-7 プロトン輸送抵抗(触媒層)

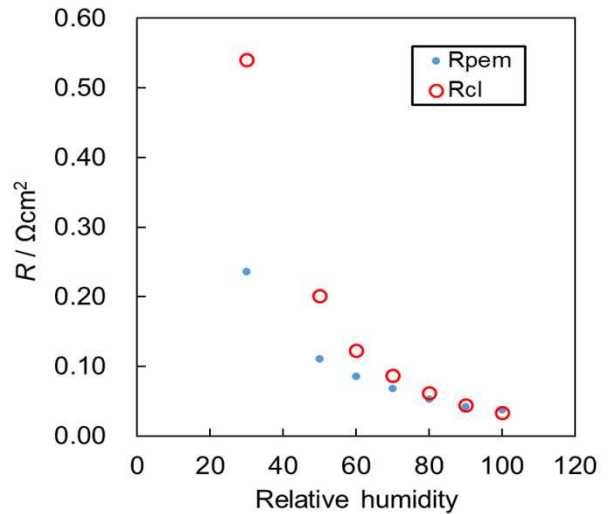
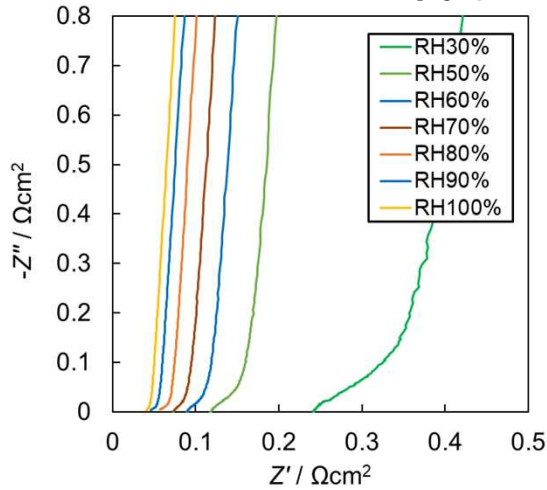
測定例

●バイアス電位の影響 70°C 70%RH



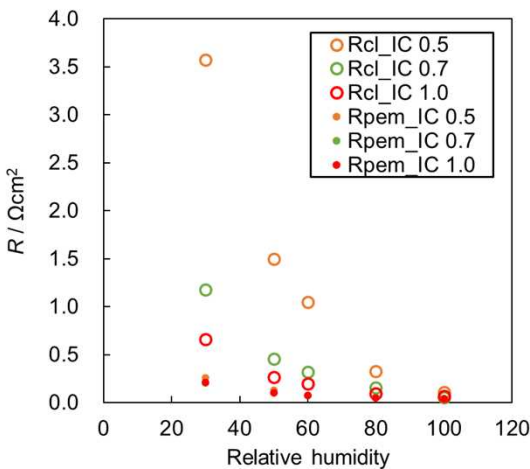
電位は副反応の影響が少ない0.45 Vを選定
(0.2 V以下で水素吸着、0.55 V以上で白金酸化の反応が重量)

●相対湿度の影響 70°C



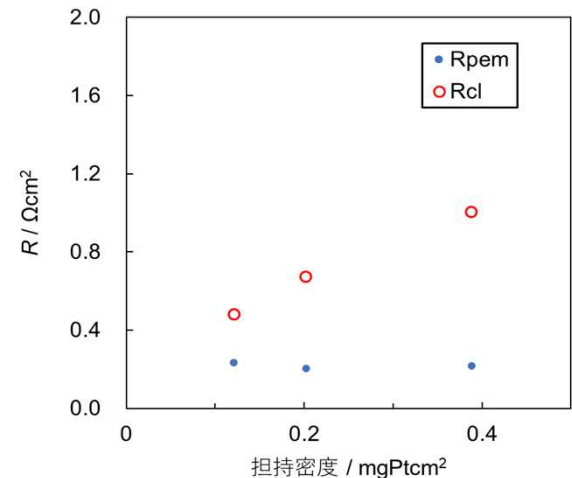
R_{PEM}, R_{CL} 共に相対湿度に強く依存

●I/Cの影響 70°C



ICが大きいと R_{CL} は小さくなる傾向を示す

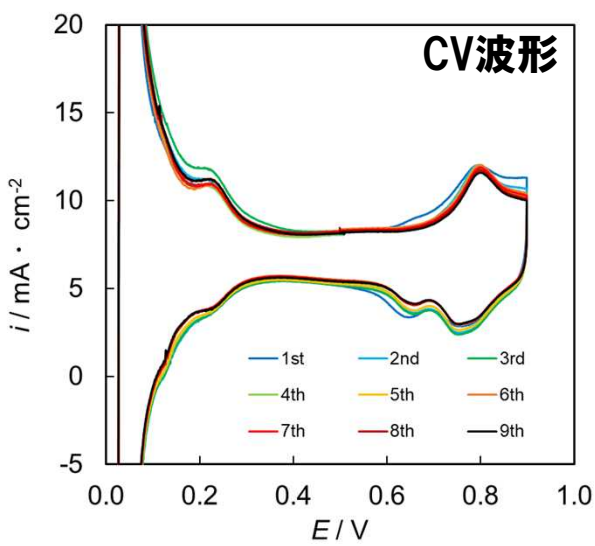
●担持密度の影響 70°C 30%RH



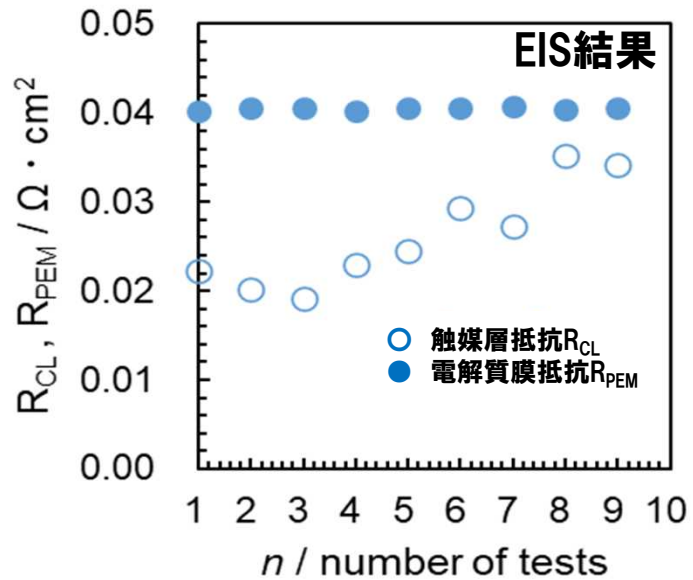
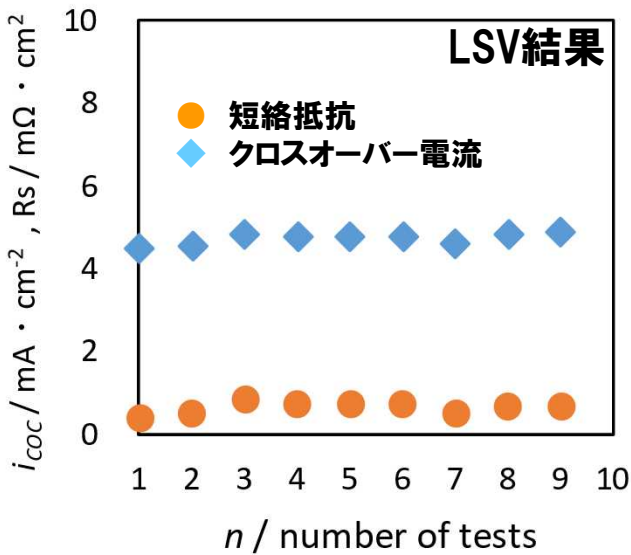
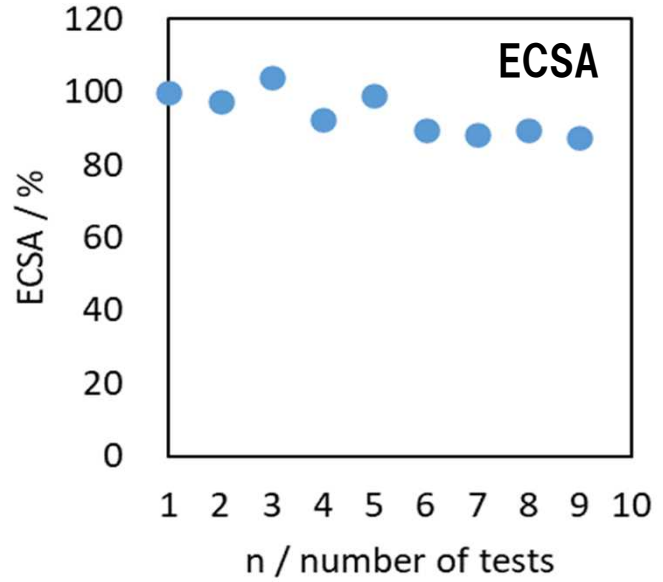
担持密度(触媒層厚み)が大きいと R_{CL} は大きくなる傾向を示す

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 C- 8 高温評価(セル温度120℃まで)

・120℃初期評価測定例:推奨仕様TEC10V30E-HT触媒



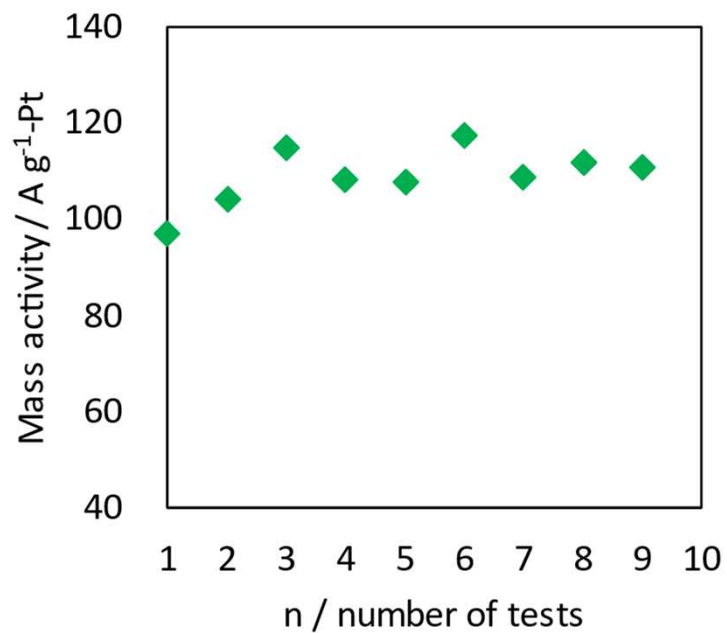
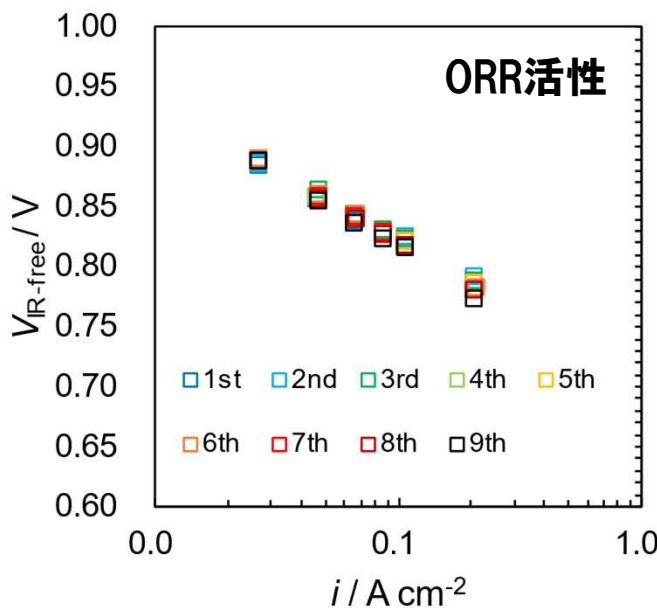
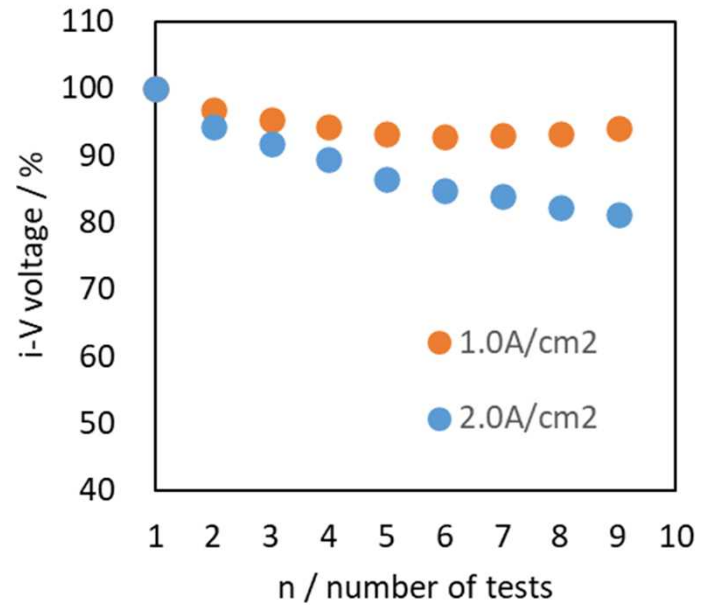
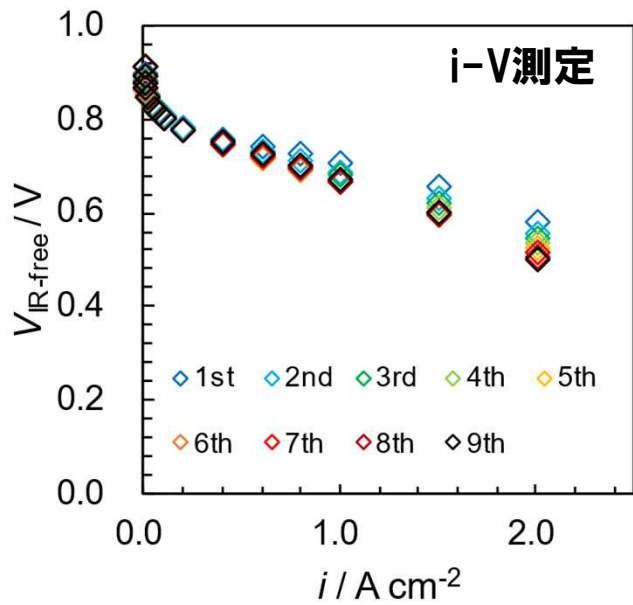
顕著な変化は見られない



触媒層抵抗の増加からアイオノマーが変化している可能性が示唆されるが、質量活性には影響しない程度

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
C- 8 高温評価(セル温度120°Cまで)

・120°C初期評価測定例: 推奨仕様TEC10V30E-HT触媒



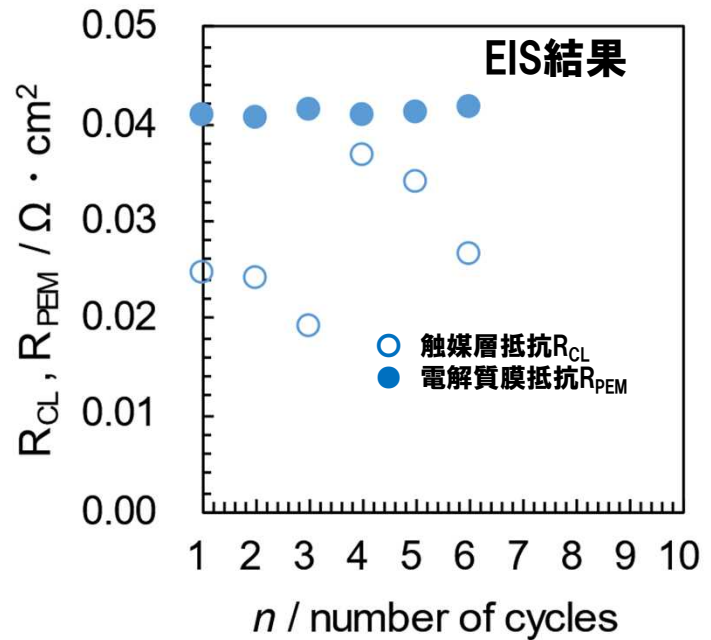
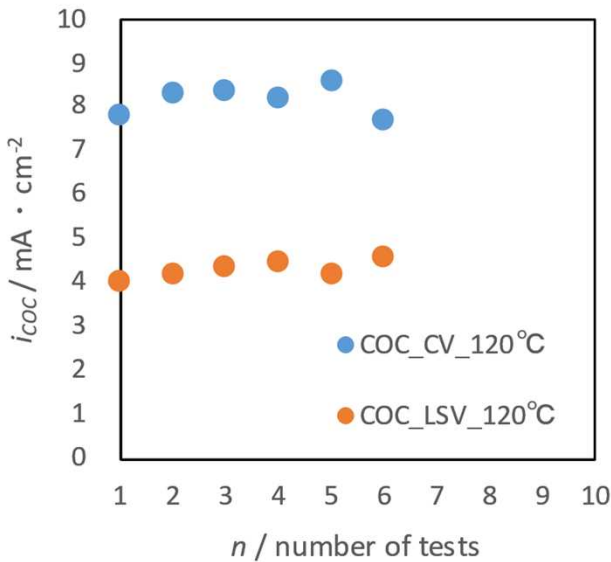
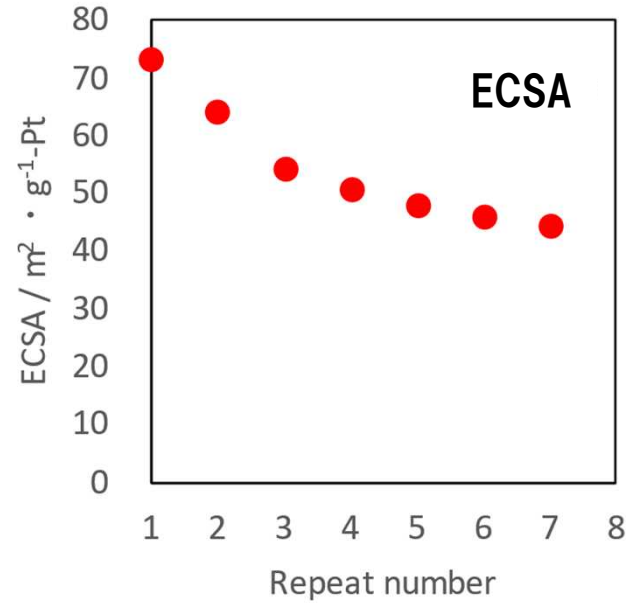
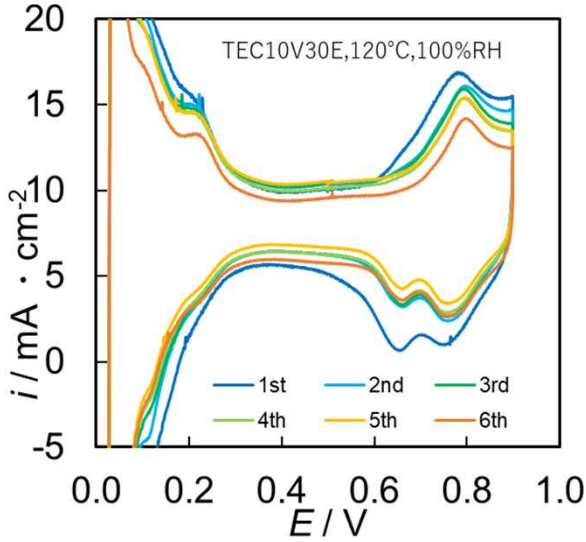
TEC10V30E-HT触媒の繰返し評価による影響

触媒層	白金	ECA低下、拡散過電圧増加から粒子径が微増している可能性が示唆される
	カーボン	CV波形より顕著な変化は見られない
	アイオノマ	触媒層抵抗の増加から少なくなっている可能性が示唆されるが、質量活性には影響しない程度
電解質		膜抵抗、クロスオーバー電流、短絡抵抗より顕著な変化は見られない

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例 C- 8 高温評価(セル温度120°Cまで)

- 120°C初期評価測定例: TEC10V30E触媒

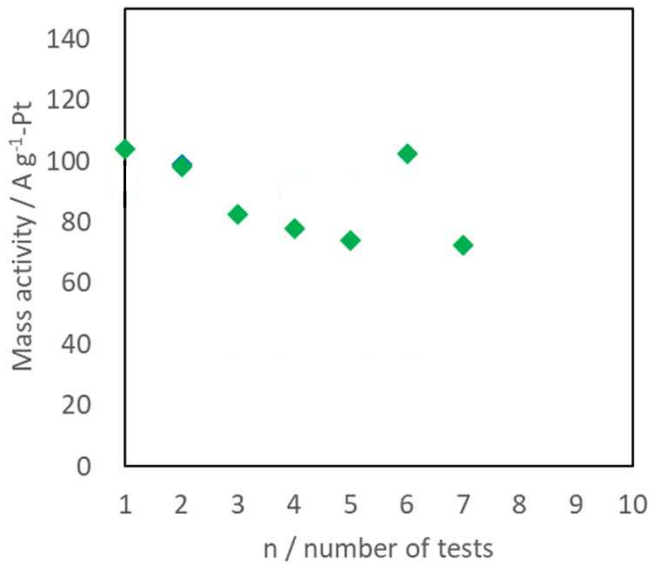
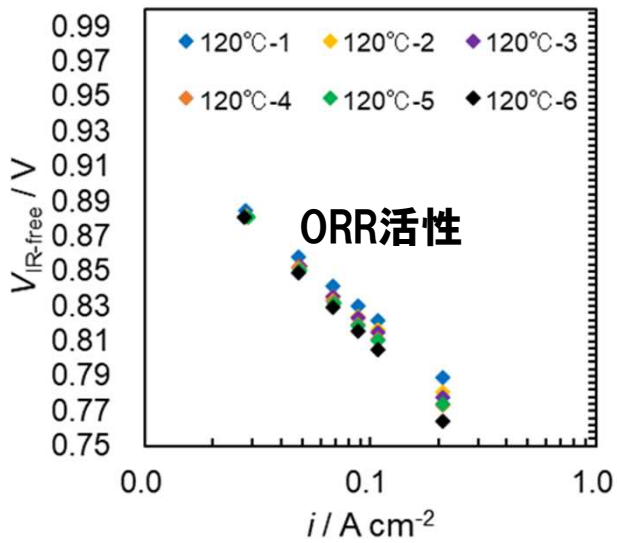
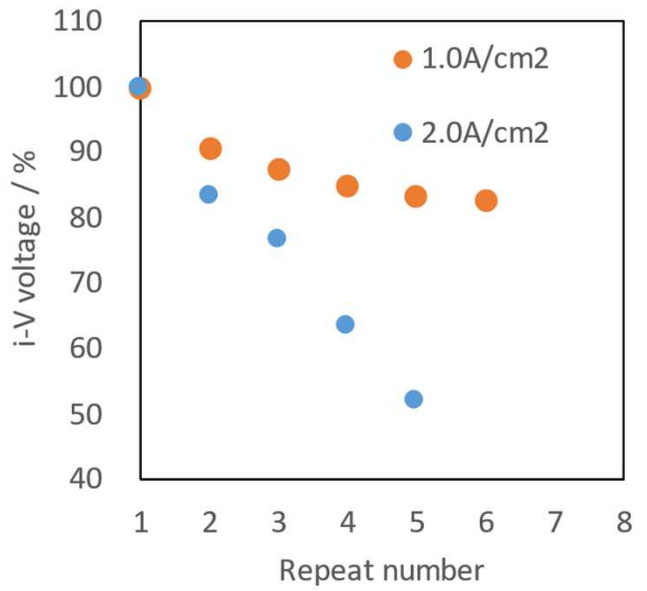
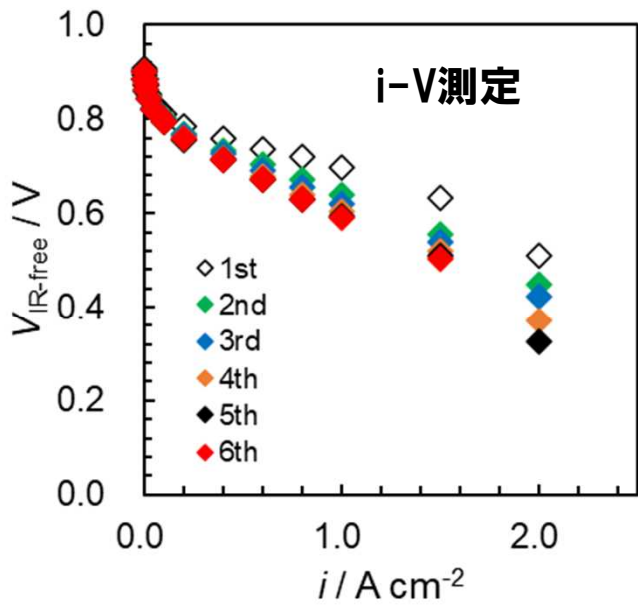
CV波形



触媒層抵抗の増加からアイオノマーが変化している可能性が示唆されるが、質量活性には影響しない程度

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
C- 8 高温評価(セル温度120℃まで)

• 120℃初期評価測定例: TEC10V30E触媒

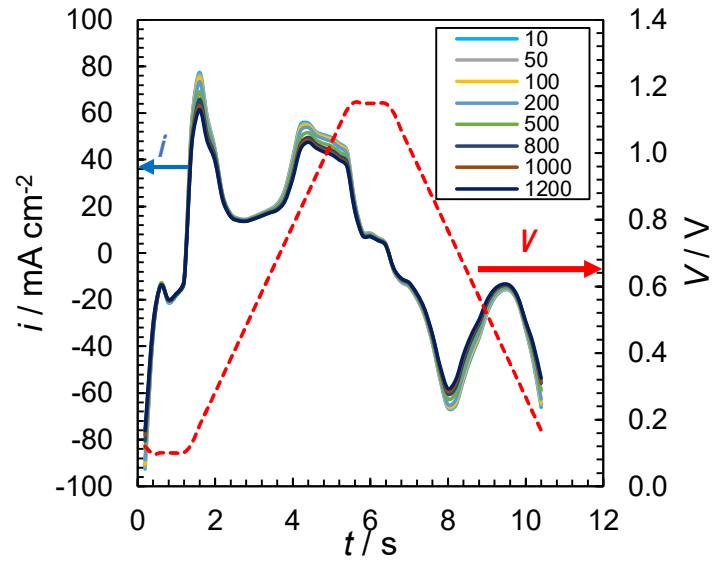


(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

C-12 水素欠乏に対する触媒耐性評価(アノード電位変動耐久)

MEA仕様

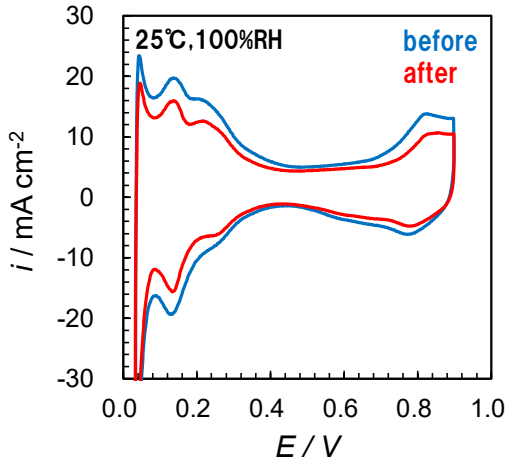
アノード	触媒	TEC10E50E
	I/C	0.8
	Pt担持量 / mgPt cm^{-2}	0.372
カソード	触媒	TEC10E50E
	I/C	0.8
	Pt担持量 / mgPt cm^{-2}	0.355
電解質膜		Nafion NR211



サイクルを重ねるにつれて酸化電流、還元電流共に絶対値が減少。

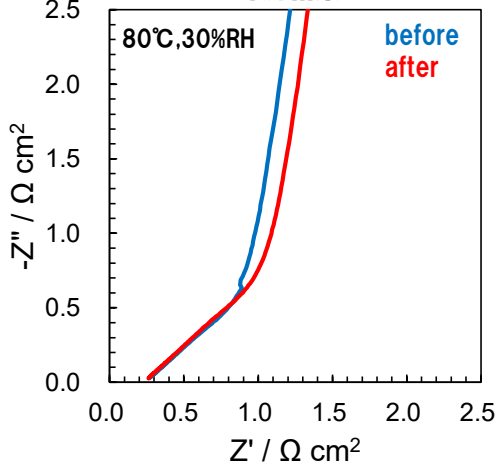
●耐久前後の特性計測結果例

アノードCV計測結果



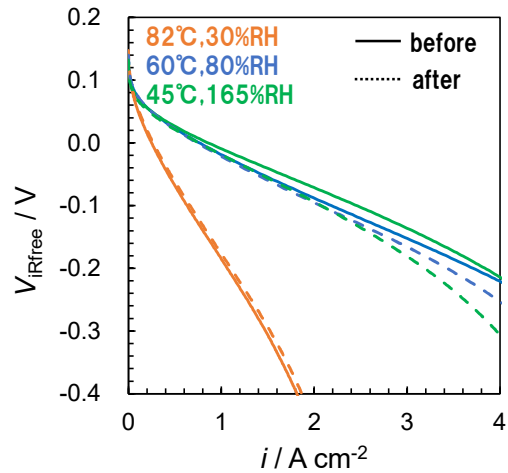
ECSA / $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ before 57.8 after 47.3 ↓
 C_{DL} / mF cm^{-2} before 61.6 after 54.1 ↓

EIS計測結果



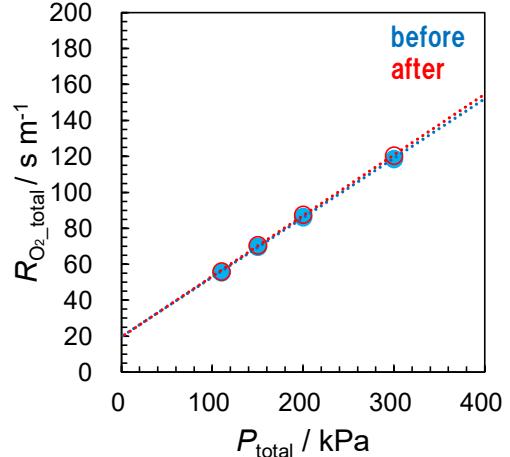
$R_{H^+,CL}$ / $\Omega \text{ cm}^2$ before 2.08 after 2.89 ↑
 $R_{H^+,PEM}$ / $\Omega \text{ cm}^2$ before 0.27 after 0.24

水素ポンプアノード過電圧計測結果



アノード過電圧 before < after

アノード酸素拡散抵抗計測結果



$R_{O2,CL}$ / s m^{-1} before 19.7 after 19.5
 $R_{O2,GDL(150 \text{ kPa})}$ / s m^{-1} before 49.6 after 50.6

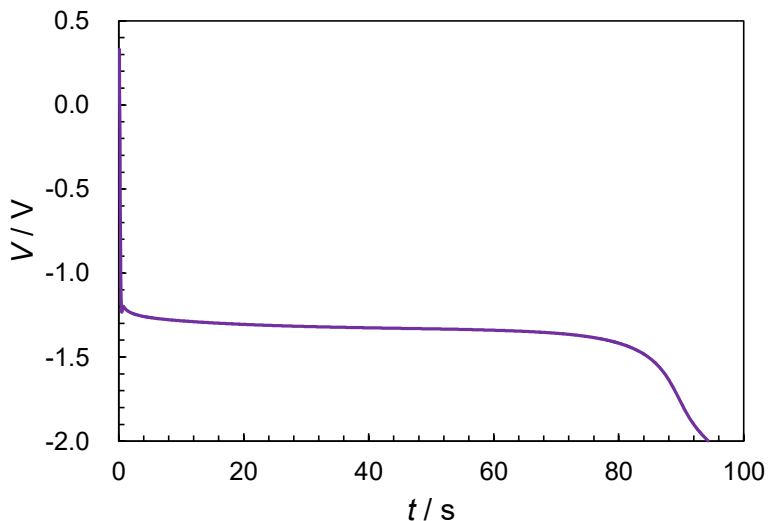
(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

C-13 水素欠乏に対する触媒耐性評価(水電解耐久)

MEA仕様

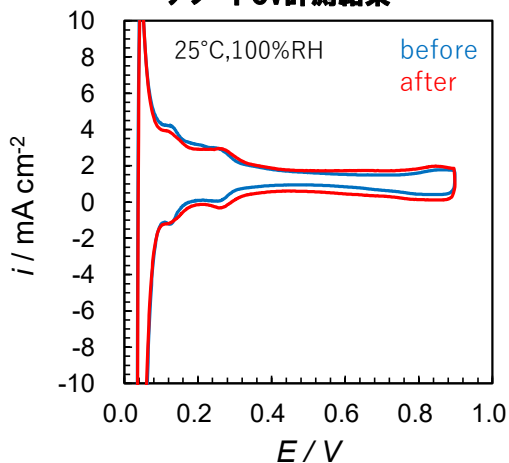
アノード	触媒	TEC10EA50E
	I/C	1.0
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.06
カソード	触媒	TEC10E50E
	I/C	0.8
	Pt担持量 / $\text{mg}_{\text{Pt}} \text{cm}^{-2}$	0.290
電解質膜		Nafion NR211

水電解耐久計測結果



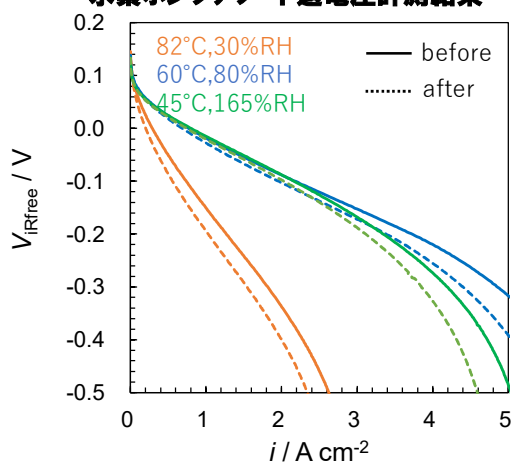
●耐久前後の特性計測結果例

アノードCV計測結果



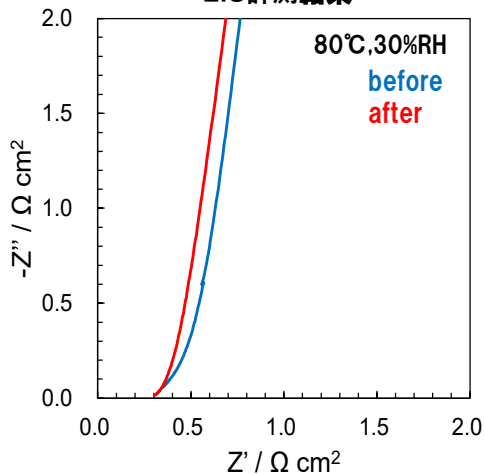
	before	after	
ECSA / $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$	39.9	38.1	↓
C_{DL} / mF cm^{-2}	6.9	11.2	↑

水素ポンプアノード過電圧計測結果



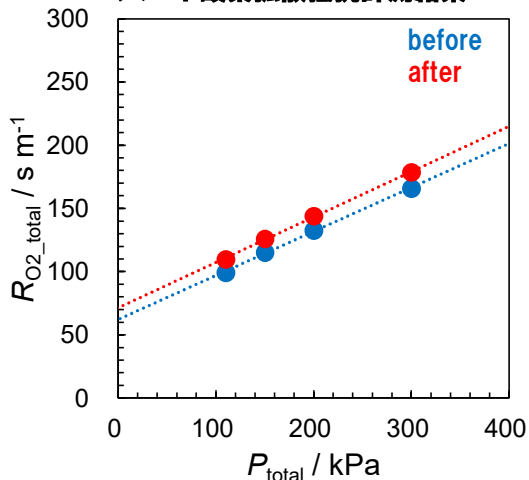
アノード過電圧 before < after

EIS計測結果



	before	after	
$R_{\text{H}^+, \text{CL}}$ / Ωcm^2	0.68	0.29	↓
$R_{\text{H}^+, \text{PEM}}$ / Ωcm^2	0.31	0.30	

アノード酸素拡散抵抗計測結果



	before	after	
$R_{\text{O}_2, \text{CL}}$ / s m^{-1}	62.1	71.4	↑
$R_{\text{O}_2, \text{GDL}} (150 \text{ kPa})$ / s m^{-1}	52.2	53.9	

● カーボン腐食により触媒層厚み等の構造変化やカーボン表面の物性の変化が起きていると考えられる。

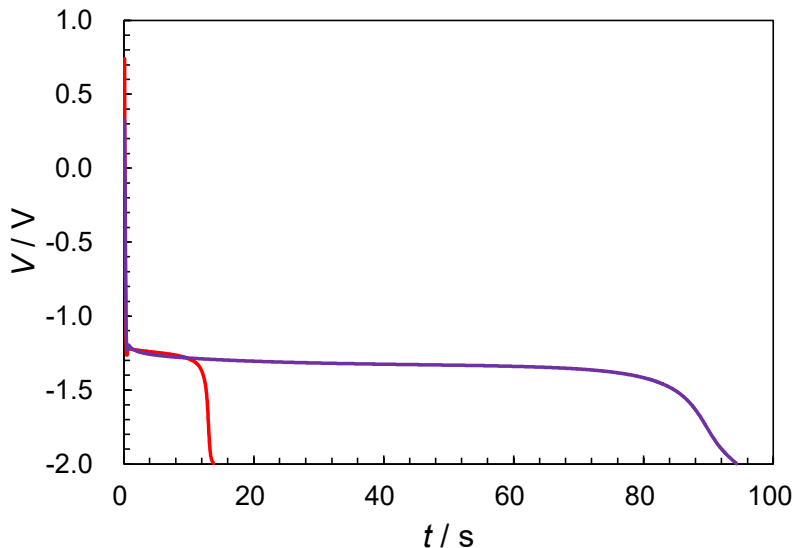
(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例

C-13 水素欠乏に対する触媒耐性評価(水電解耐久)

●触媒層仕様による比較

- 担体(GKB:TEC10EA50E,KB:TEC10E30E)による影響

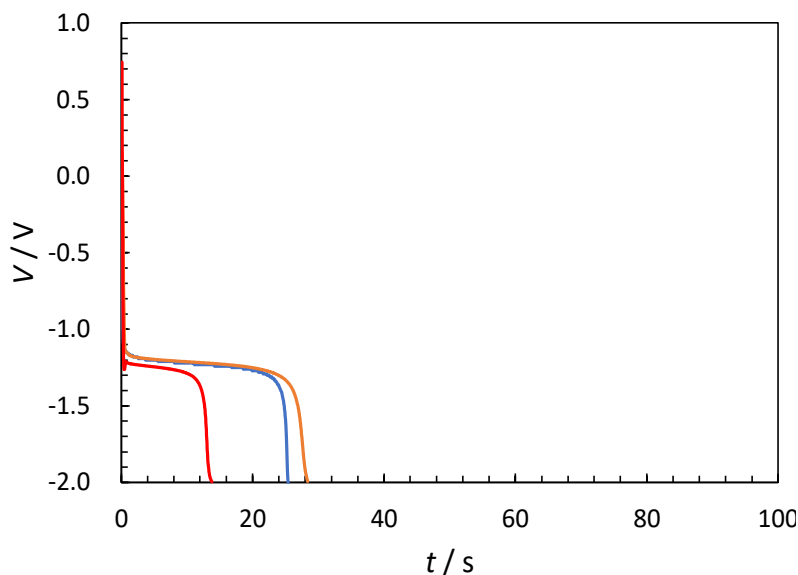
Anode仕様	白金担持カーボン	TEC10E30E	TEC10EA50E
	I/C	1.0	1.0
	$L_{Pt} / \text{mgPt cm}^{-2}$	0.052	0.060



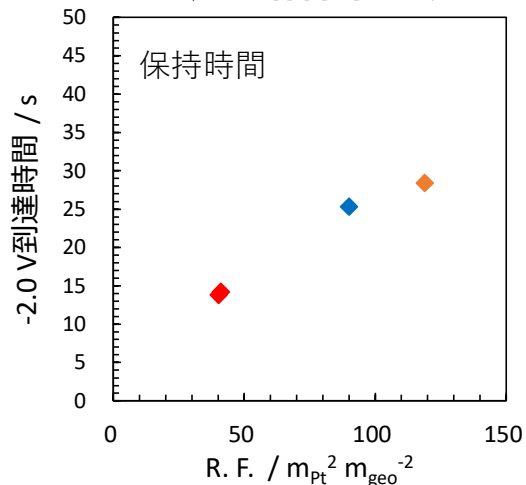
水電解保持時間は触媒担体種の違いによる触媒層構造やカーボン性状の違いで大きく影響を受ける。新規材料に対しては実際に使用する仕様(担持量)で計測を行い、基準サンプル(TEC10EA50E)と相対比較する。

- Pt担持密度($0.15 \text{ mg}_{Pt}/\text{cm}^2, 0.05 \text{ mg}_{Pt}/\text{cm}^2$), Pt担持率 (30wt%:TEC10E30E, 50wt%:TEC10E50E)による影響

Anode仕様	白金担持カーボン	TEC10E30E	TEC10E30E	TEC10E50E
	I/C	1.0	1.0	1.0
	$L_{Pt} / \text{mgPt cm}^{-2}$	0.052	0.150	0.150



0.7 A/cm²保持時の電気量



同一担体における水電解保持時間はラフネスファクター(Pt表面積/電極面積)に対し比例し増大。

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 拡散層:G - 1 ガス拡散抵抗

GDL名称	R _{gdl} @150kPa [s/m]	
	初期品	4時間腐食耐久後
SGL SIGRACET-22BB	32.1	38.0
東レ TGP-H-060	41.5	41.3

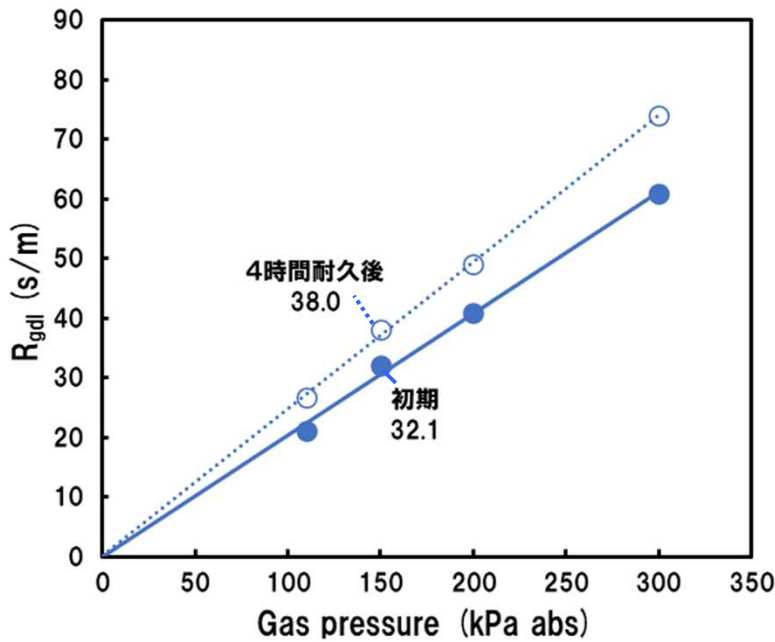


図. SGL SIGRACET-22BBのガス拡散抵抗の圧力依存性

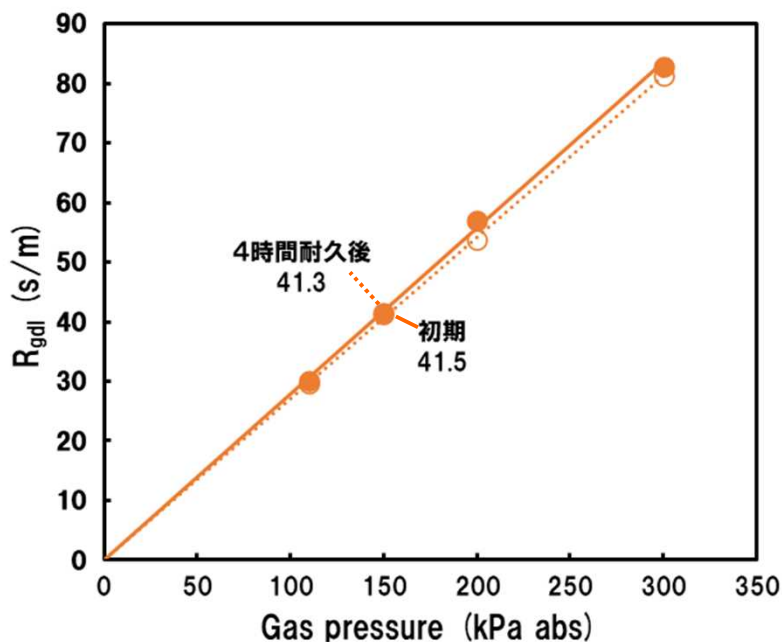


図. 東レ TGP-H-60のガス拡散抵抗の圧力依存性

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 拡散層：G - 4 ばね特性

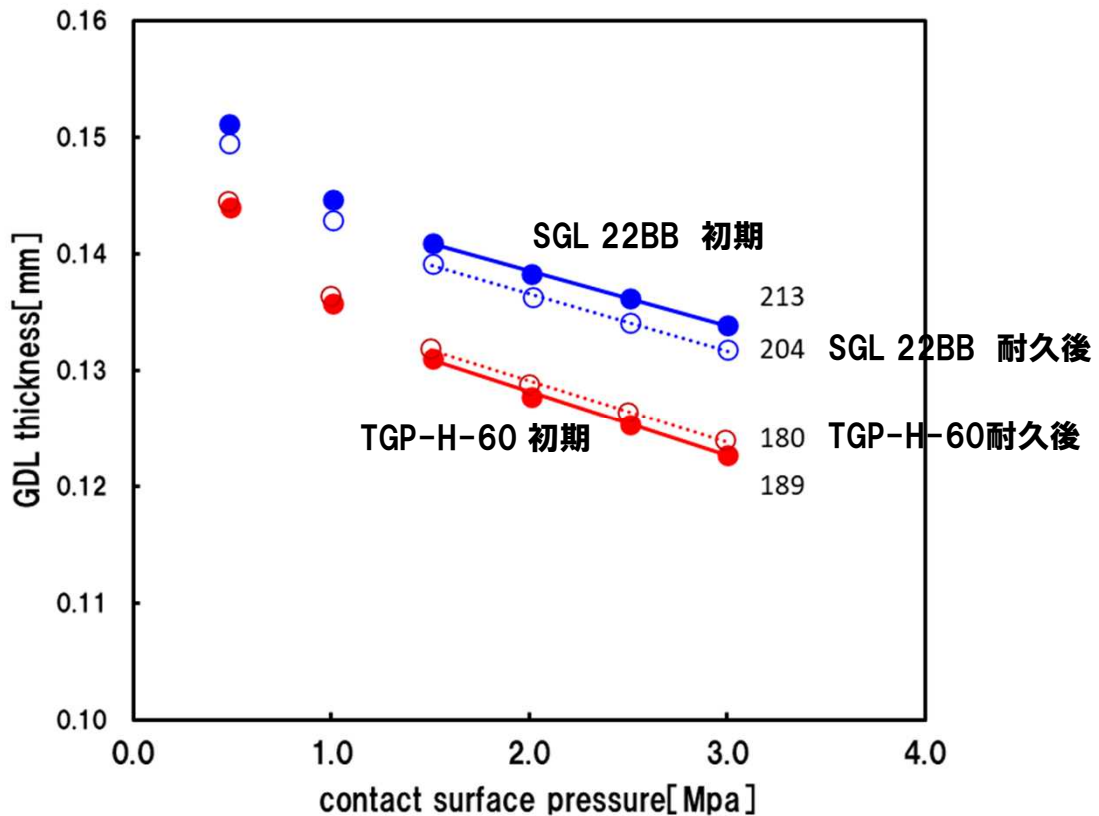


図 繰り返し加重試験後のばね特性の変化

荷重速度：2.0MPa/min

GDL仕様	MPL	ばね特性[Mpa/mm]		増減率
		初期	耐久後	[%]
SGL 22BB	あり	213	204	96
東レ TGP-H-60	なし	180	189	105

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 拡散層：G - 5 繰り返し荷重試験方法

SGL 22BB

東レ TGP-H-060

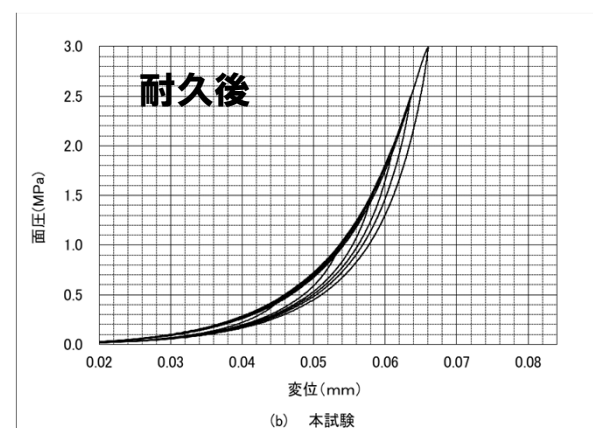
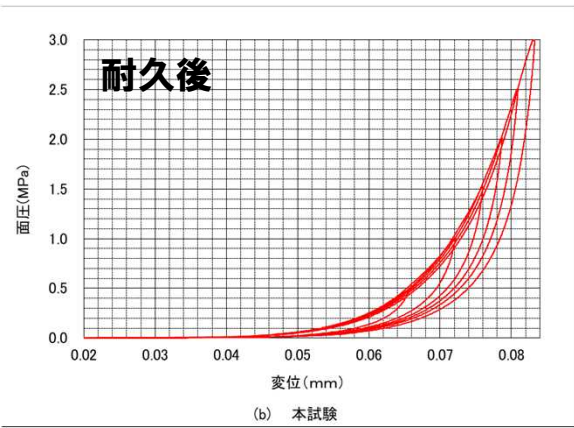
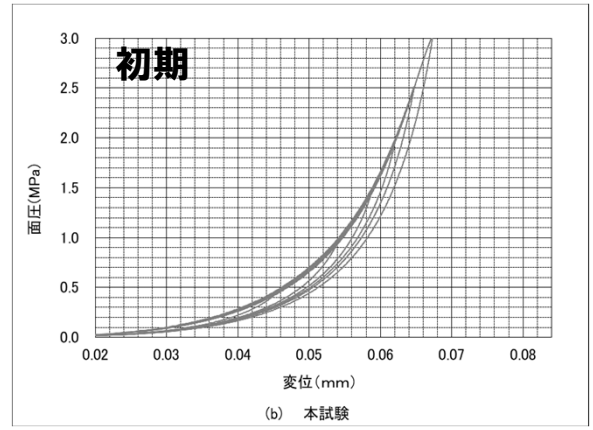
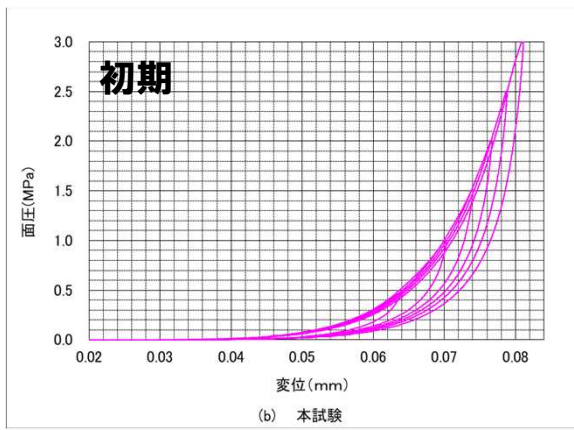


図.GDLの応力-歪み曲線測定結果

	MPL	変位量			ばね特性		
		初期 [mm]	耐久後 [mm]	増減率 [%]	初期 [Mpa/m m]	耐久後 [Mpa/m m]	増減率 [%]
SGL 22BB	あり	0.0811	0.0832	103	213	204	96
東レTGP-H-60	無し	0.0673	0.0660	98	180	189	105

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
拡散層:G - 6 高電位腐食試験方法

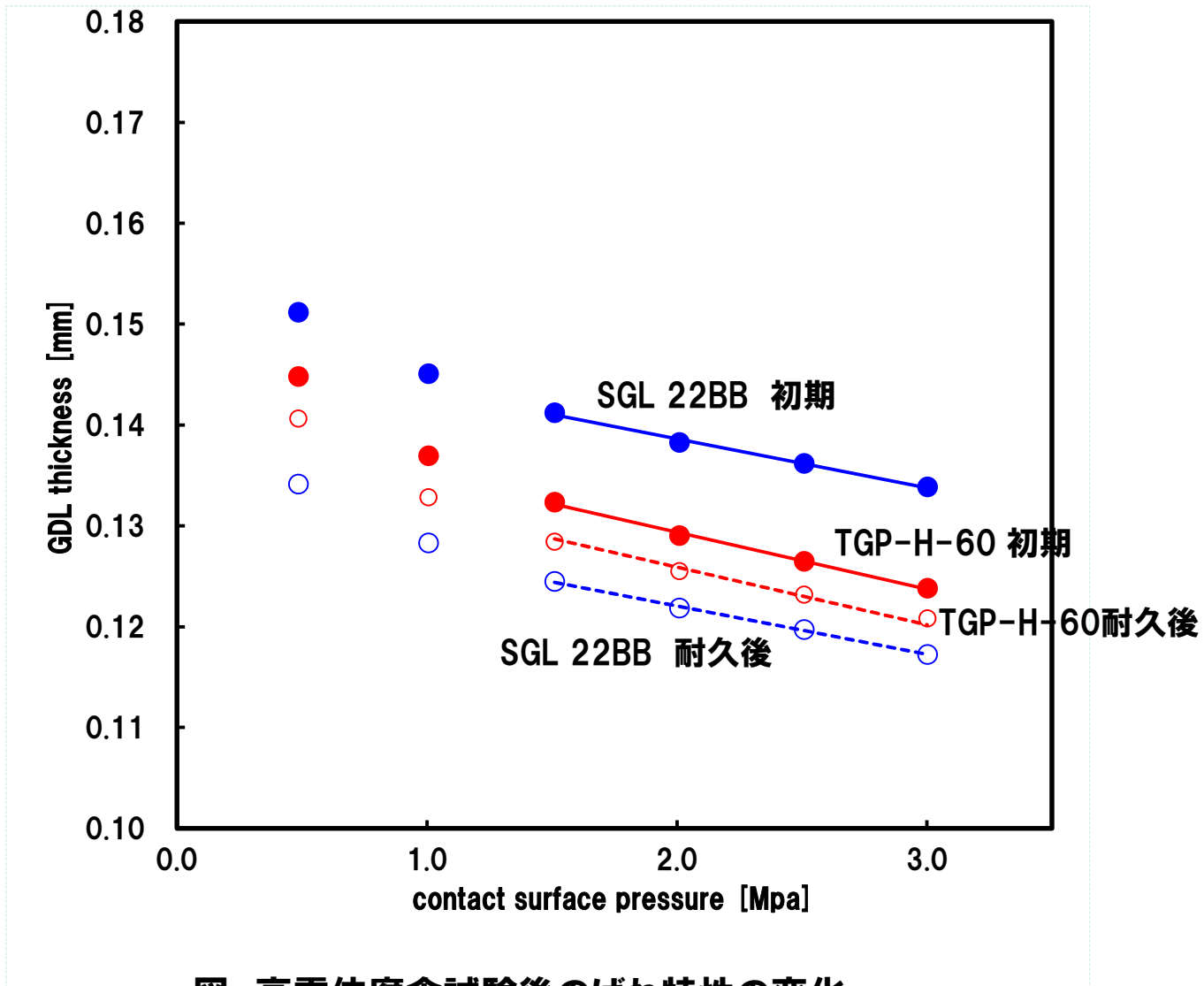


図 高電位腐食試験後のばね特性の変化

GDL仕様	MPL	ばね特性[Mpa/mm]		増減率
		初期	耐久後	[%]
SGL 22BB	あり	207	210	101
東レ TGP-H-60	なし	177	198	112

(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 ハイポラープレート : B-1 接触抵抗試験方法(対GDL)

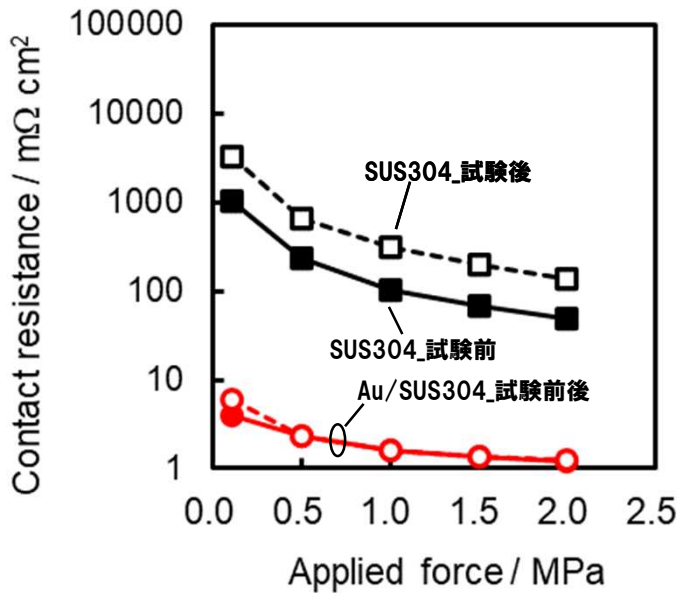


図 アノード腐食試験後の接触抵抗変化

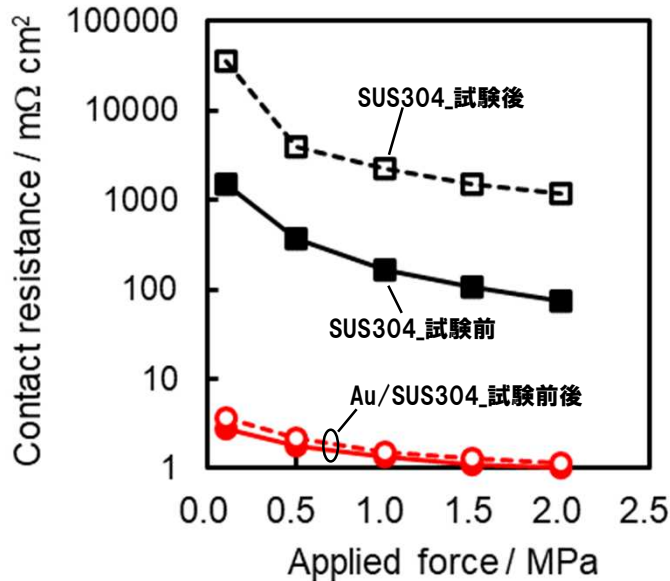


図 カソード腐食試験後の接触抵抗変化

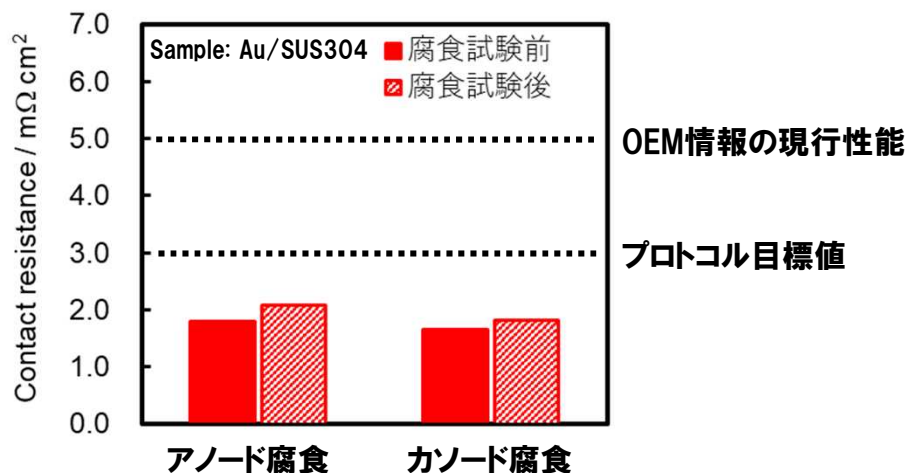
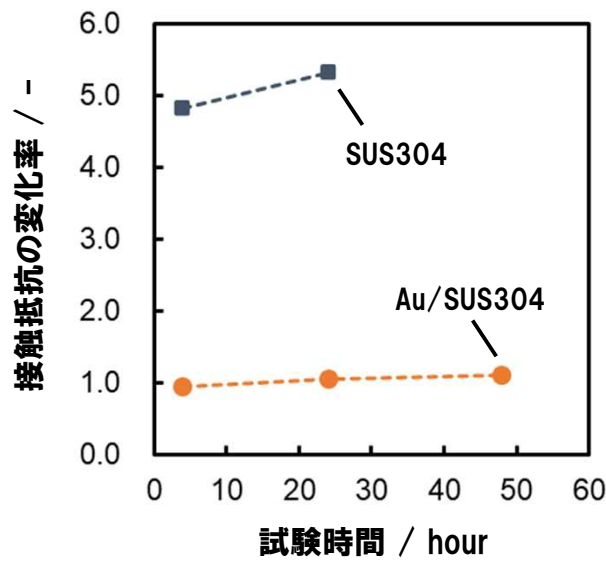


図 接触抵抗試験の目標値@1.0MPa (BOL)

プレッシャーツッカー試験時間と接触抵抗変化率



(6) Appendix ④標準材料による性能・耐久性の評価結果例
 ハイポラプレート:B- 4.5 耐食性試験方法(アノード・カソード腐食)

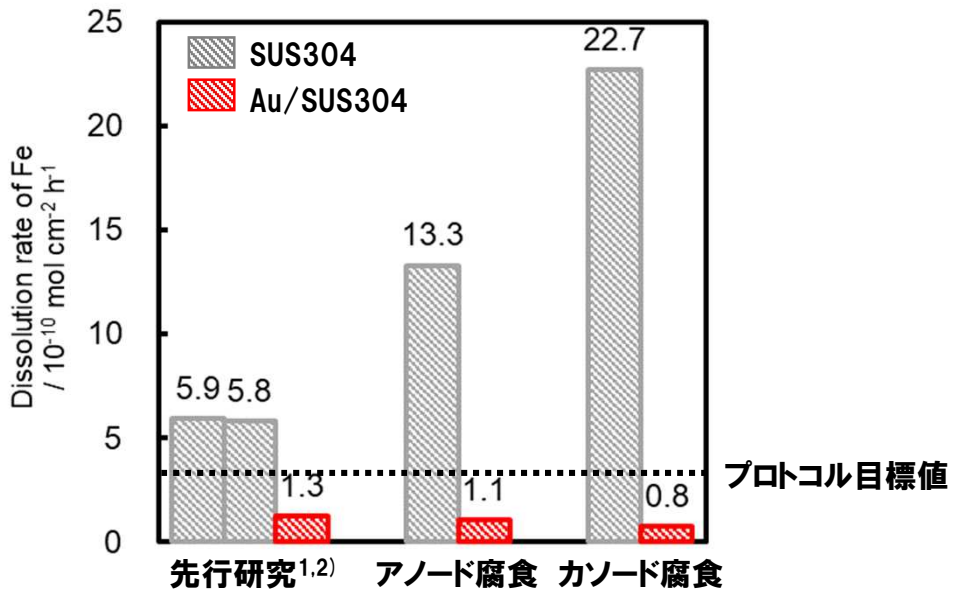
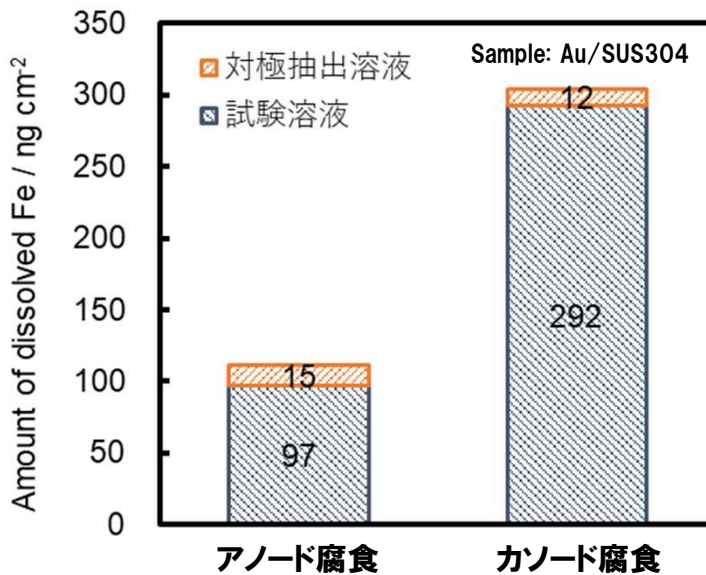


図 腐食試験における金属溶出速度の結果例と目標値



※既報¹⁾のSUS304ではカソード腐食中の対極析出量が試験溶液中の溶出金属量に対して1割程度

図 腐食試験中の対極析出金属量の影響

1) A. Minoura et al., 材料と環境, 70, 60 (2021).
 2) JFE技報, 47, 75 (2021).

参考資料

- ・「固体高分子形燃料電池の主要要素の目標値と評価法(案)」
2021年3月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・ NEDO 固体高分子形燃料電池実用化技術開発「セル評価解析プロトコル」
平成24年12月 発行
- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」
平成23年1月 燃料電池実用化推進協議会発行
- ・「固体高分子形燃料電池の目標・研究開発課題と評価方法の提案」
平成19年1月

謝辞

本冊子は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「燃料電池等の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業」の一環として作成されました。関係各位の多大なご協力に対し、厚く御礼申し上げます。

本冊子の内容に関するお問い合わせ先
技術研究組合 FC-Cubic お問い合わせ窓口
TEL:055-213-0360
E-mail:contact@fc-cubic.or.jp