

発表No.A2-4

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

発表者名 篠原和彦

団体名 技術研究組合FC-Cubic
山梨県

発表日 2024年7月19日



連絡先
技術研究組合FC-Cubic
E-mail: e-sunada@fc-cubic.or.jp
TEL:055-213-0360

1. 期間 開始：2020年8月 終了（予定）：2025年3月

重要課題：商用車向け用途拡大への対応
材料、要素の高耐久化
加速耐久試験法の確立・目標設定

②シミュレーションバリ
デーション
FC-Cubic

①新規開発材料の特
性評価・解析

山梨県・FC-Cubic

WP1:

データ駆動材料設計

- ・材料開発機関の新規材料の評価を実施し開発を支援する。
- ・評価データを解析し実用化のための課題および材料技術の方向性を提示する。
- ・新規開発材料の特徴を深掘し、技術開発の方向性を提示する。

WP3:

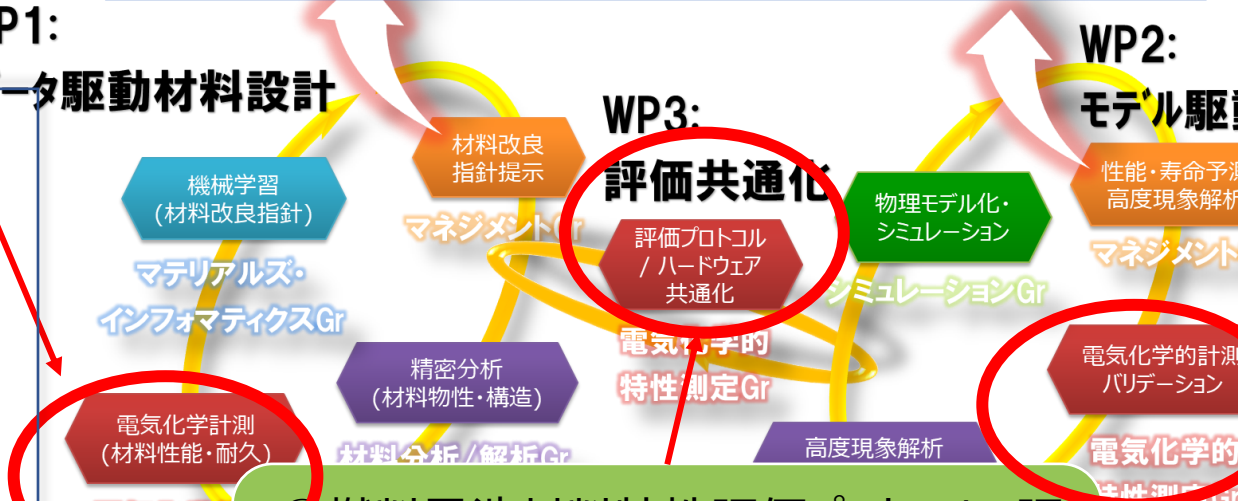
評価共通化

③燃料電池材料特性評価プロトコル、評価セルの開発と共通化
FC-Cubic

WP2:

モデル駆動材料設計

- ・触媒層設計パラメータの性能への感度を取得する。
- ・一連のシミュレータの高性能MEA設計への有効性を示す。
- ・材料劣化現象の把握と、セルとしての発電性能劣化との定量的な紐付けを行う。
- ・膜劣化シミュレーターに必要な化学構造、高次構造、機械的特性、形状観察などのデータを取得・提供する。
- ・フルサイズMEAで耐久前後の面内分布を含めた性能結果を取得・提示し、シミュレーターを検証をする。



- ・産業界・研究機関で必要となる評価プロトコルのマニュアル改定版（2024年度版）を作成・公開・適用を開始する。
- ・大型商用等の多用途展開、運転領域拡大が反映された評価プロトコル、加速耐久方法のマニュアルの作成、公開、適用を開始する。

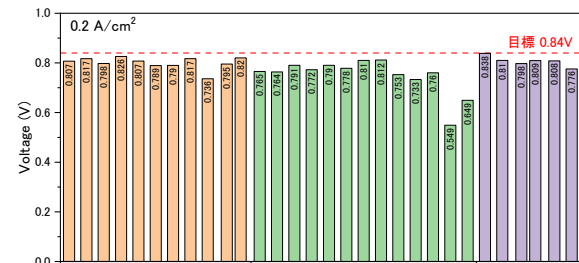
①新規開発材料の特性評価・解析 山梨県・FC-Cubic

- ・新規材料に対応したMEA試作・評価
- ・改訂プロトコルによる材料評価
- 2023年3月目標：進捗○**
- ・新旧プロトコルを用いて新規開発材料の特徴を明らかにする。とともにプロトコルの課題を抽出
- ・実用化のための課題および材料技術の方向性を提示する。
- ・プロトコル未設定の評価項目に対し、柔軟に対応する体制を整え、一部評価を開始する。

MEA評価状況：25機関140材料
要素・材料特性評価：18機関119仕様

- ・700以上のMEAを作製し、標準的な発電評価だけでなく、発電性能の加圧・湿度依存、触媒インク組成の影響、負荷応答耐久・長期OCV耐久試験を材料開発者の要望に応じて実施。

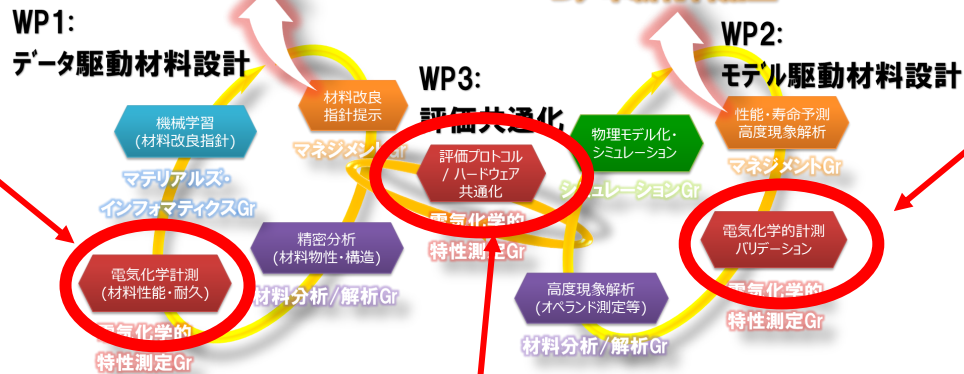
- ・新規開発材料に対し、高温MEA評価、GDL評価、BPP腐食試験、触媒のRDE評価、電解質膜等の材料特性評価を実施。材料開発指針の提示、SG判断への貢献。



Air@50kPaGでの性能比較(0.2A/cm²)

A) 材料改良方針
D) 革新材料創生

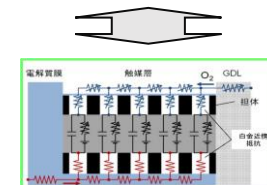
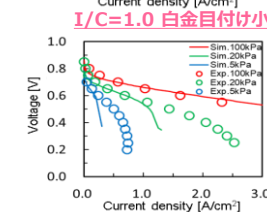
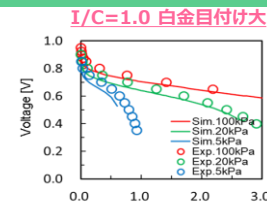
B) 現象の可視化
C) 現象の予測
D) 革新材料創生



②シミュレーションバリデーション FC-Cubic

- ・担体構造、ラジカルエンチャー等の新たな要素についての課題への対応
- 2023年3月目標：進捗○**
- ・実験データとシミュレータの計算結果の比較からシミュレータの課題を抽出してSimGrへフィードバック。

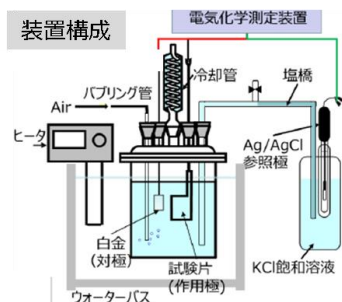
- ・シミュレーションと実測データとの乖離の要因を考察、提示し、モデル改良のための検証データ取得して、SimGrへ提供。
- ・実車耐久後のMEAの特性低下、材料物性変化を詳細に解析した。今後のセル劣化モデルへ反映。



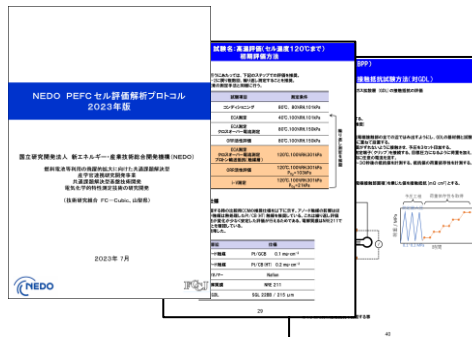
③燃料電池材料特性評価プロトコル、評価セルの開発と共通化 FC-Cubic

- ・新たな産業界ニーズに基づく新規材料評価へ対応する評価プロトコル開発
- 2023年3月目標：進捗○**
- ・2021年度内に提示された産業界の新規要望を入れた評価プロトコルを検討しマニュアル改定版(2023年度版)を作成・公開している。

・「NEDO PEFCセル評価プロトコル2024年版」公開('24.7月予定)



BPP腐食試験方法



NEDO 評価プロトコル改訂版

・FC-Cubic小型燃料電池セル 図面、使用法の展開



FC-Cubic小型燃料電池セル



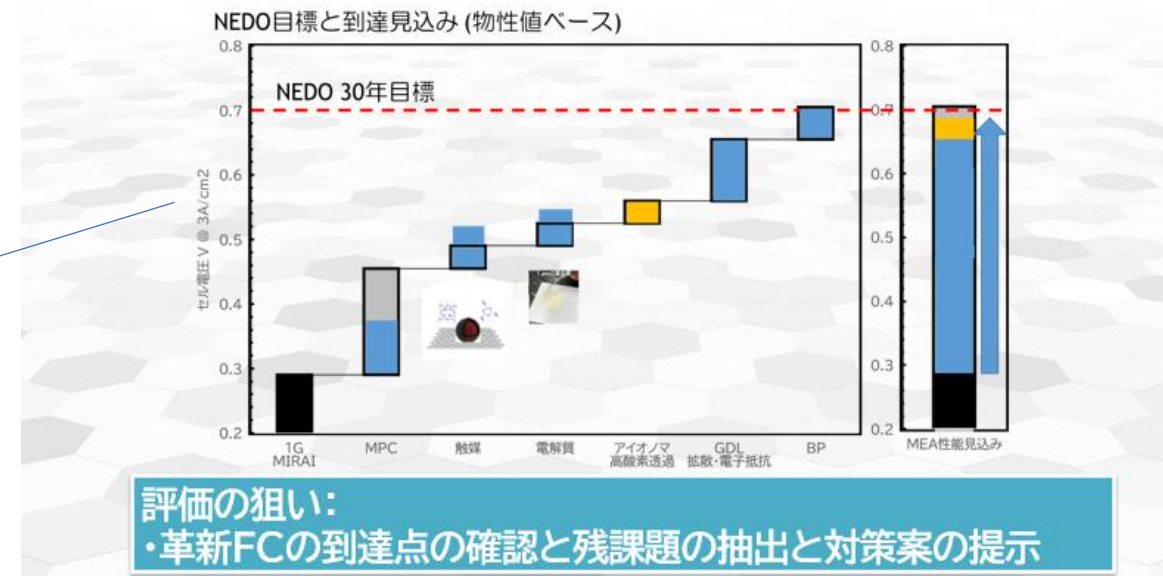
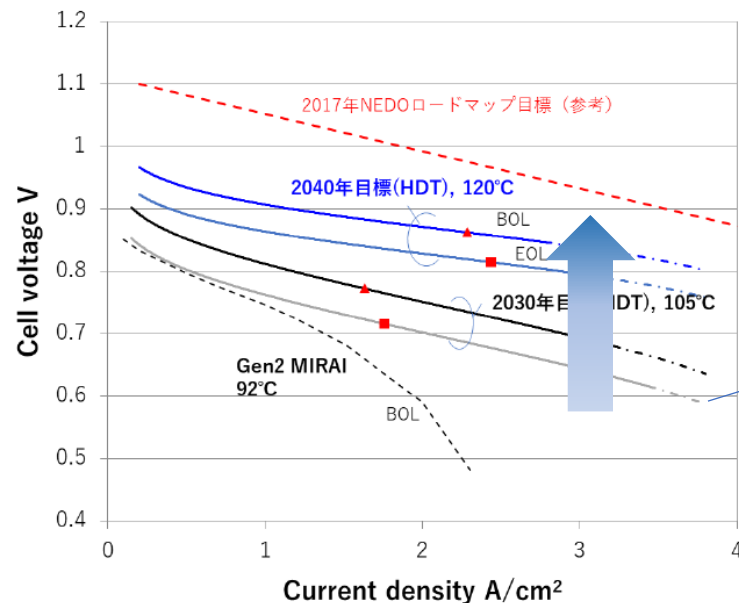
照会：64機関66件
内) 図面提供：59件
2024年6月時点

1. 事業の位置付け・必要性（背景）

NEDOロードマップ記載の将来FCVやHDTに求められる燃料電池性能には、現状の技術レベルと大きな乖離がある。

PEFCを構成する材料・部材の一部の特性向上で達成されるものではなく、MEAを構成する触媒、担体、アイオノマー、電解質膜、更にGDL, MPL, セパレータなど全ての材料・部材の特性向上の積み上げで達成されるものであり、かつそれぞれの耐久性の向上と両立させることが必須である。

PEFC評価解析プラットフォームは、産業界のニーズを反映した共通の電気化学的特性計測・解析手法およびプロトコルで評価し、目標の達成度や達成に向けて材料開発者の目標達成までのプロセスを明確化する。



・研究開発の実施体制



・研究開発の進捗管理

マネージメントGrメンバーを含めた週間連絡会にて各課題の進捗確認を実施

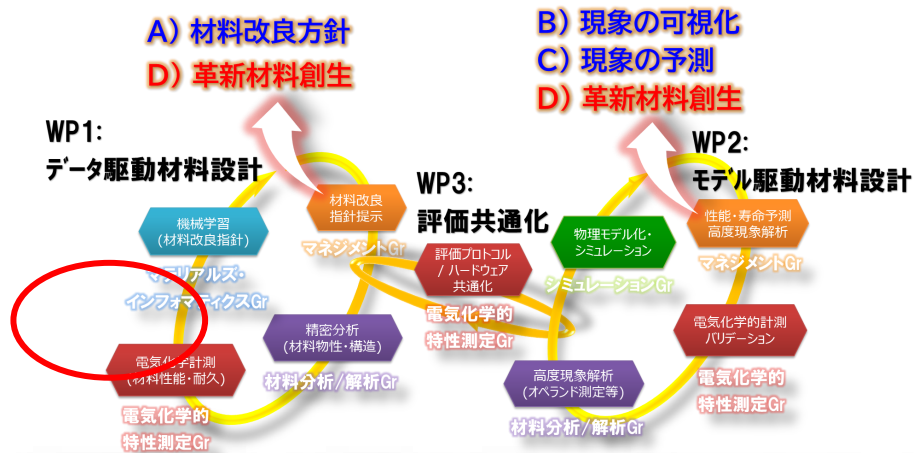
・知的財産戦略

投稿論文、発表等について知財運営委員会での審議を実施

・研究開発のスケジュール

	FY2020	FY2021	FY2022	FY2023	FY2024
		★ SG 中間評価	★ SG	★ SG	
① 新規開発材料の特性評価・解析		開発材料MEA評価	開発材料MEA評価	MEA評価	MEA評価
			材料単味評価	材料評価	材料評価
② シミュレーションバリデーション		データ取得 フルサイズデータ取得準備	データ取得	データ取得	データ取得
		追加: 材料課題検討	発電性能への劣化感度定量化	劣化感度定量化	劣化感度定量化
③ 燃料電池材料特性評価プロトコル、評価セルの開発と共通化		プロトコル改定	将来システムプロトコル	プロトコル	プロトコル

①-2 新規・検討プロトコルによる特性評価・解析研究機関：FC-Cubic

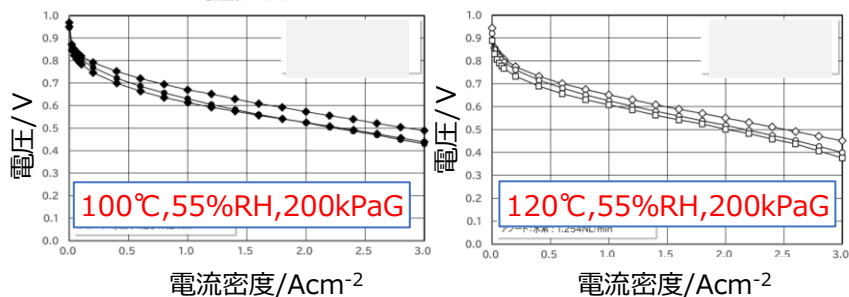


Challenge	・検討中のプロトコルを適用した新開発材料の評価（MEA特性、耐久特性、材料特性）
Goal	・新規開発材料の特徴を深掘するための非標準的特性評価手法を駆使して技術課題を明らかにし、MEA特性評価結果とあわせて技術開発の方向性を提示す。
23年度末目標に対する進捗	<ul style="list-style-type: none"> ・従来のプロトコルではカバーできていなかった評価対象について、検討中の評価方法を適用した評価の態勢を整備。 ・MEAを用いた高温評価、GDL評価、BPP腐食試験、触媒のRDE評価、電解質膜等の材料特性評価について、新規開発材料の評価を実施。材料開発指針の提示、SG判断への貢献。 ・「革新FC」proj.の技術成果を集約したMEAの構成案を定めた。

材料評価状況 **18機関119材料仕様**（2022/7/1～2023/11/1まで）

従来の評価手法、プロトコルではカバーできていなかった評価手法を確立

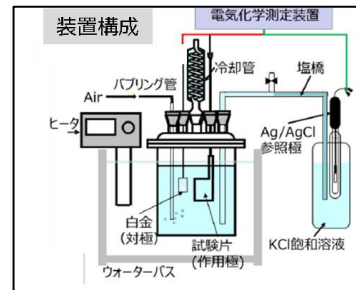
高温MEA評価



新規開発電極触媒の高温MEA評価

- ・新規材料の高温評価における諸課題の検討、手法改良。
- ・SG対象の開発材料を評価。

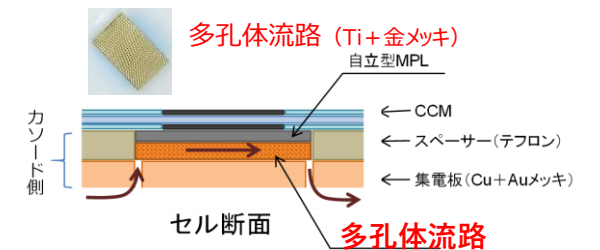
BPPの耐食評価手法確立



BPP腐食試験セル

- ・腐食試験、接触抵抗測定、剥離試験の条件を決定し、展開。
- ・SG対象の開発材料を評価。

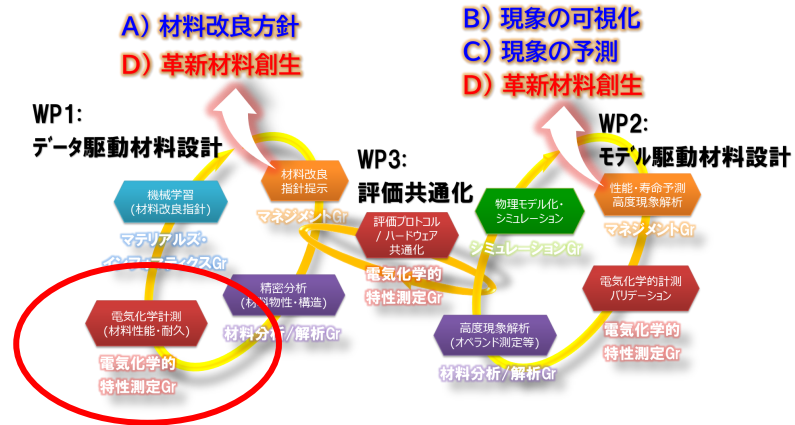
薄層GDL評価手法の確立



薄層GDL評価用多孔体流路セル

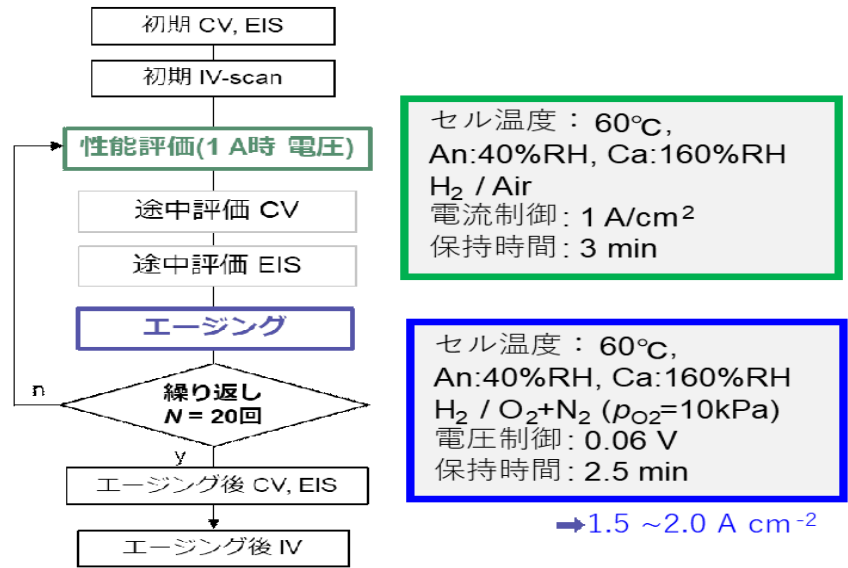
- ・多孔体流路による評価手法を確立。
- ・SG対象の開発材料を評価。

①-3 エージング過程における直流および交流を用いた精密電気化学計測：FC-Cubic



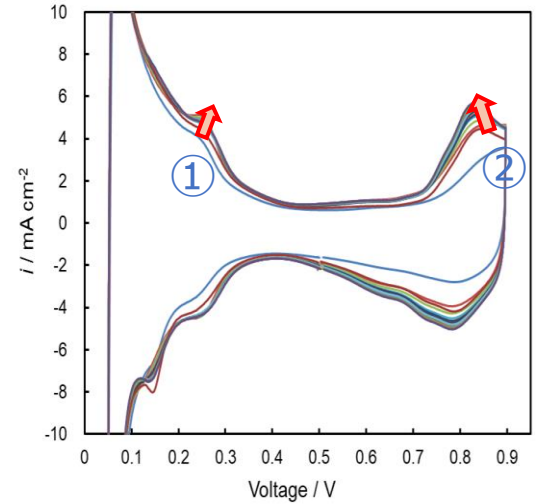
Challenge	・エージング過程諸現象と発電特性との紐付け。
Goal	・エージング過程におけるセルの分極挙動を各過電圧要因ごとに分離解析し、エージング過程の諸要因と得られる発電特性とが紐付けられている。
23年度末目標に対する進捗	・エージング過程における分極挙動解析の手法確立のため、標準的なエージング条件を検討、設定した。エージング過程の発電特性の変化を検証した。

エージング過程における過電圧要因の分離解析手法確立

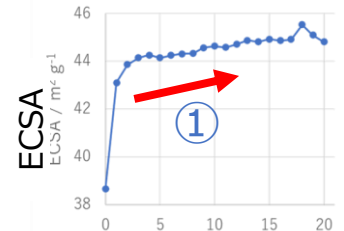


エージング条件例

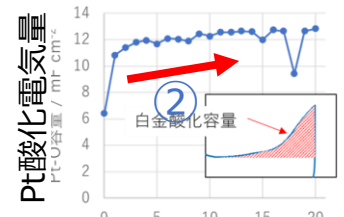
<2023.10より新規に計画追加>



MEAのエージング過程 (CVの変化)



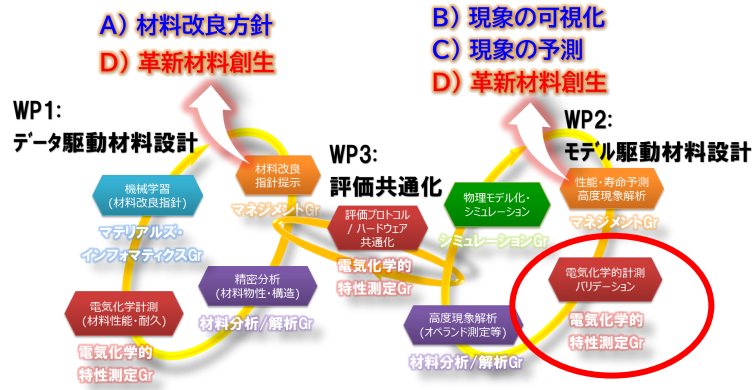
エージング回数



エージング回数

- ・エージング条件、被毒物質の設定。(w/産業界)
- ・エージング前被毒レベルの設定。
- ・従来解析手法の課題抽出。(状態変化の回避)
- ・解析手法確立

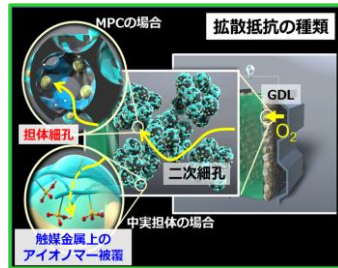
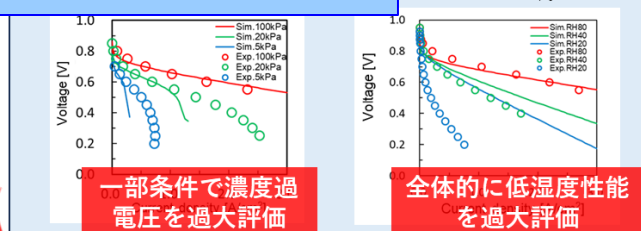
②シミュレーションバリデーション：FC-Cubic



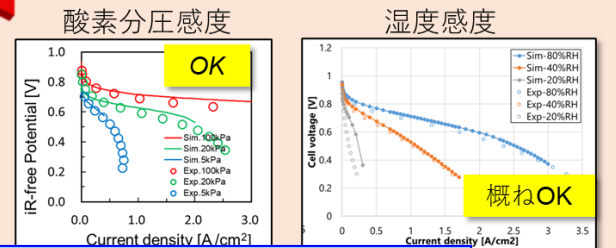
Challenge	担体構造、ラジカルエンチャー等の新たな要素についての解析課題
Goal	MEA性能、電解質膜劣化の予測シミュレーションの検証を行い、有効化する。
23年度末目標に対する進捗	シミュレーションと実測データとの乖離の要因を考察、提示し、モデル改良のための検証データ取得して、SimGrへ提供。 実車耐久後のMEAの特性低下、材料物性変化を詳細に解析した。今後のセル劣化モデルへ反映へ。

MEA性能シミュレーション

実測と計算との乖離を検証

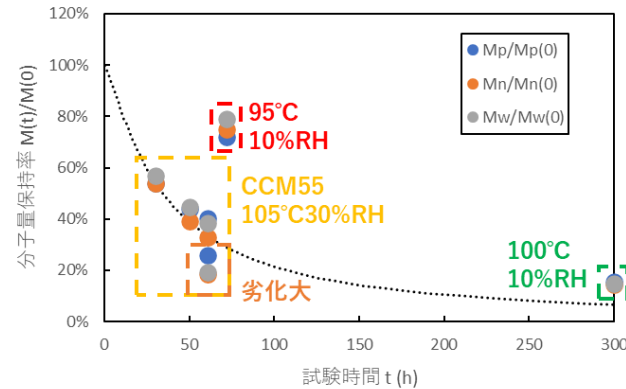


要因の考察とフィードバック



モデル改良による予測精度の向上

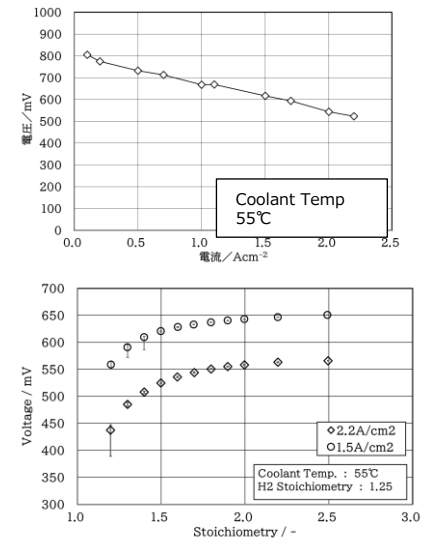
電解質膜劣化シミュレーション



電解質膜の分子量保持率

過酸化水素曝露試験後の化学劣化膜に適用し
確立した分析手法をOCV耐久試験後および実
車耐久後の劣化膜に適用
分子量保持率や化学構造の経時変化などで劣
化条件による相違を確認し原因を検討中

フルサイズMEAのバリデーション



可視化実験用のフルサイズ
MEAの性能・特性確認

③燃料電池材料特性評価プロトコル、評価セルの開発と共通化 (FC-Cubic)

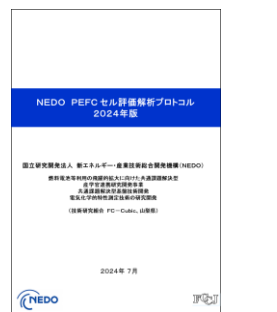


Challenge	・新たな産業界ニーズに基づく新規材料評価へ対応する評価プロトコル
Goal	・材料の特性を適切に評価するためのFCCJプロトコルをアップデートし展開する。
23年度末目標に対する進捗	<ul style="list-style-type: none"> ・120℃以上の高温評価、耐久方法をプロトコル検討しマニュアル化、NEDO HP公開に向け調整中 ・共通セルの情報開示継続中、40機関以上に情報提供

評価プロトコル開発

2024年版プロトコルを作成・公開 (7月予定)

触媒層 - 高温評価 (セル温度150℃まで)
 負荷応答サイクル耐久 (セル温度150℃まで)
 セルの仕様による性能比較データ追加
 エージング条件、実測データ追加



GDL: 繰り返し荷重試験方法

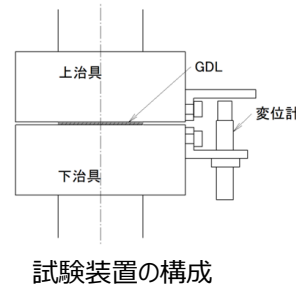
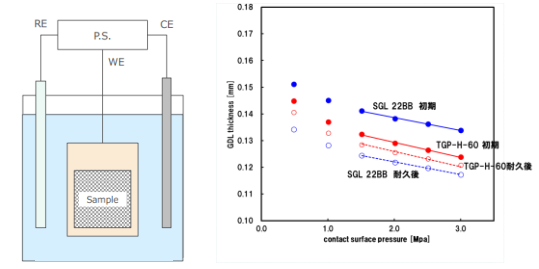


図.GDLの応力-歪み曲線測定結果

	MPL	変位量			ばね特性		
		初期 [mm]	耐久後 [mm]	増減率 [%]	初期 [Mpa/m]	耐久後 [Mpa/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

GDL: 高電位腐食試験方法



試験装置の構成 高電位腐食試験後のばね特性の変化

多用途向けの耐久・評価条件の検討

● 高温評価 (120℃まで) プロトコル作成

・120℃での高温評価プロトコル提示 & 実測データ提示

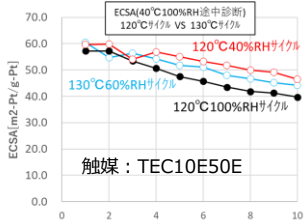
初期評価方法

- ・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。

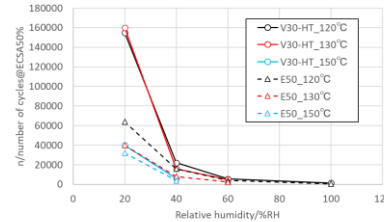
試験No.	試験項目	測定条件
	コンディショニング	80℃, 80%RH, 101kPa
C-2	ECA測定	40℃, 100%RH, 101kPa
C-2	ECA測定	80℃, 100%RH, 150kPa
C-3	クロスオーバー電流測定	80℃, 100%RH, 150kPa
C-4	ORR活性評価	80℃, 100%RH, 150kPa
C-2	ECA測定	120℃, 100%RH, 301kPa
C-3	クロスオーバー電流測定	120℃, 100%RH, 301kPa
C-7	プロトン輸送抵抗(触媒層)	120℃, 100%RH, 301kPa
C-4	ORR活性評価	120℃, 100%RH, 301kPa P _{O₂} = 103kPa
C-1	i-V測定	120℃, 100%RH, 301kPa P _{O₂} = 21kPa

● 高温評価 (120℃以上) ・耐久のプロトコル検討

・120℃以上での高温評価手法の検討実施中
 ・120℃以上での高温での負荷応答サイクル耐久の検討中 / 温度条件・加湿条件の影響把握



130℃繰り返し評価のECSA (@40℃)変化

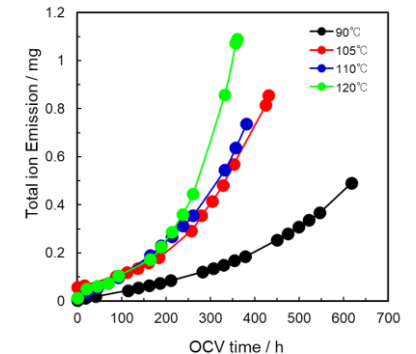


ECSA維持率50%での負荷応答サイクル数

● 膜のAST条件の検討

・HDV向け電解質膜のAST条件検討のための各種運転条件で膜耐久実施し、各種運転条件が性能劣化・電解質膜劣化に与える影響を把握

・運転条件:
 温度 (80℃-120℃)
 運転圧力 (100kPa-300kPa abs.)
 電流密度 (OCV, 0.1A/cm², 0.2A/cm²)



運転温度の違いによるフッ素排出量の違い
 * 運転温度が高いとフッ素排出速度は増加

評価法、プロトコルの展開

機関	内容	場所	時期
FC-Cubic	H D V 向け P E F C 用電解質膜の耐久性目標・加速耐久法と課題	第59回伝熱シンポジウム	2022/5/18
FC-Cubic	PEFC燃料電池セルの評価プロトコル概要と高温評価での検討例	第29回燃料電池シンポジウム	2022/5/27
FC-Cubic	PEFC高温初期評価の課題と評価プロトコルの検討	第63回電池討論会	2022年11月8日(火)～11月10日(木)
FC-Cubic	加圧OCV試験によるアノード触媒評価方法の検討	第63回電池討論会	2022年11月8日(火)～11月10日(木)
山梨県	NEDO PEFC 評価解析プラットフォームでの発電評価プロトコルと市販触媒評価	第64回電池討論会 大阪府国際会議場	11月28日(火)～11月30日(木)
山梨県	市販メソポーラスカーボンに担持した Pt 触媒の発電性能に対する触媒インク組成の影響	第64回電池討論会 大阪府国際会議場	11月28日(火)～11月30日(木)
FC-Cubic	OCV耐久の耐久条件が劣化特性に与える影響の検討	第64回電池討論会 大阪府国際会議場	11月28日(火)～11月30日(木)
FC-Cubic	PEFCの単セル評価における高温運転条件の影響	第64回電池討論会 大阪府国際会議場	11月28日(火)～11月30日(木)
山梨県	燃料電池用Pt系触媒の電池特性評価 -セル評価を通して-	第14回 新電極触媒シンポジウム&宿泊セミナー (東レ総合研修センター)	2023/10/28
山梨県	NEDO PEFC評価解析プラットフォームでの発電評価プロトコルと市販触媒評価	燃料電池・FCH部会 第290回定例研究会 (学会トピックス)	2024/3/25
FC-Cubic	MEA製作プロセス・MEA評価方法	FC-Cubic人材育成講座	2023/12/14

実施した実習、コンサルティング

対象機関	内容	時期
■■■■	RDE評価	2022年6月
■■■■	RDE、MEA評価	2022年6月
■■■■	GDE作製実習	2022年8月
■■■■	ガス透過法測定	2022年9月
■■■■	電解質材料特性評価	2022年8月
■■■■	セル・MEA評価	2022年9月
■■■■	RDE評価 MEA評価法	2022年10月
■■■■	MEA試作	2022年11月
■■■■	RDE評価	2023年6月
■■■■	MEA試作	2023年6月
■■■■	MEA試作	2024年2月
■■■■	RDE評価	2024年2月
■■■■	BPP評価方法	2024年3月
■■■■	GDL評価	2024年5月

前回のステージゲートでの課題（NEDOの事業者アンケート結果）に対応すべく、評価機能の増強を2022年度に実施した。

ポイント

- ・評価期間の短縮
- ・評価数の拡大
- ・レベルアップ：要望に基づく評価内容の拡大（ORR、EIS、限界電流、RDE、BPP、GDL等の追加）

これまでに100回を超える視察！

OKPI 電気化学評価機能の強化 FC-Platform FC-Cubic

目的
 ・新規材料評価対象増加への対応
 ・評価・解析技術の適用拡大（高温、商用車等）

評価設備	2021	FY2022	US (LANL + NREL)	独 (Fraunhofer + ZSW + ZBT)
小サイズ (基)	17	44	>46	>55
大面積セル (スタック~kW)	2	2	>4	>6

単セル発電評価装置

評価機能を集約・増強

・少数の評価装置がお台場と山梨県産業技術センターに分散配置されている
 ・お台場では水素の供給が限界

評価機能増強前後の比較（これまでの実績をもとに集計：2023年12月28日時点）

期間	会議－入荷	入荷－開始	開始－まとめ	まとめ－報告	総期間	平均評価案件数 (年換算)	平均評価仕様数 (年換算)
2020-2022	26	18	54	8	111	24	53
2023-	10	9	31	6	54	100	143

約1/2程度に短縮：習熟によると思われる

2倍以上：機能増強の効果大

評価内容、耐久時間が増加したが短縮

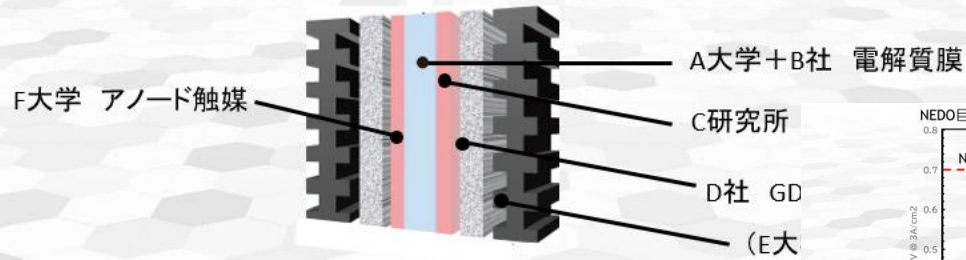
2023年度NEDOの事業者アンケート結果では**評価時間短縮**の要望が高く、評価状況の進捗等、早めに依頼者に連絡を取るなど、コミュニケーションを密にして、依頼のご要望に行えしていく。

3. 研究開発成果について

NEDO革新FC MEAの試作・評価を実施

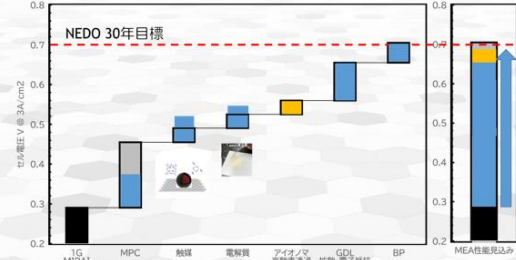
2024年度は、本プロジェクトにおける開発技術のポテンシャルを確認することを目的として、NEDOと合意した新規開発材料・技術を用いたMEAを試作し、発電特性、耐久性の性能評価を実施する。その結果を提示して、その性能がNEDO目標と乖離ある場合は、その要因について検討、提示する。（課題①-2で追加して実施）

プロジェクト全体の成果技術を組み合わせたMEA(セル)
⇒MEAとしての到達点を実証したい。



革新FCプロジェクトとしての到達点と残課題を示すための評

NEDO目標と到達見込み (物性値ベース)



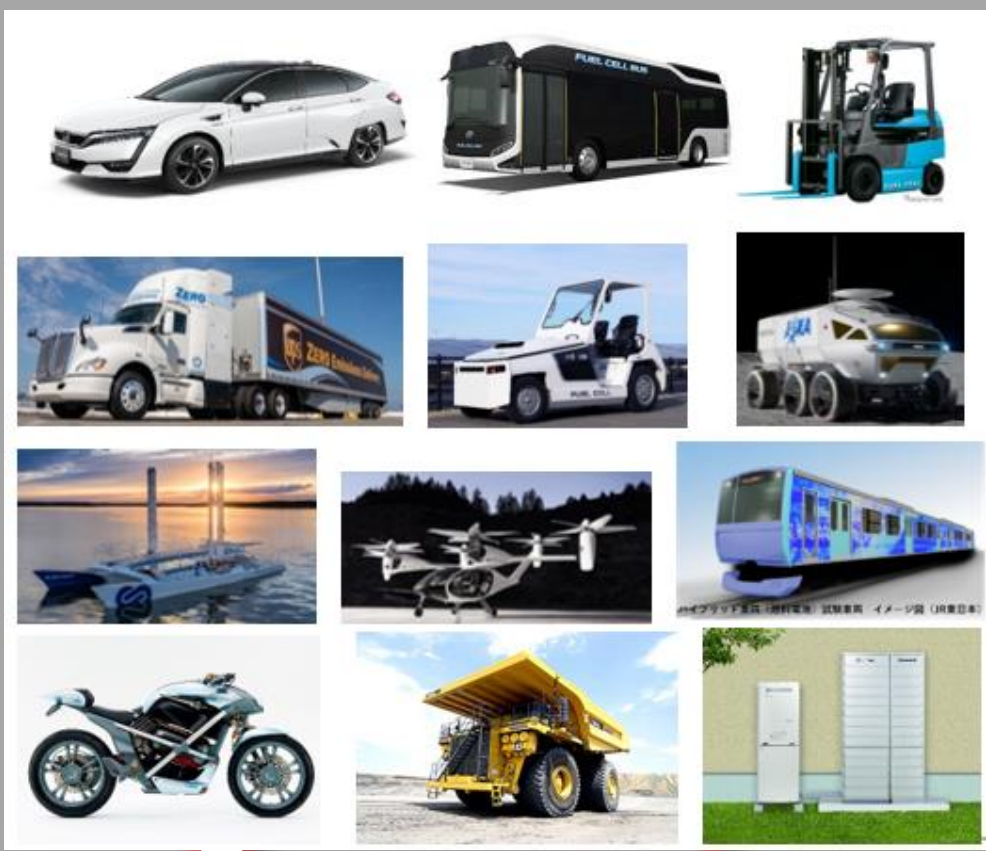
評価の狙い:
・革新FCの到達点の確認と残課題の抽出と対策案の提示

	4-6月	7-9月	10-12月	1-3月
トライアル材料設定	→			
材料調達	→*			
トライアルプロセス条件検討	→	→	→	
トライアル品測定・解析		→	→	
材料選定		→*		
材料調達		→	→	
プロセス条件検討		→	→	
測定・解析			→	→
まとめ				→*

バリエーション

長期耐久評価

- ・NEDO、マネジメントGrと協議のうえ、材料、スケジュールを設定
- ・材料調達、プロセス検討・**トライアル試作・評価の実施**
- ・本番試作、評価・解析、耐久試験等の実施



①新規開発材料の特性評価・解析： 山梨県・FC-Cubic

- ・材料分析／評価Grへ開発材料の課題と解析方針の提示
- ・FC材料のデータベース

②シミュレーションバリデーション： FC-Cubic

- ・多用途展開に向けた燃料電池加速耐久劣化メカニズムの解析
- ・新規開発材料の劣化現象把握と耐久性向上の設計指針

③燃料電池材料特性評価プロトコル、 評価セルの開発と共通化 ：FC-Cubic

- ・新規材料評価解析プロトコルの新技術対応・更新・運用
- ・多用途展開に伴うの耐久性評価、加速耐久条件設定

