

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

/高速連続プラズマ成膜による耐食性に優れた低コストアル
ミセパレータの開発

発表者名	鈴木 泰雄
団体名	株式会社プラズマイオンアシスト(PIA) 株式会社エフ・シー・シー(FCC) 国立研究開発法人物質・材料研究機構(NIMS)
発表日	2024年7月19日

代表連絡先：株式会社プラズマイオンアシスト
[TEL:075-693-8125](tel:075-693-8125)/[FAX:075-290-3200](tel:075-290-3200)
E-mail: info@plasma-ion.co.jp

事業概要

1. 期間

開始 : 2023年6月
終了（予定） : 2025年3月

2. 最終目標

本研究開発では、軽量で低コストなアルミニウム（Al）を用いたセパレータの開発を行う。アルミニウム材料表面への高速・高性能DLC（Diamond-Like Carbon）薄膜成膜技術の開発、プレス加工技術の開発、耐食性評価と腐食メカニズムの解明を統合して推進することで、高耐食性と高導電性を有する次世代アルミニウムセパレータの開発に最重要となる要素技術を確立する。

3. 成果・進捗概要

2023年度の実施項目は以下の通り

- ・ 燃料電池（Fuel Cell：FC）用セパレータとしてアルミニウムの材料選定と組付けの検証
- ・ アルミニウム材料表面状態とDLC薄膜成膜の適合性（密着力など）の検証
- ・ 高速成膜を達成するための高密度プラズマ生成が可能な新型ICP源の試作品製作
- ・ 新型ICPの性能評価・・・連続成膜装置への組み込み。成膜速度、温度分布、膜厚分布について検証
- ・ DLC薄膜の性能検証・・・接触抵抗値、漏洩電流値、単セル試験による長期発電試験での検証

1. 事業の位置付け・必要性

モビリティの動力源として、あるいは定置用の電力供給源として、FCはさまざまな分野で活用が期待されており、例えば、商用車を含む燃料電池自動車(FCV・HDV)は、METI水素燃料電池戦略ロードマップによれば2025年時点で20万台2030年には累積で国内80万台(乗用車換算)の生産が見込まれており、また中国では、2030年には300万台と試算されている。従ってFCV・HDVの普及の条件としては低価格化が課題になっており、特に、車両価格の大部分を占めるFCシステムの低価格化は普及に向けた必須の課題になっている。現状のFC用セパレータ材として過酷な酸性腐食環境にも耐久性を示すチタンが使用されているが、チタンは高価かつ成形困難な材料であり、さらに、界面接触抵抗が大きいため貴金属メッキなどの表面処理が必要であることから、FCの低コスト化や高生産性化における障壁となっている。

そこで、本研究では、

- ①ステンレス鋼から最終的にはアルミニウムを金属基板として用いる。
- ②プレス成形圧などをパラメータとした成形試験によるアルミニウム基材の加工性の評価を行う。
- ③高速プラズマ成膜により導電性・耐食性に優れたDLC薄膜成膜を実現する。

これらの開発によって高性能な表面処理層がコーティングされたFC用セパレータを低価格かつ小タクトタイムで生産できる次世代生産技術の開発を目標とする。

2. 研究開発マネジメントについて

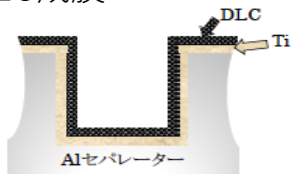
1) 研究開発の実施体制

前プレス加工工程

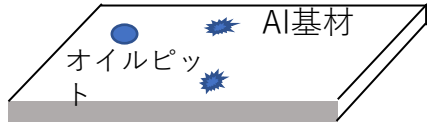
- FCC
Al基材のプレス加工表面の検証
- * 基材表面の亀裂、裂傷、ボイド（小穴）の低減



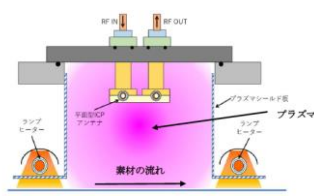
- PIA
ArクリーニングとIt/ DLC成膜
- * It成膜: 平坦性向上
- * 高導電性、高耐食性の同時獲得



- PIA、FCC、NIMS
プレス加工性に優れたAl基材の選定とAl表面処理（材料の改良）
- * オイルピットの低減
- * 平坦性を向上



- PIA (+ NIMS)
高速成膜可能なICP源の開発
- NIMS
基材表面の温度制御
- 温度分布シミュレーション



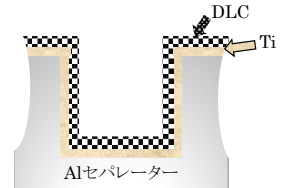
- NIMS
耐食性の短時間評価
- 評価と開発サイクルの向上
- 欠陥部と腐食誘発性の相関の検討

後プレス加工工程

- PIA
導電性、耐食性に優れた高密着性を有するIt/ DLC高速成膜



- FCC
Al成膜基材のプレス加工表面の検証と影響の低減
- * It薄膜の密着性・剥離性検証



2) 研究開発の目標設定及び開発のスケジュール

FCセパレータの性能を示す米国DOE規格を基準に、FC用セパレータの性能の目標値を設定し、23年度、24年度に分けて段階的に開発を行う。

① 中間目標 (2023年度末)

➤ AIセパレータの安定した特性

ICPプラズマ源による $12\mu\text{m}/\text{h}$ (A4面積)の高速成膜を実現し、以下の特性を達成する

- ・ 導電性：接触抵抗値 $\leq 10\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$
- ・ 耐食性：漏洩電流値 $\leq 2\mu\text{A}/\text{cm}^2$
- ・ 長時間発電試験：電圧低下率20%未満 (1000時間)

➤ 加工技術

- ・ 基材の材質・加工方法・加工条件の違いによるAI基材の表面状態の確認と把握

➤ 評価技術

- ・ 腐食劣化機構の迅速解析：サンプル受領後5営業日以内の腐食試験完了体制の構築
- ・ 熱分布シミュレーション：成膜チャンバーのモデル化によるマルチフィジクス解析実施体制の構築

② 最終目標 (2024年度末)

➤ AIセパレータの特性

ICPプラズマ源による成膜速度 $18\mu\text{m}/\text{h}$ (A4面積)の高速成膜を実現し、以下の特性を達成する

- ・ 温度分布： $\pm 10\%$
- ・ 膜厚分布： $\pm 10\%$
- ・ 導電性：接触抵抗値 $\leq 5\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$
- ・ 耐食性：漏洩電流値 $\leq 1\mu\text{A}/\text{cm}^2$
- ・ 長時間発電試験：電圧低下率10%未満 (1000時間)

➤ 加工技術

- ・ AI基材へのDLC薄膜成膜に適した、素材・加工方法の見極め

➤ 評価技術

- ・ AI基材のFC環境内腐食劣化機構、DLC薄膜、Ti薄膜中間層の防食機構の解明
- ・ 熱分布シミュレーションと実測のデジタルツイン化によるDLC成膜最適条件の決定

3. 研究開発の進捗管理／知的財産戦略に関する取り組み。

- 共同開発メンバーによる開発の進捗状況の協議と確認
- 関連技術を有する大学、公的研究機関との技術会議
- 関心表明提出企業との開発の進捗に関する議論
- 共同開発メンバーによる特許提案に関する打ち合わせ

4. 研究開発成果について(1/4)

○ AIセパレータの特性

< DLC薄膜の性能検証について >

- ・ 接触抵抗値 $\leq 5\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$: 安定して $2\sim 2.5\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ を再現し中間目標達成
- ・ 漏洩電流値 $2\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ (@0.8V) を達成

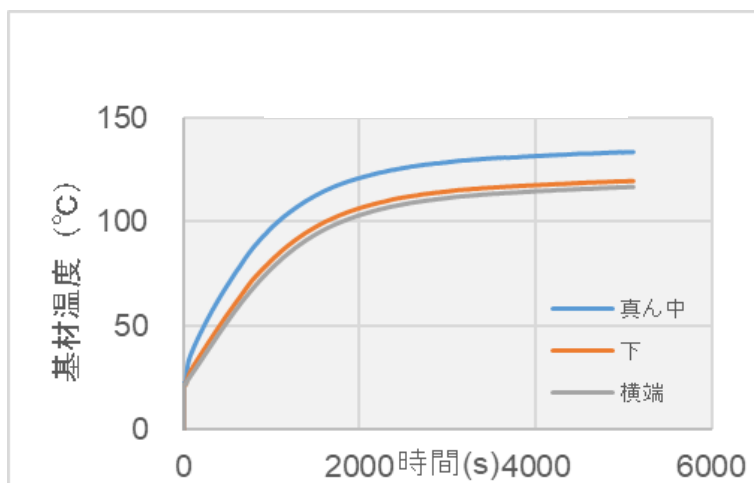
* 最終目標に向けNIMSの即時耐食性評価の結果を受け基材表面状態と膜質を調整中

< CP源の開発について >

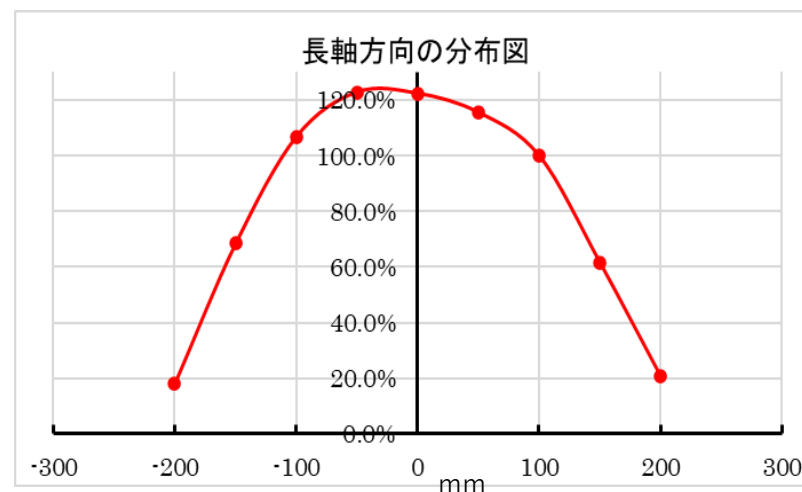
- ・ 成膜速度 : $12\ \mu\text{m}/\text{h}$ (A 4 判相当面積) \Rightarrow 中間目標達成度80%
- ・ 温度分布 : $\pm 20\%$ \Rightarrow 中間目標達成
- ・ 膜厚分布 : $\pm 20\%$ \Rightarrow 中間目標達成



新型 ICP 源
(正面写真)



AI基材上の温度測定



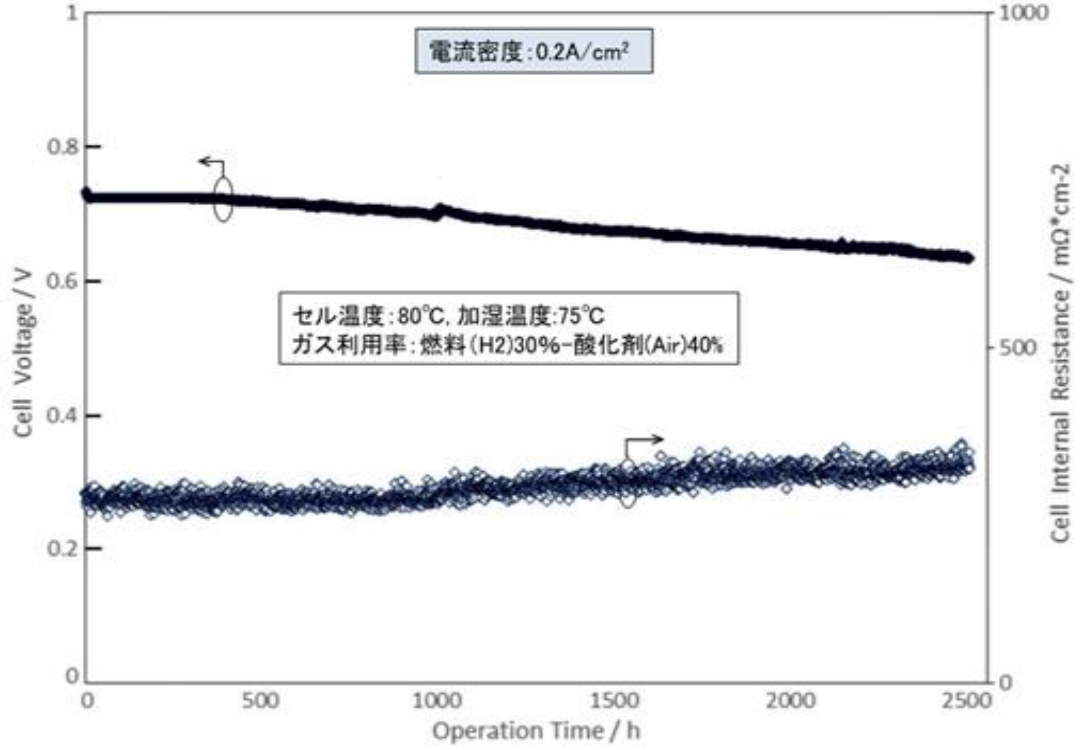
新型ICP源によるDLC薄膜の膜厚分布

4. 研究開発成果について(2/4)

<長時間発電試験について>

中間目標の1000hの電圧低下率20%未満を達成。

本結果は、予備試験として従来型ツインICP源による単セルの発電試験結果であり、1000時間経過時点で発電電圧が徐々に下降しているが、3000時間迄は、電圧低下率の目標値である約10%~15%を達成し、Al基材にTi薄膜+DLC薄膜を施したAlセパレータのポテンシャルを実証。プレス成形基材での同等性能の発揮と課題要素抽出のため、本研究では引き続き発電評価を行う。



DLC-Al基材を用いた単セルによる長期発電試験結果

4. 研究開発成果について(3/4)

○ 加工技術について

本事業参画企業の3社間で協議を進め、加工性（プレス成型による変形など）や母材としての耐食性の観点から、板厚・サイズなどの点も含めて評価用Al基材の材料種を複数選定し、プレス成形担当のFCCにて成形試験を実施。スタック時の加圧による変形やDLC薄膜成膜に影響する成形表面の状態などについて検討し、最適な成形条件を検証中。

- 1) アルミニウム材料の選定
 - ・ 関心表明企業であるアルミニウム材料メーカーと連携のうえ3種類のアルミニウム材を選定
- 2) 加圧を考慮した材料選定
 - ・ 通常使用を1MPa~5MPaとして、成形品を加圧治具にセットしアムスラーで加圧して変化を確認
 - ・ 0.5MPaでAlの1050でも変形がないような形状として、3種類のコーティング検討を可能とした

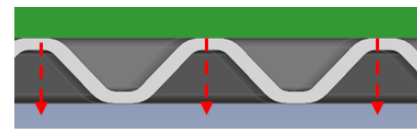


0.1mmの凹凸アルミニウムセパレータは加圧時に中央で変形が生じる
(ステンレス材では変形の無い領域)

・ アルミニウム材で潰れにくくするために、凸部が上下で一致する形状を採用した

形状検討

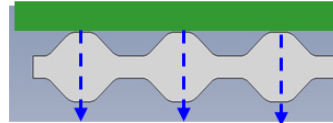
- ・ 通常のプレス品
- 0.1mm



加圧部分に材料がないため潰れる



- ・ コイニング製法
- 0.5mm
- 流路断面積揃え



加圧部分の板厚が最大→潰れないと想定
0.5mmの凸部が、上下で一致する流路で潰れにくい形状とする

4. 研究開発成果について(4/4)

○評価技術について

<腐食劣化機構の迅速形跡について>

NIMSにおいて、サンプル受領後、迅速に耐食性評価を実施し、結果を報告するための設備の準備、迅速試験プロトコルの策定、および人員体制の構築を実施した。2023年度の実績としては、延べ12サンプルを受領し、いずれも1-3営業日以内の結果報告を実現。

<熱分布シミュレーションについて>

NIMSの主導のもとに、成膜プロセス中のチャンバー内および基材の熱伝達による温度変化をシミュレーションにより予測するため、マルチフィジクスソフトウェアを導入。

PIAから提供されたチャンバーの図面やICP源の構造、成膜条件を基に、電磁場とプラズマ解析用のモジュールを導入して仮モデルを構築し、電子密度、電子温度、電位、磁束密度の分布やチャンバー内のガス流速分布とともに温度変化の推移が精密にシミュレーション可能となり、成膜プロセスとの連携を開始。

5. 今後の見通しについて(1/3)

➤ 実用化・事業化に向けて

最終目標：乗用車・商用車向けFCへのアルミニウムセパレータの搭載

○動き

チタンセパレータ（実用化済み）⇒ステンレスセパレータ（性能評価・検証段階）

⇒アルミニウムセパレータ（研究開発段階：**今回の研究開発テーマ**）

* **アルミニウムセパレーター寿命：約3000時間を達成し継続中(2023年度実績)**



膜性能の向上による長寿命化の研究開発（5万時間～10万時間）

* 平行して、大量生産可能な量産コーティング装置開発・実証研究

○実用化・事業化

2030年以降

軽量性を活用：ドローン、ロボット、自転車、民生用モビリティへの社会実装

* 欧州では高齢化や生活習慣病に伴う電動車椅子へのコンパクト型燃料電池の実装を検討。（AIセパレータを用いた小型・軽量市場参入期待）



2035年以降

乗用車・商用車向けFCにAIセパレータを搭載

* 低コスト化により普通乗用車、商用車への適用による市場拡大期待

4. 今後の見通しについて(2/3)

➤ 事業化に対する今後の課題

課題：乗用車・商用車向け燃料電池寿命の達成（5万時間～10万時間のクリア）

○最適な膜構成の検討

プレス成形による凹溝加工したAl基材（板厚：0.2～0.5mm）

* 膜構成の検討：チタン薄膜＋導電性DLC薄膜による性能クリアの検討

○量産性

二重構造の薄膜成膜を量産性の高い方式で、成膜可能な製法と装置開発の検討

○面粗度

膜厚100nm程度のTi薄膜、DLC薄膜で性能が達成できるAl基材の面粗度の検討

* プレス成形法、材料メーカーの圧延方法等の検討

➤ 事業化に向けた取り組み

課題：量産技術の確立

○低コスト化に寄与する高速連続表面処理装置の実現

PIA独自技術を用いた新型ICP源の開発を継続

○成形方法の確立

裂傷、亀裂を低減化する加工方法の確立（コインニング製法等の検討等）

* 表面のエッチング加工も視野に含めて検討

4. 今後の見通しについて(3/3)

▶ 波及効果

本研究開発テーマでは、**世界初、日本発のアルミニウム製の燃料電池セパレータの実現**に資する、革新的な金属加工・表面処理技術を生み出す。

アルミニウムセパレータは、燃料電池の低コスト化、小型軽量化、空冷作動型化など、次世代の燃料電池を構成する基幹部材として期待される。

本研究にご興味のある、企業様は是非ともお声掛け下さい。



アルミニウムへのDLC処理



長期発電試験3000時間以上達成サンプル
(Ti薄膜+DLC膜 評価前外観図)

ご清聴有難うございました。

共同委託機関

株式会社プラズマイオンアシスト(PIA)

株式会社エフ・シー・シー(FCC)

国立研究開発法人物質・材料研究機構(NIMS)