

発表No.A1-9

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 2023年7月13日



連絡先
技術研究組合FC-Cubic
E-mail: a-aoki@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。



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○

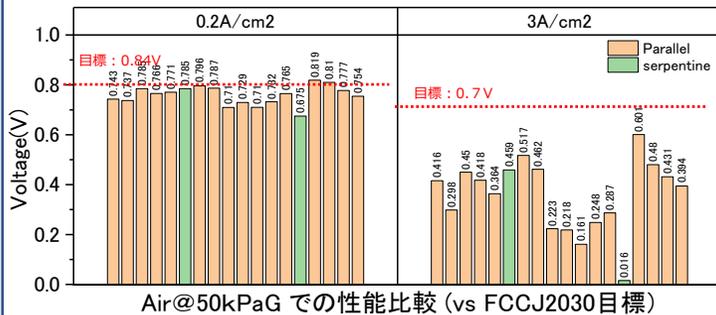
- ・新旧プロトコルを用いて新規開発材料の特徴を明らかにするとともにプロトコルの課題を抽出
- ・実用化のための課題および材料技術の方向性を提示する。
- ・プロトコル未設定の評価項目に対し、柔軟に対応する体制を整え、一部評価を開始する。

MEA評価状況：21機関79材料

- ・標準的な発電評価だけでなく、発電性能の加圧・湿度依存や負荷応答・長期の耐久試験を材料開発者の要望に応じて500以上のサンプル作製と評価に対応。

- ・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し、ガス透過、RDE評価、BPP表面処理評価、GDL評価を実施。

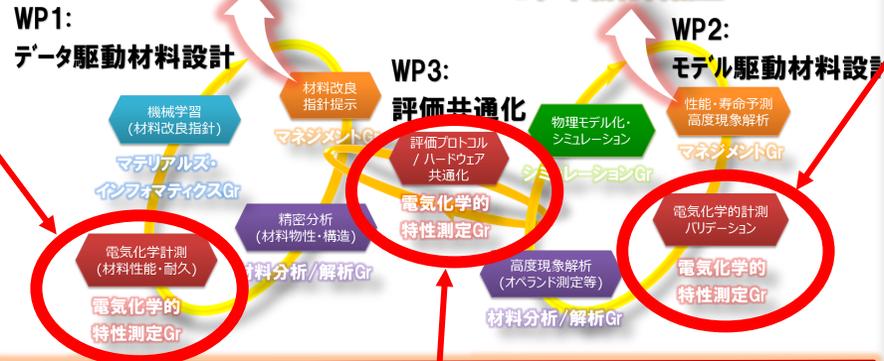
評価状況：10機関11仕様



評価結果の位置づけ

- 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



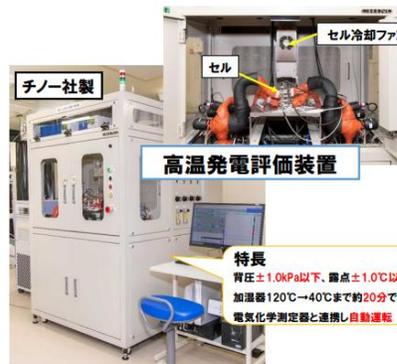
③燃料電池材料特性評価プロトコル、評価セルの開発と共通化 FC-Cubic

・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

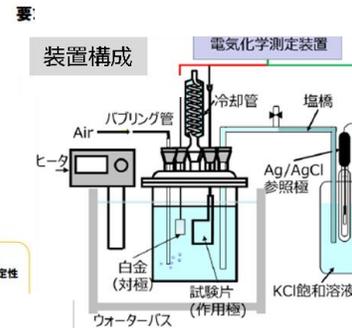
2023年3月目標：進捗○

・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（2022年度版）を作成・公開している。

・新規プロトコルの策定（アノード、高温、BPP、GDL）



高温評価装置



BPP腐食試験

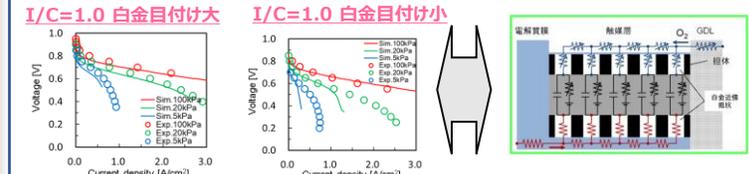
②シミュレーションバリデーション FC-Cubic

・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し、モデル改良の方向と必要な検証実験を提案した。
- ・実車耐久後のMEAの特性低下、材料物性変化を詳細に解析。今後のセル劣化モデルへ反映していく。



・「NEDO PEFCセル評価プロトコル改訂版」公開（'23.05予定）



NEDO 評価プロトコル改訂版

・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

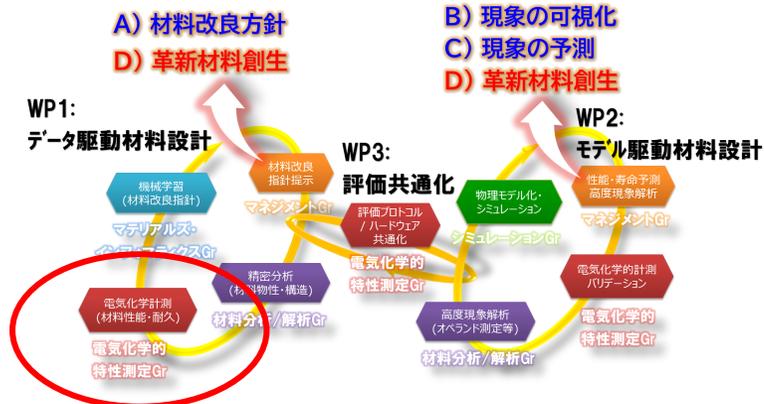
投稿論文、発表等について知財運営委員会での審議を実施

・研究開発のスケジュール

	FY2020	FY2021	FY2022	FY2023	FY2024
		★	★	★	
		SG 中間評価		SG	
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

①-1 新規開発材料の特性評価・解析：山梨県

Challenge	<ul style="list-style-type: none"> 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
Goal	<ul style="list-style-type: none"> 新規開発材料の特徴を明らかにする。 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。
22年度末状況	<ul style="list-style-type: none"> 評価解析PF標準材料を用いた開発材料評価を実施。 PF標準MEAや市販材料・MIRAIなどの比較データ取得。 追加プロトコル（EISによる触媒層抵抗・触媒層の酸素拡散抵抗、加圧OCV試験）への対応と新規材料評価への適用。



材料評価状況

2022年度 15機関34材料(全期間 21機関76材料)

標準的な発電評価だけでなく、発電性能の加圧・湿度依存や負荷応答・長期の耐久試験を材料開発者の要望に応じて対応。新規開発材料に比較用標準材料を含めると300以上のMEAを作製、評価し課題、開発の方向性を提示。

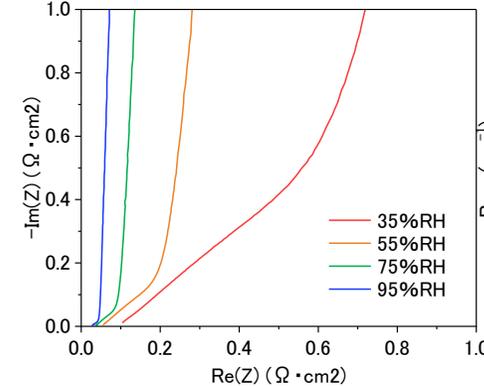
評価プロトコル改訂版への対応

評価プロトコル改訂版で追加された①触媒層のプロトン輸送抵抗測定(EIS)、②触媒層の酸素拡散抵抗測定、③加圧OCV耐久への対応を完了した。評価解析プラットフォーム(PF)で定めている標準MEAのデータと比較しながら、新規開発材料を評価・解析した。

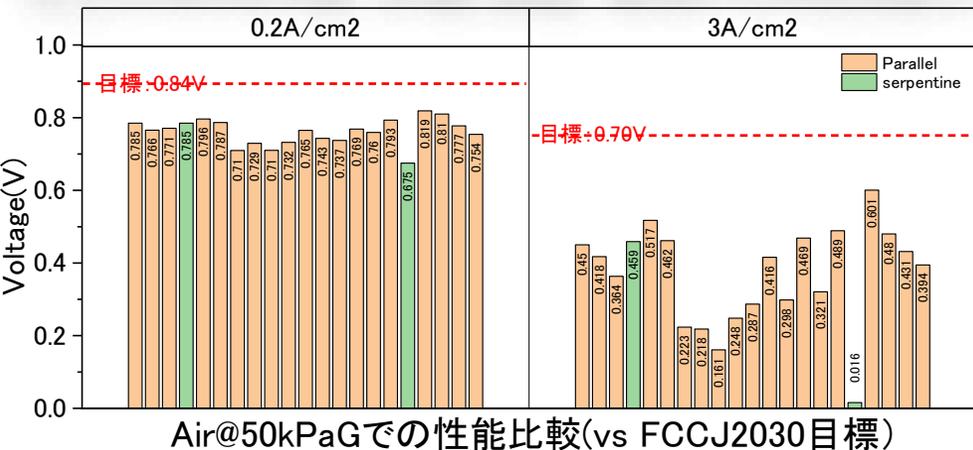
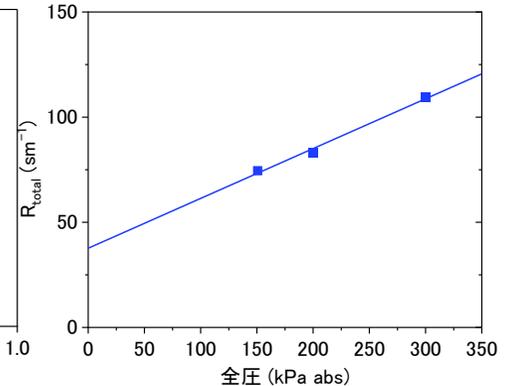
PF標準MEA材料

	材料
アノード触媒	Pt/GCB (TEC10EA50E)
カソード触媒	PtCo/C (TEC36F52)
電解質膜	GORE-SELECT® Membrane M788.12
アイオノマー	Nafion DE2020
GDL	東レ XGL-R-055CD0

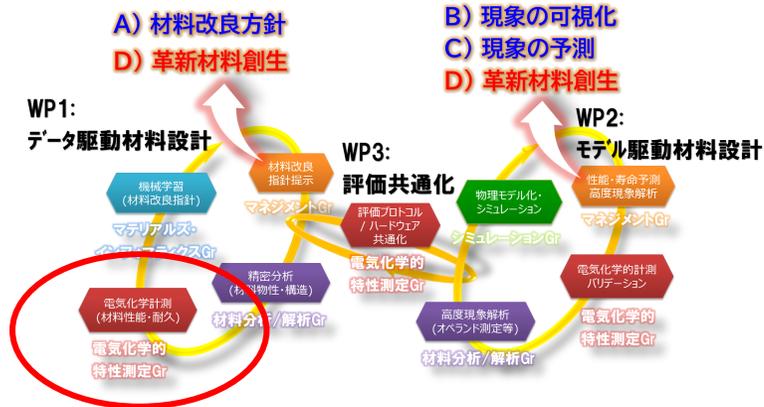
触媒層プロトン輸送抵抗



触媒層酸素拡散抵抗



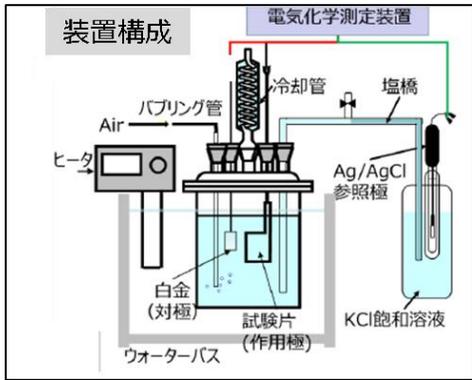
①-2 新規・検討プロトコルによる特性評価・解析研究機関：FC-Cubic



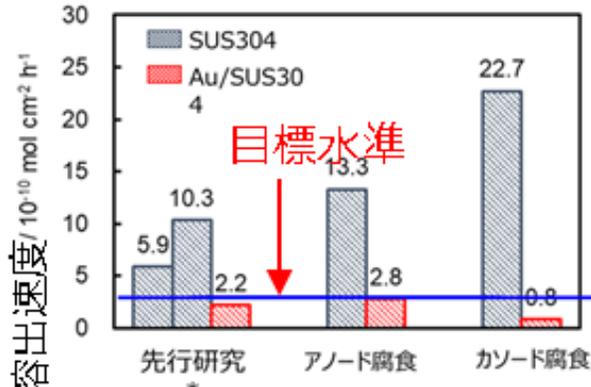
Challenge	・検討中のプロトコルを適用した新開発材料の評価（MEA特性、耐久特性、材料特性）
Goal	・新規開発材料の特徴を深掘するための非標準的特性評価手法を駆使して技術課題を明らかにし、MEA特性評価結果とあわせて技術開発の方向性を提示す。
22年度末状況	・従来のプロトコルではカバーできていなかった評価対象について、検討中の評価方法を適用した評価の態勢を整備。 ・GDL、BPP表面処理については、SG対象グループの開発材料の評価を実施。

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

BPP表面処理の耐食評価手法確立



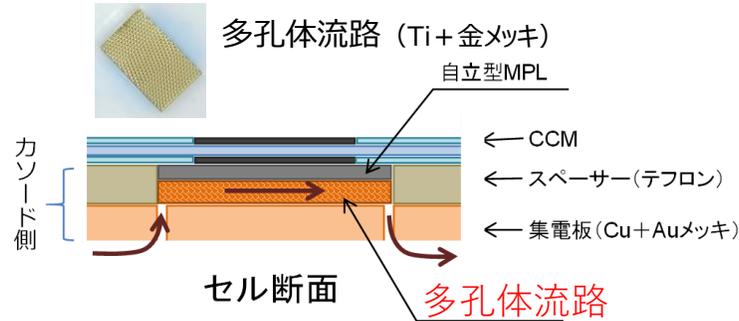
BPP腐食試験セル



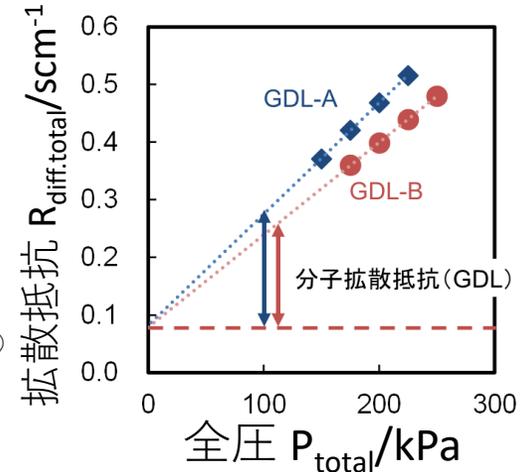
Fe溶出速度の目標設定検討

- ・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



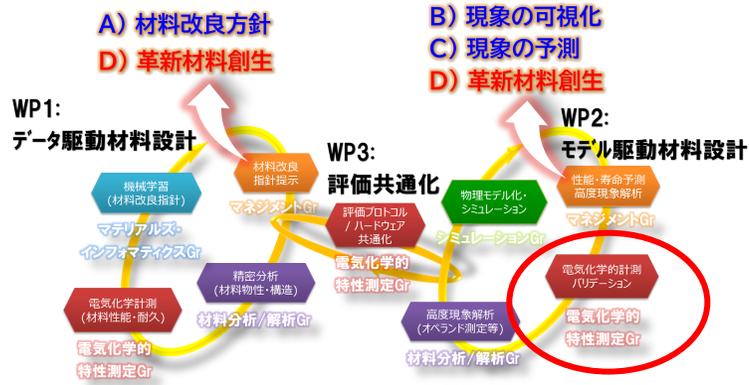
薄層GDL評価用多孔体流路セル



薄層GDLの評価結果の例

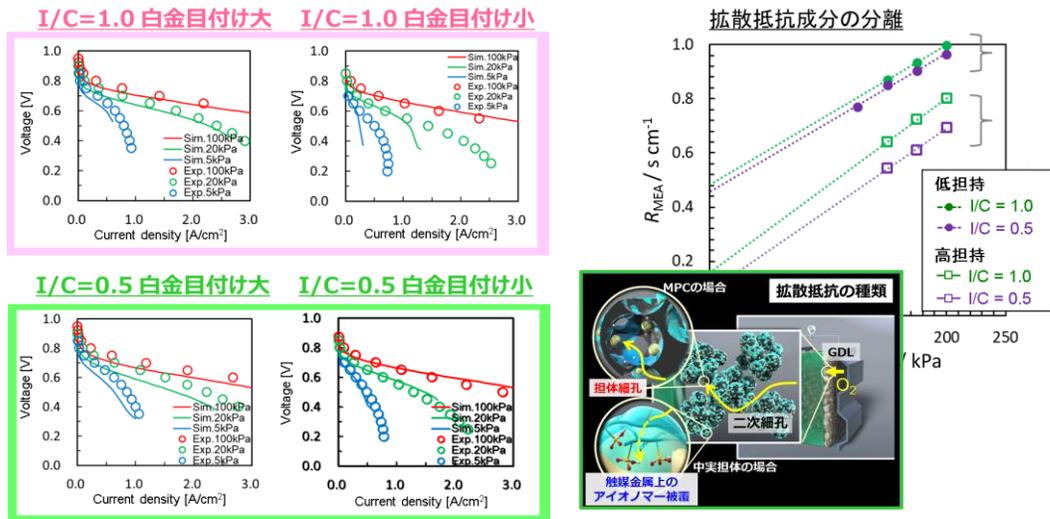
- ・溝流路のリブ下拡散障壁の影響回避のため、多孔体流路による評価手法を確立。
- ・SG対象の開発材料を評価。

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。
22年度末状況	シミュレーションと実測データとの乖離の要因を考察し、モデル改良の方向と必要な検証実験を提案した。 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。

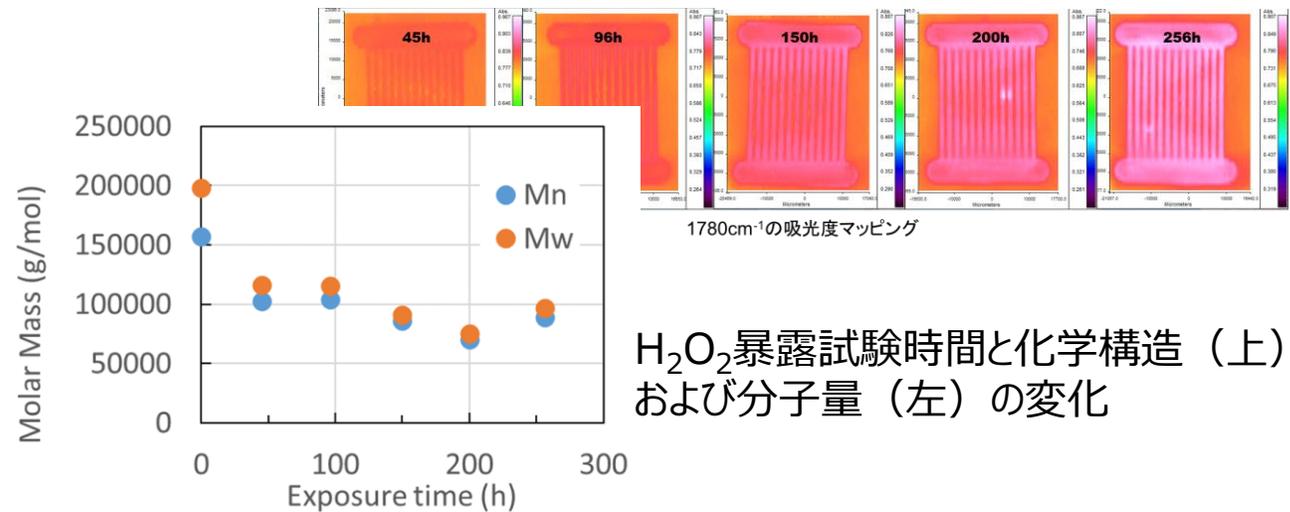
MEA性能シミュレーション



触媒層構造違いの発電特性（計算と実測）

・計算と実測の乖離があるケースの要因を考察し、モデル改良の方向と必要な検証実験を提示。

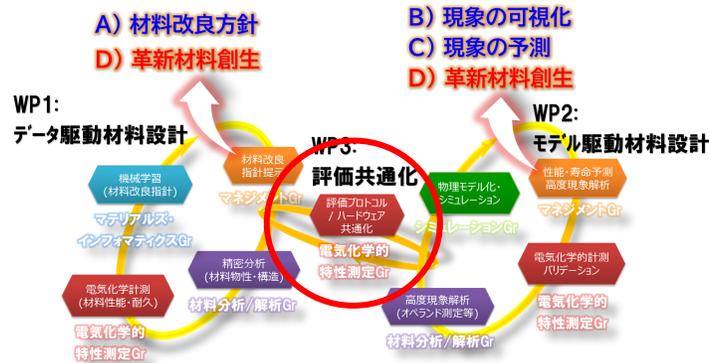
電解質膜劣化シミュレーション



H₂O₂暴露試験時間と化学構造（上）、および分子量（左）の変化

分解生成物の定量定性分析、劣化膜の化学構造解析、高次構造解析、電子顕微鏡観察、分散処理と分子量測定、温湿度制御の一軸引張試験の手法確立し、データを取得。

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)

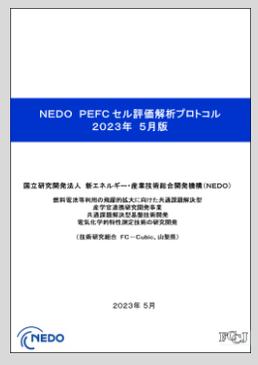


Challenge	・新たな産業界ニーズに基づく新規材料評価へ対応する評価プロトコル
Goal	・材料の特性を適切に評価するためのFCCJプロトコルをアップデートし展開する。
22年度末 進捗	<ul style="list-style-type: none"> ・2022年度に検討したプロトコルを追加したマニュアル作成。 ・高温評価の手法決定、マニュアル化。 ・GDLの耐久性評価手法決定、マニュアル化。 ・膜のAST検討 各種条件の劣化状態把握 ・共通セルの情報開示継続中、40機関以上に情報提供

評価プロトコル開発

2023年5月版マニュアル作成

- 触媒層 — 高温評価 (セル温度120℃まで)
- GDL — ガス拡散抵抗、ばね特性
繰返し荷重試験方法
高電位腐食試験方法
- BPP — 接触抵抗試験法 (対GDL)
密着性試験法 (表面処理層)
耐食性試験法 (アノード腐食、カソード腐食)



GDL:繰返し荷重試験方法

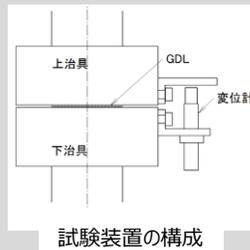
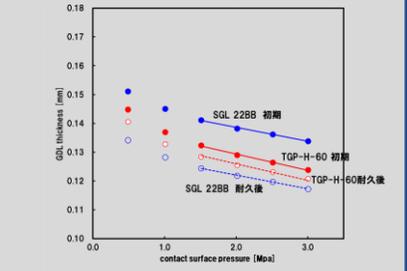
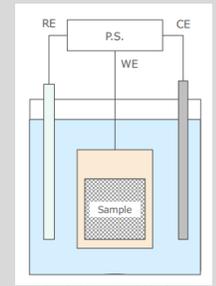


図.GDLの応力-歪み曲線測定結果

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 228B	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

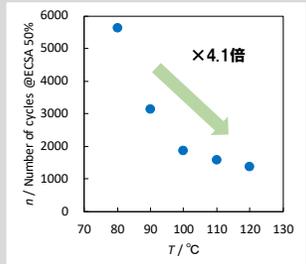
GDL:高電位腐食試験方法



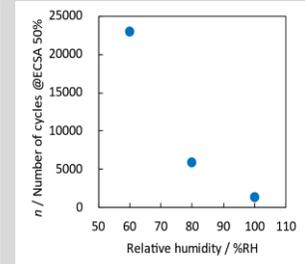
多用途向けの耐久・評価条件の検討

高温評価のプロトコル作成

- ・高温用評価装置 (セル温度150℃-40%RHまでの評価・耐久可) 導入済・高温用の評価治具仕様決定
- ・120℃での高温評価プロトコル提示
- ・高温評価時の課題提示
- ・触媒耐久後の性能劣化の温度条件・加湿条件の影響提示



* 120℃では80℃の評価より4.1倍劣化が加速される



* 高加湿ほど劣化が加速される

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)

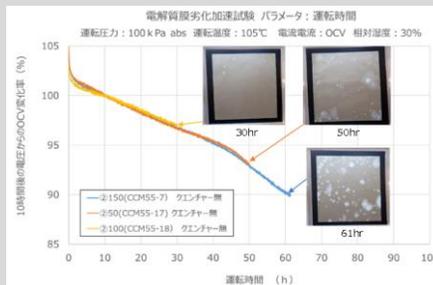


図 運転時間の違いによる膜劣化の違い
* 運転時間が長いと膜劣化を示す白色部が増加

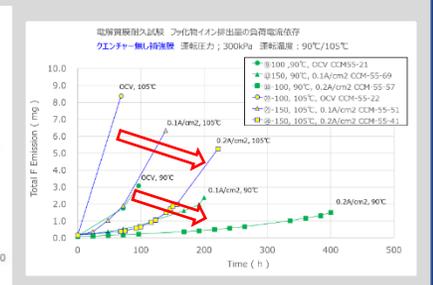


図 電流密度の違いとフッ素排出量の違い
* 電流を引くとフッ素排出量は抑制される

NEDO実施のアンケートの結果、本事業では高い評価を得ている。
 一方、材料研究者から見て、今後に対する期待および要望が寄せられている。

材料研究Grヒアリング結果 電気化学特性測定Gr

<総評>

	設 問	4段階評価
設問 1	測定にかかる期間は適切であった。	3.7
設問 2	測定方法は、標準化されたものであると同時に、材料研究グループからのニーズに対応したものであった。	3.7
設問 3	測定結果のアウトプットが要望通りのものであった。	3.6
設問 4	材料研究グループへフィードバックされた測定結果の内容は研究開発にプラスになるものであった。	3.9
設問 5	測定にかかわる評価項目のラインナップは適切かつ十分なものであった。	3.8
設問 6	電気化学特性測定Grで進められているプロトコル開発の取組みは材料研究グループにとって必要なものであると考える。	3.9
設問 7	PFで開発されている小型燃料電池セルは材料研究グループにとって必要なものであると考える。	3.9
要点・総評	利用実績のある事業者においては高評価。ただし利用事業者がやや少ない状況。 ⇒自前で設備を有しているという意見が多々あり。一方でPL定例などで共有されているPF側で測定した結果の比較も進んでいるため、今後の活動方針をどうしていくか要検討かと思われる。また、測定期間の短縮を求める声や測定者に要望が伝わっていないという意見も有り。	

利用実績のあるGL対象

全GL対象

<ご意見>

既に多くのサンプルを非常に丁寧に評価していただいている。信頼性の高いデータが得られるので、得られたデータを研究開発にフィードバックしやすい。今後も評価をお願いしたいと思っている。	前向き意見
非常に重要な役割を果たされていますので、ぜひ強化していただきたいです。これから、高温作動特性の評価など、難度が上がっていくと思いますので、お世話になることも増えてくると思います。また、性能が良さそうな材料の評価だけでなく、性能が出ない新規材料の課題抽出にお世話になればありがたいです。	
電気化学特性評価に関しては、導電率から触媒活性さらに膜評価試験装置など自前で有しているため、これまでは特に必要としなかったが、今後、利用する機会、相談事項などが増えると思われる。	改善してほしい部分
CCMに関して1cm×3cmでの解析もリクエストします。	
MEA評価において、マネジメントGrと打ち合わせた内容、こちらの要望が、実際の測定者に上手く伝わっていなかったと思われる事例がありました。	
測定Grのメンバー拡充が必要と思われます。	
電気化学特性測定Grが保有する開発材料評価するための前処理方法、加工方法、評価試験条件について、 <u>材料研究Grでも検討できるような標準化およびその情報交換を深めてほしい。</u>	

期待および要望

- ・ 評価技術のレベルアップ
- ・ 評価機能の強化



設備増強を含めた機能増強
 を22年度に集中して実施

- ・ マニュアルの整備・公開



RDE評価マニュアル、評価セル図面を公開

- ・評価技術のレベルアップ
- ・評価機能の強化

22年度に集中して増強を行う

- ・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）への対応

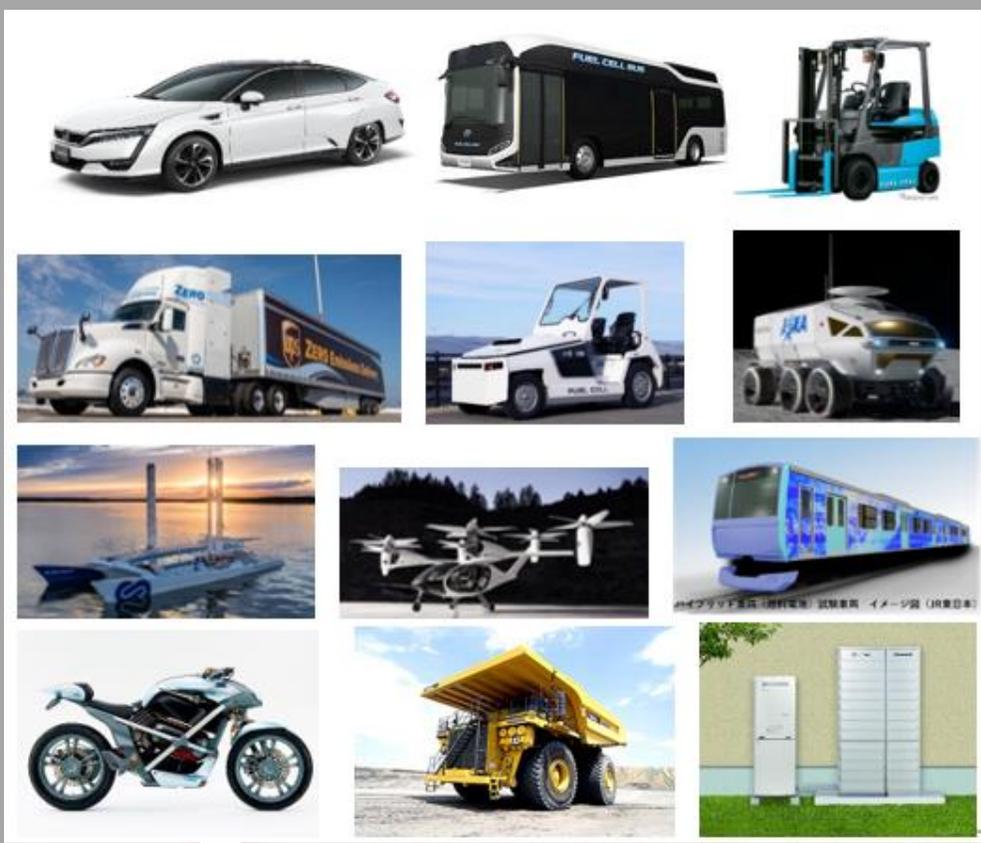
評価設備	現状	FY2022	US (LANL+NREL)	独 (Fraunhofer+ZSW+ZBT)
小サイズ (基)	17	44	>46	>55
大面積セル (スタック~kW)	2	2	>4	>6



評価機能の集約・増強
完了



- ・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
- ・お台場では水素の供給が限界



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

