

# 評価解析プロトコルの現状と今後の課題

第11回FC-Cubic オープンシンポジウム  
2023.7.11

技術研究組合 FC-Cubic  
金坂



- ◆ **燃料電池の利用拡大：利用拡大への対応**
- ◆ **高温域での性能・耐久性向上への対応**
- ◆ **評価プロトコルの策定**
- ◆ **高温評価プロトコルの内容**
- ◆ **まとめ**
- ◆ **今後の課題**



# 燃料電池の利用拡大



FCトラック



乗用車



利用拡大



FC船舶



建設機械



FC電車

乗用車からトラック、建設機器、船舶、電車等に利用拡大

# 燃料電池の利用拡大: 利用拡大への対応 使用環境の違い

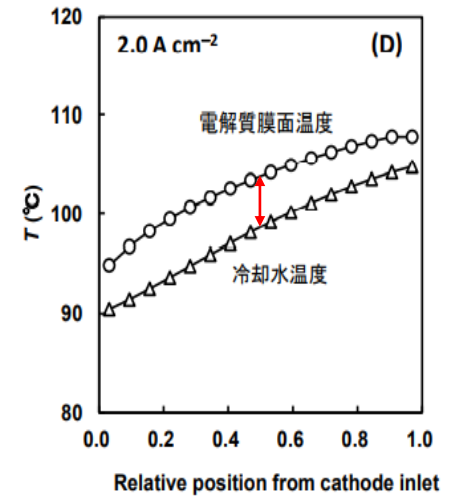
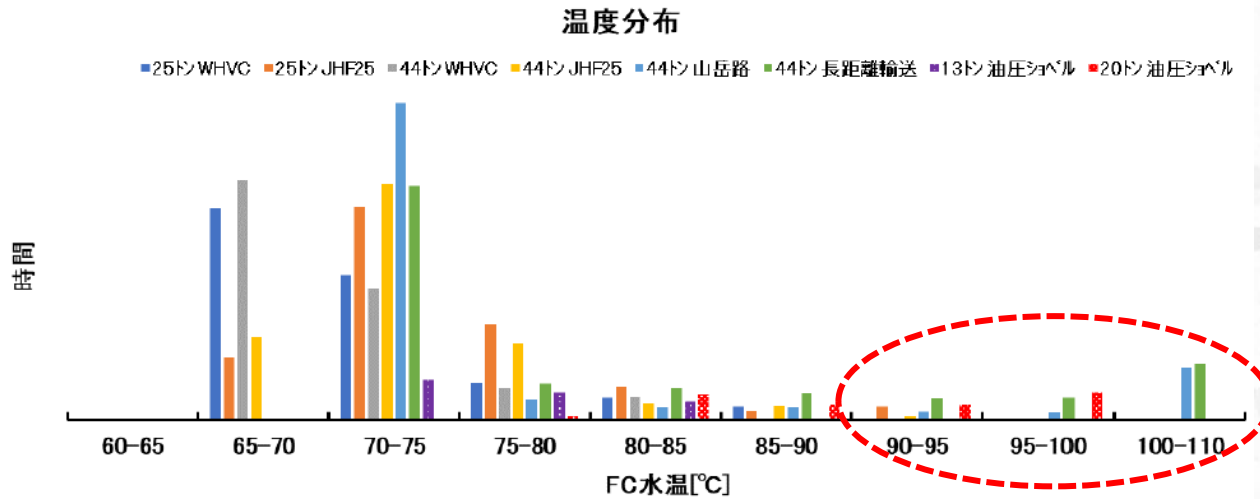


図 2.5.6-2 MBD シミュレーションから推定される FC システムの運転環境

冷却水よりも電解質膜  
は10°Cほど高い

大型トラック、建設機械等は、より**高温域(100°C以上)**の使用環境

⇒ 従来(80°C程度)より高温域(100°C以上)での性能、耐久性向上必要

・従来の評価、耐久装置が高温域まで対応できていない

⇒ 装置導入必要

・評価、耐久手順が明確ではない

⇒ 評価プロトコルの策定

・評価データが十分でない

⇒ 各種仕様のデータ取得



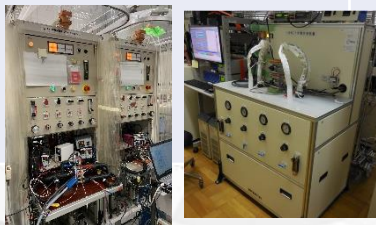
### 米倉山にて強化した内容

#### 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                      | FY2021 | FY2022 | US<br>(LANL+NREL) | 独<br>(Fraunhofer+ZSW+ZBT) |
|---------------------------|--------|--------|-------------------|---------------------------|
| 小サイズ (基)                  | 17     | 44     | >46               | >55                       |
| 大面積セル<br>(スタック~kW)<br>(基) | 2      | 2      | >4                | >6                        |

★山梨県甲府市  
(Nesrad)  
2023年4月より  
本格稼働



単セル発電評価装置



新規導入単セル発電評価装置：16台



単セル耐久装置：10連式

# 高温域での性能・耐久性向上への対応

## 高温対応用評価装置の増強：装置仕様

- ・120℃で100%RHが可能  
(150℃で40%RH)
- ・1cm<sup>2</sup>—25cm<sup>2</sup>の電極面積に対応

2021年 9月稼働 1台  
 +  
 2023年 4月稼働 13台  
 3台(解析用)



### 高温発電評価装置の仕様

| 項目       | 装置仕様   |
|----------|--|
| セル温度     | 40～150℃  |
| 加湿器温度    | 40～120℃  |
| 配管保温     | 40～180℃  |
| 制御圧力     | 0～300 kPa.abs                                      |
| アノードガス種  | H <sub>2</sub> ,N <sub>2</sub> ,Air,O <sub>2</sub> |
| アノードガス流量 | 0.02～5 NL/min                                      |
| カソードガス種  | Air,O <sub>2</sub> ,N <sub>2</sub> ,H <sub>2</sub> |
| カソードガス流量 | 0.02～5 NL/min                                      |
| 電流       | 0～40A<br>0～120A                                    |

解析用はCOガス、低露点に対応加<sup>5</sup>

# 高温域での性能・耐久性向上への対応

## 単セル耐久装置の増強：装置仕様

- ・評価機能は最低限
- ・1cm<sup>2</sup>—25cm<sup>2</sup>の電極面積に対応

2023年 4月稼働 10連式 1台  
 ＊同時に10個の単セルを耐久可能

### 単セル耐久装置の仕様

| 項目       | 装置仕様                               |
|----------|------------------------------------|
| セル温度     | 40～120℃                            |
| 加湿器温度    | 40～90℃                             |
| 制御圧力     | 0～300 kPa.abs                      |
| アノードガス種  | H <sub>2</sub> ,N <sub>2</sub>     |
| アノードガス流量 | 0.02～1 NL/min                      |
| カソードガス種  | Air,O <sub>2</sub> ,N <sub>2</sub> |
| カソードガス流量 | 0.04～2 NL/min                      |
| 電流       | 0～40A                              |



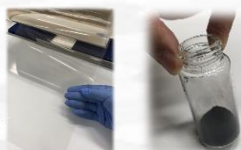


# 評価プロトコルの策定：セル評価解析プロトコルの必要性

FC・Platform

## 材料性能

### 電解質膜

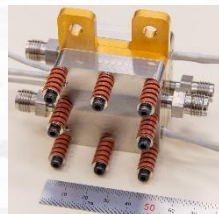


### 電極触媒

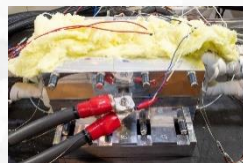
GDL  
セパレータ  
シール

## セル性能

### 小型セル



### フルサイズ



## スタック性能

### ショートスタック



### フルスタック



## FCシステム性能



## 実車性能



性能要求

達成性能

要求性能、耐久性はシステムに依存

個々の材料の  
特性評価

燃料電池としての発電性能評価

システムとしての  
発電性能評価

車としての  
性能評価

性能、耐久性は運転条件に依存

小

評価装置・評価試料の規模

大

## 特性評価装置



## セル評価ベンチ



## システムベンチ



## シャーシダイナモ



新規材料の開発には小型セルレベルの評価が効率的



# 評価プロトコルの策定：セル評価解析プロトコルの必要性

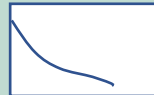
## 新規MEA・MEA材料の選定

OEM

評価・耐久条件が違い、どの材料の性能がいいか判断できない


 評価条件が違って、どれがいいかわからない。  

 耐久条件が違って、比較できない。  

評価・耐久条件 1



評価・耐久条件 2



評価・耐久条件 3



評価・耐久条件 4

新規開発品  
(MEA、膜、触媒)

↑ A社

サンプルα

↑ B社

サンプルβ

↑ C社

サンプルγ

↑ D社

サンプルη

評価・耐久条件が違い、他機関との材料の違いが把握できない

材料開発機関



共通条件で評価・耐久を実施



異なるサンプルでの相互比較が可能



OEM : 材料選択の基準ができる  
 材料開発機関 : 材料の弱み・強みがわかり改良につなげられる

# 評価プロトコルの策定：セル評価解析プロトコルの必要性

## OEM 新規MEA・MEA材料の選定

評価・耐久条件が違い、どの材料の性能がいいか判断できない

低電流密度の性能がいいD社ね。

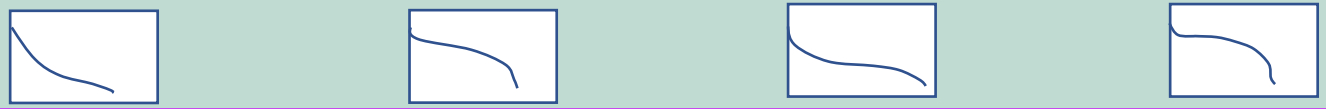




高電流密度まで発電できるC社だね。

B社がいいね。





共通の評価・耐久条件

新規開発品 (MEA、膜、触媒)



共通の評価・耐久条件で、他機関との材料の違いが明確にわかる

## 材料開発機関

共通条件で評価・耐久を実施

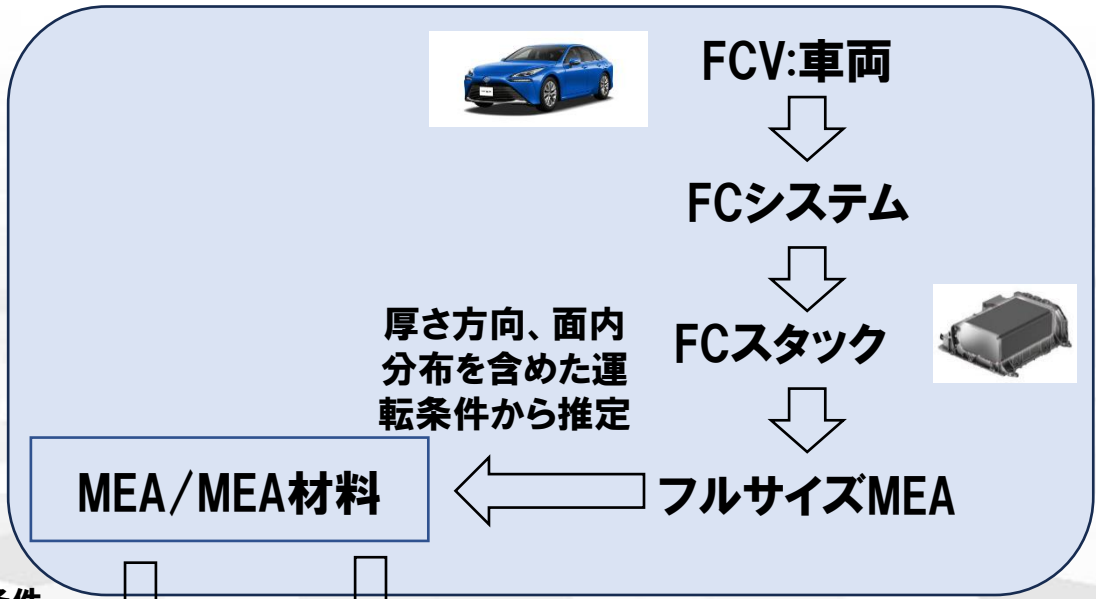
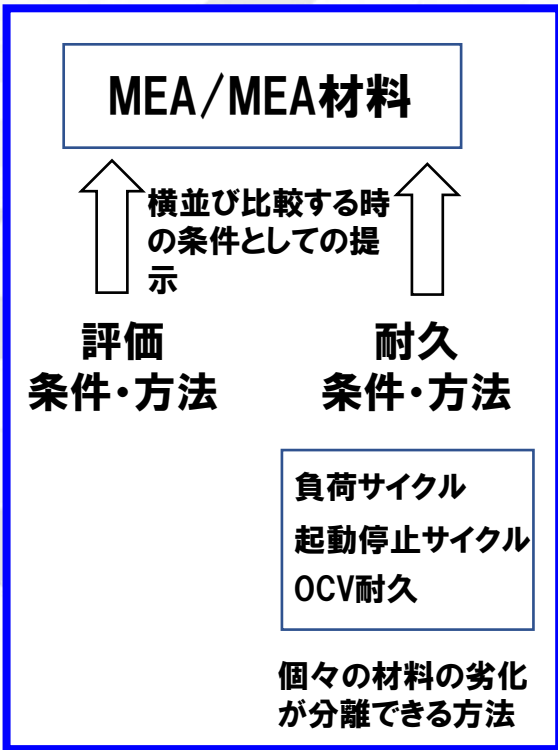
異なるサンプルでの相互比較が可能

OEM : 材料選択の基準ができる  
 材料開発機関 : 材料の弱み・強みがわかり改良につなげられる

### 評価解析プロトコル

同一条件での横並び評価  
(相対評価)

- ・安定して評価・耐久ができる
- ・特殊仕様の装置・治具を使わずにできる



どういうシステムでも使う条件

スタックの運転条件としてまず確実に存在する条件



各OEMそれぞれの評価・耐久条件

⇒ 各社のシステムによって要求される条件は変わる

★評価プロトコルは各OEMが使っている評価・耐久条件と一致するわけではない(一致しない)

★かといつて的外れの条件でもない(代表的な条件)

⇒ 皆さんが共通認識として論議できるような条件ではあるという認識



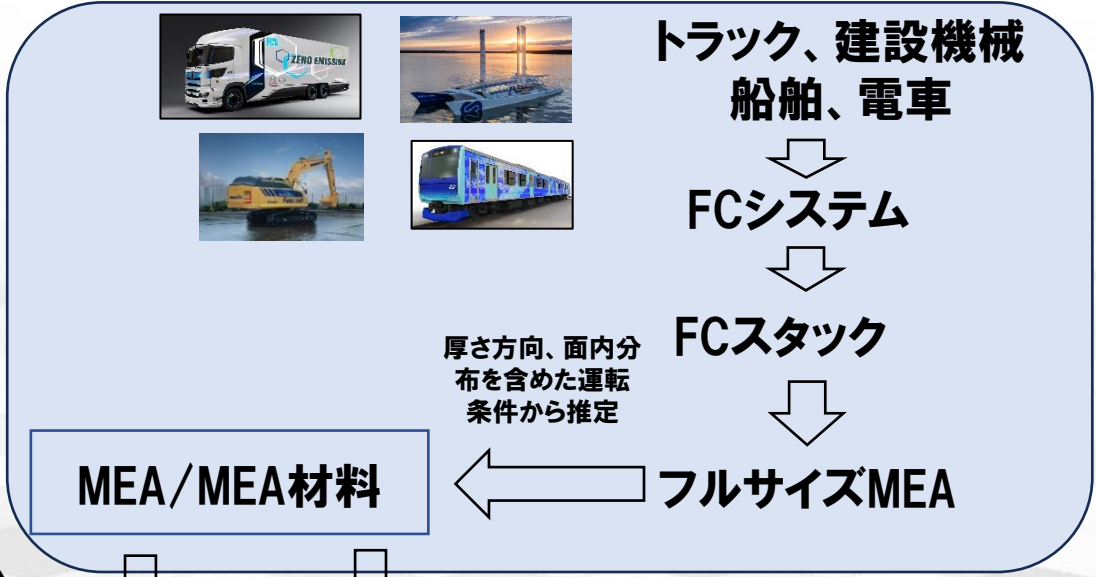
# 評価プロトコルの策定：用途拡大への対応

性能・耐久目標  
用途が違えば違う

## 評価解析プロトコル

同一条件での横並び評価  
(相対評価)

- 安定して評価・耐久ができる
- 特殊仕様の装置・治具を使わずにできる

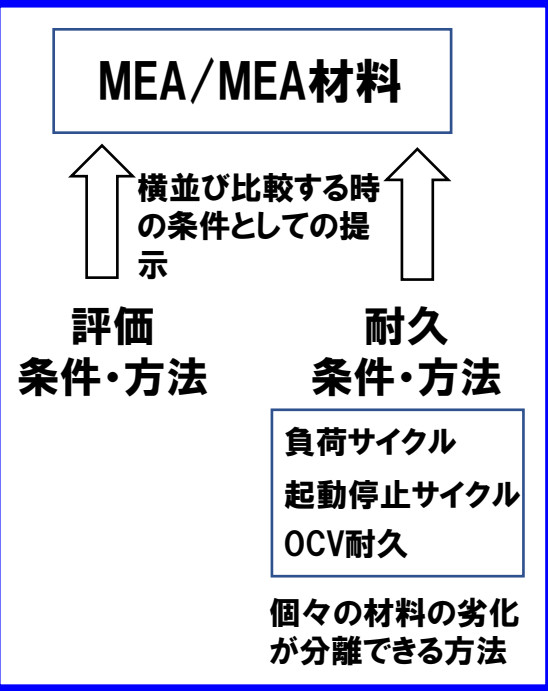
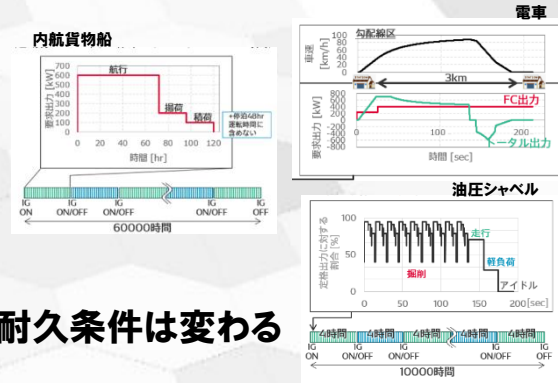


どういうシステムでも使われ代表条件



← 耐久条件として一番厳しい条件

用途が違うと使われ方が違う  
⇒ 用途により要求される評価・耐久条件は変わる



個々の材料の劣化が分離できる方法

高温以外に見落とししている条件が無い確認必要

★用途が変わって評価、耐久条件として従来と異なる条件で性能、耐久性が確保できるかの確認必要

⇒ 高温域の評価・耐久は確認必要な項目の一つ

## C-8. 試験名:高温評価(セル温度120℃まで) 評価セルと装置

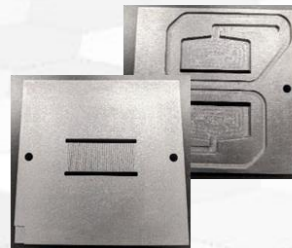


- ・ 高温(120℃)での評価に用いるセルと評価装置の推奨仕様を以下に示す。  
高温ではカーボンへの含浸樹脂の溶け出し、集電板の酸化、ヒーターの容量不足、材料の熱膨張の影響などが懸念される。また、評価装置も十分な加熱能力、背圧制御能力が必要となる。

### 評価セルの推奨仕様

| 項目    | 推奨仕様                     | 備考                       |
|-------|--------------------------|--------------------------|
| セバレータ | 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<br>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<br>(SUNCO製) |

\*エンドプレート等はJARI標準セルの物を使用



セバレータ



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    | 0~310 kPa.abs |
| 露点安定性   | ±1.0℃/p-p以下   |
| セル配線の被覆 | 耐熱120℃以上      |

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<br>C-3        | ECA測定<br>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<br>C-3<br>C-7 | ECA測定<br>クロスオーバー電流測定<br>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<br>P <sub>O<sub>2</sub></sub> =103kPa |
| C-1               | i-V測定                                 | 120℃,100%RH,301kPa<br>P <sub>O<sub>2</sub></sub> =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 <sup>-2</sup>     |
| カソード触媒 | Pt/CB (HT) 0.2 mg・cm <sup>-2</sup> |
| アイオノマー | Nafion                             |
| 電解質膜   | NRE 211                            |
| GDL    | SGL 22BB / 215 μm                  |

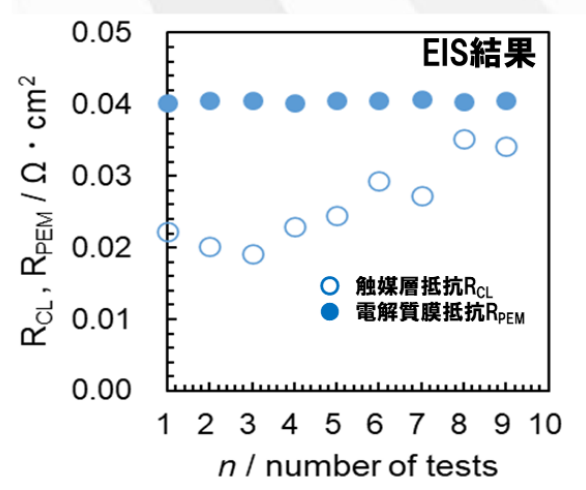
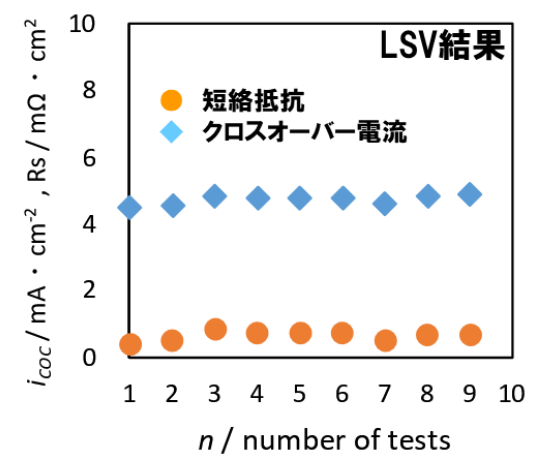
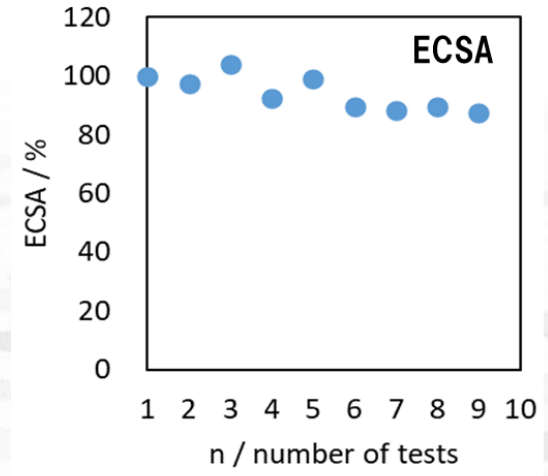
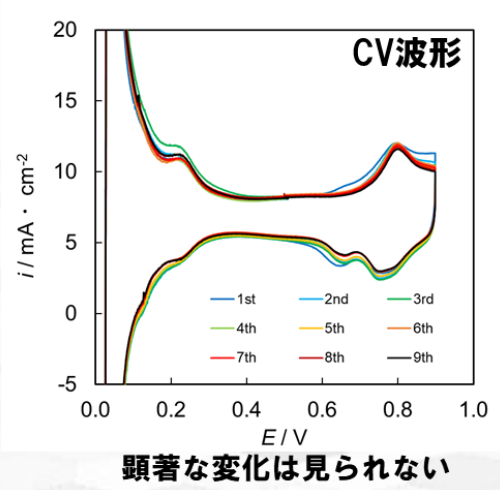


# (6) Appendix ④ 標準材料による性能・耐久性の評価結果例 C-8 高温評価(セル温度120℃まで)

・120℃初期評価測定例: 推奨仕様TEC10V30E-HT触媒



## 高温評価プロトコル内容: 高温評価測定例(1)

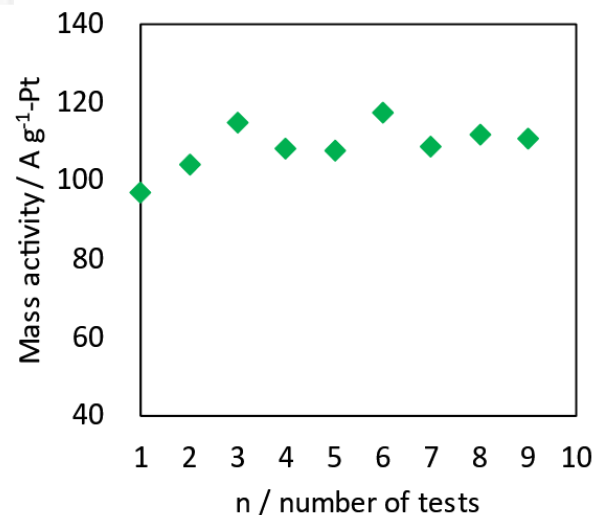
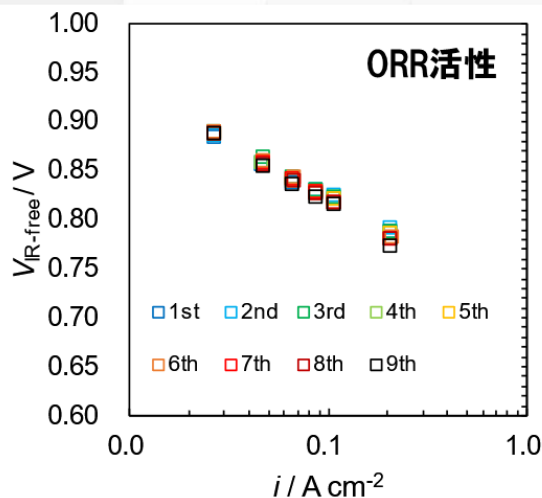
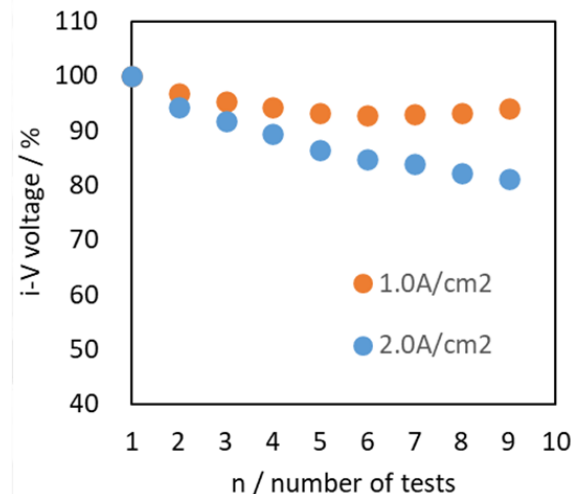
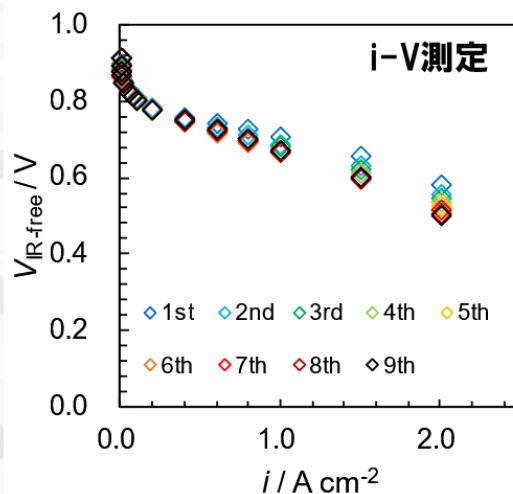


触媒層抵抗の増加からアイオノマーが変化している可能性が示唆されるが、質量活性には影響しない程度

## (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：推奨仕様TEC10V30E-HT触媒

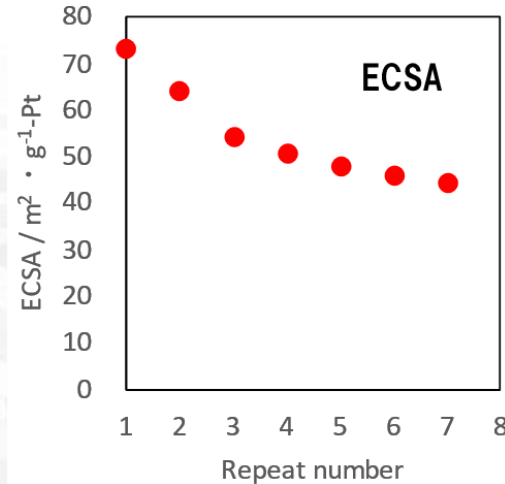
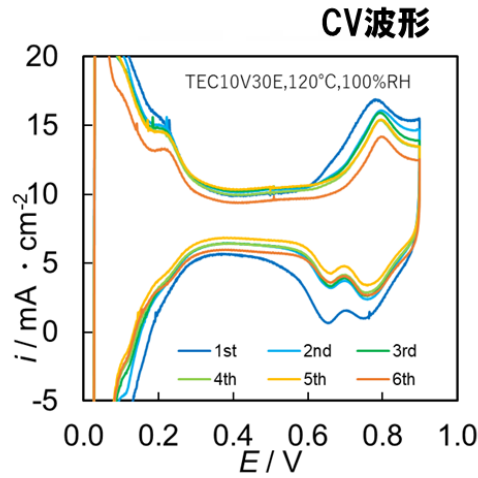
＊熱処理をした触媒を用いると120℃の繰り返し評価を行っても性能低下は小さい



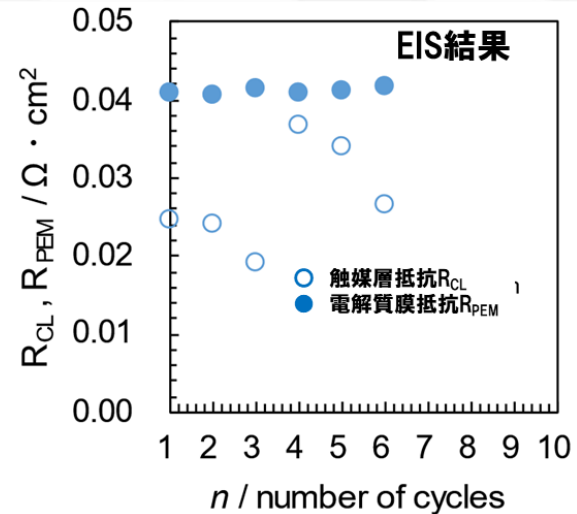
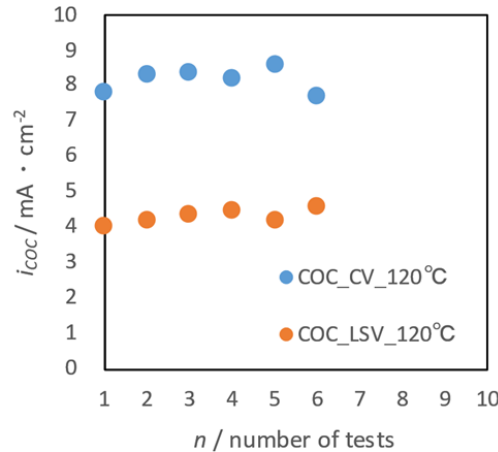
- 120℃初期評価測定例: TEC10V30E触媒

# 高温評価プロトコル 内容: 高温評価測定例(3)

ピーク形状の変化大



面積の低下大



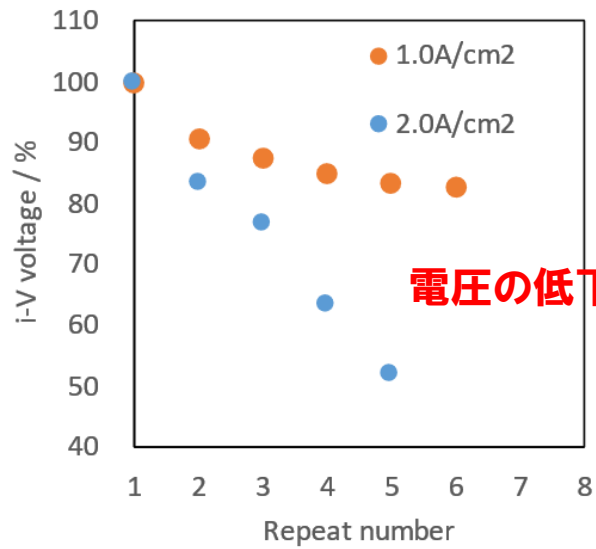
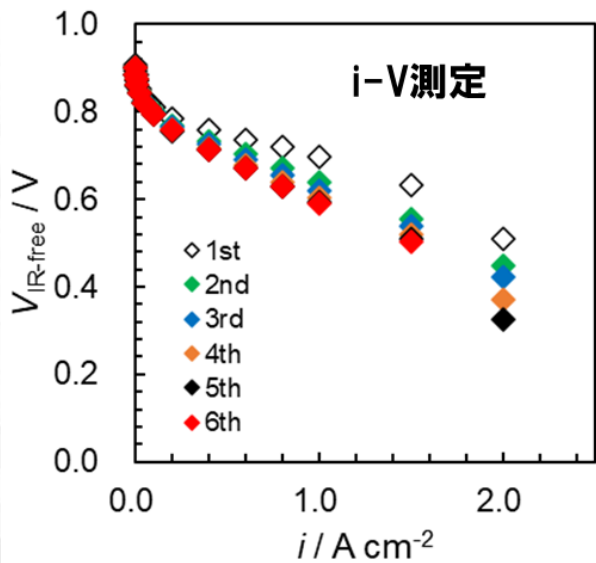
触媒層抵抗の増加からアイオノマーが変化している可能性が示唆されるが、質量活性には影響しない程度



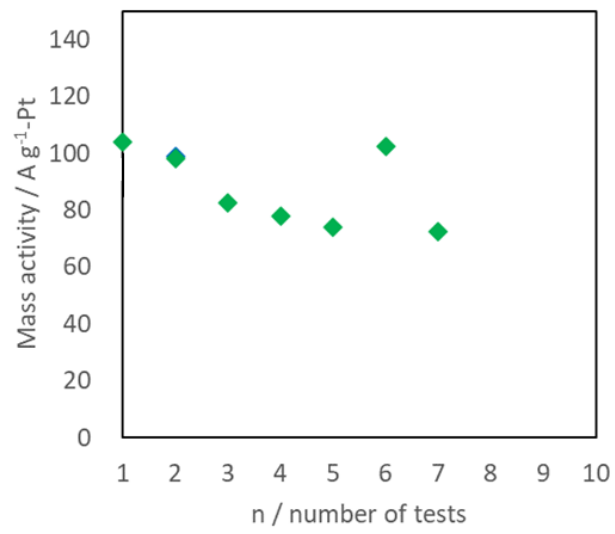
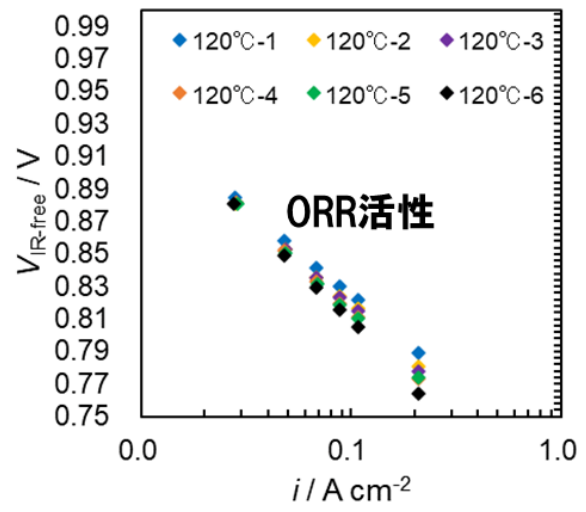
• 120℃初期評価測定例：TEC10V30E触媒

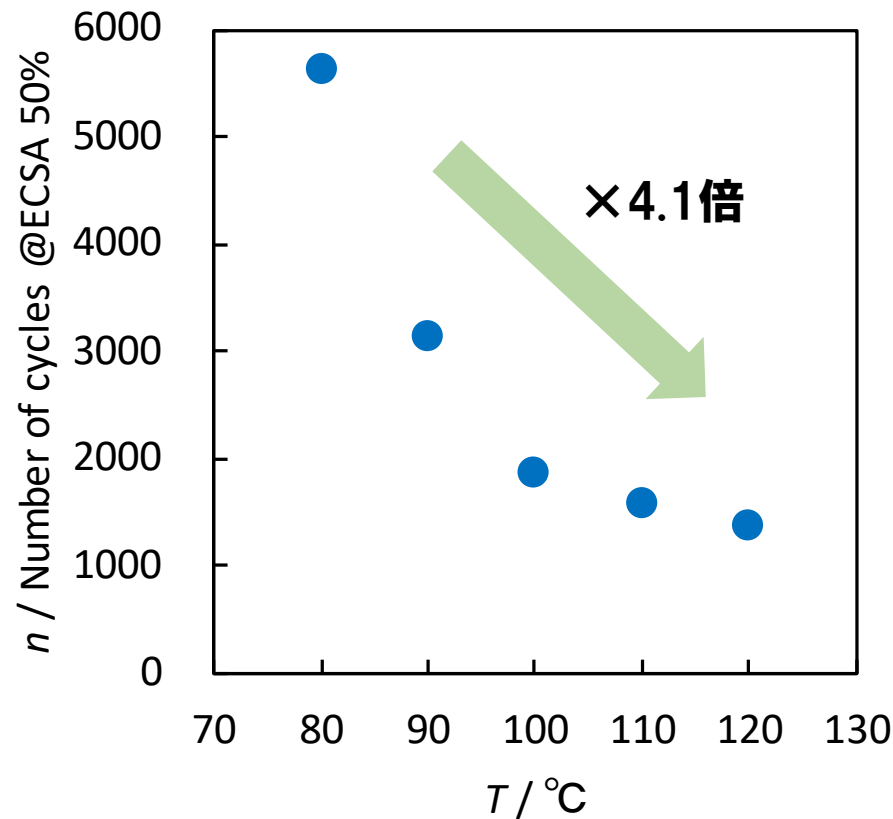
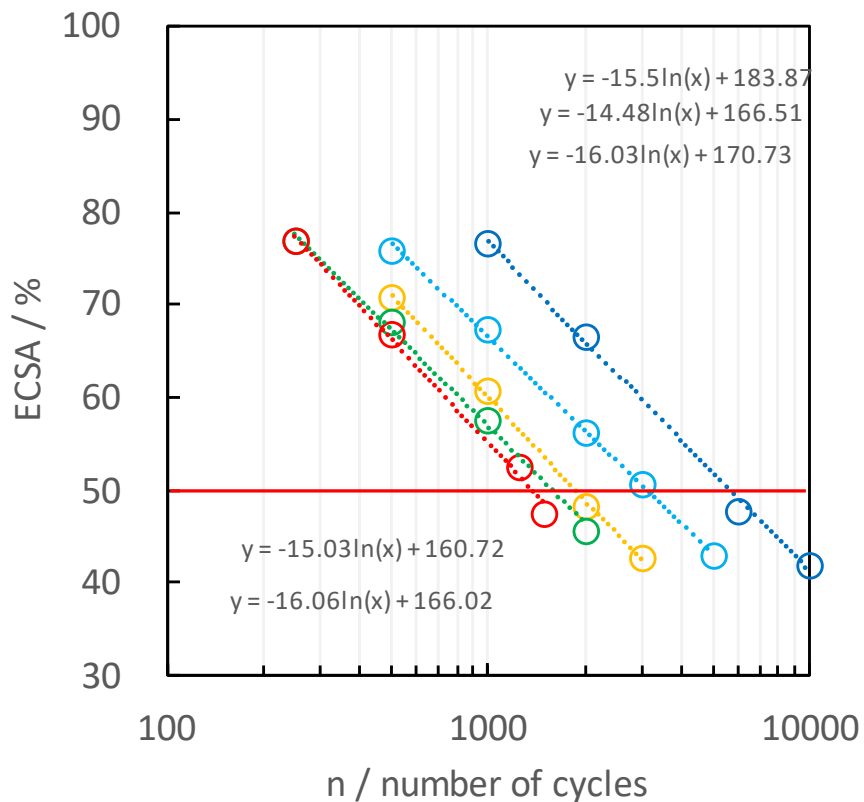
# 高温評価プロトコル 内容：高温評価測定例(4)

\* 熱処理をしていない触媒は120℃の繰り返し評価で性能低下は大きい。



電圧の低下大





耐久温度

- 80°C
- 90°C
- 100°C
- 110°C
- 120°C

**120°Cでは80°Cに対し劣化は加速**

## 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  
(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>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
- 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: 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 (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: 電位サイクル(高電位保持)試験方法
- 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)



## (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) バイポーラプレート

### 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
- 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。

拡散層(GDL)、バイポーラプレートについてもプロトコルを追加

- ◆ **用途拡大に対応して新規に高温での単セル評価・耐久装置を大幅に増強**
- ◆ **高温域(120℃)での評価プロトコルを策定**
  - 評価装置、評価治具の仕様
  - 比較仕様の設定
  - 評価手順設定
- ◆ **拡散層、バイポーラプレートの評価プロトコルも策定**
- ◆ **高温域(100℃以上)での耐久性評価を開始**

- ◆ **高温域( 100℃以上)での各種材料のデータ蓄積  
標準的に使われるMEA材料での性能・耐久性把握**
- ◆ **負荷サイクル耐久のプロトコル策定  
加湿条件が100%RHでいいか(従来と同様だと100%RH)**
- ◆ **新規材料の高温域( 100℃以上)の性能・耐久性評価**
- ◆ **触媒以外の材料(膜、GDL等)の高温域の評価・耐久手法の検討**
- ◆ **高温以外に用途拡大に伴い性能、耐久性に影響が出る因子が無  
いかの確認(耐久サイクルパターンや連続運転条件等)**

# 謝辞

**本発表の内容は、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」の一環として実施されました。関係各位の多大なご協力に対し、深く御礼申し上げます。**





以上

