

平成24年度 戦略的基盤技術高度化支援事業

「家庭用燃料電池向け高品質及び低コスト金属セパレータの開発」

研究開発成果等報告書

平成25年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 財団法人青葉工学会

目次

第1章 研究開発の概要	1
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-2 研究体制	2
1-3 成果概要	4
1-4 当該研究開発の連絡窓口	6
第2章 本論	
2-1 アルミ合金に適した半凝固スラリーカップの設計技術の開発	7
2-1-1 熱伝導シミュレーションの実行	7
2-1-2 検証実験	8
2-2 半凝固スラリー生成条件の確立	8
2-2-1 電磁攪拌の最適化	8
2-2-2 アルミ合金材料の影響把握	9
2-3 CAE解析・特殊金型設計技術・鑄造技術の確立	10
2-3-1 CAEを用いた湯流れ解析による特殊金型設計技術の確立	10
2-3-2 CAEを用いた凝固解析による鑄造条件の確立	12
2-4 メッキ処理技術の確立と特性性能の評価	15
2-4-1 アルミ材に適したメッキ処理方法の検討	15
2-4-2 CASS試験による耐食性評価	15
2-4-3 最適メッキ処理条件の確立	16
2-4-4 導電性の評価	16
2-5 (参考資料) 燃料電池の市場調査	18
2-5-1 最近の燃料電池市場調査	18
2-5-2 技術開発動向の調査	18
2-5-3 拡販活動	18
第3章 全体総括	19
3-1 研究開発成果	19
3-2 研究開発後の課題	19
3-3 事業化展開	19

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

【研究開発の背景】

本研究開発に係わる、水素と酸素の化学反応から電気を取り出す燃料電池は、高効率かつクリーンなエネルギー源として注目され、従来から国家的な事業として開発が推進されている。

今後、家庭用を含めて燃料電池システムの広範な普及には電極触媒、電解質、そしてセパレータの格段の高性能化、高信頼性化、低コスト化が必須となる。

しかし、本燃料電池を広く普及するには、現状の本体価格を約1/5の60万円程度にまで下げる必要があるとされている（独立行政法人新エネルギー産業技術開発機構/NEDOの目標）。即ち、本分野では低コスト化が緊急の課題でありニーズである。

燃料電池構成部材の中で、セパレータはその役割、占める体積、コストのいずれの点でも電池本体に占める比率が高い重要な部材である。現状の発電スタックには、切削加工によるカーボン製セパレータが主に使用されているが、そのコストは1枚約10,000円と高価で燃料電池全体の1/3を占めているため、このセパレータのコスト低減が最重要課題となる。川下製造業者は、このセパレータに対して1枚当たり200円の実現を要求している。

【研究目的及び目標】

今、燃料電池用セパレータに求められる特性はコスト、導電率、耐食性、熱伝導性、機械的強度等である。また、燃料電池スタックの構造面からは、厚さ0.5mm以下の薄肉品である必要がある。市場ニーズに応えるためには、これらの要件を全て満たす金属セパレータの実現が必要となっている。

本研究開発では、生産の迅速性かつ大量生産で安価な成形法として良く知られるアルミダイカストに、再度着眼した。但し、従来のダイカストそのものではひげ巣や巻き込み巣などの鑄造欠陥が多く発生するので、前記した如く、電池用の金属セパレータとしては採用不可となる。そこで、アルミダイカストの半凝固鑄造法の製造プロセス改良と新規な金型技術の組み合わせを発想・創意し、セパレータに要求される前述した全ての特性の実現を意図した。

この半凝固鑄造法は、通常のダイカストに比べて破断チルや湯流れに伴う鑄巣だけでなく、凝固収縮に伴う引け巣及び偏析が少なく、機械的性質・耐圧性を大幅に改善した技術である。しかしながら、本鑄造法は一般的に厚肉製品に対して有効とされ、2mm以下の薄肉製品には適用されていない。燃料電池のセパレータでは最薄部で0.5mm前後の厚さが要求される。

上記を踏まえ目標設定は以下の通りとする。

①家庭用固体高分子形燃料電池を広範に普及させるため、そのセパレータでは、川下製造業者等の要求でもある1枚当たり200円のコストを実現させる。本提案は、最大課題の低コスト実現のためにアルミダイカストの半凝固鑄造法を採用し、その製造プロセス改良（スラリーカップの形状最適化、高品質スラリーの生成など）と新規な金型技術（特殊金型）を開発し、両者を複合化することで達成を図るものとする。

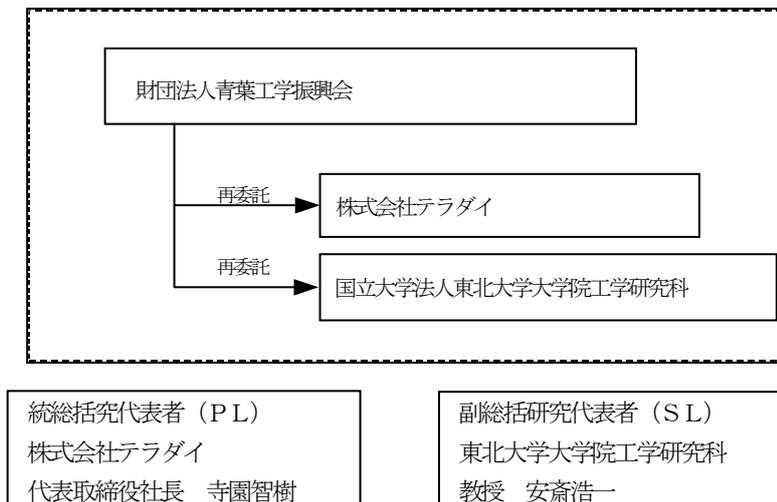
②セパレータでは低コストであると共に、燃料電池構成材料としては、所定の熱伝導性、耐食性、導電率、強度を具備していることが要求される。前記の特性はそれぞれ連関しており、まず、熱伝導性、導電率、強度の特性はセパレータの内部に鑄造欠陥が殆どないこと（鑄造欠陥率0.1%以下）が重要となる。また耐食性向上の為、セパレータ表面へのメッキ処理技術を確立させることで、燃料電池構成材料として必要な性能を得る。

③本提案に関するセパレータで要求される肉厚は最薄部で0.5mm前後である（自動車向けでは更なる薄肉化が求められる）。この実現には半凝固鑄造法のプロセス改良と共に、新規な発想による金型技術の開発が必要となる。これに関しては、共同研究者であるの東北大学大学院の安齋教授らの研究成果と知見を活用して解決を図る方針である。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

(1) 研究組織及び管理体制

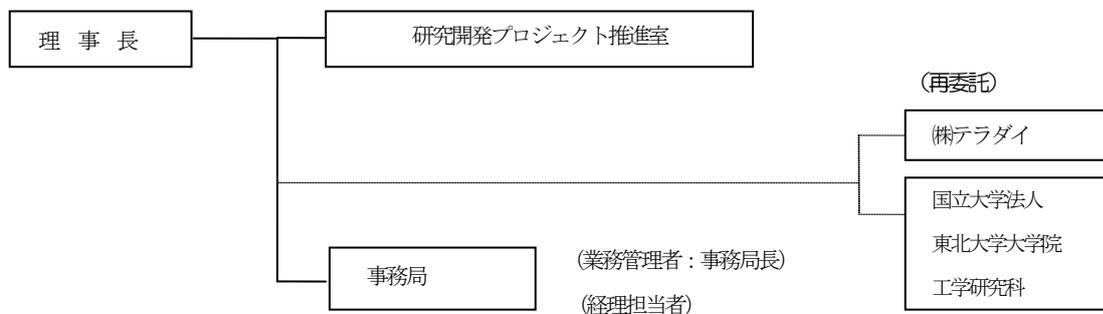
1) 研究組織（全体）



2) 管理体制

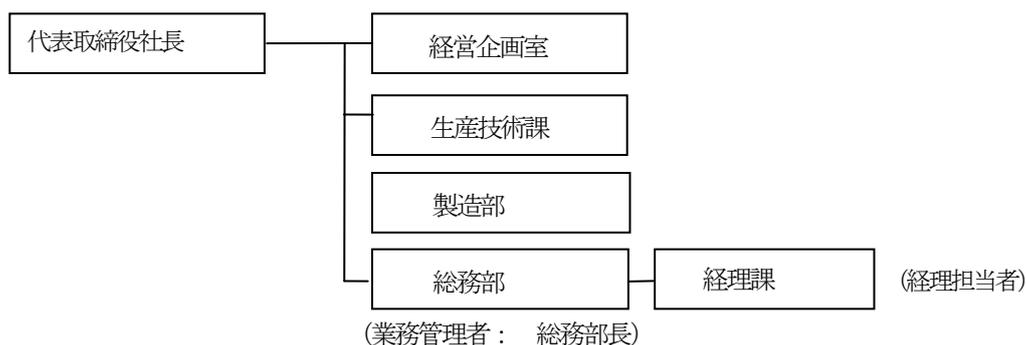
①事業管理機関

[財団法人青葉工学振興会]



② 再委託先

[株式会社テラダイ]



[国立大学法人 東北大学大学院工学研究科]



(2) 管理員及び研究員

【事業管理機関】財団法人青葉工学振興会

管理員

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
霜山 忠男	研究開発プロジェクト推進室 室長	⑥
櫻井 正彦	研究開発プロジェクト推進室 契約主任	⑥
四十川 千秋	研究開発プロジェクト推進室 産学連携アドバイザー	⑥
佐々木 智子	研究開発プロジェクト推進室 室員	⑥
渡辺 順子	研究開発プロジェクト推進室 室員	⑥

【再委託先】(研究員)

株式会社テラダイ

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
寺園 智樹	代表取締役社長	③④⑤
小林 広志	経営企画室 室長	③④⑤
中條 雅樹	生産技術課 係長	③
三浦 真由美	経営企画室 主任	⑤
志賀 達也	経営企画室	③④⑤
下田 富之	製造部 係長	③

国立大学法人東北大学大学院工学研究科

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
安斎 浩一	東北大学大学院工学研究科 教授	③④⑤
板村 正行	東北大学大学院工学研究科 准教授	③④⑤
平田 直哉	東北大学大学院工学研究科 助授	③④⑤

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理機関)

財団法人青葉工学振興会

(経理担当者) 事務局 経理主任 米谷 いし子
(業務管理者) 事務局長 大庭 利正

(再委託先)

株式会社テラダイ

(経理担当者) 総務部 経理課 橋本 真知子
(業務管理者) 総務部 部長 井口 健

国立大学法人東北大学大学院工学研究科

(経理担当者) 工学研究科経理課外部資金第一係長 佐藤 光信
(業務管理者) 工学研究科材料科学系長 粉川 博之

(4) 他からの指導・協力者

研究開発推進委員会 委員

氏名	所属・役職	備考
霜山 忠男	財団法人青葉工学振興会 研究開発プロジェクト推進室室長	
四十川 千秋	財団法人青葉工学振興会 研究開発プロジェクト推進室 産学連携アドバイザー	
寺園 智樹	株式会社テラダイ 代表取締役社長	PL
小林 広志	株式会社テラダイ 経営企画室 室長	
志賀 達也	株式会社テラダイ 経営企画室	
安斎 浩一	東北大学大学院工学研究科 教授	SL
板村 正行	東北大学大学院工学研究科 准教授	
平田 直哉	東北大学大学院工学研究科 助教	
三輪 謙治	独立行政法人産業技術総合研究所 工学博士	アドバイザー
元木 常雄	株式会社正田製作所 営業企画部	アドバイザー
中山 博之	株式会社サウスゲートテクノロジー	アドバイザー
西 智広	菱電商事株式会社 環境システム事業開発部	アドバイザー
大場 治	チーム人間 代表	アドバイザー
池田 孝史	株式会社日本ダイカスト技術研究所 代表取締役	アドバイザー

1-3 成果概要

本事業は①アルミ合金に適した半凝固スラリーカップの設計技術の開発、②半凝固スラリー生成条件の確立、③CAE解析・特殊金型設計技術・鋳造技術の確立、④メッキ処理条件の確立と特性性能評価の4つ研究実施項目と参考として燃料電池市場の調査を実施するという進めてきた。実施項目①・②に関しては目的の全てを達成することが出来た。③に関しては、湯流れ解析シミュレーション結果を反映させた特殊金型を製作する事は出来たが、不良率0.1%を全てのサンプルで達成することは出来なかった。④に関してはセパレータ表面に金メッキを施工することによって、セパレータとしての機能を発揮できるサンプルを作ることは出来たが、金メッキにて施工している為、目標

とするメッキ費よりもコスト高になってしまった。各実施項目の成果概要を以下に記載する。

1-3-1 アルミ合金に適した半凝固スラリーカップの設計技術の開発

- (1) 熱伝導シミュレーションを実施し、金属カップの材質、形状と半凝固スラリーの状態の関係を類推できるスラリーカップ設計技術を確立させることが出来た。
- (2) シミュレーション結果を反映させたスラリーカップにて検証実験を実施して肉厚の違う ($t=1.5\text{ mm}$ 、 1.8 mm 、 2.1 mm) 3種のスラリーカップを製作する事が出来た。

1-3-2 半凝固スラリー生成条件の確立

- (1) 良質な半凝固スラリーを生成する為に必要な「電磁攪拌装置」、「溶解保持炉」、スラリーカップの冷却・清掃の自動化を可能にする「自動化装置」を導入し、スラリー生成実験を実施することが出来た。
- (2) 様々なアルミ合金にてスラリー生成実験を実施し、「AC4CH」・「DMX-11」の2種で目標とする良質なスラリー（初晶 $\alpha 50\mu\text{m}$ 以下）を得ることが出来た。

1-3-3 CAE解析・特殊金型設計技術・鋳造技術の確立

- (1) ADSTEFANでの湯流れシミュレーション解析結果と検証実験を反映させた特殊金型（コア圧縮を可能とする）を製作することが出来た。
- (2) 特殊金型を用いて、凝固シミュレーションで得た条件にて鋳造実験を行った。実験に必要な投入ロボット、自立給湯機を導入し半凝固鋳造品の安定的な生産が可能になった。CTで欠陥率を検証したところ、0.1%以下を達成出来たものもあったが、サンプルによってバラつきが生じてしまった。原因を調査したところ、金型温度上昇に伴う最適金型のコア圧縮動作に不備が生じ、製品が加圧されないことが考えられる。この件に関しては、本事業終了後も研究し対策・検証を進めていく。

1-3-4 メッキ処理条件の確立と特性性能の評価

- (1) 事業化をにらんだ低コストのメッキ処理を確認して、「ニッケル・クロム」、「ニッケル・クロム（トワイライト）」、「ニッケル・銅」、「ニッケル・銀」、「ニッケル・金」5種のメッキ施工を実施していくことを決めた。
- (2) 上記のメッキ条件にて塩水噴霧試験を実施したが、セパレータとして求められる耐食性を備えたメッキ処理は「金」だけであった為、以降の実験は金メッキサンプルにて進めたが、代替金メッキ・メッキ施工条件等に関して引き続き調査を進めてセパレータの低コスト化を目指す。
- (3) 金メッキサンプルにて16時間の燃料電池実装評価試験を実施し、既存品であるカーボンセパレータとの比較を行ったが、発電は確認できたもののカーボンセパレータに比べると性能が低くなることが明らかになった。セパレータの密着性を向上させる（セパレータの平面精度を向上させる）ことで既存品に近い性能を発揮出来る為、引き続き高精度なセパレータを生産する為の各条件の見直しを実施し、検証を進める。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

窓 口 : 財団法人 青葉工学会
担当者 : 役職 研究開発プロジェクト推進室 室長 霜山忠男
住 所 : 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-04
連絡先 : TEL 022-795-3862 FAX 022-795-3579
E-mail shimoyama@eng.tohoku.ac.jp

第2章 本論

2-1 アルミ合金に適した半凝固スラリーカップの設計技術の開発

2-1-1 熱伝導シミュレーションの実行

【目標】

半凝固スラリーの中での平均固相率と金属カップの熱容量、アルミ合金溶湯の熱容量の関係などを数値解析する。その解析結果を踏まえ、金属カップと空気・スラリーを所定の要素に分割した条件で簡便な熱伝導シミュレーションを実行する。

(これらの数値解析、シミュレーションには、東北大学大学院工学研究科の従来の研究結果を活用する)

【成果】

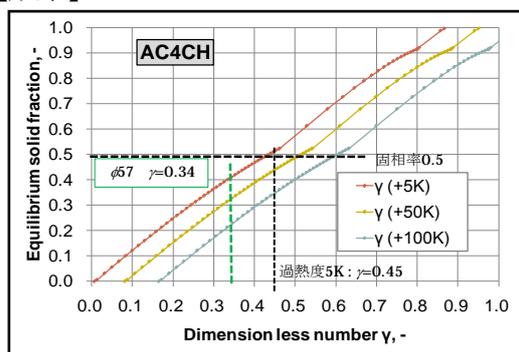


表1 固相率と熱収支 (γ) の関係

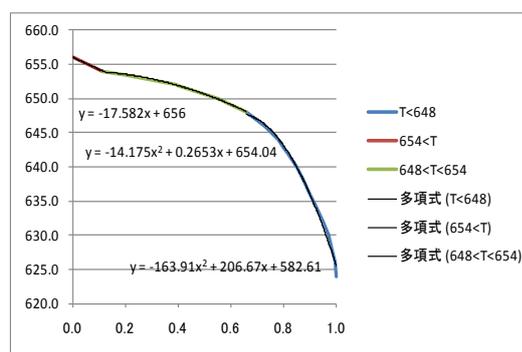


表2 固相率-温度曲線

表1・2のシミュレーション結果により、金属カップの材質、形状(内径・肉厚・高さ)と半凝固スラリーの状態(平均固相率)の関係を類推出来るスラリーカップ設計技術を確立させることが出来た。

最適カップ設計手順フロー図を図1として下記に記載する。

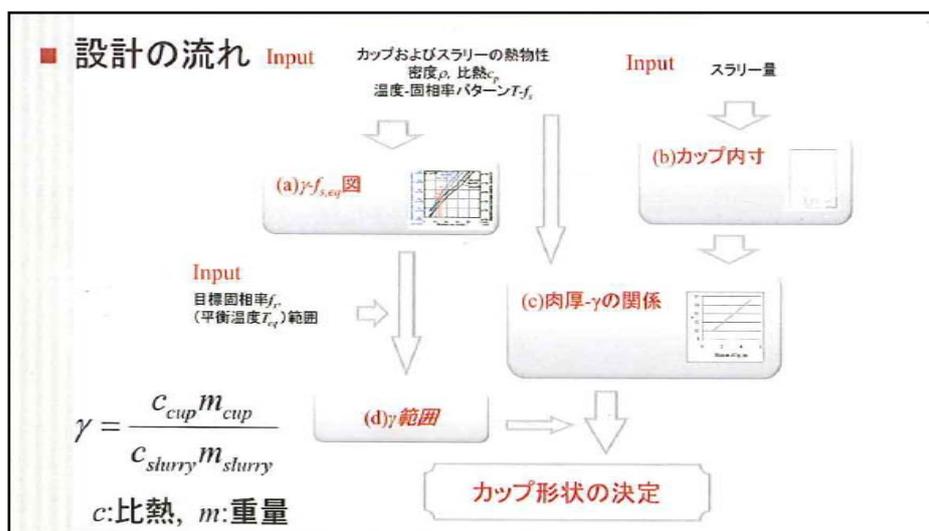


図1 最適カップ設計手順フロー図

同シミュレーション結果を基にスラリーカップの製作、検証実験を実施した。

2-1-2 検証実験

【目標】

シミュレーションの結果を踏まえ、ステンレスなどを使用して形状の異なる数種の金属カップを試作し、半凝固スラリーの生成実験を行い、その半凝固スラリーの断面をマイクロ観察するなどして、適切な固相率分布の得られるカップ形状を確定し、以降の実験に活用する。

【成果】

先のシミュレーション結果から、固相率30%、50%、70%を狙いとしたステンレス製のスラリーカップ3種類を製作し、マイクロ観察をした結果適切な固相率が得られた。肉厚はそれぞれ固相率30%=1.5mm、50%=1.8mm、70%=2.1mmとなっている。以降の実験にはこの3種のスラリーカップを使用して進める。

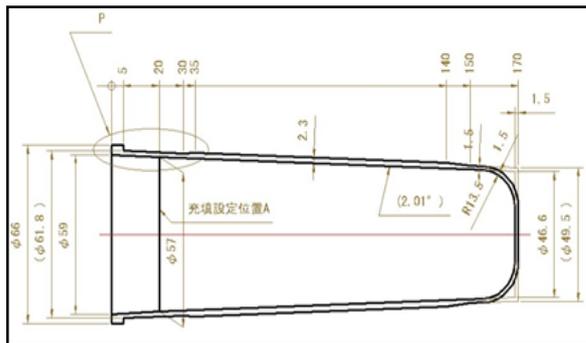


図2 $\phi 57\text{ mm} \times 170\text{ mm}$ 750 g用カップ図面



図3 カップ外観図

2-2 半凝固スラリー生成条件の確立

2-2-1 電磁攪拌の最適化

【目標】

東北大学大学院の電磁攪拌に関する技術的知見を活用しながら、同学が独自で研究を進めている電磁攪拌装置（回転+垂直による攪拌）を用い、均一で微細なマイクロ組織（初晶 $\alpha 50\ \mu\text{m}$ 以下）を得る条件を考察する。

なお、材料の溶解には半凝固用特殊溶解炉（溶解保持炉の適正温度を確保するため温度計・熱源の数を増やすとともに、制御回路を増設し炉内溶湯温度を均一かつ一定に保つよう独自設計したもの）を用い、また安定スラリー生成を行うための自動化装置（独自設計）を導入する。

【成果】

回転+垂直2軸での攪拌を可能にした「電磁攪拌装置」、半凝固スラリーの生成に欠かせない精密な温度管理が可能な「溶解保持炉」、スラリーカップの冷却・清掃の自動化・安定化を可能にする「自動化装置」を導入し、攪拌条件を変えながら生成実験を行った結果、初晶 $50\ \mu\text{m}$ 以下の微細な組織のスラリーを安定的に生成することが可能になった。

生成したスラリーの組織写真を次ページに記載する。

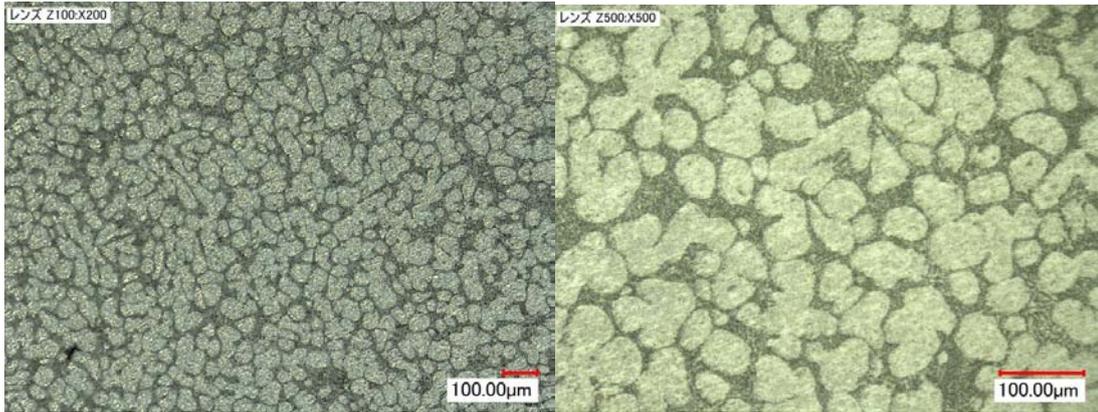


写真1 スラリー組織 (200倍)

写真2 スラリー組織 (500倍)

2-2-2 アルミ合金材料の影響把握

【目標】

一般のアルミダイカストでは、その材料としてADC12 (Al-Cu-Si系) が専ら使用されている。本合金は各種特性をバランス良く具備しているが、湯流れ性、耐引け性、耐食性、化成被膜処理性及び強度がやや劣るという問題もある。本研究開発では、セパレータに要求される低コスト化、薄肉品及び物理的・機械的性質をクリアするために、材料面からの検討を実施する。

【成果】

耐食性に優れた「DMX-11」、「6061」、鋳造性・機械的性質に優れた「AC4CH」、強度に優れた「7071」、といったアルミ合金でのスラリー化の実験を実施した結果、各材料にてスラリー化には成功した。

とりわけ「AC4CH」・「DMX-11」2つのアルミ合金では良質なスラリーを生成することが出来た為、本研究開発ではこの2つの合金にて以降の実験を進めていくことを決めることが出来た。

各アルミ合金のスラリー生成条件・スラリー画像を下記に記載する。

攪拌時間			
回転時間	→	垂直時間	→
3秒		6秒	3秒
カップ冷却時間		投入前温度	
10秒		680℃	

図4 DMX-11スラリー生成条件



写真3 DMX-11組織写真

攪拌時間			
回転時間	→	垂直時間	→
1秒		6秒	3秒
カップ冷却時間		投入前温度	
10秒		650℃	

図5 AC4CHスラリー生成条件

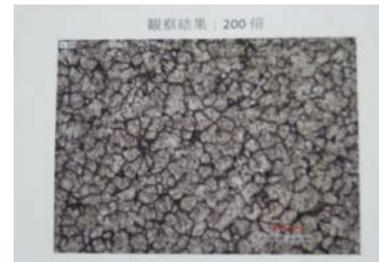


写真4 AC4CH組織写真

2-3 CAE解析・特殊金型設計技術・鋳造技術の確立

2-3-1 CAEを用いた湯流れ解析による特殊金型設計技術の確立

【目標】

シミュレーション解析条件のためのデータ収集（密度、比熱、熱伝導率などの物性値）を行い、湯流れシミュレーションを実施して金型方案（湯口方案や湯溜まり、ガス抜き位置・形状・大きさ）の最適化を考察し、最適形状の金型を試作し、以降の研究に活用する。

【成果】

各物性値の調査に関して東北大学大学院従来の技術的知見を活用し、ADSTEFAN（解析ソフト）を使用した金型方案でのシミュレーションを実施した。その結果を基に簡易金型を製作し検証実験を行い、特殊金型製作に関するデータを蓄積して、製品一個取り仕様で且つ製品部の再加圧を可能とする特殊金型を製作した。

	金型材料 (SKD61)	合金溶湯 (AC4CH)	合金溶湯 (DMX-11)
密度(g/cm ³)	7.8	2.7	2.5
比熱(cal/g·deg)	0.1	0.23	0.15
熱伝導率(cal/cm·s·deg)	0.102	0.37	0.11
初期温度(deg. C)	200	622	650
潜熱(cal/g)	-	93	-
液相線(deg. C)	-	617	650
固相線(deg. C)	-	558	608

表3 材料別物性値（金型材料・アルミ合金）

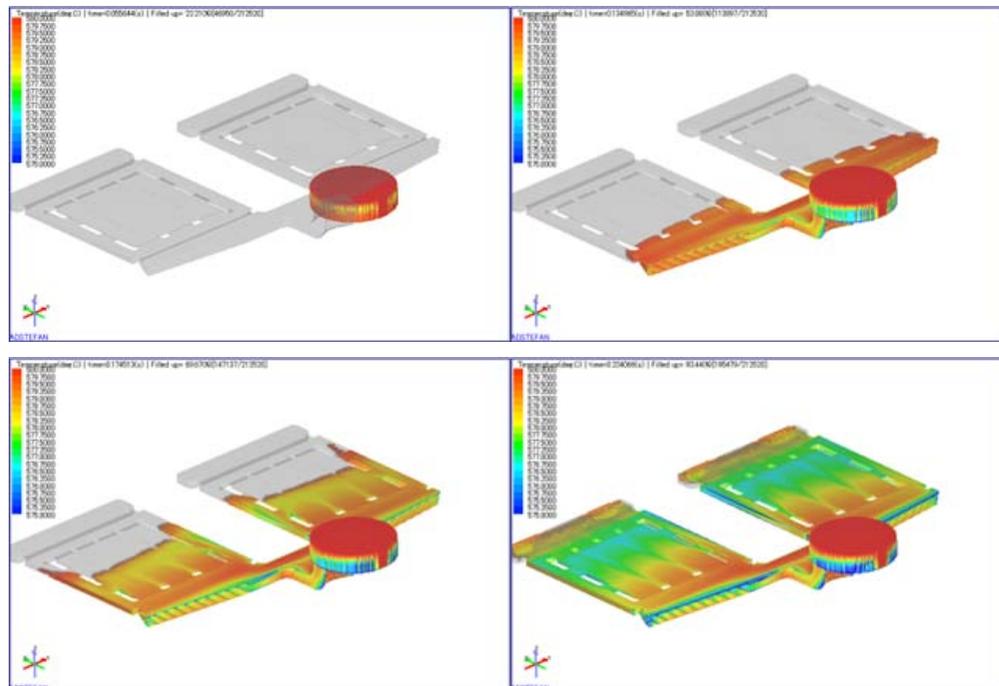


図6 ADSTEFAN解析①

（金型温度 300℃、熱伝導係数 8000kcal/h m²C・製品 2 個取り）

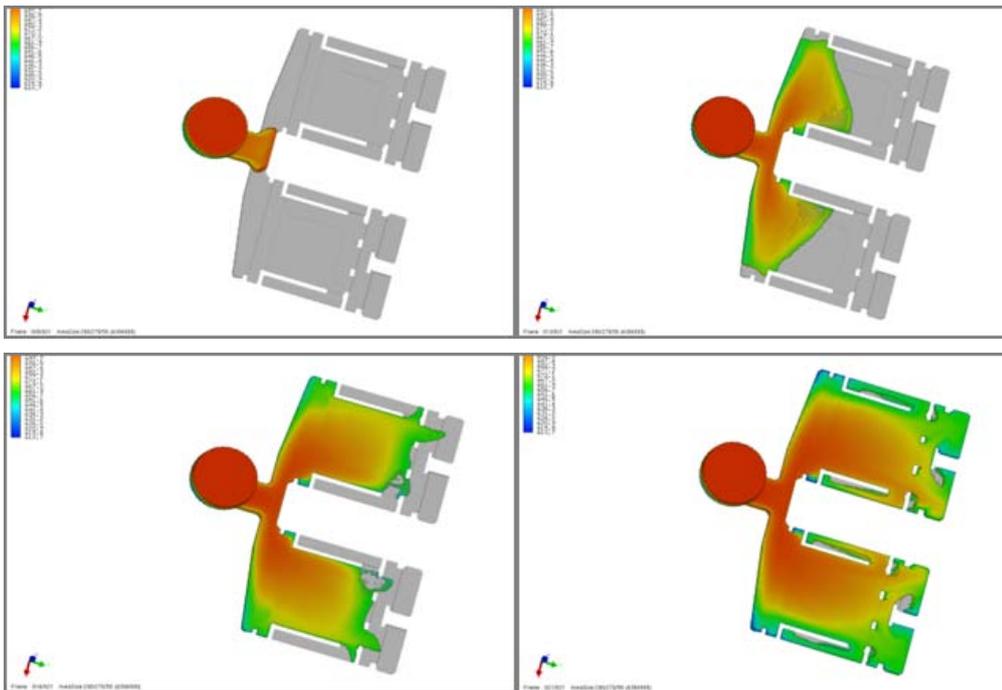


図7 ADSTEFAN解析②

(金型温度 300°C、熱伝導係数 8000kcal/h m²・製品 2 個取り・ガス抜き変更)

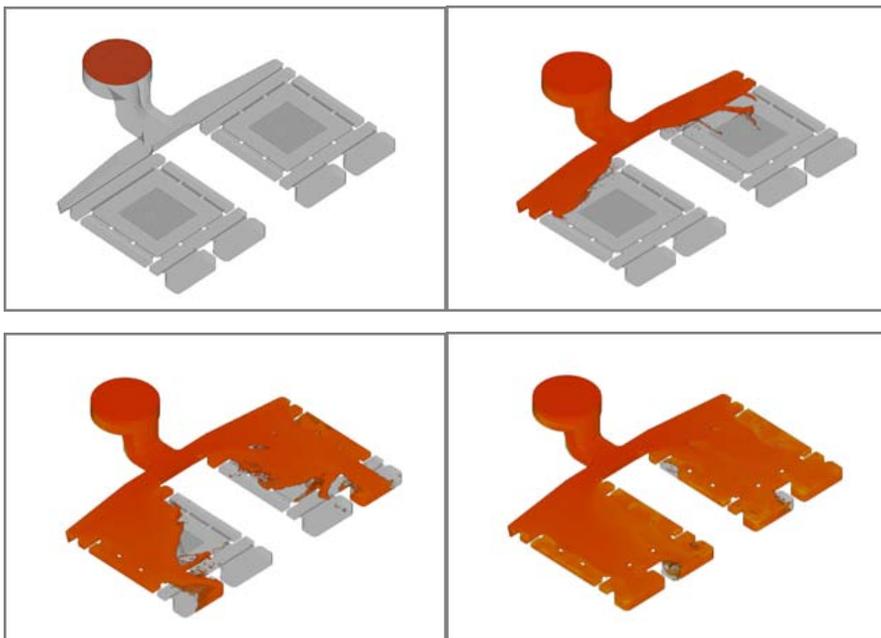


図8 シミュレーションと実铸造の比較

これらの物性値調査、ADSTEFANによる湯流れシミュレーション、
検証実験の結果を基に特殊金型製作を実施した。詳細は次ページに記載する。

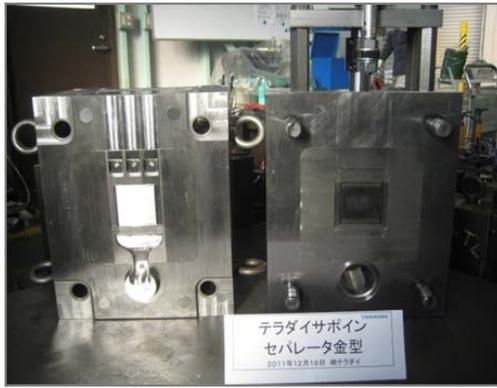


写真5 特殊金型全体写真



写真6 コアシリンダー部写真



写真7 製品部写真



写真8 製品部拡大写真

上記赤枠部分、製品入り部分が油圧で作動する仕組みになっており、 casting時に再加圧をすることが出来る。

2-3-2 CAEを用いた凝固解析による casting条件の確立

【目標】

最適金型に対する最適条件を考察し、セパレータの試作を行っていく。
欠陥率に関してはテラダイ所有のCTにて判別を行い、欠陥率0.1%以下を目標とする。上記目標を達成する為に、CAEソフトの他、ダイカストマシン、自立給湯機、投入ロボット等の設備を用いて casting実験を実施する。

【成果】

最適金型を用いて casting実験を実施した。設備に関しては、ダイカストマシンはテラダイ所有のダイカストマシンを使用、投入ロボット、少量塗布装置などを新たに導入して、半凝固スラリーでの castingにおける最適な生産環境を整えることが出来た。試作したサンプルをCTにて比較したところ、目標とする欠陥率0.1%以下を概ね達成出来たが、一部のサンプルでは達成出来なかった。
欠陥率のバラツキの原因調査を実施したところ、最適金型のコア圧縮動作に問題がある事が明らかになった為、金型のコア圧縮技術改良に関しては、今後、補充研究で原因究明・対策案の検討・検証実験を繰り返し実行し、技術の確立を進めていく。
 casting実験の様子、CTでの検証結果に関して次ページ以降に記載する。

 <p>半凝固用取出ロボット</p>	実験条件	使用材料	AC4CH	溶湯温度	640℃		
		金型温度	300℃	攪拌条件	回転1秒	垂直4秒	沈静3秒
		射出速度	2.0m/s	増圧	OFF	投入前温度	590~595℃
	目標	連続20Sしっかり充填されているサンプルを確保					
<p>実験作業画像</p>	 <p>溶湯計測</p>		 <p>カップ取出し</p>		 <p>投入前温度計測</p>		
	 <p>スラリー投入</p>		 <p>金型温度計測</p>				

写真9 投入ロボットと特殊金型実験の様子

投入ロボットを導入したことにより、半凝固スラリーの投入～製品取出しまでを自動にて生産することが可能になったが、溶湯を電磁攪拌装置へ注ぐ作業が手組みのため安定的な生産が出来なかった。手組みによる不安定な生産を解消すべく自立給湯機を導入し、安定性の向上を図った。

	実験条件	使用材料	AC4CH	溶湯温度	640℃		
		金型温度	300℃	攪拌条件	回転1秒	垂直4秒	沈静3秒
		射出速度	2.0m/s	増圧	OFF	投入前温度	590~595℃
	目標	連続50Sしっかり充填されているサンプルを確保					

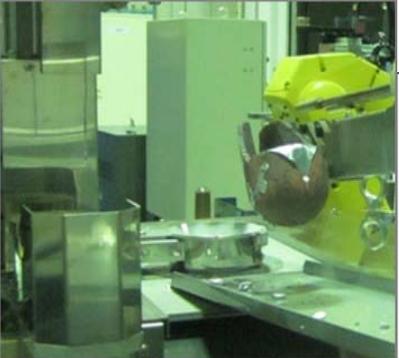
 <p>サンプル画像</p>									

写真10 自立給湯機の導入と導入後の鑄造実験結果

自立給湯機を導入したことにより、全自動での半凝固鑄造が可能になり、安定した製品づくりが出来るようになった。連続 50 s 鑄造を実施してサンプルを抽出し、CTによる欠陥率の確認を実施した。また普通鑄造品と半凝固鑄造品の比較も兼ね、普通鑄造品サンプルのCTによる検証を同時に実施した。結果を次ページに記載する。



写真11 普通鑄造サンプルCT画像

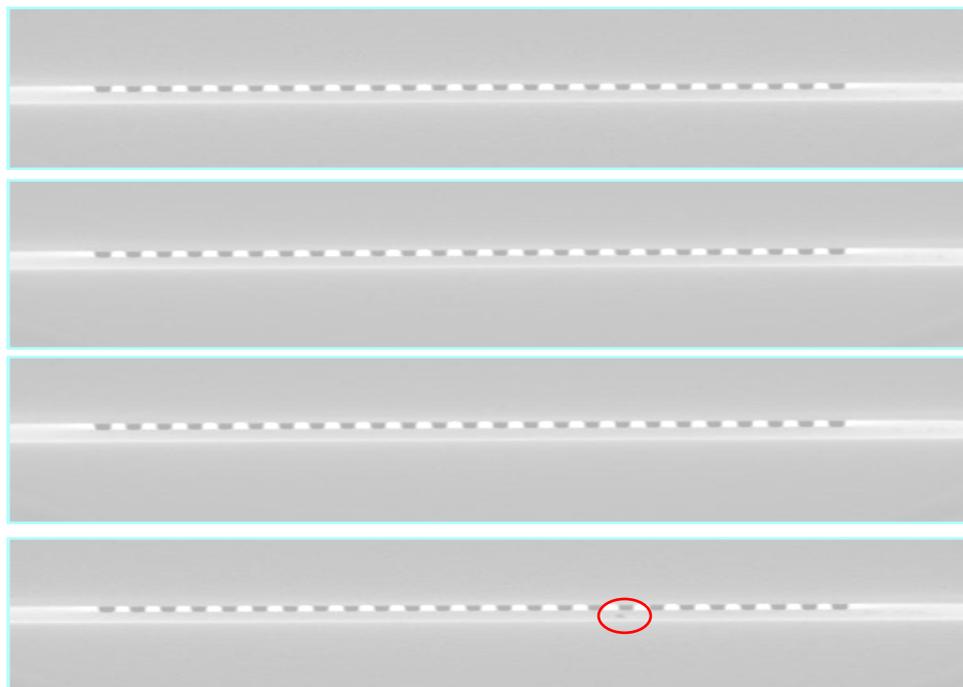


写真12 半凝固鑄造サンプルCT画像

上記の画像は普通ダイカストサンプルと半凝固鑄造サンプルそれぞれ10枚ずつCTにて測定した結果のうち4枚ずつを抜粋表記したものだが、普通ダイカストサンプルではほぼ内部欠陥（鑄巣）が発生していて欠陥率は約4%となっていたが、半凝固鑄造サンプルではほぼ内部欠陥が無く、目標とする欠陥率0.1%以下を概ね達成できたが、一部の製品では0.5%以上の欠陥品もあった。先に記述した通り、最適金型のコア圧縮動作の不具合に起因する部分が大きい為、今後原因究明を進めていく。

2-4 メッキ処理技術の確立と特性性能の評価

2-4-1 アルミ材に適したメッキ処理方法の検討

【目標】

セパレータ表面に形成するメッキについては、Cu-Ni-Au、Cu-Ni、Cr-Ni などの合金組成とその施工条件などについて実験計画法などを適用して、最適メッキ処理技術を検討する。

【成果】

関東学院大学表面工学研究所を訪れ、メッキ方法の考察や量産時の対応など事業化をにらんだ打ち合わせを実施して、「ニッケル・クロム」、「ニッケル・クロム（トワイライト）」、「ニッケル・銅」、「ニッケル・銀」、「ニッケル・金」5種類のメッキを施工することを決め、膜厚に関しては全て『3 μm』に統一し比較を行っていく事とし、耐食性評価を実施することを決めた。メッキ処理の下処理工程に関して下記に記載する。

脱脂	酸性脱脂	55°C	2分
▽水洗			
エッチング	酸性エッチング	45°C	90秒
▽水洗			
※ 超音波洗浄		室温	1分
	・ AC4CH材のみ処理実施。スマットで外観が黒色になったため。 ・ 超音波処理することで、相当量のスマットが脱落するため、実施した方が良い。		
▽水洗			
※ スマット除去	HNO ₃ 600ml/L	室温	30秒
	・ 本来はHF含有液で処理する。		
▽水洗			
ジンケート 1回目	非開示となります	室温	45秒
▽水洗			
ジンケート剥離	HNO ₃ 600ml/L	室温	20秒
▽水洗			
ジンケート 2回目	非開示となります	室温	45秒
▽水洗			
コンディショニング	非開示となります	室温	30～60秒
▽水洗			
無電解ニッケル(ストライク)	樹脂めっき用、pH9.0 付き回りが良いため、ピット防止目的で使用。	40°C	6分
▽水洗			
無電解ニッケル(厚付け)	汎用めっき用、pH6.0	80°C	
▽水洗・純水洗			
乾燥	Air水切り（乾燥炉には投入していない）		

図9 メッキ処理の下処理工程

2-4-2 CASS試験による耐食性評価

【目標】

セパレータの耐食性は、一般的に36時間のCASS試験（Copper-Accelerated Acid Salt Spray）で評価する。この試験は塩水噴霧試験と同様な装置で行う為、塩水噴霧試験も併用していく。本試験でセパレータ表面に形成したメッキの剥離性、ピンホール発生有無、変色度、耐久性などを評価し、最適なメッキ材質とその施工条件を決定する。

【成果】

前項に定めた5種のメッキサンプルにて72時間の塩水噴霧試験を実施したところ、金メッキ以外のサンプルに関しては24時間経過の段階で腐食が発生してしまい、耐食性を満足することが出来なかった。以降の試験には金メッキサンプルを

使用していったのだが、金メッキでは目標とするメッキ費には届かない為
 今後も継続して代替金メッキの検討を進めていく。
 塩水噴霧試験結果一覧を下記に記載する。

メッキ種類別判定表(塩水噴霧試験)							
	試験前	試験後	判定		試験前	試験後	判定
ニ ツ			×	ト ワイ			×
			△				△
			◎				

表4 メッキ種類別判定表(塩水噴霧試験)

2-4-3 最適メッキ処理条件の確立

【目標】

上記二項(2-4-1、2-4-2)の検証を基に、最適メッキ処理条件を確立し、アルミセパレータに必要な耐食性を確保する。なお本研究開発ではメッキ費用を約100円と想定しており、メッキの種類と同様にその工程も簡素化し、低コストな処理条件を確立する。

【成果】

上記二項(2-4-1、2-4-2)での検証結果から、現段階でアルミセパレータに必要な耐食性を確保できるのは金メッキのみであった。最終的な燃料電池実装試験はこの金メッキサンプルにて実施していくが、金メッキは高価であり、現状のメッキ費用はセパレーター一枚あたり約5,000円程度かかる。部分メッキ(セパレータの機能部位のみ施工)を施しても一枚あたり2,000円前後程度にしかならない為、目標とするメッキ費用100円には届かない。よって本事業終了後も継続して代替金メッキの調査・実験を進めていく。

2-4-4 導電性の評価

【目標】

ここまでの研究から得られた金属セパレータは、公設試等を活用し、最終的に燃料電池用試験機にて導電性の評価を行い、実機として使用するに値する性能を発揮できるか検証を行う。

【成果】

燃料電池の実機試験前の模擬試験として分極試験を実施、同試験にてpH0の硫酸中(25℃)で自然電位から1.6Vまで電位変化させたときの電流値を測定しサンプル表面で電気化学反応が起こらなく且つ腐食の発生も無いことを確認した。

分極試験の結果から実機試験への展開を決め、金メッキサンプルにて16時間の燃料電池実装評価試験を実施し、既存品であるカーボンセパレータとの比較を行った結果、発電は確認できたもののカーボンセパレータに比べると性能が低くなるということが明らかになった。セパレータの密着性を向上させる（セパレータの平面精度を向上させる）ことで既存品に近い性能を発揮出来る為、引き続き高精度なセパレータを生産する為の各条件の見直しを実施し、検証を進める。

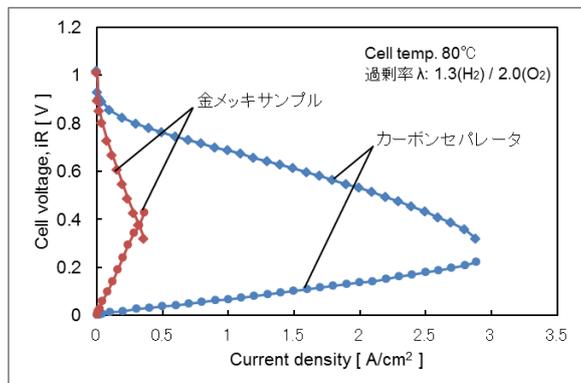


表5 カーボン・金メッキ発電量の比較

分極試験の様子・実機試験の様子を下記に記載する。

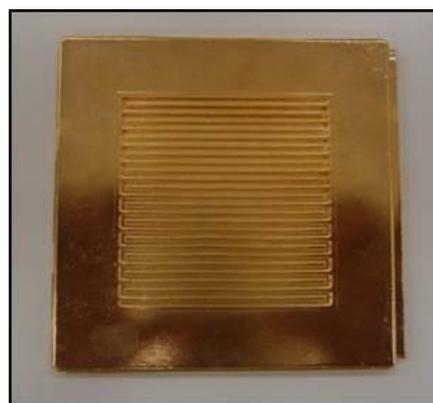
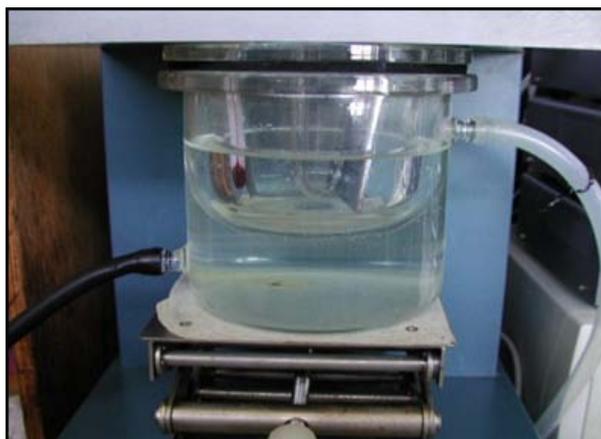


写真13 分極試験様子と試験後のセパレータサンプル

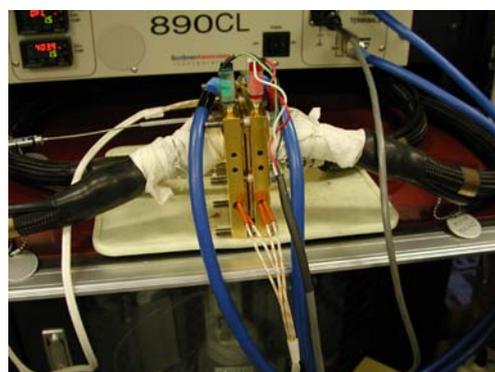
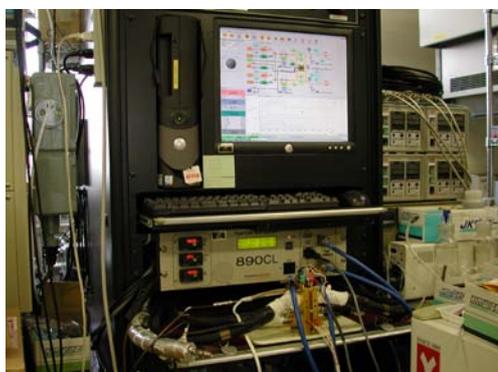


写真14 燃料電池実装試験様子

2-5 (参考) 燃料電池の市場調査

2-5-1 最近の燃料電池市場調査

家庭用燃料電池向け金属セパレータの調査は引き続きアドバイザー達の協力を得ながら共同で進める。現在のセパレータは、カーボン・ステンレスの他チタン等の金属も出てきているが、価格はおよそ2,000円前後で推移している。また最近の市場調査では移動が可能なポータブルタイプの燃料電池の需要も高まっている。(震災時やアウトドア等屋外で簡易的に使用)
本体価格次第では一家に一台という可能性もあるということで、本研究開発の成果をもとに、小型燃料電池向けセパレータへの適用も視野に入れる。

2-5-2 技術開発動向の調査

都内で開催された「国際燃料電池展」に参加した。海外では一台100万円を切る家庭用の燃料電池の販売が見込まれているとの情報を入手出来た。



写真14 国際燃料電池展の様子

2-5-3 拡販活動

「三菱電機様内覧会出展」

菱電商事のネットワークにより、三菱電機内覧会に半凝固鑄造のサンプル・技術資料などを展示出来たことにより、テラダイの取り組み・半凝固鑄造に関して技術PRすることが出来た。

「ダイカスト会議・展示会出展」

2年に1度開かれるダイカスト会議・展示会に半凝固鑄造技術を用いたセパレータサンプルを展示して様々な企業の設計担当者・購買担当者に直接PRを行った。

「ユーロモールド2012出展」

ドイツで毎年行われるユーロモールド2012に出展し、半凝固鑄造技術を用いたセパレータサンプルを展示して海外のメーカー向けにPR活動を行った。

第3章 全体総括

3-1 研究開発成果

本事業は①アルミ合金に適した半凝固スラリーカップの設計技術の開発、②半凝固スラリー生成条件の確立、③CAE解析・特殊金型設計技術・鋳造技術の確立、④メッキ処理条件の確立と特性性能評価の4つ研究実施項目と、参考として燃料電池市場の調査を実施するという進めてきた。

①に関しては、東北大学大学院工学研究科従来の研究結果を基に、熱伝導シミュレーションを実施し、シミュレーション結果を反映させて厚みの違う ($t = 1.5 \text{ mm}$ 、 1.8 mm 、 2.1 mm) 3種のステンレス製スラリーカップを製作する事が出来た。

②に関しては、良質なスラリーを生成する為の、「電磁攪拌装置」・「溶解保持炉」・「自動化装置」を導入したことにより、条件によるスラリー組織の変化を確認する事が出来るようになり、「AC4CH材」・「DMX-11」2種のアルミ合金にて目標とする初晶 $50 \mu\text{m}$ 以下のスラリーを生成する条件を確立することが出来た。

③に関しては、ADSTEFANでの湯流れシミュレーション解析を実施して解析結果・検証実験を繰り返し行い、製品入子部のコア圧縮（再加圧）を可能にする特殊金型を製作する事が出来た。この特殊金型を用いて鋳造実験を行った。実験に必要な投入ロボット、自立給湯機を導入したことにより、全自動による半凝固鋳造を安定的に生産することが可能になった。同実験サンプルをCTによる欠陥率の検証を実施したところ目標とする欠陥率 0.1% 以下を達成出来たサンプルもあったが、中には達成出来なかったサンプルもあった。原因調査を実施したところ、金型温度上昇に伴い最適金型の製品部が熱膨張を引き起こしてしまいコア圧縮動作に不備が生じてしまい製品に加圧がかからないことが判明した。更なる原因調査・対策検討・検証を今後補完研究で実施していくことにより、特殊金型設計技術の確立を図る。

④に関しては、事業化をにらんだメッキ処理の検討を実施し、「ニッケル・クロム」、「ニッケル・クロム（トワイライト）」、「ニッケル・銅」、「ニッケル・銀」、「ニッケル・金」5種のメッキ施工を実施して、72時間の塩水噴霧試験を実施したところ、セパレータで求められる耐食性を満足出来たメッキ処理は「金」だけであった。導電性の評価・燃料電池の実走評価試験も金メッキサンプルにて行ったが、金メッキは高価な為、目標としているメッキ費 100 円 を達成することは出来なかった。今後の補完研究で代替金メッキに関する検討・検証実験を行っていくことにより、セパレータ全体の低コスト化に向けて技術の確立を図る。

3-2 研究開発後の課題

本研究開発を取り組んだ中で、最終的に2つの課題が残った。

① 特殊金型のコア圧縮動作不備に関する真因究明と対策案の検討

金型温度上昇に伴い製品入子部分が熱膨張を引き起こしてしまいコア圧縮がかからない（再加圧されない）状態を引き起こすことが判明しているため、入子部分の冷却効果を高める、クリアランスの幅を見直すなどの対策を実施して行き、引き続き検証実験を進める。

② 金メッキ施工による表面処理技術

今回セパレータ全体に金メッキ施工を実施してきたが、これをセパレータの機能部位（溝部分）のみに金メッキ施工を行うことで、現状の半分以下にすることが出来る。膜厚に関しても今回3 μ mの設定とし、燃料電池としての機能を発揮できることは確認出来たので、膜厚を段階的に薄くして行き、検証を進める。また、代替金メッキについても探査実験を進め、機能性・コスト面を満足する最適なメッキ処理条件を確立する。

3-3 事業化展開

本研究開発で得られた方法、条件及び上記3-2の課題解決のための補完研究を行い、川下企業でありアドバイザーでもある菱電商事にサンプルの提供をして共同で実機試験などを遂行し実用化を加速させ、本事業終了後の2年後を目途に製品の生産、販売を実施していく予定である。

具体的には従来の体制を維持し、アドバイザーから更なる協力を得ると共に、産業技術センターなどの専門家の助言を得ながら補完研究、実用化を進める。とりわけ残された課題の解決には新たなメーカーやアドバイザーとの提携も計画しており、さらなる技術開発の早期進展を予定している。

目標としている金属セパレータは上記のように推進するが、一方で本研究開発の成果は他の分野での応用も期待される。特に薄肉、小物といった従来不向きとされた分野の製品に対し、高品質アルミダイカスト製品の生産を可能とする本研究開発技術は、新たな製品開発、生産受注につながるものと確信する。実際に工場見学や見積りの依頼など、本研究の成果と言える引き合いが出始めており、高品質ダイカスト製品の需要が高いことがうかがえる。これらを新たなターゲットと位置付け、事業化へ向けた活動を加速させる。