

平成25年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「炭化紙を利用した固体高分子形燃料電池用ガス拡散層の開発」

研究開発成果等報告書概要版

平成26年 3月

委託者 中部経済産業局

委託先 公益財団法人岐阜県研究開発財団

目 次

第1章 研究開発の概要.....	3
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標.....	3
1) 研究開発の背景.....	3
2) 研究開発の目的・目標.....	4
1-2 研究体制.....	7
1) 研究組織.....	7
2) 管理体制.....	8
3) 管理員及び研究員.....	9
(実施内容).....	10
1-3 成果概要.....	15
1-4 当該研究開発の連絡窓口.....	19
第2章 本論.....	20
2-1 研究内容及び成果.....	20
1) ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応.....	20
2) ガス拡散層の生産性の向上への対応.....	41
3) 事業化の検討.....	44
4) プロジェクトの管理・運営.....	45
最終章 全体総括.....	46

第1章 研究開発の概要

美濃和紙の機械抄紙技術の厚さ制御・重量制御・生産性を活用し、炭素繊維でなく繊維状有機物を原料に紙を抄紙後、炭素化する方法を用い、その抄紙工程と炭素化工程を高度化する。これにより固体高分子形燃料電池用ガス拡散層に要求される基本性能（導電性、ガス透過性、排水性）を維持しつつ、燃料電池の軽量化・コンパクト化・低コスト化に対応した、薄い、厚さのバラツキの少ない、軽い、生産性の高いガス拡散層を開発した。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1) 研究開発の背景

自動車及び環境・エネルギーに関係する分野において燃料電池の高機能化は、その分野の川下製造業者等が抱える課題及びニーズとなっている。

携帯電話用、自動車用、家庭用、産業用等多くの分野で活用が期待されている燃料電池は、信頼性向上、電力コスト低減が大きな課題となっている。その解決には電極、高分子電解質（プロトン導電）膜の高機能化が不可欠であり、炭素繊維の不織布（紙）や織物で作られている電極部材のガス拡散層の高機能化においては、織染技術による貢献が非常に期待されている。

固体高分子形燃料電池（以下、PEFC）は、高分子電解質、電極、セパレーターから成るセルを何層にも積層・固定したセルスタックの形態で使用されている。電極部材として用いられるガス拡散層は、セル構成部材の中でもセパレーターに次ぐ厚み（従来品の場合、1層：0.2～0.3mm）がある。セルスタックには数百～千のガス拡散層が積層されるため、厚さのバラツキはスタックに歪みを生じさせ、発電効率を低下させるだけでなく、スタックの生産性を低下させる原因になる。また、自動車用PEFCセルスタックの課題には、軽量化・コンパクト化・低コスト化があり、ガス拡散層に対しては、その薄型化と厚さのバラツキ低減とガス拡散層の製造コスト低減、生産性の向上が求められている。

従来のPEFC用ガス拡散層は、炭素繊維を原料として織り、または編み、または不織布、さらにまた抄紙等の技術を用いて製造され、すでに炭素化された繊維を原料として、原料の導電性を維持しつつ面状にするために導電性樹脂で固形化するか、もしくは樹脂で固形化したのちに炭素化して導電性を復元させるかの方法を採用している。そのため、従来のガス拡散層では厚さ（200～300 μ m）や重さ（130～140g/m²）の低減に限界があり、

厚さのバラツキも問題となっている。コスト面においても、高価な炭素繊維を原料に用いるために製品ガス拡散層は平米あたり数万円という高価な工業製品であり、高価な炭素繊維を用いた従来技術に代わる、革新的な製造技術が求められている。

一方、ガス拡散層の開発は、燃料電池関連の技術動向調査報告書（平成18年度、特許庁）によれば、PEFC関連特許全体の2%以下と低く、開発は大手炭素繊維メーカーに委ねられている。学術研究においては、燃料電池ガス拡散層の層内部における水分移動の解析やシミュレーションが中心であり、ガス拡散層の革新的な製造技術が見出され難い状況である。

近年、我々は炭素繊維でなく繊維状の有機物を原料とする和紙から導電性の高い炭化紙を製造する技術（地域資源活用型研究開発事業「ゾーン加熱による美濃和紙の炭化と導電性材料への応用」（経済産業省委託研究事業、平成19年度～平成20年度実施））を開発し、炭化紙に燃料電池用ガス拡散層用途としての可能性を見出してきた。その後の更なる研究により炭化紙の導電性を飛躍的に向上（体積抵抗：10mΩ・cm程度）させ、燃料電池用ガス拡散層用途に炭化紙のガス透過性、排水性能を最適化することによって、炭化紙を用いた燃料電池の発電性能は市販ガス拡散層同等レベルまで向上させることができた。

本研究開発では、これまで開発してきた炭化紙を燃料電池ユーザーにガス拡散層として提供するため、和紙を炭素化して炭化紙を製造する新技術をこれまでのハンドメイドから工業的に品質の安定度と生産性及び高生産性に裏付けられた低コスト化が可能な製造技術へと発展させる。この製造技術は、美濃和紙抄紙技術の優れた厚さ制御・重量制御・生産性が有効に利用でき、さらに、ガス拡散層に要求される導電性、ガス透過性、排水性等を考慮した原料の選択、原料に対応する抄紙技術、シートの炭素化技術等ユーザーの要求に対応し易い方法であり、従来のガス拡散層製造とは異なる極めてユニークな製造技術である。

2) 研究開発の目的・目標

導電特性や半導体特性、光学特性等のより多様・高度な電気特性等をより簡便に付与するための織染技術の開発（中小ものづくり高度化法及び中小ものづくり高度化指針に定める高度化目標）の中で、自動車用燃料電池セルスタックの軽量化・コンパクト化・低コスト化に対応した固体高分子型燃料電池ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化、生産性の向上を目指した。

具体的には、従来技術のガス拡散層は、すでに炭素化された炭素繊維を原料として用いて、

原料の持つ導電性を維持しつつ、シート形状に加工する織染加工が用いられている。そのため、厚さ・重さの低減には限界があり、製品の厚さのバラツキも問題となっている。また、高価な炭素繊維を原料に用いるために生産性の向上だけでは低コスト化にも限界がある。そこで、本研究では、炭素繊維でなく繊維状の有機物を原料として抄紙しその後に炭素化する新技術、すなわち、美濃和紙抄紙技術の厚さ制御・重量制御・生産性を利用し、かつ緻密に炭素化加工を行う織染加工技術を用いることで、ガス拡散層に求められる基本性能「高導電性」「ガス拡散性」「排水性」だけでなく、ユーザーから求められている「薄型化」および「厚さのバラツキの低減」、「軽量化」、「生産性」の飛躍的な向上を目指した。

本研究開発の目的・目標をまとめると次のようになる。

(研究開発の目的)

- ①「ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化」
- ②「ガス拡散層の生産性の向上」

を目的に、和紙を炭素化してガス拡散層を製造する新技術を高度化する。

(研究開発の目標)

和紙を炭素化してガス拡散層を製造するための新技術は、製紙工程→炭素化工程→評価工程の一連の工程で構成される。新技術の各工程に8つの研究課題を設定し、研究開発の目的実現に向け次の研究課題及び目標を設定した。

①ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応

研究課題

製紙工程	• 紙の設計および試作 • 紙厚の均一化技術の確立
炭素化工程	• 炭化処理の最適化技術の確立 • 黒鉛化処理の最適化技術の確立
評価工程	• 製造工程における分析・評価 • 固体高分子形燃料電池の発電評価

目標

ガス拡散層の厚さ

0.1～0.15mm以下 (市販品(0.2～0.3mm)より半減)

ガス拡散層の厚さのバラツキ

±10%以下 (市販品 ±20%程度)

ガス拡散層の単位面積あたりの重量

50g/m²以下 (市販品 80~150g/m²)

②ガス拡散層の生産性の向上への対応

研究課題

炭素化工程

- 高生産性処理方法の開発
- 高生産性炭化処理装置の開発

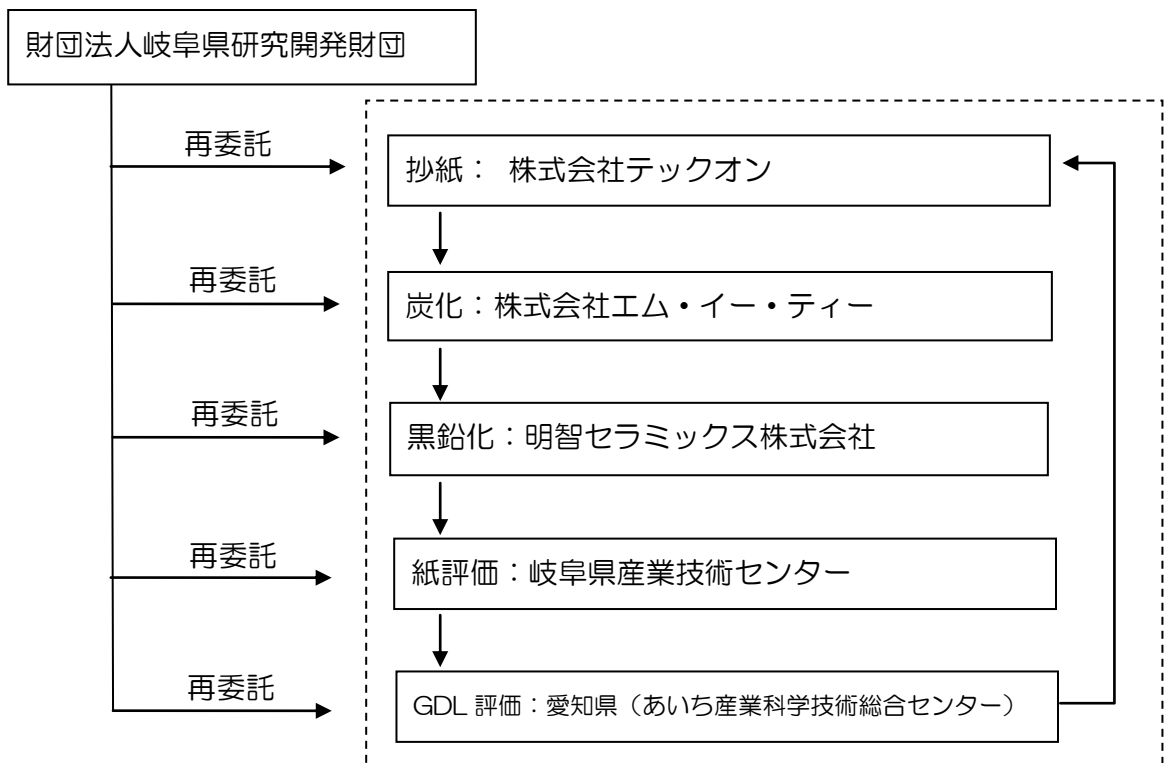
目標

炭化紙を高生産できる炭化処理装置・システムの構築

生産性：2,000m²/月・台

1-2 研究体制

1) 研究組織



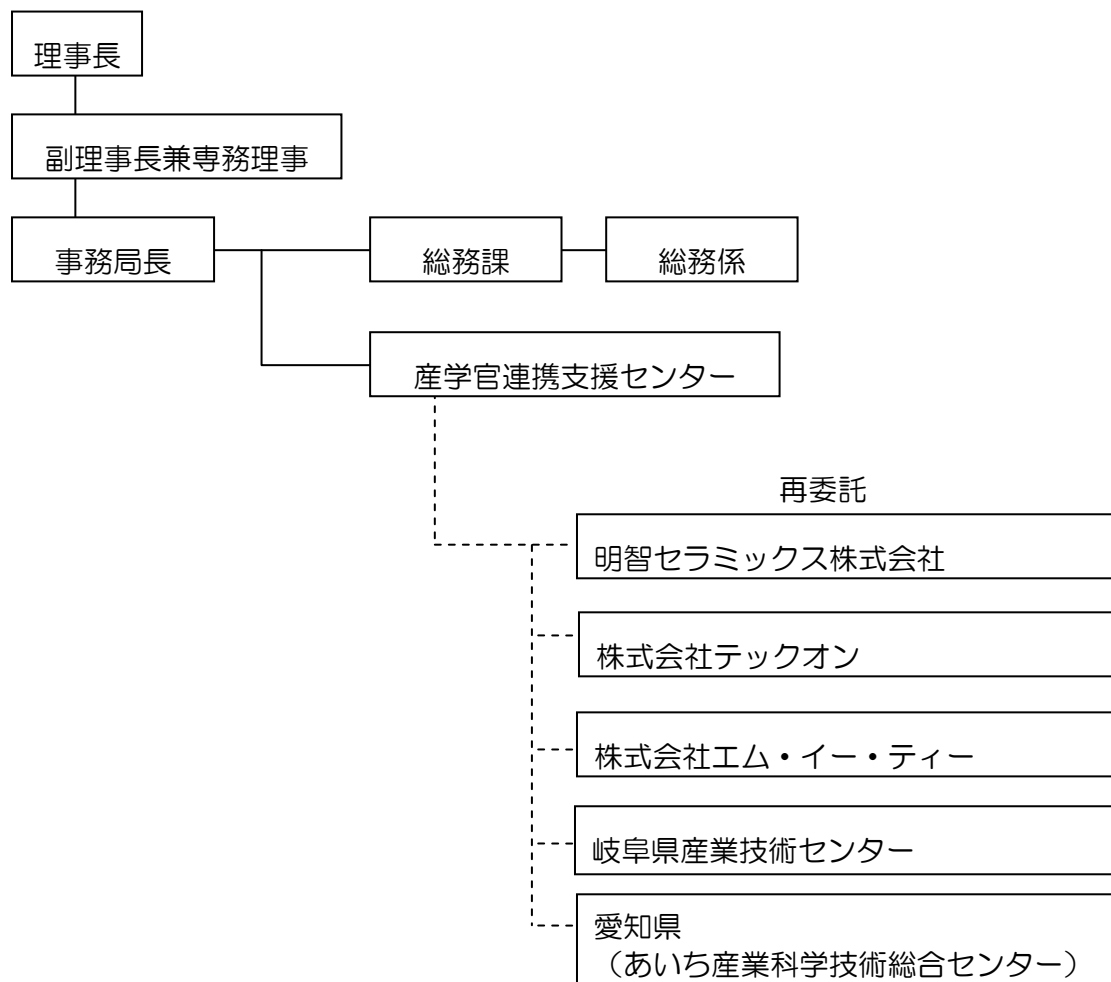
総括研究代表者 (PL)
明智セラミックス株式会社
炭素材料研究所
課長 松江 和人

副総括研究代表者 (SL)
株式会社テックオン
代表取締役 西宇 雅道

2) 管理体制

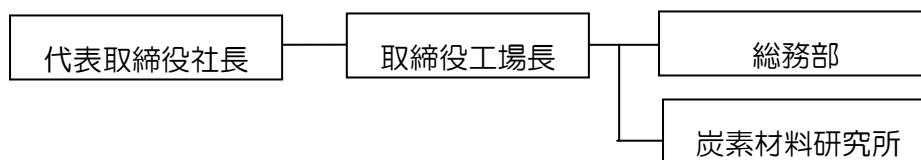
【事業管理機関】

公益財団法人岐阜県研究開発財団

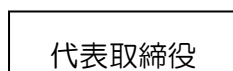


【再委託先】

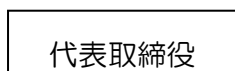
明智セラミックス株式会社



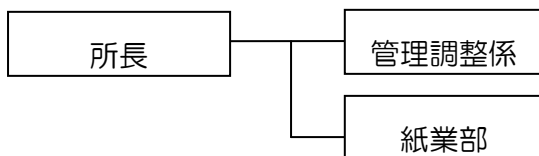
株式会社テックオン



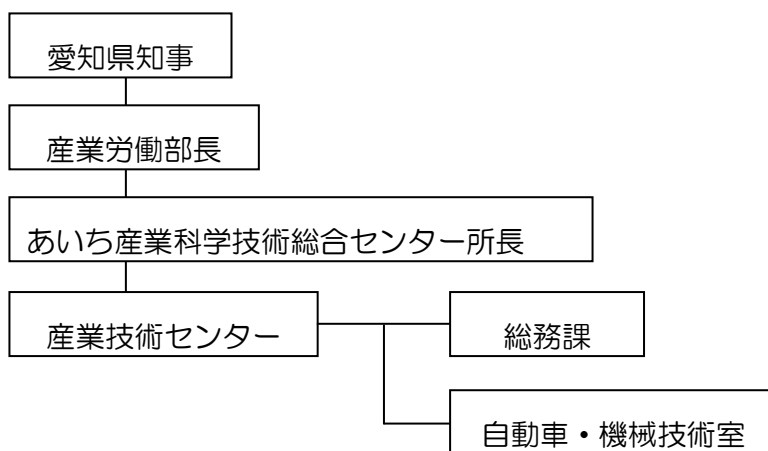
株式会社エム・イー・ティー



岐阜県産業技術センター



愛知県（あいち産業科学技術総合センター）



3) 管理員及び研究員

【事業管理機関】 公益財団法人岐阜県研究開発財団

管理員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
石原 保雄	産学官連携支援センター センター長	④
鷲見 浩	産学官連携支援センター 事業推進員	④

【再委託先】

研究員

明智セラミックス株式会社

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
松江 和人	炭素材料研究所 課長	①-4、③

株式会社テックオン

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
西宇 雅道	代表取締役	①-1、①-2 ③

株式会社エム・イー・ティー

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
外山 富孝	代表取締役	①-3、②-1 ②-2、③

岐阜県産業技術センター

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
関 範雄	紙業部 専門研究員	①-5、③
神山 真一	紙業部 主任専門研究員	①-5、③
河瀬 剛	紙業部 専門研究員	①-5、③

愛知県（あいち産業科学技術総合センター）

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
鈴木 正史	産業技術センター自動車・機械技術室 主任	①-6、③
村上 英司	産業技術センター自動車・機械技術室 技師	①-6、③
梅田 隼史	産業技術センター自動車・機械技術室 主任	①-6、③

（実施内容）

- ① ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応
- ①-1 紙の設計および試作（担当：株式会社テックオン）

紙の原料繊維として天然系繊維、合成繊維などを対象に、ガス拡散層に最適な紙の繊維原料の選定、その配合比率を明確化した。繊維の径、長さを調整し、繊維構造の微細化を行うことで抄紙原料の調製の最適化を図り、配合原料の凝集防止する抄紙技術を検討することにより、薄型化に最適な条件を明確化し、紙を試作した。

〔使用する機器設備〕

パルパー装置、高濃度ディスクレファイナー、実験用抄紙装置、スネークポンプ

目標：紙厚 0.2mm以下、厚さのバラツキ 20%以下、単位面積あたりの重量 75g/m²以下

①-2 紙厚の均一化技術の確立（担当：株式会社テックオン）

一連の樹脂コーティングからカレンダー加工により、紙にムラなく均一に樹脂をコーティングし、紙厚の超均一化を図った。ガス拡散層として1/1000ミリメートル単位で厚さの均一性が求められることから、その前工程の樹脂コート紙の厚さを1/10の精度で調整する技術の確立を目標とする。さらに、ガス拡散層の軽量化は炭素化工程における紙の重量減少と加熱収縮で変化するものの、その変化量は紙の配合繊維と樹脂のコーティング量に依存することから、樹脂の最適なコーティング量を明確にし、これを最小限に抑えることにより、ガス拡散層の軽量化を図り、ガス拡散層に仕上げた時の単位面積あたりの重量において従来品より半減を目指す。カレンダー加工については、紙厚の均一化、そのバラツキの低減の加工条件（圧力、速度、温度）を最適化した。

[使用する機器設備]

樹脂コーター

目標：樹脂コート/カレンダー加工紙の厚さ 0.18mm以下、厚さのバラツキ 10%以下、単位面積あたりの重量 80g/m²以下

①-3 炭化処理の最適化技術の確立（担当：株式会社エム・イー・ティー）

導電性の付与のために紙を炭素化する。有機物を炭化処理（1000℃未満）する過程で、熱収縮によるその変化は著しく、紙は厚さ等サイズの変動を伴う。熱収縮によって生じる厚さ・形態の変形挙動を解析し、雰囲気、温度、時間等の最適条件を明確化し、炭化処理で生じるディメンジョン変化をコントロールした。

[使用する機器設備]

熱分析装置、細孔解析装置

目標：無制御な加熱方法での熱収縮による厚み、形態のバラツキを50%以下にする。

①-4 黒鉛化処理の最適化技術の確立（担当：明智セラミックス株式会社）

炭素化工程により炭化処理した紙を黒鉛化処理することでガス拡散層に仕上げた。

黒鉛化処理は2000℃以上の加熱処理が必要となる。この高温域での、温度ムラは最終的な製品の特性に影響を及ぼす。温度ムラのない黒鉛化処理方法とその最適処理条件を検討し、黒鉛化度 5%以上を目指しつつ、最終的なガス拡散層の厚さと均一化、空孔形状、空孔率の最適化を図った。

目標：抄紙工程、炭化処理で得られた紙を黒鉛化することにより、素材面内の黒鉛化度を5%以上にする。

①-5 製造工程における分析・評価（担当：岐阜県産業技術センター）

各研究項目で作製する紙、炭化紙、ガス拡散層の厚さとその均一性、諸特性、表面形状を評価し、その結果を各研究項目にフィードバックして研究を進めた。炭化紙の剛性度、導電性、ガス透過性、多孔質構造を評価し、薄型化によるガス拡散性能の低下を抑え、低い体積抵抗率(10mΩ・cm以下)となる条件を明確にする。

[使用する機器設備]

表面形状評価装置

目標：厚さ（樹脂コート／カレンダー加工紙 0.18mm以下、炭化紙・ガス拡散層 0.1～0.15mm以下）、厚さのバラツキ（樹脂コート／カレンダー加工紙・炭化紙・ガス拡散層 10%以下）、単位面積あたりの重量（ガス拡散層 50g/m²以下）、導電性（ガス拡散層の体積抵抗率 10mΩ・cm以下）に対する①-1から①-5工程の条件最適化

①-6 固体高分子形燃料電池の発電評価

（担当：あいち産業科学技術総合センター）

試作したガス拡散層を固体高分子形燃料電池に装着し、その発電性能を電流－電圧特性やセル内部抵抗等の測定から評価した。電気化学的な知見から、薄型化によって引き起こされるセル装着時、発電時の問題点を改善した。

[使用する機器設備]

燃料電池標準セル、水素発生装置、セル内部抵抗測定装置

目標：試作ガス拡散層の発電性能のバラツキ	20%以内
市販ガス拡散層との耐久試験後の発電性能比	20%以内

② ガス拡散層の生産性の向上への対応

②-1 高生産性処理方法の開発（担当：株式会社エム・イー・ティー）

研究項目①-3で最適化した炭化処理技術を基に高生産性処理方法を確立した。この最適化技術は品質に及ぼす悪影響を最小化する為の熱処理条件について精緻なコントロールが必要であり、また、炭素化工程における炭化処理は、ガス拡散層を製造する上で、ガス拡散層の厚さ、そのバラツキを決定づける最も重要な処理となるため、熱処理条件の慎重なコントロールが行いやすいバッチ生産方式を採用した。一般的にバッチ生産は生産性が低いとされているため、この研究項目ではバッチ単位での加工数量、熱処理時間、冷却時間、入れ替え時間を検討し、高生産性を維持するバッチ生産方式を確立した。

目標：炭化紙を高生産できる装置の基本仕様の決定、生産性のシミュレーション

②-2 高生産性炭化処理装置の開発（担当：株式会社エム・イー・ティー）

研究項目②-1で確立した高生産性バッチ生産方式による炭化処理を実用技術として検証するため、精緻な温度コントロール、有機物の熱分解による可燃性ガスの処理を可能にする炭化装置を開発した。この炭化装置を用いて高品質ガス拡散層の生産性を評価した。ガス拡散層を製造する上で、炭素化工程の全体コストに占める割合が大きく、炭素化工程の生産性を高め、ガス拡散層のコスト低減を目指した。

[使用する機器設備]

炭化装置、炭化装置用付帯装置、一酸化炭素測定機

目標：炭化紙を高生産できる装置の設計・製造、生産性：2,000m²/月・台

③ 事業化の検討

（担当：明智セラミックス株式会社、株式会社テックオン、株式会社エム・イー・ティー、岐阜県産業技術センター、あいち産業科学技術総合センター）

ユーザーである自動車会社に燃料電池車市場導入状況の調査を行い、燃料電池部材技術について意見を取り入れ開発を進めた。燃料電池車の2015年市場導入以後の燃料電池普及拡大期における部材供給を目指した試作開発を通して、事業化を図った。

④ プロジェクトの管理・運営（担当：公益財団法人岐阜県研究開発財団）

研究開発を円滑に推進するため、研究実施プロジェクトの運営管理、研究開発推進委員会の開催、共同体構成員相互の調整、財産管理・報告書作成等の管理を行った。

1-3 成果概要

本研究開発では和紙を炭素化してガス拡散層を製造するため製紙工程→炭素化工程→評価工程の一連の工程で構成される新技術を高度化した。開発目的①「ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応」、②「ガス拡散層の生産性の向上への対応」に対して、設定した各工程の研究課題を解決し、次の成果が得られた。

①「ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応」に対する成果

・製紙工程

製紙工程における紙の設計および試作では、パルパー装置、スネークポンプ、実験用抄紙装置を連動・同調させながら使用した。抄速、原料投入時の攪拌速度や減量濃度、乾燥温度などの試作毎に個々に発生した課題を克服して、抄紙条件を最適化、炭化紙の薄型化に適したロール原紙の設計及び試作に成功した。具体的には、ロール原紙に天然系繊維には高濃度ディスクレファイナーを用いて微細化する処理を実施し、合成繊維との繊維配合を1：1に選定、この配合に少量の湿式カットバインダー繊維を添加した。炭素化工程後のガス拡散層の薄弱化を抑制するため、炭化紙の薄型化に適したロール原紙の最適な抄紙条件は仕込み量の減量率30%（従来比）で確立し、ロール原紙の紙厚 0.2mm以下、厚さのバラツキ20%以下、単位面積あたりの重量 75 g/m²以下を達成した。

製紙工程における紙厚の均一化技術では、試作したロール原紙に対して、樹脂コーティングからカレンダーによる圧密加工に至る一連の処理を、樹脂コーターに付属するカレンダーを使用してロール to ロールで連続して処理した。この一連の連続加工では、カレンダー加工後の乾燥温度が重要であった。乾燥温度の上昇は紙厚を低下させ、紙幅方向での厚さのバラツキを低減させることができた。この一連の連続加工の中でカレンダー加工による圧密処理（温度、圧力）条件の最適化によって、樹脂コート/カレンダー加工紙の厚さは0.18mm以下を維持しつつ、厚さのバラツキを10%以下に抑えることができ、かさ密度は向上した。かさ密度の向上は炭素化工程後の炭化紙の薄弱化を抑える効果があり、炭化紙は市販のガス拡散層に相当する剛性度（曲げ機械特性）を示すようになった。さらに、圧密処理は紙表面に発生する毛羽を抑え、加工紙表面の平滑性を高める効果が認められた。この効果は製紙工程に続く炭素化工程の作業性を高め、炭素化工程の生産性の向上につながった。加えて、圧密化処理は炭素化工程後の炭化紙の導電性を高くした。これにより炭素化工程における炭化温度を下げることができ、炭化紙の製造コストの大半を占める炭素化工程のコストの

軽減に寄与した。

以上のように製紙工程では、薄型化ガス拡散層を製造するための製紙工程における原料繊維の配合条件や製紙・加工条件が確定され、ガス拡散層の薄型化に適した紙及び樹脂コート／カレンダー加工紙の製造が可能となった。本事業の成果として試作した加工紙を炭素化した厚さ0.1mmタイプの薄型化ガス拡散層は、単位面積あたり重量が $25\text{g}/\text{m}^2 \sim 27\text{g}/\text{m}^2$ となり、市販のガス拡散層（ $150\text{g}/\text{m}^2$ ）に比べて約1/6の軽量化が実現されている。また炭化紙のかさ密度は $0.25 \sim 0.27\text{g}/\text{cm}^3$ となり、薄弱化が抑制され、市販品に相当する曲げ（剛性度）機械特性を示した。

- ・炭素化工程

炭素化工程における炭化処理の最適化技術の確立では、バッチ式炭化装置を用いた積層炭化処理を行った。熱分析装置にて得られた各原料繊維の熱分解特性を踏まえ、最適条件を設計し、積層炭化処理の生産性を高めた。この処理では紙を積層して炭素化するため、その自重により重なり合った紙が炭化処理後に貼り付くなど、生産性が低下する課題が生じた。同時にこの問題は貼り付いた炭化紙を剥がす行為により、炭化紙の損傷と厚さのバラツキ増大の原因となった。そこで貼り付き防止技術を検討した結果、光による熱可塑性樹脂の酸化劣化の原理を応用して、ロール to ロールでの紫外線（UV）連続照射による不融化処理技術の開発に成功した。この不融化処理技術と炭化処理時の加熱条件の見直しによって、炭素化工程時の炭化紙の貼り付きは大幅に解消され、生産性の向上に至った。

炭素化工程における黒鉛化処理の最適化技術の確立では、炭化処理（ 1000°C 未満）した紙をさらに 2000°C 以上の高温処理を行った。これにより炭化紙の黒鉛化度は高められ、より高い導電性が付与され、ガス拡散層に仕上がる。この黒鉛化処理過程において、製紙工程で検討したカレンダー加工の圧密処理の影響は確認されず、薄弱化抑制した薄型化炭化紙の黒鉛化処理を安定して実施することができた。また、ユーザーのPEFCへの搭載を想定した実機サイズの形状での、かつUV不融化処理をした炭化紙での黒鉛化処理についても破損等なく問題なく黒鉛化できることを確認しており、量産黒鉛化処理の最適条件を見出した。なお、黒鉛化処理された薄型化ガス拡散層の黒鉛化度は、 26.4% と高く、目標の 5% 以上を達成した。

以上のような炭素化工程の高度化（不融化処理、積層炭化及び黒鉛化処理のコンビネーション技術）により炭化紙の厚さは、 $0.08\text{mm} \sim 0.14\text{mm}$ の範囲で安定し、目標の $0.1 \sim 0.15\text{mm}$ を達成した。特に、製紙工程でのカレンダー処理最適化による圧密処

理と炭素化工程での不融化処理技術の組み合わせによって、最終的に仕上がるガス拡散層の厚さのバラツキは目標の±10%前後で安定し、その表面粗さは圧密処理なしに比べて約20%低減されており、平滑性が向上した。平滑性向上によってガス拡散層表面の接触抵抗が低くなったため、薄型化ガス拡散層の導電性は極めて高くなった。その電気抵抗は、黒鉛化処理した場合、 $3\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ （市販ガス拡散層：約 $5\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ ）まで低下し、また、炭化温度が 2000°C 未満の 1600°C 処理においても、電気抵抗は $8\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ であり、目標の $10\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ 以下を達成することになった。

・製造工程及び試作ガス拡散層の分析・評価

製紙工程や炭素化工程でそれぞれ実施した高度化技術の確立や導入する試作装置の最適化に必要なデータを各研究項目にフィードバックするため、紙、炭化紙、ガス拡散層の物性やガス拡散層としての機能を分析・評価した。その結果は、先述の「製紙工程」「炭素化工程」の高度化技術に取り入れられ、さらにはこれら高度化技術が組み合わせり最適化されたことにより、炭化紙をガス拡散層として利用するための目標物性が実現、達成された。

本事業の高度化技術の成果物は、高度化技術によって製造された薄型化ガス拡散層である。その特徴的な物性の一つが、薄さを生かした高い気体透過特性であった。本事業で最終的に試作したユーザー評価用の薄型化ガス拡散層は、薄弱化に伴う機械特性低下抑制対策（かさ密度の向上）によって貫通細孔が小径化されたものの、気体透過度はコントロールされ、PEFCに標準的に使用されるガス拡散層に比べて約2倍高い気体透過度を示している。

また、固体高分子形燃料電池の発電評価では、炭化・黒鉛化処理温度の違いによる発電性能の比較検討を行った。炭素化工程の処理温度の低下とともに、発電性能の減少が認められた。しかし、製紙工程におけるカレンダーによる樹脂コート／カレンダー加工紙の圧密処理によって、炭素化工程の炭化温度 1600°C のガス拡散層は黒鉛化処理されたガス拡散層と同等の性能が得られた。また、その発電性能のバラツキは、6.9%であり、目標の試作ガス拡散層の発電性能のバラツキ：20%以内を満した。さらに、耐久試験を実施した結果、市販ガス拡散層以上の耐劣化性を示した。

②「ガス拡散層の生産性の向上への対応」に対する成果

炭素化工程では、バッチによる積層炭化法によって製紙工程で製造された樹脂コート／カレンダー加工紙を炭化処理する。この炭素化工程でガス拡散層の生産性に最も影響を及ぼす工程が炭化処理であり、この炭化処理の生産性がガス拡散層の製造コストに大きく反映され

る。したがって、炭化処理初期に生じる加工紙同士の熱融着による作業効率の低下は避けなければならない課題となった。また、この熱融着問題は、処理後の炭化紙の厚み・形態のバラツキに悪影響を及ぼし、ガス拡散層の歩留まり低下を招くことから、生産性の向上を達成するためには加工紙同士の熱融着防止が重要であった。

高生産性処理方法の開発では、この融着問題を解決するため、熱分析装置を使った詳細な熱変化の解析などから、ロール to ロールでUV連続照射による低温不融化連続処理技術を開発した。そして、UV不融化装置（炭化装置用付帯装置）仕様を決定し、炭化前処理方法を確立した。この不融化処理技術と樹脂コート／カレンダー加工紙の圧密化処理が『炭化紙の貼り付き』に効果があることを見出した。これにより炭化処理の作業性の向上が可能となり、事業化に向けた精度の高い生産性シミュレーションを行うことができた。

高生産性炭化処理装置の開発では、1 バッチ当たり4500枚の紙を炭化処理することのできる高生産性炭化処理装置を設計・試作した。この試作装置では一度に燃料電池車約10台分の炭化処理を行うことが可能である。しかし、高い生産性で開発した装置を稼働させるためには、炭化温度の管理と気密性の管理が重要であり、温度管理や気密性の管理を誤れば、紙はすべて灰化することがわかった。その対策として、高生産性炭化処理装置の気密性を向上させるための改良を行い、また排ガス処理装置を設置することで、炉内への酸素流入を遮断し、灰化問題を解決した。また、一酸化炭素測定機を用いて供給窒素ガス量、窒素ガス中の残存酸素や一酸化炭素濃度が品質に与える影響を見出した。炭化処理装置に加えて、炭化装置用付帯装置（UV不融化装置及び排ガス処理装置）の開発により、炭化紙の生産性が飛躍的に向上し、炭化処理装置 1 台あたりの生産性は目標2,000㎡/月を達成できることが明らかとなった。

事業化の検討

燃料電池は一部で実用化され、2015年には自動車メーカー各社から燃料電池車が市場導入される計画である。その市場は今後10年間で大きく拡大し、その間に燃料電池は小型軽量化されると予想される。本事業では、燃料電池車の市場導入以後、燃料電池車の普及・拡大期における部材供給を目指して、固体高分子形燃料電池用ガス拡散層の製造技術について研究開発してきた。また一方では、すでに燃料電池車の燃料電池に搭載実績を持つ先行コンペティターがいる。このことから、本事業の事業化には開発したガス拡散層の性能・機能だけでなく、コストポテンシャルが重要なファクターとなる。ガス拡散層に求められるコス

トは、本事業開始時の予測よりも一段と厳しくなっており、現在では約5000円/m²と予測する。本事業で開発したガス拡散層がこのコストをクリアするには、月産 2000m²をベースとした場合、炭素化工程の処理温度を2000℃以下に抑える必要があった。

本事業では、ガス拡散層の事業化を目指し、ユーザー評価を目的としたガス拡散層を2000℃以下の炭素化工程で試作した。2000℃以下で製造したガス拡散層は、現行の市販ガス拡散層に相当する物性を満たし、ユーザーから求められた薄型化を実現している。機能面では、PEFC発電において2000℃以上の炭素化工程を経て製造したガス拡散層と同等の性能が得られている。耐久性においても、市販ガス拡散層以上の耐劣化性を確認した。

現在、ユーザーによるPEFC発電性能評価を実施している。今後、さらなる作り込みを行い、その実用性を確認し、事業化につなげる。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

【事業管理機関】

公益財団法人岐阜県研究開発財団

産学官連携支援センター長 石原 保雄

(最寄駅：東海旅客鉄道株式会社高山本線蘇原駅)

〒509-0109 岐阜県各務原市テクノプラザ丁目1番地

TEL: 058-379-2212 FAX: 058-379-2215

第2章 本論

2-1 研究内容及び成果

1) ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応

①-1 紙の設計および試作

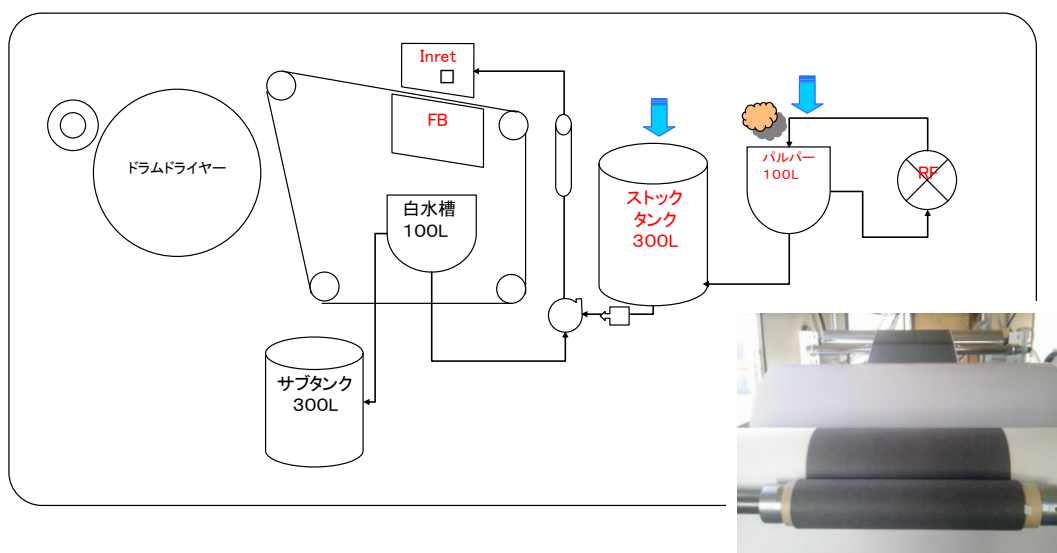


図1 研究開発に使用した抄紙装置の概要

紙の設計および試作は、図1に示す抄紙装置（パルパー装置、高濃度ディスクレファイナー、スネークポンプ、実験用抄紙装置）を使用し、研究を実施した。

紙の原料繊維として天然系繊維、合成繊維などを対象に、ガス拡散層（GDL）に最適な紙の繊維原料の選定、その配合比率を明確化した。繊維の径、長さを調整し、繊維構造の微細化を行うことで抄紙原料の調製の最適化を図り、配合原料の凝集防止する抄紙技術を検討することにより、薄型化に最適な条件を明確化し、紙を試作した。

(1) 原料配合の検討

紙を炭化した後の炭化紙にGDLとして最適な機械的諸性質を持たせるため、最適な紙の原料配合を検討した。紙の原料繊維には、天然系繊維に各種木材パルプ、非木材パルプ、セルロース系繊維にレーヨン系繊維、合成繊維に難燃性アクリル繊維、ビニロン繊維、フェノール繊維などを用い、様々な配合の紙を試作した。その結果、配合繊維の選定には繊維の炭化収率、炭化後の導電性、コストを重視し、天然系繊維にマニラ麻パルプと合成繊維には難燃性アクリル繊維を中心とする繊維を選定した。また、原料繊維の繊維径、長さ、アスペクト比は、炭化紙の導電性と気体透過性に影響を及ぼしたことから、繊維径は

1 d t e x 以下から 2 d t e x の範囲で、繊維長は 3mm から 5mm の範囲で炭化後の炭化紙の特性に応じて最適化した。

GDL を薄型化には原紙の原料繊維仕込み量が重要であったことから、原紙の原料繊維仕込み量と黒鉛化処理後の GDL の厚さの関係から仕込み量の最適化を検討した。その結果を図 2 に示す。従来開発品の仕込み量を 100% とすると、GDL の薄型化には仕込み量の 30% ~ 80% の低減が適し、この範囲であれば GDL の厚さは 150 μm 以下の目標を達成することができた。また、重さは最軽で約 15 g/m^2 となり、市販品の 1/10 にまで軽量化できた。

製紙工程での過度な減量は紙の薄弱化を引き起こし、紙加工時の紙力低下が問題となった。紙力増強とさらなる薄型化を目的に、原料繊維の減量率を 50% に設定した場合につ

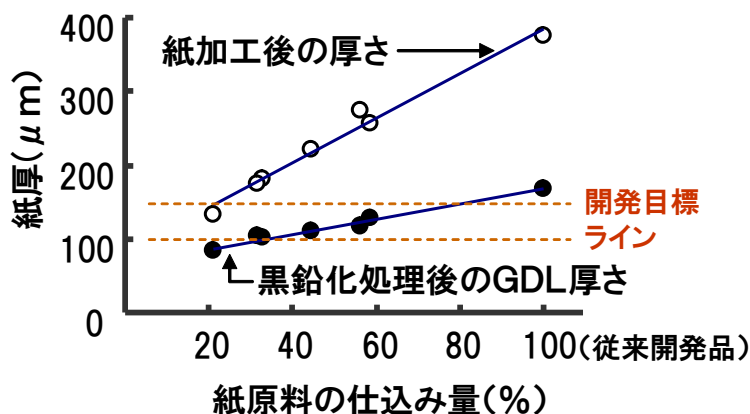


図 2 紙原料の仕込み量と厚さの関係

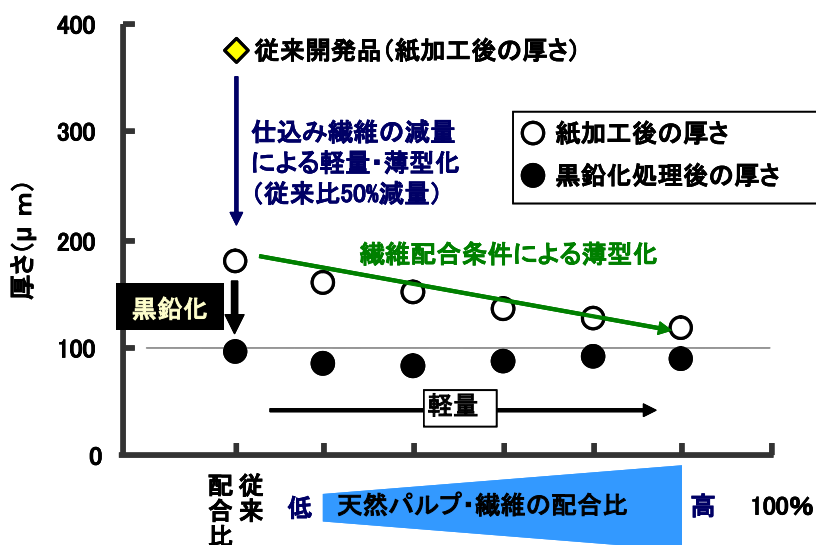


図 3 紙原料の天然系繊維の配合比と厚さの関係

いて天然系繊維と合成繊維の配合比率の検討を行った。その結果、従来開発品の原紙に対する天然系繊維の配合比率に比べて、天然系繊維の配合比率を高めることにより、またリファイナーによる天然系繊維の微細化により、原紙の薄弱化を抑制することができた。さらに、天然系繊維配合比率を高めた結果、GDLの厚さを約100 μ mにまで薄型化することが可能であった(図3)。以上のように、仕込み量の減量率を50%とした場合、炭化工程後のGDLの厚さを0.07~0.085mmと極めて薄くすることができた。しかし、GDLのかさ密度は低く、市販のGDLに相当する十分な剛性度が得られなかった。このことから最終的には、原料の仕込み量率を30%(坪量:50g/cm²)、天然系繊維と合成繊維の配合比を1:1として、原紙の樹脂コート加工時における湿潤強度の低下を防止するための湿式カットバインダー繊維を少量配合することで最適化した。この原料配合では後述のカレンダー処理による圧密加工が、GDLの厚さと厚さのバラツキに重要な役割を果たす。

(2) 原料調成法の検討

薄型GDLの厚さのバラツキ低減には、原紙や樹脂コート/カレンダー加工紙の厚さのバラツキを軽減させる必要があり、ロール原紙における紙層の均一形成(地合いの良さ)が重要であった。製紙時の生産性を高めるための高濃度原料スラリーの投入は、スネークポンプやチェスト内での原料の詰りや繊維の凝集や結束を引き起こし、ロール原紙の均一な紙層形成を阻害した。そのため、合成繊維の繊維長を調節して詰まりを防止し、チェス

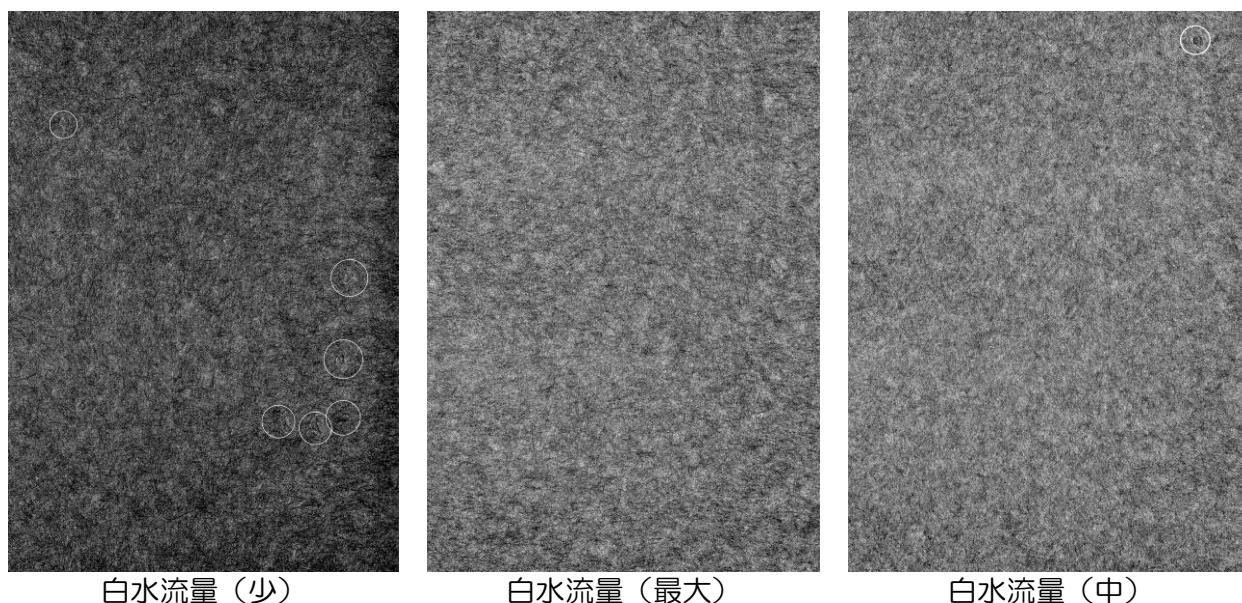


図4 原料繊維の結束に及ぼす白水循環量の影響(白丸:繊維の結束)

トに設置する攪拌翼を改良して繊維の凝集や結束を抑制する必要があった。また、原料の攪拌や流送に伴う繊維結束は白水循環量（図4）に影響されることが明らかとなり、白水循環量を精密に制御した。これらの対策の結果、ロール原紙の均一な紙層形成が安定した。

以上のような検討から、ロール原紙における目標 紙厚 0.2mm以下、厚さのバラツキ 20%以下、単位面積あたりの重量 75 g/m²以下を達成している。

①-2 紙厚の均一化技術の確立

一連の樹脂コーティングからカレンダー加工により、紙にムラなく均一に樹脂をコーティングし、紙厚の超均一化を図った。樹脂コーティングからカレンダー加工の一連の加工を効率良く生産性の高い加工技術にするため、作製したロール原紙を使い、樹脂コーターに付属するカレンダー（図5）を利用し、ロール to ロールによる処理条件の検討を行った。



図5 研究開発に使用した樹脂コーター（カレンダー附属）

（1）樹脂コーティング法等の検討

樹脂コーティングは、樹脂コーターにてテンションを掛けながら水系樹脂を連続コートした。この時、原紙の湿潤強度が低下し、加工性や紙品質（厚さや厚さのバラツキ）に影響した。このため、樹脂濃度、粘度、加工速度などをコントロールし、樹脂のコート量及び処理条件を最適化した。樹脂コート紙のカレンダーによる圧密加工は、紙厚の均一化、表面平滑性の向上、紙厚のバラツキ低減のため実施した。圧力や速度や温度などの加工条

件が、カレンダー処理前後の原紙及び樹脂コート／カレンダー加工紙に与える幅方向の紙厚、バラツキの影響について検討した。その結果、抄紙後の乾燥温度を130℃、カレンダー処理温度を130℃にした場合、原紙の紙厚から樹脂コート／カレンダー加工紙への紙厚変化（減少率）は低く、大きな圧密効果が得られなかった。一方、抄紙後の乾燥温度を95℃に設定し、原紙の水分率を高め、さらにカレンダー処理温度160℃に設定した。これにより、紙厚の減少率は大きくなり、圧密効果が増大、かつ厚さのバラツキは低減された（表1、図6）。

表1 樹脂含浸乾燥温度と紙厚変化

樹脂濃度	%	4.5	4.0	%	5
乾燥温度	設定 °C	95	95	設定 °C	130
	実測 °C	85	85	実測 °C	130
カレンダー	設定 °C	160	160	設定 °C	130
	圧力 kg	4.5	4.5	圧力 kg	4.5
	原紙	加工紙1	加工紙2	原紙	加工紙
坪量	54.8	86.4	64.8	50.6	60
紙厚	244	208	174	288	258
密度	0.224	0.414	0.372	0.176	0.232
紙厚	上	280	211	184	290
	2	264	203	182	290
	3	249	210	168	282
	4	228	205	169	280
	5	219	209	166	290
	6	218	212	171	300
	7	235	208	174	282
	8	248	215	187	291
	下	256	203	176	—
	平均値	244.1	208.4	174.1	288.1
最大値	218.0	203.0	166.0	300	262
最小値	280.0	215.0	187.0	280	250
Δ	62.0	12.0	21.0	20	12
Δ %	25.4%	5.8%	12.1%	6.9%	4.6%

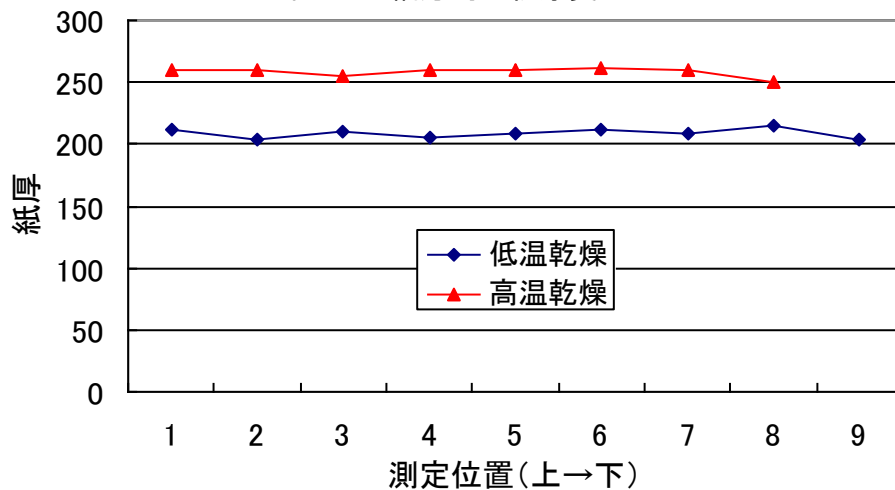


図6 幅方向の紙厚変化

(2) 樹脂コート／カレンダー加工紙の試作

①-1で試作するロール原紙を使用し、ロール to ロールで連続的にかつ均一に樹脂コート／カレンダー加工紙を試作した。(1)の検討により最適化された条件で試作した樹脂コート／カレンダー加工紙は、圧密処理によって単位面積あたりの重量 $80\text{g}/\text{m}^2$ 以下、厚さのバラツキ 10%以下を達成した。圧密処理によって紙表面に発生した毛羽は無くなり、平滑性が向上した(図7)。この平滑性の向上は炭素化工程の作業改善に寄与した。

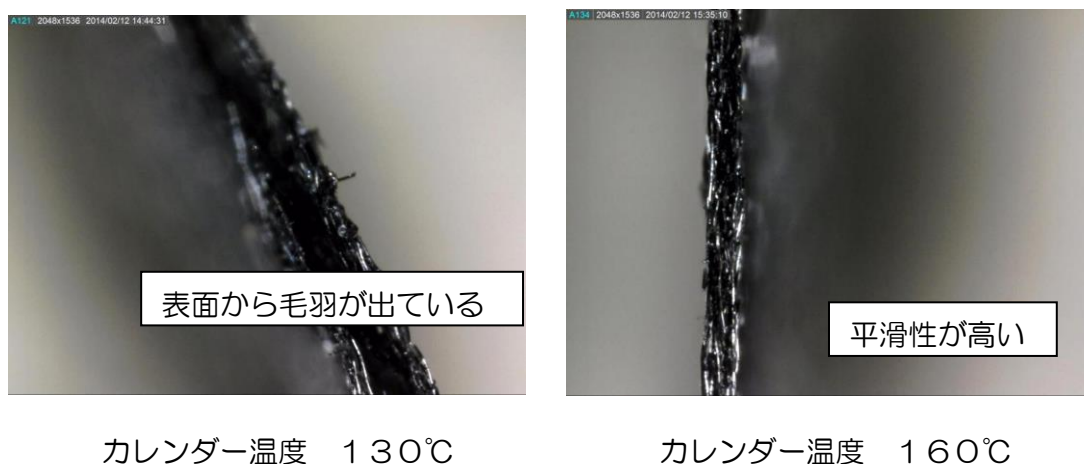


図7 カレンダーによる圧密加工後の樹脂コート／カレンダー加工紙表面の毛羽の様子

①-3 炭化処理の最適化技術の確立

導電性の付与のため原料有機物繊維を炭素化する技術について検討した。有機物の炭素化とは無酸素状態での熱分解であり、高温時には炭素結晶化とともに熱収縮が発生する。原料有機物の種類は複数であり熱収縮の度合いも異なるため、熱収縮の無制御は厚さ・形態のバラツキに直結し表面平滑性に影響を及ぼした。

熱分析装置や細孔解析装置（図8）を利用して紙が熱収縮によって引き起こされる厚さ・形態の変形挙動を解析した。炭化工程で有機物の最も熱収縮による変化が著しい温度域（1000℃未満）における炭化処理の雰囲気（原則、無酸素状態）、温度、時間等の最適化を検討し、炭化紙の厚み及び形態のバラツキ低減を目指した。



熱分析装置



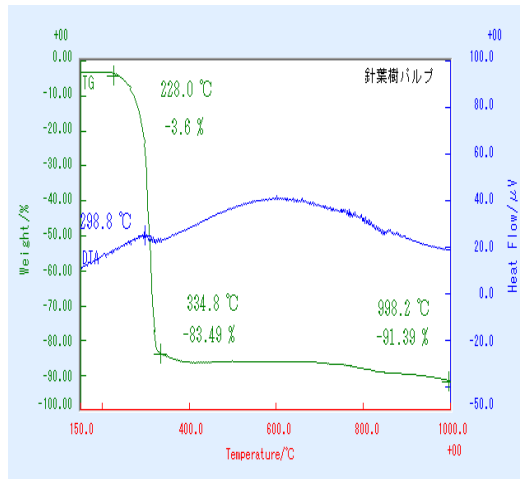
細孔解析装置

図8 研究開発に使用した熱分析装置と細孔解析装置

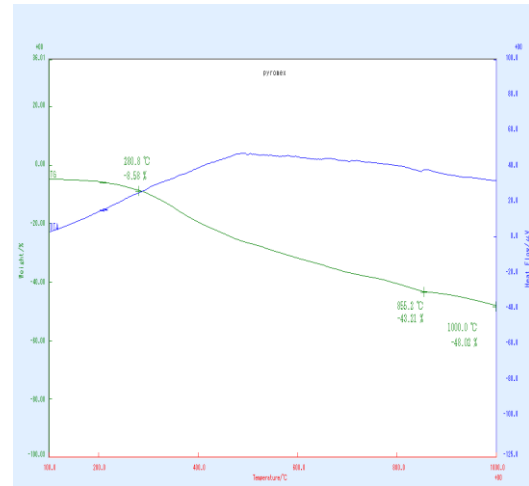
(1) 紙の熱分解挙動の把握

炭化処理における熱分解速度は個々の物質により異なる。そのため、複数の物質で構成される樹脂コート/カレンダー加工紙の炭化処理については温度をどのような速度で変化させるかが重要な課題となった。熱分析装置を用いて、紙を構成する繊維の熱分解速度を測定し、熱分解速度が大きく変化する温度領域を特定した。図9に示すようにセルローズ系繊維の熱分解は250℃付近から急激に始まり350℃までの100℃の間で大半の熱分解が起きた。一方、合成繊維は、300℃付近から熱分解が始まり、900℃付近まで分解が持続した。

炭化処理後の炭化紙の寸法変化は9%程度であったが、炭化処理過程での収縮は明確ではなかった。熱分析装置にて温度毎の寸法変化を測定した結果、150℃までに1%程の収



天然系繊維



合成繊維

図9 紙に配合した繊維の熱分解挙動

縮が起こり、300°Cから急激な収縮が発生し600°Cまで継続することがわかり、炭化処理の条件は300°Cに到達するまでの温度管理が、炭化紙の厚さ、厚さのバラツキに重要であることを示した。

燃料電池の発電時に発生する水蒸気は、GDL内部で滞り、フラッディング現象を引き起こし、発電特性は低下する。そこで炭化温度と炭化紙の水蒸気に対する親和性、疎水性について、検討した。市販GDLの水蒸気吸着特性は水蒸気の高相対圧レンジで高い水蒸気吸着特性を示した。市販GDLは、試作した炭化紙や通常の炭素材料の吸着特性と比べて、異なる特異的な特性であった。市販GDLの水蒸気吸着特性が発電性能に及ぼす影響は不明であった。

(2) 炭化処理と炭化紙の厚さバラツキ低減の検討

製紙工程、炭素化工程で試作した紙、炭化紙およびガス拡散層の厚さバラツキを検討し

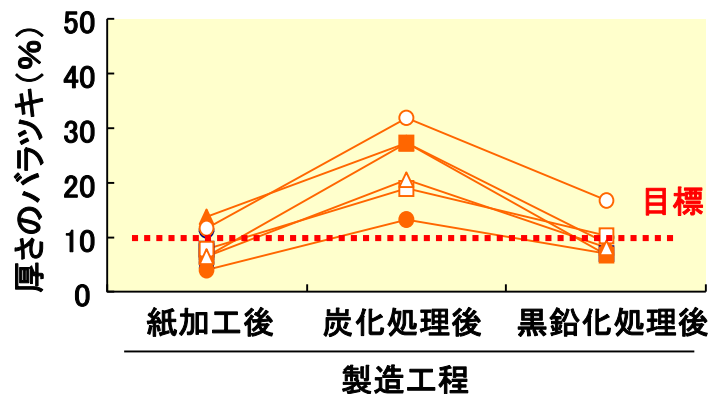


図10 炭化紙の製造工程と厚さのバラツキ変化

た（図10）。製紙工程から炭素化工程の中では炭化処理後の厚み変化がもっとも大きく、厚さのバラツキに影響を与えた。これは先述のとおり紙の複雑な配合であるためであるが、いかにバラツキを抑制するかが重要となった。特に、積層炭化法による炭化処理では、紙にコートする樹脂に熱可塑性樹脂を使用したことにより、積層する紙の自重によって熱軟化した樹脂で紙同士が融着する問題が生じた。この処理では紙を積層して炭素化するため、その自重により重なり合った紙が炭化処理後に貼り付くなど、生産性が低下した。同時に貼り付いた炭化紙を剥がす行為が、炭化紙の損傷と厚さのバラツキ増大の原因になっていると考えた。

そこで紙にコートした樹脂を炭化処理前に不融化する技術の開発を行った。セルロースの分解が始まらない温度での加熱処理（200℃程度）による不融化処理を行った結果（図11）、不融化処理によって樹脂による紙同士の融着問題が改善され、炭化紙の厚さは目標の0.1～0.15mmを達成し、厚さのバラツキは10%以下大幅に低減された。

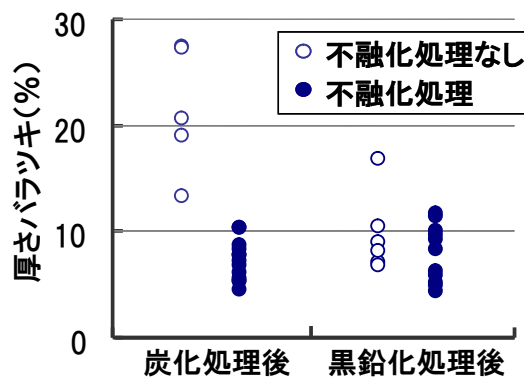


図11 厚さのバラツキにおける不融化処理の影響

さらに、不融化技術を連続処理とするため、光による熱可塑性樹脂の酸化劣化の原理を応用して、紫外線（UV、波長350nm）を前駆紙に照射した。数分の照射処理で加熱処理同様の不融化効果が認められた。さらに、UV連続照射による不融化処理技術を連続処理としたことで、不融化処理の効率は向上し、品質が安定した。このUV不融化処理技術と炭化処理時の加熱条件の見直し、また製紙工程での圧密化処理により、炭素化工程時の炭化紙の貼り付きは大幅に解消され、炭化紙の生産性は向上することになった。加えて、不融化処理によって炭化紙の炭化収率は高くなり、その条件は炭化紙の平滑性に影響を及ぼした。

①-4 黒鉛化処理の最適化技術の確立

ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化への対応を目的に、各研究項目で作製した紙、炭化紙の黒鉛化処理を行った。

黒鉛化処理では、炭素構造が非晶質炭素から六方晶の結晶炭素に変化し（図12）、炭素の導電性が高くなる。

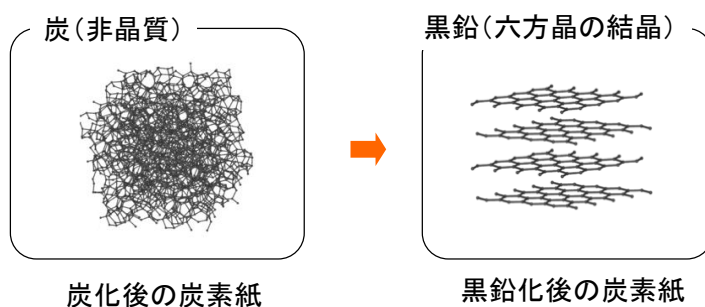


図12 黒鉛化処理による炭素の構造変化

(1) 薄型化対策の試作品の黒鉛化処理

製紙工程において、装置の改良や薄型化に適した紙組成条件の検討によって紙の薄型化に成功したが、炭化、黒鉛化処理を実施しガス拡散層に仕上げた際、薄型化が生じた。そこで素材の密度調整、カレンダー加工の圧密処理（温度、圧力）の最適化が行われており、その試作品の黒鉛化処理を実施した。薄型化対策による黒鉛化処理の影響とその効果について検討し、量産に適した黒鉛化処理手法の開発を行った

薄型化対策の試作品の黒鉛化処理前後の炭化紙の様子を図13に示す。黒鉛化によって、色の変化はあるが、密度調整、カレンダー加工の圧密処理の影響による素材破損は確認

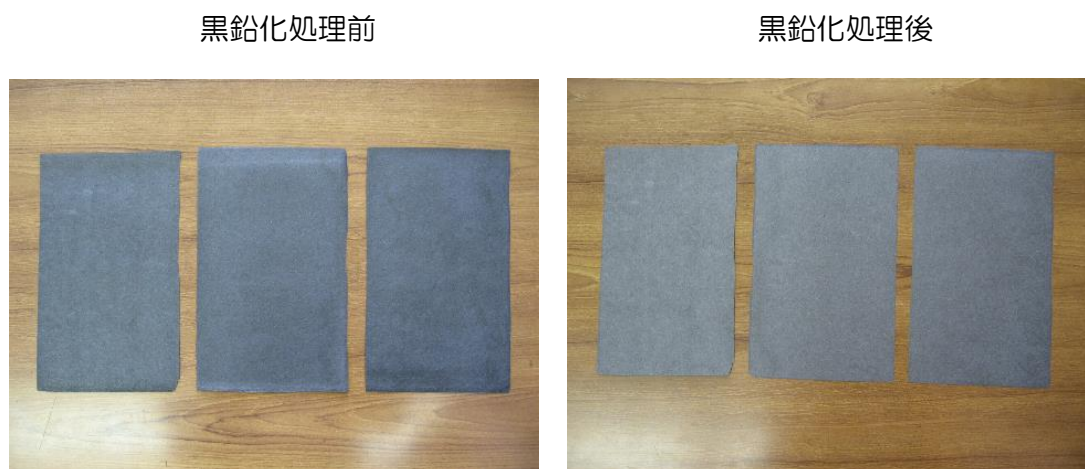


図13 黒鉛化前後の炭化紙の様子

されなかった。黒鉛化した炭化紙の黒鉛化度は26.4%と高く、黒鉛化処理においては、薄弱化対策においては問題ないと判断した。

(2) 張り付き防止処理（不融化処理）試作品の黒鉛化処理

炭素化工程の炭化処理では、バッチ式の積層炭化処理を行う。その自重により重なり合った紙が炭化処理後に貼り付き、生産性が低下する課題が生じた。さらに、貼り付いた炭化紙を剥がす行為により、炭化紙の損傷と厚さのバラツキ増大の原因となった。そのため、張り付き防止技術が検討され、ロール to ロールでの紫外線（UV）連続照射による不融化処理技術が開発された。ここでは、不融化処理された炭化処理紙の黒鉛化処理を実施し、黒鉛化処理手法、特に、量産に適した試作品の最適黒鉛化処理 及び 実機形状での量産黒鉛化処理の最適化を目指した。

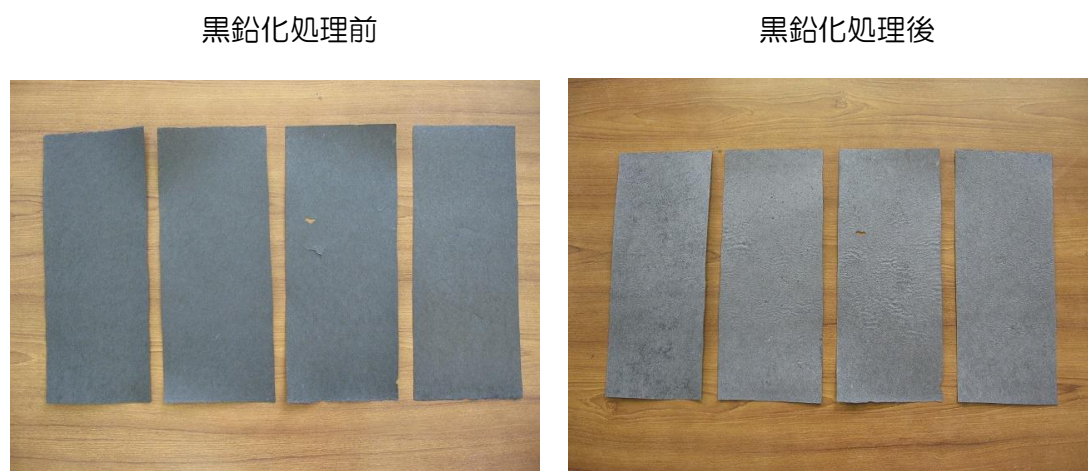


図14 実機形状黒鉛化前後の（実機形状）炭化紙の様子

実機形状（150×400mm）を想定し、かつ薄弱化対策で試作した薄型化炭化紙（ロール to ロールでの紫外線（UV）連続照射による不融化処理）を黒鉛化処理した。その黒鉛化処理前後の様子を図14に示す。

黒鉛化処理前に一部に欠損部があったが、黒鉛化処理においてその欠損がさらに大きくなることもなく問題なく黒鉛化処理ができた。実機想定形状でかつ、UV連続照射による不融化処理をしたものにおいても黒鉛化処理にて破損等なく問題なく黒鉛化できることを確認した。

①-5 製造工程における分析・評価

ガス拡散層の薄型化・軽量化に対し、その製造工程における各種条件の最適化を図るた

め、各研究項目で作製する紙、炭化紙、ガス拡散層の厚さとその均一性、導電性の計測を行い、評価した。燃料電池の性能に影響を及ぼすガス拡散層の構造及び形状について、電子顕微鏡や非接触による表面形状評価装置等を使用して炭化及び黒鉛化表面形状等の観察や評価を実施した。薄型化による炭化紙の剛性度の変化、導電性、ガス透過性、多孔質構造について評価を実施した。

(1) ガス拡散層の薄型化・軽量化に関する分析・評価

製紙工程、炭素化工程の製造条件が最適化され、薄型化された炭化紙の厚さは目標の0.15mm以下を達成し、重さは最軽で市販品の1/10にまで軽量化され、単位面積当たりの重さで約15 g/m²を確認した。

しかし、炭化紙の薄型化は、かさ密度(0.2g/cm³未満)の低下をもたらし、機械特性(剛性度)不足による薄弱化が問題となった。そこでかさ密度の向上と薄弱化の解消を目的に、カレンダー加工の圧密処理(温度、圧力)の最適化を試みた。

その結果、製紙工程での仕込み減量率を30%にして、所定の圧密処理を行うことで、図15に示すように炭化工程後の炭化紙の厚さや重さは維持されつつ、かさ密度が0.23g/cm³まで向上させることができた。

また、理論的に材料の剛性度は、厚さの異なる材料が同じ弾性率の場合、厚さの3乗に比例する。例えば厚さを20%薄くした場合、その剛性度は約半分((0.8)³倍)になる。したがって、炭化紙の機械特性を確保するため、炭化紙の厚さを0.1mmに規正し、

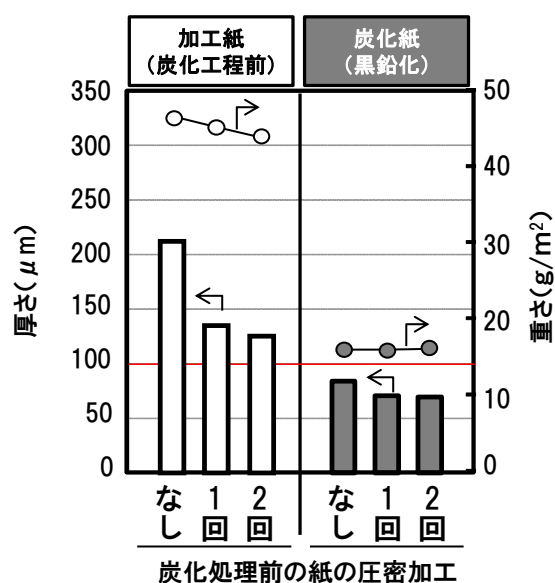


図15 炭化工程前後の加工紙(減量率30%)および炭化紙の厚さと重さの関係、カレンダー加工による圧密処理の効果



図16 開発した薄型化GDLの柔軟性

剛性度向上を目的に炭化紙作製条件のさらなる最適化を図った。その結果、製紙工程の仕込み減量率30%での紙の最適な作製条件とカレンダー加工条件を見出すことができてい
る。炭素化工程後の厚さ0.1mmタイプの炭化紙は、単位面積あたりの重さは25~27g/m²で最適化され、市販のGDL(150g/m²)に比べて約1/6の軽量化を実現した。かさ密度を0.25~0.27g/cm³にまで向上させたことで、図16に示す
ような柔軟性を持ちつつ、曲げモーメントは0.2~0.3mN・mの曲げ特性を実現した。
これは、炭素繊維から作られる市販GDL(曲げモーメント:0.23~0.26mN・m)に
相当する剛性度であり、炭化紙の薄弱化が抑制された。

(2) ガス拡散層の厚さのバラツキに関する分析・評価

厚さのバラツキに関しては、製紙工程の条件見直しと炭素化工程の不融化技術の開発に
より、大幅に改善した。

製紙工程では、カレンダー付き樹脂コーターでの連続処理を最適化されたことにより、
樹脂コート時の樹脂量、カレンダー圧力や温度制御が安定し、紙加工後の平滑性は向上し、
厚さバラツキは10%未満になった。

炭素化工程では紙を積層して炭化処理した時に紙の自重によって熱軟化した樹脂により
紙同士が融着し、炭化処理後に重なり合った紙が貼り付く問題が生じ、炭化紙の損傷と厚
さのバラツキ増大の原因となったため、UV連続照射を用いたロール to ロールでの不融
化処理技術が開発され、UV連続照射装置が導入されたことにより、炭化紙の貼り付きは
大幅に解消され、生産性が向上した。炭化紙の厚さは、0.08mm~0.14mmの範
囲で不融化処理をしない場合に比べ安定し、目標厚さ(0.1~0.15mm)を達成し
た。

(3) 薄型化・軽量化したガス拡散層の特性評価

本事業で開発したGDLと市販GDLの表面形態(図17)に示す。いずれも外観的に
は全く見分けがつかない。開発した薄型化GDLを量産化した場合、図18に示すように
その厚さとバラツキは、(1)で先述した製紙工程での圧密処理によるカレンダー処理最
適化技術と炭素化工程でのUV連続照射による不融化処理技術の組み合わせ相乗効果に
よって、厚さは安定し、バラツキは目標の±10%前後で良好であった。薄型化GDLの
表面プロファイルと表面粗さ(Ra)に図19に示す。

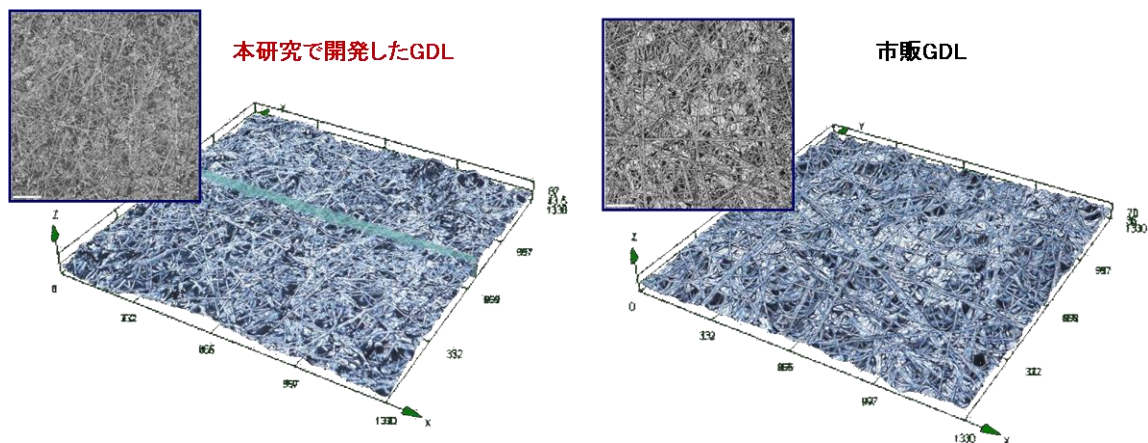


図17 本事業で開発した薄型化GDLと市販GDLの表面形態

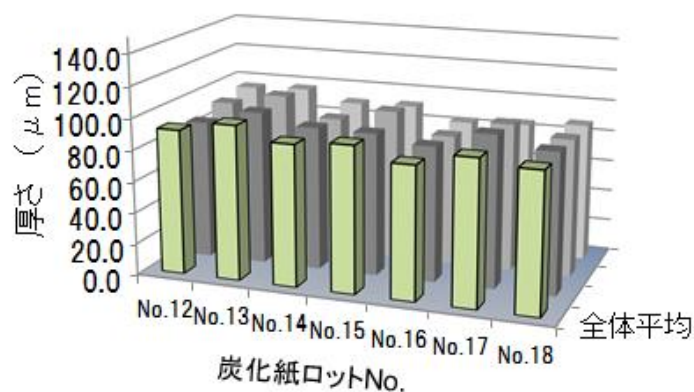


図18 量産した場合における薄型化GDLの厚さとそのバラツキ

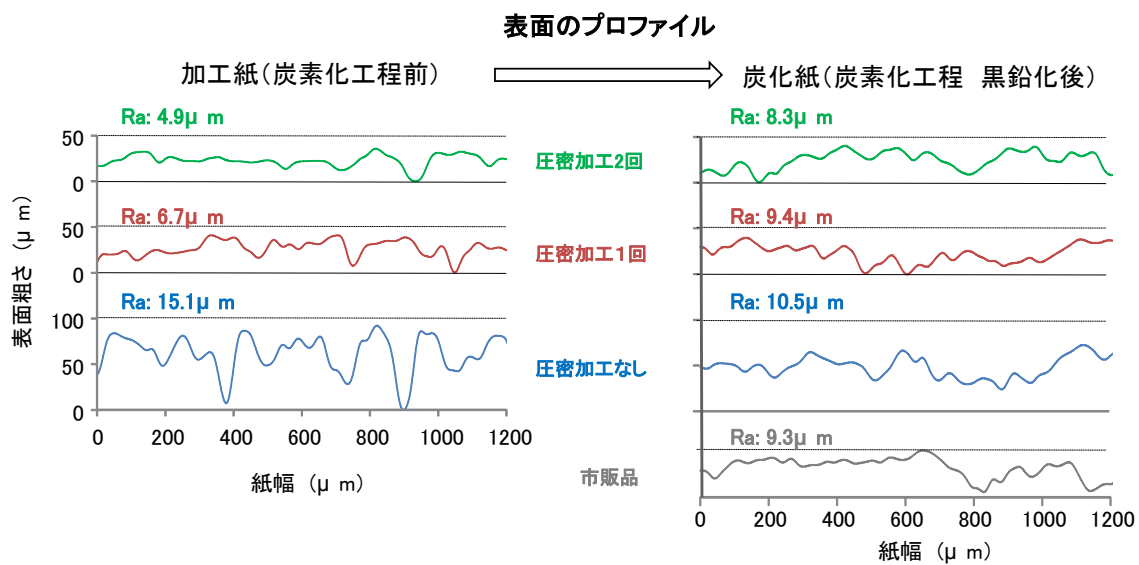


図19 紙および開発した薄型化GDLの表面プロファイルと圧密加工による表面平滑化

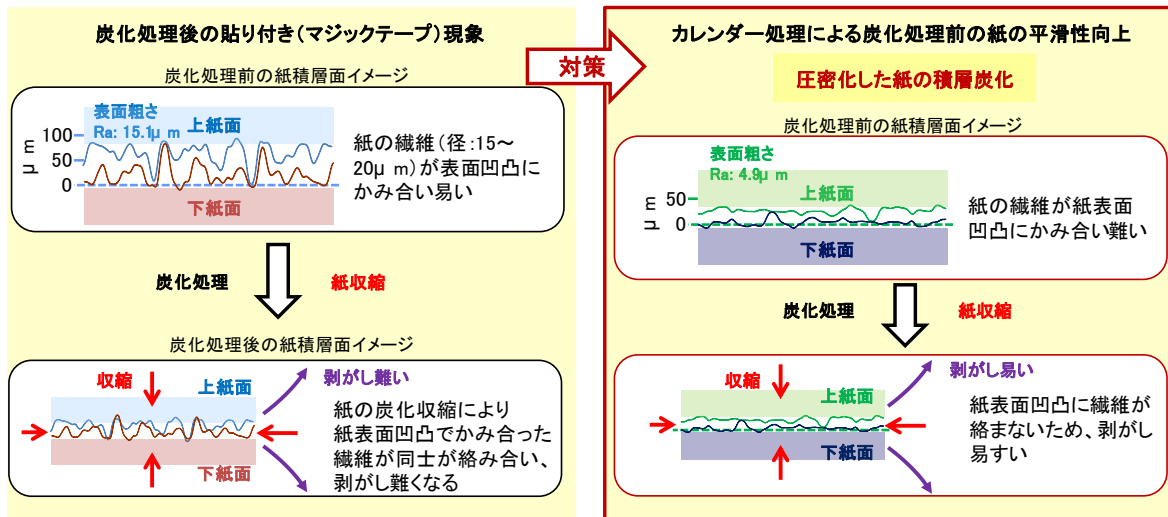


図20 圧密加工による表面平滑化と炭素化工程後の紙の貼り付き抑制

カレンダー処理最適化と不融化処理技術の組み合わせの相乗効果によって、加工紙および炭化紙の表面粗さは低下した。特に、炭化紙の表面粗さは圧密処理なしに比べて約20%低減し、開発した薄型GDLは市販GDLに比べて表面平滑性が高い。さらに加工紙の平滑性の向上によって炭素化工程後の紙同士の貼り付き(マジックテープ)現象は抑制され、紙同士が剥がれ易くなった。結果として、生産性の向上を伴い厚さのバラツキが抑えられたと考えられる(図20)。

開発した薄型化GDLの加圧下における厚さ方向の電気抵抗を図21に示す。薄型化GDLの電気抵抗は市販GDLに比べ加圧開始初期の電気抵抗の低下率が大きい。これは薄型化GDLの平滑性向上により接触抵抗が低く抑えられたためであり、市販GDLに比べて加圧時の電気抵抗は低い。燃料電池部材としてスタッキングされるとGDLには一定の圧縮圧力が加わるため、加圧下における厚さ方向の電気抵抗の変化はGDLの重要な特性となる。また、炭素化工程で2000℃以上の黒鉛化処理(明智セラミックス株式会社)をした薄型化GDLの電気抵抗(1

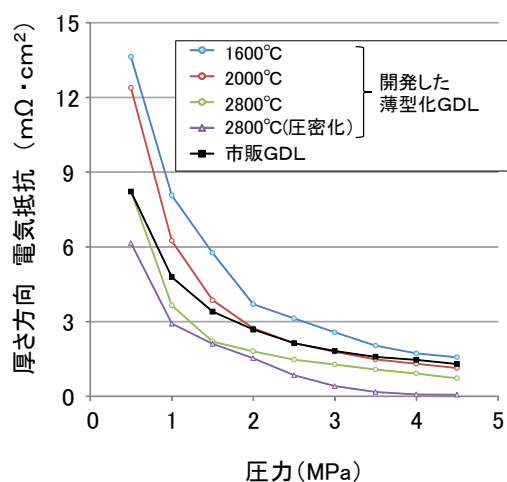


図21 加圧下における開発した薄型化GDLの電気抵抗

MP a加圧時)は $3\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (市販GDL : 約 $5\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$) と非常に低く、導電性は極めて高い。炭素化工程 1600°C 処理において、その電気抵抗は $8\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ であり、目標の $10\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ 以下を達成には、必ずしも黒鉛化処理のような高温炭化処理が必要であるとは限らない結果であった。

薄型化・軽量化が、GDLの重要な特性である気体透過特性(貫通細孔径、透気度)に及ぼす影響を分析・評価した。開発した薄型化GDLの貫通細孔特性を図22に示す。薄型化GDLの貫通細孔は、開発当初に比べて薄型化に伴い大きくなり、またPEFC発電時のフラッディング

抑制のため、市販GDL ($20\sim 25\mu\text{m}$)と同様の細孔に合わせてきた。薄型化に伴う薄弱化抑制を目的にGDLの厚さを $100\mu\text{m}$ に規正し、かさ密度や剛性度を高めたことにより、平均貫通細孔径は約 $15\mu\text{m}$ と小さくなった。最も薄くした厚さ $70\sim 80\mu\text{m}$ のGDLに比べて、薄型化GDLの透気度(図23)は約50%にして、開発当初に比べて2倍、市販GDLに比べて中透気度レベルに設定した。

①-6 固体高分子形燃料電池の発電評価

各種試作ガス拡散層を固体高分子形燃料電池(燃料電池標準セル)に装着し、水素発生装置を用いた発電時の電流-電圧の測定やセル内部抵抗測定装置によるセル内部抵抗等の測定を行い、固体高分子形燃料電池用ガス拡散層としての発電性能評価を実施した。電気化学的な知見から、市販されているガス拡散層との性能比較および、同条件によって試作したガス拡散層の発電性能のばらつきを評価した。試作したガス拡散層と市販ガス拡散層の劣化状態を比較検討し、事業化に向けて最終的な目標である下記数値を満たすガス拡散

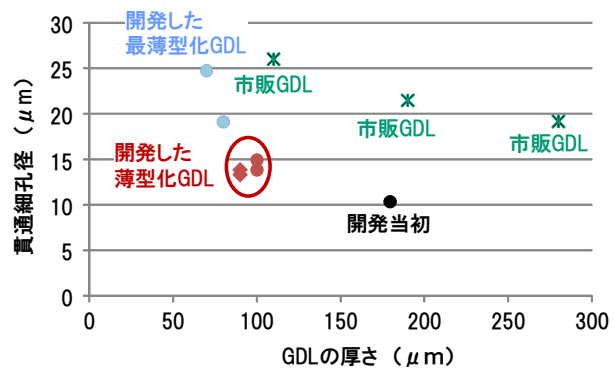


図22 開発した薄型化GDLの貫通細孔特性



図23 開発した薄型化GDLの気体透過特性

層の開発を目指した。

(1) 試作 GDL の発電試験

固体高分子形燃料電池用ガス拡散層は、製品コストの低減が求められている。本事業において開発している炭化紙の場合、その炭化・黒鉛化処理におけるコストが最も高い。そこで、各種炭化・黒鉛化処理温度で試作したGDLを用いて発電試験を行い、温度低減の可能性について検討を行った。原紙は、原料、仕込み量が同じものを用い、1600℃、2000℃、2800℃で炭化・黒鉛化処理を行った。得られたGDLの電気抵抗を表2に示す。

表2 試作GDLの電気抵抗

処理温度 (°C)	電気抵抗-面方向 (mΩ・cm)	電気抵抗率-厚さ方向 (mΩ・cm ²)
1600	31.2	8.1
2000	18.2	6.6
2800	11.5	3.9
市販品 (参考)	5.4	6.8

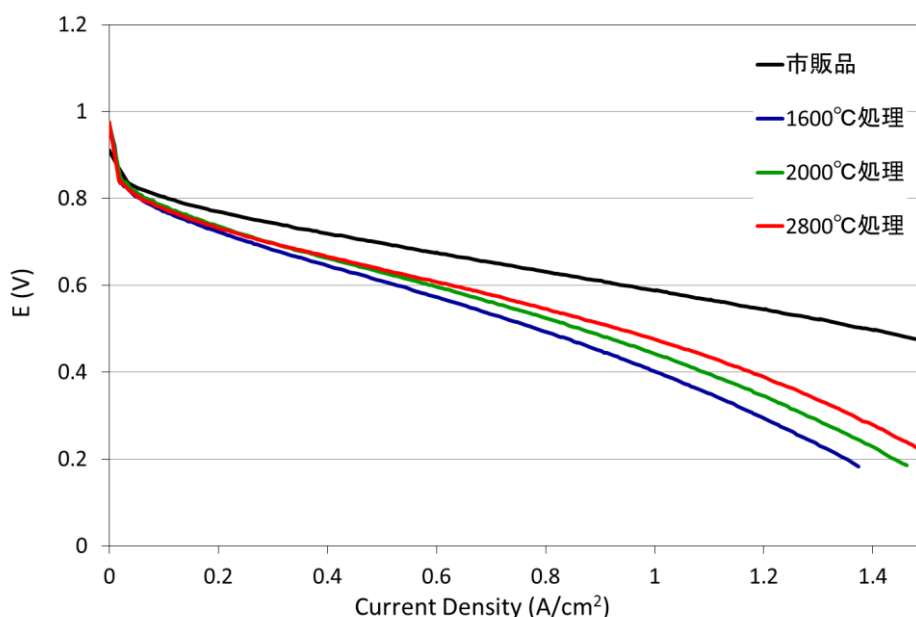


図2.4 電流-電圧特性 (炭化・黒鉛化処理温度比較)

また、炭化・黒鉛化の処理温度が異なるGDLを用いて、固体高分子形燃料電池の発電試験を行った結果を図2.4に示す。各GDLの最大出力密度は、0.41W/cm² (1600℃)、0.44W/cm² (2000℃)、0.480W/cm² (2800℃)、0.71W/cm² (市販品)であった。また、発電試験中のセル内部抵抗を測定した結果、0.

7Vにおける抵抗値は、 $274\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (1600°C)、 $245\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (2000°C)、 $193\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (2800°C)、 $146\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (市販品)であった。

以上の結果から、炭化・黒鉛化処理温度を低くすることで、GDLの電気抵抗が増大し、発電性能の低下を引き起こすことが分かった。

そこでカレンダー処理による炭化紙の圧密化がGDLの電気抵抗の改善につながることから、カレンダー処理がGDLの発電性能の及ぼす影響を検討した。カレンダー処理を0回、1回、2回行い、 1600°C にて炭化・黒鉛化したGDLを用いた発電試験結果を図25に示す。この結果から、カレンダー処理を行うと、発電性能が向上することが分かった。また、発電試験中のセル内部抵抗を測定した結果、0.7Vにおける抵抗値は、 $274\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (カレンダー処理0回)、 $206\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (カレンダー処理1回)、 $197\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ (カレンダー処理2回)であった。従って、カレンダー処理により、セル内部抵抗が低減し、発電性能が向上していることが明らかとなった。これは、電気抵抗率の結果 (カレンダー処理0回： $8.1\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ 、カレンダー処理1回： $6.4\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ 、カレンダー処理2回： $6.2\text{m}\Omega \cdot \text{cm}^2$)とも合致した。

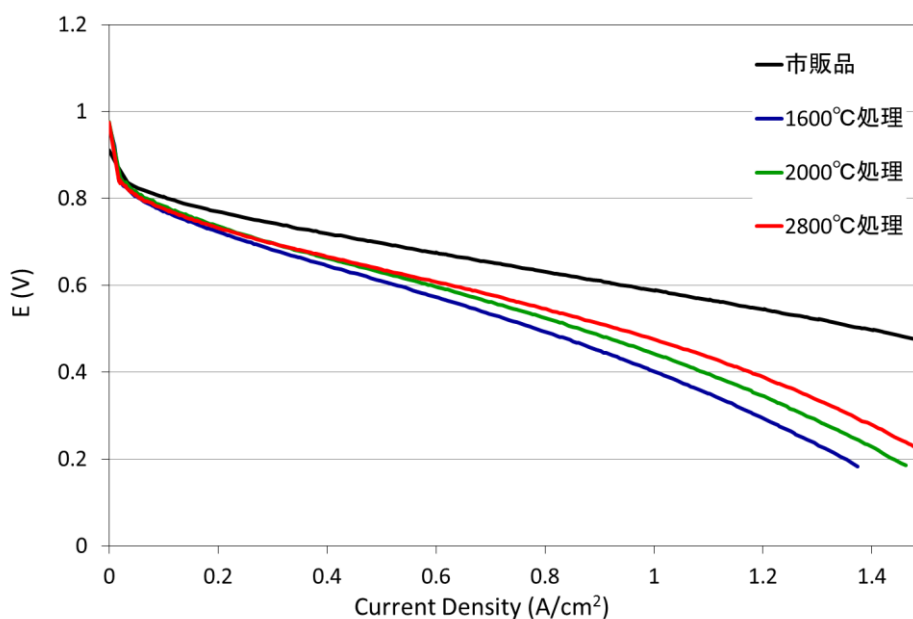


図25 電流-電圧特性 (カレンダー処理比較 (1600°C))

また、カレンダー処理後 2800°C で炭化・黒鉛化したGDLの発電試験結果を図26に示す。カレンダー処理後、 2800°C にて炭化・黒鉛化処理を行った場合、発電性能が低下していることが分かった。特に、カレンダー処理を2回行った場合、電流密度約0.

8 A/cm²以上の高電流密度域で、顕著な電圧降下が見られた。これは、発電によって生成する水の影響であると考えられる。一方、電気抵抗率はそれぞれ、3.9 mΩ・cm²（カレンダー処理0回）、3.3 mΩ・cm²（カレンダー処理1回）、3.7 mΩ・cm²（カレンダー処理2回）といずれも同程度の値を示した。

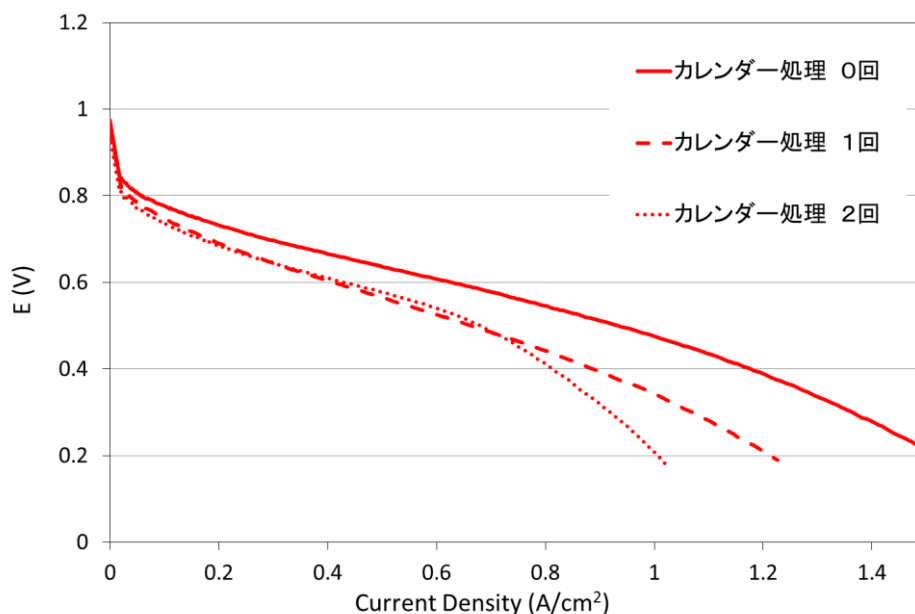


図26 電流－電圧特性（カレンダー処理比較（2800℃））

以上の結果、炭化・黒鉛化処理温度が1600℃のような黒鉛化が十分得られない条件では、カレンダー処理によって圧密化されることで、抵抗値が低下し、発電性能の向上に寄与することが分かった。しかし、2800℃で炭化・黒鉛化を行う場合、カレンダー処理の有無で抵抗値は変化が見られず、逆に圧密化の影響によってガスの拡散性および、生成水の排出阻害が大きくなることが分かった。

ここで、カレンダー処理による圧密化の効果を検証するため、カレンダー処理2回・1600℃と、カレンダー処理0回・2800℃のGDLの発電試験結果を比較した（図27）。カレンダー処理2回・1600℃と、カレンダー処理0回・2800℃のGDLは、ほぼ同程度の性能であることが分かった。特に、電流密度0 A/cm²から約1.3 A/cm²までの領域では、カレンダー処理2回・1600℃のGDLの性能が高い。これは、圧密化によって抵抗値の改善が見られたことによるものと考えられた。また、約1.3 A/cm²以上の領域では、濃度過電圧による電圧降下が顕著であった。これは、GDLの透気度（カレンダー処理2回・1600℃：1745 μm/Pa・s、カレンダー処理0

回・2800℃：2779 $\mu\text{m}/\text{Pa}\cdot\text{s}$ ）との関連が高いと考えられた。

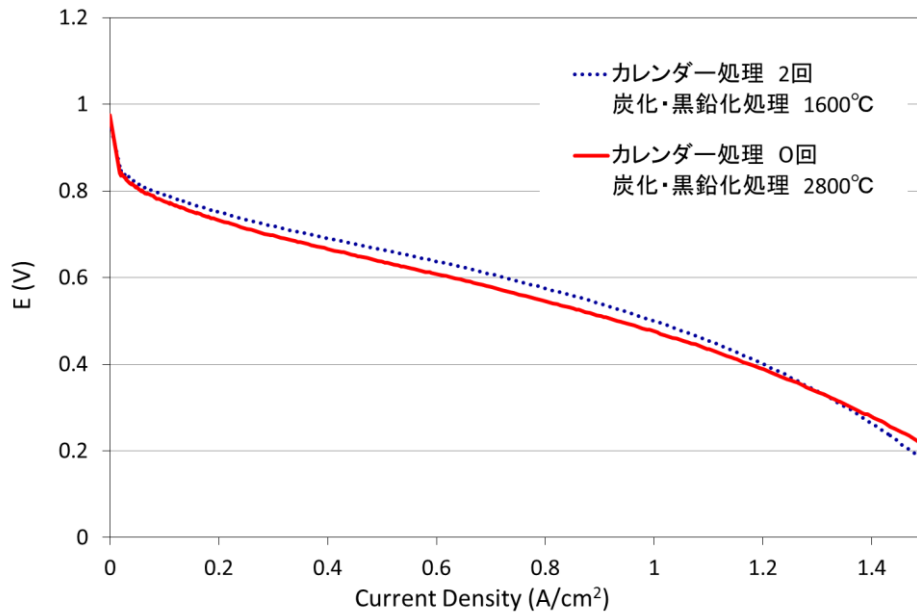


図27 電流－電圧特性（カレンダー処理効果の検討）

(2) サンプル出荷用 GDL の燃料電池評価

(2-1) サンプル出荷用 GDL の発電試験

厚みが100 μm のサンプル出荷用 GDL を、炭化・黒鉛化処理温度 1600℃、2000℃にて試作した。このGDLを用いて発電試験を行った結果を図28に示す。炭

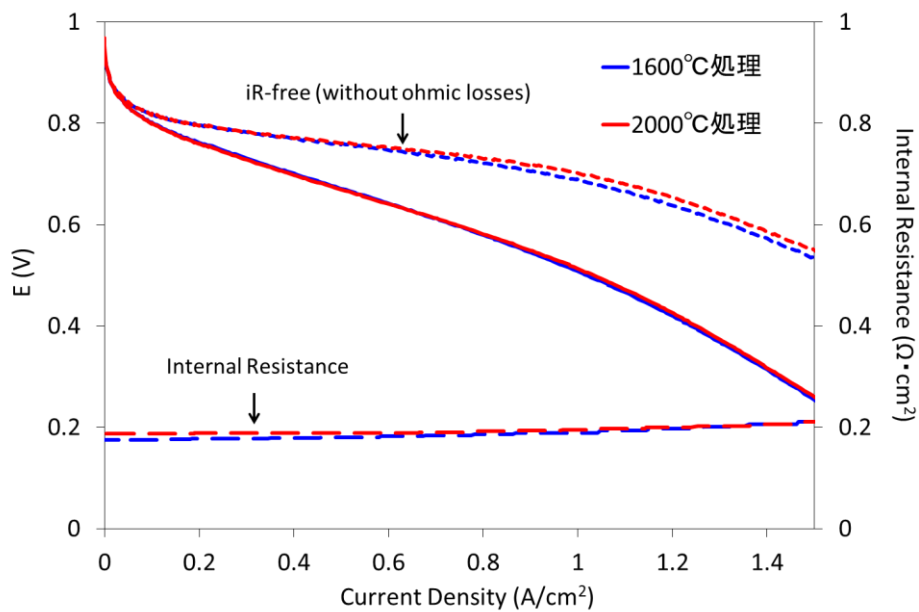


図28 電流－電圧特性（GDL 0.1 mm厚）

化・黒鉛化処理温度1600℃、2000℃とも同等の発電性能を有していた。また、内部抵抗は、約 $0.2\Omega \cdot \text{cm}^2$ と、市販品（約 $0.1\Omega \cdot \text{cm}^2$ ）に比べて高い値であった。さらに、内部抵抗の値を取り除いた結果を図28に $iR\text{-free}$ として示した。この $iR\text{-free}$ 線図から、電流密度 $1\text{A}/\text{cm}^2$ 以上の領域で電圧降下が見られた。これは、ガスの拡散性および水の排出に関する影響であると考えられる。

(2-2) サンプル出荷用 GDL の発電性能のバラツキ

サンプル出荷用 GDL の発電性能のバラツキを評価した。上記、炭化・黒鉛化処理温度1600℃のGDLを用い、再度発電試験を行った（計4回）。その結果を表3に示す。なお、バラツキは、（最大値と最小値の差÷平均×100（%））により求めた。発電性能のバラツキは6.9%であり、目標としていた20%以内であることが示された。

表3 発電性能のバラツキ

	1600℃処理			
	1回目	2回目	3回目	4回目
最大出力密度 (mW/cm^2)	507.1	527.3	497.0	519.8
平均 (mW/cm^2)	512.8			
バラツキ (%)	6.9			

(2-3) サンプル出荷用 GDL の耐久試験

炭化・黒鉛化処理温度1600℃、2000℃、および市販 GDL（TGP-H-030：110 μm 厚）を用いて、耐久試験を行った。なお、耐久試験条件は、燃料電池実用化推進協議会が推奨している、0.6Vと0.9Vの電位変動を1000回行い、その前後での発電性能の比較を行った。その結果を表4に示す。なお、耐久試験後の発電性能比は、（耐久試験後の最大出力密度/耐久試験前の最大出力密度×100（%））により求めた。本試作品はいずれも、6%以内に劣化が抑制されており、市販品以上の性能を有することが分かった。

表4 耐久試験前後の発電性能比

	耐久試験後の発電性能比 (%)
市販品 (110 μm)	87.8
処理温度1600℃品 (100 μm)	94.5
処理温度2000℃品 (100 μm)	94.1

これは、GDL 自体の劣化だけではなく、電極層や電解質膜の劣化要因を抑制していることが示唆された。以上の結果から、目標としていた市販ガス拡散層との耐久試験後の発電性能比20%以内であることが示された。

2) ガス拡散層の生産性の向上への対応

②-1 高生産性処理方法の開発

数種類の繊維状有機物及び樹脂が使用されている紙の炭素化は熱収縮を発生し、原料の収縮発生温度や収縮率の違いにより厚み変化、寸法変化をもたらすばかりか表面の平滑性を減少させる。ガス拡散層の品質に及ぼす悪影響を最小化するために求められる熱処理条件の精緻なコントロールをバッチ生産方式にて実施する。バッチ生産での生産性は、①バッチ単位での加工数量、②熱処理時間、③冷却時間、④入れ替え時間、に左右される。②は品質を重視する事項である為に短縮はできず、④は方法によって大きく左右されない。よって本研究項目では①、③に重点を置き、高生産性を維持するバッチ生産方式を検討した。

炭化処理時の紙の融着は生産性に影響を与えるだけでなく、厚さやそのバラツキ、製品品質に影響を及ぼすため、前駆紙どうしの熱融着防止方法について検討した。研究項目①-3で開発する加工紙の融着防止（不融化处理）技術とその連続加工条件を基に、不融化处理を連続加工できる方法及びその装置を検討した。不融化处理と炭化処理とを組み合わせる炭化紙を高生産できるバッチ生産装置の仕様を決定した。

(1) 樹脂種と不融化条件の関連

洋紙に塗布したアクリル樹脂とエポキシ樹脂を種々の不融化条件にて処理し、その後積層炭化を行い融着の状況を確認した。融着を防止する不融化条件はいずれも異なったが、概ねいずれの不融化条件も200℃以上でセルロースの分解を起こさない範囲での加熱条件が必要で、数十分の酸化処理が有効であった。

(2) カレンダー処理による圧密化の貼り付き防止効果

積層炭化での炭化紙同士の『貼り付き』の原因としては、樹脂による融着と繊維の絡み付きによるマジックテープ現象が考えられた。樹脂による融着は不融化处理により解決できた。繊維の毛羽によるマジックテープ現象を解決するため、表5に示す条件でカレンダー処理を行い、炭化処理後の剥離性を評価した。その結果、不融化前のカレンダー処理による圧密化が炭化紙の剥離性を高める効果が認められ、カレンダー処理によって紙表面

表5 カレンダー処理による圧密化及び不融化条件が炭化紙の剥離性に及ぼす影響

カレンダー タイミング・条件	不融化前 1回通し	不融化前 2回通し	不融化後 1回通し	不融化後 2回通し	なし
剥離性	3.7	3.8	1.0	1.2	3.6

カレンダー処理条件 : 上; コットンロール 下; スチール製加熱ロール、表面温度 110°C 荷重 3 トン

不融化処理条件 : 240°C x 45 分

炭化処理時の積層荷重 : 20 g/cm²

の毛羽立ちが抑えられたと考えられる。一方、不融化処理後のカレンダー処理は逆効果になった。これは樹脂表面が酸素付加されているのみで樹脂内部の可塑性が残存したため、炭化処理時にその未不融化の残存樹脂による融着が生じたと考えられた。

(3) 紫外線 (UV) 照射による不融化処理の効果

積層炭化の前処理として不融化処理は炭化紙の剥離性向上に効果があり、結果として炭化紙の厚さの安定性や厚さのバラツキ低減を改善することができた。そして、不融化温度条件は高いほど有意という結果であった。しかし、前駆紙原料にセルロース繊維が使用されているため、不融化効果が顕著に発現する 200°C 以上では繊維の熱分解が始まる問題があった。不融化時点での熱分解 (炭化) の開始は、炭化紙の寸法安定性、強度低下への悪影響のみならず、不融化装置に排ガス処理装置が必要になることなどから望ましくない。熱分解が始まる温度以下での不融化処理が必要になった。

そこで不融化とは熱可塑性樹脂への酸素付加という反応であり低温下での反応には温度に代わるべきエネルギー源が必要になることから、光酸化による物質の劣化原理を応用し、紫外線エネルギーの活用を考えた。そこで紫外線による前駆紙の酸化処理方法を検討した。波長 350nm の UV を前駆紙に照射した結果、数分間の処理で加熱による不融化と同様の効果が認められた。この条件を十分達成できる UV 照射による連続不融化装置の開発が必要であり、研究項目②-2 で記述する装置を開発した。

②-2 高生産性炭化処理装置の開発

精緻な温度コントロール、有機物の熱分解による可燃性ガスの処理が可能な炭化装置を開発し、研究項目②-1 で確立した高生産性のバッチ生産方式による炭化処理の検証を実施した。この装置を用いて高品質ガス拡散層の生産性を評価し、炭素化工程における生産性向上とコスト低減を検討した。

開発・設計した炭化装置の構成・構成部の配置に基づき導入した炭化装置を使用し、バッチ生産方式による炭化処理についてさらなる検証を進めた。①-3 や②-1 で検討し

た不融化処理と組み合わせ、炭化装置用付帯装置の仕様を設計、製造した。また、一酸化炭素測定機による発生ガス測定の行い、処理効率等を検討した。高生産性に関わるバッチあたりの前駆紙処理枚数、バッチサイクル時間を追求するとともに、製品の品質に関するセル内の積層炭化物の品質バラつき、バッチ内9セル間における炭化紙の性能バラつきを検証、装置の特異性を明確化し、目標の生産性を目指した。

炭化処理は開発した多段セル型炭化装置（図29）を使用して実施した。

（1）炭化装置の改良

（1-1） 灰化問題の対策

炭化工程後の炭化紙が灰化する現象が生じた。これは冷却時に炉内に流入する空気によるもので、炉内負圧による空気流入を防ぐため窒素ガスを注入しているが、窒素ガス注入の効果がないことを意味していた。そこで冷却時に注入する窒素ガス量及び窒素ガス中の酸素濃度、排気口での酸素濃度を測定し、空気流入サイトの特定を行った。結果、排気口での酸素濃度が高く、排気口から炉内に空気が流入したと考えられ、以下の対策により解決した。

対策 1：炉の扉、背面のビス止め部、測温体導入部、の気密性を改善した。

対策 2：窒素ガス中の残存酸素濃度を100ppm 以下とした。

（1-2） 排ガス処理装置の導入

炭化時に発生する熱分解ガスを処理するため、排ガス処理装置（図30）を設計・開発し、炭化装置用付帯装置として導入した。熱分解ガスは完全燃焼した後



図29 多段セル型炭化装置



図30 設計・開発した排ガス処理装置

に排気される。また、排ガス処理装置の導入により排気口からの空気（酸素）の流入を完全に遮断することができた。

（２）連続不融化装置の開発

高生産性処理方法の開発により得られた不融化処理の優位性を実現させるべく、UV照による不融化処理装置（図31）を設計・開発し、炭化装置用付帯装置として導入した。



前駆紙をロール to ロールでUV照射することが可能となり、連続して熱可塑性樹脂の不融化を行うことができた。

図31 設計・開発した連続不融化処理装置

3) 事業化の検討

ユーザーである自動車株式会社に燃料電池車市場導入状況の調査を行い、燃料電池部材技術について意見を取り入れ開発を進めた。燃料電池車の2015年市場導入以後の燃料電池普及拡大期における部材供給を目指した試作開発を通して、事業化を検討した。

本研究事業では、高価な炭素繊維を用いた市販GDLの製造方法に比べて、製紙工程で紙を製造し、炭素化工程でその紙を炭化・黒鉛化するユニーク製造方法によって、薄くバラツキが少なく、軽いGDLの開発するため、「製紙工程」「炭素化工程」の高度化を実施した。その結果、目標としていた0.1mmよりも薄く、軽量化されたGDLを生産性高く製造することが可能になった。この方法によって製造された炭化紙は市販GDLに相当する物性を示し、特に黒鉛化された炭化紙の導電性は市販GDLよりも高く、市販GDLに代わる材料として期待できる。

自動車メーカー各社は燃料電池車の2015年の市場導入を計画している。コンペティターのGDLが燃料電池の実証テストを完了していることを考えると、本事業の成果である「炭化紙を利用した固体高分子形燃料電池用ガス拡散層」の事業化では、2015年の燃料電池車市場導入以後の燃料電池車の普及拡大期における部材供給を目指すことになる。自動車メーカー各社が燃料電池車の小型化を進める上で、本事業の成果である炭化紙が市販GDLより薄くて軽い部材であることは技術的な一番の強みではあるが、それ以上にコストポテンシャルが重要なファクターとなる。実際に本事業開始時よりも燃料電池車に用いられるGDLのコストは一段と厳しくなっており、2015年のGDLコストは2011

年比で1/70 (約5000円/m²)になると予想されている。本事業で開発した薄型化GDLがこのコストをクリアするには、月産2000m²をベースにして炭素化工程の処理温度は2000℃未満が条件となる。

本事業で開発した薄型化GDLの特性評価では、炭素化工程で2000℃以上の高温で黒鉛化されたGDLが物性面で市販GDLよりも導電性で高い特性を示した。2000℃未満の炭素化工程でも、ユーザーから求められた薄型化・軽量化を実現し、現行の市販GDLに相当する物性評価であった。しかし物性面だけではユーザーに対するインパクトが弱く、コスト面と機能面でも十分にユーザーが求める実用性が必要となった。

表6 ユーザー評価用GDLの特性

厚さタイプ	坪量	密度	電気抵抗		表面粗さ Ra (μm)	曲げ特性				透気度 (μm/Pa·s)	貫通細孔径 (μm)	
			面方向 (mΩ·cm)	厚さ方向 (mΩ·cm ²)		剛性度 曲げモーメント		曲げ弾性率				
						縦 (mN·m)	横 (mN·m)	縦 (GPa)	横 (GPa)			
★ユーザー評価用薄型化GDL												
M&G1600	90μ mタイプ	22	0.25	22	9	7	0.16	0.11	4.6	3.1	1210	13
	100μ mタイプ	25	0.25	22	9	5	0.24	0.20	5.5	4.5	1010	15
M&A2000	90μ mタイプ	23	0.27	12	5	6	0.16	0.15	5.3	4.9	1050	14
	100μ mタイプ	29	0.27	9	5	6	0.31	0.26	5.4	4.7	1020	14
★本事業でこれまでに開発した薄型GDL(一部)												
M&G1600	80μ mタイプ	19	0.24	22	6	-	-	-	-	-	1980	19
M&A2800	70μ mタイプ	16	0.22	7	3	8	-	-	-	-	2040	25
従来開発品	125μ m	47	0.39	3	3	-	0.86	0.22	10.1	2.6	490	10
市販GDL	280μ m	122	0.43	5	7	8	12.03	6.48	11.9	6.4	540	19
	190μ m	83	0.42	6	5	8	3.66	1.88	11.6	6.0	900	21
	110μ m	41	0.38	7	5	9	0.35	0.30	5.7	4.9	1770	26
							(0.19)	(0.16)	厚90μ m換算値			
							(0.26)	(0.23)	厚100μ m換算値			

このことから事業化を目指すため、コスト面を考慮したユーザー評価用サンプル、炭素化工程2000℃未満で製造した薄型化GDLを試作した。現時点におけるユーザー評価用サンプルの特性を表6に示す。市販ガス拡散層に相当する物性を満たし、ユーザーから求められた薄型化を実現した。また、PEFC発電において2000℃以上で処理したス拡散層と同等の性能が得られた。耐久性は、市販ガス拡散層以上の耐劣化性を確認した。

現在、ユーザーによるPEFC発電性能評価を実施している。今後、さらなる作り込みを行い、その実用性を確認し、事業化につなげる。

4) プロジェクトの管理・運営

研究開発推進委員会を2回開催し、アドバイザー等の意見を聴取するなど目的達成に向け研究開発を推進した。また再委託機関の密な連携を図り、適宜、担当者間でミーティングを開くなど、目的達成に努めた。

最終章 全体総括

導電特性や半導体特性、光学特性等のより多様・高度な電気特性等をより簡便に付与するための織染技術の開発（中小ものづくり高度化法及び中小ものづくり高度化指針に定める高度化目標）の中で、自動車用燃料電池セルスタックの軽量化・コンパクト化・低コスト化に対応した固体高分子型燃料電池ガス拡散層の薄型化および厚さのバラツキの低減、軽量化、生産性の向上を目指した。

本事業で研究開発した新技術の特徴は、美濃和紙の機械抄紙技術の厚さ制御・重量制御・生産性を活用し、炭素繊維でなく繊維状有機物を原料に紙を抄紙後、炭素化する方法を用い、これらを高度化したことである。これにより固体高分子形燃料電池用ガス拡散層に要求される基本性能（導電性、ガス透過性、排水性）を維持しつつ、燃料電池の軽量化・コンパクト化・低コスト化に対応した、薄い、厚さのバラツキの少ない、軽いガス拡散層の製造が可能となり、バッチ式ではあるが生産性の高い製造技術が実現した。

新技術は大きく「製紙工程」と「炭素化工程」の2つの工程に大別でき、各工程に導入された設備と独創的なアイデアで当初設定した目的・目標を達成することができた。特に、製紙工程における紙の“圧密化処理技術”と炭素化工程における加工紙の“不融化処理技術”の開発に成功したことが、本技術のキーとなっている。これら技術の組み合わせと連携により、より高い技術へと発展した。このことによって開発されたガス拡散層の薄型化、厚さのバラツキ低減、軽量化が大幅に向上し、試作されたガス拡散層は、厚さが最薄で0.07mm、重さが最軽で約15 g/m²となり、設定した目標厚さ（0.1～0.15mm）、軽さ（50g/m²）よりも薄く、軽く仕上げる事ができている。加えて、機械特性や導電特性も向上した。生産性については、最も律速段階であった炭素化工程の炭化処理の生産性が向上し、開発装置1機のみで2,000m²/月を達成できる計算となっている。この生産性の向上は、ガス拡散層のコストポテンシャルを増大させる要因となり、具体的には月産2000m²をベースにして炭素化工程の処理温度は2000℃未満を条件とすると2015年以後に予想される市場のGDLコストを満たす状況となった。

本事業ではコストを考慮し、事業化を見据え、炭素化工程2000℃未満でユーザー評価用ガス拡散層を試作した。ハンドリング性、強度などの実用性から、厚さ0.1mmのガス拡散層を試作した。このユーザー評価用ガス拡散層は市販ガス拡散層に相当する物性を満たし、ユーザーから求められる薄型化を実現した。また、PEFC発電において20

00℃以上で処理したガス拡散層と同等の性能が得られている。耐久面においても、市販ガス拡散層以上の耐劣化性を確認している。今後は、厚さ0.1mmを基準にしてユーザーの仕様に応じた設計ができるようになっている。

現在、試作したユーザー評価用ガス拡散層はユーザーによるPEFC発電性能評価を実施している。今後、さらなる作り込みを行い、その実用性を確認し、事業化につなげる。