

屈折コントラストイメージングによる
固体高分子型燃料電池中での水分発生状況確認手法の開発
**The technological developments for observing the generation of water
within PEFC(Polymer Electrolyte Fuel Cell) using refraction contrast
imaging method**

大橋一俊, 原田謙吾, 末広省吾, 島田真一, 木村宏, 高橋照央
Kazutoshi Ohashi, Kengo Harada, Shogo Suehiro, Shinichi Shimada, Hiroshi Kimura, Teruo Takahashi

樹住化分析センター
Sumika Chemical Analysis Service, Ltd.

弊社では、固体高分子型燃料電池（PEFC）における放射光での屈折コントラストイメージング手法の適用可能性について検討を実施している。これまでに、兵庫県 BL（BL24XU）のマイクロビームを用いて、セル内の局所に発生する水滴の観察には成功している（課題番号：2007A3220）。それをもとに、BL19B2にてよりマクロな視野での発生状況の観察条件検討を行った。その結果、屈折コントラストイメージングによる PEFC の観察がマイクロ領域からマクロ領域まで幅広い範囲で適用できることを確認した。

キーワード： 屈折コントラストイメージング、PEFC、生成水

【背景と研究目的】

自動車用固体高分子形燃料電池（PEFC）は環境負荷が少ない発電デバイスとして開発が盛んであるが、高い変換効率や長寿命化の実現には稼動による組成、構造変化を解明する必要がある。とりわけ、耐久性に優れる触媒層、高分子電解質膜の開発は早期実用化のキーポイントであり、実装試験での組成、構造変化を解明する研究が鋭意進められている。

この変化の解析には、触媒粒子の状態解析に電子顕微鏡や電子線マイクロ分析手法、高分子電解質膜の組成、構造変化を解析するため核磁気共鳴や、各種の有機分析手法、小角 X 線散乱が目的に応じて組み合わせられ用いられる。

しかし、これらの実験室レベルの装置を用いた分析では、光源のエネルギー不足から、必要とする空間的・組成的な分解能や応答強度が得られない場合がある。この問題を解決するためには、高輝度の放射光を用いた測定が有効である。特に、稼動状態での変化をリアルタイム観察することは、PEFC の性能を評価する上で最も有力である。今回、我々は放射光 X 線屈折コントラストによる PEFC 発電状態における生成水の発生状態観察を行った。

【実験】

使用したビームラインは BL19B2 で、観察条件は下記の通りである。PEFC 発電性能のキーとなる高分子電解質膜として、一般的なフッ素系膜の他に、炭化水素系膜（芳香族系ランダム型およびマルチブロック型ポリマー）を MEA（Membrane Electrode Assembly）化したものを観察に供した。

1. 観察条件

- (1) 実験ハッチ； BL19B2
- (2) 使用エネルギー； 10keV
- (3) 画素サイズ； 22.4 μm □
- (4) 視野サイズ； 約45mm×8mm
- (5) 温度条件； 室温

2. 観察試料（FCセルに使用した電解質膜の種類）

- (1) 表面方向からの観察
 - ① フッ素系（Nafion）
 - ② CH系（芳香族系ランダム型ポリマー）
- (2) 断面方向からの観察
 - ① CH系（芳香族系マルチブロック型ポリマー）
 - ② CH系（芳香族系ランダム型ポリマー）

【結果および考察】

上記電解質膜による MEA サンプルで PEFC の発電条件検討を行い、放射光 X 線によるリアルタイム観察を行った。その結果、図 1 に示すようにセル表面および断面方向からの水の生成状態を観察することが出来た。ただし、屈折コントラストで水が観察できるのはセパレーター（流路）部分のみであり、触媒層を含めた MEA 内部での挙動の観察には至らなかった。

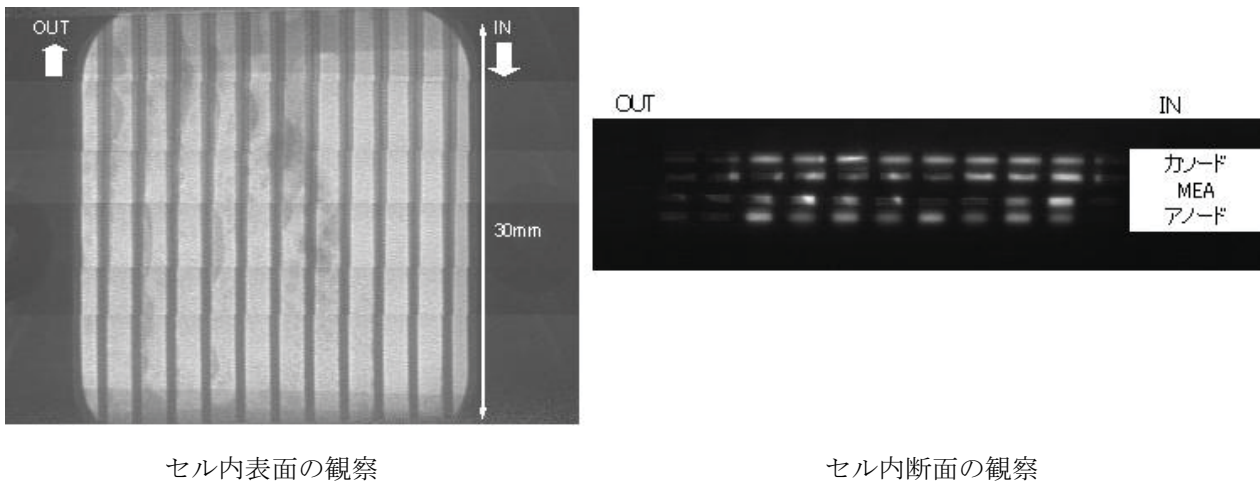


図 1. 屈折コントラスト法による PEFC 発電による生成水観察例
炭化水素系電解質膜（芳香族系ランダム型ポリマー）

【今後の課題】

- (1) 電解質膜による生成水発生の差の確認などにより、劣化との相関関係を評価する。
- (2) ガス拡散層を含めた MEA 内部での拡散状況の観察を行う。
- (3) 雰囲気制御の精密化による、より実駆動環境に近い状態でのモニタリング。
- (4) 他の時間分割評価への展開（XAFS、XRD による触媒評価および構造変化の観察）。