

# 燃料電池金属セパレータ応用を目指した SUS 上熱酸化膜に関する研究

Study of thermal oxide films for the application to metal separator of fuel cell

京大院工 ○小野 雅史, 金子 健太郎, 藤田 静雄

Dept. Electron. Eng., Kyoto University ○Masafumi Ono, Kentaro Kaneko and Shizuo Fujita

E-mail: ono.masafumi.87z@st.kyoto-u.ac.jp

## 【概要】

近年、クリーンな発電が可能なることから燃料電池に関する研究が盛んに行われている。しかし、現状ではコストが高く、性能が不十分であることが課題となっている。これらの課題解決の手段として、新たなセパレータコーティング材料として  $\text{SnO}_2$  に注目した。コーティング材料として一般的に炭素や窒化チタン(TiN)の研究が行われているが、 $\text{SnO}_2$  はこれらよりも導電性・耐腐食性に優れており、さらに  $\text{SnO}_2$  の作製に非真空成膜手法であるミスト CVD 法を用いることが出来るため、性能向上とともにコスト削減も期待できる。我々はミスト CVD 法により  $\text{SnO}_2$  をコーティングしたセパレータにより最高出力密度  $0.377 \text{ W/cm}^2$ 、750 h の連続発電試験に成功している[1]。しかし、 $\text{SnO}_2$  の剥離により耐食性が急激に悪化することで、それ以降の発電が不能となった。そこで、更なる特性向上に向けて、剥離の原因を解明する必要がある。我々は剥離の原因が、成膜時に生じる SUS と  $\text{SnO}_2$  の間の耐食性の低い  $\text{FeOx}$  にあると考え以下の実験を行った。

450 °C に昇温したホットプレート上に SUS 基板を置いてから  $\text{SnO}_2$  の成膜を始めるまでの待機時間を(a) 30 sec、(b) 2 min、(c) 4 min、(d) 8 min と変化させた 4 つの SUS 基板に対し、ミスト CVD 法を用いて 450 °C で  $\text{SnO}_2$  を成膜した。Fig.1 は、これらのサンプルに対し密着試験(80 °C の pH2 硫酸中へ 24 hr 浸漬後、テープ試験での密着性評価)を行った結果である。(c) のサンプルのみ良好な密着性を示した。(a)、(b) は待機時間の短さから、基板温度が  $\text{SnO}_2$  成膜に適した温度まで昇温されていなかったため、薄膜剥離が起こったと考えられる。一方(d) では、待機時間が長い間 SUS と  $\text{SnO}_2$  との間に  $\text{FeOx}$  が形成されてしまい、それが薄膜剥離の原因になったと考えられる。そこで熱酸化膜( $\text{FeOx}$ )の更なる解析を行うため、以下の実験を行った。

基板である SUS304 を、ホットプレート上で待機時間を 2 通りに変化して加熱したサンプルに対して、XPS 測定により Fe の化学結合状態を評価した。待機時間が 0 min と 8 min のサンプルにおける XPS の Fe2p 内殻軌道のスペクトルを Fig.2 に示す。8 min のサンプルにおいてピーク位置及びサテライトの形状から、形成されている熱酸化膜が  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  であることが分かった[2]。また、0 min のサンプルではサテライトピークが見えないことから、熱酸化膜が出来ていないことが分かる。発表では、待機時間と形成されている  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  層の膜厚との関係や、それが耐食性の低下に与える影響等について詳しく報告する。

## 【参考文献】

- [1] K. Kaneko *et al.*, The 77<sup>th</sup> JSAP Autumn Meeting, 2016, 16a-A31-9.
- [2] C.R. Brundle, T.J. Chuang and K. Wandelt, Surface Sci. 68 (1977) 459.

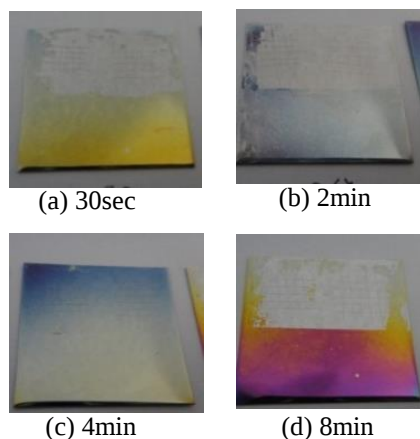


Fig.1. The result of adherence test

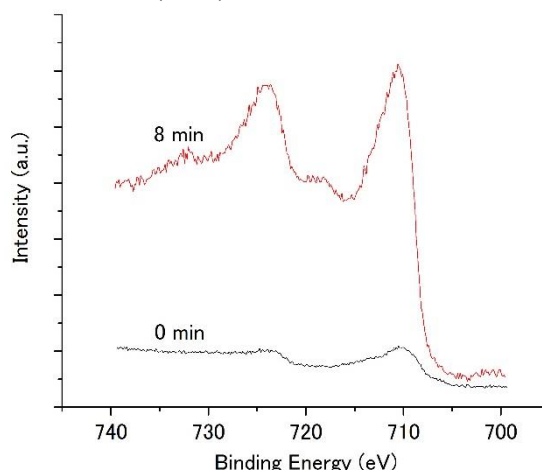


Fig.2. XPS spectra of the Fe 2p core levels