

1. 研究開発の背景・コンセプト

燃料電池用SUSセパレータの開発

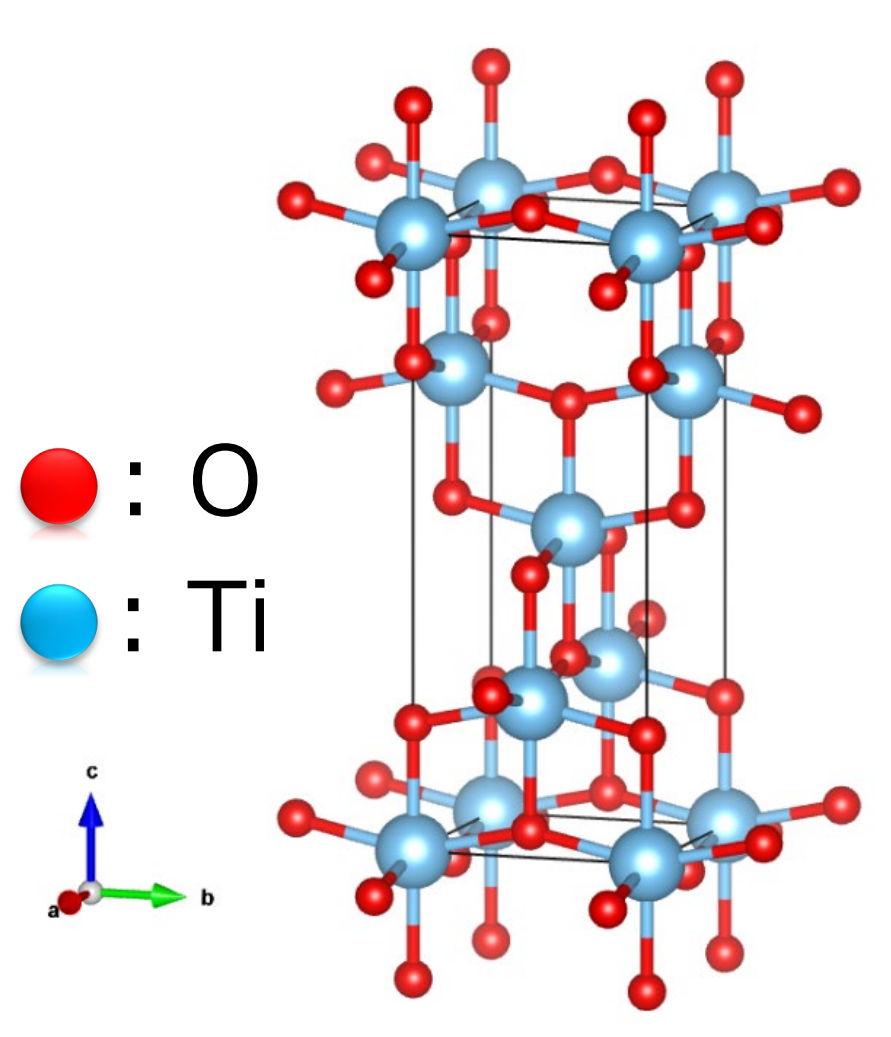


高導電性・耐酸性をもつ
保護層の開発が急務

【従来材料】
Au: 3.0 mΩ cm²^[1] ITO: 8.8 mΩ cm²^[2]
カーボン: 10 mΩ cm²^[3]
導電性高分子: 80 mΩ cm²^[4]

※SUS: ~200 mΩ cm²

導電性アナーゼ型Ti_{1-x}Nb_xO₂(TNO)薄膜



・高い電気伝導度
エピタキシャル薄膜 2.3×10⁻⁴ Ω cm
多結晶薄膜 7.6×10⁻⁴ Ω cm
Hitosugi et al., Appl. Phys. Lett. 86, 252101 (2005)
Appl. Phys. Express. 1, 115001 (2008)

・酸性溶液に対する高いエッチング耐性
~0.06 nm min⁻¹ [95℃, H₂SO₄(95 wt%)]
Hitosugi et al., Jpn. J. Appl. Phys. 50, 018002 (2011)

TNOの成膜手法 { 実用化 : ミスト化学気相堆積(CVD)法
原理検証 : スパッタ法

目的 導電性TiO₂薄膜を保護層とした低接触抵抗SUSセパレータの開発

2. 目標の達成度

接触抵抗・Fe溶出速度・成膜速度の目標値をクリア

	FY2021	FY2024	FY2030
接触抵抗	< 30 mΩcm ²	1.4 mΩcm ²	< 1.5 mΩcm ²
耐食試験後の接触抵抗	6,300 mΩcm ²	アノード: 4.9 mΩcm ² カソード: 700 mΩcm ²	< 3.0 mΩcm ²
Fe溶出速度	132 10 ⁻¹⁰ cm ⁻² h ⁻¹	0.6 10 ⁻¹⁰ cm ⁻² h ⁻¹	< 3.0 10 ⁻¹⁰ cm ⁻² h ⁻¹
成膜速度	2.5 nm min ⁻¹	60 nm min ⁻¹	> 12 nm min ⁻¹

3-1. 成果：ミストCVD成膜の自動実験

成膜実験と接触抵抗測定を自動化し、プロセス温度を最適化

2. ポストデポジションアニール
(1試料: 1時間) 手動

1. ミストCVD成膜
(1試料: 1時間) 自動化
ただし、原料溶液の調整は手動

3. 接触抵抗評価
(1試料: 数分) 自動化

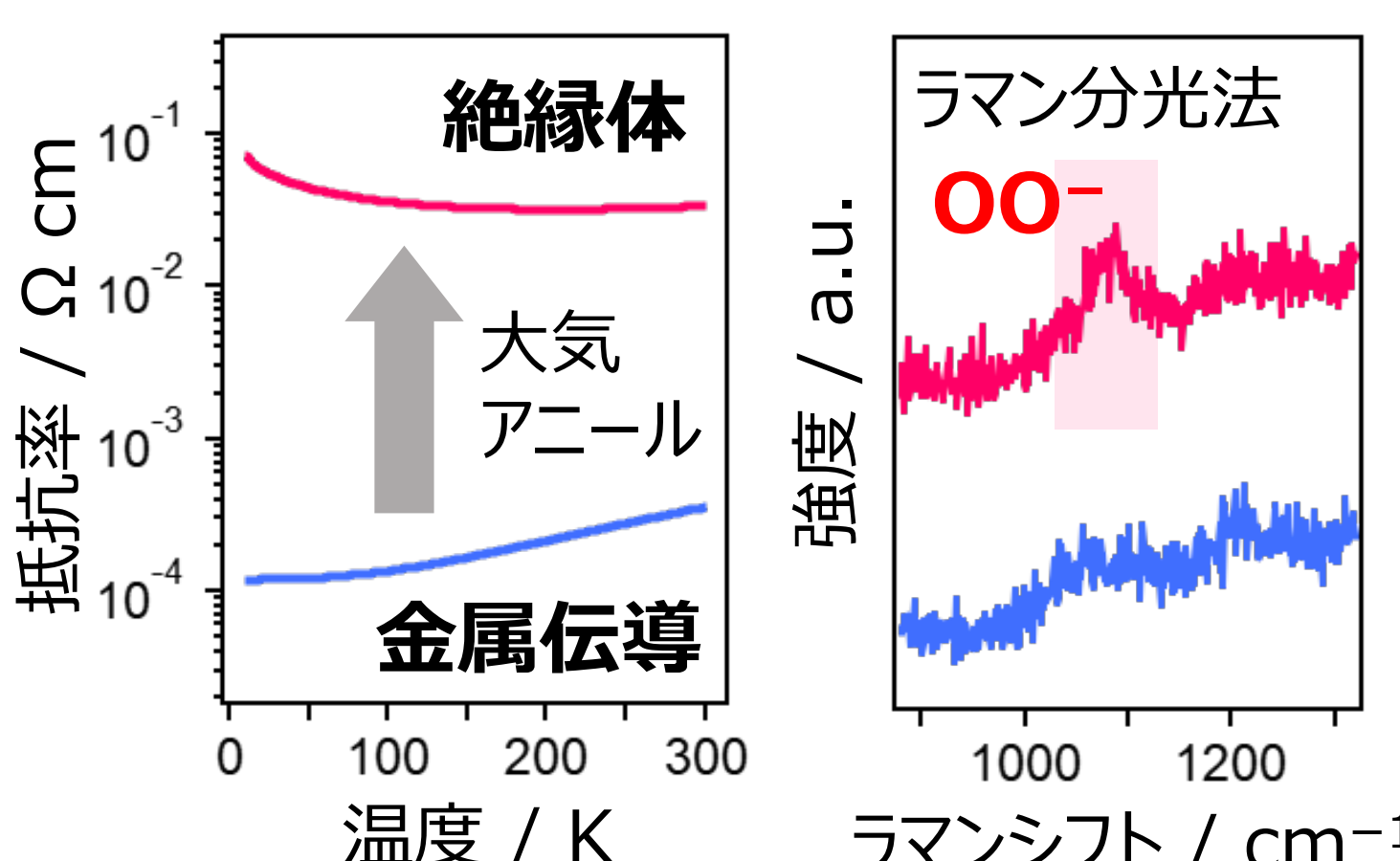
4. ベイズ最適化
(1試料: 数分)

5サイクル(5日間)で、最小値1.4 mΩ cm²を達成
(成膜温度: 420℃、アニール温度: 700℃)

Sudare, Hitosugi et al., ACS Appl. Electron. Mater. 7, 2785 (2025)

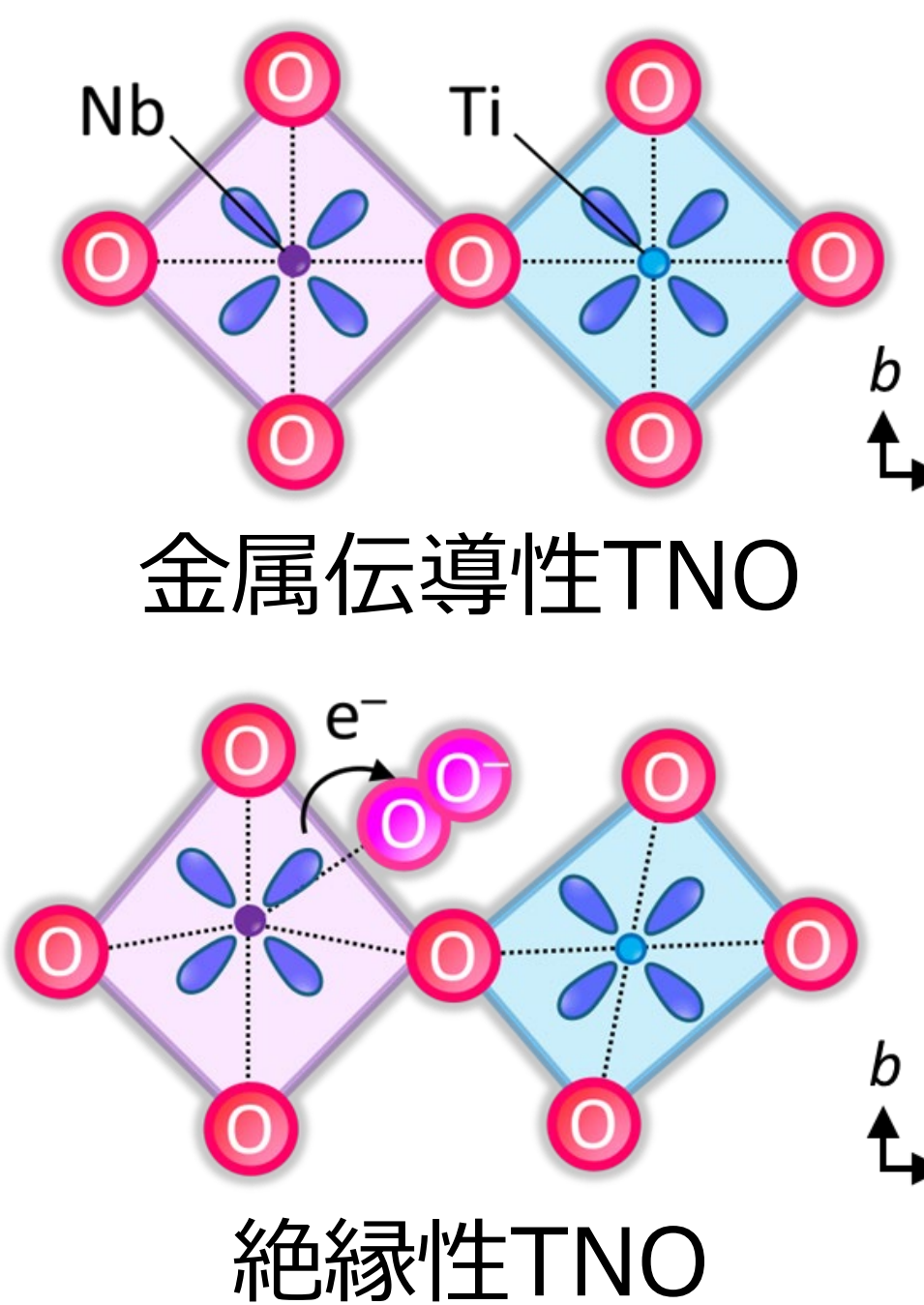
3-2. 成果：TNOの電子伝導機構

格子間酸素の役割に着目し、化学状態を解析



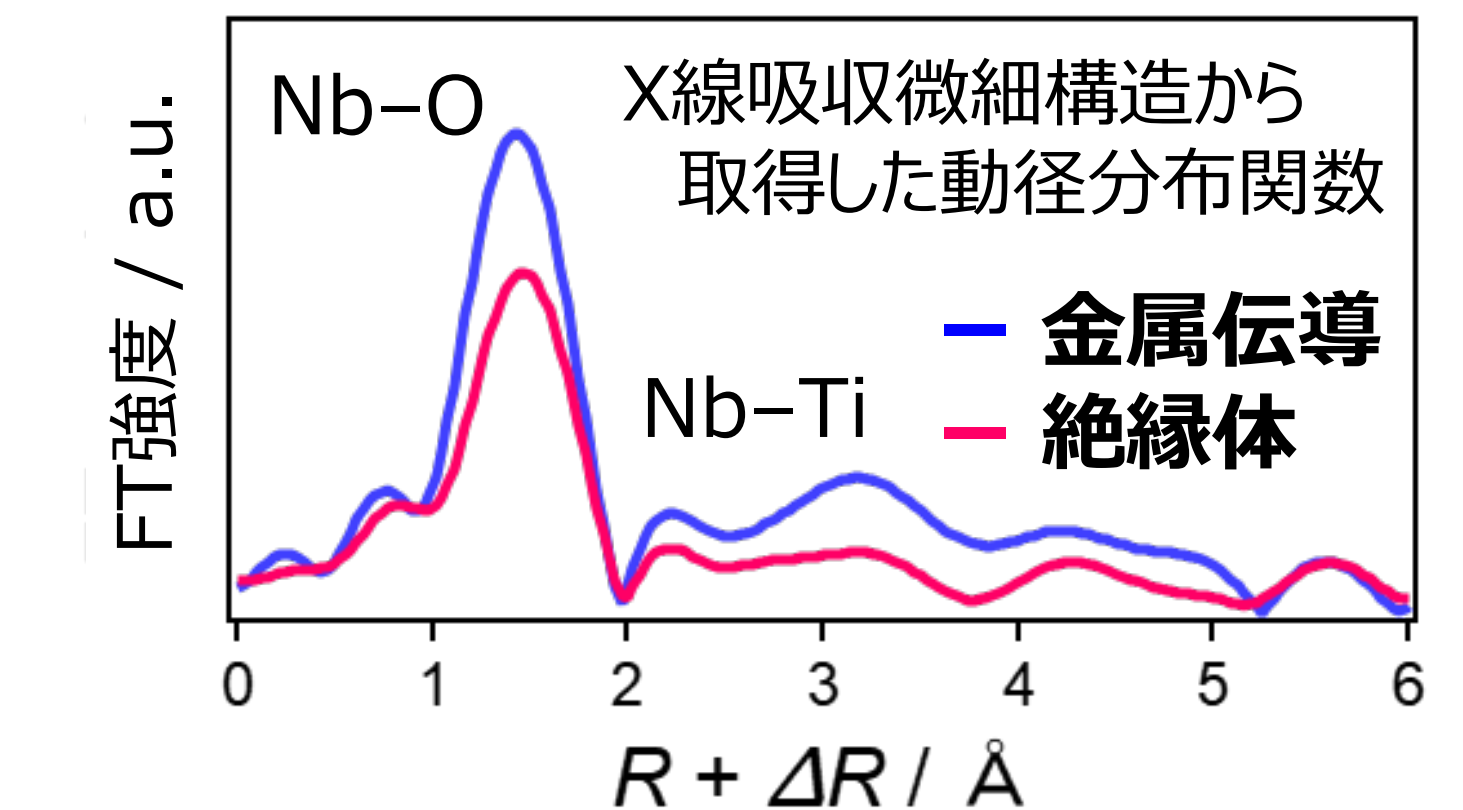
絶縁体
↑ 大気アニール
金属伝導

ラマン分光法
強度 / a.u.
ラマンシフト / cm⁻¹



金属伝導性TNO
絶縁性TNO

スーパーオキシオンが
キャリア密度と移動度を
大幅に低下



FT強度 / a.u.
Nb-O
Nb-Ti
— 金属伝導
— 絶縁体

X線吸収微細構造から
取得した動径分布関数

Sudare, Hitosugi et al., Chem. Mater. 2025, 37, 480 (2025)

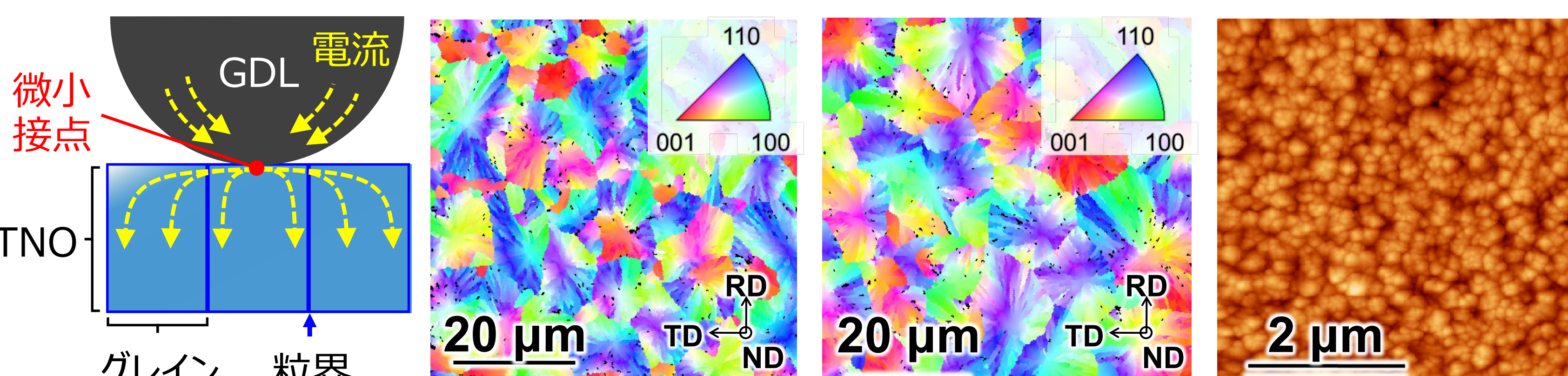
3-3. 成果：プロセス温度の低下(スパッタ法)

アモルファス膜からの結晶化によりグレインサイズを増大

★界面での電流経路

電子線後方散乱回折

原子間力顕微鏡



微小接点
GDL 電流
TNO
グレイン 粒界

20 μm 20 μm 2 μm

成膜手法: スパッタ法 スパッタ法 ミストCVD法
プロセス温度: 700℃ 500℃ 500℃
粒径・配向: 7 μm・(110)配向 9 μm・ランダム 0.2 μm
接触抵抗: 1.5 mΩ cm² 2.6 mΩ cm² 450 mΩ cm²

500℃で低接触抵抗<3.0 mΩ cm²を達成

Sudare, Hitosugi et al., submitted (2025)

4-1. 実用化・事業化の見通し

- 本研究で、TiO₂の保護層としての高いポテンシャルを実証できた
- 大面積ミストCVD装置をメーカーと共同開発し、実用化を目指す

4-2. 実用化・事業化に向けた課題

- ミストCVD法で低温プロセスの確立が必要→スパッタ知見を活用
- 腐食試験後における接触抵抗上昇の抑制→表面分析・機構解明