

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2019PM3006 実験課題名(Title of experiment) 固体酸化燃料電池セルのマルチスケール構造劣化評価 実験責任者名(Name of principal investigator) 高橋東之 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA BL20 実施日(Date of Experiment) 2019/6/14 2019/3/9

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
吊り下げスリットを用いたマルチスケール測定法により、還元温度と還元時間の異なる固体酸化燃料電池セルのサーメットアノードセルの構造変化を明らかにする。

<b>2. 試料及び実験方法</b> Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<b>2.1 試料 (sample(s))</b> NiO-YSZ サーメットアノードセル 未処理 600℃ 10 時間、100 時間 100℃ 2 時間、20 時間  <b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b> 小角交換機に吊り下げスリットを設置して測定

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

還元条件の異なるサーメットアノードの小角散乱の測定結果を図1に示す。傾きが $Q^{-4}$ に比例し Porod 領域にあることが分かる。YSZ-NiO アノードは還元により NiO から Ni へと変化する。従って未処理試料と還元試料の小角散乱強度の変化は散乱長密度差の違いに由来する。これに対して4種類の還元試料はすべて Ni サーメットアノードになっているため、小角散乱強度の違いは還元 Ni の性状を反映している。還元によりいずれの試料も散乱強度は増加しているが、1000°C還元試料では2時間から20時間で散乱強度は低下し、粒成長による界面面積の減少を反映していると考えられる。一方、600°C還元試料では10時間から100時間で散乱強度は増加している。これは時間とともに十分な Ni 粒子が生成した結果であると思われる。

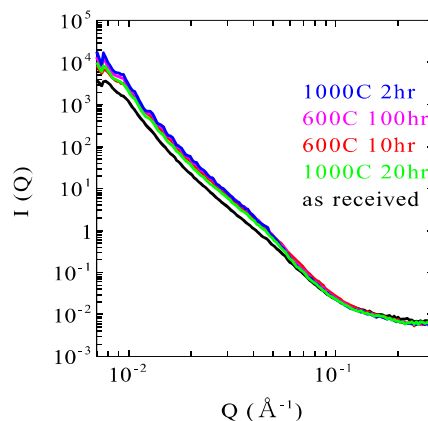


図1

これに対して、図2に示すように背面バンクからの強度データが極めて弱く、バックグラウンドの除去でも大きなノイズが残った。回折線からは YSZ、Ni、NiO などの存在が確認できるが定量的な構造解析を行うには不十分な回折強度である。

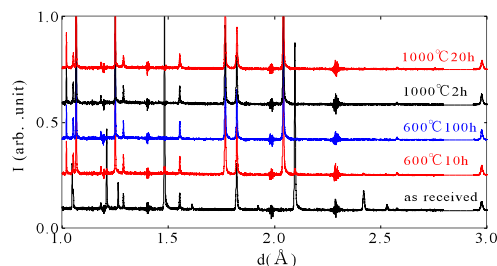


図2

原因として吊り下げスリットのビームアライメントがずれていることが考えられ、年度末に位置、傾き調整

などを行ったが十分な改善が得られず、吊り下げスリットがきわめて位置敏感であることが示唆された。これらの結果は、吊り下げスリットはルーチンの測定手法としてのマルチスケール測定には適さないことを意味しており、新たなスリットを検討する必要がある。

### 4. 結論(Conclusions)

還元条件の異なるサーメットアノードの小角散乱からニッケル粒子界面の状態が変化していることを明らかにした。

一方、マルチスケール測定のスリットとして吊り下げスリットの問題点が明らかになり、新たなスリットの開発が必要である。