


| | | |
|---|---|---------------------|
|  茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small> | MLF Experimental Report | 提出日(Date of Report) |
| 課題番号(Project No.) 2020PM3005 実験課題名(Title of experiment) 固体酸化物燃料電池セルのマルチスケール構造評価 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) 2020/6/16 | |

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.

| |
|---|
| 1. 実験目的(Objectives of experiment) |
| <p>マルチスケール測定のためにこれまで用いていた吊り下げスリットは、脱着によるわずかな位置ずれが測定に影響を及ぼすことが明らかになったことから、新たに中性子吸収ガラスを合成してガラススリットを作製することとした。ガラススリットの影響を検証するため、あらかじめ通常の小角測定でいくつかの試料を測定して標準データを蓄積する。</p> |

| |
|--|
| 2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure |
| 2.1 試料 (sample(s)) ガドリニウムホウケイ酸ガラス Si、SiO ₂ Ni-YSZ、サーメットアノード 2.2 実験方法(Experimental procedure) 小角交換機を用いて通常の小角測定 4象限スリットを開放して背面バンクでの回折測定 |

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.

今後、新たなマルチスケール測定を行った際に比較の基準とするためにイットリア添加立方晶安定化ジルコニア（8YSZ）ならびにこれを900°Cで還元した試料について正規の配置で小角散乱測定を行った。900°C還元試料は立方晶の一部が正方晶に変移し、その結晶子サイズが30nm程度であることをRietveld解析から明らかにしている。図1に両試料の中性子小角散乱プロファイルを示す。未処理の立方晶試料は Q^{-4} で小角散乱強度が変化している。このことは単一の焼結体でも粒界からPorod則に従う小角散乱が起こることを示している。これに対して還元試料では $Q=4 \times 10^{-2}$ にショルダーが生じている。その原因は析出した正方晶に由来すると考えられる。当初、立方晶と正方晶の格子体積差は極めて小さく、従って散乱長密度差が小さいことから、微細な正方晶の発現による小角散乱は観測されなかったと思われたが、極めて明瞭な違いが見いだされた。このことは、直接、両相の散乱長密度差によるものではなく、未処理での小角散乱同様、粒界が介在していることによると考えられる。

図2は得られたガドリニウムホウケイ酸リチウム

ガラスの中性子吸収能の簡易的な測定結果である。いずれも波長とともに透過率は減少し、波長1Åで3mmと5mmの市販のホウケイ酸ガラスの透過率はそれぞれ0.3と0.5であるのに対して、10%および25%ガドリニウム含有ガラスはいずれも0.01を大きく下回り極めて大きな中性子吸収能を有していることが明らかになった。ガドリニウム含有量が10%でも十分大きな吸収能を持つことから、 $20\text{SiO}_2-50\text{B}_2\text{O}_3-20\text{Li}_2\text{O}-10\text{Gd}_2\text{O}_3$ 組成でのガラスを合成してガラススリット製作を行う予定である。

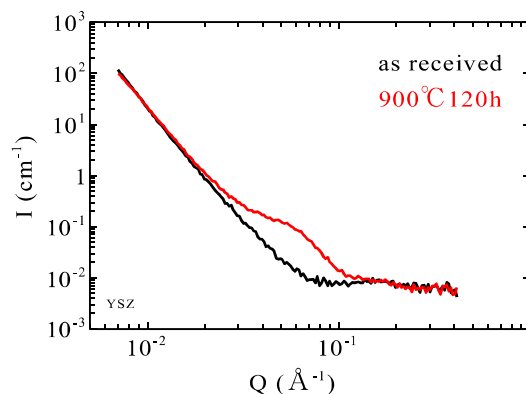


図1

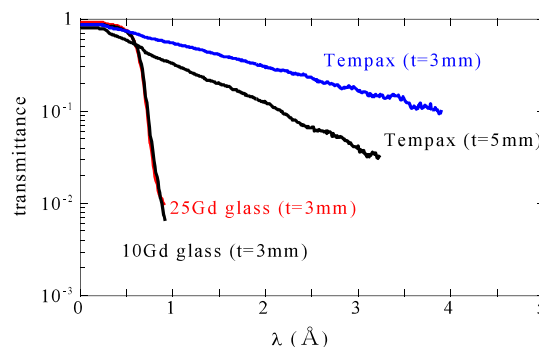


図2

4. 結論(Conclusions)

これまで、散乱長密度差のない緻密焼結体では小角散乱は起きないと考えられたが、立方晶中に析出した正方晶でも小角散乱が起こることを明らかにした。この結果はセラミックス中の微細な相変態の観測にも小角散乱が有効であることを示唆している。