

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2017PM0011 実験課題名(Title of experiment) 固体酸化物燃料電池セル劣化の位置分解評価 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) 2017/5/9

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.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
実用に用いられている燃料電池セルの中性子回折や中性子小角散乱測定を行い、薄膜多層のセルから解析可能なデータが得られるか検証を行うとともに、構造評価のための基礎的データを蓄積する。

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) SOFC セル (企業提供) 2.2 実験方法(Experimental procedure) 30 交換機と小角交換機で測定

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.

薄膜多層の燃料電池セルに対して垂直入射でのBSバンクの測定結果を図1に示す。図1(a)は回折プロファイルの全体図、図1(b)はスケールを100倍に拡大している。図中には同じ電池セルのXRD測定結果を合わせて示す。(a)に見られる主要な中性子回折ピークは燃料極側(Anode)からのXRDとほぼ一致している。XRDからは燃料極を構成するNiOとYSZからの回折ピークが観測され、中性子でもセル体積の多くを占めるNiOとYSZが強い回折を与えていることが分かる。スケールを拡大した(b)に新たに見られるピークはXRDの空気極側(Cathode)測定で観測されるLSCFとGDCからの回折に対応している。これらの強度比はほぼ電池セル成分の体積比に比例すると考えられる。中性子回折では電池セルに含まれるすべての層からの回折が観測され、いずれもS/N比は解析に耐えうると考えられる。

図2に小角散乱データを示す。 10^{-2} \AA^{-1} 付近からPorod則からのずれが見られる。燃料電池は多孔質構造をもつ空気極と燃料極(基板)を含んでいる。体積分率から、今回観測された小角散乱は基板側の燃料極の情報と反映していると考えられる。燃料電池は運転中に多孔質構造の凝集による劣化が起こることが知られており、今後、種々の状態のセルの小角散乱を実施することにより電極の劣化との相関を明らかにできることが期待される。

図3は小角散乱と同時に測定されたBSバンクからの回折データである。これはマルチスケール解析の一環として行われたが、燃料電池セル以外からの多くの回折ピークが観測されている。これらは小角用セルホルダー背面に塗布された中性子吸収用のB4CやCdからの回折である。これまでは小角散乱しか行われていなかったために、吸収剤の影響は考慮されていなかったが、BSバンク測定では致命的であることが明らかとなり、SAからBSまでの全バンクで測定するためにはB4Cに代わる吸収材を用いるなどの検討が必要であることが分かった。

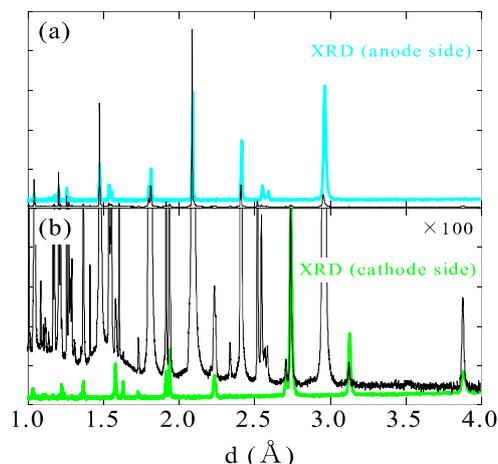


図1

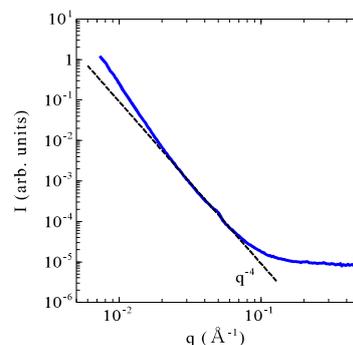


図2

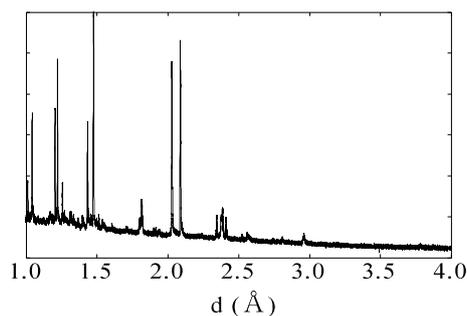


図3

4. 結論(Conclusions)

中性子回折により薄膜燃料電池セルのすべての層からの回折を確認した。また、燃料極からの小角散乱を観測した。小角散乱から高分解回折測定までのマルチスケール測定を実現するためには吸収剤からの回折を低減する必要があることが分かった。