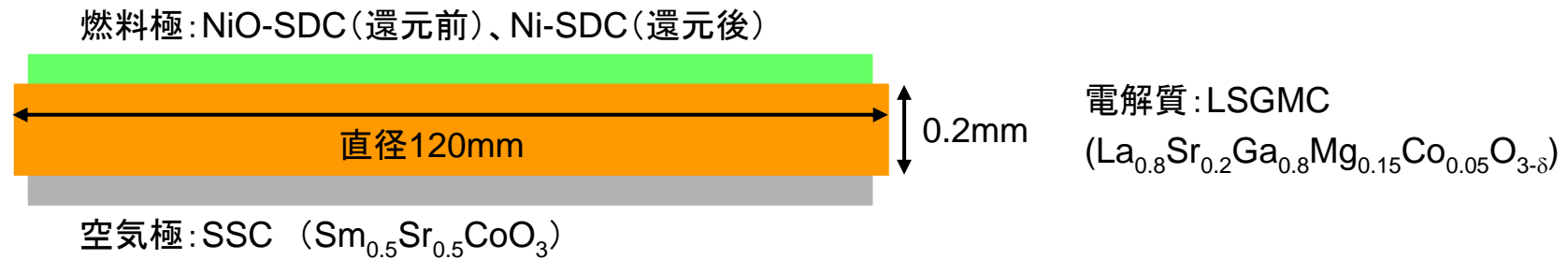


ランタンガレート系セル(関西電力・三菱マテリアル共同開発品)



ランタンガレート系電解質を用いたセルの耐久性を調べ、改善することは重要であるが、内部に存在する残留応力を測定した例は報告されていない。

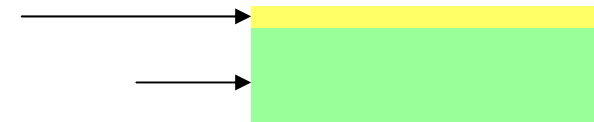
→ 自分で残留応力を測定する必要がある。

SOFCにおけるX線応力測定報告例

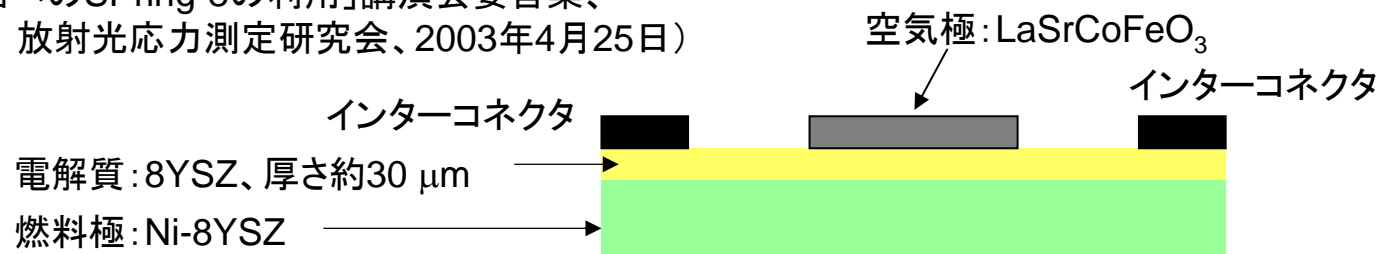
鷺見他、材料、Vol. 54、440(2005)

電解質: 10mol% Sc_2O_3 -1mol% CeO_2 - ZrO_2 (ScSZ)、厚さ約20 μm

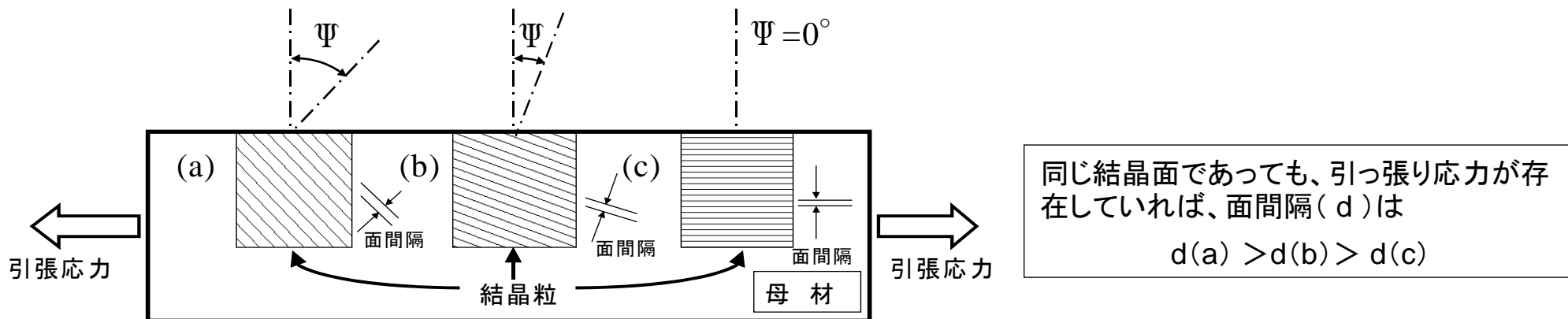
燃料極: $\text{NiO}+3\text{mol}\%\text{Y}_2\text{O}_3$ - ZrO_2 (Ni:YSZ=40wt%:60wt%)、厚さ約300 μm



矢加部、「先端材料の応力評価へのSPring-8の利用」講演会要旨集、
(SPring-8利用推進協議会 放射光応力測定研究会、2003年4月25日)



X線応力測定の実理



試験片を傾斜させ、X線回折法で、異なる傾斜角(Ψ)をもつ面間隔を区別して測定

引張力存在する場合、傾斜角が大きいと同じ面でも面間隔が大きくなるので、回折ピーク位置は低角側にシフトする。

↓
ピーク位置がシフトする方向から引張り状態、圧縮状態を区別できる
シフトの大きさから引張力の強さが分かる

横軸に $\sin^2\Psi$ をとり回折ピーク位置をプロットすると理論上直線に乗り、勾配は応力値に比例する。
勾配 = 存在する応力 × 材料固有の定数

2θ-sin²Ψプロットの理論式

$$2\theta = \frac{2(1+\nu)}{E} \sigma \tan \theta_0 \sin^2 \psi + \frac{4\nu}{E} \tan \theta_0 \sigma + 2\theta_0$$

測定されたピークの2θ位置

プロットの勾配

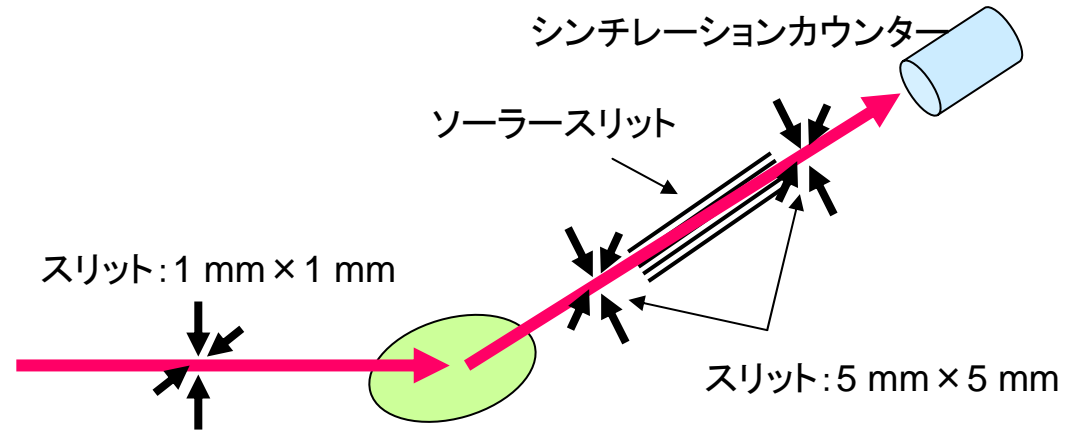
応力(今回求めたい値)

歪みがない場合のBragg角

X線的弾性定数(別途測定)

X線回折装置

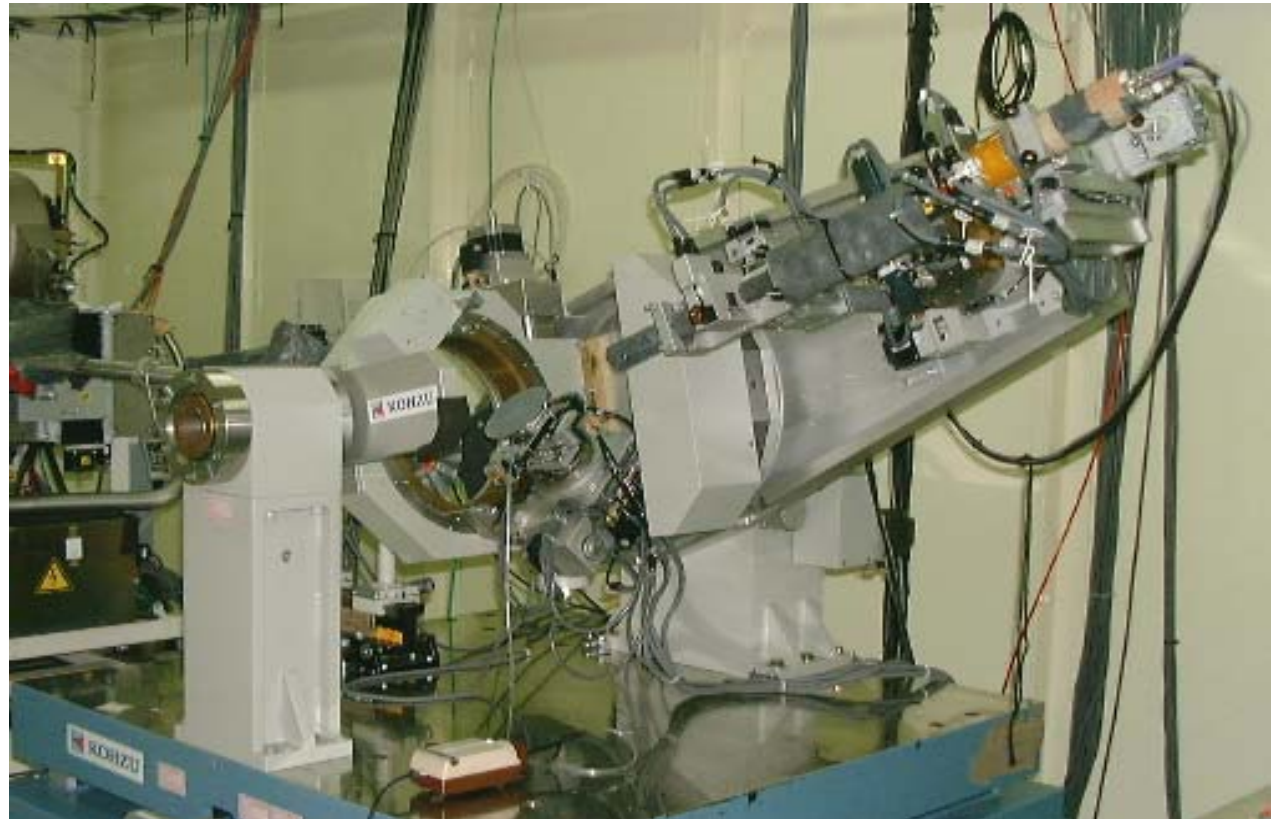
ビームライン
 SPring-8 BL16XU
 X線エネルギー
 37 keV



ひずみ測定に用いるピークは、電極と電解質とで重ならないよう、以下のピークを選択した。

	構成材料	回折面	2 theta / deg (at 37 keV)
アノード	Ni	331	23.95
	NiO	511/333	24.05
	SDC	622	23.59
電解質	LSGMC	422	24.29
カソード	SSC	332	23.83

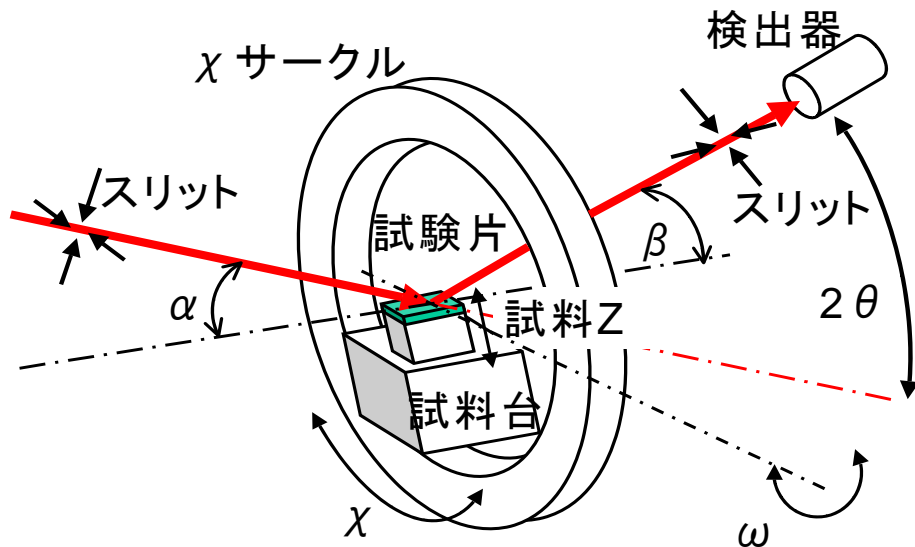
測定したのと同じ回折面でのX線の弾性定数を別途実験により求めた。



侵入深さ一定法

一定の深さでの歪みを測定するため、セルの傾斜角を変化させる度に ω （並傾角）と χ （側傾角）の両方を調整し、正味の傾斜角を変化させても侵入深さを一定に保つようにした（侵入深さ一定法）。

このような測定を侵入深さを変えて実施した（侵入深さ：概ね $5\ \mu\text{m}$ 、 $10\ \mu\text{m}$ 、 $15\ \mu\text{m}$ ・・・）。



測定セルの履歴

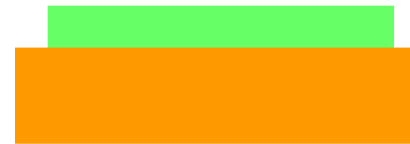
初期状態

LSGMC



セルA(酸化状態)

アノードを塗布、焼成したもの



セルB(還元状態)

セルAを750°Cで水素還元したもの



セルC(酸化状態)

セルDを1000°Cで大気中で酸化

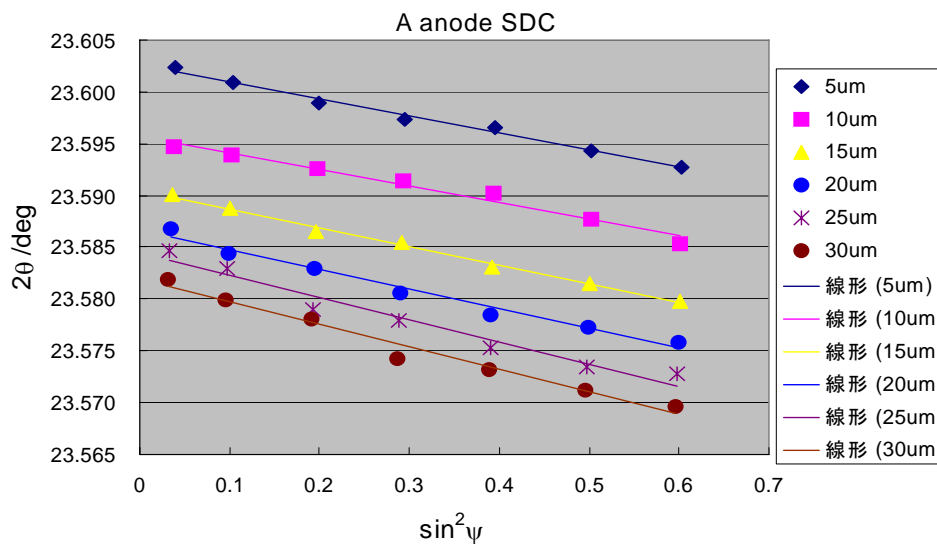
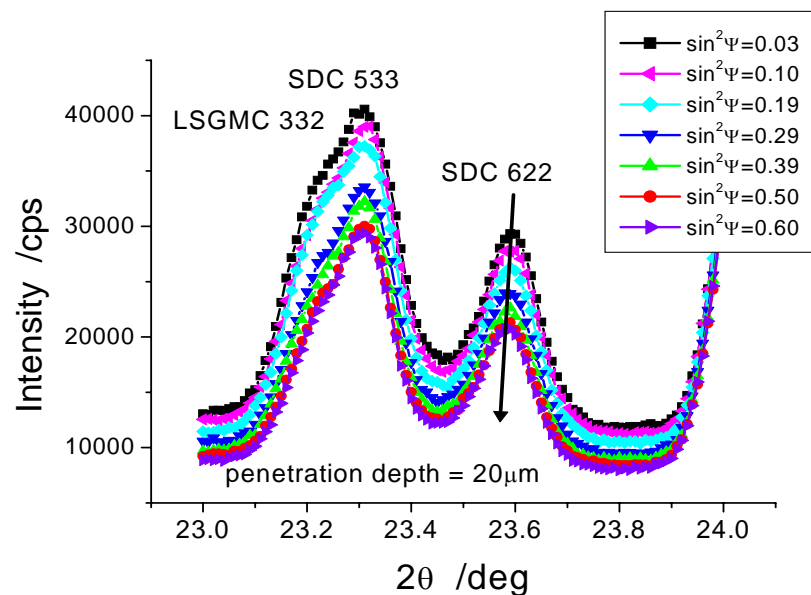
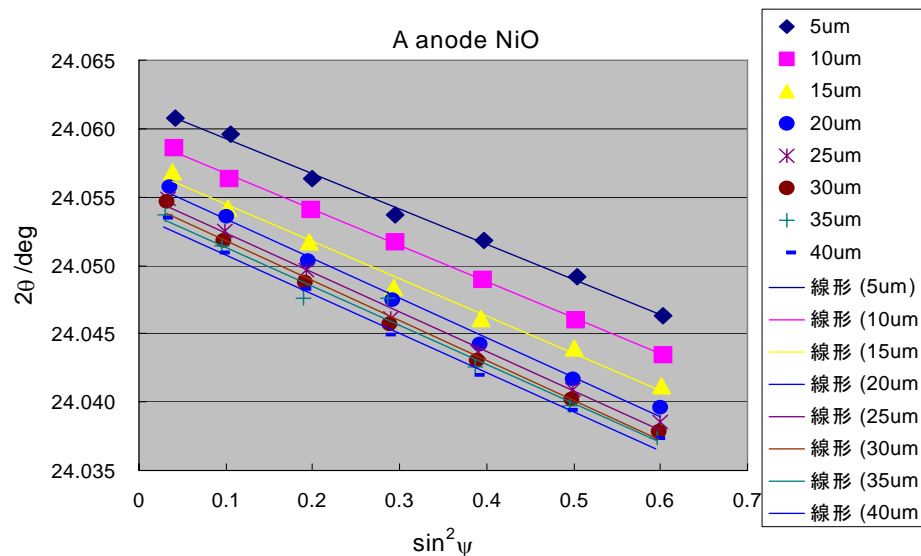
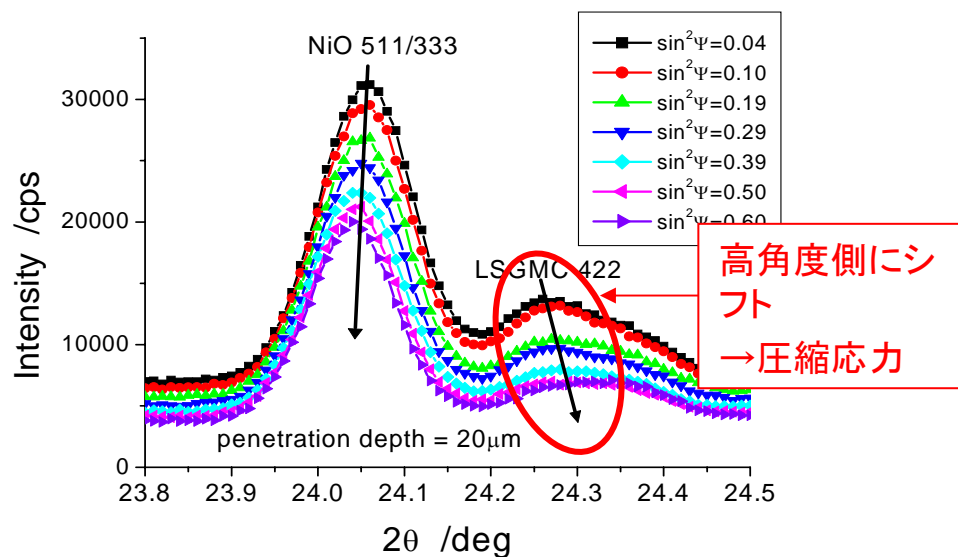


セルD(還元状態)

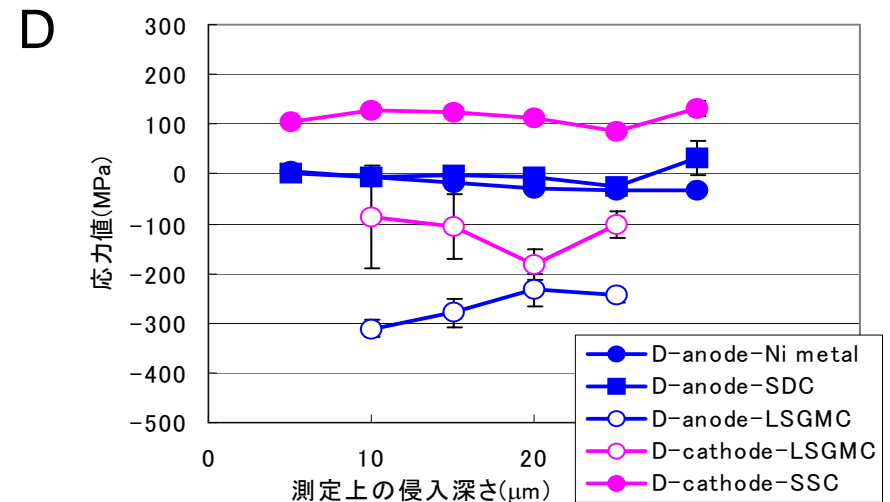
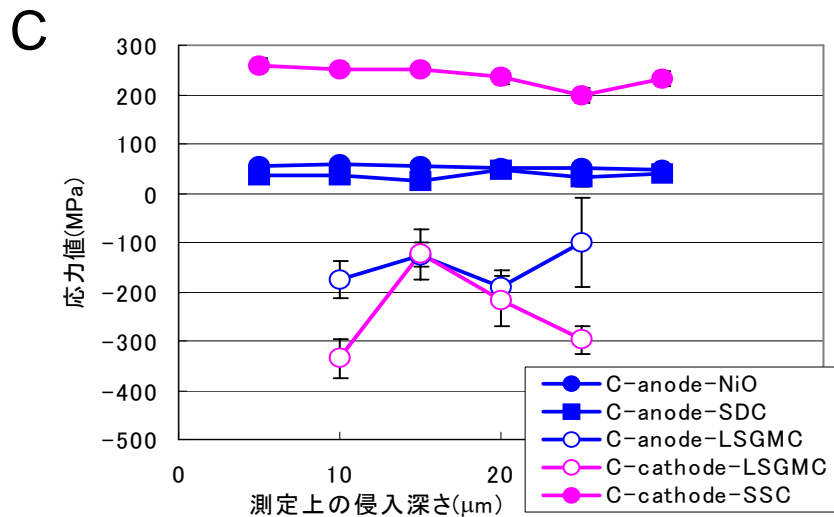
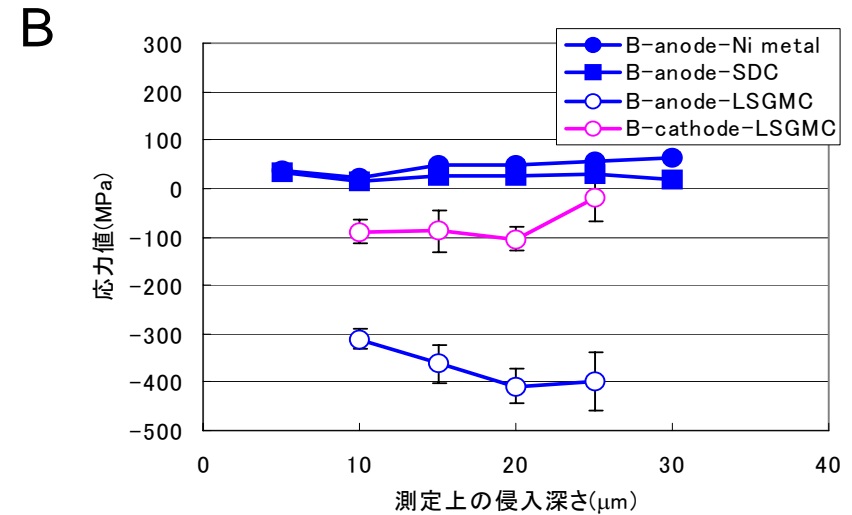
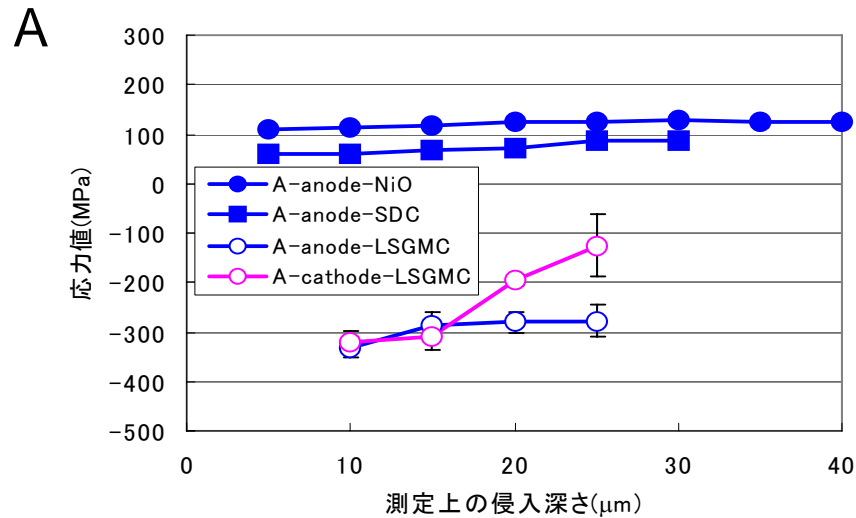
セルAにカソードを塗布、焼成し、さらに750°Cで発電試験したもの



得られたデータ例(セルA:アノード側)



進入深さに対する残留応力の変化(換算結果)



- ・還元によりアノード側のNiおよびSDCに存在する残留応力が減少した。
- ・電解質表面付近に存在する残留応力は、ジルコニア系電解質を用いた報告例と同様になった。
- ・電解質内部またはセル端部付近に引っ張り応力が存在することにより内部応力がつりあうと考えられる。