

## 実験報告書

日本ゼオン（株）上島 貢、九州大学 中嶋直敏

課題：新規鉄ニッケル硫黄含有電池触媒のナノ構造解析  
課題番号：2020AM0007（成果公開・トライアルユース課題）  
利用料金：無料（トライアルユース制度適用により無料）

（1）目的：燃料電池や水分解触媒等触媒として Pt や Ir が利用されているが、これらの貴金属は高価であり、埋蔵量も限られている。従って、これらを使わない電池触媒開発に大きな期待が寄せられている。我々は、フタロシアニン鉄(II)/カーボンナノチューブ(CNT)触媒、並びに CNT/Ni-Co 型スピネル酸化物触媒に関する研究を報告してきた。近年、Li イオン電池の普及に伴い、原料の 1 つであるコバルトの価格が急上昇している。これらを踏まえ、申請者らは、安価な Ni、鉄、硫黄を素材とした数種の CNT/Ni-Fe-S 酸化物触媒の合成を行い、これらのナノ構造解析のために、BL20 を用いた中性子散乱測定を申請した。

（2）測定：コーディネーターの峯村哲郎様、および装置（BL20）担当の茨城大学の石垣教授との打ち合わせにより、

（3）結果及び考察：

BL20にてナノカーボン/Ni-Fe-S 酸化物触媒、Ni-Fe-S 酸化物触媒、及びナノカーボン/NiS のナノ構造解析を出力 500kW、常温、真空中で測定した。測定は、BL20 担当の茨城大学石垣教授にお願いした。なお COVID19（コロナ）による出張禁止により、測定に立ち会うことが出来なかった。

3 サンプルの中性子産卵解析の結果を図 1～図 3 に示した。図 1 のデータは、XRD の結果とも概ね合致している。ラティスパラメーターは、56.48nm であり、XRD シュミレーションの 56.40nm と僅かに異なった。

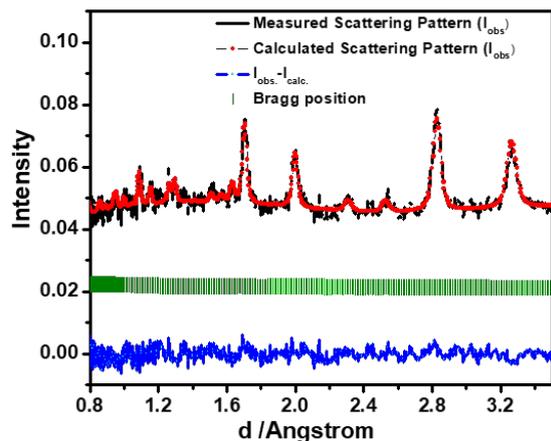


図 1. ナノカーボン/Ni-Fe-S 酸化物触媒の中性子回折データ。

図2は、ナノカーボンを含まないNi-Fe-S 酸化物触媒の中性子回折データである。ラティスパラメーターは、56.52nmであり、XRD シミュレーションの56.47nmと僅かに異なった。

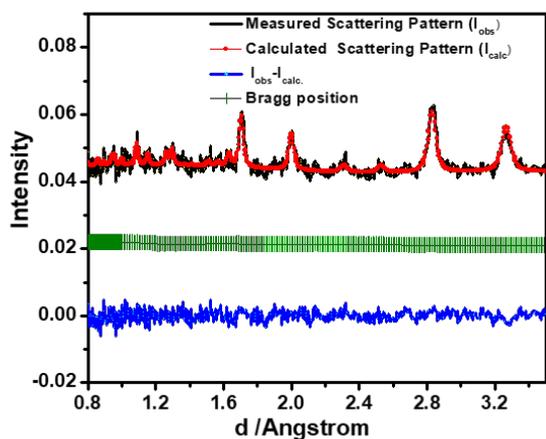


図2. Ni-Fe-S 酸化物触媒の中性子回折データ

図3はナノカーボン/NiSの中性子回折データである。このデータは、XRDの結果と大きくことなつた。原因解析には、NiS<sub>2</sub> pyrites などの中性子散乱実験が必要であろう。

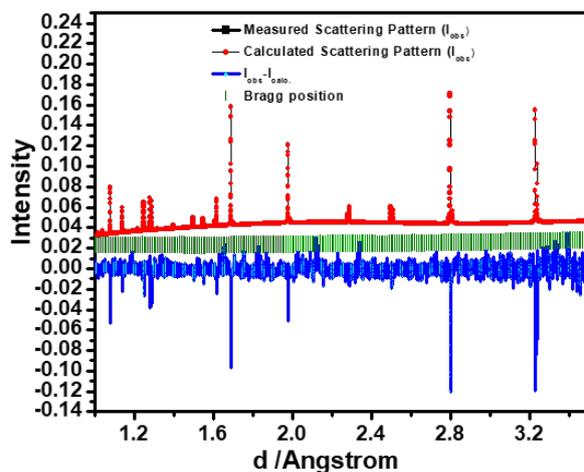


図3. ナノカーボン/NiSの中性子回折データ

#### (4) まとめ

BL20にてナノカーボン/Ni-Fe-S 酸化物触媒、Ni-Fe-S 酸化物触媒、及びナノカーボン/NiS のナノ構造解析を出力500kW、常温、真空中で測定した。ナノカーボン/Ni-Fe-S 酸化物触媒、

Ni-Fe-S 酸化物触媒では、ラティスパラメーターは XRD シミュレーションのデータと概ね合致した。しかし、ナノカーボン/NiS の中性子回折データは、XRD シミュレーションのデータと大きく異なり、さらなる検討が必要である。

謝辞：BL20 中性子ビームラインを使用した触媒の回折の測定をしていただきました茨城大学の石垣教授に感謝いたします。