

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2018-124110

(P2018-124110A)

(43) 公開日 平成30年8月9日(2018.8.9)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)			
GO 1 N	27/76	(2006.01)	GO 1 N	27/76	2 G 0 5 3	
HO 1 M	4/36	(2006.01)	HO 1 M	4/36	Z	5 H 0 5 0
HO 1 M	4/38	(2006.01)	HO 1 M	4/38	Z	
HO 1 M	4/48	(2010.01)	HO 1 M	4/48		

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2017-15159 (P2017-15159)  
 (22) 出願日 平成29年1月31日 (2017.1.31)

(出願人による申告) 平成28年度、国立研究開発法人科学技術振興機構、研究成果展開事業 マッチングプランナープログラム委託研究、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願

(71) 出願人 515295968  
 株式会社カワノラボ  
 大阪府池田市石橋2-12-9  
 (71) 出願人 304020177  
 国立大学法人山口大学  
 山口県山口市吉田1677-1  
 (74) 代理人 100168583  
 弁理士 前井 宏之  
 (72) 発明者 河野 誠  
 大阪府池田市石橋2-12-9 株式会社カワノラボ内  
 (72) 発明者 安達 健太  
 山口県山口市吉田1677-1 国立大学法人山口大学理学部内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 分析方法、及び分析装置

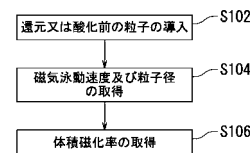
(57) 【要約】

【課題】電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを1粒子ごとに評価できる分析方法を提供する。

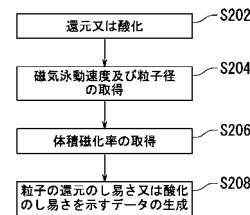
【解決手段】本発明に係る分析方法は、電池の電極材料に用いられる粒子pを還元又は酸化させる工程(S202)と、磁場を生成して、還元後又は酸化後の粒子pを磁気泳動させることにより、磁気泳動速度を求める工程(S204)と、磁気泳動速度に基づいて、還元後又は酸化後の粒子pの体積磁化率を求める工程(S206)と、体積磁化率に基づいて、粒子pの還元/酸化のし易さを示すデータを生成する工程(S208)とを包含する。

【選択図】 図5

(a)



(b)



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

電池の電極材料に用いられる粒子を還元又は酸化させる工程と、  
磁場を生成して、還元後又は酸化後の前記粒子を磁気泳動させることにより、磁気泳動速度を求める工程と、

前記磁気泳動速度に基づいて、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率を求める工程と、

前記体積磁化率に基づいて、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータを生成する工程と

を包含する分析方法。

10

## 【請求項 2】

前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の前記粒子の体積磁化率と、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率との差を示すデータを生成する、請求項 1 に記載の分析方法。

## 【請求項 3】

前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率を示すデータを生成する、請求項 1 又は 2 に記載の分析方法。

## 【請求項 4】

電子の体積磁化率を求める工程を更に包含する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の分析方法。

20

## 【請求項 5】

前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元反応によって前記粒子が取得した電子の数、又は酸化反応によって前記粒子から奪われた電子の数を示すデータを生成する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の分析方法。

## 【請求項 6】

前記粒子は、貴金属又は金属酸化物を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の分析方法。

## 【請求項 7】

前記粒子は、金、白金、パラジウム、ロジウム、コランダム、イルメナイト、ペロブスカイト、スピネル、ベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体を含む、請求項 6 に記載の分析方法。

30

## 【請求項 8】

磁場を生成して、還元又は酸化させた後の粒子を磁気泳動させる磁場生成部と、

還元後又は酸化後の前記粒子の磁気泳動速度を求め、前記磁気泳動速度に基づいて、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率を求める処理装置と

を備え、

前記粒子は、電池の電極材料に用いられる粒子であり、

前記処理装置は、前記体積磁化率に基づいて、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータを生成する、分析装置。

40

## 【請求項 9】

前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、前記体積磁化率がプロットされたグラフ画像を生成し、

前記グラフ画像は、

前記体積磁化率を示す第 1 の縦軸又は横軸と、前記第 1 の縦軸又は横軸に並べて配置される第 2 の縦軸又は横軸とを含み、

前記第 2 の縦軸又は横軸は、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率を、前記第 1 の縦軸又は横軸が示す前記体積磁化率に対応させる、請求項 8 に記載の分析装置。

## 【発明の詳細な説明】

50

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、分析方法、及び分析装置に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

電池性能の大部分は電極の性能によって規定され、酸化還元反応を促進させる能力が高い電極を用いることにより、電池性能を向上させることができる。電極は、材料となる粒子を固めて製造される。よって、酸化還元し易い粒子（換言すると、電子を取り込み易く、かつ電子を放出し易い粒子）を用いて電極を作製することにより、電極の性能を向上させることができる。

10

## 【0003】

非特許文献1には、リチウムイオン電池の電極の性能を評価するためのシステムが開示されている。具体的には、非特許文献1に開示されたシステムは、電極を構成する金属元素（Cr）の酸化数の変化をモニタリングする。

## 【先行技術文献】

## 【非特許文献】

## 【0004】

【非特許文献1】T. Yamada, K. Morita, H. Wang, K. Kume, H. Yoshikawa, and K. Awaga, *Angew. Chem. Int. Ed.*, vol. 52, pp. 6238-6241, 2013

## 【発明の概要】

20

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0005】

しかしながら、非特許文献1に開示されたシステムは、電極として製造した板状部材の性能を評価するものであり、電極の材料となる粒子個々の性能を評価するものではない。製造された電極の性能は、電極材料（粒子）だけではなく電極の製造方法にも依存するため、評価した電極の性能が、電極材料に起因するものなのか、製造方法に起因するものなのかを区別することができない。このため、製造した電極の性能を評価するだけでは、電極の性能を向上させるために、電極材料（粒子）を改善すればよいのか、製造方法を改善すればよいのかを判定することができない。

## 【0006】

30

本発明は上記課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを1粒子ごとに評価できる分析方法、及び分析装置を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明に係る分析方法は、電池の電極材料に用いられる粒子を還元又は酸化させる工程と、磁場を生成して、還元後又は酸化後の前記粒子を磁気泳動させることにより、磁気泳動速度を求める工程と、前記磁気泳動速度に基づいて、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率を求める工程と、前記体積磁化率に基づいて、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータを生成する工程とを包含する。

40

## 【0008】

ある実施形態では、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の前記粒子の体積磁化率と、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率との差を示すデータが生成される。

## 【0009】

ある実施形態では、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率を示すデータが生成される。

## 【0010】

ある実施形態において、分析方法は、電子の体積磁化率を求める工程を更に包含する。

50

## 【0011】

ある実施形態では、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元反応によって前記粒子が取得した電子の数、又は酸化反応によって前記粒子から奪われた電子の数を示すデータが生成される。

## 【0012】

ある実施形態において、前記粒子は、貴金属又は金属酸化物を含む。

## 【0013】

ある実施形態において、前記粒子は、金、白金、パラジウム、ロジウム、コランダム、イルメナイト、ペロブスカイト、スピネル、ベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体を含む。

10

## 【0014】

本発明に係る分析装置は、磁場生成部と、処理装置とを備える。前記磁場生成部は、磁場を生成して、還元又は酸化させた後の粒子を磁気泳動させる。前記処理装置は、還元後又は酸化後の前記粒子の磁気泳動速度を求める。また、前記処理装置は、前記磁気泳動速度に基づいて、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率を求める。前記粒子は、電池の電極材料に用いられる粒子である。前記処理装置は、前記体積磁化率に基づいて、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータを生成する。

## 【0015】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の前記粒子の体積磁化率と、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率との差を示すデータを生成する。

20

## 【0016】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の前記粒子の体積磁化率と、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率との差を示すグラフ画像を生成する。

## 【0017】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の前記粒子の体積磁化率と、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率との差を求める。

## 【0018】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率を示すデータを生成する。

30

## 【0019】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率と、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率との関係を示すグラフ画像を生成する。

## 【0020】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元後又は酸化後の前記粒子の体積磁化率がプロットされたグラフ画像を生成する。前記グラフ画像は、第1の縦軸又は横軸と、第2の縦軸又は横軸とを含む。前記第1の縦軸又は横軸は体積磁化率を示す。前記第2の縦軸又は横軸は、前記第1の縦軸又は横軸に並べて配置される。

40

## 【0021】

ある実施形態において、前記第2の縦軸又は横軸は、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率を、前記第1の縦軸又は横軸が示す体積磁化率に対応させる。

## 【0022】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、前記粒子を構成する化合物における酸化数が変化した成分元素の比率

50

を求める。

【0023】

ある実施形態において、前記処理装置は、電子の体積磁化率を求める。

【0024】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元反応によって前記粒子が取得した電子の数、又は酸化反応によって前記粒子から奪われた電子の数を示すグラフ画像を生成する。

【0025】

ある実施形態において、前記処理装置は、前記粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元反応によって前記粒子が取得した電子の数、又は酸化反応によって前記粒子から奪われた電子の数を求める。

10

【0026】

ある実施形態において、前記粒子は、貴金属又は金属酸化物を含む。

【0027】

ある実施形態において、前記粒子は、金、白金、パラジウム、ロジウム、コランダム、イルメナイト、ペロブスカイト、スピネル、ベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体を含む。

【発明の効果】

【0028】

本発明によれば、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを1粒子ごとに評価することができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】本発明の実施形態における分析装置の模式図である。

【図2】本発明の実施形態における分析装置の一部を示す模式図である。

【図3】本発明の実施形態における分析装置の構成の一例を示す図である。

【図4】本発明の実施形態1におけるグラフ画像の一例を示す図である。

【図5】(a)及び(b)は、本発明の実施形態における分析方法を示すフローチャートである。

【図6】本発明の実施形態2におけるグラフ画像の一例を示す図である。

30

【図7】本発明の他の実施形態における分析装置の模式図である。

【図8】本発明の実施例における酸化タングステン粒子の体積磁化率の変化を示す図である。

【図9】本発明の実施例におけるグラフ画像を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0030】

以下、図面を参照して本発明の実施形態を説明する。ただし、本発明は以下の実施形態に限定されない。図中、同一又は相当部分については同一の参照符号を付して説明を繰り返さない。

【0031】

40

[実施形態1]

図1は、本実施形態における分析装置10の模式図である。分析装置10は、磁場生成部20と、検出部30と、情報処理部40とを備える。磁場生成部20の近傍には、セル21が配置される。

【0032】

セル21内には粒子pが導入される。粒子pは、電池電極の材料に用いられる。具体的には、粒子pは、貴金属、又は金属酸化物を含み得る。詳しくは、粒子pは、金、白金、パラジウム、又はロジウムのような貴金属を含み得る。あるいは、粒子pは、コランダム、イルメナイト、ペロブスカイト、又はスピネルのような金属酸化物を含み得る。あるいは、粒子pは、ベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体のような金属酸化

50

物を含み得る。あるいは、粒子 p は、還元又は酸化後にペルトライド化合物、又はペルトライド化合物の固溶体となる金属化合物を含み得る。

【0033】

分析装置 10 は、セル 21 内に導入された粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータを生成する。具体的には、まず、還元又は酸化される前の粒子 p がセル 21 内に導入される。分析装置 10 は、還元又は酸化される前の粒子 p の体積磁化率を 1 粒子ごとに求める。その後、セル 21 内の粒子 p が還元又は酸化される。粒子 p を還元させた場合、粒子 p は電子を取得する。また、粒子 p を酸化させた場合、粒子 p から電子が奪われる。分析装置 10 は、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率を 1 粒子ごとに求める。そして、分析装置 10 は、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率と、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率とを用いて、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータを生成する。換言すると、分析装置 10 は、粒子 p の酸化数の変化のし易さを示すデータを生成する。

10

【0034】

粒子 p の還元のし易さは、還元前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を指標として評価し得る。同様に、粒子 p の酸化のし易さは、酸化前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を指標として評価し得る。具体的には、粒子 p の還元のし易さは、還元反応によって粒子 p が取得した電子の数に対応する。すなわち、粒子 p が還元され易い粒子であるほど、還元反応によって粒子 p が取得する電子の数が増える。粒子 p の体積磁化率は、還元反応によって粒子 p が取得した電子の数に応じて増加する。したがって、還元前の粒子 p の体積磁化率と、還元後の粒子 p の体積磁化率とに基づいて、粒子 p の還元のし易さを示すデータを生成することができる。

20

【0035】

同様に、粒子 p の酸化のし易さは、酸化反応によって粒子 p から奪われた電子の数に対応する。すなわち、粒子 p が酸化され易い粒子であるほど、酸化反応によって粒子 p から奪われる電子の数が増える。粒子 p の体積磁化率は、酸化反応によって粒子 p から奪われた電子の数に応じて減少する。したがって、酸化前の粒子 p の体積磁化率と、酸化後の粒子 p の体積磁化率とに基づいて、粒子 p の酸化のし易さを示すデータを生成することができる。以下、還元前又は酸化前の粒子 p と還元後又は酸化後の粒子 p とを区別する必要が無い場合は、「粒子 p」とのみ記載する。

30

【0036】

磁場生成部 20 は、セル 21 内の粒子 p を磁気泳動させる。検出部 30 は、セル 21 内の粒子 p を検出する。情報処理部 40 は、検出部 30 による検出の結果から、粒子 p の磁気泳動速度を求める。また、情報処理部 40 は、粒子 p の磁気泳動速度に基づいて、粒子 p の体積磁化率を求める。更に、情報処理部 40 は、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率と、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率とに基づいて、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータを生成する。以下、分析装置 10 について更に詳細に説明する。

【0037】

磁場生成部 20 は、磁場勾配（磁束密度の勾配）を生成して、セル 21 内の粒子 p に磁気力を作用させる。この結果、粒子 p が磁気泳動する。本実施形態において、磁場生成部 20 は、磁場勾配を生成する一対の永久磁石を備える。一対の永久磁石を構成する 2 つの永久磁石は、例えば 100  $\mu\text{m}$  以上 500  $\mu\text{m}$  以下の一定距離の空隙を空けて配置される。セル 21 は、2 つの永久磁石の間の空隙に配置される。

40

【0038】

本実施形態において、セル 21 はキャピラリー管である。キャピラリー管は管状部材の一例である。セル 21 の材質は、可視光あるいはレーザー光を透過し得る材質であれば特に限定されない。例えば、セル 21 は、ガラス製あるいはプラスチック製であり得る。

【0039】

粒子 p は、セル 21 内において、媒体 m 中に存在する。媒体 m 中に 1 つの粒子 p が存在

50

してもよいし、媒体 m 中に複数の粒子 p が存在してもよい。媒体 m 中に複数の粒子 p が存在する場合、複数の粒子 p は、媒体 m 中で分散していてもよいし、媒体 m 中で偏在していてもよい。

**【0040】**

本実施形態において、媒体 m は、セル 2 1 内で粒子 p を還元させる場合、粒子 p に電子を供給し得る気体又は液体を含む。例えば、媒体 m は、水素、一酸化炭素、一酸化窒素、二酸化硫黄、硫化水素、ホルムアルデヒドのようなアルデヒド化合物、メタノールのようなアルコール化合物、又はアセトンを含み得る。一方、セル 2 1 内で粒子 p を酸化させる場合、媒体 m は、粒子 p から電子が供給され得る気体又は液体を含む。例えば、媒体 m は、酸素、オゾン、亜酸化窒素、二酸化窒素、二酸化塩素、フッ素、塩素、三フッ化窒素、液体酸素、四酸化二窒素、硝酸、過塩素酸、過酸化水素、臭素、三フッ化臭素、五フッ化臭素、ヨウ素、又は五フッ化ヨウ素を含み得る。

10

**【0041】**

なお、媒体 m は、2 種類以上の液体を混合した液体であり得る。あるいは、媒体 m は、2 種類以上の気体を混合した気体であり得る。また、媒体 m は、還元剤又は酸化剤を含んでもよい。例えば、媒体 m は、還元剤として、ポリエチレングリコール、又はポリビニルピロリドンのような水溶性高分子を含み得る。あるいは、媒体 m は、酸化剤として、硝酸、次亜塩素酸塩、塩素酸塩、過マンガン酸塩、又は、過酸化水素のような過酸化物を含み得る。

**【0042】**

粒子 p は、例えばマイクロシリンジ又はマイクロポンプにより、媒体 m と共にセル 2 1 に導入される。あるいは、粒子 p を含む液滴（溶液）を毛細管現象によってセル 2 1（キャピラリー管）に導入してもよい。粒子 p を含む液滴がキャピラリー管の一方端に滴下されると、毛細管現象によって液滴がキャピラリー管を流れる。

20

**【0043】**

検出部 3 0 は、セル 2 1 内の粒子 p を検出して、セル 2 1 内の粒子 p の位置を示す信号を生成する。情報処理部 4 0 は、検出部 3 0 が生成する信号に基づいて、粒子 p の磁気流動速度を求める。更に、情報処理部 4 0 は、検出部 3 0 が生成する信号に基づいて粒子 p のブラウン運動を解析することにより、粒子 p の直径（粒子径）を求める。

**【0044】**

情報処理部 4 0 は、処理装置 4 1 と、記憶装置 4 2 と、表示装置 4 3 とを備える。情報処理部 4 0 は、典型的には、パーソナルコンピュータのような汎用コンピュータである。

30

**【0045】**

処理装置 4 1 は、記憶装置 4 2 に記憶されたプログラムを実行することによって、数値計算や情報処理、機器制御のような様々な処理を行う。処理装置 4 1 は、例えば CPU（Central Processing Unit）を含み得る。実施形態 1 において、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率と、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率との差を示すデータを生成する。具体的には、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、還元前及び還元後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を生成する。また、処理装置 4 1 は、粒子 p の酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、酸化前及び酸化後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を生成する。

40

**【0046】**

記憶装置 4 2 は、プログラム及び設定情報を予め記憶する。記憶装置 4 2 は、例えば ROM（Read Only Memory）及び RAM（Random Access Memory）のようなメモリーを含み得る。更に、記憶装置 4 2 は、例えば HDD（Hard Disk Drive）あるいは SSD（Solid State Drive）のようなストレージ（補助記憶装置）を含み得る。

**【0047】**

50

表示装置 4 3 は、例えば液晶ディスプレイ又は有機 EL ディスプレーのようなディスプレイを含む。表示装置 4 3 は、処理装置 4 1 によって制御されて、各種の画像及び各種の画面を表示する。実施形態 1 において、表示装置 4 3 は、還元前及び還元後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を表示する。あるいは、表示装置 4 3 は、酸化前及び還元後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を表示する。

【 0 0 4 8 】

処理装置 4 1 は、検出部 3 0 が生成する信号から、粒子 p の位置の時間的な変化を取得する。例えば、検出部 3 0 が所定の時間間隔ごとにセル 2 1 内の粒子 p を検出する。この結果、異なる時刻の粒子 p の位置を測定することができる。

【 0 0 4 9 】

処理装置 4 1 は、粒子 p の位置の時間的な変化から粒子 p のブラウン運動を解析して、粒子 p の直径を求める。具体的には、粒子 p は、セル 2 1 ( キャピラリー管 ) の軸方向 ( x 方向 ) に磁場勾配の影響を受けるが、セル 2 1 の軸方向に直交する方向 ( y 方向 ) には磁場勾配の影響をほとんど受けない。したがって、y 方向における粒子 p の位置の変位の分散から拡散係数 D を求めることができる。詳しくは、拡散係数 D は、ブラウン運動を行う粒子 p の y 方向の移動距離の 2 乗を 2 倍の時間で除算することによって求めることができる。処理装置 4 1 は、以下の式 ( 1 ) に基づいて、拡散係数 D から粒子 p の直径を求める。

$$d = k T / ( 3 D ) \cdots ( 1 )$$

【 0 0 5 0 】

式 ( 1 ) において、d は粒子 p の直径であり、k はボルツマン定数であり、T は絶対温度であり、 $\eta$  は媒体 m の粘性率である。

【 0 0 5 1 】

また処理装置 4 1 は、x 方向における粒子 p の位置の時間的な変化から、粒子 p の磁気泳動速度を求める。更に、処理装置 4 1 は、以下の式 ( 2 ) に基づいて、粒子 p の体積磁化率を求める。

$$v = \{ 2 ( s - m ) ( d / 2 ) ^ 2 / ( 9 \mu_0 ) \} B ( dB / dx ) \cdots ( 2 )$$

【 0 0 5 2 】

式 ( 2 ) において、v は粒子 p の磁気泳動速度であり、s は粒子 p の体積磁化率であり、m は媒体 m の体積磁化率であり、d は粒子 p の直径であり、 $\eta$  は媒体 m の粘性率であり、 $\mu_0$  は真空の透磁率であり、B は磁束密度である。また、dB / dx は、セル 2 1 ( キャピラリー管 ) の軸方向 ( x 方向 ) における磁束密度の勾配 ( 磁場勾配 ) である。なお、式 ( 1 ) は、粒子 p 及び媒体 m が受けるセル 2 1 の軸方向の磁気力の差と、粘性抵抗力とがほぼ等しいことから導かれる。

【 0 0 5 3 】

処理装置 4 1 は、測定した還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率と、測定した還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率とをプロットしたグラフ画像を表示装置 4 3 に表示させる。

【 0 0 5 4 】

続いて図 2 を参照して、分析装置 1 0 について更に説明する。図 2 は、本実施形態における分析装置 1 0 の一部を示す模式図である。図 2 に示すように、分析装置 1 0 は、酸化還元部 5 0 を更に備える。

【 0 0 5 5 】

酸化還元部 5 0 は、粒子 p を光酸化又は光還元させる。例えば、酸化還元部 5 0 は、粒子 p に紫外線又は真空紫外線を照射して粒子 p を光酸化又は光還元させる。あるいは、酸化還元部 5 0 は、X 線のような放射線、又は可視光線を照射して粒子 p を光酸化又は光還元させる。なお、粒子 p の酸化反応及び還元反応は、光酸化及び光還元に限定されるものではない。例えば、酸化還元部 5 0 は、熱源を備え得る。酸化還元部 5 0 が熱源を備える場合、熱源が発生する熱によって粒子 p を酸化又は還元させる。あるいは、酸化還元部 5 0 は、超音波発生器を備え得る。酸化還元部 5 0 が超音波発生器を備える場合、超音波発

10

20

30

40

50



生器が発生する超音波によって粒子 p を酸化又は還元させる。

【0056】

続いて図3を参照して、分析装置10について更に説明する。図3は、分析装置10の構成の一例を示す図である。図3に示すように、分析装置10は、光源60を更に備え得る。また、検出部30は、拡大部32及び撮像部34を備え得る。

【0057】

光源60は、可視光成分を含む比較的高い強度の光を出射する。光源60は、セル21に光を照射する。この結果、粒子pに光が照射される。光源60から出射される光の波長スペクトルは比較的にブロードであってもよい。光源60として、例えば、ハロゲンランプが好適に用いられる。

10

【0058】

セル21に導入された粒子pは、拡大部32によって適当な倍率で拡大されて、撮像部34で撮像される。撮像部34の撮像結果(撮像部34が撮像した画像)から、粒子pの位置を特定できる。例えば、拡大部32は対物レンズを含み、撮像部34は電荷結合素子(Charge Coupled Device: CCD)を含む。あるいは、撮像部34の各画素は、フォトダイオード又は光電子倍增管で構成されてもよい。撮像部34は、例えば、所定の時間間隔ごとに粒子pを撮像する。なお、撮像部34は、光源60から出射されてセル21を透過した光を撮像してもよいし、光源60から出射されて粒子pによって散乱された光を撮像してもよい。

【0059】

処理装置41は、撮像部34の撮像結果から、粒子pの位置の時間的な変化を取得し、粒子pの位置の時間的な変化から、粒子pの磁気泳動速度及び粒子径(直径)を測定する。

20

【0060】

なお、検出部30が撮像部34を含む場合、処理装置41は、粒子pのブラウン運動を解析して粒子径を求める処理に替えて、粒子pの画像を解析して粒子径を求める処理を実行してもよい。例えば、処理装置41は、以下の処理を実行する。すなわち、処理装置41は、まず、撮像部34によって撮像された画像をモノクロ化し、その輝度を数値化する。次に、処理装置41は、輝度値の微分値をしきい値と比較して粒子pの境界を設定する。次に、処理装置41は、設定した境界から粒子pの面積を検出し、その面積に対応する円の半径から粒子径を求める。あるいは、処理装置41は、粒子pの中心を規定し、粒子pの中心を通過する複数の直線を引き、各直線において粒子pの境界と交わる2つの点の間の距離の平均を求める。

30

【0061】

続いて図4を参照して、表示装置43に表示されるグラフ画像について説明する。図4は、実施形態1におけるグラフ画像の一例を示す図である。詳しくは、図4は、還元前及び還元後の粒子pの体積磁化率を1粒子ごとにプロットしたグラフ画像を示す。図4において、縦軸は体積磁化率を示し、横軸は粒子の直径(粒子径)を示す。また、図4において、白丸印は還元前の粒子pの体積磁化率を示し、白四角印は還元後の粒子pの体積磁化率を示す。還元前の粒子pの体積磁化率は、還元後の粒子pの体積磁化率に対する基準値として使用され得る。

40

【0062】

実施形態1におけるグラフ画像は、還元前後の粒子pの体積磁化率の変化量を示す。図4に示すように、粒子pの体積磁化率は、粒子pが還元されることによって増加する。詳しくは、還元反応によって粒子pが取得した電子の数が多いほど、還元前の粒子pの体積磁化率(基準値)と還元後の粒子pの体積磁化率との差が大きくなる。よって、表示装置43が、還元前及び還元後の粒子pの体積磁化率を1粒子ごとにプロットしたグラフ画像を表示することにより、分析者は、還元前及び還元後の粒子pの体積磁化率を参照して、粒子pの還元のし易さを1粒子ごとに評価することができる。

【0063】

50

同様に、粒子 p の体積磁化率は、粒子 p が酸化されることによって減少する。詳しくは、酸化反応によって粒子 p から奪われた電子の数が多いほど、酸化前の粒子 p の体積磁化率（基準値）と酸化後の粒子 p の体積磁化率との差が大きくなる。よって、表示装置 4 3 が、酸化前及び酸化後の粒子 p の体積磁化率を 1 粒子ごとにプロットしたグラフ画像を表示することにより、分析者は、酸化前及び酸化後の粒子 p の体積磁化率を参照して、粒子 p の酸化のし易さを 1 粒子ごとに評価することができる。

【 0 0 6 4 】

続いて図 5 ( a ) 及び図 5 ( b ) を参照して、本実施形態における分析方法について説明する。図 5 ( a ) 及び図 5 ( b ) は、本実施形態における分析方法を示すフローチャートである。実施形態 1 における分析方法は、図 1 ~ 図 4 を参照して説明した分析装置 1 0

10

【 0 0 6 5 】

図 5 ( a ) に示すように、まず、還元前又は酸化前の粒子 p がセル 2 1 内に導入される（ステップ S 1 0 2）。次に、磁場生成部 2 0 が生成する磁場によって、セル 2 1 内の粒子 p が磁気泳動する。このとき、検出部 3 0 が、セル 2 1 内における粒子 p の位置の変化を検出する。処理装置 4 1 は、粒子 p の位置の時間的な変化に基づいて、粒子 p の磁気泳動速度及び粒子径を求める（ステップ S 1 0 4）。次に、処理装置 4 1 は、粒子 p の磁気泳動速度及び粒子径に基づいて、粒子 p の体積磁化率を求める（ステップ S 1 0 6）。処理装置 4 1 は、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率（基準値）を記憶装置 4 2 に記憶させる。

20

【 0 0 6 6 】

その後、図 5 ( b ) に示すように、セル 2 1 内の粒子 p が還元又は酸化される（ステップ S 2 0 2）。次に、磁場生成部 2 0 が生成する磁場によって、セル 2 1 内の粒子 p が磁気泳動する。このとき、検出部 3 0 が、セル 2 1 内における粒子 p の位置の変化を検出する。処理装置 4 1 は、粒子 p の位置の時間的な変化に基づいて、粒子 p の磁気泳動速度及び粒子径を求める（ステップ S 2 0 4）。次に、処理装置 4 1 は、粒子 p の磁気泳動速度及び粒子径に基づいて、粒子 p の体積磁化率を求める（ステップ S 2 0 6）。処理装置 4 1 は、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率を記憶装置 4 2 に記憶させる。

【 0 0 6 7 】

その後、処理装置 4 1 が、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率（基準値）と、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率とに基づいて、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータを生成する（ステップ S 2 0 8）。

30

【 0 0 6 8 】

実施形態 1 において、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、還元前及び還元後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を生成する。換言すると、処理装置 4 1 は、還元前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を示すグラフ画像を生成する。あるいは、処理装置 4 1 は、粒子 p の酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、酸化前及び酸化後の粒子 p の体積磁化率をプロットしたグラフ画像を生成する。換言すると、処理装置 4 1 は、酸化前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を示すグラフ画像を生成する。処理装置 4 1 は、生成したグラフ画像を表示装置 4 3 に表示させる。

40

【 0 0 6 9 】

なお、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに解析して、解析結果を表示装置 4 3 に表示させてもよい。具体的には、処理装置 4 1 は、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率と、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率とに基づいて、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを示す値を演算（数値解析）により求めてもよい。例えば、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、還元前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を 1 粒子ごとに求めてもよい。同様に、処理装置 4 1 は、粒子 p の酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、酸化前後の粒子 p の体積磁化率の変化量を 1 粒子ごとに求めてもよい。

【 0 0 7 0 】

50

以上、実施形態 1 について説明した。実施形態 1 によれば、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さ（酸化数の変化のし易さ）を 1 粒子ごとに評価することが可能となる。詳しくは、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを、還元前後又は酸化前後の粒子の体積磁化率の変化に基づいて評価することが可能となる。したがって、電極を作製する前に、電極の材料に用いられる粒子の性能を評価することが可能となる。更に、実施形態 1 によれば、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを、体積磁化率によって定量化することが可能となる。

【0071】

なお、本実施形態では、磁場生成部 20 が一对の永久磁石を備えたが、磁場生成部 20 は、磁場勾配を生成するために一对の磁極片（ポールピース）を備えてもよい。あるいは、磁場生成部 20 は、磁場勾配を生成するために、電磁石、磁気回路、又は超電導磁石を備えてもよい。磁場生成部 20 が一对の磁極片を備える場合、一对の磁極片を構成する 2 つの磁極片は、例えば 100  $\mu\text{m}$  以上 500  $\mu\text{m}$  以下の一定距離の空隙を空けて配置される。セル 21 は、2 つの磁極片の間の空隙に配置される。磁極片は、例えば、磁化された鉄片であり得る。鉄片は、例えば永久磁石、電磁石、磁気回路、又は超電導磁石によって磁化し得る。

【0072】

また、本実施形態では、セル 21 がキャピラリー管であったが、セル 21 は、ガラスセル又はプラスチックセルであってもよい。ガラスセル及びプラスチックセルは、粒子 p、又は粒子 p を含む媒体 m を保持する凹部を有する。あるいは、ガラスセル及びプラスチックセルは、粒子 p を含む媒体 m が流れる流路を有する。セル 21 が、マイクロ流路を有するガラスセル又はプラスチックセルである場合、粒子 p を含む液滴（溶液）がマイクロ流路の一方端に滴下されると、毛細管現象によって液滴がマイクロ流路を流れる。

【0073】

また、本実施形態では、情報処理部 40（処理装置 41）が粒子 p の粒子径を測定したが、撮像部 34 が撮像した画像をディスプレイに表示させ、分析者が、ディスプレイに表示された画像から粒子 p の粒子径を測定してもよい。あるいは、撮像部 34 が撮像した画像を印刷して、分析者が、印刷された画像から粒子 p の粒子径を測定してもよい。

【0074】

また、本実施形態では、粒子 p のブラウン運動又は粒子 p の画像を解析して粒子径を求めたが、粒子径に文献値が用いられてもよい。あるいは、レーザーを使用して、例えば動的光散乱法又は静的光散乱法に基づいて粒子 p の粒子径（直径）を測定してもよい。

【0075】

また、本実施形態では、表示装置 43 がグラフ画像を表示したが、グラフ画像は印刷されてもよい。この場合、表示装置 43 は省略されてもよい。

【0076】

また、本実施形態では、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率を 1 粒子ごとに求めたが、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率は文献値から取得してもよい。換言すると、基準値として文献値が使用されてもよい。

【0077】

[実施形態 2]

続いて図 1 ~ 図 3、図 5 (a)、図 5 (b)、及び図 6 を参照して本発明の実施形態 2 について説明する。但し、実施形態 1 と異なる事項を説明し、実施形態 1 と同じ事項についての説明は割愛する。実施形態 2 は、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータが実施形態 1 と異なる。具体的には、実施形態 2 は、処理装置 41 が生成するグラフ画像が実施形態 1 と異なる。したがって、実施形態 2 における分析装置 10 は、処理装置 41 が生成するデータが異なることを除いて、実施形態 1 における分析装置 10 と同様の構成である。

【0078】

図 6 は、実施形態 2 におけるグラフ画像 600 の一例を示す図である。詳しくは、図 6

は、還元前及び還元後の粒子 p の体積磁化率を 1 粒子ごとにプロットしたグラフ画像 6 0 0 を示す。

【 0 0 7 9 】

実施形態 2 において、粒子 p は、ベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体を含む。あるいは、粒子 p は、還元後又は酸化後にベルトライド化合物、又はベルトライド化合物の固溶体となる化合物を含む。詳しくは、粒子 p は、少なくとも還元後又は酸化後に、酸化数が変化した成分元素と、酸化数が変化していない成分元素とを含む。例えば、還元前の三酸化タングステン化合物は 6 価タングステンを含む。三酸化タングステン化合物を、例えばアルコール化合物中で還元すると、6 価タングステンの一部が電子を取得して 5 価タングステンに遷移し、水素タングステンプロズが生成される。したがって、水素タングステンプロズ（還元後の三酸化タングステン化合物）は、6 価タングステンと 5 価タングステンとを含む。以下、酸化数が変化した成分元素を「酸化数変化成分元素」と記載するとともに、酸化数が変化していない成分元素を「酸化数未変化成分元素」と記載する場合がある。

10

【 0 0 8 0 】

図 6 に示すように、グラフ画像 6 0 0 は、第 1 縦軸 6 0 1 と、第 2 縦軸 6 0 2 と、横軸 6 0 3 とを含む。第 1 縦軸 6 0 1 は体積磁化率を示す。第 2 縦軸 6 0 2 は、第 1 縦軸 6 0 1 に並べて配置される。第 2 縦軸 6 0 2 は、粒子 p を構成する化合物における酸化数変化成分元素の比率  $x$  を示す。具体的には、第 2 縦軸 6 0 2 は、酸化数変化成分元素と酸化数未変化成分元素との比率  $x$  を示す。また、第 1 縦軸 6 0 1 と第 2 縦軸 6 0 2 とは、体積磁化率と比率  $x$  とを対応させる。横軸 6 0 3 は、粒子の直径（粒子径）を示す。なお、第 1 縦軸 6 0 1 の目盛りと第 2 縦軸 6 0 2 の目盛りとの対応関係は、文献値、又は文献に示される式を用いて決定し得る。

20

【 0 0 8 1 】

図 6 において、白丸印は還元前の粒子 p の体積磁化率を示し、白四角印は還元後の粒子 p の体積磁化率を示す。図 6 に示すように、還元前の粒子 p において、比率  $x$  は略「0」の値を示す。一方、粒子 p を還元することにより、比率  $x$  が増加する。比率  $x$  が増加するのは、還元反応によって、一部の成分元素が電子を取得して陰イオン化するためである。実施形態 1 において説明したように、還元し易い粒子ほど、還元反応によって取得する電子の数が多くなる。したがって、還元し易い粒子ほど、比率  $x$  が大きくなる。よって、粒子 p の還元のし易さは、酸化数変化成分元素の比率  $x$  を指標として評価し得る。

30

【 0 0 8 2 】

同様に、酸化前の粒子 p において、比率  $x$  は略「0」の値を示す。また、粒子 p を酸化することにより、比率  $x$  が増加する。比率  $x$  が増加するのは、酸化反応によって一部の成分元素から電子が奪われ、一部の成分元素が陽イオン化するためである。実施形態 1 において説明したように、酸化し易い粒子ほど、酸化反応によって奪われる電子の数が多くなる。したがって、酸化し易い粒子ほど、比率  $x$  が大きくなる。よって、粒子 p の酸化のし易さは、酸化数変化成分元素の比率  $x$  を指標として評価し得る。

【 0 0 8 3 】

なお、粒子 p を光還元する場合、粒子 p の表面を構成する元素の一部が電子を取得する。同様に、粒子 p を光酸化する場合、粒子 p の表面を構成する元素の一部から電子が奪われる。したがって、粒子 p を光還元又は光酸化する場合、第 2 縦軸 6 0 2 は、粒子表面における酸化数変化成分元素と酸化数未変化成分元素との比率  $x$ （粒子表面を構成する化合物における酸化数変化成分元素の比率）を示す。

40

【 0 0 8 4 】

続いて図 5（a）及び図 5（b）を参照して、実施形態 2 における分析方法について説明する。実施形態 2 における分析方法は、図 1～図 3、及び図 6 を参照して説明した分析装置 1 0 を使用して実行する。

【 0 0 8 5 】

実施形態 2 における分析方法は、ステップ S 2 0 8 で生成されるデータが異なることを

50

除いて、実施形態 1 における分析方法と同様である。具体的には、ステップ S 2 0 8 において、処理装置 4 1 が、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、図 6 を参照して説明したグラフ画像 6 0 0 を生成する。詳しくは、処理装置 4 1 は、粒子 p の体積磁化率と、酸化数変化成分元素の比率  $x$  との関係を示すグラフ画像 ( グラフ画像 6 0 0 ) を生成する。

【 0 0 8 6 】

なお、酸化数変化成分元素の比率  $x$  は、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率から求めることができる。よって、還元前又は酸化前の粒子 p の体積磁化率を求める処理は省略されてもよい。

【 0 0 8 7 】

また、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに解析して、解析結果を表示装置 4 3 に表示させてもよい。具体的には、処理装置 4 1 は、還元後又は酸化後の粒子 p の体積磁化率に基づいて、酸化数変化成分元素の比率  $x$  を演算 ( 数値解析 ) により求めてもよい。換言すると、処理装置 4 1 は、粒子 p の還元のし易さ又は酸化のし易さを 1 粒子ごとに示すデータとして、酸化数変化成分元素の比率  $x$  を 1 粒子ごとに求めてもよい。

【 0 0 8 8 】

以上、実施形態 2 について説明した。実施形態 2 によれば、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さ ( 酸化数の変化のし易さ ) を 1 粒子ごとに評価することが可能となる。詳しくは、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを、酸化数変化成分元素の比率  $x$  に基づいて評価することが可能となる。したがって、電極を作製する前に、電極の材料に用いられる粒子の性能を評価することが可能となる。更に、実施形態 2 によれば、電極の材料に用いられる粒子の還元のし易さ又は酸化のし易さを、酸化数変化成分元素の比率  $x$  によって定量化することが可能となる。

【 0 0 8 9 】

なお、処理装置 4 1 は、電子の体積磁化率を求めてもよい。よって、図 5 ( a ) 及び図 5 ( b ) を参照して説明した分析方法は、電子の体積磁化率を取得する工程を更に包含してもよい。電子の体積磁化率を取得する場合、粒子 p は光還元又は光酸化される。

【 0 0 9 0 】

具体的には、還元反応又は酸化反応による粒子 p の体積磁化率の変化量と、還元反応又は酸化反応による酸化数の変化量と、還元後又は酸化後の粒子 p の表面の結晶構造と、還元後又は酸化後の粒子 p の比表面積とに基づいて、電子の体積磁化率を求めることができる。詳しくは、還元後又は酸化後の粒子 p の表面の結晶構造と、還元後又は酸化後の粒子 p の比表面積とに基づいて、還元後又は酸化後の粒子 p の表面に占める酸化数変化成分元素の数を求める。次に、酸化数変化成分元素の数と酸化数の変化量とに基づいて、粒子 p が取得した電子の数、又は粒子 p から奪われた電子の数を求める。次に、電子の数と、体積磁化率の変化量とに基づいて、電子の体積磁化率を求める。

【 0 0 9 1 】

還元反応又は酸化反応による酸化数の変化量は、粒子 p の還元反応式又は酸化反応式を参照して求めることができる。例えば、6 価タンゲステンは、還元反応によって 5 価タンゲステンに遷移するので、酸化数の変化量は「 1 」となる。また、還元後又は酸化後の粒子 p の比表面積は、還元後又は酸化後の粒子 p の粒子径に基づいて求めることができる。

【 0 0 9 2 】

粒子 p の表面の結晶構造において、酸化数変化成分元素と酸化数未変化成分元素とを区別できない場合には、粒子 p の表面の結晶構造と、酸化数変化成分元素と酸化数未変化成分元素との比率  $x$  と、還元後又は酸化後の粒子 p の比表面積とに基づいて、酸化数変化成分元素の数を求めることができる。

【 0 0 9 3 】

以上、本発明の実施形態について図面を参照しながら説明した。但し、本発明は、上記の実施形態に限られるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々の態様において実

10

20

30

40

50

施することが可能である。

【0094】

例えば、図3を参照して説明した分析装置10は光源60を備えたが、分析装置10は、光源60に替えてレーザーを備えてもよいし、光源60に加えてレーザーを更に備えてもよい。分析装置10が光源60とレーザーとを備える場合、光源60から光を出射する際には、レーザーからのレーザー光の出射を停止させ、レーザーからレーザー光を出射する際には、光源60からの光の出射を停止させる。レーザーを使用する場合、セル21に導入された粒子pにレーザー光を照射する。撮像部34は、粒子pによって散乱されたレーザー光(散乱光)を、拡大部32を介して撮像する。

【0095】

レーザー光を粒子pに照射する場合、キャピラリー管は、その軸方向に直交する断面形状が正方形の正方形型キャピラリーであることが好ましい。正方形型キャピラリーを使用することにより、セル21の側面のうちレーザー光が照射される面を鏡面仕上げにすることが容易になる。

【0096】

また、図3に示す分析装置10では、セル21(キャピラリー管)が垂直に配置されたが、本発明はこの形態に限定されない。例えば、図7に示すように、粒子pが磁気泳動する流路(セル21)は、水平に配置されてもよい。

【0097】

また、図6を参照して説明したグラフ画像600は、還元後又は酸化後の粒子pの体積磁化率と、酸化数変化成分元素の比率xとの関係を示す2つの縦軸(第1縦軸601及び第2縦軸602)を含んだが、本発明はこの形態に限定されない。グラフ画像は、還元後又は酸化後の粒子pの体積磁化率と、酸化数変化成分元素の比率xとの関係を示す2つの横軸を含んでもよい。

【0098】

また、本発明による実施形態では、体積磁化率の変化量、又は酸化数変化成分元素と酸化数未変化成分元素との比率を指標として、粒子pの還元のし易さ、又は酸化のし易さを評価したが、本発明はこの形態に限定されない。例えば、還元反応によって粒子pが取得した電子の数、又は酸化反応によって粒子pから奪われた電子の数を指標として、粒子pの還元のし易さ又は酸化のし易さを評価してもよい。すなわち、電子数の変化を指標として、粒子pの還元のし易さ又は酸化のし易さを評価してもよい。

【0099】

還元反応によって粒子pが取得した電子の数は、還元前後の粒子pの体積磁化率の変化量と、電子の体積磁化率とに基づいて求めることができる。同様に、酸化反応によって粒子pから奪われた電子の数は、酸化前後の体積磁化率の変化量と、電子の体積磁化率とに基づいて求めることができる。したがって、処理装置41は、粒子pの還元のし易さ又は酸化のし易さを示すデータとして、還元反応によって粒子pが取得した電子の数、又は酸化反応によって粒子pから奪われた電子の数を示すデータを生成してもよい。具体的には、処理装置41は、還元反応によって粒子pが取得した電子の数、又は酸化反応によって粒子pから奪われた電子の数と、粒子pの体積磁化率との関係を示すグラフ画像を生成してもよい。あるいは、処理装置41は、還元反応によって粒子pが取得した電子の数、又は酸化反応によって粒子pから奪われた電子の数を求めてもよい。

【実施例】

【0100】

以下、本発明の実施例について説明する。但し、本発明は、以下で説明する実施例に限定されるものではない。

【0101】

本実施例では、粒子pとして、三酸化タングステン( $WO_3$ )からなる粒子を使用した。以下、三酸化タングステン( $WO_3$ )からなる粒子を「酸化タングステン粒子p」と記載する場合がある。

10

20

30

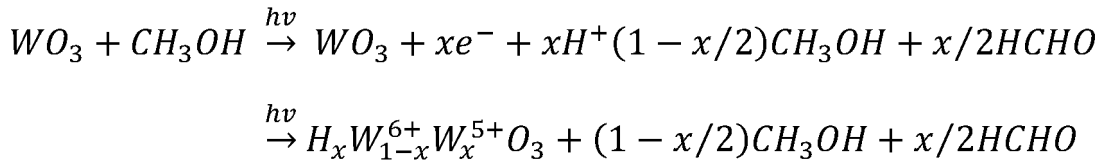
40

50

## 【 0 1 0 2 】

また、本実施例では、媒体 m として、100%メタノール (CH<sub>3</sub>OH) を使用した。また、酸化タングステン粒子 p に紫外線を照射して、酸化タングステン粒子 p を光還元した。メタノール中の三酸化タングステン化合物に紫外線を照射すると、還元反応によって水素タングステンブロンズ (H<sub>x</sub>WO<sub>3</sub>; 0 < x < 1) が生成される。以下に、反応式を示す。

## 【 数 1 】



10

## 【 0 1 0 3 】

上記反応式に示すように、メタノール中の三酸化タングステン化合物に紫外線を照射すると、一部のタングステン (W) の酸化数が 6 価から 5 価に変化する。したがって、酸化タングステン粒子 p に紫外線を照射すると、粒子 p の表面を構成する三酸化タングステンの一部が、上記反応式に示すように、電子 (e<sup>-</sup>) を取得して水素タングステンブロンズに遷移する。

20

## 【 0 1 0 4 】

図 8 は、本実施例における酸化タングステン粒子 p の体積磁化率の変化を示す図である。詳しくは、図 8 は、4 つのグラフを示す。各グラフにおいて、横軸は酸化タングステン粒子 p の直径 (粒子径) を示し、縦軸は体積磁化率を示す。

## 【 0 1 0 5 】

最上段のグラフは、紫外線が照射される前の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。換言すると、最上段のグラフは、光還元前の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。2 段目のグラフは、紫外線を 10 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。3 段目のグラフは、紫外線を 30 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。4 段目のグラフは、紫外線を 60 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。図 8 に示すように、紫外線を照射する時間が長いほど、酸化タングステン粒子 p の体積磁化率が増加した。

30

## 【 0 1 0 6 】

図 9 は、本実施例におけるグラフ画像 600 を示す図である。図 9 において、第 1 縦軸 601 は体積磁化率の平均値を示し、第 2 縦軸 602 は、酸化タングステン粒子 p の表面における 5 価タングステン (W<sup>5+</sup>) と 6 価タングステン (W<sup>6+</sup>) との比率を示す。具体的には、第 2 縦軸 602 は、上記反応式における「x」の値を示す。また、横軸 603 は酸化タングステン粒子 p の直径 (粒子径) を示す。なお、第 1 縦軸 601 の目盛りと第 2 縦軸 602 の目盛りとの対応関係は、文献 “L. Eyring, M. O'Keefe (eds), Chemistry of Extended Defects in Nonmetallic Solids (1970), North-Holland Publish, Amsterdam . pp555-560 ” を参照して決定した。

40

## 【 0 1 0 7 】

図 9 に示すグラフ画像 600 おいて、白丸印は、紫外線が照射される前の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示し、黒四角印は、紫外線を 10 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示し、黒逆三角印は、紫外線を 30 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示し、黒三角印は、紫外線を 60 分照射した後の酸化タングステン粒子 p の体積磁化率と粒子径との関係を示す。

## 【 0 1 0 8 】

50

図9に示すように、紫外線を照射する時間が長いほど、酸化タングステン粒子pの体積磁化率が増加した。また、酸化タングステン粒子pの直径が小さいほど、体積磁化率の変化量が大きくなった。図9に示すグラフ画像600を参照することにより、酸化タングステン粒子pの体積磁化率に基づいて、5価タングステン(酸化数変化成分元素)と6価タングステン(酸化数未変化成分元素)との比率xを求めることができた。図9に示すように、紫外線を照射する時間が長いほど、比率xが大きくなった。また、酸化タングステン粒子pの直径が小さいほど、比率xが大きくなった。したがって、直径(比表面積)が小さい酸化タングステン粒子pを用いて電極を作製することにより、電極性能の向上を図ることができることを確認できた。

#### 【0109】

また、本実施例によれば、6価タングステンと5価タングステンとの比率xと、体積磁化率の変化量との関係を求めることができる。一方、比率xは、上記反応式に示すように、酸化タングステン化合物が取得する電子( $e^-$ )の数に対応する。したがって、酸化タングステン粒子pの表面における5価タングステンの数(水素タングステンブロンズの数)を解析することにより、電子の体積磁化率を求めることができる。

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0110】

本発明によれば、電極の材料に用いられる粒子の性能を1粒子ごとに評価することができる。したがって、本発明は、高性能な電池の開発に有用である。

#### 【符号の説明】

#### 【0111】

10	分析装置
20	磁場生成部
21	セル
30	検出部
32	拡大部
34	撮像部
40	情報処理部
41	処理装置
42	記憶装置
43	表示装置
50	酸化還元部
60	光源
600	グラフ画像
601	第1縦軸
602	第2縦軸
603	横軸
m	媒体
p	粒子

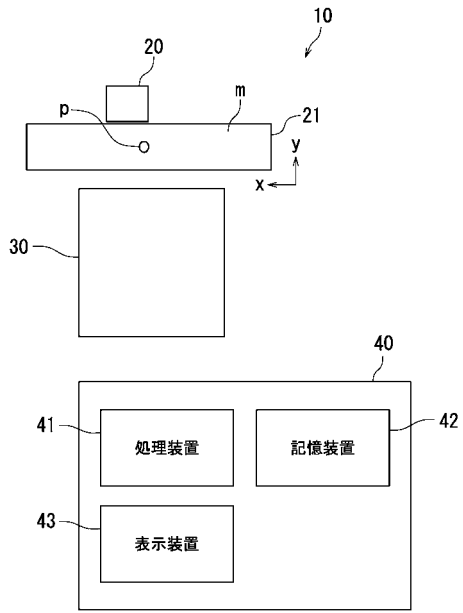
10

20

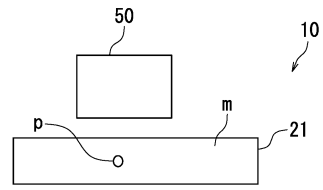
30



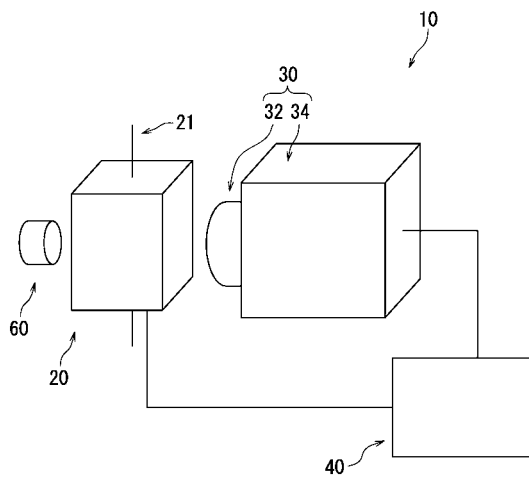
【 図 1 】



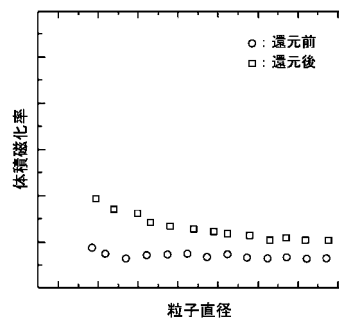
【 図 2 】



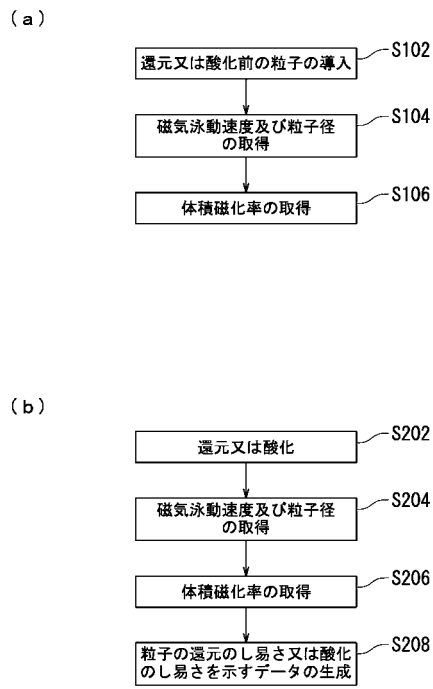
【 図 3 】



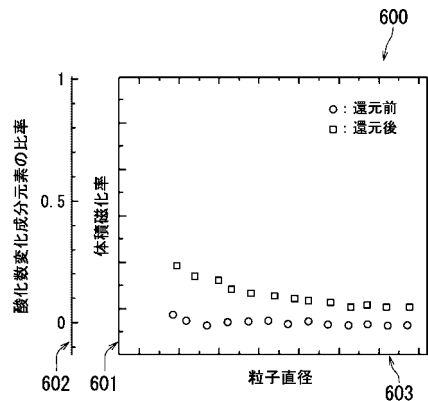
【 図 4 】



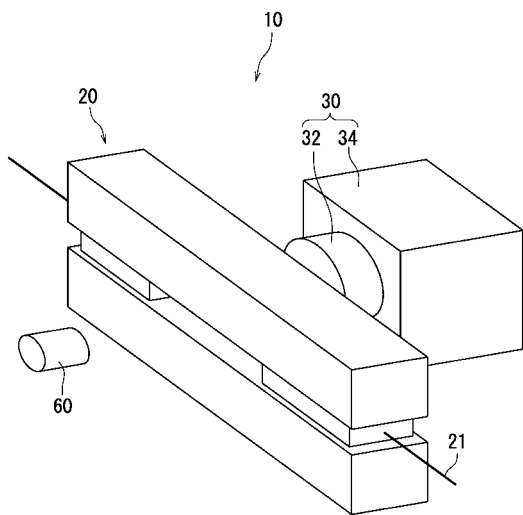
【 図 5 】



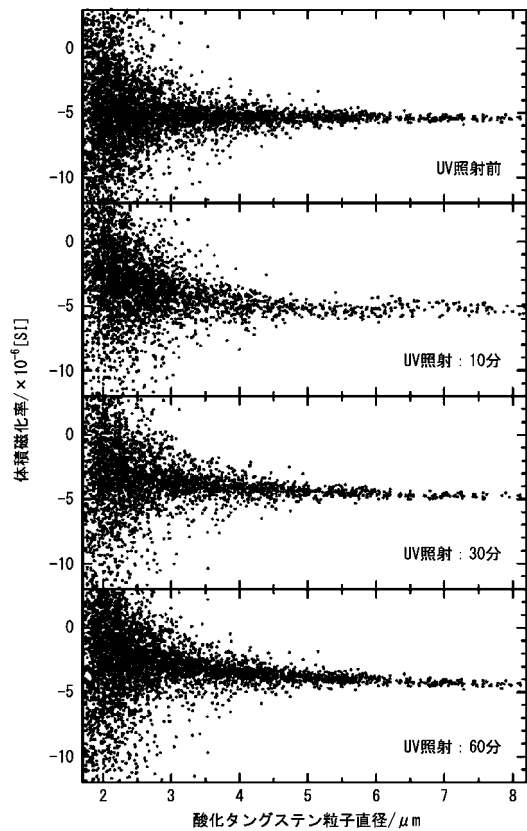
【 図 6 】



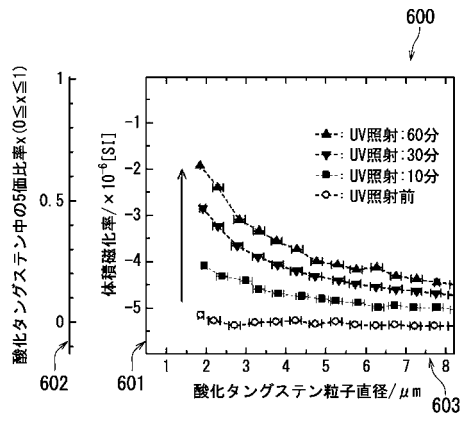
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 2G053 AB06 BA04 BA07 BB11 BC20 DB07  
5H050 AA19 BA17 CA01 CA02 CA07 CA17 CB01 CB02 CB03 CB11  
FA17 GA28