

固体电解质 材料

GUTI DIANJIEZHI CAILIAO

王洪涛 著

作为新能源之一的燃料电池引起了人们的研究兴趣，燃料电池(FC)可以直接高效地将碳氢燃料的化学能转化为电能，它是一种重要的洁净能源转化技术。

固体电解质 材料

GUTI DIANJIEZHI CAILIAO

王洪涛 著

作为新能源之一的燃料电池引起了人们的研究兴趣，燃料电池(FC)可以直接高效地将碳氢燃料的化学能转化为电能，它是一种重要的洁净能源转化技术。

图书在版编目 (CIP) 数据

固体电解质材料/王洪涛著. —北京: 中国书籍出版社, 2016. 9

ISBN 978 - 7 - 5068 - 5746 - 8

I. ①固… II. ①王… III. ①固体电解质—复合材料
IV. ①O646. 1②TB33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 190182 号

固体电解质材料

王洪涛 著

责任编辑 李燕 刘娜

责任印制 孙马飞 马芝

封面设计 中联华文

出版发行 中国书籍出版社

地 址 北京市丰台区三路居路 97 号 (邮编: 100073)

电 话 (010) 52257143 (总编室) (010) 52257153 (发行部)

电子邮箱 chinabp@vip.sina.com

经 销 全国新华书店

印 刷 北京天正元印务有限公司

开 本 710 毫米 × 1000 毫米 1/16

字 数 304 千字

印 张 18

版 次 2017 年 1 月第 1 版 2017 年 1 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978 - 7 - 5068 - 5746 - 8

定 价 54.00 元

版权所有 翻印必究

前 言

由于污染物的排放等问题而引起的全球气候变化使得人类的生存发展面临着前所未有的严峻挑战,能源危机和环境污染迫在眉睫,要解决能源安全和可持续发展的问题,我们不仅需要大大提高现有能源高效、清洁的开发技术和使用效率,而且必须开发绿色环保、高效便捷的新型持续的能源技术。作为新能源之一的燃料电池引起了人们的研究兴趣,燃料电池(FC)可以直接高效地将碳氢燃料的化学能转化为电能,它是一种重要的洁净能源转化技术。电解质材料是燃料电池最核心的部件。有关各种电解质的制备、导电性及应用研究报道,世界范围内均做出了大量研究和取得了重大进展。

本书共分为6章:第1章为钙钛矿结构钪酸钡电解质材料,主要包括其结构分析、制备方法、性能研究以及应用。第2章为钙钛矿结构钪酸铈电解质材料。第3章为掺杂镓酸镧电解质材料,从晶格结构、力学性能、缺陷化学、合成方法等方面进行论述。第4章为 ZrO_2 基电解质材料。第5章为掺杂氧化铈电解质材料。第6章为新型氧离子导体钼酸镧($La_2MO_2O_q$)。

本书编者2002年至今从事固体电解质材料研究已14年,积累了不少关于固体电解质材料的合成、导电性能及燃料电池性能的测试与研究经验。深入研究过系列质子导电性 $SrCe_{1-x}Yb_xO_{3-\alpha}$ 电解质、新型中温氧离子导体钼酸镧及中温离子导体焦磷酸锡,也参与过 $BaCeO_3$ 基材料、镓酸镧基陶瓷及薄膜燃料电池的研究。本书是编者根据多年从事固体电解质材料的研究,参考国内外该领域的众多科研论文及图书资料编写而成。本书可作为高等学校无机非金属材料专业研究生的研究参考用书,也可供科研部门有关专业

的科技人员参考。

本书得到了国家自然科学基金青年基金项目(批准号:51402052)经费的资助,特此表示感谢。

编者 王洪涛

2016年6月

目 录

CONTENTS

第1章 钙钛矿结构钕酸钡电解质材料	1
1.1 燃料电池(FC) 1	
1.2 固体氧化物燃料电池(SOFC) 2	
1.2.1 阳极材料 3	
1.2.2 阴极材料 3	
1.2.3 连接材料 3	
1.2.4 电解质材料 4	
1.3 钕酸钡电解质材料的结构分析 6	
1.3.1 XRD 分析 6	
1.3.2 SEM、TEM 分析 9	
1.4 BaCeO ₃ 基电解质材料的制备方法 10	
1.4.1 柠檬酸-硝酸盐燃烧法(CNA) 10	
1.4.2 甘氨酸-硝酸盐合成法(GNP) 12	
1.4.3 共沉淀法 13	
1.4.4 火花等离子体烧结法(SPS) 14	
1.4.5 固相反应法(SSR) 14	
1.4.6 流延法 18	
1.4.7 Pechini 法 18	
1.4.8 溶胶-凝胶法(sol-gel) 20	
1.4.9 微乳法(ME) 23	
1.5 BaCeO ₃ 基电解质材料的性能研究 24	
1.5.1 电导率 24	
1.5.2 热重性能 29	

1.5.3	阻抗谱图	30
1.5.4	材料的稳定性研究	32
1.6	BaCeO ₃ 基电解质材料的应用	35
1.6.1	传感器	35
1.6.2	燃料电池	35
1.7	结语	38
	参考文献	39
	经典实例1	45
	经典实例2	48
	经典实例3	51

第2章 钙钛矿结构钪酸铈电解质材料..... 54

2.1	机理、结构与形貌	54
2.1.1	内摩擦光谱	54
2.1.2	SrCe _{0.95} Yb _{0.05} O ₃ 中氢的解吸机理	55
2.1.3	EXAFS 研究	56
2.1.4	弹性反冲检测(ERD)分析	57
2.1.5	穆斯堡尔谱	57
2.1.6	卢瑟福散射谱(RBS)	58
2.1.7	拉曼光谱	59
2.1.8	其他机理、结构与形貌	60
2.2	缺陷化学	74
2.3	制备方法	75
2.3.1	高温固相法	75
2.3.2	溶胶-凝胶法	79
2.3.3	微波合成法	81
2.3.4	浸渍法	81
2.3.5	沉积法	82
2.3.6	喷雾热解法	84
2.3.7	旋转涂布法	84
2.3.8	复合电解质的合成	84

2.4 导电性能 85

- 2.4.1 电导率及其影响因素 85
- 2.4.2 导电性与氧分压的关系 90
- 2.4.3 稳定性研究 90

2.5 应用 92

- 2.5.1 氢分压自动调节仪 92
- 2.5.2 $H_2 - D_2$ 气体电池(氢同位素电池) 93
- 2.5.3 产 H_2 水气交换反应器 94
- 2.5.4 氢泵、氢透过与氢分离器 95

参考文献 99

经典实例1 103

经典实例2 105

经典实例3 109

第3章 掺杂镓酸镧电解质材料 113

3.1 晶格结构 113

3.2 价电子结构理论计算 115

3.3 力学性能 116

3.4 缺陷化学 117

3.5 $LaGaO_3$ 的合成方法 117

- 3.5.1 固相反应法 118
- 3.5.2 溶胶-凝胶法 120
- 3.5.3 低温燃烧合成法 120
- 3.5.4 沉淀体系中相转移分离法 121
- 3.5.5 甘氨酸-硝酸盐燃烧法 121

3.6 导电性能 121

3.7 燃料电池 123

参考文献 124

经典实例1 126

经典实例2 128

经典实例3 131

第4章 ZrO₂基电解质材料 135

4.1 ZrO₂基电解质的结构与导电原理 136

4.1.1 结构 136

4.1.2 导电机理 140

4.2 ZrO₂基电解质的制备方法 142

4.2.1 高温固相法 142

4.2.2 溶胶-凝胶法 144

4.2.3 化学沉淀法 147

4.2.4 气相沉积法 148

4.2.5 旋转涂覆法 149

4.2.6 燃烧合成法 149

4.2.7 流延成型法 150

4.2.8 改进注浆法 151

4.2.9 水热合成法 151

4.2.10 其他 151

4.3 ZrO₂基电解质的性能研究 152

4.3.1 材料的稳定性研究 152

4.3.2 阻抗谱图与电导率 156

4.4 ZrO₂基电解质的应用 161

4.4.1 传感器 161

4.4.2 在冶金工业中的应用 162

4.4.3 燃料电池 162

4.5 结语 168

参考文献 169

经典实例1 175

经典实例2 177

经典实例3 179

第5章 掺杂氧化铈电解质材料 183

5.1 氧化铈基电解质概述 183

5.1.1 CeO₂的晶体结构 184

5.1.2	导电机理	185
5.1.3	相结构分析	186
5.1.4	弹性模量	194
5.1.5	断裂强度	194
5.1.6	稳定性	194
5.1.7	抗还原性	195
5.2	掺杂氧化铈基电解质的制备	195
5.2.1	固相反应法	196
5.2.2	溶胶-凝胶法	197
5.2.3	化学沉淀法	200
5.2.4	微乳液法	203
5.2.5	冷冻干燥法	203
5.2.6	喷雾热分解法	203
5.2.7	燃烧合成法	203
5.2.8	水热合成法	206
5.2.9	水溶液流延法	207
5.3	掺杂氧化铈基电解质的电导率	207
5.4	CeO ₂ 基电解质的应用	214
5.4.1	在固体燃料电池中的应用	215
5.4.2	在汽车尾气净化中的应用	215
5.4.3	在气体传感方面的应用	215
5.5	结语	216
	参考文献	216
	经典实例 1	224
	经典实例 2	226
	经典实例 3	229

第 6 章 新型氧离子导体钼酸镧(La₂Mo₂O₉) 232

6.1	La ₂ Mo ₂ O ₉ 电解质简介	232
6.2	相结构	233
6.3	电镜分析	236

6.4	内耗 - 温度谱的机理研究	237
6.5	$\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ 的导电机理	238
6.6	$\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ 型电解质的制备方法	239
6.6.1	固相反应法	239
6.6.2	溶胶 - 凝胶法	241
6.6.3	电泳沉积法	243
6.6.4	冷冻干燥法	243
6.6.5	多元醇法	243
6.6.6	微波辅助加热法	243
6.6.7	聚天冬氨酸前体法	244
6.6.8	原位聚合法	244
6.6.9	激光快速凝固法	244
6.7	$\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ 电解质的性能研究	245
6.7.1	电导率	245
6.7.2	浓差电池	249
6.8	$\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ 电解质的应用——燃料电池	249
6.9	结语与展望	250
	参考文献	250
	经典实例 1	256
	经典实例 2	258
	经典实例 3	262

附 录 266

附录 1	饱和水蒸气压力表	266
附录 2	各种气体的安全使用方法	268
附录 3	各种仪器的规范使用	269
附录 4	电化学工作站相关测试说明	271

第 1 章

钙钛矿结构钪酸钡电解质材料

全球人口的不断增长和经济的迅猛发展趋势,使得人类长期以来过度开发利用能源所造成的环境污染和生态破坏等问题变得日益严重,另外由于污染物的排放等问题而引起的全球气候变化使得人类的生存发展面临着前所未有的严峻挑战,能源危机和环境污染迫在眉睫,要解决能源安全和可持续发展的问题,我们不仅需要大大提高现有能源高效、清洁的开发技术和使用效率,而且必须开发绿色环保、高效便捷的新型持续的能源技术,这将成为人类发展生存的重大课题。作为新能源之一的燃料电池^[1-50]引起了人们的研究兴趣,已经有了长足的进步,因为与传统发电系统相比,燃料电池具有能量转换效率高、小型便捷、无噪声、污染小等优点,是一种高效清洁的能源技术,成为继水电、火力和核电的第四代新型发电技术^[51-57]。

1.1 燃料电池(FC)

燃料电池是通过化学反应直接将化学能转换成电能的一种装置,具有以下特点:(1)因为它不经过燃烧,所以不受卡诺循环的限制,没有中间转换能量损失,综合能量利用率较高,因此具有较高的发电效率;(2)设备容量对发电效率无影响;(3)小型轻便,适用于分散型供电系统,无须远距离传输系统;(4)电池工作时没有噪声,被称为“安静电站”;(5)排放废物量少,污染较小^[52]。

现阶段主要将燃料电池分为五类:碱性燃料电池(Alkaline Fuel Cell, AFC)、质子交换膜型燃料电池(Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC)、磷酸盐型燃料电池(Phosphoric Acid Fuel Cell, PAFC)、熔融碳酸盐型燃料电池(Molten Carbonate Fuel Cell, MCFC)和固体氧化物型燃料电池(Solid Oxide Fuel Cell, SOFC)^[54],

其中 AFC 是现阶段技术比较成熟稳定的主要用于航空任务的燃料电池; PEMFC 由于其电解质膜成本昂贵而阻碍商业化进程; PAFC 是目前商业化应用程度最高的但是需要贵金属铂作催化剂的燃料电池; MCFC 发电站现今已接近商业化发展; SOFC 是具有诸多优点的全固态封装结构的无须贵金属作催化剂的最具发展潜力的燃料电池^[51]。

1.2 固体氧化物燃料电池(SOFC)

SOFC 单电池是一层致密的电解质材料与两层多孔电极三层结构组成的电化学发电装置,多孔电极主要发生电化学催化反应及其传输电流,电解质层传导氧离子或是质子,并且具有隔离作用^[51]。SOFC 的工作原理如图 1-1 所示。

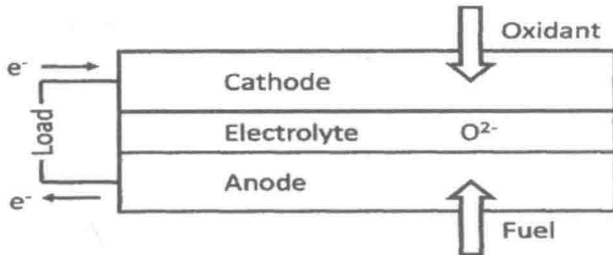


图 1-1 SOFC 的工作原理

阳极端(是燃料发生氧化反应的主要场所)通入燃料气(H_2 、 CO 、 CH_4 等),阴极端(是氧化剂发生还原反应的主要场所)通入氧化气(O_2 或者空气);电解质隔断氧化气和燃料气直接接触; O_2 在阴极端发生吸附和催化反应,得到由外电路传导来的电子生成 O^{2-} , O^{2-} 通过电解质传导至阳极端;燃料气体在阳极端发生吸附和催化反应,与 O^{2-} 反应并向外电路释放电子^[54]。

SOFC 具有如下的一系列优点:(1)不受卡诺循环限制,能源转换效率高,污染小;(2)使用全固体组件,不存在蒸发、腐蚀和电解液流失等问题;(3)操作温度高,排出的高质量余热既可用于取暖也可与蒸汽轮机联用循环发电,可提高能量利用综合效率;(4)不需使用贵金属电极,因而电池成本大大下降;(5)燃料范围广,不仅可用 H_2 和 CO ,而且可直接用天然气和其他碳氢化合物为燃料^[53]。

1.2.1 阳极材料

燃料气和从电解质中迁移过来 O^{2-} 在阳极反应,因此阳极材料应满足:(1)电子导电性好,反应时能够实现快速电荷交换;(2)透气性好,使燃料气顺利地扩散到电极各处参与反应并将产生的水移走;(3)在还原气氛下稳定,对燃料气具有良好的氧化催化活性;(4)耐热,能够适应从室温到高温的热循环,还要有合适的力学、热力学和化学兼容性,以匹配 SOFC 其他元部件。

鉴于这些要求,只有少数金属或陶瓷可作为备选材料。目前最常用的阳极材料为金属陶瓷复合体,如 Ni-YSZ(钇稳定的 ZrO_2) 金属陶瓷,YSZ 一来可作为 Ni 粒子的支架,限制 Ni 金属晶粒的增长和团聚而导致阳极活性降低,同时使得阳极的热胀系数与电解质(YSZ)相匹配,保持 Ni 的分散性和阳极的多孔性,多孔 Ni 粒子不仅可以提供阳极中电子流的通道,还对氢的还原有催化作用;二来可提供氧离子电导,使阳极的电化学反应活性区域得到扩展,但 Ni 陶瓷阳极使用碳氢化合物为燃料时碳氢键会催化断裂,造成阳极上碳沉积,会破坏阳极的多孔性结构,阻碍燃料气与 Ni 的接触,而且 Ni 的活性位会被碳覆盖,从而电池的活化极化被大幅增加导致电池性能降低,制约 Ni 基阳极应用的另一障碍是较低的耐硫性。目前,探索防止碳沉积的阳极新材料已经成为 SOFC 最活跃的研究领域之一^[52-55]。

1.2.2 阴极材料

SOFC 的阴极是为氧化剂的电化学反应提供场所,因此阴极材料应具备:(1)高的电子导电率;(2)在高温氧化状态下耐腐蚀;(3)透气性好;(4)与电解质的热匹配性好。

Ag、Pt、Pb 等对氧分压变化敏感,具有优良的吸附、催化、抗中毒性能,是人们较早深入研究的一类阴极材料,但是由于其成本较高和高温稳定性差等原因,目前已很少单独使用,对于贵金属修饰的陶瓷的阴极氧还原催化机制有待进一步研究。

钙钛矿结构的 ABO_3 型氧化物和类钙钛矿的 A_2BO_4 型氧化物是目前研究较热的阴极材料,比较常见的钙钛矿阴极有锰酸镧基和亚钴酸镧基阴极材料,其中以比较有实用性的 $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ (LSM) 为代表。

1.2.3 连接材料

SOFC 的连接材料主要起到:一将电池单元之间点连接起来,二是将阴极氧化气

和阳极燃料气隔开的作用,因此应具备:(1)好的电子导电性和低的离子导电性;(2)在氧化与还原气氛中性能稳定;(3)与电池各结构材料不发生反应又有良好的热匹配性;(4)较高的机械强度和热导率以及不透气的^[52]。目前研究最深入且应用效果最好的连接材料是 Ca、Sr 或 Mg 掺杂的铬酸镧钙钛矿材料。这类材料在高温下化学稳定性和热匹配性都比较好,与其他连接材料相比价格相对昂贵,机械强度和导热性较差,在高温下 Cr₂O₃易挥发,但是这类材料延展性优良,容易加工成型,并且电子电导和热导率都很高,基本满足 SOFC 连接材料的要求^[55]。

1.2.4 电解质材料

电解质是 SOFC 的核心,一般都是采用陶瓷氧化物制作,电解质的性能直接影响电池的工作温度和性能,主要起到对燃料气及氧化气的隔离作用和阴、阳极之间传递氧离子的作用,因此必须满足:(1)氧离子导电率高,较低电子电导率;(2)相稳定性好;(3)有足够的机械强度;(4)抗热冲击性好;(5)在反应气体中具有最佳稳定性;(6)不透气的。

现在研究较多类型主要有萤石型、钙钛矿型和磷灰石型等,下面将主要说明 ABO₃型钙钛矿电解质^[58-93]。钙钛矿型高温质子导体分为两类:第一类是简单钙钛矿型结构,通式为 ABO₃,A 代表 +2 价阳离子,如 Ba²⁺、Ca²⁺、Sr²⁺等,B 代表 +4 价阳离子,如 Ce⁴⁺、Zr⁴⁺,经过低价元素 M(如三价稀土)掺杂后,产生氧缺陷,可表示为 AB_{1-x}M_xO_{3-δ}(x 是掺杂元素形成固溶体的范围,通常 ≤0.2,δ 代表每个钙钛矿型氧化物单元的氧缺陷数);第二类是复合钙钛矿型结构,通式为 A₂(B'B'')O₆和 A₃(B'B''₂)O₉,这里 A 通常代表 +2 价阳离子,B'离子为 +3 价或 +2 价,B''代表 +5 价阳离子。B'与 B''偏离了化学计量比后,产生氧晶格缺陷,化学通式可以表示为 A₂(B'_{1+x}B''_{1-x})O_{6-δ}或者 A₃(B'_{1+x}B''_{2-x})O_{9-δ}^[72]。

钙钛矿结构示意图如图 1-2 所示,在钙钛矿的晶格结构中,半径较小的 B 位离子和 O 离子构成 BO₆八面体结构,O 离子位于此八面体中心,而 B 位离子位于立方体的 8 个面的中心,半径较大的 A 位离子位于立方体的 8 个顶点。当低价元素对 A、B 位元素进行掺杂时,晶体无法通过阳离子的变价达到电中性,从而产生氧离子空位即点缺陷,引起氧离子电导^[56]。由于 A 离子与 O 离子同在一个密堆层,其结合具有离子键的特征,因此 A 位的价态变化必然直接影响 O 离子的状态,是产生氧空位的直接原因。而 B 位离子价态的变化也会随之影响周围 O 离子的配位状态,并引起多面体结构的演变。这意味着 B 位离子价态的调整同样有利于氧空位的形成^[57]。

这一结构中,A 位元素通常为大半径、低电价的 La 系稀土金属元素,B 位元素通常为化合价较高而半径较小的过渡金属元素。材料的电导率与 A 位元素密切相关,在 A 位掺杂碱土金属,会明显提高其电导率,其中 Sr 掺杂的电导率最高。发现最早、应用最广的是以二价碱土氧化物和三价稀土氧化物稳定的钙钛矿型结构的 ZrO_2 固溶体。在氧离子导体电解质材料中, $LaGaO_3$ 基材料是比较典型的钙钛矿型氧化物,这一结构中 A 位的 La^{3+} 可以被 Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 等取代,B 位的 Ga^{2+} 可以被 Mg^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Co^{3+} 等取代。当 A 位和 B 位的离子被部分取代后,会产生氧空位,从而较大程度地增加了离子电导率。研究发现,经过掺杂的 $LaGaO_3$ 的离子导电性可以扩展到很低的氧分压范围^[57]。

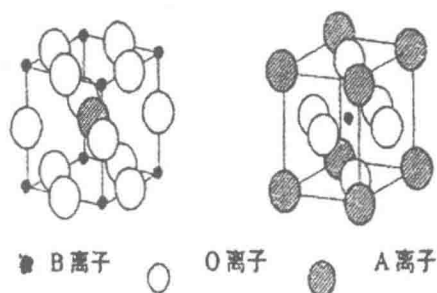


图 1-2 钙钛矿结构示意图

目前对钙钛矿型质子导体的研究主要集中于高的质子传导性能和高质子浓度等方面,而研究存在的问题主要是如何提高固体电解质质子传导效率。岩原发现,某些以低价金属阳离子掺杂的钙钛矿型 $SrCeO_3$ 和 $BaCeO_3$ 烧结体在高温下不含氢气或水蒸气的气氛中表现为 P 型电子导电,当该气氛为 H_2 或水蒸气时,电子导电性降低,质子导电性增加,而在纯氢气气氛中则几乎显示纯质子导电性,电导率可达到 $10^{-2} \sim 10^{-3} S \cdot cm^{-1}$ 。这种质子导电的出现是建立在晶体中电子空穴的消耗上,导电不是由于晶界而是由于晶体本身产生的,氧化物中掺杂的离子对质子导电的发生是必不可少的,掺杂所产生的电子空穴和氧离子空位对质子的产生起着重要的作用^[56]。

1.3 钕酸钡电解质材料的结构分析

1.3.1 XRD 分析

A. Radojkovic^[1]等对 BaCe_{0.9}Eu_{0.1}O_{2.95} (BCE) 的 XRD 分析显示 BCE 试样为正交晶结构,但是仍然可以看到 BaCO₃的杂质峰,Rietveld 分析显示 BaCe_{0.9}Eu_{0.1}O_{2.95} (BCE)的体积比熟知的 BaCe_{0.9}Y_{0.1}O_{2.95}要稍大一些,这可能将导致更高的质子迁移率,如表 1-1 所示。Eu 的掺杂也提高了 BaCeO₃的烧结性,因为在 1450℃下烧结 5h 后可获得由 1~2μm 的晶粒组成致密的单相 BCE 电解质的微观结构,Eu 的掺杂提高了其晶格参数和体积,这种掺杂产生氧缺陷而维持了材料的电中性,对 BCE 衍射峰的扩展和其微观结构的观察显示氧原子的部分标准偏差比其他原子要大一些,这表示氧内部的点阵可能发生了变形。

表 1-1 BaCe_{0.9}Eu_{0.1}O_{2.95} (BCE) 的 Rietveld 分析显示结果

Chemical formula	BaCe _{0.9} Eu _{0.1} O _{2.95}			
S.G.	<i>Pm</i> <i>cn</i> , orthorhombic			
Unit cell parameters:	<i>a</i> = 0.8781(1) nm; <i>b</i> = 0.6250(1) nm; <i>c</i> = 0.6228(1) nm			
Atom	<i>x</i>	<i>y</i>	<i>z</i>	Occ
Ba	0.25	-0.0061(4)	0.0142(2)	0.50
Ce	0	0.5	0	0.45
Eu	0	0.5	0	0.05
O1	0.25	0.419(3)	-0.016(3)	0.485
O2	0.0353(13)	0.718(3)	0.282(3)	1.00
<i>B</i> _{overall}	= 0.726(12)			
Interatomic distances/nm			Bond angles/°	
<i>d</i> _{Ce/Eu-O1}	0.2255(4)		O1-Ce/Eu-O1	180.0(3)
<i>d</i> _{Ce/Eu-O2}	0.2244(19)		O1-Ce/Eu-O2	87.9(8)
				89.1(8)
				90.9(9)
				92.1(10)
<i>d</i> _{Ce/Eu-O2}	0.2246(19)		O2-Ce/Eu-O2	88.7(12)
				91.3(12)
				180.0(15)
Reliability factors				
$\chi^2 = 1.08$	<i>R</i> _{Bragg} = 3.10	<i>R</i> _f = 5.38	<i>R</i> _{wp} = 9.24	