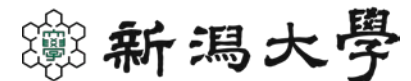


高強度全散乱装置による水素貯蔵 機構の基本原理解明

高エネ機構/物構研

J-PARCセンター

大友季哉



中性子散乱による科学的アプローチ

超先端的評価技術・手法の確立

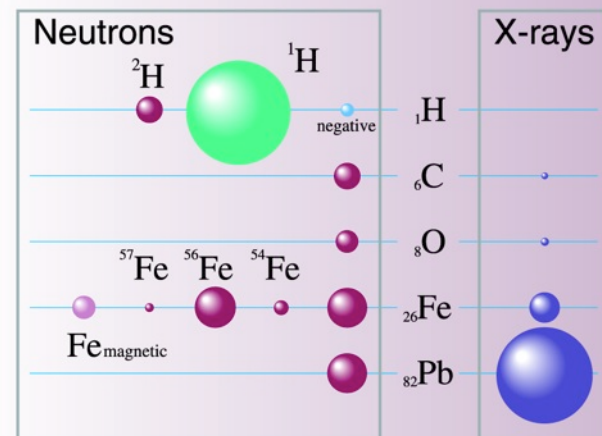
水素の空間配置（存在状態）を明らかにすることで、
技術開発指針の提供を目指す

- 中性子全散乱法による観測

- － 水素を含む原子位置の特定
- － ナノメートル程度の局所領域の規則・不規則構造の観測
 - 相分離の観測
 - 物質内の水素の分布測定

- 中性子全散乱装置 (NOVA)

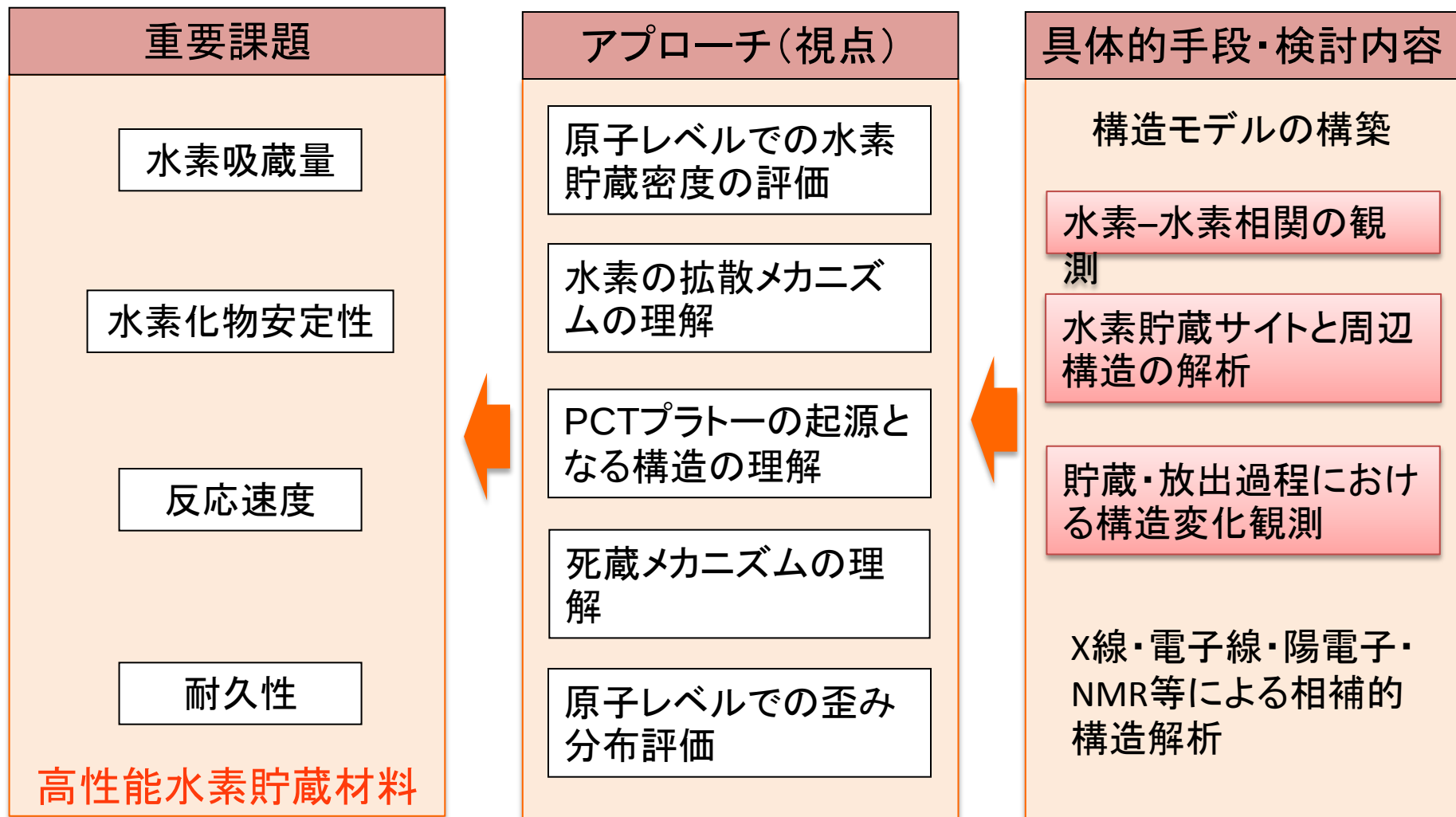
- － 大強度陽子加速器施設 (J-PARC) の中性子源に設置
- － 結晶相のみらず、アモルファス相を含む複雑構造の解析が可能



中性子は水素に対して高感度である。

X線回折データやNMR等の他の手法との組み合わせにより、さらに精度の高い解析が可能

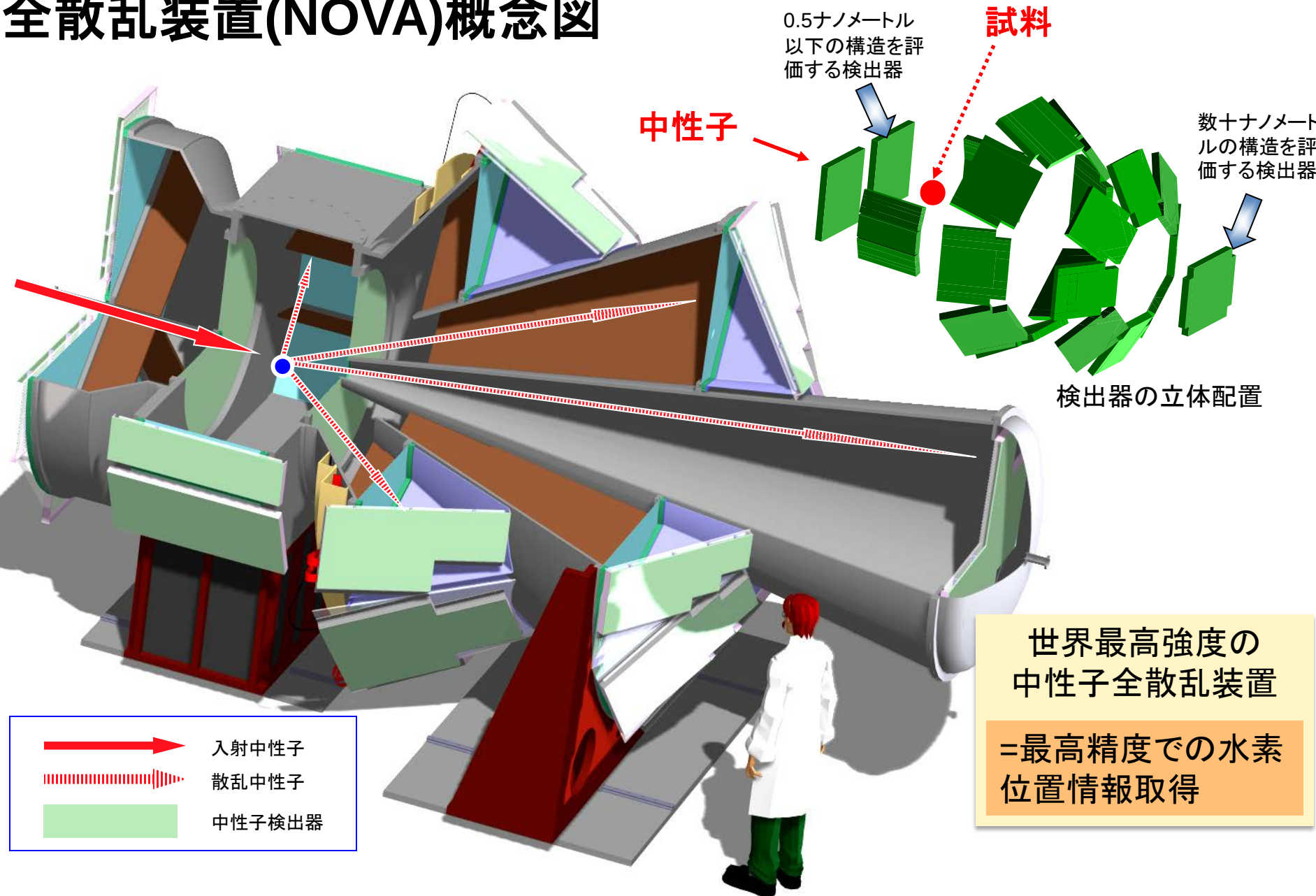
材料開発指針提供に向けた科学的アプローチ



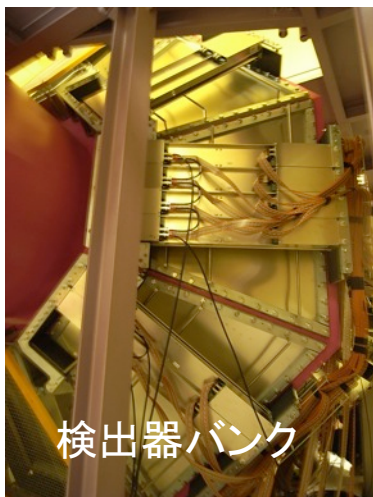
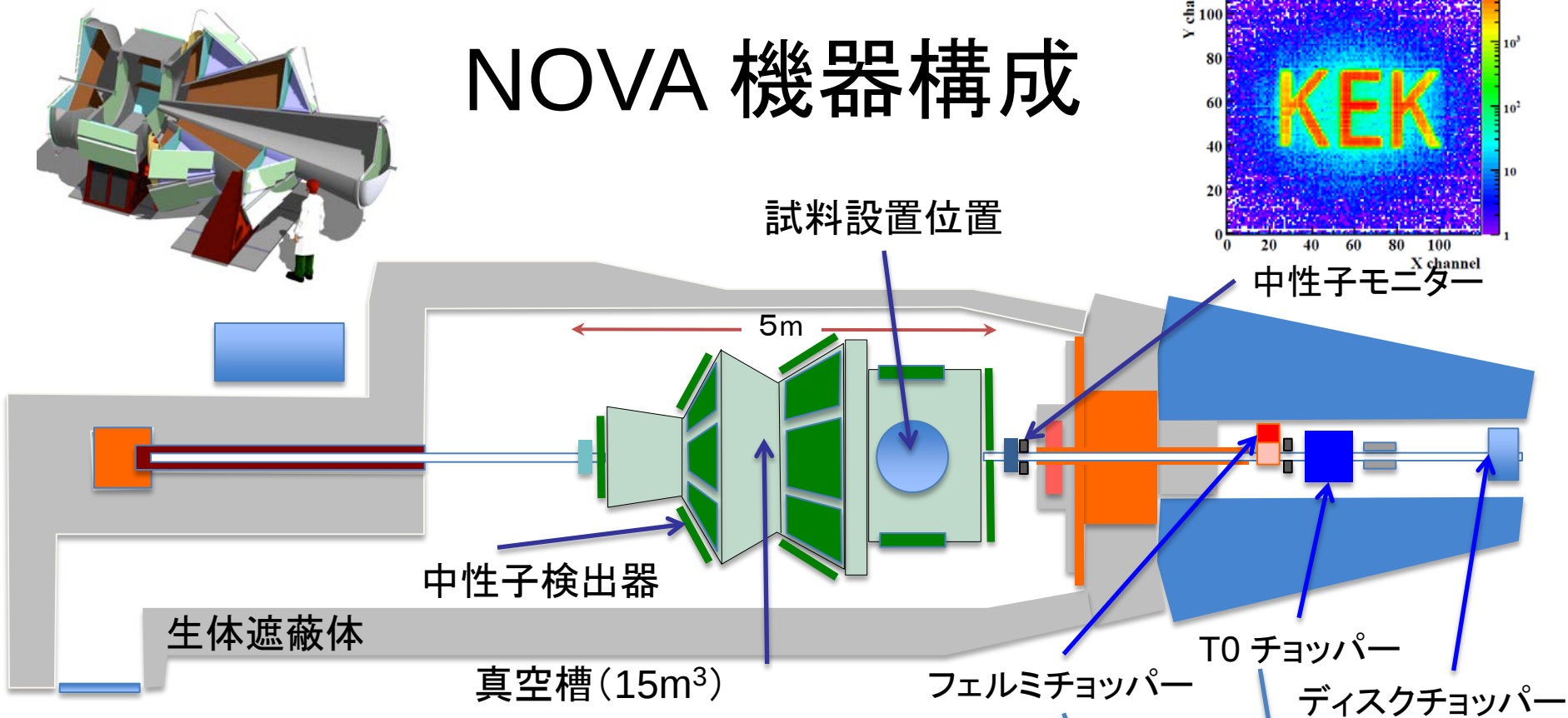
NOVAハードウェア製作・性能評価

- 東日本大震災までに、ハードウェアの製作と性能評価はほぼ完了
 - 世界トップレベルの性能を有する中性子全散乱装置(NOVA)の製作完了
 - 結晶、アモルファス、液体の原子配列を高統計精度で観測可能
 - 水素ガス雰囲気下実験をはじめとする水素貯蔵材料用試料環境制御機器の製作完了
 - 水素吸蔵・放出過程に生じる様々な構造変化を観測可能
- 東日本大震災後、J-PARCでの中性子ビーム供給停止
 - 中性子を用いた物質科学研究の再開は平成24年2月
 - 平成24年1月末より試験的な中性子ビーム供給開始予定
 - NOVAの被害は軽微で、再開準備完了済み

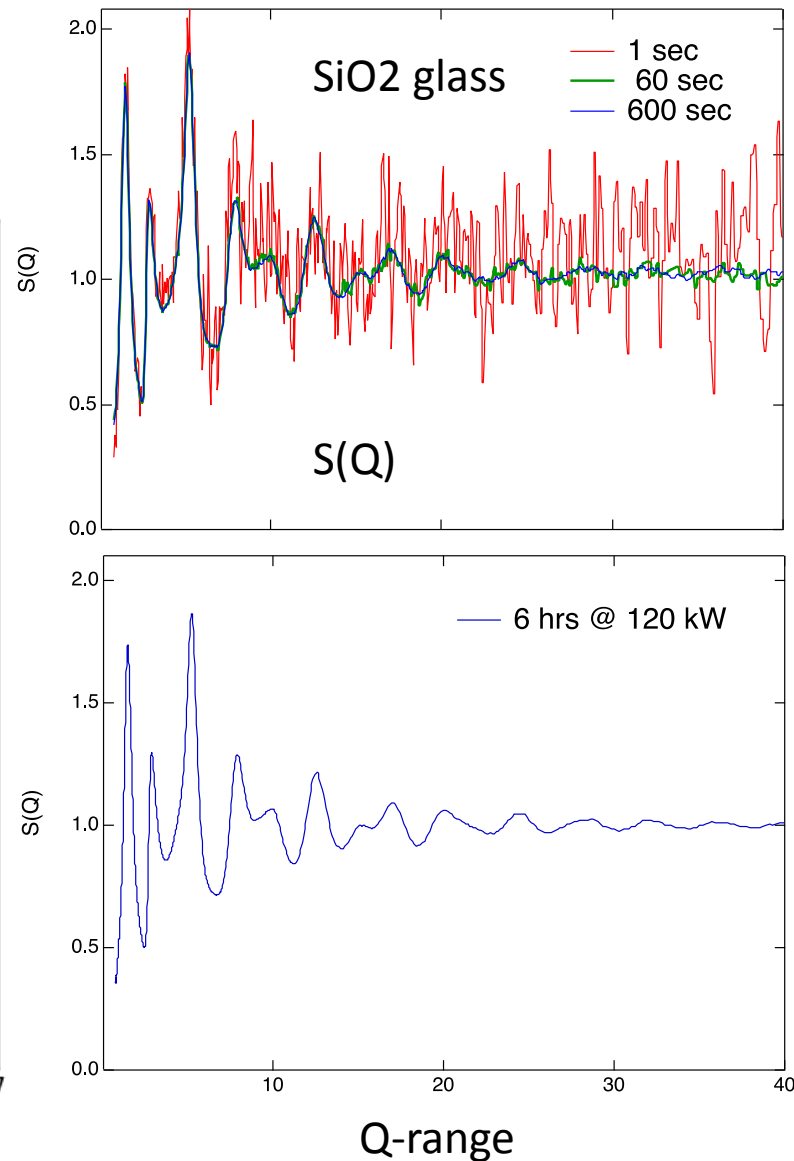
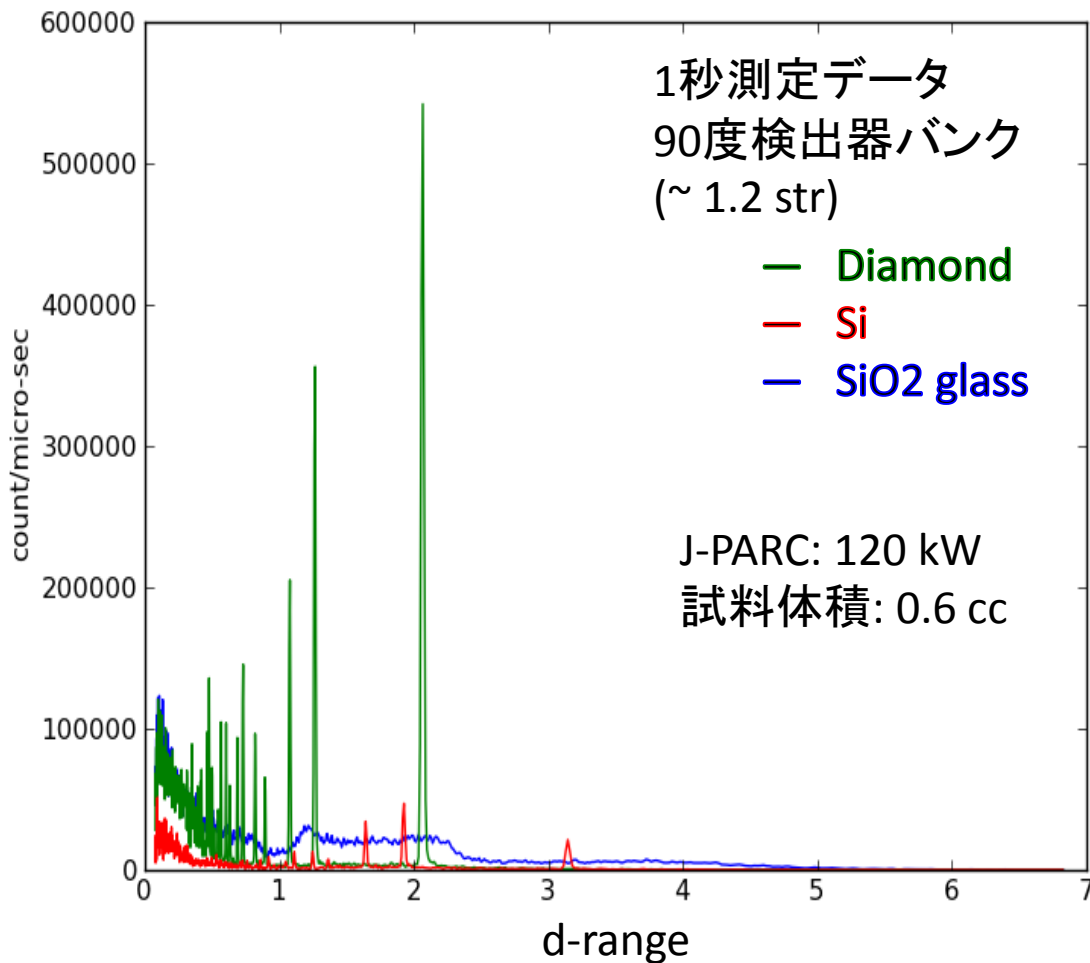
水素貯蔵材料構造評価用高強度 全散乱装置(NOVA)概念図



NOVA 機器構成



性能評価: 短時間測定

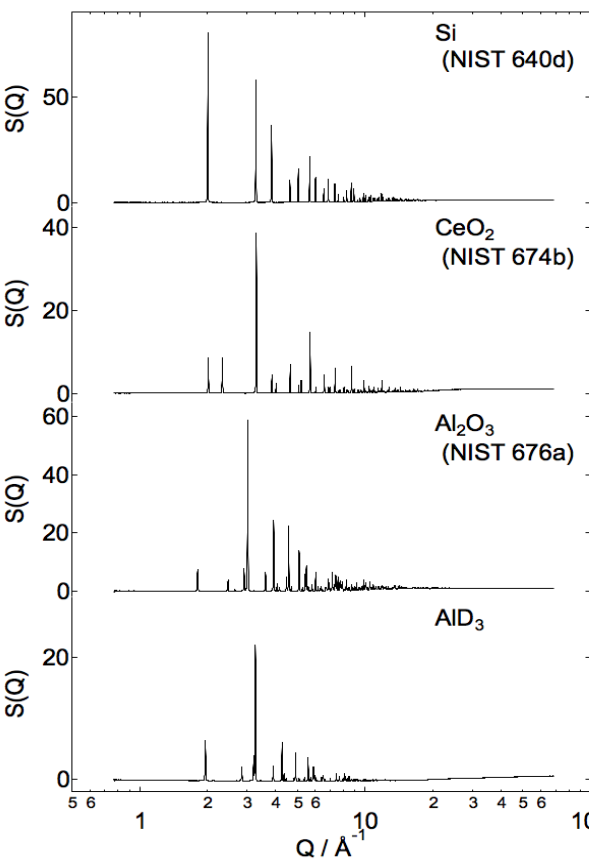


J-PARCは、最大1 MWで運転 = 1秒以下の測定も可能(世界トップレベル)

NOVAにおける構造解析(1)

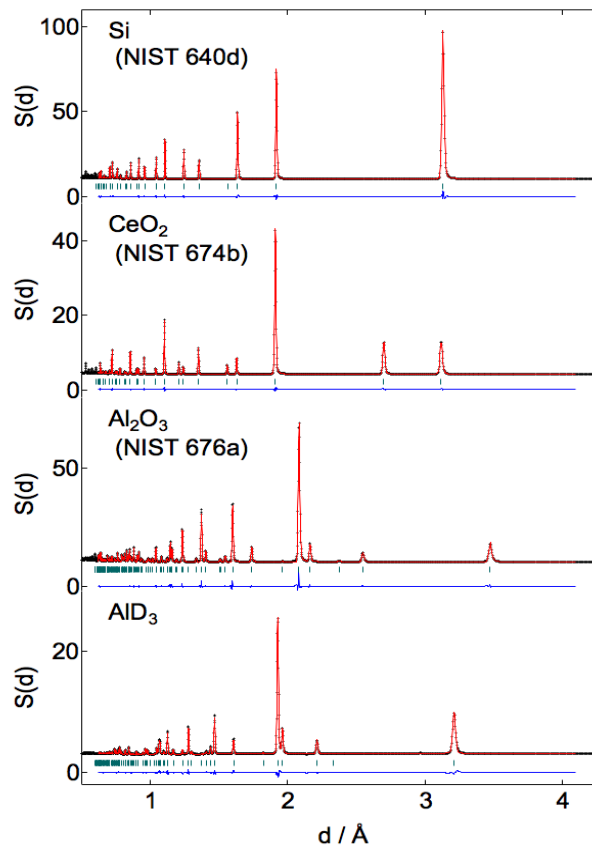
装置依存パラメーターの補正

$S(Q)$



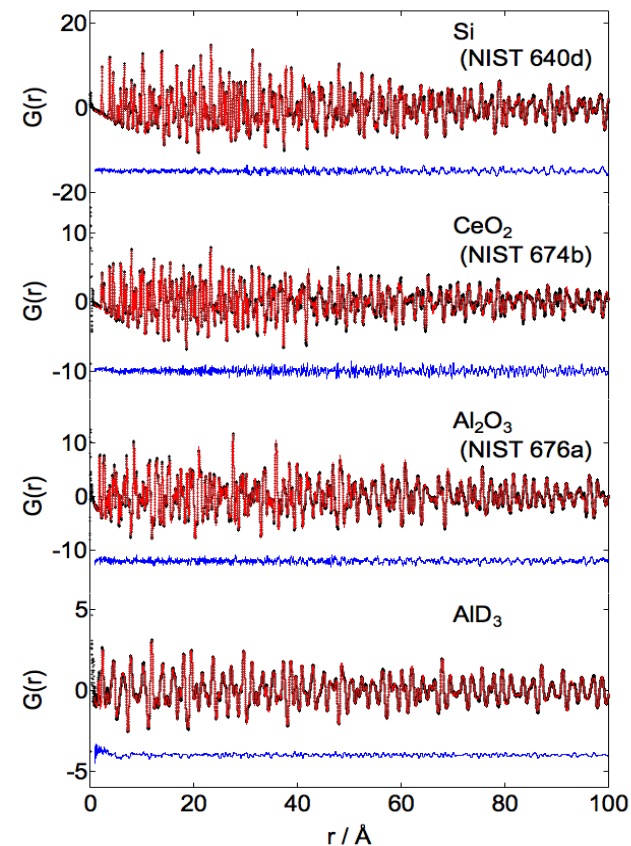
粉末構造解析

リートベルト解析: Z-Rietveld



局所構造解析($\sim 200\text{\AA}$)

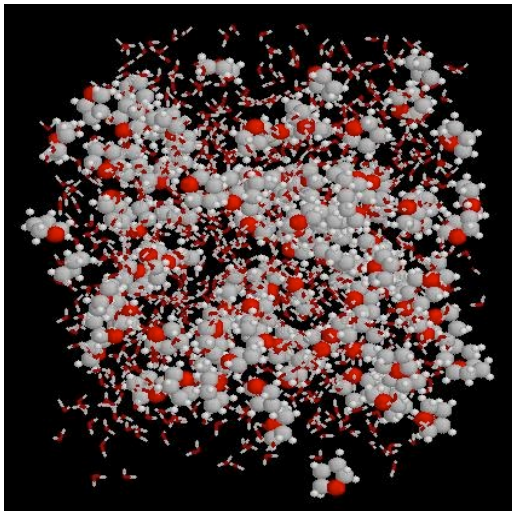
PDF解析: PDFfit2



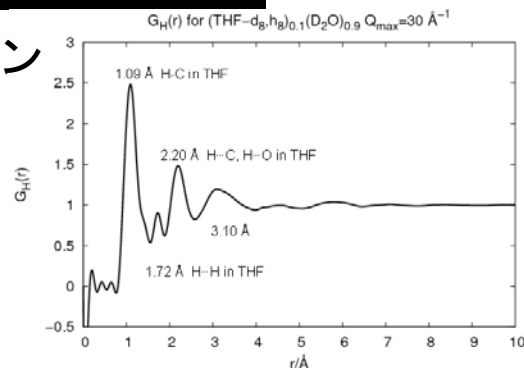
PDF解析性能(局所構造解析性能)は世界トップレベル

NOVAにおける構造解析(2)

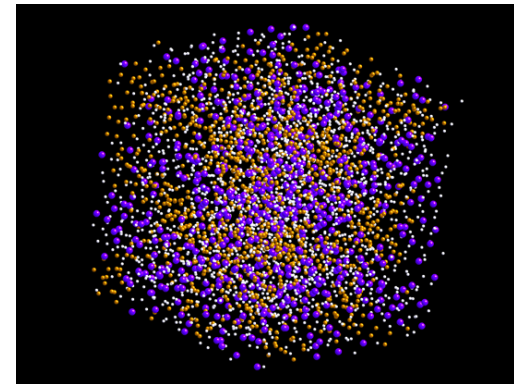
- 液体構造のモデリング
– NOVAデータへの適用済



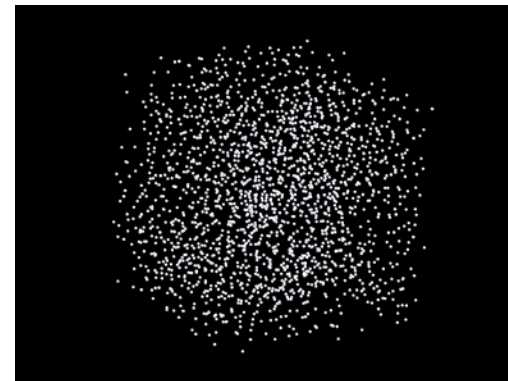
テトラヒドロフラン
水溶液



- 非晶質構造のモデリング(予定)



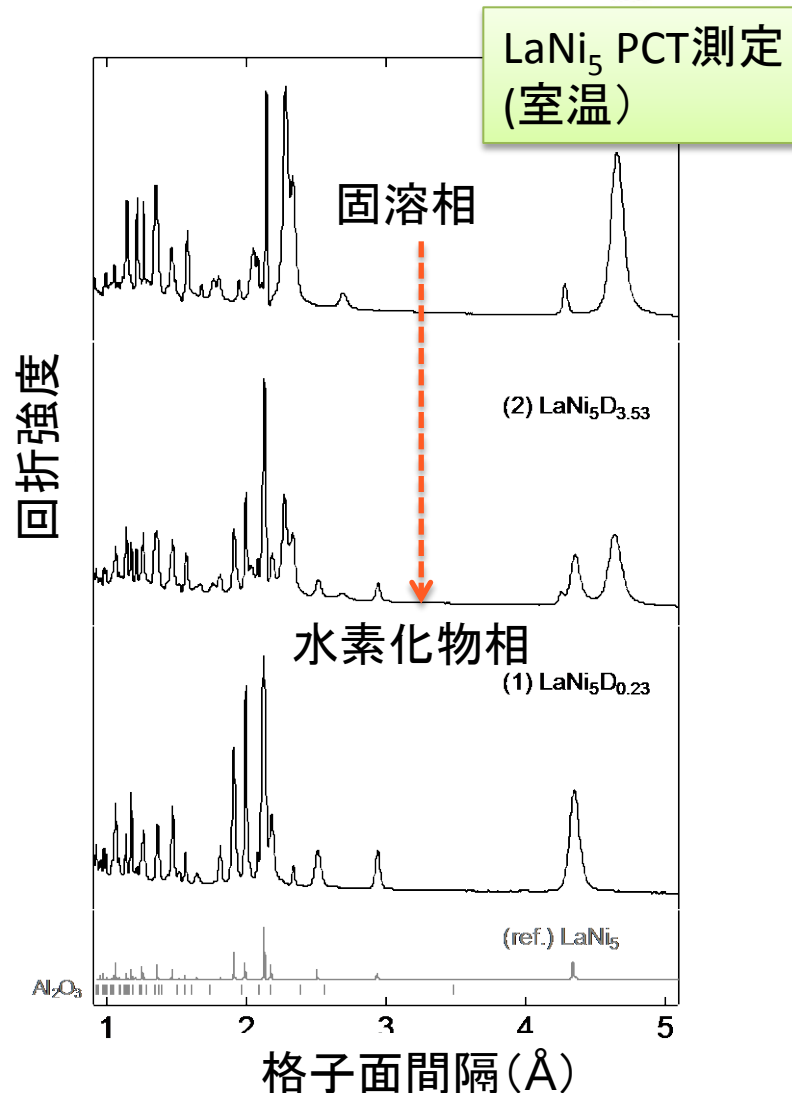
鉄-テルビウム
アモルファス
合金の構造モ
デル



水素原子の配置
の抽出

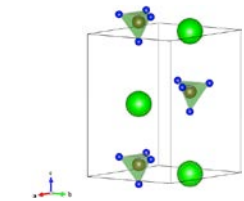
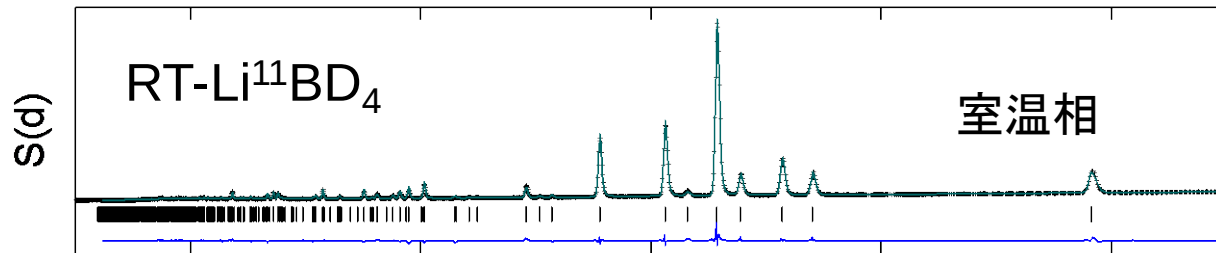
水素貯蔵材料計測用機器の整備

- 室温実験用試料交換機
 - 10個の試料の自動測定
- その場観測機器
 - H_2 / D_2 ガス
 - 10 MPa, 50 K ~ 473 K
 - 高温炉(バナジウムフォイルヒーター)
 - 室温 ~ 1100 C (1373 K)
 - 高圧セル
 - 物性グループ
 - ~ 17 GPaまでの実験に成功
- 非弾性散乱オプション
 - フェルミチョッパー (~10% resolution)
 - 性能検証中

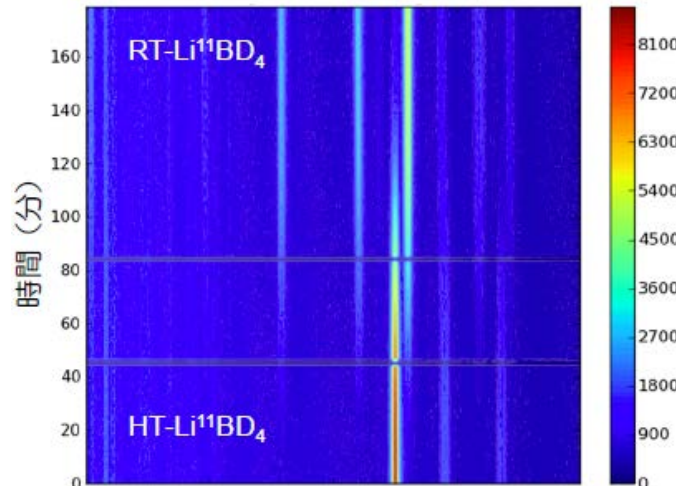
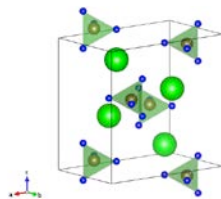


水素貯蔵放出過程のその場観測に成功

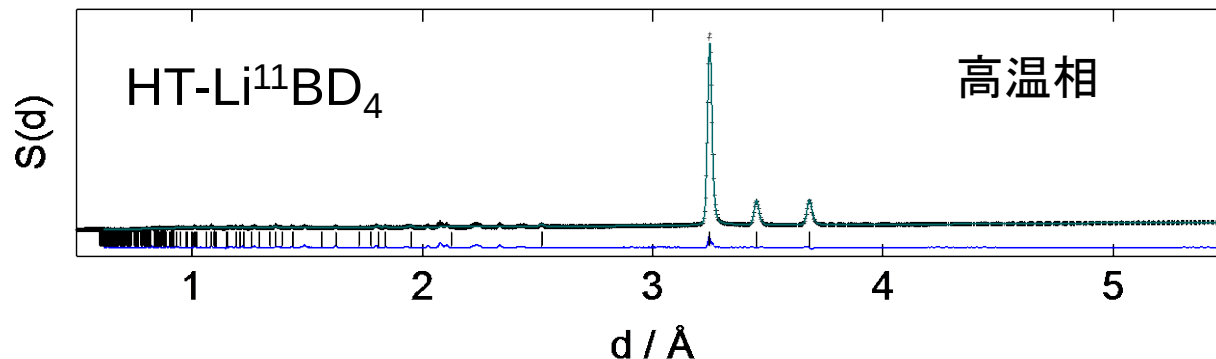
リアルタイム構造変化



Li¹¹BD₄



- 温度、水素ガス圧力等の外場変化に対する構造変化を観測可能



主なデータ補正・解析中の試料

水素貯蔵材料の構造解析を進めながら、超先端的評価技術・手法の確立と指針提供を目指す

- 金属グループ試料 (HYDRO-STARメンバ)
 - Mg-Ca-Ni系
- 非金属系グループ試料 (HYDRO-STARメンバ)
 - $\text{LiAl}(\text{ND}_2)_4$
- ZTC (HYDRO-STARメンバ: 京谷研試料)
 - 高水素量達成可能なZTCの炭素構造解析。ZTC作成過程で含まれる軽水素の補正を検討中
- 本田技研および関係者からの試料
 - AlD_3 アモルファス
 - 有機金属錯体
 - Mg系薄膜材料

成果の意義



- 中性子全散乱装置NOVAは水素貯蔵材料の基盤設備としての世界最高水準の測定が可能
 - 数十ミリグラムの試料量での測定が可能
 - 中性子実験の新しい可能性を拓く性能を有する
 - 例：反応過程の観測や表面・界面の構造解析
 - 様々なニーズに対応する能力を有する
 - “新規に開発された少量物質の測定が可能（高い信号/ノイズ比）
 - 結晶、非晶質、液体等さまざまな構造の解析が可能であること（高汎用性）