

 <b>茨城県</b> IBARAKI Prefectural Government	<b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2015AM0019 実験課題名(Title of experiment) セラミック系の水素吸蔵材料の構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 水沢 厚志 所属(Affiliation) (合) 水と油の研究所	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名 (Name of Instrument : BL No.) BL20 実施日 (Date of Experiment) 0 6 ・ 2 0	

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
<p>水素吸蔵材料（カルシウム－アルミネート酸化物：<math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math>）の構造解析や表面状態の解明をおこなうことが必要である。水素はカルシウム－アルミネート酸化物のケージ内でトラップされているのか表面に吸着しているのかまだ不明である。中性子回折を用いて水素吸着のメカニズム及び構造解析を行い、水素吸蔵量の増加を目指す。</p>

<b>2. 試料及び実験方法</b>
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<p><b>2.1 試料 (sample(s))</b>          マイエナイト（カルシウム－アルミネート） <math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math></p> <p>① <math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math> （結晶度高い水素処理前）          ② <math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math> （結晶度高い水素処理後）          ③ <math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math> （結晶度低い水素処理前）          ④ <math>12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3</math> （結晶度低い水素処理後）          ⑤ ブランク</p> <p><b>2.2 実験方法</b>          測定は BL20 に設置されている茨城県材料構造解析装置 (i-MATERIA) を用いた。試料を石英管に入れた後にバナジウム管に封入し飛行時間法中性子回折 (TOF 法) で測定した。</p>

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

Mayenite の構造と水素吸蔵量の関係について調べることを目的として、異なる焼成時間（3 h、48h、）で合成したMayeniteの水素処理前後の中性子回折を実施した。

得られた中性子回折パターン焼成時間48h のサンプルを図 1 に示す。

水素処理前後で付近のピーク形状が変化しておらず今回は測定最中に用いた石英でバックグラウンドの影響が大きかったとも考えられ得る。

引き続きリートベルト、MEM解析を実施し、水素 とケージ内のサイト置換状況を詳細な構造と水素吸蔵量との関係性を明らかにしていく計画である。そのために今後作成方法を変えて水素処理前後で明確にLatticeを変化する構造を選定する。

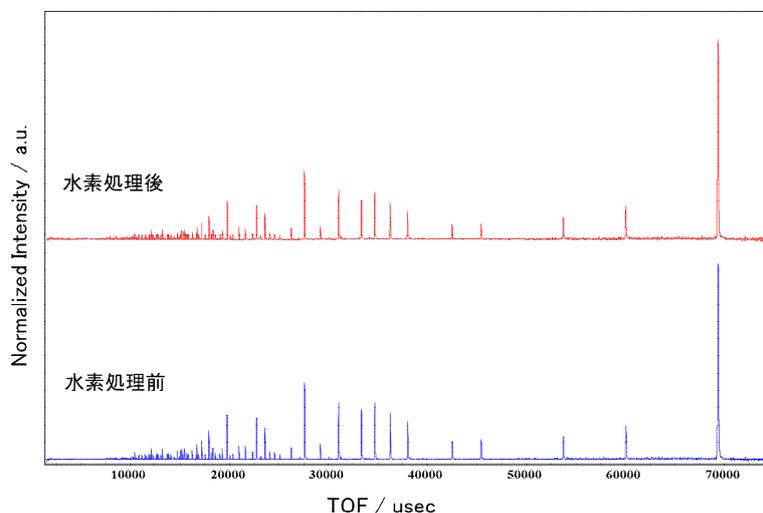


図 1 中性子回折の測定プロファイル

### 4. 結論(Conclusions)

水素を吸蔵させたサンプルと吸蔵前のサンプルを、それぞれ石英管に入れたために中性子回折のスペクトルに明確な変化が現れなかった。

今後もし測定のチャンスをいただけるなら、サンプルを直接バナジウム管に封入して測定してみたい。

以下は、MLFで内部資料として使用します。(日本語で記載)

The following sheet is for internal use only. Please describe in Japanese.

○実験成果の効果(学術的価値、産業応用上の意義、社会的意義、教育的意義等)を記述下さい。

Please describe merits of the experiment (scientific merits, industrial application merits, social merits, educational merits, etc.).

今回は、水素吸蔵セラミックスとしてのマイエナイトの効果が、中性子回折のスペクトルとしては明確にならなかったが、より軽量の水素吸蔵材料の開発として、再びマイエナイトの測定準備を進める。

○論文等による成果発表の予定(Publication of results)

a) 発表形式 <sup>(*1)</sup> Publication style <sup>(*1)</sup>	b) 発表先(誌名、講演先) <sup>(*2)</sup> Publication/Meeting information <sup>(*2)</sup> (Name of journal/book or meeting)	c) 投稿/発表時期 <sup>(*3)</sup> Date of paper submission or presentation <sup>(*3)</sup>

【記入要領】(Instructions)

(\*1) 原著論文、総説、プロシーディングス、単行本、特許、招待講演(国際会議)、その他口頭発表等、具体的な発表方法を示して下さい。

Please describe planned publication and/or presentation style; *ex.* refereed journal, review article, conference proceedings, book, patent, invited talk, oral presentation *etc.*

(\*2) 成果を発表する誌名、講演先を示して下さい。

Please describe the name of journal or book you are planning to submit, or name of meeting you will make a presentation.

(\*3) およその発表予定時期を示して下さい。(3月以内、6月以内、1年以内、2年以内、2年以上先、等)

Please describe the estimated date of paper submission or presentation; *ex.* within 3 months, within 6 months, within 1 year, within 2 years, beyond 2 years, *etc.*

○成果になる予定が立たない場合の理由と今後の計画を記述してください。

In case you can not publish your results, please describe reasons and future plan.

(例:「論文になる十分な結果が得られなかった」、「複数回の実験が必要で次回の課題終了後に発表予定」、等)  
マイエナイトの測定に関しては、今後も中性子回折で直接に水素を観察することを目指す、同時にXRDとXAFSで結晶骨格の変化を測定することで、水素吸蔵メカニズムの解明を行う。