

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2021AM0020 実験課題名(Title of experiment) 中性子小角散乱による運転中の実機燃料電池セルのマルチスケール解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 今井英人 所属(Affiliation) 日産アーク	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL-20 茨城県材料構造解析装置 (iMATERIA) 実施日(Date of Experiment) 2021/6/6-6/22 2021/7/12-7/13

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.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>これまで構築してきた「立体小角散乱」の知見を活かして、大強度陽子加速器(J-PARC)の物質生命研究施設(MLF)の中性子ビームラインBL20 に設置された茨城県構造解析装置(iMATERIA)を用いて実機燃料電池単セル(A4 サイズ)の飛行時間型小角散乱の計測を行う。運転中の実機燃料電池単セルの面方向(スルービュー)よりパルス中性子線を入射させ、電解質膜と触媒&ガス拡散層(以下、膜電極接合体MEA と呼ぶ)の水の分布の定量評価を目指す。運転温度は氷点下から120°Cの範囲を目指す。観測の波数値は$q = 0.001 - 4.0 \text{ \AA}^{-1}$(実空間サイズとして600nm - 1 Å)のマルチスケール観察を達成する。水の履歴やアノード、カソードの識別を行うために重水素を燃料とする発電(重水素燃料電池)を利用した同位体コントラスト変調法の手法の確立を目指す。将来的な目標として、燃料電池内の水分分布の可視化のために、中性子ラジオグラフィーなどの実空間イメージング及びCTによる3次元像の構築に取り組む。</p>
<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>模擬セル(車載型実機単セルを模擬したもの)</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>試料及び CMOS カメラを設置するための十分なスペースを確保した専用ステージを製作した(図1)。背景として、計測対象である車載型実機単セルは、平板状でA4 サイズの大きさを有する構造体であり、通常の小角散乱計測で用いる試料寸法よりもかなり大きいこと、また、燃料電池内の水分分布の可視化のために中性子ラジオグラフィーなどの実空間イメージング及びCTによる3次元像の構築に取り組んでいることが挙げられる。大型試料用専用ステージは、取り付けられた大型試料へのビーム入射位置・角度の調整が可能であり、大型試料の任意の位置の局所的な散乱情報を得ることができる。ここでは車載型実機単セルの計測の前段階として、実機燃料電池単セルを模擬した「模擬セル」およびその構成部品(セパレーター流路、ガス拡散層、膜電極複合体)を計測した。</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.

計測結果の一例として、ここでは車載型実機単セルの計測の前段階としての模擬セルの計測結果を図2に示す。まず特徴的な結果として、2次元検出器面上にて水平方向に強い散乱が観測された(図2上)。これは、模擬セル内のセパレーターにおいて鉛直方向に配置されている流路の壁面との反射に由来するものと考えられる。この影響を取り除くため、2次元像から1次元プロファイルへと変換する際に、横方向の散乱を省いたセクター平均を施した。このようにして得られた1次元プロファイルを図2(下)に示す。模擬セルに由来する散乱プロファイルを緑線で示す。また構成要素に由来する散乱を重ねて表示している(セパレーター流路(青)、ガス拡散層(黄色)、膜電極複合体(水色))。さらに、3つの構成要素の和を赤で示すが、模擬セルの散乱プロファイルとの間に顕著な差が見られた($q = 0.15 \text{ \AA}^{-1}$ 付近)。この特徴的な差と水分分布の関連について、詳細な解析を進めている。

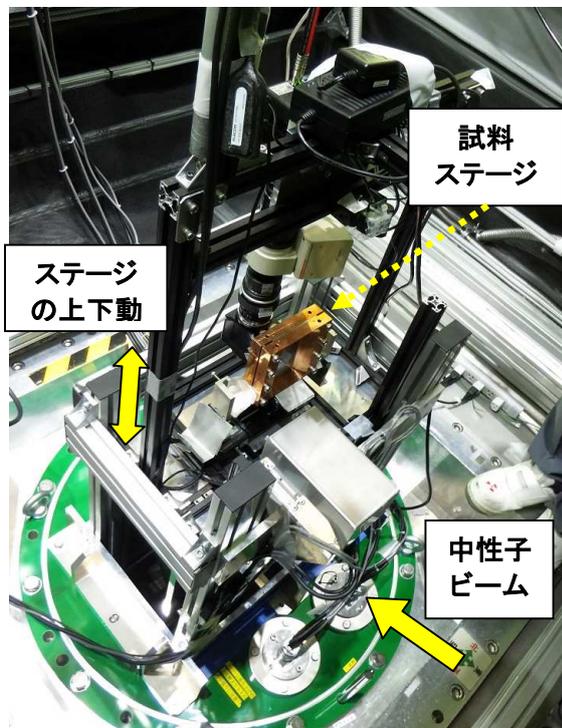


図1. 大型試料計測用専用ステージ

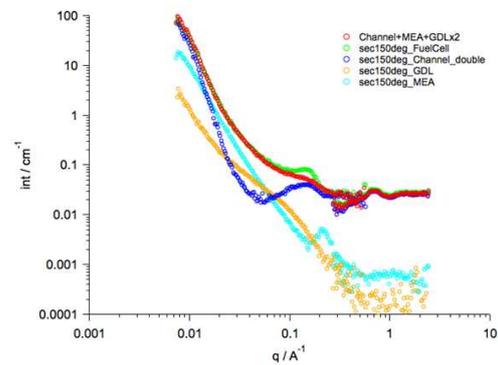
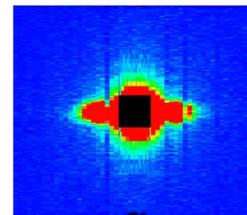


図2. 模擬セル由来の散乱プロファイル。(上) 2次元検出器面上の散乱中性子分布。(下) 部品ごとの一次元散乱プロファイル。

4. 結論(Conclusions)

実機燃料電池単セルの計測のための環境整備として前年度に製作した大型試料計測用の専用ステージを用いて、実機燃料電池単セルを模擬した「模擬セル」の実測を行った。燃料電池単セルを構成する要素部品の散乱と比較し、散乱プロファイルの由来についてアサインすることができた。一方で、 $q=0.15 \text{ \AA}^{-1}$ において顕著な差が観測された、水分分布との関連について現在、検討を進めている。