

水素貯蔵材料のための環境制御型NMRシステム
東北大学工学研究科 (H21年10月より運用可能)

【技術の目的・内容】

水素貯蔵材料における水素の結合状態や、そのダイナミクスの観測は水素吸放出特性を理解する上で重要である。固体NMRによる測定は原子レベルでの観測が可能ため有用な手法だが、実際の水素吸放出条件で観測されている例は少ない。そこで、本研究開発では表1に示すような仕様の水素吸放出条件下高温NMRプローブおよび雰囲気制御試料ホルダーの開発を行った。

開発したシステムはガス圧力・流量制御部、プローブ部、サンプルホルダー部からなり水素またはアルゴン雰囲気下で試料温度を350℃まで昇降温可能であるとともに、一定流量条件下で、雰囲気圧力を1 MPa (絶対圧) まで加圧制御可能である。

表1: 開発した NMR プローブ・ホルダーの仕様

項目	仕様
NMR 分光装置 (東北大学工学研究科)	Chemagnetics 社製 CMX Infinity 300 wide bore
励磁性能	300 MHz、7 T
観測核種	^1H 、 ^7Li 、 ^{11}B 、 ^{27}Al
温度制御方式	N_2 加熱方式
試料温度範囲	室温 – 350℃
雰囲気	H_2 、Ar、 H_2+Ar
ガス流量	H_2 、Ar 各最大 100 ml/min
試料管内圧力範囲	0.1 – 1.0 MPa (絶対圧)
到達真空度	14Pa 以下

【活用形態】

固相および液相試料の測定が可能。水素含有量により数 100 mg から数 g の試料量が必要。事前に、測定条件下 (温度・雰囲気) において試料管 (石英及びアルミナ) との反応性を確認する必要がある。NMR 分光装置本体は東北大学工学研究科所有のため、別途東北大学工学研究科との契約も必要となる。

【期待成果】

水素加圧下かつ高温での NMR 測定が可能であり、金属系や非金属系水素貯蔵材料において、水素量、配位数、さらには拡散係数に関する知見が得られると期待される。

【参考文献】

- 1) K. Kawata *et. al.*, *Solid State Ionics*, **177** (2006) 1687.
- 2) M. Matsuo *et. al.*, *Appl. Phys. Lett.* **91** (2007) 224103.
- 3) H. Maekawa *et. al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **131** (2009) 894.