

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2018AM0005 実験課題名(Title of experiment) バナジウムの中性子小角散乱による水素透過挙動評価 実験責任者名(Name of principal investigator) 吉永 英雄 所属(Affiliation) 太陽鋳工株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) i-MATERIA:BL20 実施日(Date of Experiment) 2018年6月27日	

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.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>本課題の最終目的は、バナジウムと水素の原子数比が小さい水素透過時の挙動を中性子により測定する新しい手法の開発であり、今回の測定は、その予備検討である。</p> <p>バナジウム板を原料として、予め水素を固溶させた試料を中性子小角散乱により測定を行い、非干渉性散乱による微量水素量の測定限界を検討するとともに、その水素による構造変化が観察できるかを検討する。また、バナジウム系水素透過合金は、水素解離用触媒としての機能を持つ Pd-25%Ag 合金を両面に被覆して使用されるため、スパッタリングにより Pd 合金を被覆した状態でも上記の測定が可能かを検討する。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) 水素固溶濃度の異なる純バナジウム板(15mmx15mmx厚さ1mm)と、スパッタリングにより両面に Pd-25%Ag 合金膜を 100nm 被覆した水素固溶濃度の異なる純バナジウム板(15mmx15mmx厚さ1mm)を試料とした。 <ul style="list-style-type: none"> ▶ 純バナジウム板:7 枚(水素濃度:0.0004~0.82mass%) ▶ Pd-25%Ag 被覆純バナジウム板:5 枚(水素濃度:0.0002~0.039%) 2.2 実験方法 (Experimental procedure) 上記の試料を小角散乱用標準アルミセルにセットした。なお、試料セルは、O リングおよびアルミ板からなる密閉構造となっており、計測期間中の試料からの脱水素を回避した。 <p>小角散乱計測は、線源強度 500kW にて 20 分間行い、小角バンクおよび低角バンク検出器にて観測された散乱中性子の時空間分布から、円環平均によって小角散乱プロファイル(波数(q)範囲は、0.007~5[1/Å])を得た。</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.

水素濃度の異なる純バナジウム板を試料として測定した中性子小角散乱スペクトルを Fig. 1 に、また、Pd-25%Ag を両面に被覆したバナジウム板を試料として測定した結果をFig. 2 に示した。なお、図中には、水素分析計により得られた各試料の水素濃度を明記した。

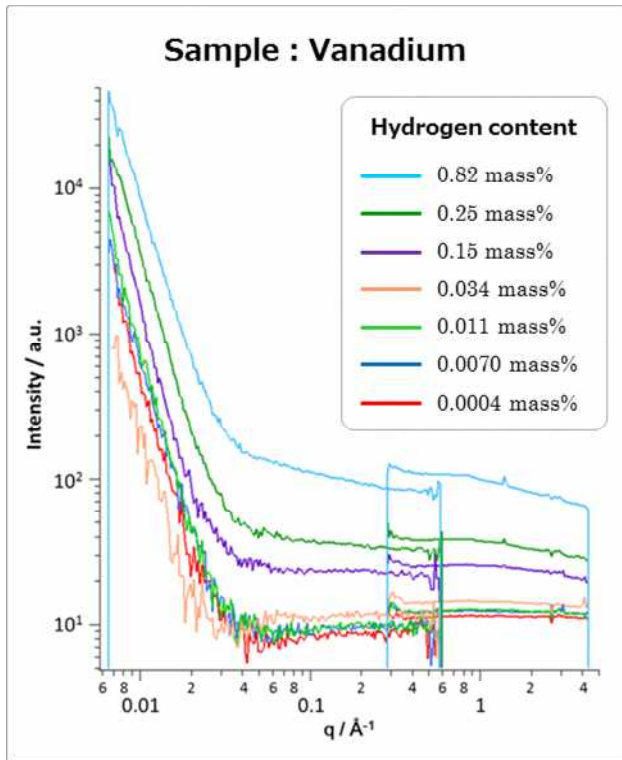


Fig. 1 Small-Angle neutron scattering profiles of hydrogen-contained Vanadium.

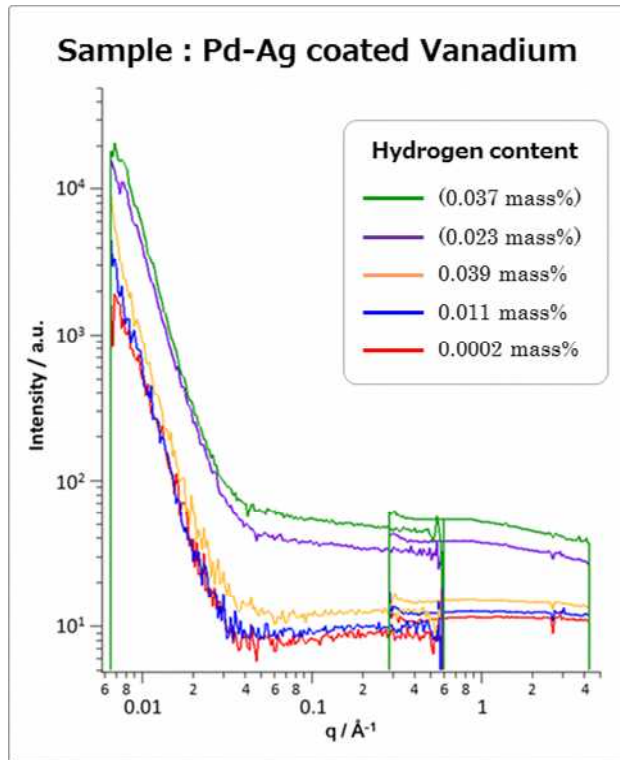


Fig. 2 Small-Angle neutron scattering profiles of Pd-Ag coated Vanadium-hydride.

純バナジウムのプロファイル (Fig. 1) から、水素の非干渉性散乱は、バナジウム中の水素濃度に比例して強くなっている。Pd-Ag コートを施したバナジウムのプロファイル (Fig. 2) でも同様の結果が得られるはずであるが、Pd-Ag 層が触媒的な働きをして水素分析前に脱水素されたと考えられる。(Fig. 2 の緑線、紫線試料)

これらのプロファイルから、水素分析値が異常と思われる試料を除き、水素濃度が 0.2 mass%以下の試料について、波数 (q) : 2.01 Å⁻¹ 時の非干渉性散乱強度と、水素濃度との相関を Fig. 3 に示した。

純バナジウムを用いた非干渉性散乱による水素量の測定は、かなり水素濃度の低い範囲でも可能である。

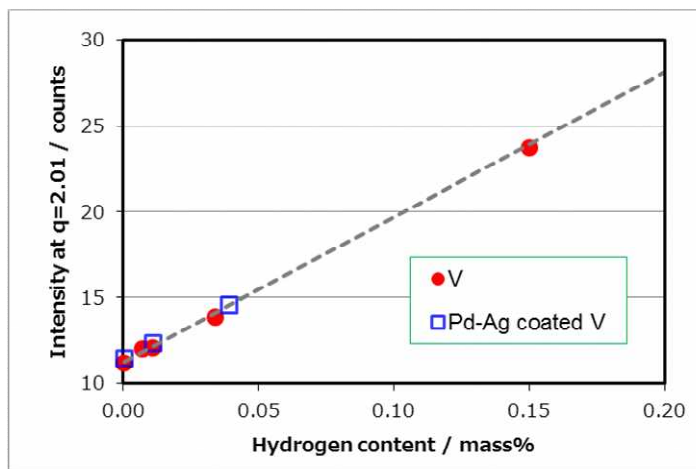


Fig. 3 Correlation between the hydrogen concentration and scattering intensity.

4. 結論(Conclusions)

純バナジウムに含まれる水素量と、水素の非干渉性散乱強度とは相関が得られた。水素透過膜として使用される水素固溶範囲(バナジウムと水素の原子数比: $H/V \leq 0.2$)において、バナジウム中の水素量を測定でき、水素解離用触媒としての機能を持つ Pd-25%Ag 合金が両面に被覆された状態であっても測定可能である。但し、今回の測定において、プロファイルの干渉性散乱から微量水素による構造変化は観察できなかった。