 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2020AM0019 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) 2021/3/3-3/9

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>これまでに構築してきた「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・生命科学実験施設(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ことを目標に、要素技術の開発および基礎データの取得を行う。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の範囲として、J-PARC 出力(1MW)時において MEA の計測時間(5 秒)を実現することを目指す。観測の波数値は、$q = 0.001 - 4.0 \text{ \AA}^{-1}$(実空間サイズ(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>
2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure

2.1 試料 (sample(s))

膜電極接合体 MEA

2.2 実験方法(Experimental procedure)

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かなり大きいこと、また、燃料電池内の水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。大型試料専用ステージは、取り付け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。

ここでは実機燃料電池単セルの主要構成部品である膜電極接合体MEAを計測する。設置角度を変えながら計測することで、「立体小角散乱」を実現する。

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.

実機燃料電池単セルの計測のために製作した大型試料計測専用ステージを図1に示す。写真の床面の60cm下にある中性子照射スペースから、試料取り付け作業のためステージを上方向に移動した状態を撮影したものである。散乱実験の際には、再度、試料ステージを下側へ下げる。また試料は横方向にスライドが可能であり、試料全体を走査しながら散乱計測することが可能である。また、回転ステージも取り付けられており、角度の調整も可能である。試料周辺を大気環境とした状態での計測が可能であり、加湿条件での計測等において利便性が高い。

図2に計測結果の一例として、実機燃料電池単セルの主要構成部品である膜電極接合体MEAの実測結果を示す。回転ステージを用いて、設置角度を2度刻みで変えながらの中性子小角散乱計測を行い「立体小角散乱」を実現した。角度依存性を詳細に解析することで、通常のスルービューの小角散乱では得られない、膜面方向における配向秩序の情報を得ることができる。引き続き、解析に取り組んでいる。

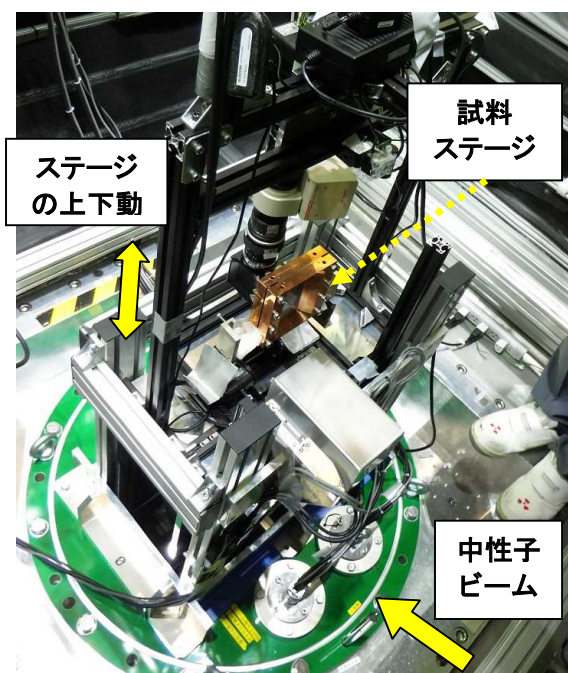


図1. 大型試料計測専用ステージ

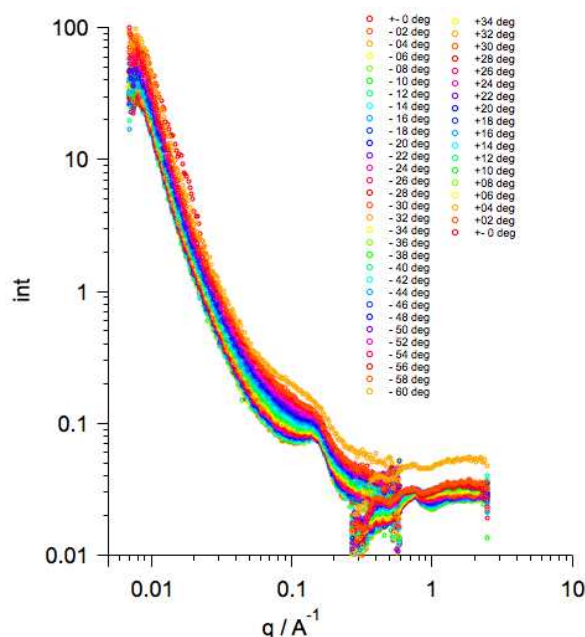


図2. 膜電極接合体 MEA の実測結果.
設置角度を2度刻みで変化させながら計測した

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、大型試料計測用の専用ステージを作成し、実機燃料電池単セルの主要構成部品である膜電極接合体MEAの実測を行った。設置角度を変えながらの計測を行い「立体小角散乱」を実現した。角度依存性を詳細に解析することで、通常のスルービューの小角散乱では得られない、膜面方向における配向秩序の情報を得ることができる。引き続き、解析に取り組んでいる。