

水素貯蔵材料評価用高温・雰囲気制御 NMR システムの開発

(東北大学特定領域研究推進支援センター¹、東北大学大学院工学研究科²、
(株)プローブ工房³、日本電子(株)⁴)

○橋本真一¹、野田泰斗²、前川英己²、高村仁^{1,2}、藤戸輝昭³、池田武義⁴

Development of NMR system for in-situ analysis of hydride materials under high temperature and pressure

¹ Tohoku University, Center for Research Strategy and Support, ²Tohoku University, Graduate School of Engineering, ³JOEL Ltd., ⁴Probe Kobo Ltd.

S.Hashimoto¹, H.Noda², H.Maekawa², H.Takamura^{1,2}, T.Fujito³, T.Ikeda⁴

An NMR system for in-situ analysis of hydride materials under high temperature and pressure conditions was developed. The system consists of gas pressure and flow rate controlling system, temperature controlling system, a high temperature NMR probe for both ¹H and multinuclear measurements and a sample tube holder. Sample temperature can be controlled up to 350°C by heated N₂ gas flow. Atmosphere in the sample tube can be substituted by H₂ or Ar and pressurized up to 1MPa.

はじめに

水素貯蔵材料として用いられる金属水素化物の水素の結合状態や、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の観測が可能のため、有用な手法の一つだが、実際の水素吸放出条件で観測されている例はまだ少ない。そこで、本研究では、水素吸放出条件下での高分解能 NMR 測定を in-situ で可能にした高温・雰囲気制御 NMR システムを開発したので報告する。

システムの概要

開発は Chemagnetics 社製 CMX Infinity 300 wide bore MNR 分光装置 (300MHz) をベースに行った。開発したシステムはガス圧力・流量制御部、温度可変装置部、高温プローブ、試料管ホルダーからなる。図 1 に全体の構成図を示す。ガス圧力・流量制御部のマスフローコントローラーおよび、試料管ホルダー後方の背圧弁を操作することにより、試料管内を H₂ または Ar 雰囲気保持し、一定流量 (最大 100ml/min)

キーワード 水素貯蔵材料、固体 NMR、高温、高圧、装置開発

著者ふりがな はしもと しんいち、のだ はると、まえかわ ひでき、
たかむら ひとし、ふじと てるあき、いけだ たけよし

を供給しながら雰囲気圧力を 1MPa（絶対圧）まで昇圧可能にした。試料はグローブ BOX 内で試料管に設置後、大気に暴露されることがないように、試料管ホルダーには小型バルブを取り付けるとともに、ガス圧力・流量制御部には配管内のパーティが可能なように真空排気系を設けた。

図 2 に高温プローブの外観を示す。開発した高温プローブはジャンパー線の取付けにより高周波用（1H）と低周波用（多核）を切替えることが出来る。低バックグラウンド化のため、高温プローブのコイルセンターから離れた部分にプローブヒータを設置し、試料温度は加熱した N₂ の熱風により試料温度を最大 350°C まで制御可能にした。その結果、昇温時でもバックグラウンドノイズは比較的強く抑えられ、250 °C における LiBH₄ の高温相での ¹H スペクトル観測が可能であることを確認した。今後、測定する水素貯蔵材料および条件の拡大を図っていく予定である。

謝辞

本研究は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から委託を受けた「水素貯蔵材料先端基盤研究事業（HYDRO☆STAR）」の一環として実施された。

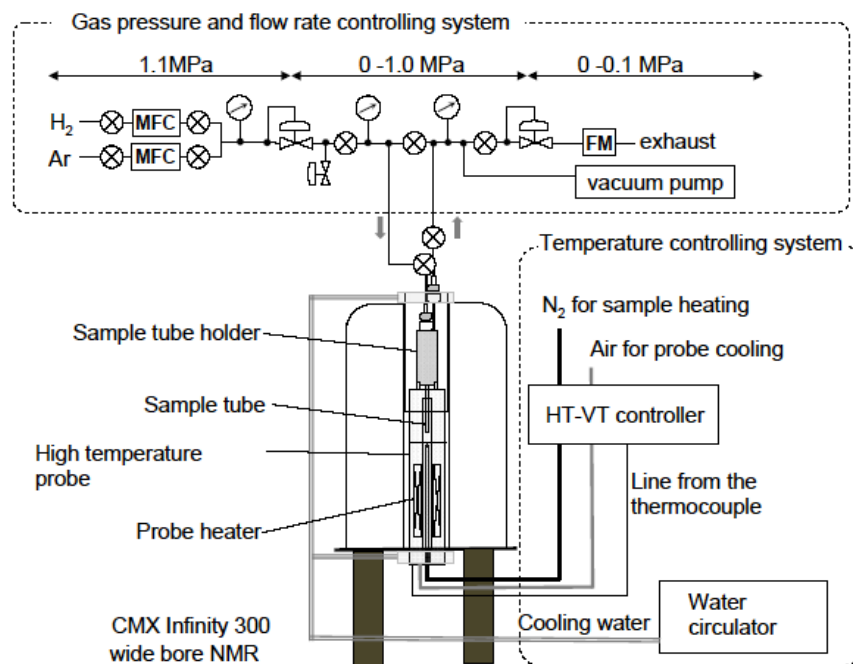


図 1 開発した高温・雰囲気制御 NMR システムの構成図

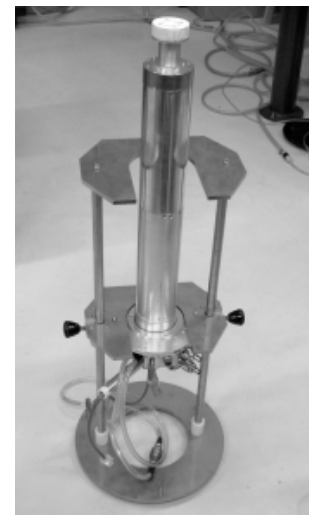


図 2 高温プローブ