

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2012BM0004 実験課題名 Title of experiment in-situ 中性子回折による自動車排ガス浄化触媒の構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 池田知廣 所属 Affiliation 株式会社本田技術研究所 四輪 R&D センター 第3技術開発室	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA(BL20) 実施日 Date of Experiment 2012.12.3-7、2013.2.18~2.19

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、ZrO <sub>2</sub> 、CeO <sub>2</sub>

2. 実験方法及び結果 (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 method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>《実験の目的及び課題申請の背景》                  排ガス浄化触媒の母材の酸素イオン伝導を解明する為触媒昇温装置を用いた in-situ 中性子測定を予定していた。別実験より、700℃~900℃で格子中の酸素状態が変化することが確認されていたため、1000℃までの昇温試験を課題申請し、承認を得ていた。</p> <p>《12月のマシンタイムでの実験内容とトラブル》                  実験手順の確認のため、基準試料 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(酸素イオン伝導なし)の測定を実施。昇温・降温条件は装置担当者に確認して行ったが、その時は昇温速度のみ指示され、降温時はヒーターを切れればよいとのことであった。セルへのダメージを考え、我々の判断でヒーターOFFによる降温はやめ、700℃まで徐々に温度を下げていったが、サンプル交換時にセルにひび割れが確認された。</p> <p>セルの復旧に時間がかかり、参加メンバーのスケジュールから基準試料 2 種目の ZrO<sub>2</sub>(酸素イオン伝導なし)を選定し装置の確認を含め実験を開始するが、700℃近傍から観察カメラの映像が急に明るくなった。夜間だったが装置担当者に電話で連絡をして確認したが、光が漏れることはあるので問題ないとのこと。実験を継続。100℃まで制御して降温作業を行った。</p>

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

試料交換時にV窓が溶融していることが確認された。そのため、全実験を中断。

装置復旧にマシンタイムを適用し、測定可能になったものの、In-situ 測定は続行不可能となった。

### 《2月のマシンタイムでの実験》

予算・納期の問題から測定試料を急遽用意することは不可能であったため、2013年度の課題申請に繋げるべく用意できた試料(手元にある特に中性子を使う必要のない試料)を室温で自動測定し、含有元素・かさ密度による積算時間の目安を得るための測定を行った。

### 《トラブルの問題点》

In-situ 測定については、課題相談時に1000℃までの昇温が可能である旨を確認していた。

現場では降温についての確認をしていた。

しかし、実際の現場では(1000℃までの)昇温測定に関する完成されたノウハウはほぼなく、マシン担当者も昇温を見届けることなく帰宅してしまったことについては、改善すべきである。

上記により、本来解析すべきデータを得ることができなかつたため、今回報告出来るデータは無い。

