

産業応用分野;水素貯蔵材料、 研究対象;配位高分子多孔体、 中性子手法;単結晶構造解析  
 利用BL;BL18 特殊環境微小単結晶中性子構造解析装置(千手);Extreme Environment Single Crystal Neutron Diffractometer  
 Used Beam Time; 4.0日 / Allocated Beam Time; 4.0日 / Requested Beam Time; 10 日  
 課題番号;2012B0112

<b>課題名</b>	多孔性配位高分子を用いた水素貯蔵材料の開発 Development of Porous Coordination Polymers (PCPs) for Hydrogen Storage Materials	
<b>実験代表者</b> ;樋口 雅一	<b>所属</b> ;京都大学	JX日鉱日石エネルギー(株)

**背景**;多孔性配位高分子(Porous Coordination Polymer: PCP)は、金属イオンと有機架橋配位子からなる多孔性物質群である。近年、有機分子・気体分子を貯蔵・分離・変換する新たな材料として注目を集めている。水素エネルギー社会のために欠かせない水素貯蔵技術は21世紀でもっとも求められる革新技術の一つであり迅速な研究開発が望まれている。

**中性子実験の必要性**;水素分子に近いサイズを持つPCPを合成し、X線構造解析、水素吸着実験および種々の温度での分光実験を実施した結果、特異な水素吸着サイトが存在することを示唆する結果が得られている。水素吸着サイトを明らかにすることは、水素吸着メカニズムの解明および新規材料設計にとって重要である。しかし、水素の吸着サイトを直接確認できるのは、中性子単結晶構造解析が唯一の方法である。

**実験** Ca(C<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)(H<sub>2</sub>O)の組成のPCP単結晶(0.7 mm x 0.7 mm x 1.0 mm)を合成し、石英キャピラリーに水素ガスと共に封入し、77 Kで測定した。

**結果と考察** 本実験により得られた結晶構造をFigure 1に、結晶パラメータをTable.1に示した。本実験では吸着水素位置は特定できなかったが、X線回折では得られなかった、H<sub>2</sub>Oの水素位置を観測することが出来た。その結果、Figure 1に示したように水分子中の水素は骨格のC<sub>4</sub>O<sub>4</sub>の酸素原子から2.7 Åの距離に存在することが明らかになった。この距離は典型的な水素結合距離と一致した。この結果は水分子が多孔体の骨格構造を形成する上で重要な役割をしていることを示唆している。

Table 1. the crystallographic parameters of Ca(C<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)(H<sub>2</sub>O)

Compounds	Ca(C <sub>4</sub> O <sub>4</sub> )(H <sub>2</sub> O)
Crystal system	Tetragonal
Formula	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> Ca <sub>1</sub> O <sub>5</sub>
<i>a</i> / Å	13.1770
<i>c</i> / Å	7.6987
<i>V</i> / Å <sup>3</sup>	1448.705
Space group	<i>I</i> -42 <i>d</i>
<i>Z</i>	8
Temperature/ K	77

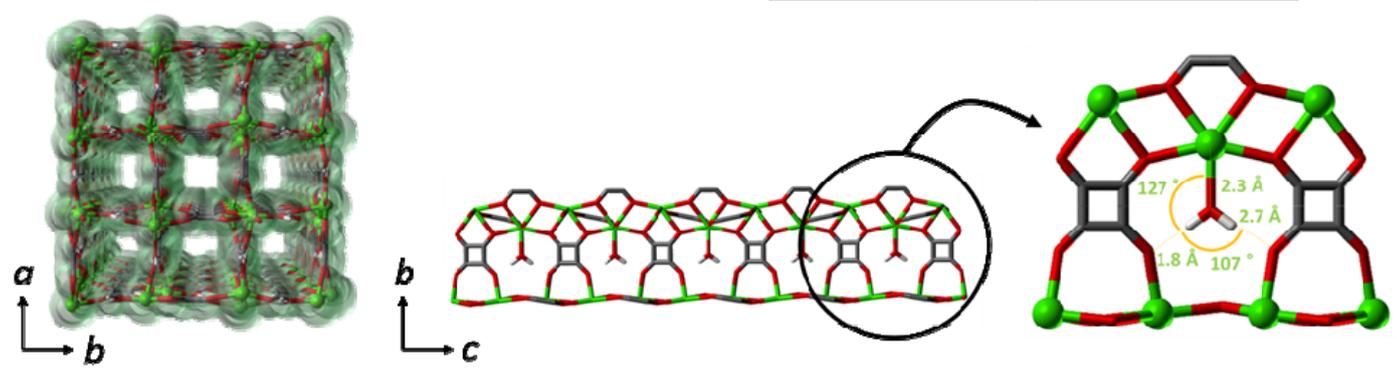


Figure 1. the single crystal structure of Ca(C<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)(H<sub>2</sub>O)