



金属ナノ粒子から成る 水素吸蔵材料の化学状態分析

八木伸也¹⁾, 藤本大志¹⁾, 小川智史¹⁾, 塚田千恵¹⁾,
金井井友美²⁾, 内山直樹²⁾

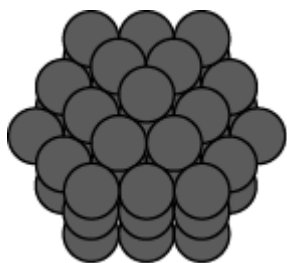
名古屋大学¹⁾, アツミテック株式会社²⁾

背景

Niバルク

6000気圧(25 °C)の水素雰囲気下において
水素化物を生成することで水素を吸蔵[1-3]

ナノ粒子化



・ Niナノ粒子
(平均粒子径20 nm)

1気圧(200 °C)において
水素を吸蔵[4]

水素化物を形成してるのか？
→**化学状態・構造を明らかにする**

[1] M. L. Wayman and G.C. Weatherly, Bulletin of AlloyPhase Diagrams 10, 569 (1989).

[2] B. Lengeler and R. Zeller, Solid State Commun. 51, 889 (1984).

[3] B. Lengeler, Phys. Rev. Lett. 53, 74 (1984).

[4] 副島奈津美,小林浩和,山内美穂,北川宏,分子科学討論会講演要旨集 (2007).

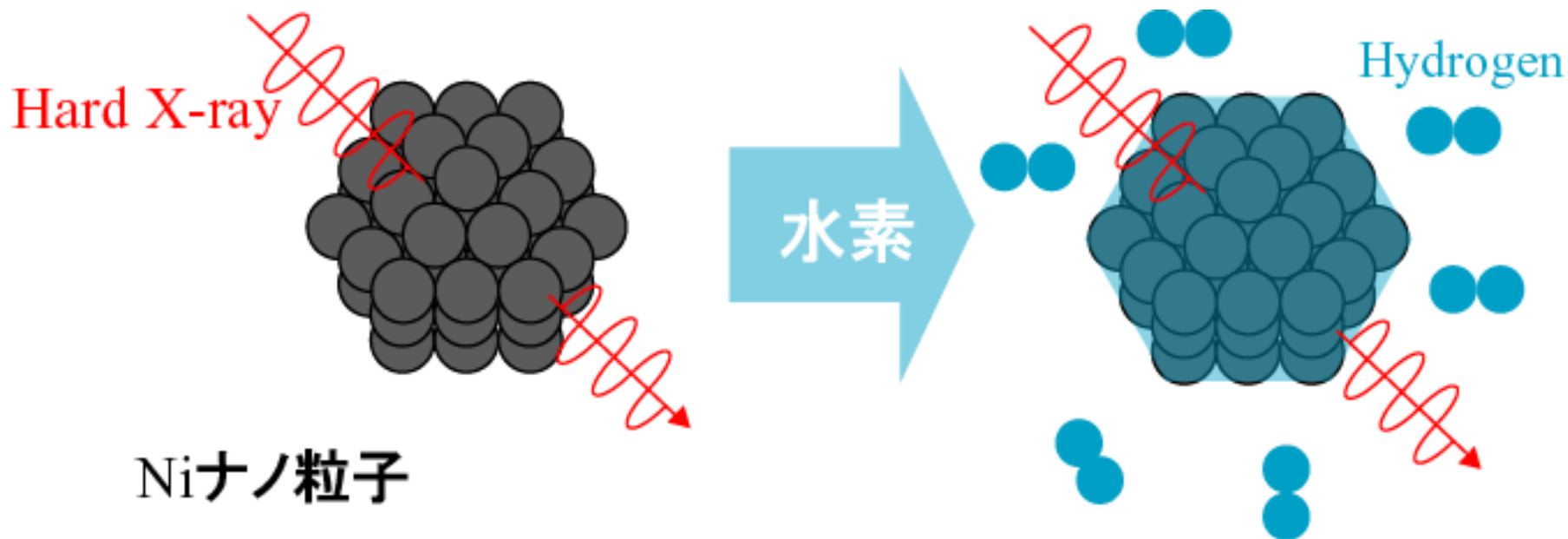
問題点:

水素を直接観察することは非常に困難

水素化前後におけるNiの化学状態変化やナノ粒子の局所構造に差が出るのでは？

目的:

Ni K吸収端XAFSによりNiナノ粒子の水素吸放出過程での化学状態・局所構造変化を明らかにする



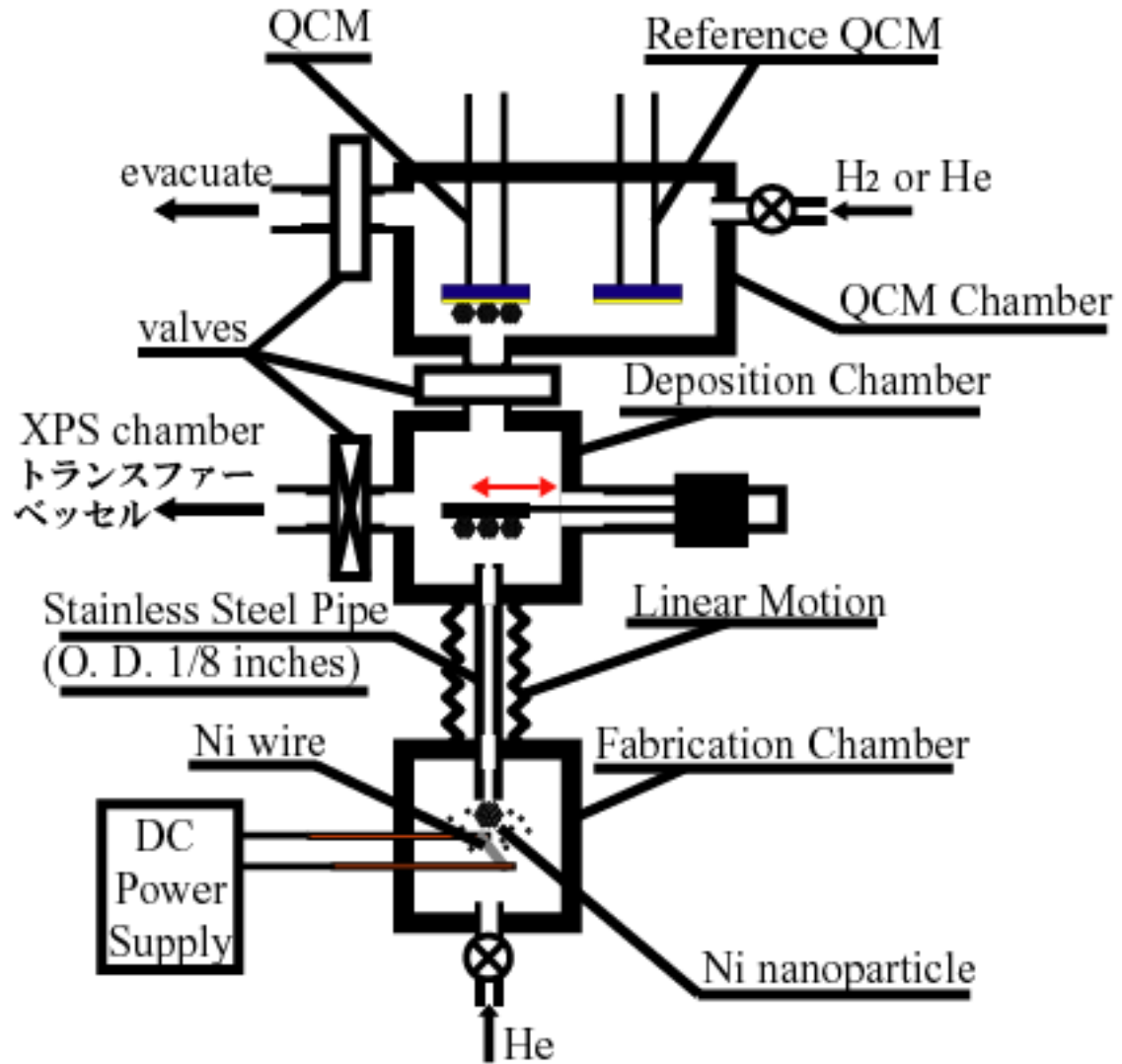
試料作製:

- ・ガス中蒸発法[5]:
高純度金属ワイヤーを
Heガス(6N5)雰囲気下
で直接通電加熱



トランスファーベッセル[6]

～ナノ粒子作製装置～

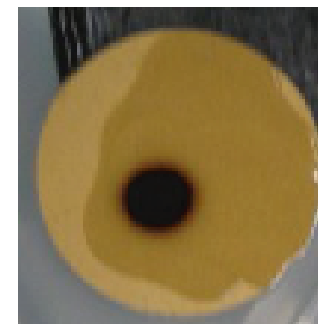
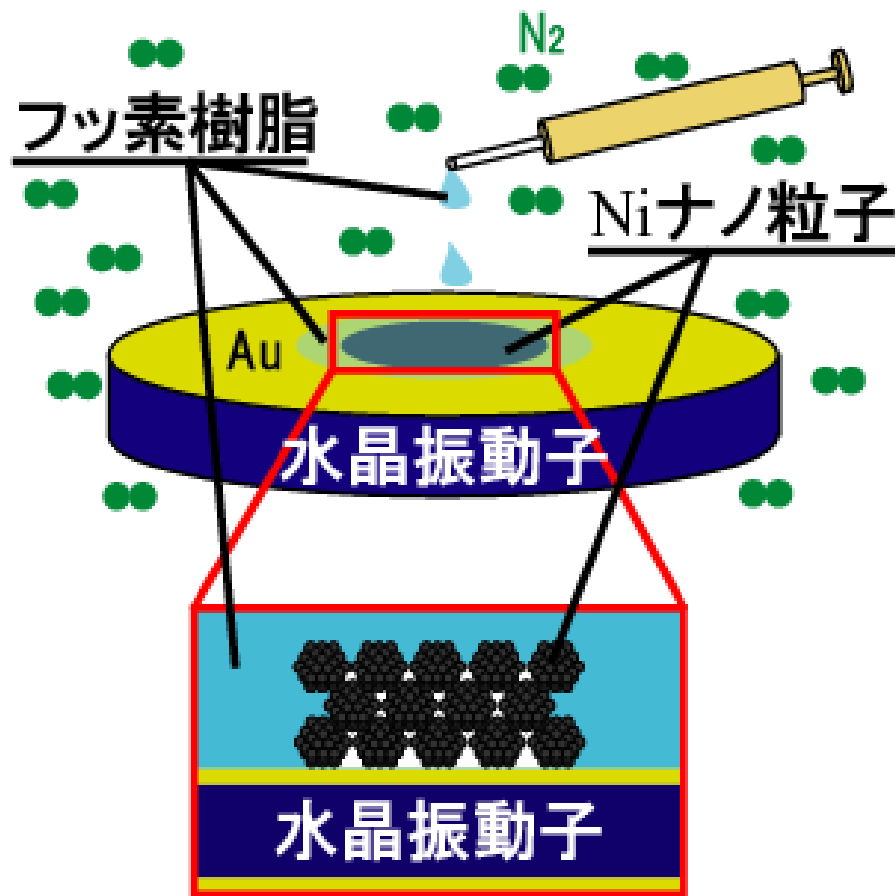


[5] S. Yagi, et al., e-J. Surf. Sci. Nanotech. 4, 258 (2006).

[6] 中西康次,電気学会論文誌C 1762 (2011).

耐酸化処理:

～グローブボックス～

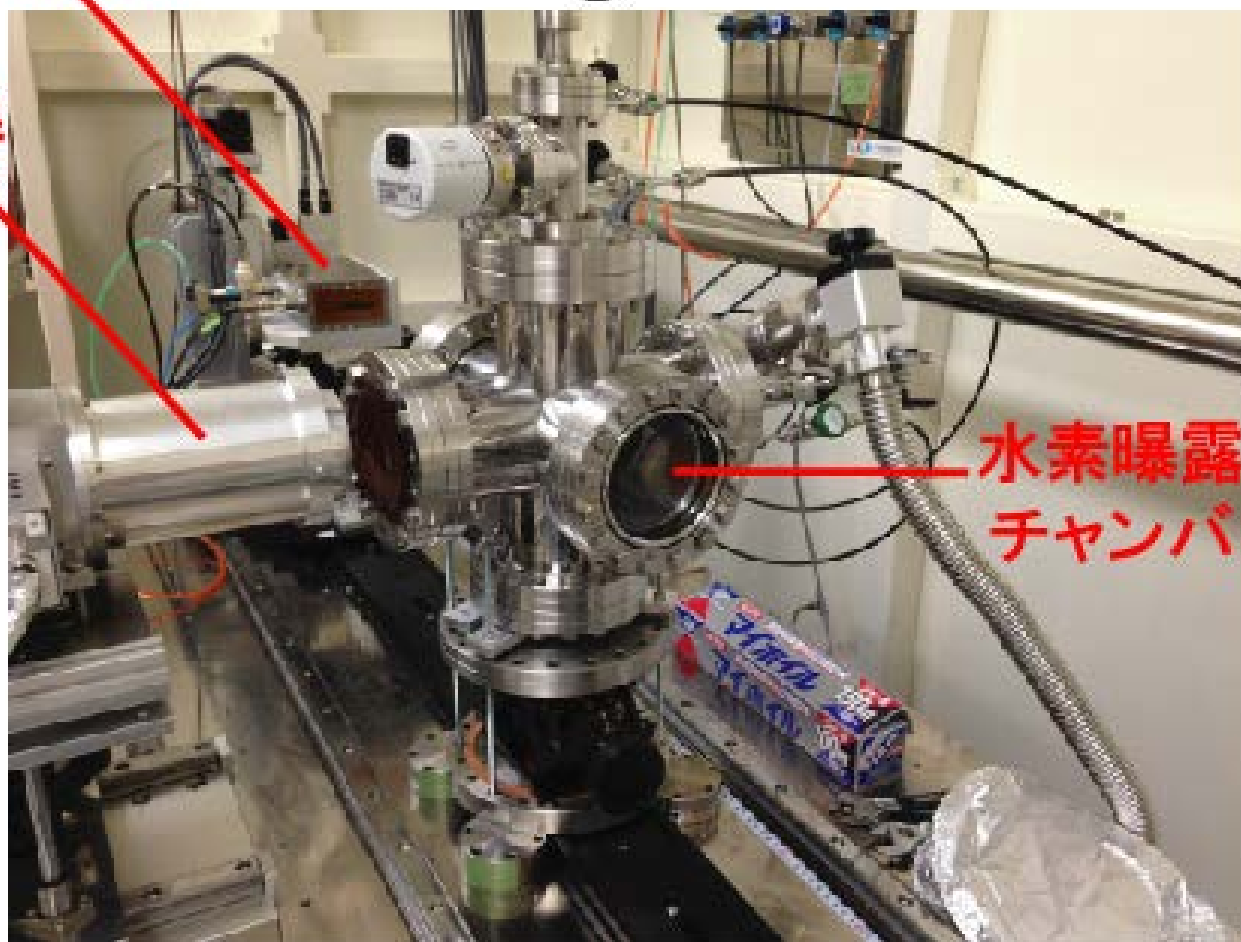


純窒素(5N5)に置換されたグローブボックス内で試料表面にフッ素樹脂をコーティング

XAFS測定: Aichi SR BL5S1 (SSD利用)

I₀チャンバ ~BL5S1@Aichi SR~

19素子SSD検出器

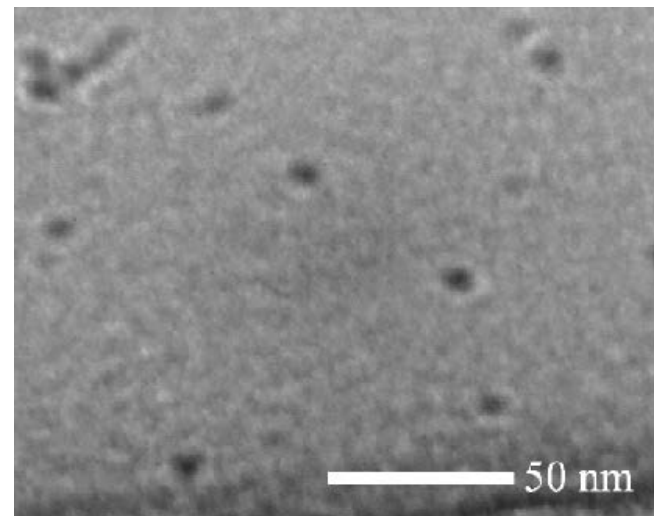


水素曝露
チャンバ

各種評価手法とその結果:

粒子径: TEM (JEM2500SE)

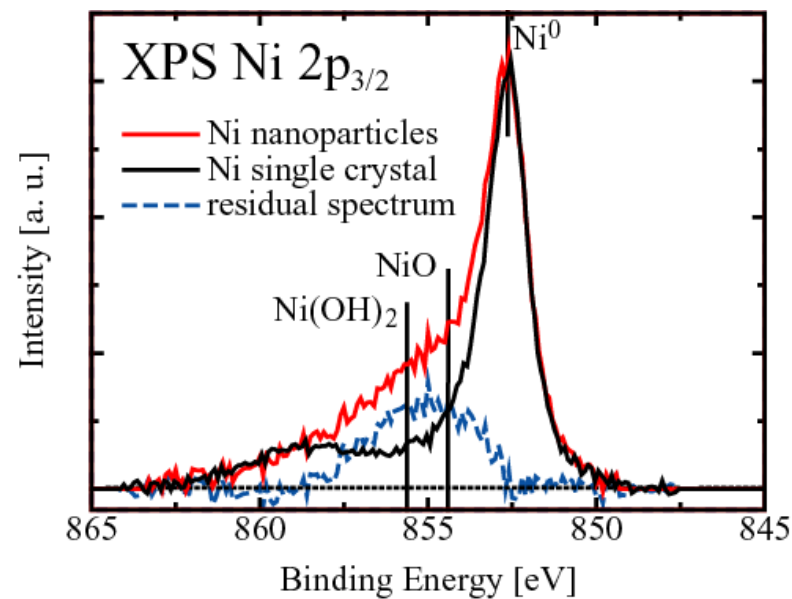
平均粒子径 4.0 ± 1.5 nmのNiナノ粒子



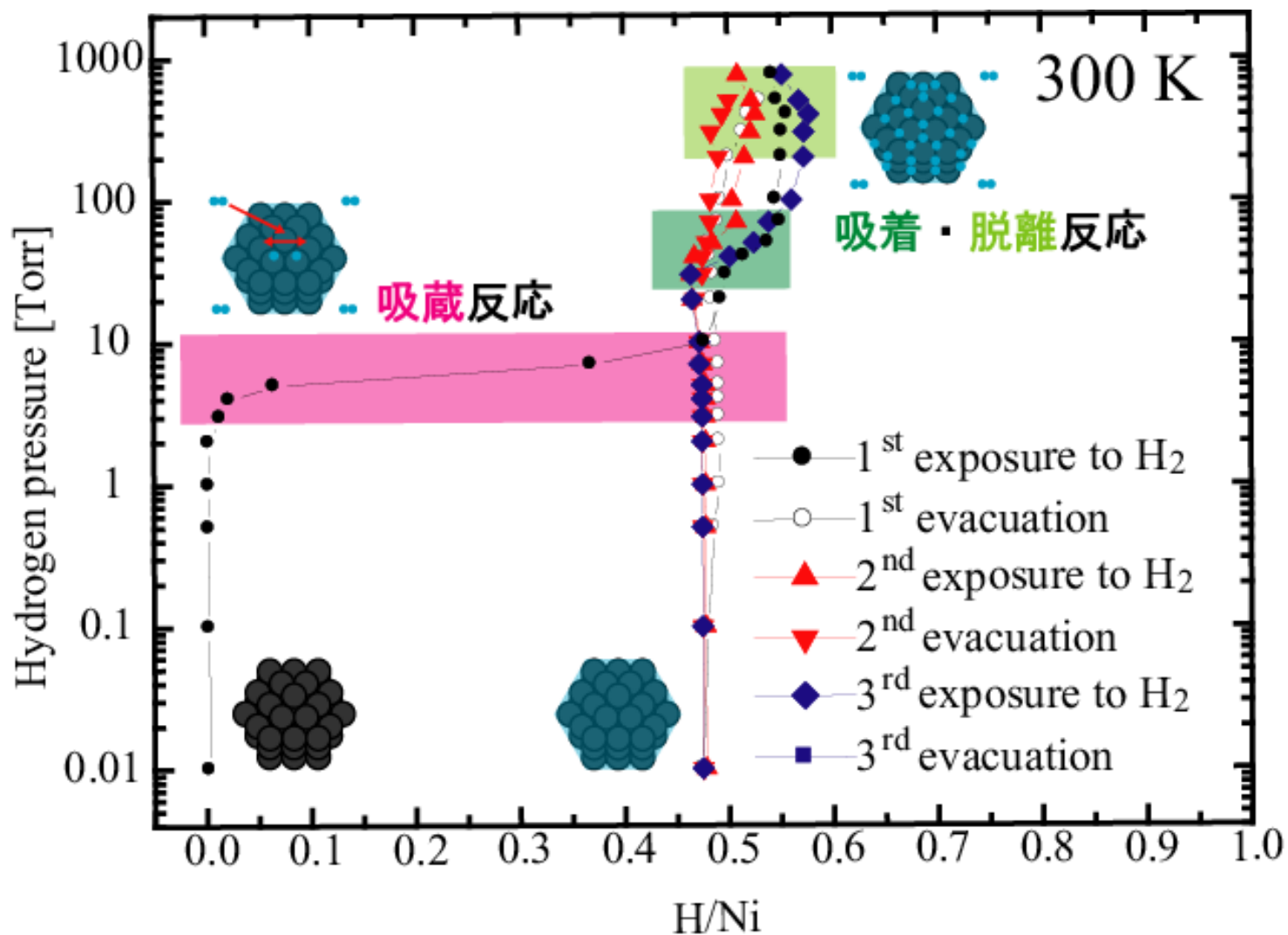
表面化学状態: XPS
(Phoibos100-5ch, SPECS)
MgK α 線

部分的に酸化している(作製時)

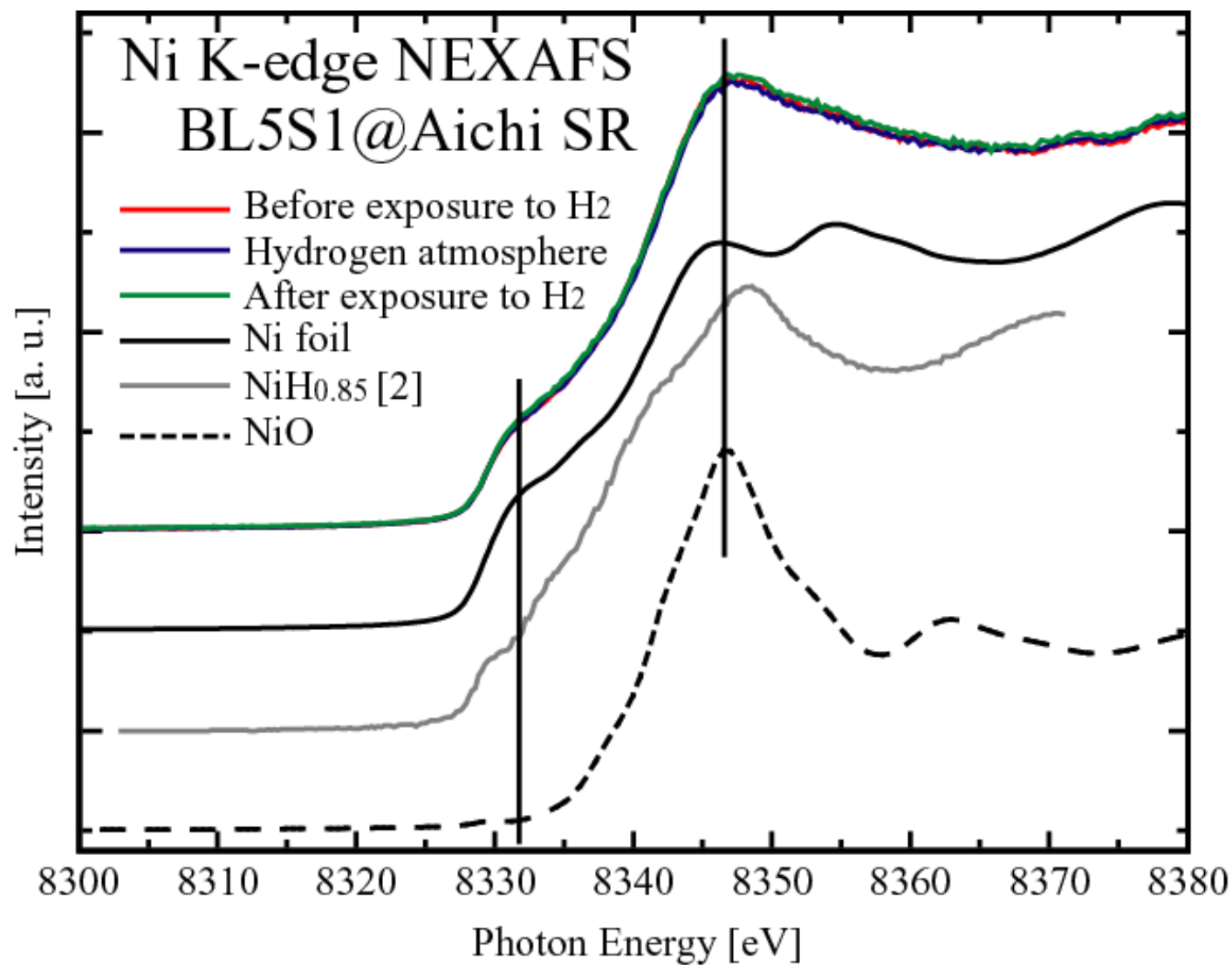
圧力-組成等温線(300 K): QCM
(Quartz Crystal Microbalance)



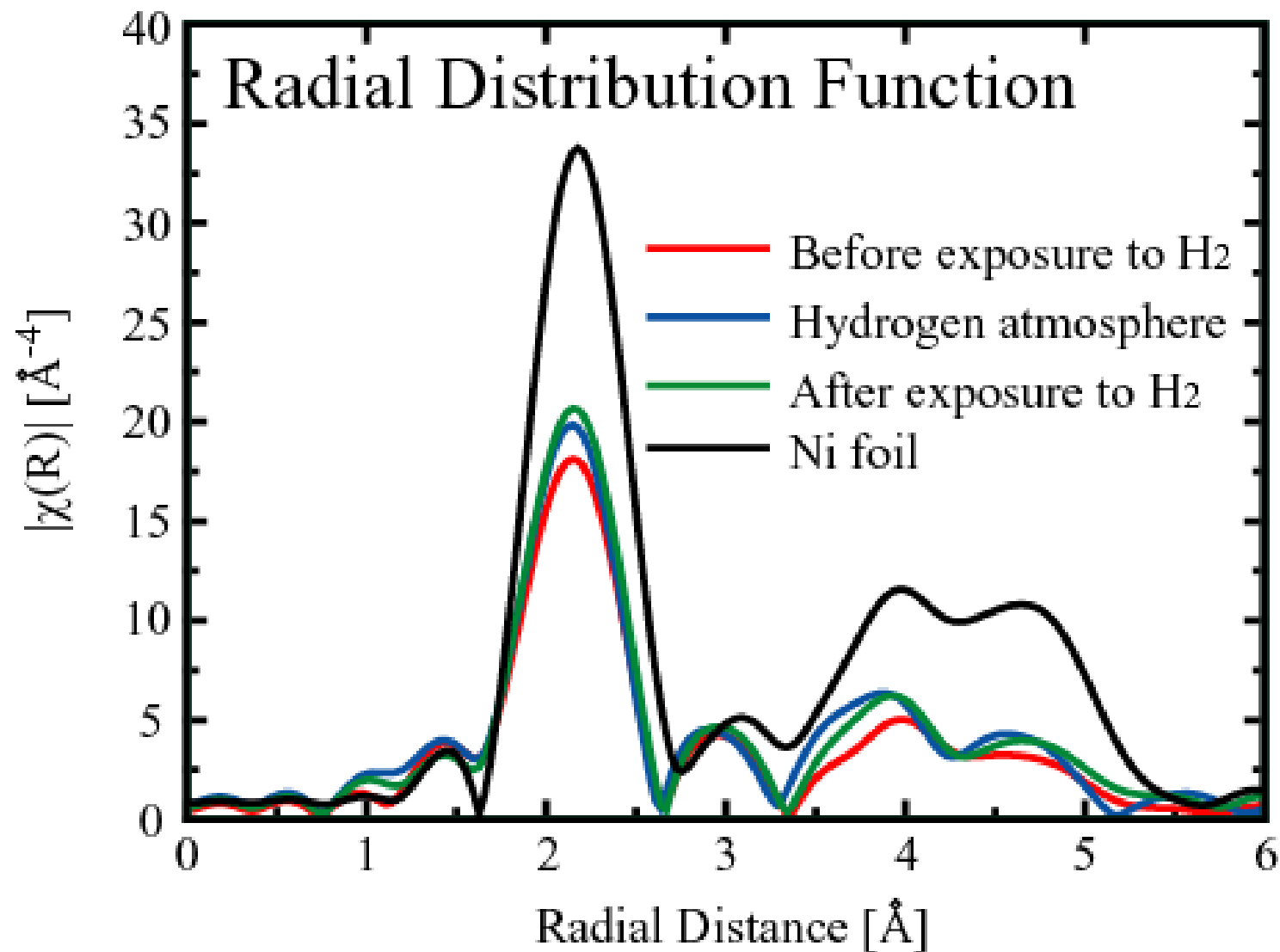
圧力-組成等温線(300 K): QCM (Quartz Crystal Microbalance)



Ni K-edge NEXAFS



水素化過程におけるNiナノ粒子の
Ni K-edge EXAFSフーリエ変換スペクトル



結論:

- ・清浄な表面を有するNiナノ粒子は、**室温でおよそ7 Torr**において水素を吸蔵(H/Ni \sim 0.5)する
- ・吸蔵後はナノ粒子表面への**水素の吸着・解離反応**が起こる
- ・(今回)Niナノ粒子中に吸蔵された水素は真空中において放出されない