

水素化した Mg₂Ni 合金の XRD 測定

小川 智史¹, 砥綿 眞一² 1名古屋大学, 2 あいちシンクロトロン光センター

キーワード:マグネシウム合金,水素吸蔵,高温 XRD,構造相転移

1. 背景と研究目的

水素はクリーンなエネルギーとして注目されており、燃料電池車や家庭用燃料電池などへの応用が進められている(1)。水素の貯蔵方法として、水素吸蔵合金などの金属水素化物は常圧レベルで使用できるために、コンパクトな水素貯蔵媒体として開発が進められている。なかでも、軽量の Mg_2Ni 合金は高い水素吸蔵能(3.6 mass%)を有するとして、多くの研究がなされてきた。しかし、水素化物 Mg_2NiH_4 の物性に関して、まだ未知の部分がある。 Mg_2NiH_4 は水素放出温度に近い 230℃付近で、低温相 LT 高温相 HT の構造相転移が生じるとされているが、相転移過程に関する詳細な研究は少ない(2)。そこで、本研究では、 Mg_2NiH_4 について高温 XRD 測定を行い、 Mg_2NiH_4 の構造相転移挙動を検討した。

2. 実験内容

<水素化物試料作製> Mg_2Ni 合金インゴットを粉砕して粒径 1 mm 以下の合金粒を得た。合金粒を SUS 鋼製高圧セルへ入れ、次の処理を繰り返した。真空排気→300℃加熱→水素加圧保持(最大水素圧:0.98 MPa)→(真空排気→水素加圧)。最大水素吸蔵量が得られたのちに、300℃から氷水中へ焼き入れた試料(焼入れ試料)、300℃で真空排気後 200℃に保持し水素加圧(最大水素圧:0.98 MPa、試料温度が 200℃を超えないように処理)して、水素を吸蔵させたのちに室温まで炉冷した試料(200℃吸蔵試料)を作製した。<高温 XRD 測定>グローブボックス中にて、高圧セルから試料を取り出し乳鉢にて粉砕後、石英ガラス製キャピラリ(直径 0.7 mm)に充填した。専用のキャピラリホルダーに試料キャピラリを取り付け、真空排気後 0.2 MPa の水素ガスを導入して XRD 測定を行った。測定温度は室温から 260℃までとした。

3. 結果および考察

図1にXRDパターンの一部を示す。焼入れ試料は220~240℃の間で高温相 HT 相に構造相転移しており、これまでの報告例と一致した。ただ、200℃吸蔵試料では、相転移温度がやや異なる結果が得られており、現在、得られたデータを詳細に解析中である。また、全温度範囲のXRDパターンに関して、リートベルト解析を進めており、構造相転移過程の詳細を明らかにして行く予定である。

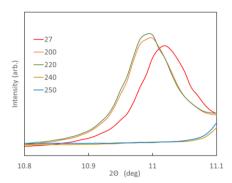


図 1 焼入れ試料の低温相 111 ピーク (図中の数字は温度)

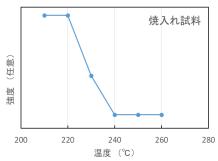


図 2 低温相 111 ピークの 回折強度

4. 参考文献

- 1. 例えば https://www.nedo.go.jp/content/100871975.pdf
- 2. Schefer J, Fischer P, Hälg W, Stucki F, Schlapbach L, Didisheim JJ, Yvon K, Andresen AF. New structure r esults for hydrides and deuterides of the hydrogen storage material Mg₂Ni. J Less-Common Met. 1980;74:65-73.