

課題番号 : 2014B-E18
利用課題名(日本語) : 特異な構造を有する水素貯蔵・透過合金の高温水素雰囲気下でのX線回折その場観察
Program Title (English) : In-situ XRD measurements of hydrogen storage and permeation alloys having a singular structure
利用者名(日本語) : 石川和宏¹⁾, 佐伯賢英¹⁾, 井原拓哉¹⁾, 河崎鉄平¹⁾, 綿貫徹²⁾, 町田晃彦²⁾
Username (English) : K. Ishikawa¹⁾, Y. Saeki¹⁾, T. Ihara¹⁾, T. Kawasaki¹⁾, T. Watanuki²⁾, A. Machida²⁾
所属名(日本語) : 1) 金沢大学自然科学研究科, 2) 日本原子力研究開発機構
Affiliation (English) : 1) Kanazawa University, 2) Japan Atomic Energy Agency
キーワード :

1. 概要 (Summary)

水素貯蔵合金や透過合金は、容易に水素を固溶・放出可能な合金であり、水素化の際に水素化物を形成するか否か、形成する場合はその種類により合金の特性が決まる。ところが、高温高压水素雰囲気下で水素化した試料を大気中室温に除圧・冷却すると、水素放出あるいは水素化物形成が起こるため、実使用環境下の状態を凍結することは不可能である。本研究では、水素化挙動の異なる2相から成る Nb-TiNi 合金を対象として、SPring-8 において高温高压水素雰囲気下におけるX線回折その場観察を可能にする手法を開発するとともに、水素化に伴う金属の構造変化を詳細に測定することを目的とする。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

SPring-8のBL-22XUに設置のキュービック型マルチアンビルプレス装置に電気炉を固定する。バルク状試料または粉末状試料を SUS316 チューブ内に装填し、BL22XU に設置のガス供給・排出用のアタッチメントに接続する。SUS チューブ内を真空引きの後、電気炉により試料を加熱した後水素を導入する。その後、SUS チューブにX線を照射し、BL22XU に設置のフラットパネル検出器を用いて2次元のX線回折図形を得る。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

bcc-Nb 相と B2-TiNi 相のラメラ共晶から成る Nb-TiNi 合金 (共晶合金) は鑄造状態で両相が cube-on-cube の関係にあることが分かった。この合金を熱処理すると、TiNi 相中に Nb 相が析出した塊状組織を形成するが (熱処理材)、同様の関係を保ってい

た。

共晶合金を水素化すると bcc 相 (以下 bcc1 相) が水素化より膨張し始めるが、途中で格子定数の大きい bcc 相 (以下 bcc2 相) が生成し、bcc1+bcc2 の2相状態となった。bcc1 相は時間とともに格子膨張したが、bcc2 相はほとんど膨張しなかった。その結果、bcc1 相の格子定数が bcc2 相の格子定数に近づき最終的に bcc1 相は消滅した。熱処理材でも共晶合金と同様に、水素化の過程で bcc 相が分離することが観察された。一方、bcc 単相合金では、bcc 相は分離することなく単相状態を維持したまま水素化された。以上より、bcc 相は bcc+B2 二相合金中では二相分離を経て水素化されることが分かった。

Nb-TiNi 合金では、両相が常に cube-on-cube の関係を保つことから、水素化過程で bcc 相は B2 相から強い拘束受け続ける。その結果、bcc 相が単に膨張するよりも、平衡濃度まで水素を固溶した格子定数の大きい bcc 相との二相状態を経ることで系の安定化が図られると考えられる。

4. その他・特記事項 (Others)

本研究は、日本学術振興会科研費基盤研究(C) (26420719)および文部科学省科研費新学術領域研究「シンクロ LPSO」(26109708)の支援を受けた。