

課題番号 : 2014B-E20

利用課題名 (日本語) : 水素吸蔵放出に伴う相変態挙動の違いが $\text{La}(\text{Ni,Cu})_{5+x}$ 及び $\text{LaNi}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ の局所構造及び格子欠陥形成に及ぼす影響

Program Title (English) : Effect of hydrogenation process of $\text{La}(\text{Ni,Cu})_{5+x}$ and $\text{LaNi}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ on local structure and defect structure

利用者名 (日本語) : 榎 浩司¹⁾, Kim Hyunjeong¹⁾, 町田晃彦²⁾, 綿貫 徹²⁾

Username (English) : K. Sakaki¹⁾, H. Kim¹⁾, A. Machida²⁾, T. Watanuki²⁾

所属名 (日本語) : 1) 産業技術総合研究所, 2) 日本原子力研究開発機構

Affiliation (English) : 1) AIST, 2) JAEA

キーワード :

1. 概要 (Summary)

水素吸蔵合金は水素をコンパクトにかつ可逆的に吸蔵放出できるため、エネルギー貯蔵媒体としての利用が期待されている。しかしながら、定置用エネルギー媒体として利用するためには、繰り返し耐久性を向上させる必要がある。私たちのこれまでの研究成果から、水素吸蔵時に形成される転位の蓄積により耐久性が悪化することが分かった。そのため、どのような条件で転位が導入されるかを知ることは、劣化克服にとって重要である。そこで、近年、水素雰囲気下その場時分割放射光 X 線全散乱実験を可能とするセットアップの開発に取り組んできた。本研究では、各種材料特に水素吸蔵時の相変化挙動を制御しやすい $\text{La}(\text{Ni,Cu})_{5+x}$ や $\text{LaNi}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ および高容量なバナジウム系 BCC 合金について水素雰囲気下その場時分割放射光 X 線全散乱実験に挑戦し、水素化時の局所構造変化や欠陥構造変化について観察を行った。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

水素吸蔵放出に伴う相変化挙動の違いが $\text{La}(\text{Ni,Cu})_{5+x}$ 及び $\text{LaNi}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ の局所構造及び格子欠陥に及ぼす影響を調べるため、各種合金を溶解法により作製した。作製した合金をその場観察用セルにより水素化を試みた。一方、V10Ti35Cr55 及び V16Ti33Cr51 はアーク溶解によって作製した。どちらも 1400°C で熱処理を行い、前者は氷水中への急冷、後者は炉冷を行うことで試料作製を行った。V10Ti35Cr55 に関しては水素化前の粉末をその場観察用セルに充填し、高温での真空排気を行った。その後室温にて水素化を行った。その水素化過程を時間分割での放射光 X 線全散乱測定を行った。V16Ti33Cr51 に関しては所定のサ

イクル数の 1 水素化物及び 2 水素化物を産総研にて作製し、*ex-situ* での放射光 X 線全散乱測定を行った。放射光 X 線全散乱実験は SPing-8 の BL22XU にて行った。使用した X 線のエネルギーは 70.2107 keV であった。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

今回の実験条件では $\text{La}(\text{Ni,Cu})_{5+x}$ 及び $\text{LaNi}_{4.5}\text{Al}_{0.5}$ の水素化がうまく進行せず、残念ながら有益なデータは得られなかった。しかしながら、V10Ti35Cr55 に関しては本セットアップを利用しての水素化反応に成功した。全反応が完了するまでに 5 分以上の時間を要したことから、各スペクトルの計測時間を 5 秒とし、繰り返し連続的に測定を行った。十分に活性化を行った試料は 1 水素化物であるが、X 線回折パターンからも合金相よりも格子定数が大きく 1 水素化物となっていることを確認した。水素吸蔵反応が開始すると FCC 構造の 2 水素化物に起因した回折パターンが出現し、反応時間とともにそのピークが増加し、1 水素化物のピークが減衰した。最終的には 2 水素化物のほぼ単相が得られた。得られた回折パターンから導出した二体分布関数も明瞭に 1 水素化物から 2 水素化物への相変態をとらえ、かつ、十分な質の PDF パターンが得られることを確認した。その場時分割実験及び *Ex-situ* での PDF データの詳細な解析は現在進行中である。

4. その他・特記事項 (Others)

なし