

Mg₁₇Al₁₂ の水素吸放出反応を利用した微細化 Al の作製

Preparation of fine Al powder from Mg₁₇Al₁₂ by hydrogen metallurgy

東海大工 ○村上拓, 樋口昌史, 浅香隆, 佐藤正志

Tokai Univ., ○Hiroshi Murakami, Masashi Higuchi, Takashi Asaka, Masashi Sato

E-mail: masashis@tokai-u.jp

近年、環境への配慮から燃料電池を用いた自動車の開発が進んでおり、水素ステーションの設置等も検討されている。水素エネルギーを利用するにあたり、水素を安全にかつ高密度、高純度で輸送することが求められている。アルミニウム水素化物は、軽量かつ高容量水素吸蔵材料として注目されている。しかし、アルミニウムと水素の直接反応では、高温下において非常に高い圧力が必要であり、ダイヤモンドアンビル等を用いた特殊環境下での研究が進められている。

本研究では、熱力学の基本法則に従えばアルミニウムの比表面積を大きくすることで、アルミニウム水素化物合成に必要な見た目の平衡圧力を低くすることができると考えた。我々はこれまでに、Mg₁₇Al₁₂ 金属間化合物について相分離を介する 2 段階水素吸収放出反応(i. Mg₁₇Al₁₂ + 9H₂ → 9MgH₂ + 4Mg₂Al₃; ii. Mg₂Al₃ + 2H₂ → 2MgH₂ + 3Al)が可逆的であることを確認し、相分離型水素吸蔵合金という新しい概念を報告してきた[1]。水素印加後において MgH₂ を除去できれば、非常に微細で比表面積の大きいアルミニウム粒子を得られるものと考えられる。本研究では、Mg₁₇Al₁₂ の水素吸収反応を用い、比表面積の大きな微細化アルミニウムの作製方法について検討を行った。

Mg₁₇Al₁₂ 金属間化合物は、高効率振動型メカニカルアロイング装置により作製した。Mg 粉末(純度 99.9 %以上、粒径 180 μm 以下)および Al 粉末(99.99 %以上、粒径 53~106 μm)を総量 2 g の化学量論比に秤量し Ar 雰囲気(純度 99.999 %以上、圧力 0.1 MPa)のグローブボックス内で、SUS 製容器(内容量 100 mm³)に 14 個の SUS 製ボール(直径 12.7 mm)と一緒に封入した。メカニカルアロイングは、冷却水(293 K)で容器を冷却しながら振動周波数 12 Hz で 40 時間行った。得られた試料を、水素印加装置に移し、温度条件 623 K にて平衡時の圧力が 2.5 MPa 以上となるようにし水素の吸収、放出、吸収を平衡に達するまで行った。得られた粉末を 3 %-HCl 水溶液に浸漬し、残余物をろ過して蒸留水にて洗浄、自然乾燥した。これを粉末 X 線回折、SEM にて測定、評価した。また BET 法によって比表面積の測定を行った。

メカニカルアロイング装置を用いて作製された粉末は、粉末 X 線回折により Mg₁₇Al₁₂ の単相であることが確認された。水素印加装置により水素の吸収、放出、吸収を行い得られた粉末は、粉末 X 線回折により、MgH₂、Al の混合粉体であることが確認された。3 %-HCl 水溶液に溶解後回収した試料は Al の単相であることを確認した。SEM 像より粒径が 2~3 μm であることが分かった。BET 法による比表面積の測定結果は当日報告する。

[1] M. Sato, T. Kuji. Mater. Trans. 52 (2011) 1773.