

高圧下で水素吸着させたナノポーラスカーボンの大気開放後の構造変化

(長岡技科大) ○山崎 基信・李 恒・小松 啓志*・齋藤 秀俊*・(ヒューズテクノネット)津田 欣範

Structural Behavior on Hydrogen Loaded at High Pressure in nanoporous carbon fabricated from rice husk / Motoaki Yamazaki, Heng. Li, Keiji. Komatsu, Hidetoshi. Saitoh (Nagaoka University of Technology), Yoshinori Tsuda (FuseTechnoNet) / We have been proposed a structural model for nanoporous carbon (NPC). In this study, structural behavior on hydrogen loaded at high pressure in NPC were investigated. NPC fabricated from waste rice husk was selected as adsorbent. Hydrogen content at high pressure, and the amount of hydrogen released in water were investigated. Furthermore, the structural behavior of NPC after hydrogen loaded was investigated by X-ray diffraction (XRD), and small angle X-ray scattering (SAXS). Obtained results suggested that an unique structural behavior on hydrogen loaded at high pressure was observed in NPC. /E-mail:hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】水素は、ヒドロキシラジカルなどの活性酸素を還元する。活性酸素は、生体に対して毒性を有するため、臓器移植後の再灌流障害の原因となることが知られている。一例として、ラットの心移植片を水素水が含まれた冷電解槽に保存することにより、再灌流による心筋傷害が効率的に抑制された。水素水には、常に飽和状態を維持する技術が求められている¹⁾。飽和状態を維持する方法として、水中で水素を発生させる吸着材料を添加する方法が考えられる。我々は籾殻を原料として炭化・アルカリ賦活処理により、77 Kにおいて7.2 wt.%の水素吸蔵量を有するナノポーラスカーボン(NPC)を作製した²⁾。ミクロ孔のような空間においては、ミクロ孔充填現象により、吸着分子が細孔内へと凝集・充填される。この現象を利用し、高濃度の水素保持方法としてNPCを応用できるのではないかと考えた。本研究では、高圧で水素を吸着させたNPCを大気開放下で静置し、その後水を加えた時に気体中に放出される水素量を水素放出量と定義する。大気開放後の経過時間ごとの水素放出量をガスクロマトグラフィー(GC)によって評価した。さらに、水素を吸着させたNPCをX線回折(XRD)法、小角X線散乱(SAXS)法を用いて構造解析を行った。

【実験方法】比表面積2510 m²/g、全細孔容積2.45 cm³/g のNPCを試料とした。前処理としてNPCをサンプル管に入れ真空引きしながら150℃で1 h加熱した。放冷により室温まで冷却した後12 MPaの水素を導入し1 h保持して水素を吸着させた。サンプル管から取り出したNPCをシリカゲルの入ったデシケーター内に5, 90, 180, 360, 540 min静置した。NPC 0.1 g、純水15 mlをバイアル瓶内で混合し、密閉後35℃で24 h振とうさせた。その後バイアル瓶内のガスをGC(Shimadzu製, GC-2010Plus Tracera)にて測定した。バイアル瓶内ガスの水素濃度を水素放出量と定義しガスクロマトグラムのピーク面積の値から水素放出量を求めた。先述の方法で水素を吸着させたNPCをXRD法, SAXS法で構造解析を行った。

【結果・考察】GC分析結果から、大気開放時間5 minにおける水素放出量は325 ppmであり、540 minにおいては80 ppmだった。高圧下でNPC中に吸着させた水素は、大気開放によって約0.5 ppm/minで減少することがわかった。

次に、高圧下で水素吸着させたNPC の大気開放後の構造変化の観察を試みた。Figure 1 に高圧下で水素吸着させた NPC の各大気開放時間における SAXS プロファイルを示す。開放時間 5-30 min の間で散乱ベクトル q が 0.2 nm⁻¹ 以上の散乱強度 $[\log I(q)]$ の極端な変化が確認された。これは約31 nm 以下の領域での電子のコントラストが変化したことを示す。一方、XRD 法では、構造変化を観察できなかった。

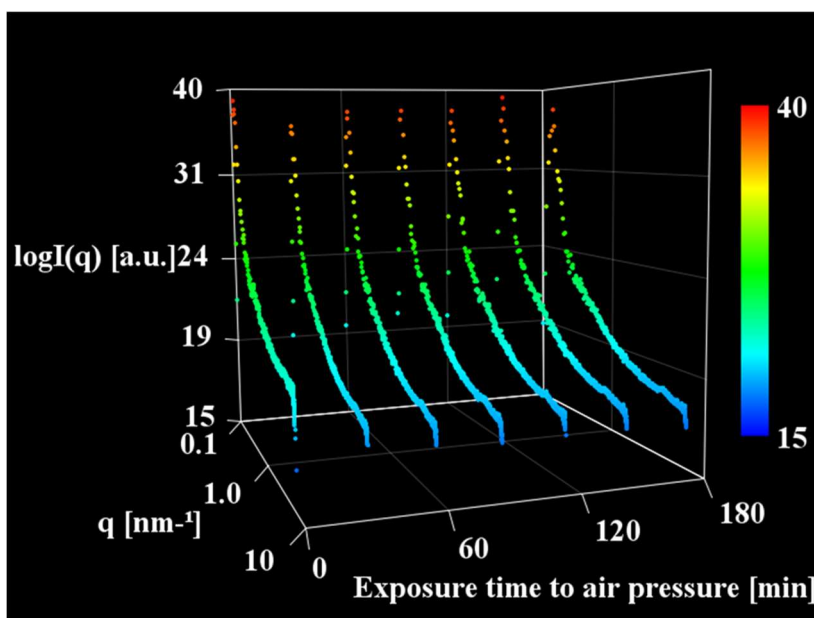


Fig. 1. 高圧下で水素吸着させた NPC の各大気開放時間における SAXS プロファイル

【参考文献】

- 1) T. Abe et al., Transplantation, 94 (2012) 14-21.
- 2) Y. Kanma et al, The Annual Meeting The Cer. Soc. Jpn. (2016) G0353.