

課題番号 : F-13-HK-0013
利用形態 : 機器利用
利用課題名 (日本語) : パラジウムの水素吸蔵反応その場観察
Program Title (English) : In situ Observation on Hydrogenation Reaction of Pd
利用者名 (日本語) : 若杉剛伸¹⁾, 磯部繁人^{1,2)}
Username (English) : T. Wakasugi¹⁾, S. Isobe^{1,2)}
所属名 (日本語) : 1) 北海道大学大学院工学研究院, 2) 北海道大学 創成研究機構
Affiliation (English) : 1) Graduate School of Engineering, Hokkaido University 2) CRIS, Hokkaido University

1. 概要 (Summary)

高機能材料の設計指針立案には、局所反応の直接観察が有効である。近年では、材料-ガス反応その場観察用環境制御型透過型電子顕微鏡 (ETEM) の開発が進み、触媒材料開発等を中心に精力的な応用が試みられている。我々は、燃料電池自動車への搭載が期待される水素貯蔵材料について、貯蔵反応機構解明に向けた TEM その場観察を試みている。しかし、この反応は従来の ETEM で保証される雰囲気条件よりも高温・高圧を要するため、観察にはこれらの条件を満たしつつ高い分解能を確保できる新たな環境セルの開発が必要不可欠である。従って、本研究では高分解能かつ高電子線透過能を有す超高压電子顕微鏡 (HVEM) 用の高圧ガス環境セル開発と貯蔵反応の高分解能その場観察への応用を目的とした。

2. 実験 (Experimental)

本環境セルは隔膜によりガス雰囲気を構築する Window 型である。隔膜は厚さ 15 nm のシリコンナイトライド (SiN) 膜を使用した。高真空蒸着装置 (ED-1500R) を用いて SiN 膜上に厚さ 10 nm に製膜した Pd 膜を 300°C・アルゴン雰囲気にて 30 分間結晶粒粗大化処理した後、室温・雰囲気制御下 (50 mPa~40 kPa; H₂) にてその場観察した。観察装置には超高压電子顕微鏡 JEM-ARM1300 (JEOL) を用いた。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

Fig.1 に Pd 粒の水素雰囲気高分解能その場観察結果を示す。この結果から、水素圧力 40 kPa 雰囲気中での達成分解能 0.23 nm が実証された。水素圧上昇に伴う転位の数及び分布変化が確認された。特に、粒界近傍での転位数の増加が著しく、水素化体積膨張による粒界への応力集中が要因と考えられる。

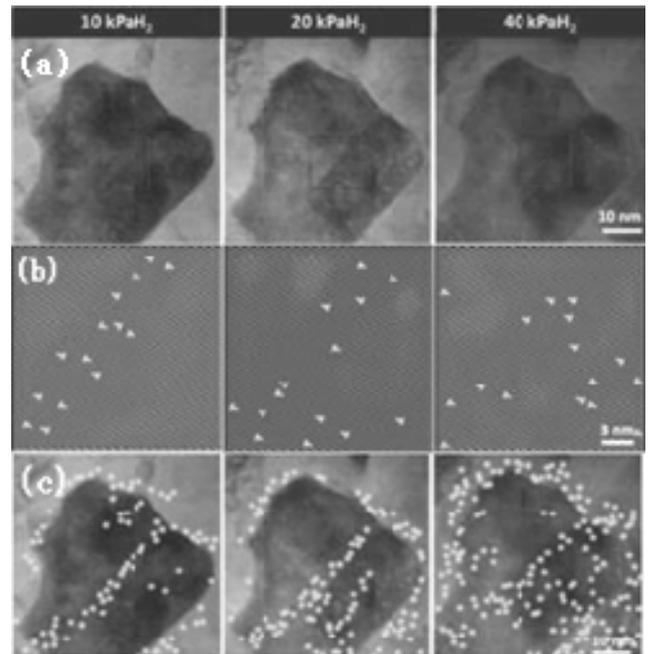


Fig.1 Distribution of dislocations in Pd during hydrogenation

4. その他・特記事項 (Others)

なし

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

(1) T. Wakasugi, S. Isobe, A. Umeda, Y. Wang, N. Hashimoto, S. Ohnuki Journal of Alloys and Compounds, Vol 580 (2013) S127-S130

(2) T. Wakasugi, S. Isobe, Y. Wang, N. Hashimoto, S. Ohnuki, The first East-Asia Microscopy Conference 2013/10/13

(3) 若杉剛伸, 磯部繁人, 王永明, 橋本直幸, 大貫惣明, 金属学会, 2014/3/22

6. 関連特許 (Patent)

なし