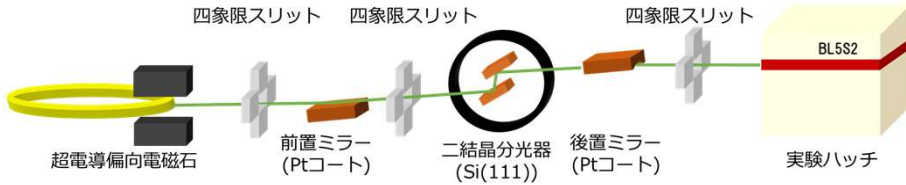


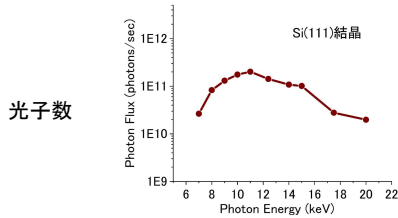
# 粉末X線回折ビームライン(BL5S2) ～概要及び成果報告～

## 光学系・ビームライン概要



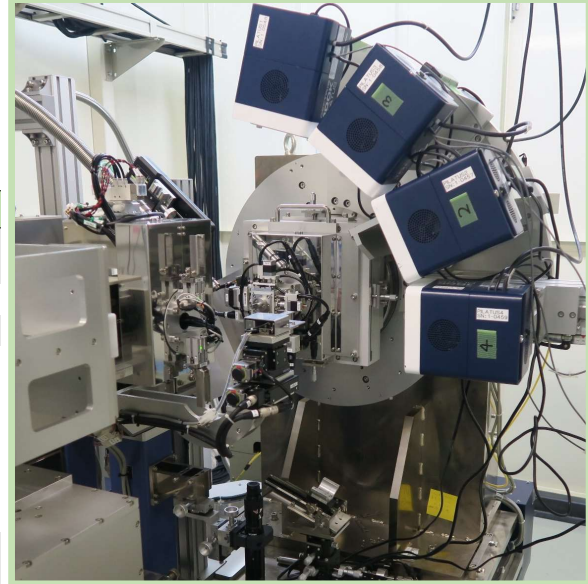
### 主な仕様

測定手法	粉末X線回折(透過法)	検出器	PILATUS100K 4連装配置 ( $2\theta = \sim 94 \text{ deg}[2\text{shot}], \sim 132 \text{ deg}[4\text{shot}]$ )
測定エネルギー範囲	7～20 keV	カメラ長	340 mm
ビームサイズ	0.5 mm × 0.5 mm	試料形態	粉末(ガラスキャピラリー封入)



試料自動センタリングシステム、サンプルチェンジャー、連続測定プログラム。  
プログラム 【試料自動センタリングシステム、サンプルチェンジャーはSpring-8 JASRI産業利用推進室の協力を得て整備】

高温・低温 高温: RT ~ 650°C  
吹付装置 低温: -150°C ~ 150°C



## 高温測定によるMg合金水素化物の構造変化の解析※

### 1. 背景

Mg<sub>2</sub>NiなどのMg基合金やその水素化物は水素貯蔵能力の向上や吸脱着の改善を目指し、今もなお多くの研究がなされている。今回はMg<sub>2</sub>Niの水素化物であるMg<sub>2</sub>NiH<sub>4</sub>に着目した。Mg<sub>2</sub>NiH<sub>4</sub>は低温相(LT)と高温相(HT)の間で相転移を起こす物質で、LTではさらに2つの相(LT1, LT2)をもつことが知られている(図1)。ただ、これらの相(LT1, LT2)の割合が相転移温度や結晶構造に、どのような影響を及ぼすのかはまだわかっていない。

今回、水素化条件が異なる試料3種類を用意し、水素雰囲気下での高温測定を行い、相の割合とMg<sub>2</sub>NiH<sub>4</sub>水素化物の構造の変化について解析を行った。

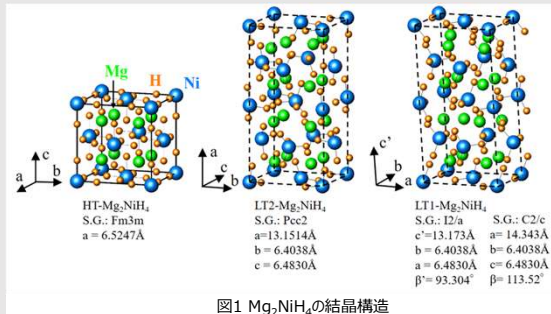


図1 Mg<sub>2</sub>NiH<sub>4</sub>の結晶構造

### 2. 実験内容

試料: 水素化条件の異なる試料3種類

- ・試料A: 300°Cで水素化後、170°Cまで徐冷
- ・試料B: 300°Cで水素化後、急冷
- ・試料C: 190°Cで水素化後、徐冷

測定条件: 水素雰囲気下で室温から260°Cまで段階的に昇温。

昇温速度: 20°C/min、温度保持時間: 3分

X線エネルギー 15.0 keV(試料A)、16.9 keV(試料B,C)

露光時間 180sec × 2shot

※水素雰囲気下での測定はBL5S2のガス雰囲気制御装置を使用した(図2)。

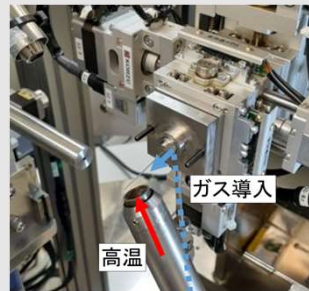


図2 BL5S2ガス雰囲気制御装置

表1 水素化試料の相組成

	sample A	sample B	sample C
Mg <sub>2</sub> NiH <sub>4</sub> (LT1)	74.4	80.3	65.2
Mg <sub>2</sub> NiH <sub>4</sub> (LT2)	12.4	5.1	3.6
Mg <sub>2</sub> NiH <sub>0.3</sub>	3.5	4.5	15
MgH <sub>2</sub>	3.4	3.8	4.6
MgNi <sub>2</sub>	6.2	6.3	11.7
LT2/LT1	0.167	0.064	0.055

(mass%)

### 3. 結果および考察

- ① 室温での相の割合を示す(表1)。相転移温度以下で水素化すると、低温相LT1が生成しやすいといわれており、サンプルCはLT2/LT1比が他と比べやや小さい結果となった。
- ② 昇温測定したところ、サンプルCはBと比べ回折パターンの変化が緩やかで、また回折ピークがブロードであることがわかる(図3)。これは、低い温度で水素化を行ったことで、歪みが緩和されずに残ったためと考えられる。
- ③ 昇温による相の割合の変化から相転移温度を検討した(図4)。相転移温度は室温時(表1)のLT1の量が半減した温度とした。相転移温度はA(220°C), B(228°C), C(247°C)の順で高くなり、室温時にLT2の割合が多いほど低い温度で起きていた。これはLT2とHTの構造が似ているため(表1)、相転移を起こしやすいものと考えられる。

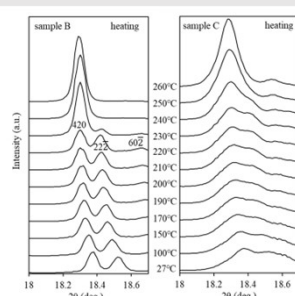


図3 昇温測定中のXRDプロファイルの変化

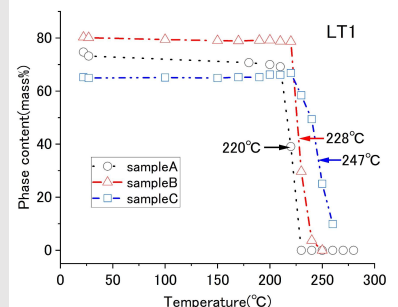


図4 昇温測定中のLT1含有量の変化