

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2010/2/12
課題番号 Project No. 2008G0008 実験課題名 Title of experiment 水素吸蔵合金の結晶構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 寺下尚克 所属 Affiliation 日本重化学工業(株) 小国事業所 開発部 第2グループ	装置責任者 Name of responsible person  装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA (BL20) 実施日 Date of Experiment 2009/10/12

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
<p><b>【試料】</b>                  以下の2種の合金, 2種の重水素化物の測定を行った.</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub></li> <li>2. Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub>D<sub>x</sub>(重水素化物)</li> <li>3. PrMgNi<sub>4</sub></li> <li>4. PrMgNi<sub>4</sub>D<sub>x</sub>(重水素化物)</li> </ol>

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p><b>【実験方法】</b>                  高周波誘導溶解法にて作製した2種類の合金に対して、熱分析より求めた融点を考慮した条件で熱処理を施した後、化学分析にて目標組成とのずれが無いかを確認した。その後粉末 X 線回折にて C15b 型のラーベス相の単相となっていることも確認した。重水素化物の作製は、予め数回、軽水素での吸蔵・放出を繰り返し活性化後の合金に6MPa, 77K で数時間以上保持し重水素を吸蔵させ、80°Cで数Paまでの真空排気を数時間行う処理を2回繰り返した後に、再度 6MPa, 77K で数時間以上保持し重水素を吸蔵させた状態で、素早く大気中に取り出し、瞬時にアセトン(重水素)に浸し、表面の失活化を行い、重水素の放出を防いだ。また同合金の大気中での XRD 測定を経時変化させて実施し、重水素の放出がごくわずかずつか進行せず、中性子回折測定に耐えることを確認した。</p> <p><b>【実験結果】</b>                  以下に2種類の合金および重水素化物のそれぞれの中性子回折測定結果および比較のための粉末X線回折則手の結果を示した。</p>

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

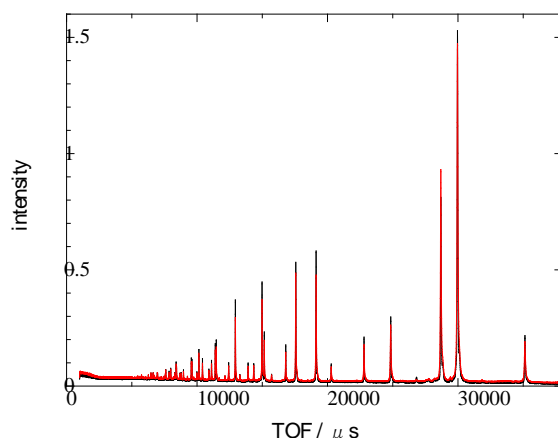


図1. Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub>(黒)およびその重水素化物(赤)の測定結果,

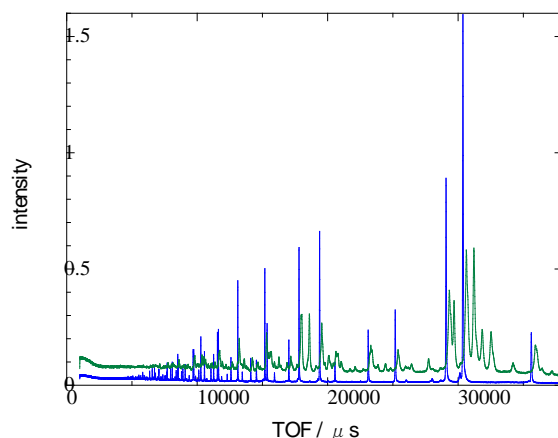


図2. PrMgNi<sub>4</sub>(青)およびその重水素化物(緑)の測定結果

### 【考察】

図1に示した Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub> およびその重水素化物の測定結果に大きな違いが見られないことより、中性子回折測定中に重水素の放出がおこり合金の状態での測定になってしまっていたものと思われる。一方図2に示した PrMgNi<sub>4</sub> およびその重水素化物の測定では、明らかな違いが見られた。水素の位置や占有率等の詳細な解析は現在進行中であるが、重水素化物の金属副格子は水素化前の立方晶から斜方晶に変化していることが分かった。この結果は XRD の結果とも矛盾しないものである。

### 【結論】

- Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub> および PrMgNi<sub>4</sub> はともに C15b 型の立方晶のラーベス構造を取っている
  - PrMgNi<sub>4</sub> の重水素化物の金属副格子は水素化前の立方晶から斜方晶へ変化している
  - Pr<sub>0.6</sub>Mg<sub>1.4</sub>Ni<sub>4</sub> の重水素化物は測定中の放出により、プロファイルを得ることができなかった
- なお、詳細な各種金属原子や重水素の位置および占有率等の情報は現在解析中です。