10%			
TOU	-P/	420	5

# **MLF** Experimental Report

提出日 Date of Report

課題番号 Project No.

2010AM0004

実験課題名 Title of experiment

BCC 固溶体型構造の TiVCrMo 系水素吸蔵合金およびその水素

化物の結晶構造解析

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

2010/06/16-2010/06/17

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.

#### 【試料】

以下の2種の水素吸蔵合金に関して、①水素吸蔵・放出サイクル前(合金試料)、②重水素を十分吸蔵させた後(重水素化物試料)、③重水素吸蔵・放出を20サイクル繰り返した後(サイクル後試料)のそれぞれの状態で測定を行った。よって試料は合計:2種類×3水準の6試料。

- 1. Ti25V20Cr50Mo5
- 2. Ti10V75Cr10Mo5

## 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。)

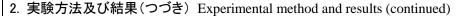
Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

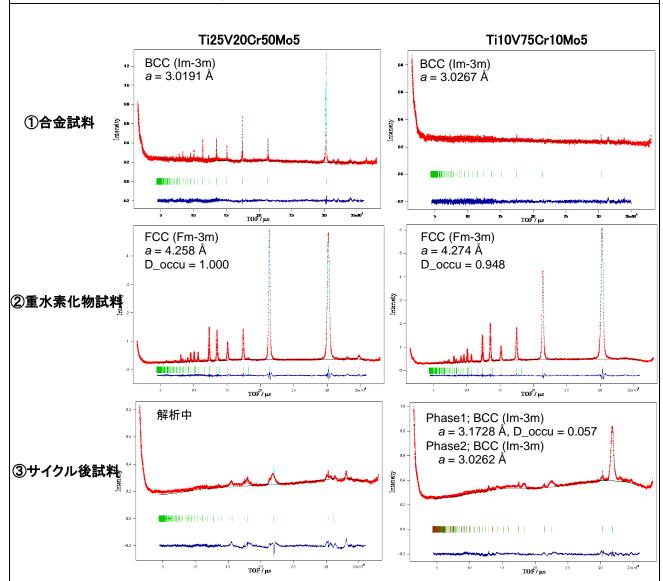
## 【実験方法】

2 種類の合金試料(Ti25V20Cr50Mo5, Ti10V75Cr10Mo5)をアーク溶解法によって作製し、その後、均質化のため熱処理を施した。これらの試料は、化学分析で目標組成とのずれが無いこと、また粉末 X 線回折で単相であることも確認した。重水素化物試料は、合金試料に活性化処理(180°Cで真空引き→室温付近で重水素を加圧)を数回施した後、-10°C、5MPa 下で重水素を十分に吸蔵させた後、試料から重水素が放出しないよう失活化処理(重水素を加圧している状態で試料ホルダーごと液体窒素に浸け、暫くしてから素早く試料を取り出しアセトンに入れ軽くかき混ぜる)を施して試料を得た。サイクル後試料は、Ti25V20Cr50Mo5 試料は-10°Cで、Ti10V75Cr10Mo5 試料は40°Cでそれぞれ20回の重水素吸蔵・放出を繰り返し作製した。中性子回折は、粉末試料をX 試料ホルダーに大気中で詰めたものをX 0.5~2 時間測定した。

#### 【実験結果】

以下に①合金試料、②重水素化物試料、③サイクル後試料それぞれの中性子回折測定結果とその Rietveld 解析を行った結果を示した.





"①合金試料"においては、V 含有量の多い Ti10V75Cr10Mo5 試料のピーク強度が弱かった。これは V の小さな干渉性散乱断面積が原因だと思われる。"②重水素化物試料"においては、両試料とも重水素化物の単相であった。占有率からみても、十分水素を吸蔵していることが分かる。"③サイクル後試料"においては、V 含有量の少ない Ti25V20Cr50Mo5 試料の方がピーク強度が弱かった。両試料とも含まれる重水素量は同程度と予想されるためやや理解が難しいが、今後詳しく解析しこの理由を明らかにしたい。

## 【今後の展開】

今後は、重水素の占有率やピークのブロードニング等の解析を進め、"③サイクル後試料"のプロファイルを "①合金試料"と"②重水素化物試料"のプロファイルと比較し、水素吸蔵・放出サイクル過程で起こる変化を 詳しく見ていく予定である。またこれら合金のサイクル前後の様子を透過型電子顕微鏡も用いて相補的に理解していくことも考えている。また、重水素位置は平均位置からずれているとも言われており、今回は無理かもしれないが、今後は中性子回折データから局所構造解析(PDF 解析)が出来ると非常に効果的であると考えられる。