

# 水素雰囲気中の粉末 X 線回折 in situ 測定について

## 1. はじめに

シンクロトロン光は、指向性が高く、きわめて明るい光であるため、数秒という短時間で質の良い X 線回折データを得ることができます。この特徴を活かして、物質の変化の過程を追う in situ 測定ができますので、本稿では、その事例を紹介します。

## 2. 使用ビームライン

あいちシンクロトロン光センターには、測定手法別に分けられたビームライン(以下 BL)が現在 8 本供用されています。本測定には粉末 X 線回折測定専用の BL5S2 を使用しました。また検出器には時間的な変化を観察するため、走査せず広い角度範囲を測定できる二次元半導体検出器 (PILATUS100K) を使用しました(図 1)。

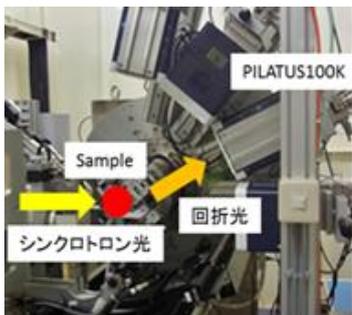


図 1 BL5S2 における in situ 測定

## 3. 水素雰囲気中 in situ 測定事例

サンプルに金属パラジウム (Pd) 微粉末を、反応ガスに水素ガスを用いて、水素雰囲気中の X 線回折 in situ 測定を行いました。

φ0.7mm ガラスキャピラリーに Pd 微粉末を詰め、ガス反応装置(図 2)のキャピラリーホルダーに取り付けます。ガス反応装置は BL5S2 の回折装置に組み付けることができ、水素貯蔵タンクバルブを開放することで、サンプルに水素を吸蔵(水素化)、ポンプで排気することで放出(脱水素化)する仕組みです。

シンクロトロン光は図 2 紙面奥側から手前側へ進み、サンプルが詰められたガラスキャピラリーを通過します。この際、シンクロトロン光がサンプルによって回折されて、結晶構造特有の角度に回折像が現れます。

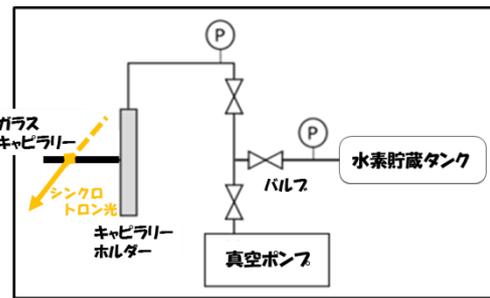


図 2 ガス反応装置概略図

本測定では波長 1Å のシンクロトロン光を用いて、Pd と水素ガスとの反応による結晶構造変化を 1 秒ごとに観察しました。

測定結果を図 3 に示します。水素を吸蔵させると、Pd の回折ピークが徐々に減少すると同時に、新たに PdH の回折ピークが成長していく水素吸蔵の過程が捉えられます。また水素放出では、吸蔵とは逆に脱水素化されていく過程が捉えられます。このように短時間で起きる(脱)水素化による結晶構造の変化もシンクロトロン光を活用した in situ 測定なら、その変化の「過程」を観察でき、製品開発に有用な知見が得られます。

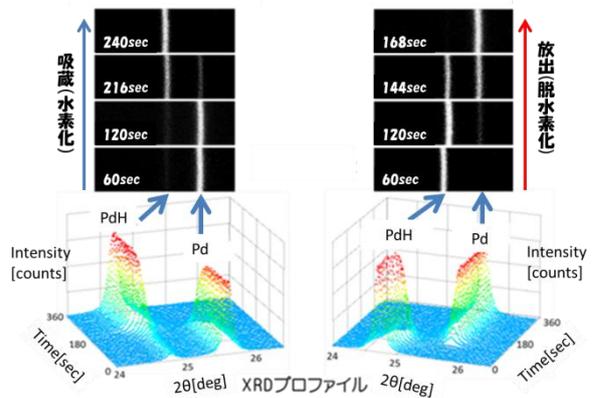


図 3 Pd の水素吸蔵、放出過程結果

## 4. おわりに

in situ 測定については、ガス雰囲気測定だけでなく、温度を変化させながらの測定や電池材料の充放電測定などの事例もあります。まずはお気軽にご相談ください。



**共同研究支援部** シンクロトロン光活用推進室 中西裕紀 (0561-76-8315)  
 研究テーマ：シンクロトロン光  
 担当分野：材料評価