

BL04B2 高エネルギーX線回折

1. 概要

高エネルギーX線回折ビームラインBL04B2では、37keV以上の高エネルギーX線を用いて、ガラス・液体・アモルファスといった非晶質物質の構造解析、高圧下における結晶・非晶質物質の回折実験、高温・高圧下における液体・超臨界流体の小角散乱実験が主に行われている。近年では非晶質物質用の二軸回折計の新規ユーザーの数も増えてきており、それに伴い非晶質物質の構造解析を専門としないユーザーが増えてきた。こういった背景で装置の立ち上げから10年になる二軸回折計の制御系のアップグレードを行った。さらに、超イオン伝導体の構造解析において興味深い知見が得られたので、それらについて紹介する。

2. 非晶質物質用二軸回折計制御システムのアップグレード

ランダム系ステーションでは非晶質物質の高精度の回折データを取得するために、高エネルギーX線を用いて透過法での測定が行われている。回折計は標準的な二軸回折計を用い、ステップスキャン法を用いた測定が行われている。本回折計は今後ハイスループット化を目指すために、検出器を多連装化する予定であるが、現在の回折計の制御ソフトがこれに対応することが困難である。また、現在の制御ソフトはLINUXのコマンドベースのものであり、ユーザーフレンドリーではない。そこで検出器多連装化に先立って制御ソフトのアップグレードを制御・情報部門の協力を

得て行った。

新しい制御システムはLINUXのPython上で動作するGUIベースのものである。また、回折計の制御はPM-16Cを用いず、VMEを経由して行う。さらに二軸回折計専用の電気炉の温度データもVMEを介して取り込むことができる。図1に制御システムのGUIを示す。左上は回折計制御用のGUI、右上は自動測定のテーブル作成用GUI、下は測定中の回折データを自動プロットするGUIである。このように新しい制御ソフトは複雑なコマンドを入力することなく回折計を制御することができ、とくに新規ユーザーが容易に担当者の補助無しに実験を遂行することができるようになった。

3. ペロブスカイト型超イオン伝導体の構造解析

近年、次世代リチウムイオン電池（全固体電池）として硫化物系結晶化ガラスを電解質とした研究が進んでいるが、さらに次世代を見据えた場合、空気中で安定かつ取り扱いの容易な酸化物の固体電解質（Liイオン伝導体）の開発が必要となってくる。そのような酸化物系Liイオン伝導体の中で、ペロブスカイト型Liイオン伝導性酸化物は室温でLiイオンの伝導度が 10^{-3} S/cmにも達するものの、イオン伝導を担うLiイオンの分布は、結晶サイトに収まらずランダムなため、その伝導メカニズムは未だ明らかになっていなかった。そこでBL04B2ではこのランダムに分布するLi

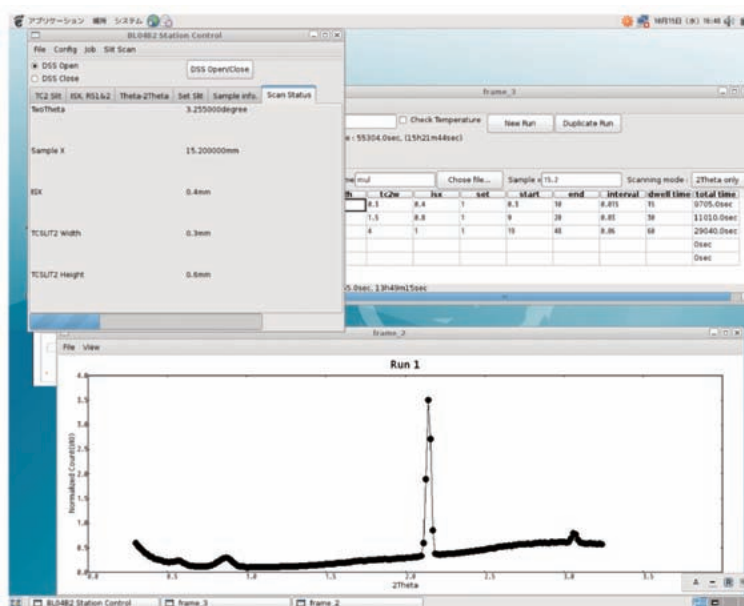


図1 新しいBL04B2二軸回折計用制御ソフトのGUI

イオンの伝導経路を解明するために、九州大の武田らのグループが中心になって、BL04B2を用いて回折実験を行い、 ^7Li 同位体を用いた中性子回折のデータを相補的に用いて、ハンガリーのPusztaiらのグループと協力して逆モンテカルロシミュレーション (RMC) からLiイオンのランダムな分布を捉えることを試みた^[1]。その結果、従来の研究で指摘されていたLaイオンのrich層とpoor層がc軸に沿って交互に積み重なる層状構造を再現するとともに、LiイオンがLa-rich層に多く集まるという新しい知見を得た(図2)。さらにLiイオンがLaイオンと TiO_6 八面体の間に入り込む状態が存在することが分かり、Liイオン伝導にLaイオンが寄与していることが示唆された。

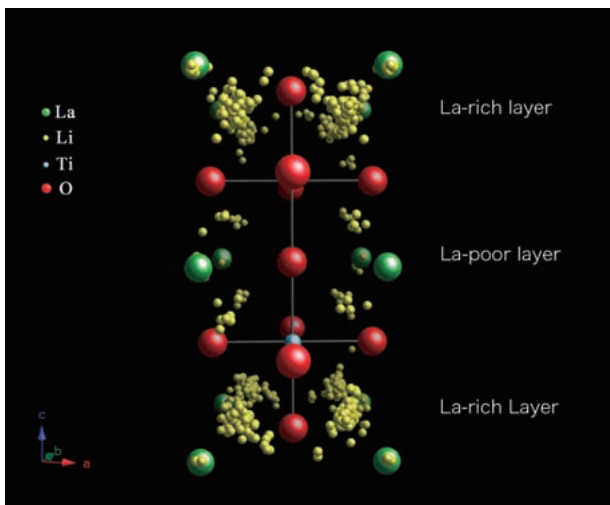


図2 RMCシミュレーションにより得られたペロブスカイト型酸化物におけるLiイオンの分布確率

参考文献

- [1] K. Ohara, Y. Kawakita, L. Temleitner, L. Pusztai, S. Kohara, A. Jono, H. Shimakura, N. Inoue and S. Takeda : *Phys. Status Solidi* **C6** (2009) 1004.

利用研究促進部門
 構造物性 I グループ 極限構造チーム
 小原 真司、大石 泰生