

 <b>茨城県</b> <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	<b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report) 2023/11/29
課題番号(Project No.) 2016PM0003 実験課題名(Title of experiment) 結晶 PDF を活用したイオン導電機構解明法の開発 実験責任者名(Name of principal investigator) 菅野了次 所属(Affiliation) 東京工業大学		装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) BL-20 茨城県材料構造解析装置 実施日(Date of Experiment) 2016/06/27-29 2017/02/24 -26

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>本研究は、iMATERIA (BL20) の回折データを用いた、結晶 PDF 解析技術を構築することを目的とする。結晶 PDF 解析技術を構築することで、応用上重要な固体内をイオンが高速で拡散する、固体電解質材料のイオン導電メカニズムの全貌解明に寄与することが期待される。</p> <p>その第 1 ステップとして、S(Q)データの作成プロセスを構築する。iMATERIA に導入された BL21 NOVA の S(Q)データ作成ルーチンを使って、イオン導電体(LGPS, Thio-LISICON、ガーネット、ペロブスカイト系等)の S(Q)データを複数作成し、平均構造との比較を行い、iMATERIA における S(Q)データ作成プロセスを構築させる。</p>
2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<p>2.1 試料 (sample(s))          代表的なリチウム系固体電解質である <math>\text{Li}_{10}\text{GeP}_2\text{S}_{12}</math> および <math>\text{Li}_x\text{La}_{1-3x}\text{TiO}_3</math> (<math>x=0.16</math>)、リファレンスとして石英ガラス、V-cell および V-rod を測定した。</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)          試料はバナジウム容器に密閉し、BL20 の 30ASC(自動試料交換器)を用いて、室温・常圧の条件下で <math>1\sim 42 \text{ \AA}^{-1}</math> の Qレンジの回折データを測定した。ビームサイズは試料内を完浴するようにするため、<math>20(\text{H}) \times 5(\text{W})\text{mm}^2</math> とした。データ処理は、特殊環境バンクの SEML バンクを用い、BL20 に設置された ana01 計算機上で行った。</p>

3. 実験結果及び考察（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 results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

従前に BL20 へ導入しておいた nvaSq による S(Q) データ作成システムが何らかの原因で、動作しない状態になっていたため、まず S(Q) データ作成システムの再構築を行い、装置データの Ni Powder データを利用して、動作を確認した。

このシステムを用いて、SiO<sub>2</sub> の S(Q) データを作成した。その結果を図 1 に示す。英国の ISIS で測定された SiO<sub>2</sub> ガラスと比較した。ピーク位置はほぼ一致しており、基本的な構造を観測できていることが確認できる。一方で、S(Q) が Q に対して低下する傾向があり、極限值が 1 に収束しない点や、S(Q) が傾いている点など、補正に起因する問題が見られた。今後、この点をさらに改善していく。また、Q 領域が SEML バンクでは、足りていないため、今後チョッパーの調整もしくは、他のバンクのデータ利用を検討する。

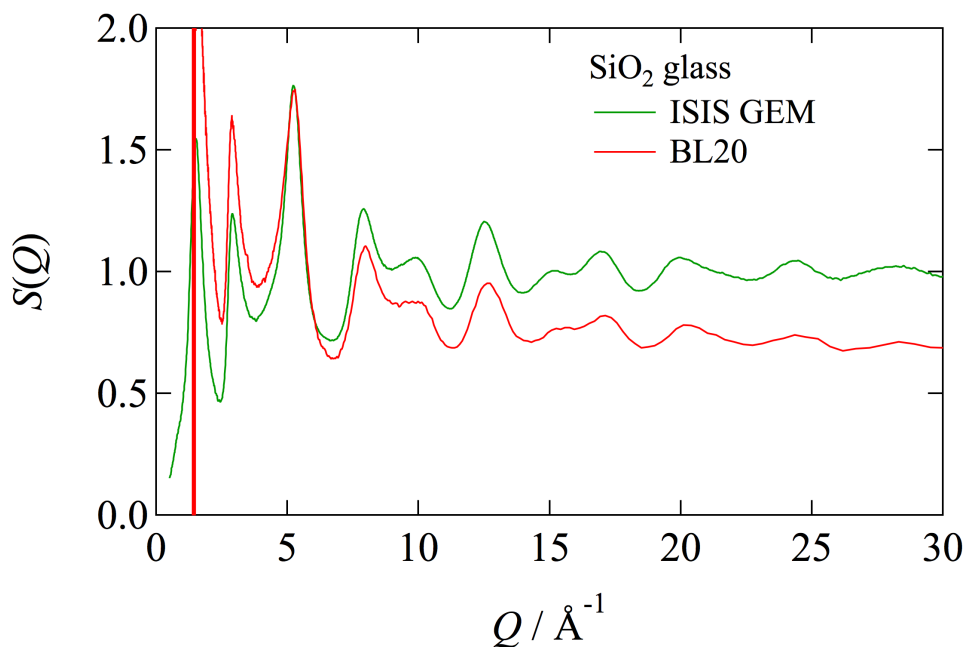


Figure 1. (a) Structure factor (S(Q)) data of the reference SiO<sub>2</sub> glass. The green- and red-lines correspond to the data acquired at ISIS Neutron and Muon Source and iMateria in J-PARC, respectively.

4. 結論(Conclusions)

結晶 PDF 解析技術を構築するため、第 1 ステップとして、S(Q) データの作成プロセスの検証を行った。固体電解質およびリファレンス試料の中性子散乱データを取得し、nvaSq による S(Q) データ作成システムを使用した S(Q) データ作成を行った。SiO<sub>2</sub> の S(Q) データについて、ISIS (英国) で測定されたデータと比較することで、iMATERIA において取得された中性子散乱データの有用性を確認することができた。固体電解質材料のデータ取得と解析を進めることで、イオン導電メカニズムの詳細説明に近づくことが期待できる。