

Spring-8利用推進協議会

第3回ガラス・セラミックス研究会 2012年1月27日(金)

中性子とX線の相補的利用による 機能性ガラスの構造観察

京都大学原子炉実験所

福永俊晴

今日の話の内容

- (1) 中性子の特徴と、X線との違い**
- (2) 金属ガラスの構造と安定化**
- (2) 水素貯蔵材料について**
- (3) 超イオン伝導材料について**
- (4) 全散乱装置 (NOVA) について**

中性子の特徴

原研中性子利用研究センター
パンフレット(2003)

高い「透過力」

原子核と力を
及ぼし合う「核散乱」

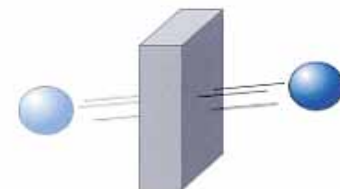
電子の磁気モーメントと
力を及ぼし合う
「磁気散乱」

波の干渉効果として
波紋をつくる「回折」

エネルギーのやり
とりをする
「非弾性散乱」

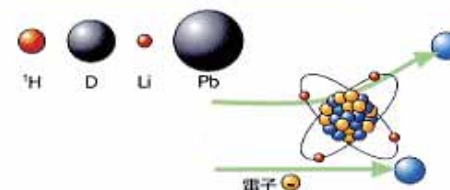
1. 物を通り抜ける能力

電荷を持たない中性粒子なので、物質を通り抜けやすく壊さずに物質の中の様子を見ることができます



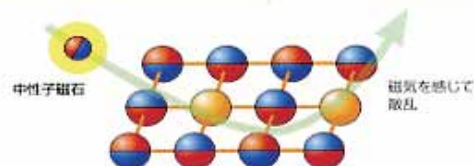
2. 同位体も見分ける能力

原子核と相互作用するので、軽元素の検出や同位体の区別ができます。一例として、同位体である¹HとDおよび重元素Pbが中性子を散乱する能力を面積比で示しました。



3. 中性子は最小の磁石

最小の磁石なので、磁気を持つ物質による回折を観測することで結晶構造のみならず磁気構造も判ります



4. 原子の並び方を見る

中性子は波の性質も持つので、入射波が原子により散乱されて波紋を作ります。この波紋を観察することで波長の大きさ程度の原子の配列が判ります。



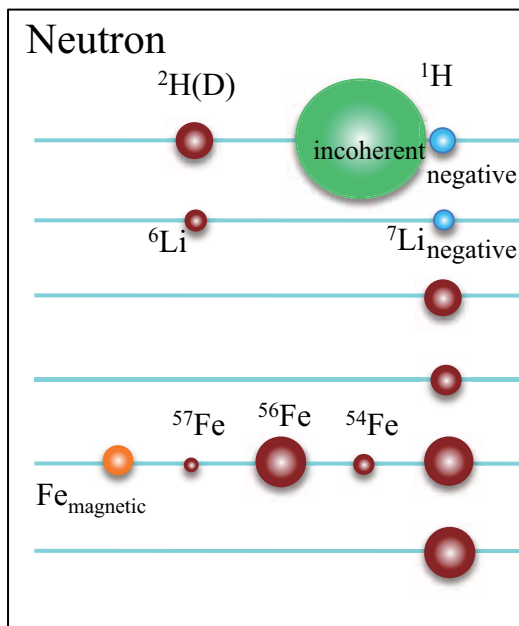
5. 原子の動きを見る

原子の運動エネルギーと同程度のエネルギーを持つ中性子を使用するので、原子の動きを見ることができます

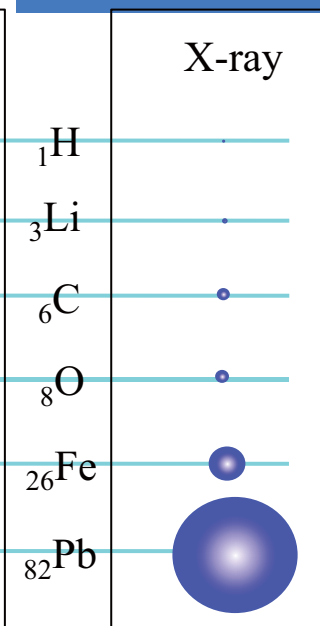


中性子ならびにX線の散乱能からみた違い

中性子の核散乱



X線の電荷散乱 (トムソン散乱)



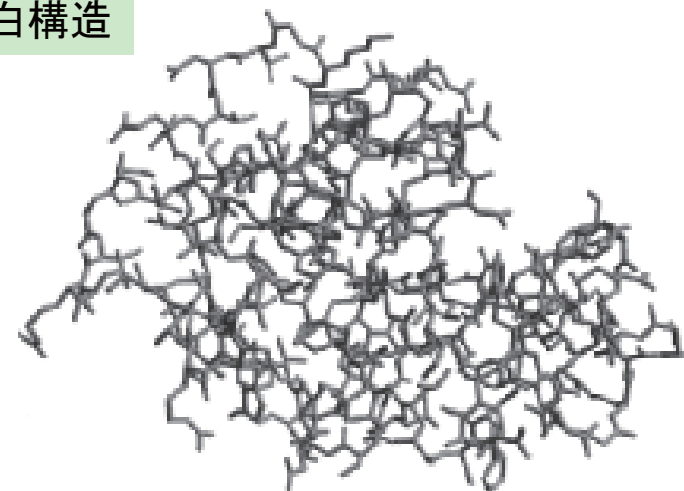
元素

原子番号

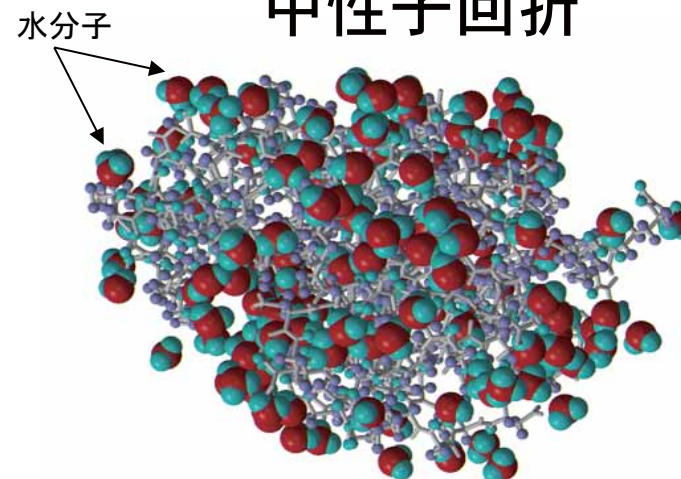


蛋白構造

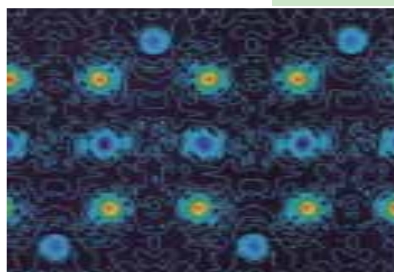
X線回折



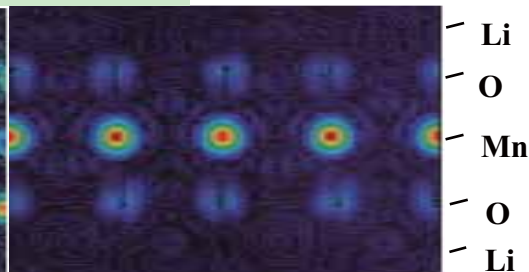
中性子回折



Li-ion Battery



Neutron Diffraction





X-ray Diffraction

Li
O
Mn
O
Li

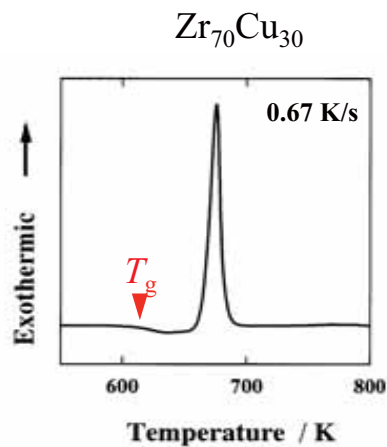
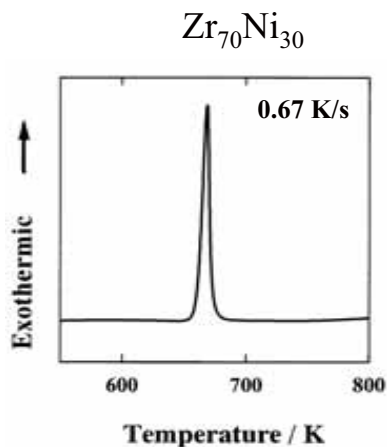
エネルギーから見た中性子とX線の違い

| | | X線 | | | | 紫外線 | 可視光 | 赤外線 | 遠赤外線 | マイクロ波 |
|-----|--------------------------|----------------------|---------------------|----------------------|---------------------|----------------------|---------------------|----------------------|---------------------|-------|
| 電磁波 | 波長 (nm) | 0.1 | 1 | 10 | 100 | | | | | |
| | 振動数 (sec ⁻¹) | 3x10 ¹⁸ | 3x10 ¹⁷ | 3x10 ¹⁶ | 3x10 ¹⁵ | | | | | |
| 中性子 | エネルギー (eV) | 12400 | 1240 | 124 | 12.4 | 1.24 | 0.124 | 0.0124 | 0.00124 | |
| | 速度 (m/sec) | 1.55x10 ⁶ | 4.9x10 ⁵ | 1.55x10 ⁵ | 4.9x10 ⁴ | 1.55x10 ⁴ | 4.9x10 ³ | 1.55x10 ³ | 4.9x10 ² | |
| | 波長 (nm) | 0.00025 | 0.0008 | 0.0025 | 0.008 | 0.025 | 0.081 | 0.25 | 0.807 | |
| | | 0.001 nm | | 0.01 nm | | 0.1 nm | | 1.0 nm | | |
| | | | | エピ ^o サーマル | | 熱中性子 | | 冷中性子 | | |

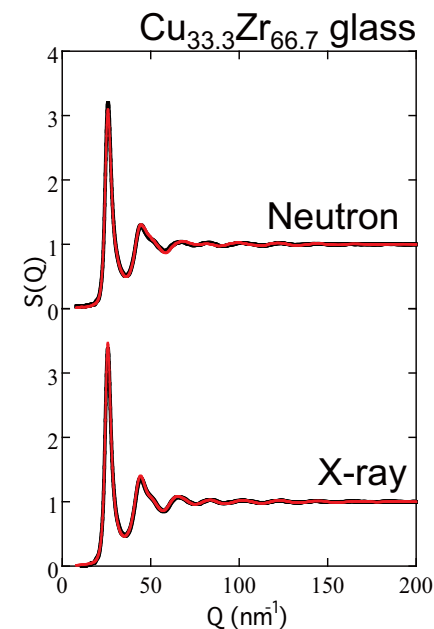
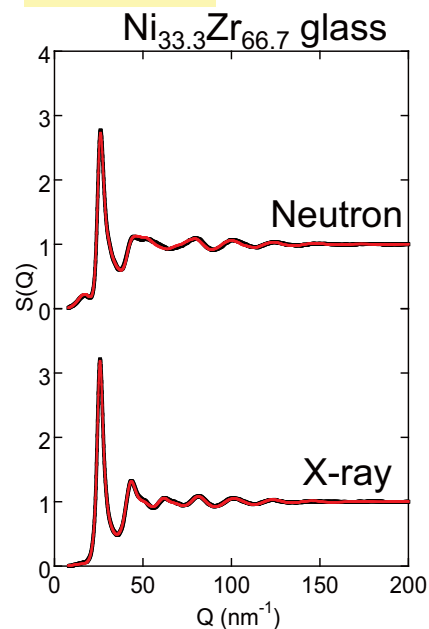



金属ガラスの構造と安定化

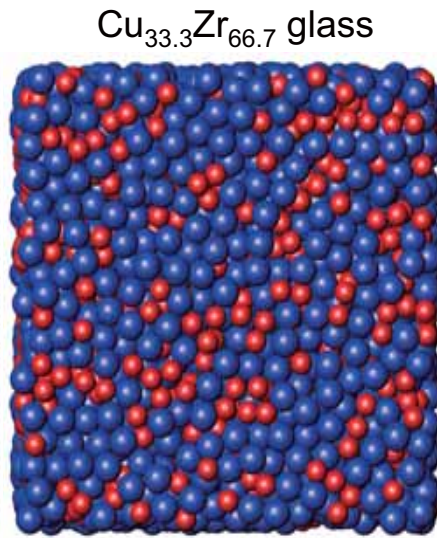
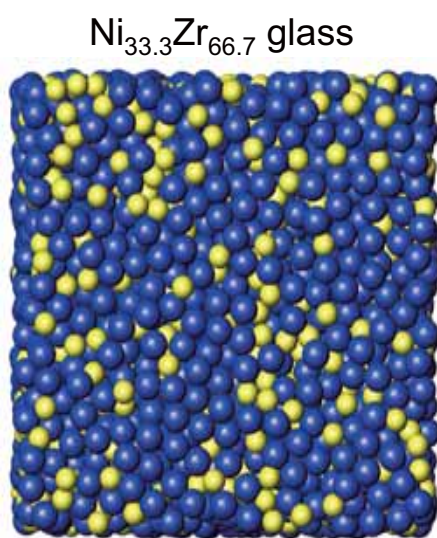
類似のガラスにも構造の違いがあるのか？



RMC fit



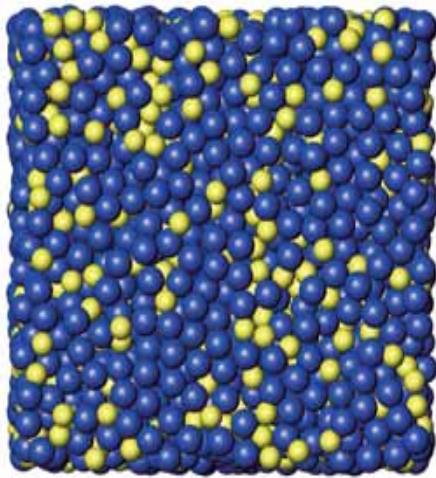
中性子ならびに
X線回折データ
を使ってRMCモ
デリング



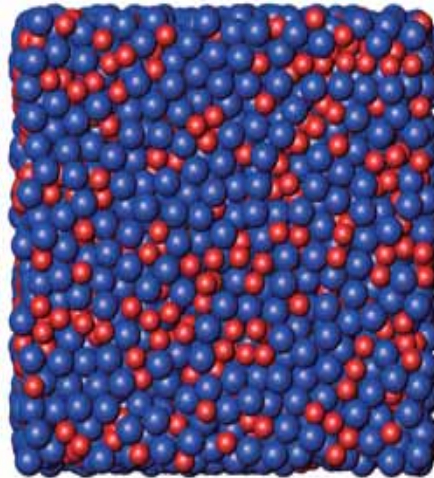
構造はどのような
多面体で構成され
ているのか？

Voronoi多面体解析とは？

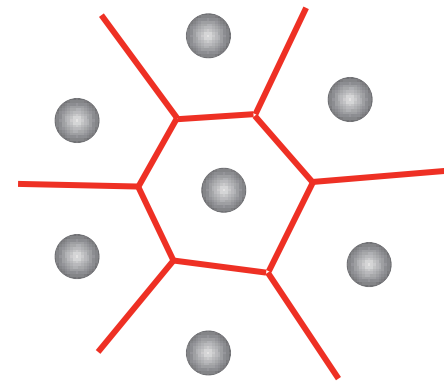
Ni_{33.3}Zr_{66.7} glass



Cu_{33.3}Zr_{66.7} glass



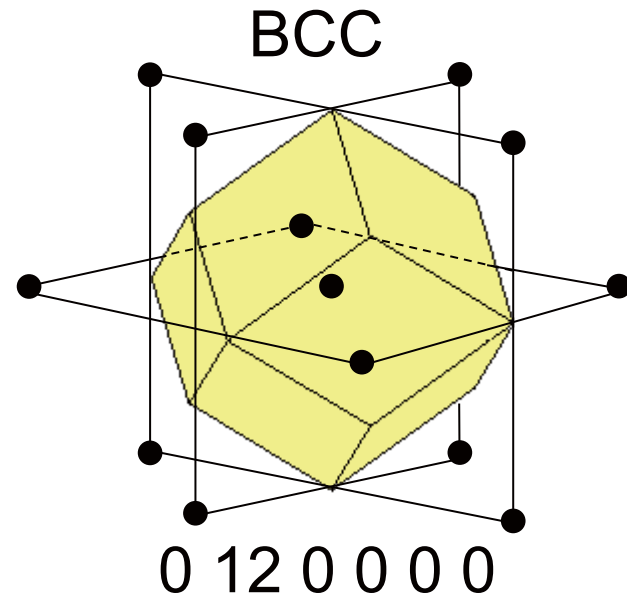
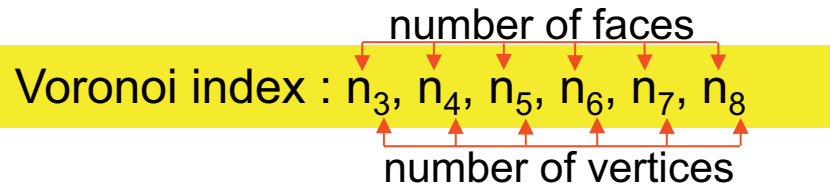
2次元Voronoi解析



垂直2等分線
多角形

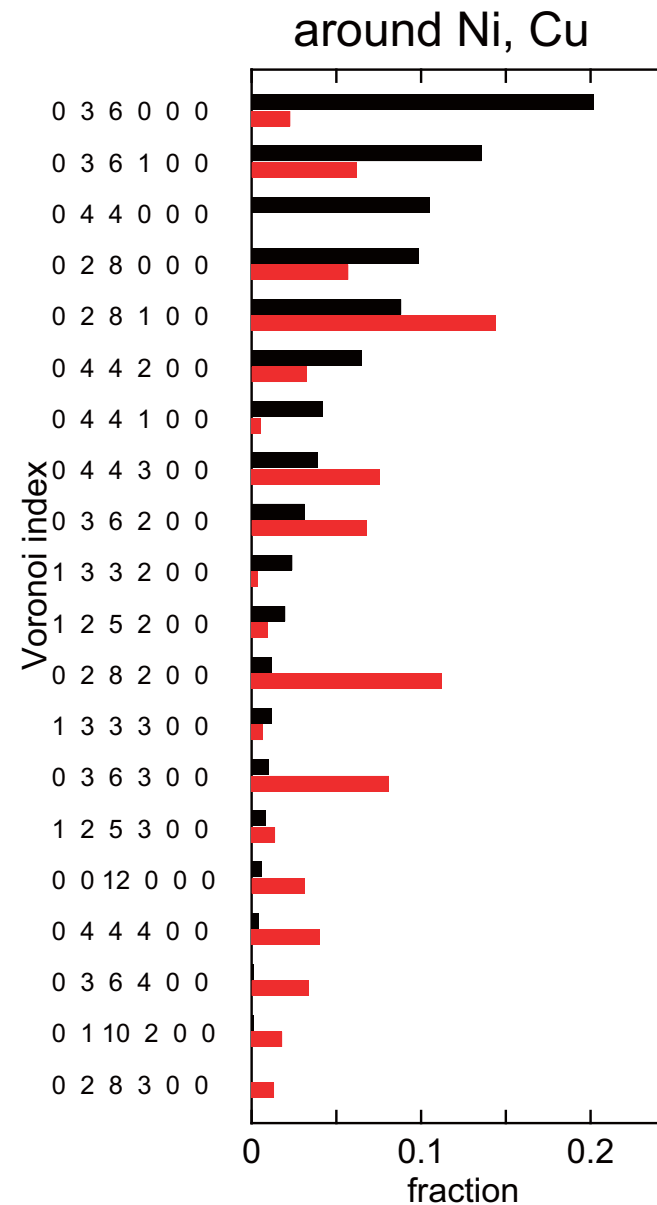
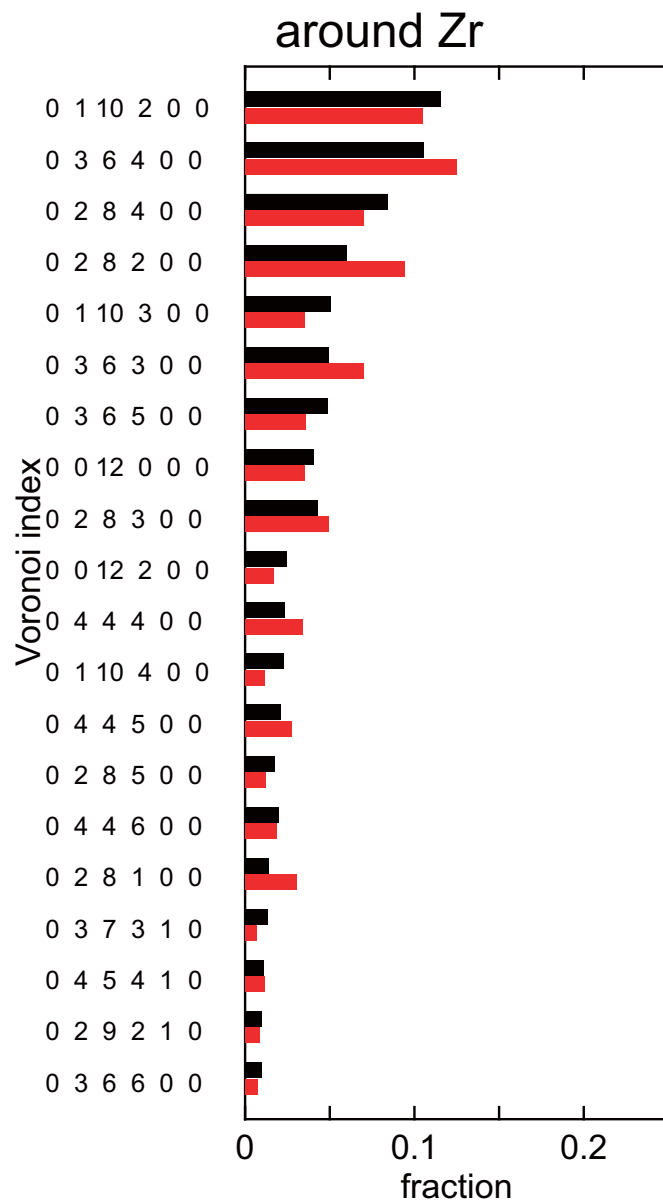
3次元Voronoi解析

垂直2等分面
多面体

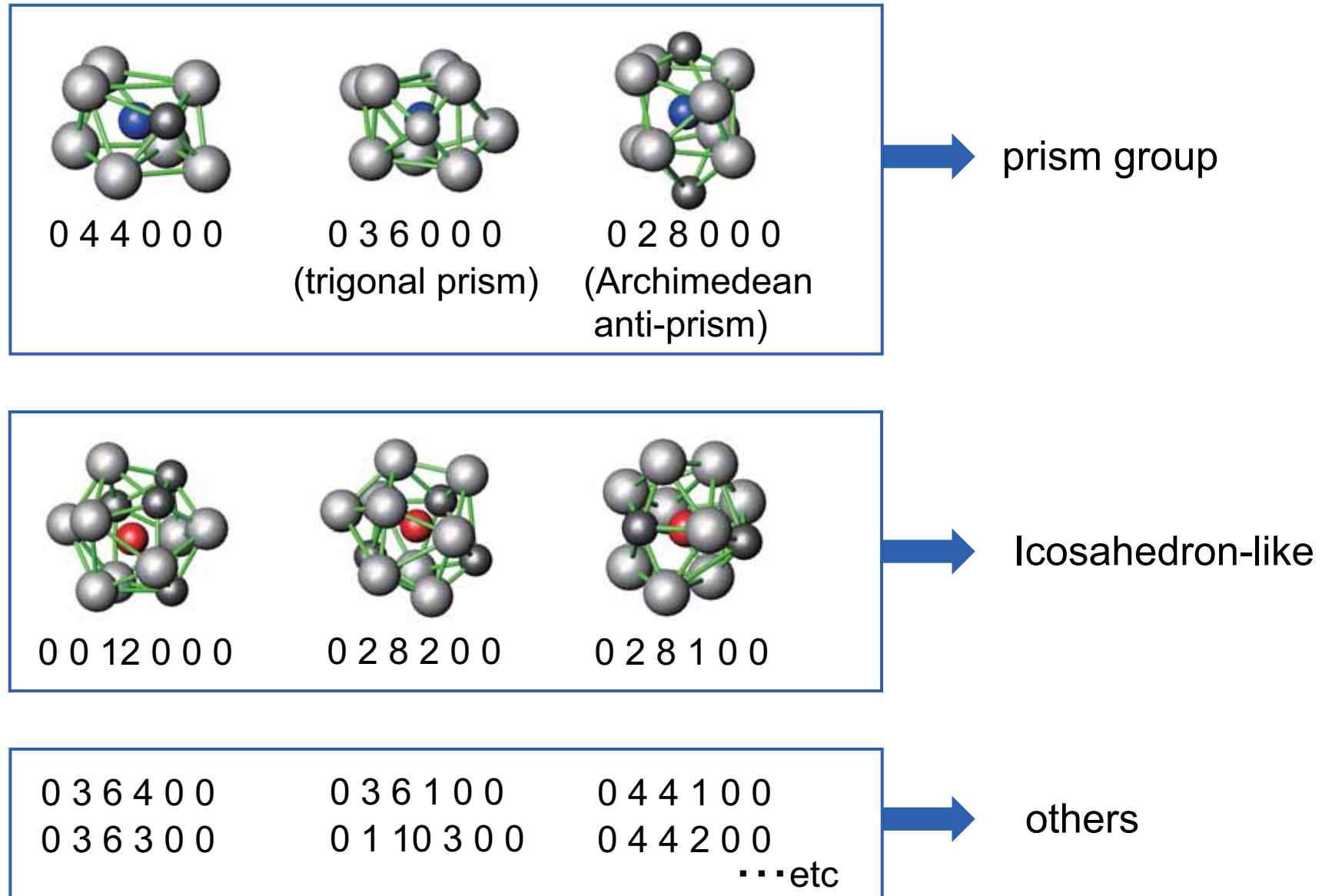


ボロノイ多面体解析

█ Ni_{33.3}Zr_{66.7} glass
█ Cu_{33.3}Zr_{66.7} glass

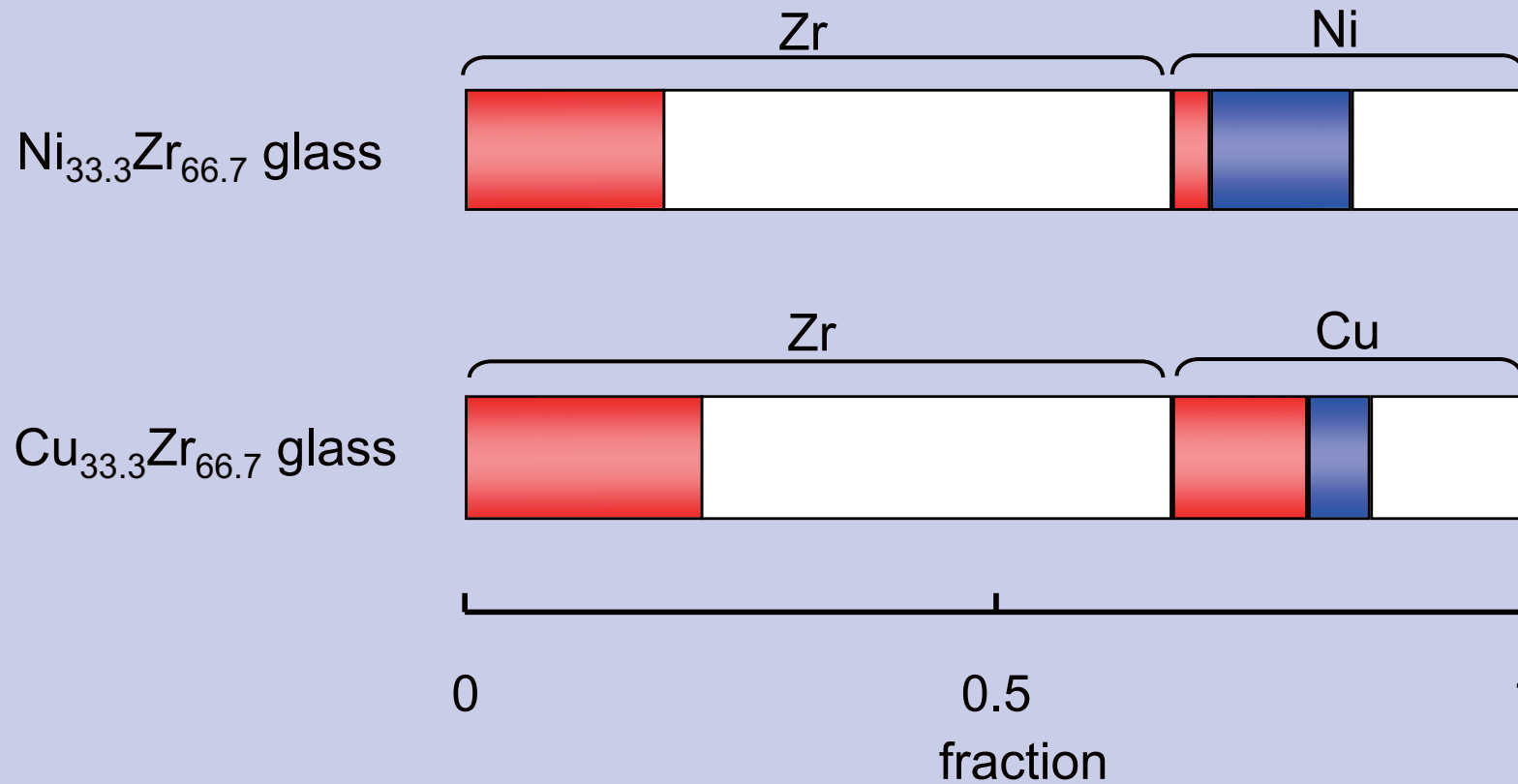


ボロノイ多面体の分類

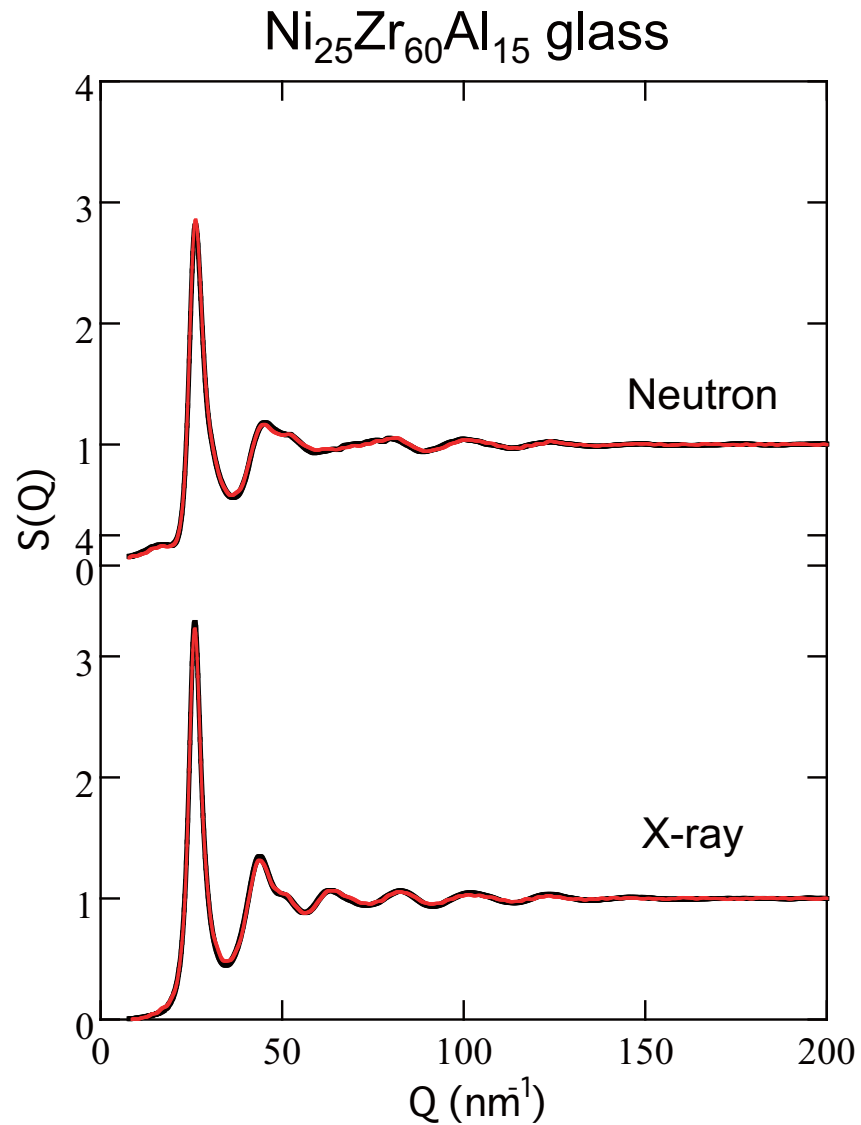


ボロノイ多面体から見た構造の違い

- icosahedron-like
- prism group
- others



ガラスの安定化？

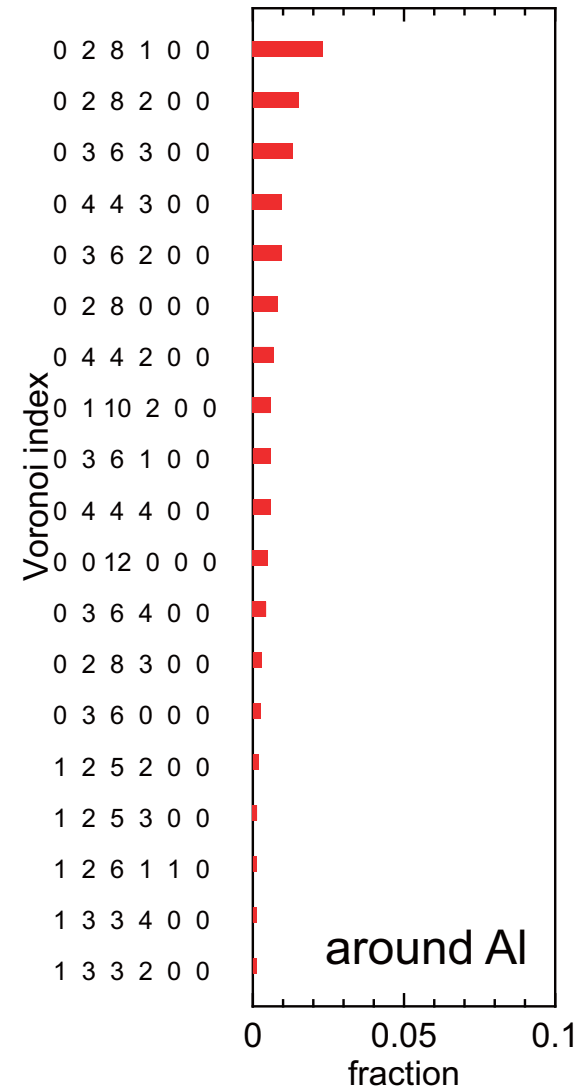
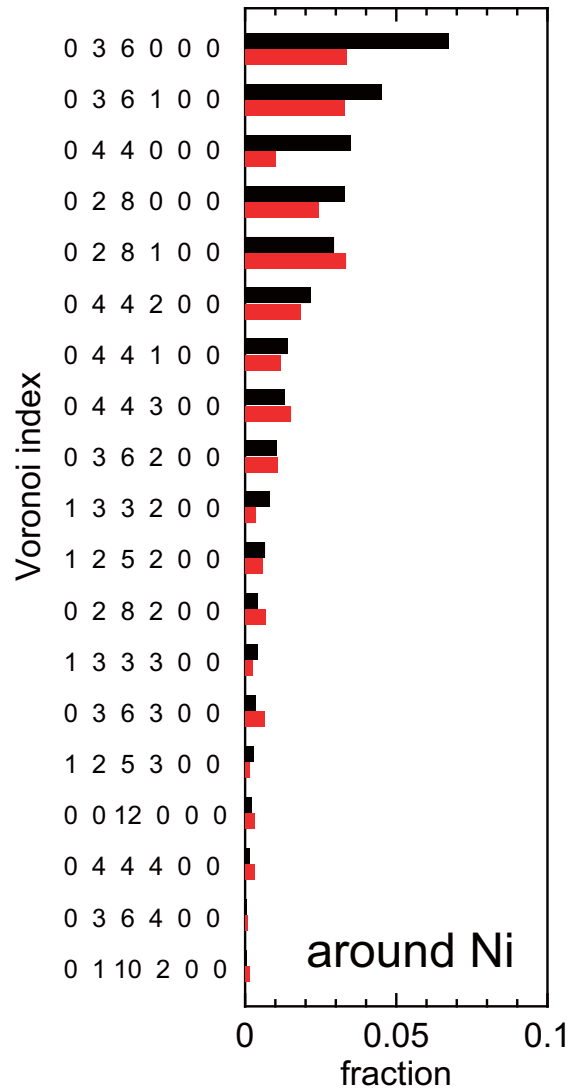
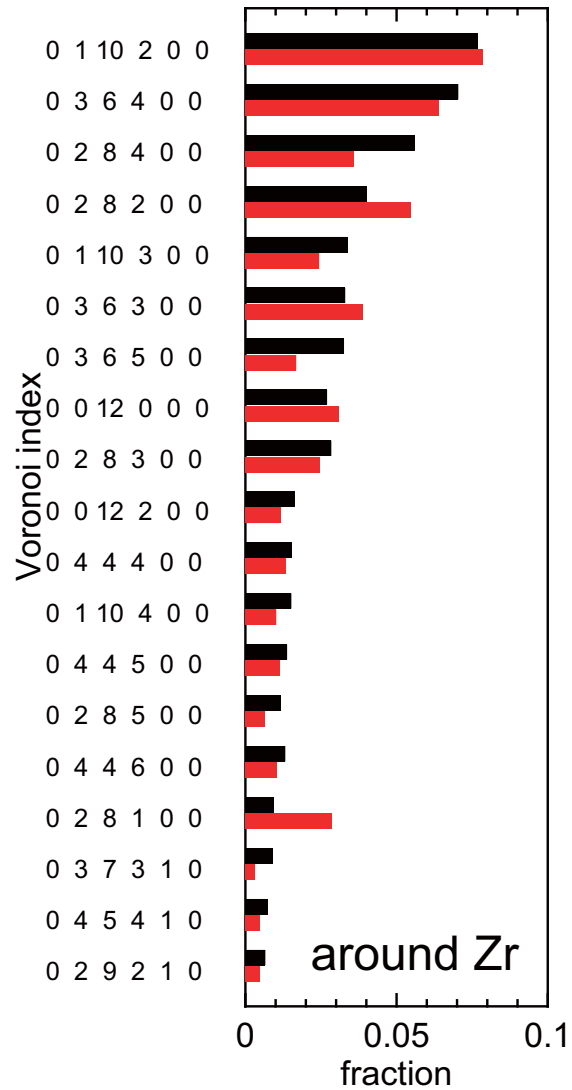


NiZrにAlを添加すると
金属ガラスが安定する

何故??

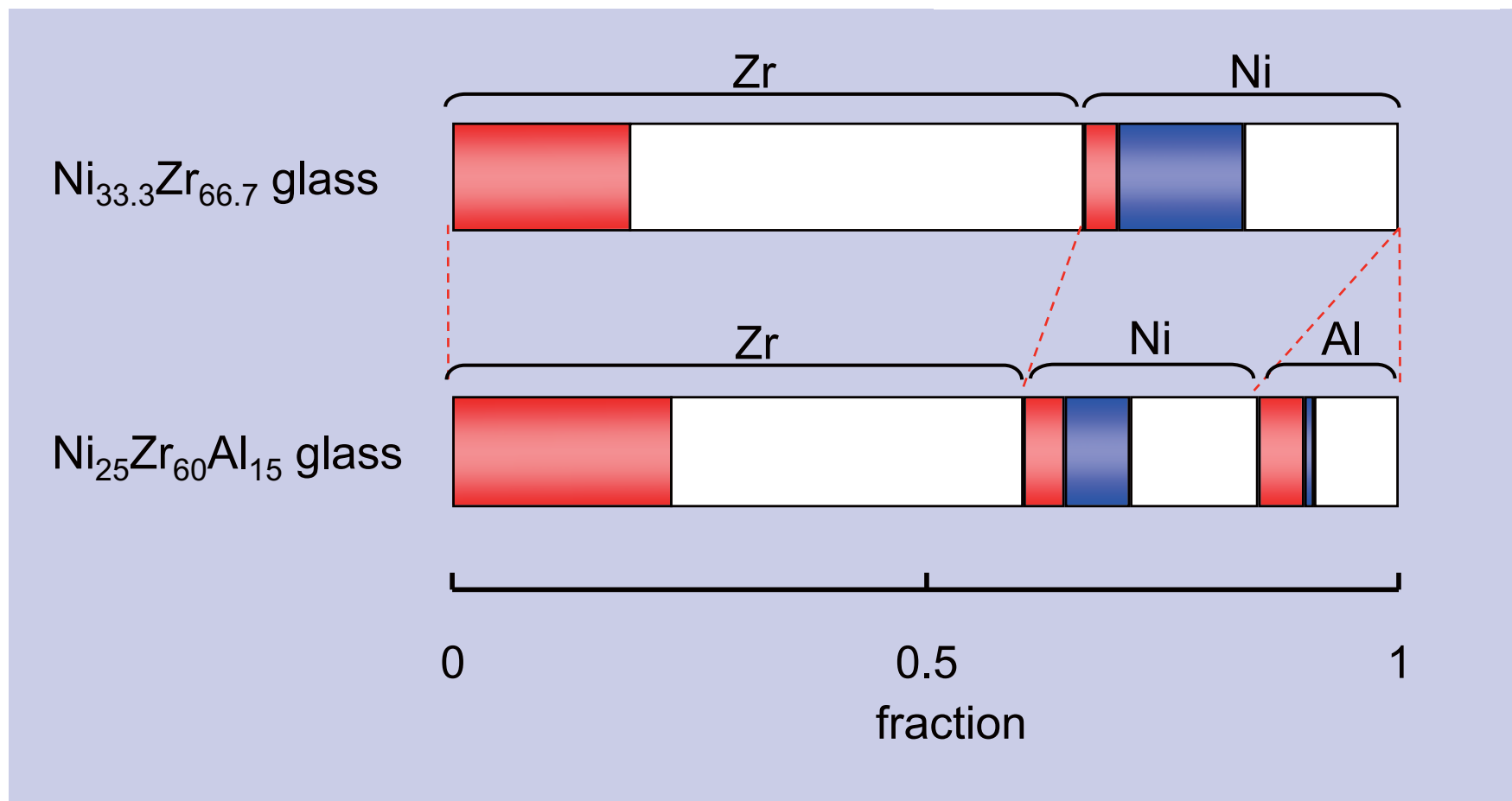
ボロノイ多面体からみた安定化

— $\text{Ni}_{33.3}\text{Zr}_{66.7}$ glass
— $\text{Ni}_{25}\text{Zr}_{60}\text{Al}_{15}$ glass



ボロノイ多面体解析

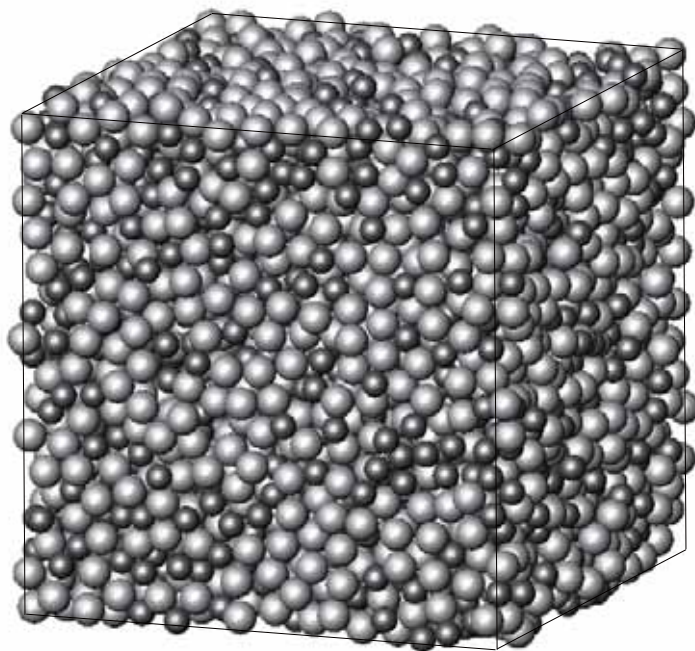
- icosahedron-like
- prism group
- others



安定化とは20面体の数の増加

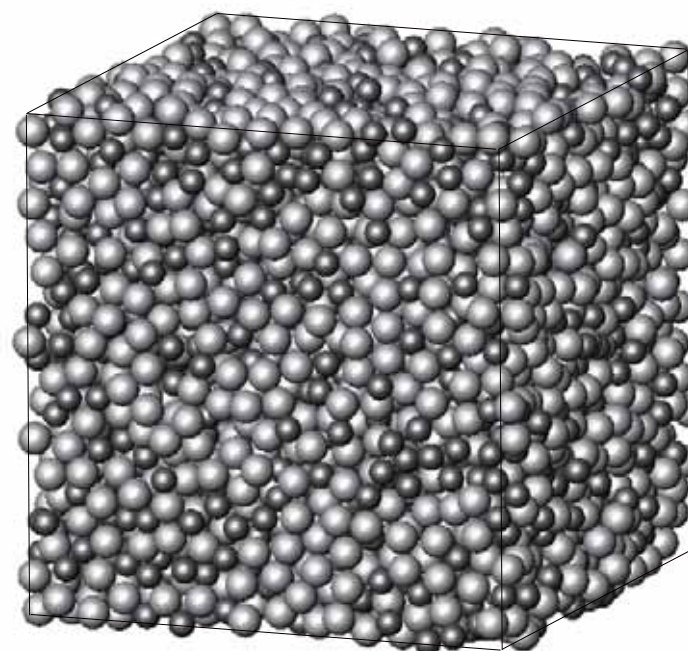
$\text{Ni}_{33.3}\text{Zr}_{66.7}$ glass

around Ni

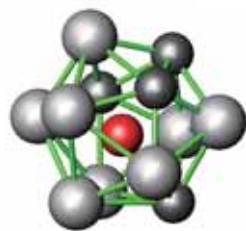


$\text{Ni}_{25}\text{Zr}_{60}\text{Al}_{15}$ glass

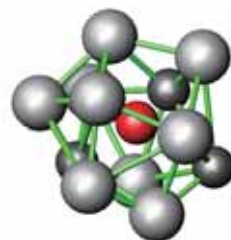
around Ni, Al



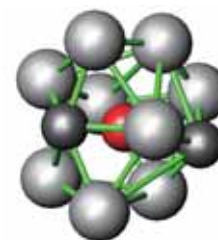
Icosahedron-like



0012000



028200

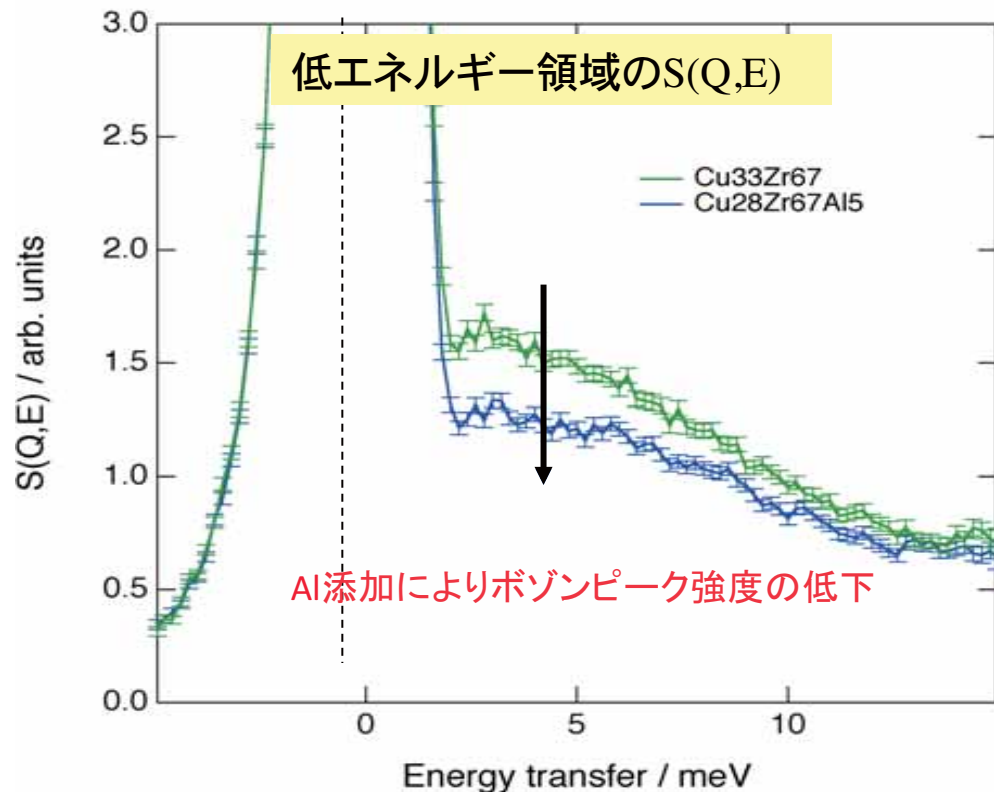


028100

Cu₃₃Zr₆₇ガラスにAlを添加したCu₂₈Zr₆₇Al₁₅ガラスの安定化

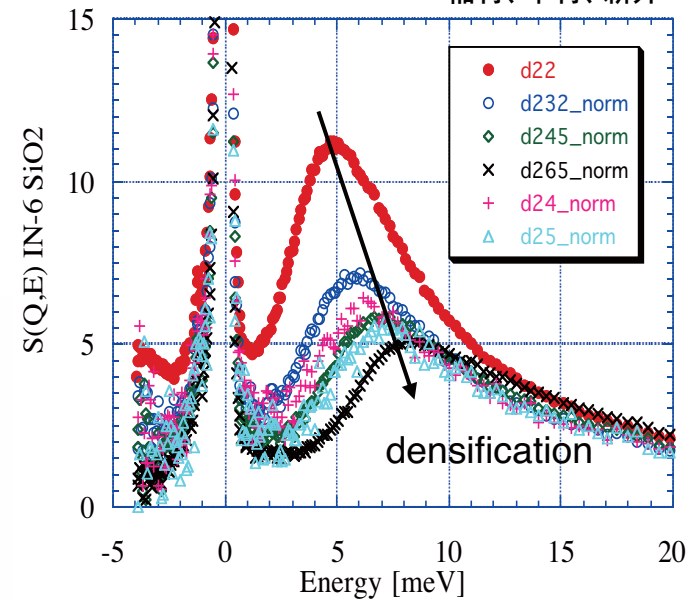
Dynamics of Cu₃₃Zr₆₇ and Cu₂₈Zr₆₇Al₁₅ metallic glasses (neutron inelastic scattering)

1. 構造の多面体解析: Al添加により20面体的多面体増加
2. ダイナミクス: 低エネルギー励起(ボゾンピーク)の減少



シリカガラスにおける低エネルギー励起

稲村、中村、新井



【実験事実】

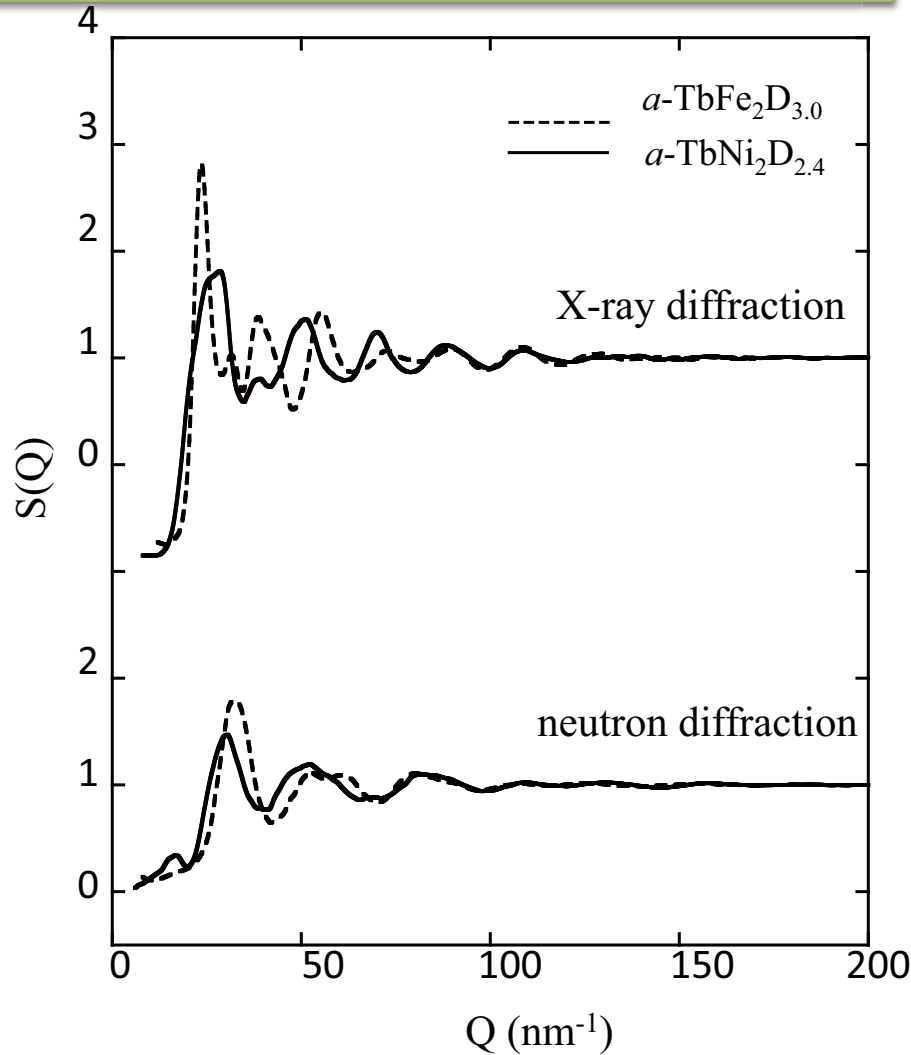
シリカガラスに圧力をかけて密度を上げる (free volumeを減少させる) とボゾンピークの強度が低下する

Cu₃₃Zr₆₇ガラスにAlを添加したとき、ボゾンピークの強度が低下することは系のfree volumeが減少したことを示す。

水素貯蔵材料の構造研究

Structure Factor $S(Q)$

中性子回折の特徴とX線回折の特徴を利用



$$S(Q) = w_{i-j} \sum S_{i-j}(Q)$$

$$\text{RDF}(r) = w_{i-j} \sum \text{RDF}_{i-j}(r)$$

$$w_{i-j} = \frac{c_i c_j b_i b_j}{\langle b \rangle^2}$$

$$\langle b \rangle^2 = \left(\sum c_i b_i \right)^2, \quad \langle b^2 \rangle = \sum c_i b_i^2$$

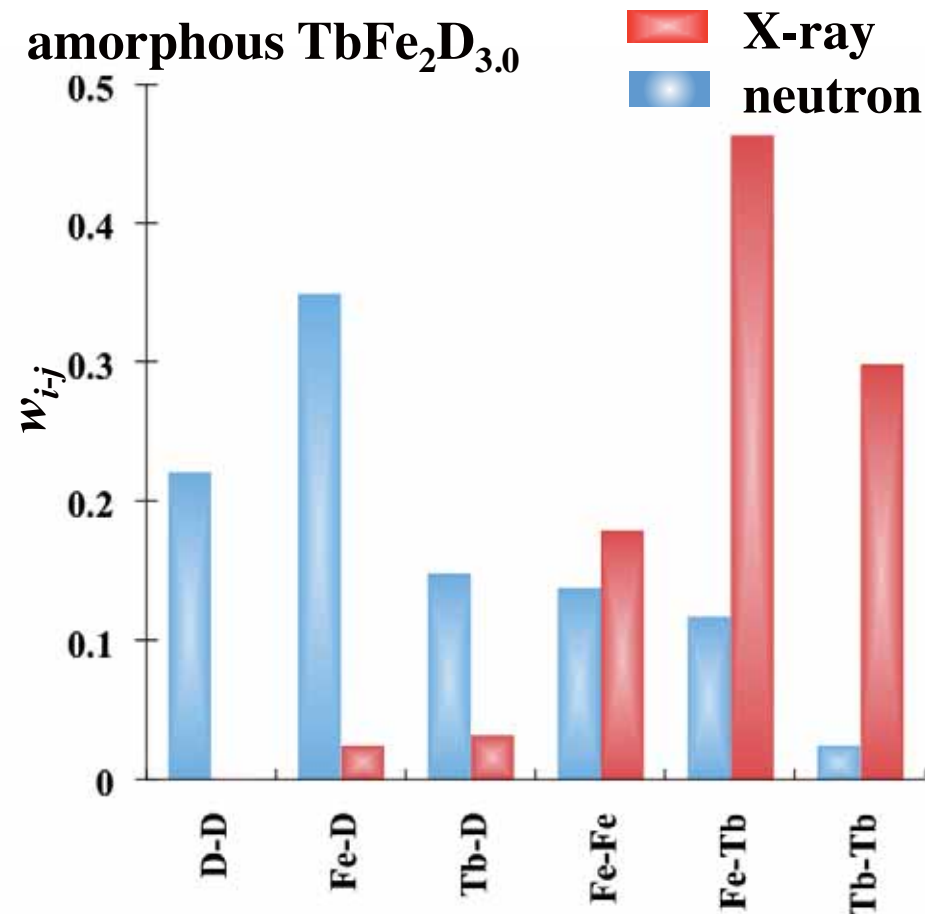
X線

$$f_{\text{Tb}}=65, f_{\text{Fe}}=26, f_{\text{H}}=1$$

中性子

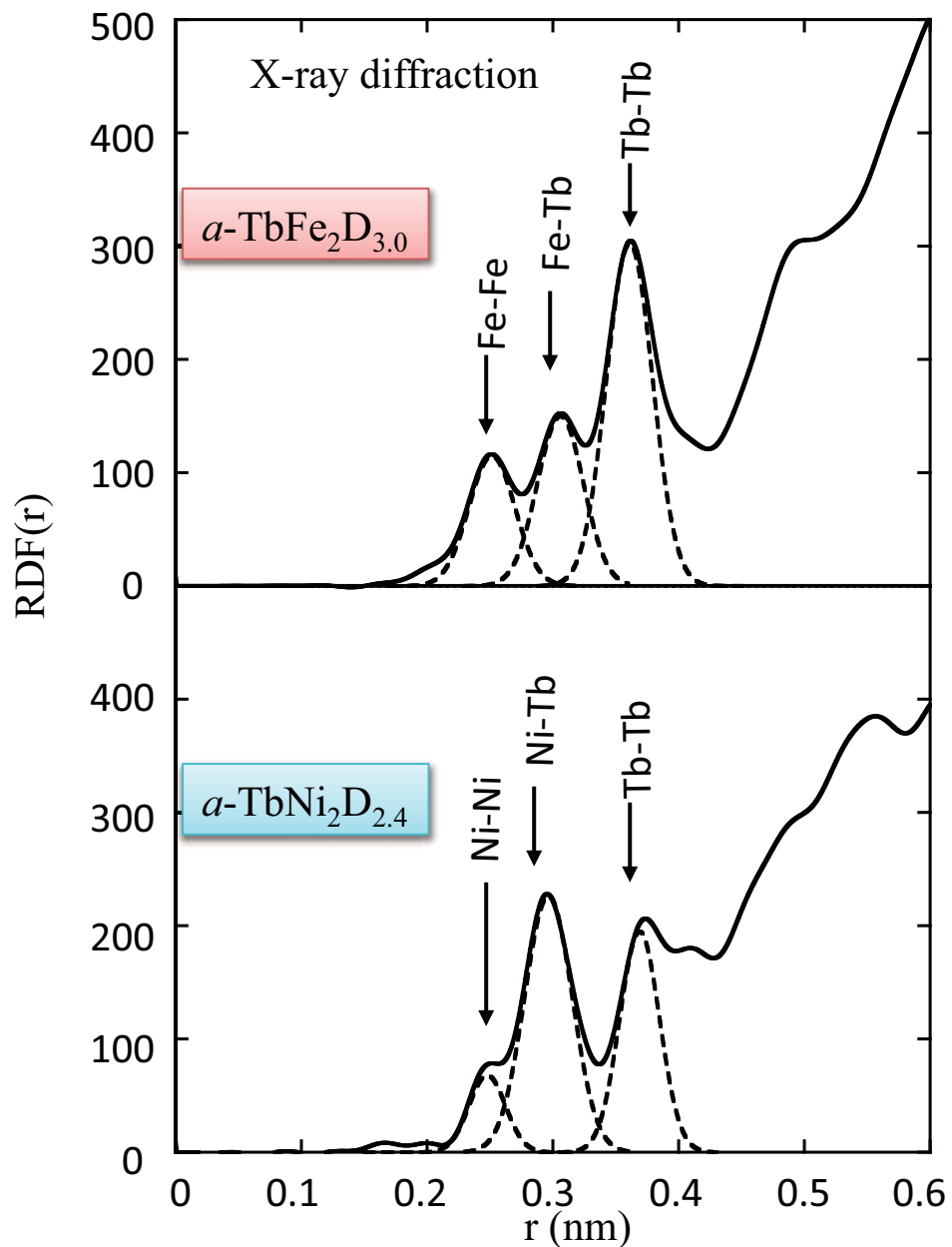
$$b_{\text{Tb}}=7.38, b_{\text{Fe}}=9.45, b_{\text{D}}=6.67 \times 10^{-14} \text{ m}$$

amorphous $\text{TbFe}_2\text{D}_{3.0}$

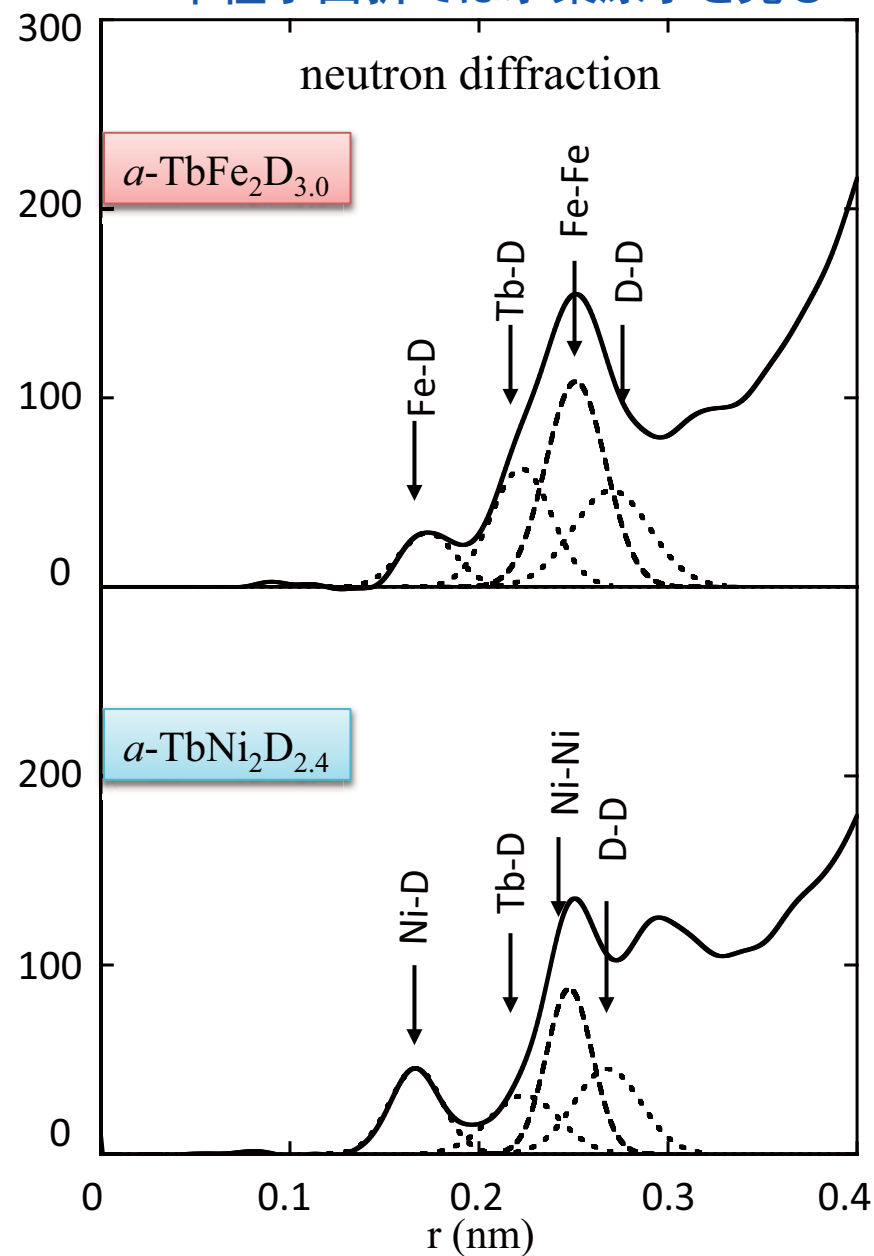


Radial Distribution Function RDF(r)

X線回折では金属原子を見る



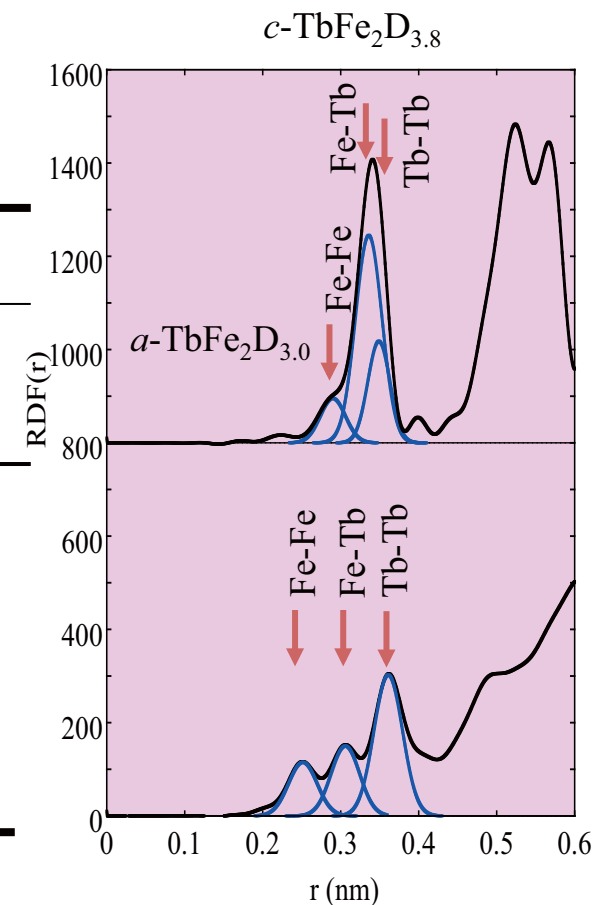
中性子回折では水素原子を見る



Coordination number and RDF(r) (X)

Nearest neighbor coordination number and interatomic distances for crystalline and amorphous TbFe_2D_x by X-ray diffraction

| | Fe-Fe | | Fe-Tb | | Tb-Tb | |
|---------------------------------|-------------------------------|---------------|-------------------------------|---------------|-------------------------------|---------------|
| | $N_{\text{Fe-Fe}}$ (atoms) | r_1 (nm) | $N_{\text{Fe-Tb}}$ (atoms) | r_1 (nm) | $N_{\text{Tb-Tb}}$ (atoms) | r_1 (nm) |
| TbFe_2 | 6 | 0.2597 | 6 | 0.3045 | 4 | 0.3181 |
| $c\text{-TbFe}_2\text{D}_{3.8}$ | 6.07 | 0.290 | 5.98 | 0.336 | 3.92 | 0.349 |
| $a\text{-TbFe}_2\text{D}_{3.0}$ | 8.61 | 0.251 | 2.44 | 0.305 | 8.00 | 0.362 |
| $a\text{-TbFe}_2\text{D}_{3.0}$ | 8.41 | 0.248 | 2.38 | 0.300 | 7.62 | 0.357 |



Coordination number and RDF(r) (N)

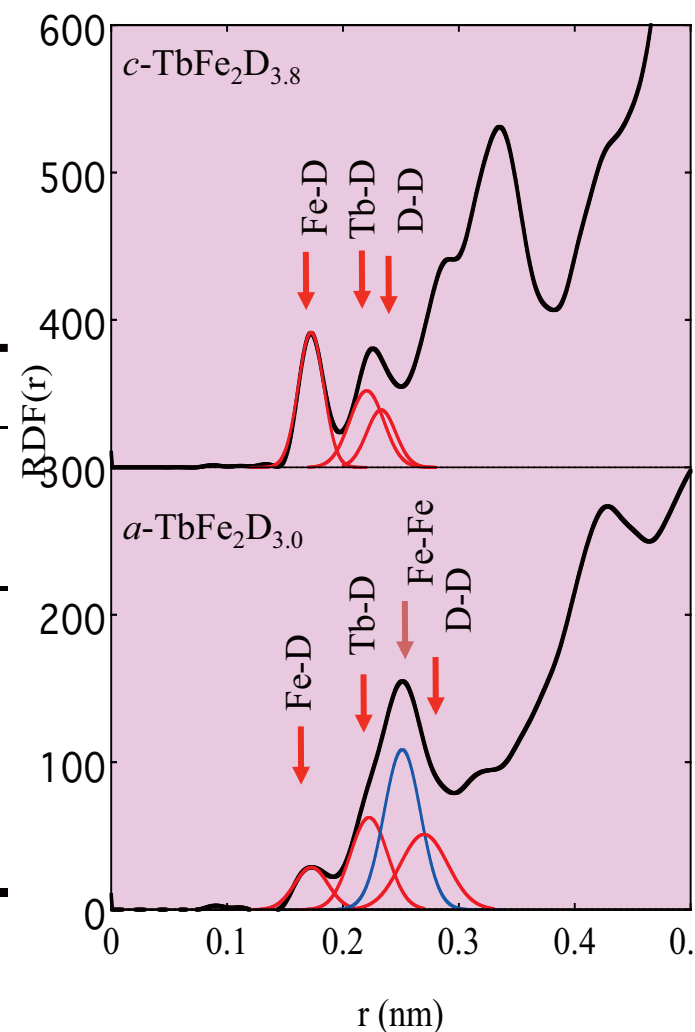
Nearest neighbor coordination number and interatomic distances of crystalline and amorphous TbFe_2D_x by neutron diffraction

| | D-Fe | | D-Tb | | $N_{\text{D-Fe}} + N_{\text{D-Tb}}$ (atoms) |
|----------------------------------|------------------------------|---------------|------------------------------|---------------|--|
| | $N_{\text{D-Fe}}$ (atoms) | r_1 (nm) | $N_{\text{D-Tb}}$ (atoms) | r_1 (nm) | |
| c- $\text{TbFe}_2\text{D}_{3.8}$ | 2.05 | 0.172 | 2.01 | 0.221 | 4.06 |
| a- $\text{TbFe}_2\text{D}_{3.0}$ | 0.98 | 0.173 | 3.03 | 0.223 | 4.01 |
| a- $\text{TbFe}_2\text{D}_{2.0}$ | 0.62 | 0.172 | 3.33 | 0.223 | 3.95 |

Occupation site

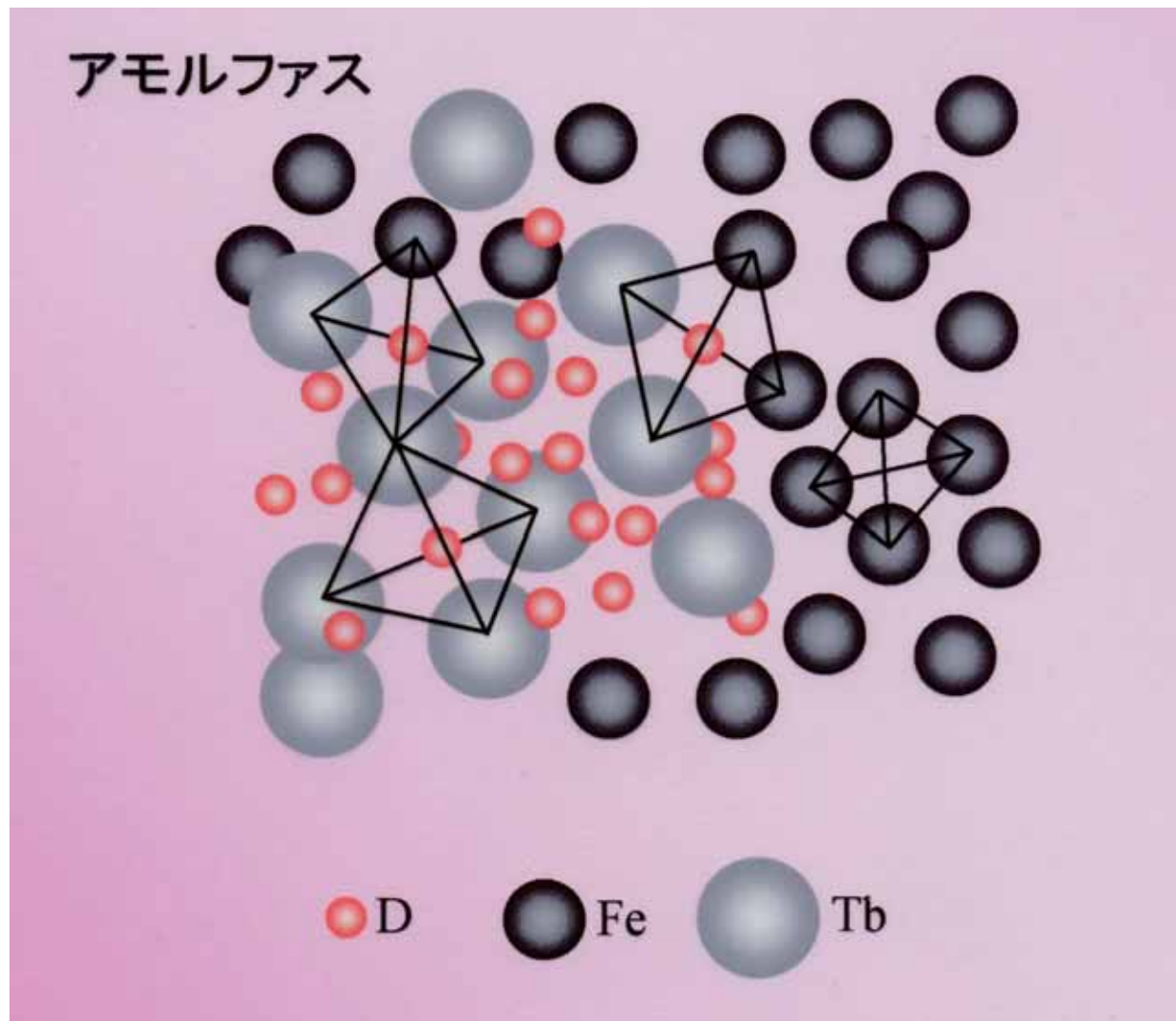
crystal : 2Tb+2Fe

amorphous : 4Tb, 3Tb+1Fe, 2Tb+2Fe

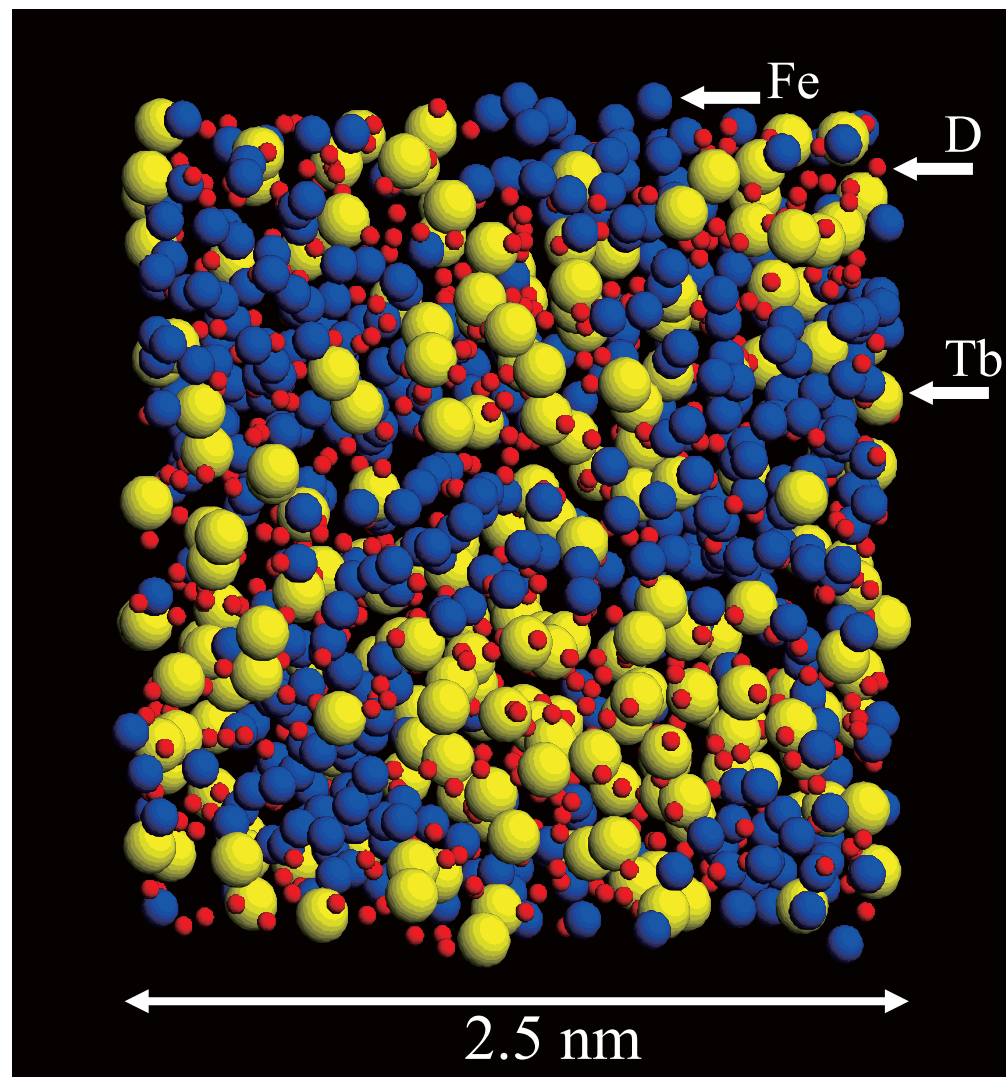
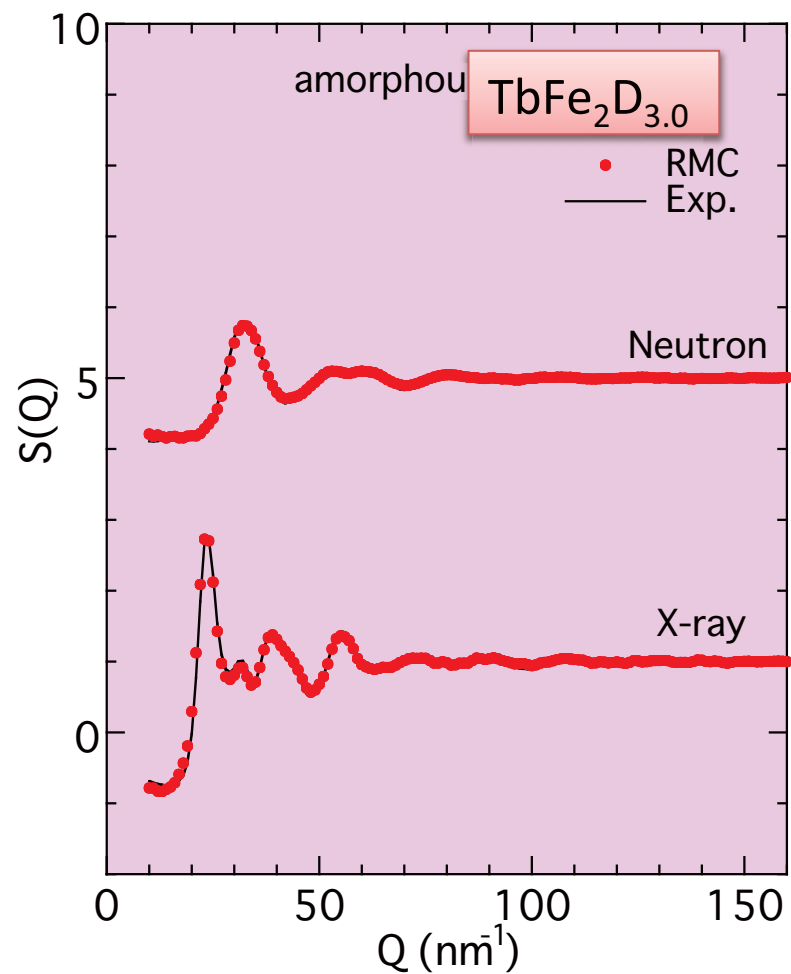


Three-dimensional structure

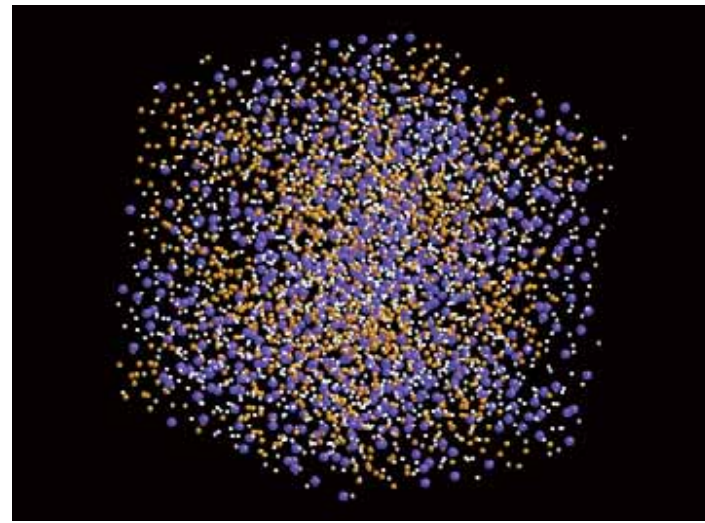
From the coordination numbers and atomic distances which are obtained experimentally by neutron and X-ray diffraction.



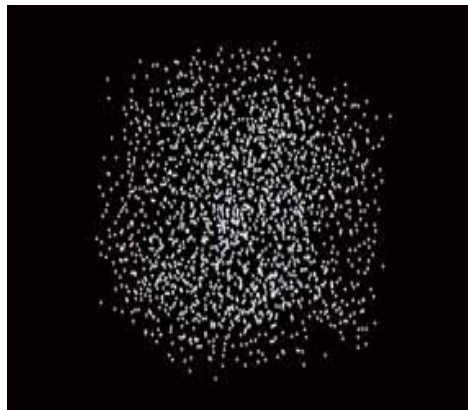
Structure of amorphous $\text{TbFe}_2\text{D}_{3.0}$ by Reverse Monte Carlo simulation



TbFe₂D_{3.0} アモルファス合金の各原子種の分布の視覚化



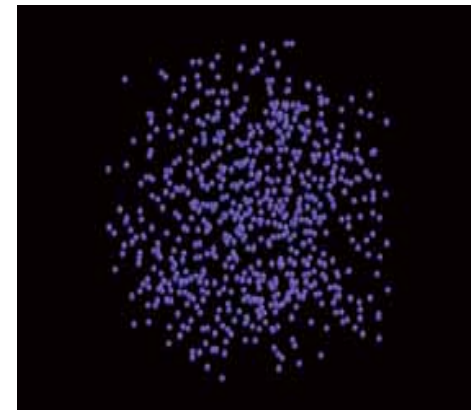
TbFe₂D_{3.0} アモルファス合金の原子分布



水素原子の分布

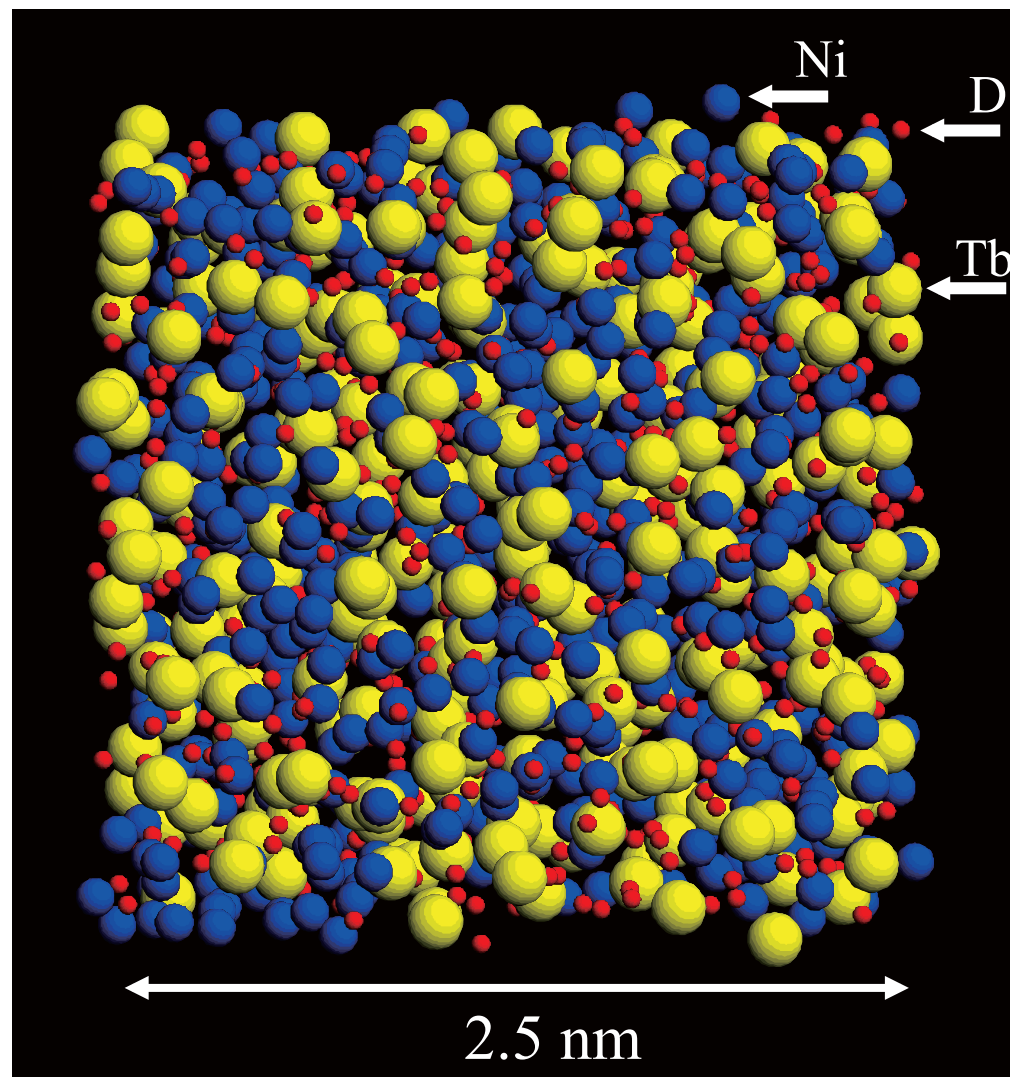
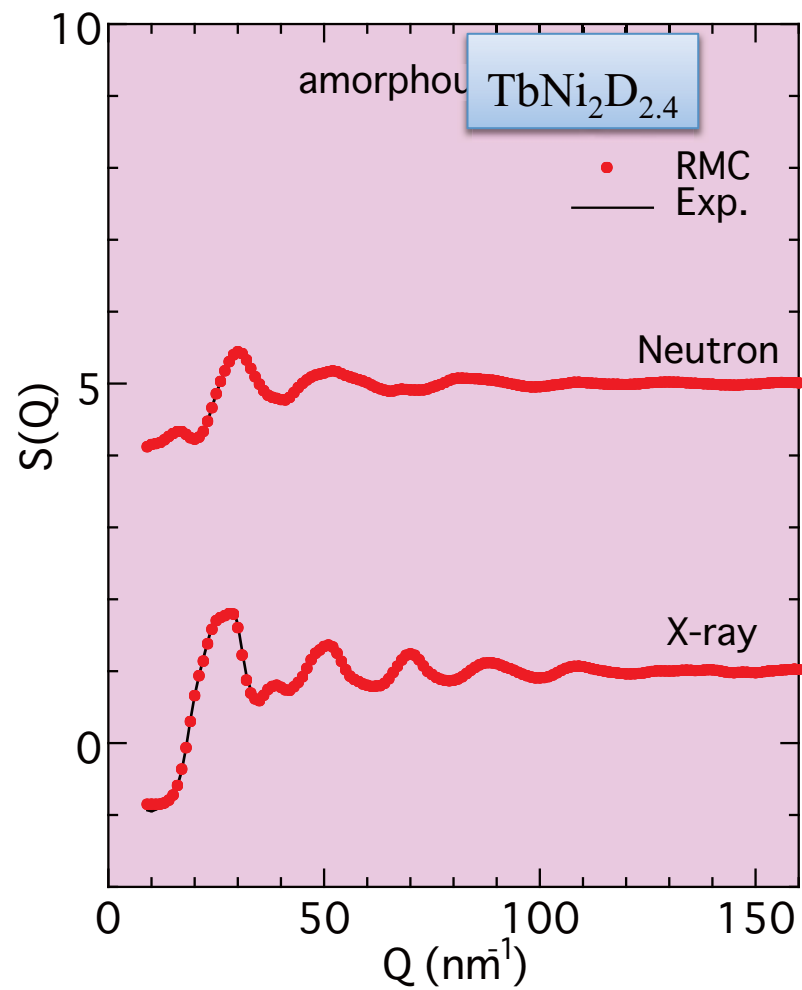


Tb原子の分布

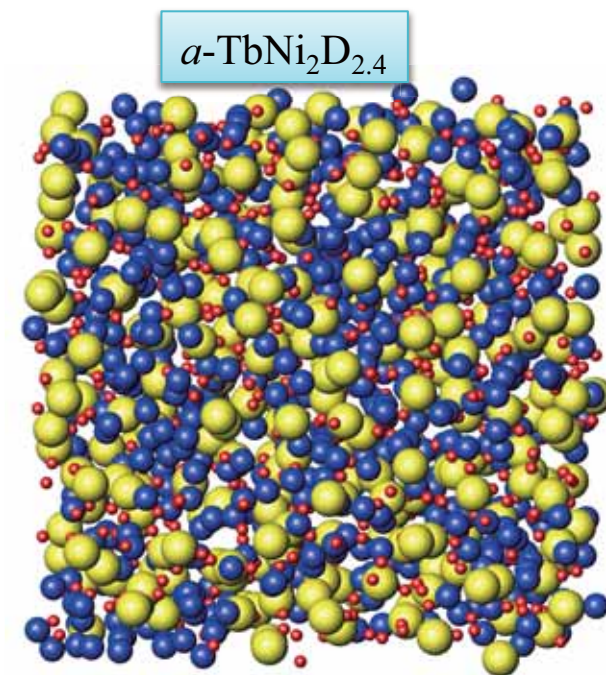
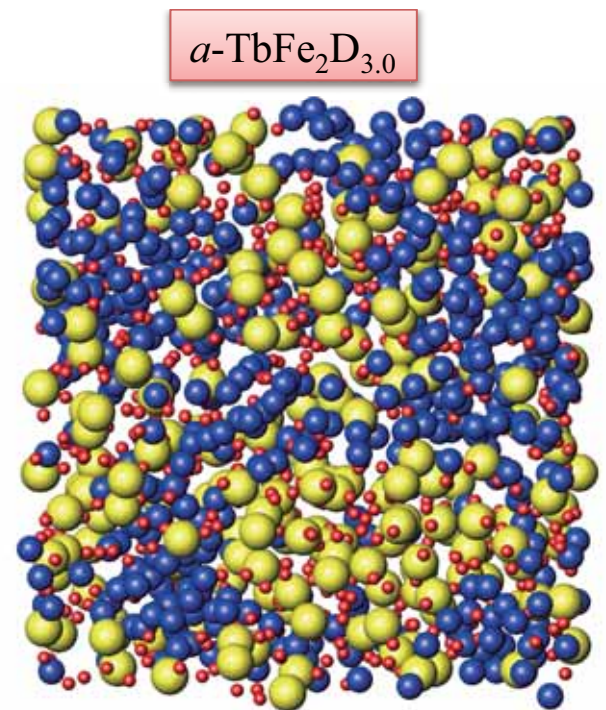
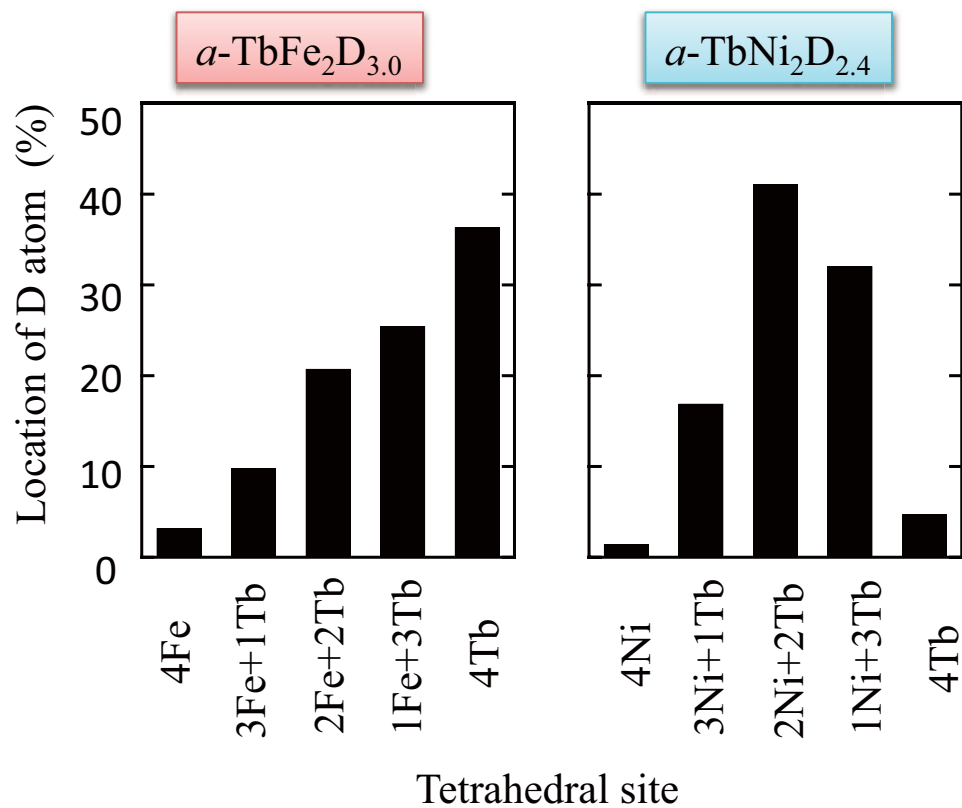


Fe原子の分布

Structure of amorphous $\text{TbNi}_2\text{D}_{2.4}$ by Reverse Monte Carlo simulation



水素原子の存在位置



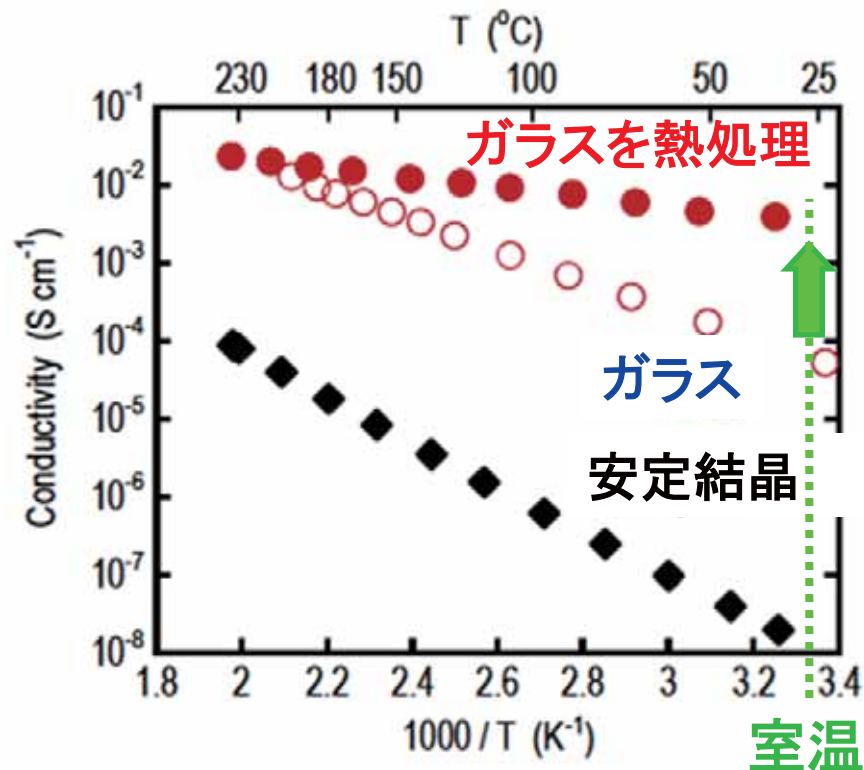
超イオン伝導材料について

$(\text{Li}_2\text{S})_x (\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの

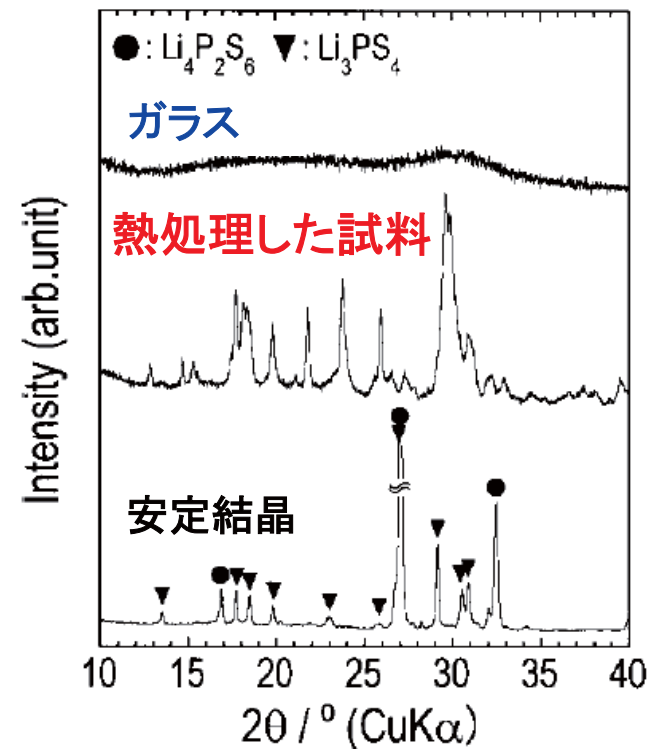
イオン伝導性と構造

Li₂S-P₂S₅系超イオン伝導材料の面白味

(Li₂S)₇₀(P₂S₅)₃₀試料の電気伝導度の温度依存性



X線回折パターン



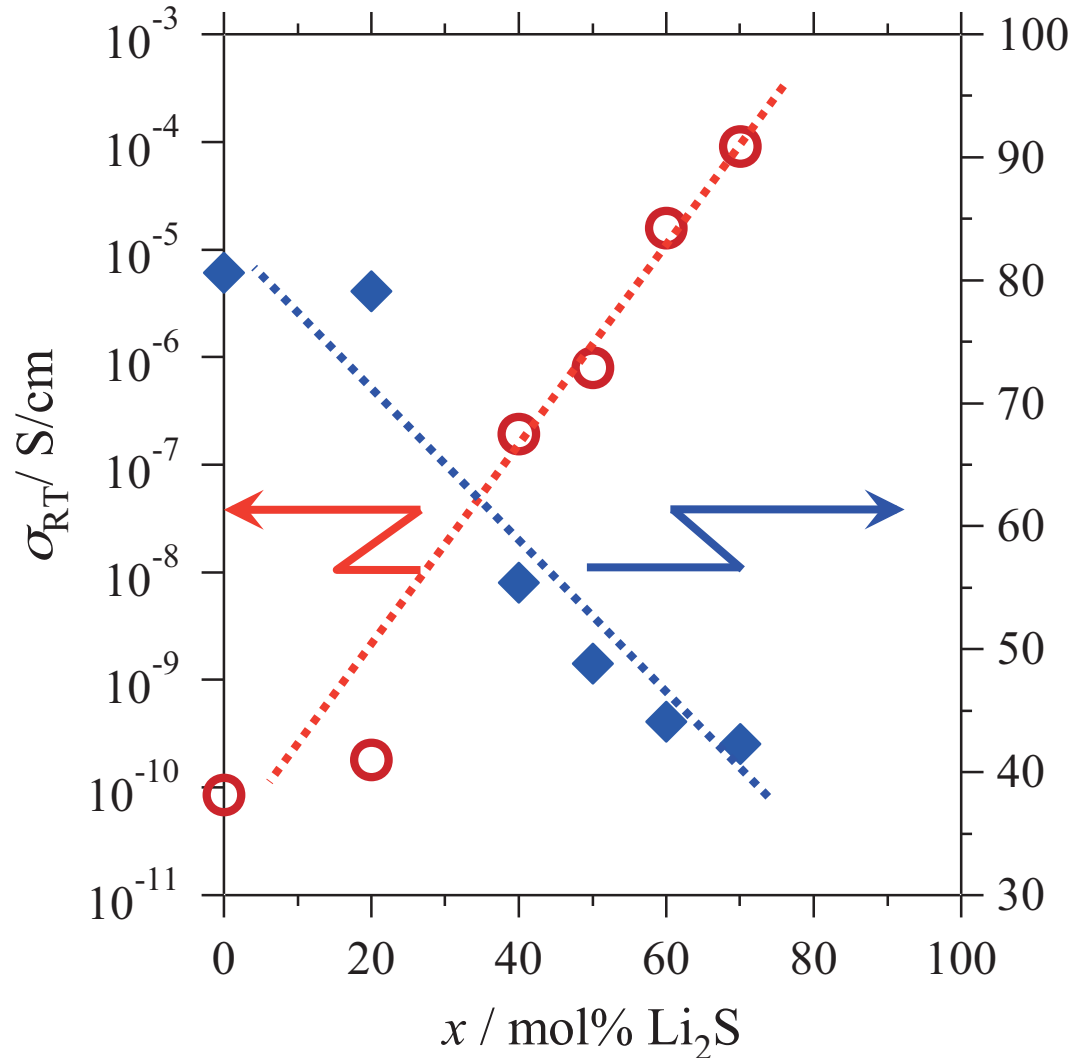
(Li₂S)₇₀(P₂S₅)₃₀ガラスを240°Cで2時間熱処理することによって、超イオン伝導性の“準安定な”結晶相が析出する。

[1] M. Tatsumisago *et al.*, *Solid State Ionics*, **154-155** (2002) 635-640.

[2] F. Mizuno *et al.*, *Advanced Materials*, **17** (2005) 918-921.

$(\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの電気伝導特性

$(\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの室温での電気伝導度 σ_{RT} および活性化エネルギー E_a



室温(27°C)における電気伝導度 σ_{RT} は指数関数的に上昇

活性化エネルギー E_a は急激に減少

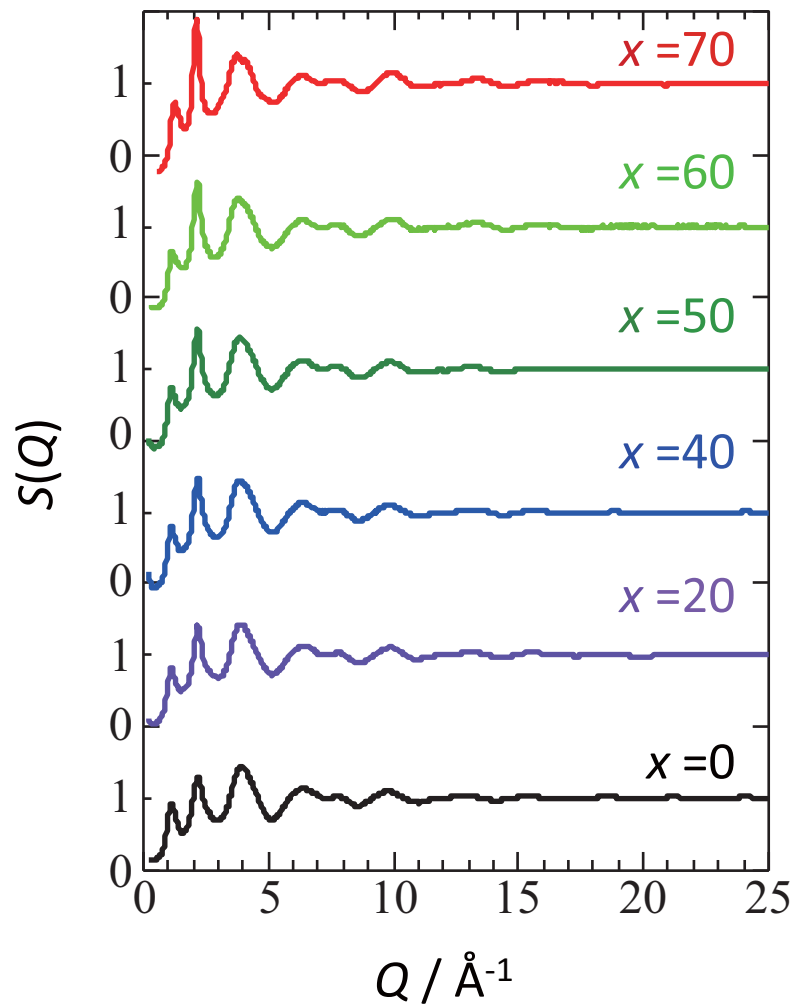
$(\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラスの電気伝導特性

σ_{RT} (S/cm) 9.09×10^{-5}

E_a (kJ/mol) 42.3

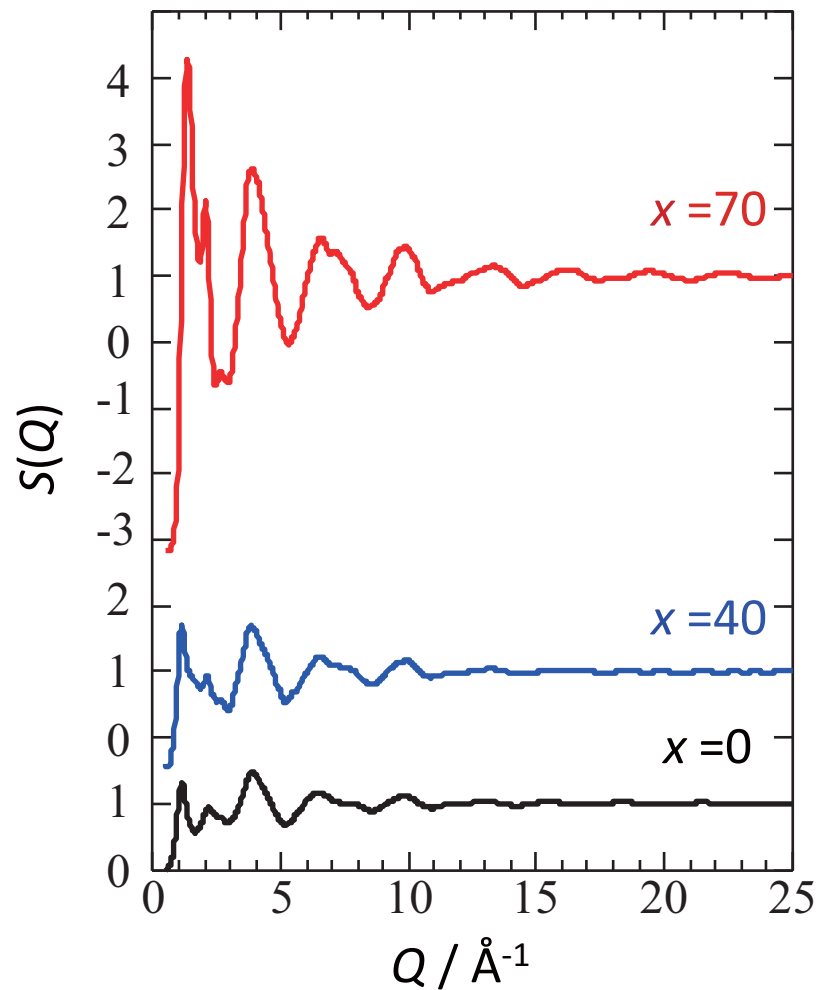
$({}^7\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの構造因子 $S(Q)$

放射光X線回折実験
によって得られた $S(Q)$



$$f_{\text{Li}}=3, f_{\text{S}}=16, f_{\text{P}}=15$$

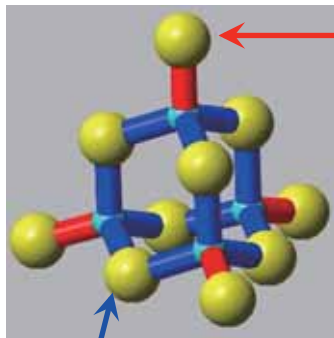
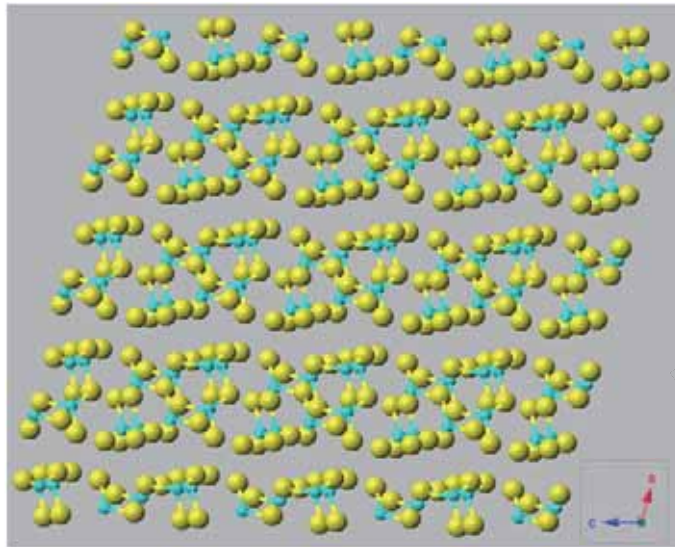
パルス中性子回折実験
によって得られた $S(Q)$



$$b_{7\text{Li}}=-2.22, b_{\text{S}}=2.804, b_{\text{P}}=5.13 \times 10^{-14} \text{ m}$$

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_x (\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの動径分布関数

P_2S_5 の結晶構造

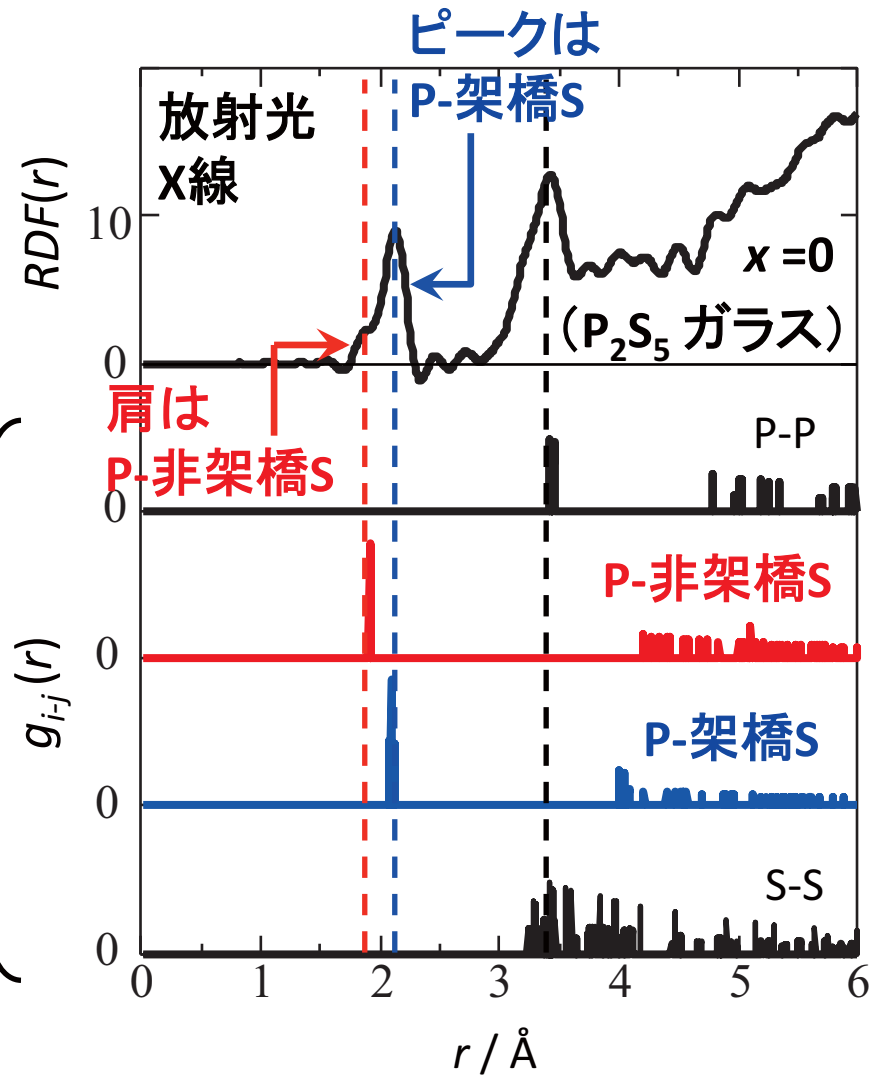


非架橋S

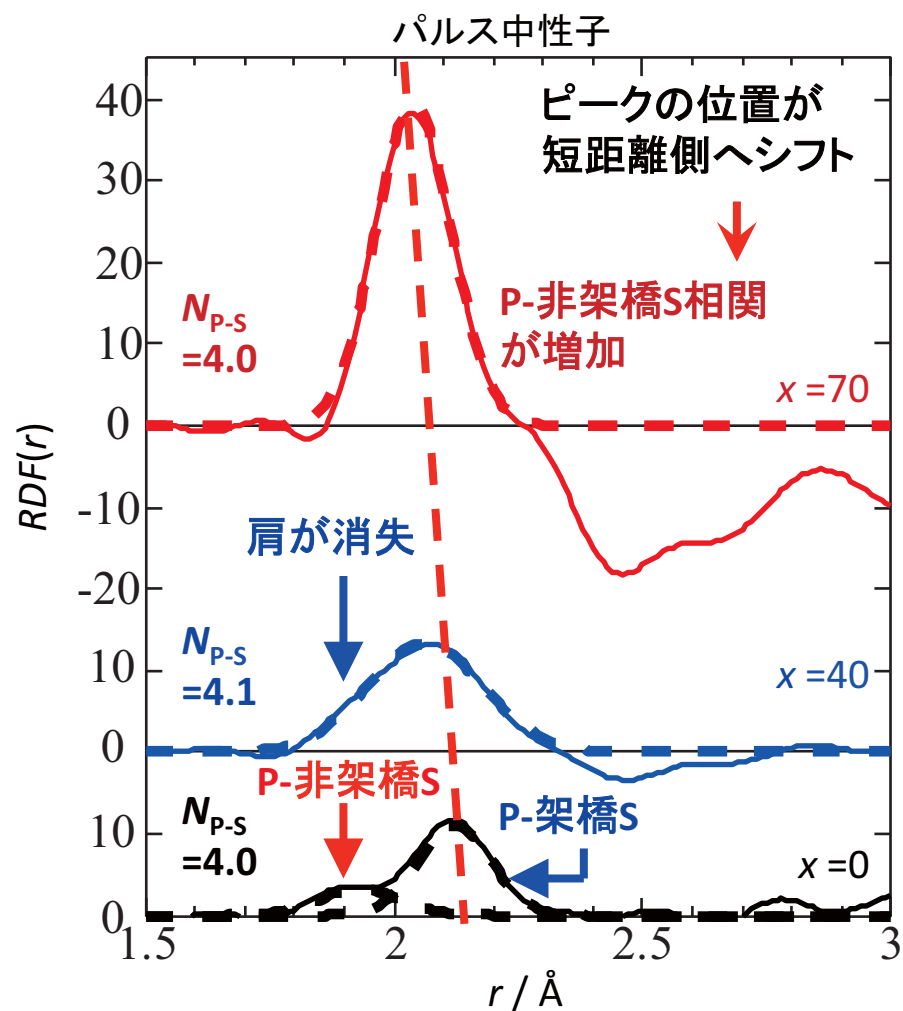
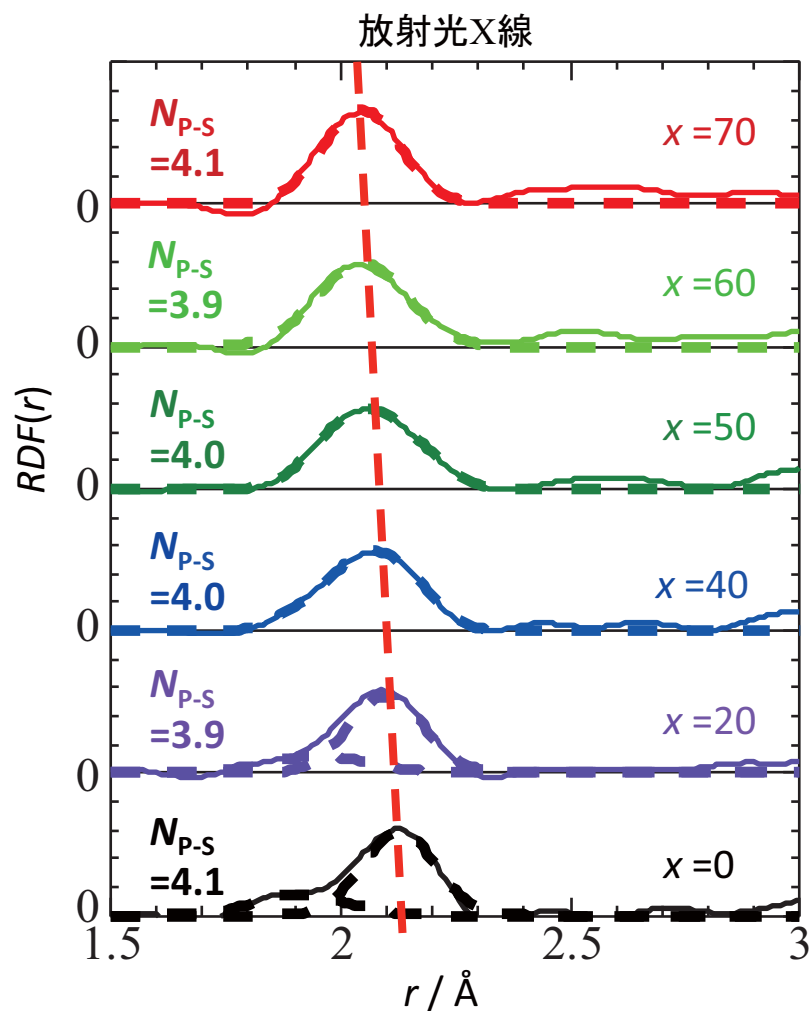
P_4S_{10} 分子
によって構成

架橋S

$g_{i-j}(r)$ を
計算



$(\text{}^7\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの第一隣接原子配位の組成変化



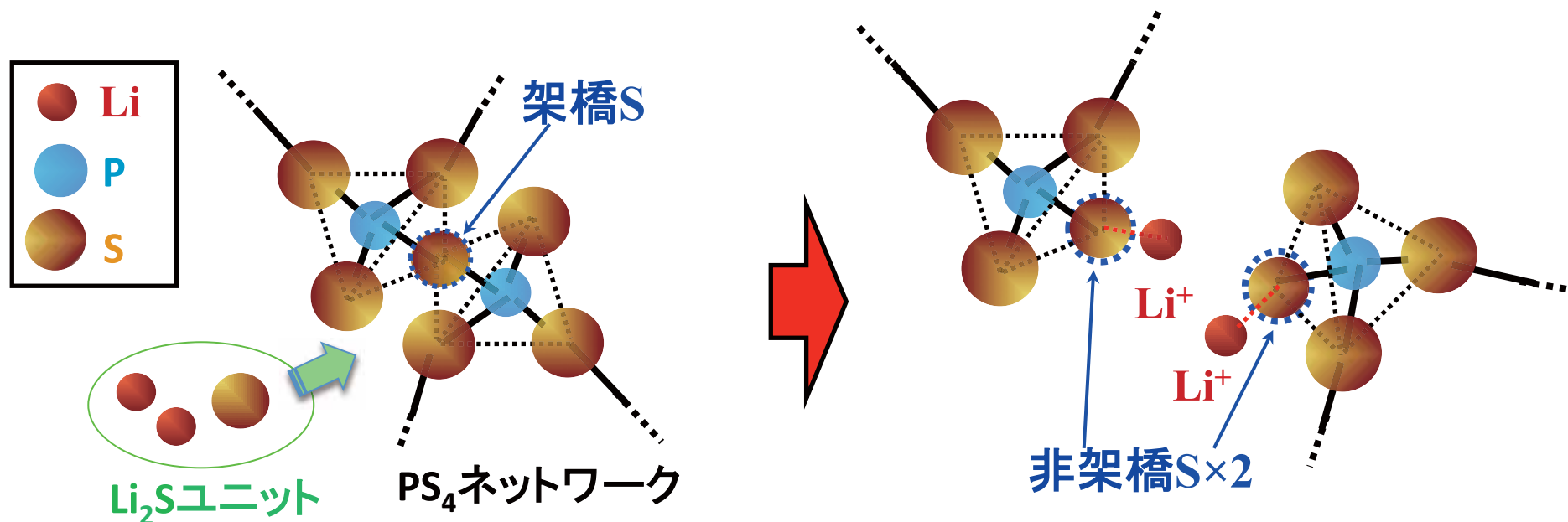
- (1) P原子は4個のS原子に囲まれて PS_4 四面体を形成
- (2) Li_2S 量が増加してもP原子周りのS原子の配位数は変化なし
- (3) Li_2S 量の増加に伴い、P原子と非架橋Sの相関が増加

Li₂S 割合増加による構造変化

PS₄四面体のネットワークにLi₂Sが入っていくと……

- ①Li₂Sの割合が増加してもPS₄四面体は保持される。
- ②Li₂Sの増加により、非架橋のS原子が生成する。
- ③Li₂Sが増加しても電気的中性条件が満たされる。

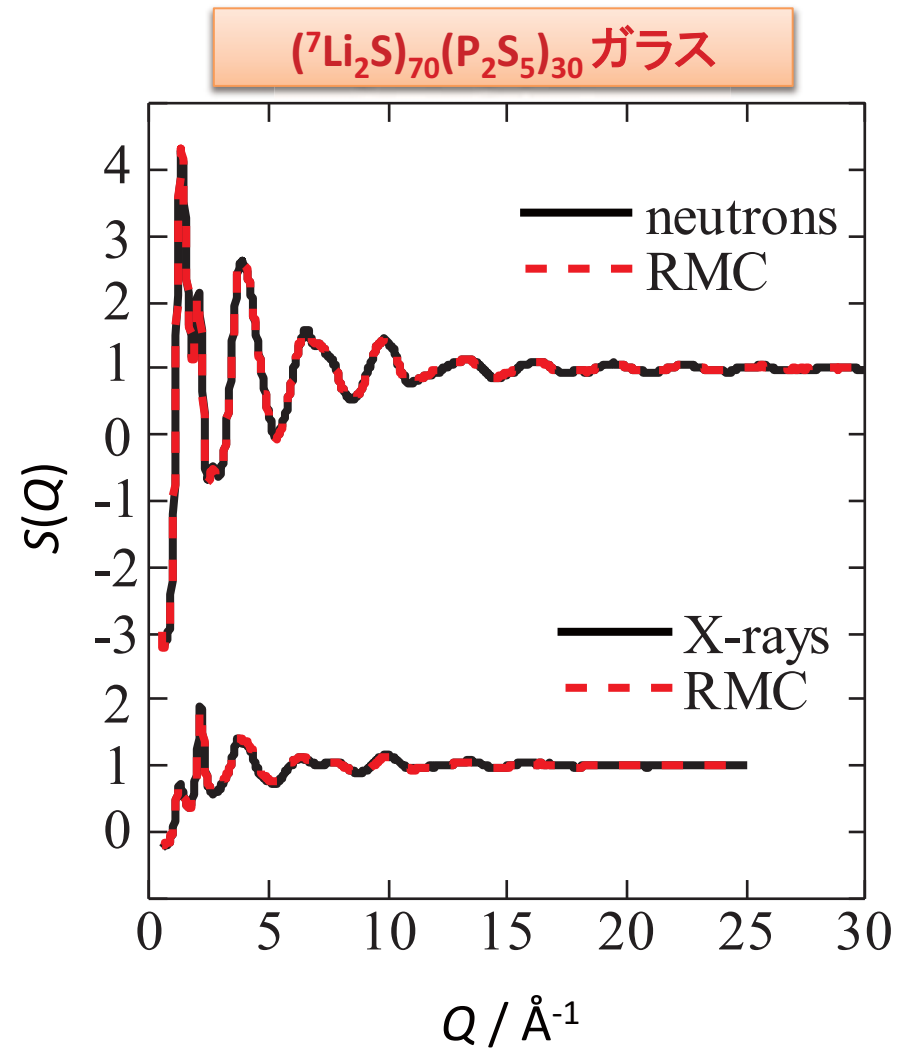
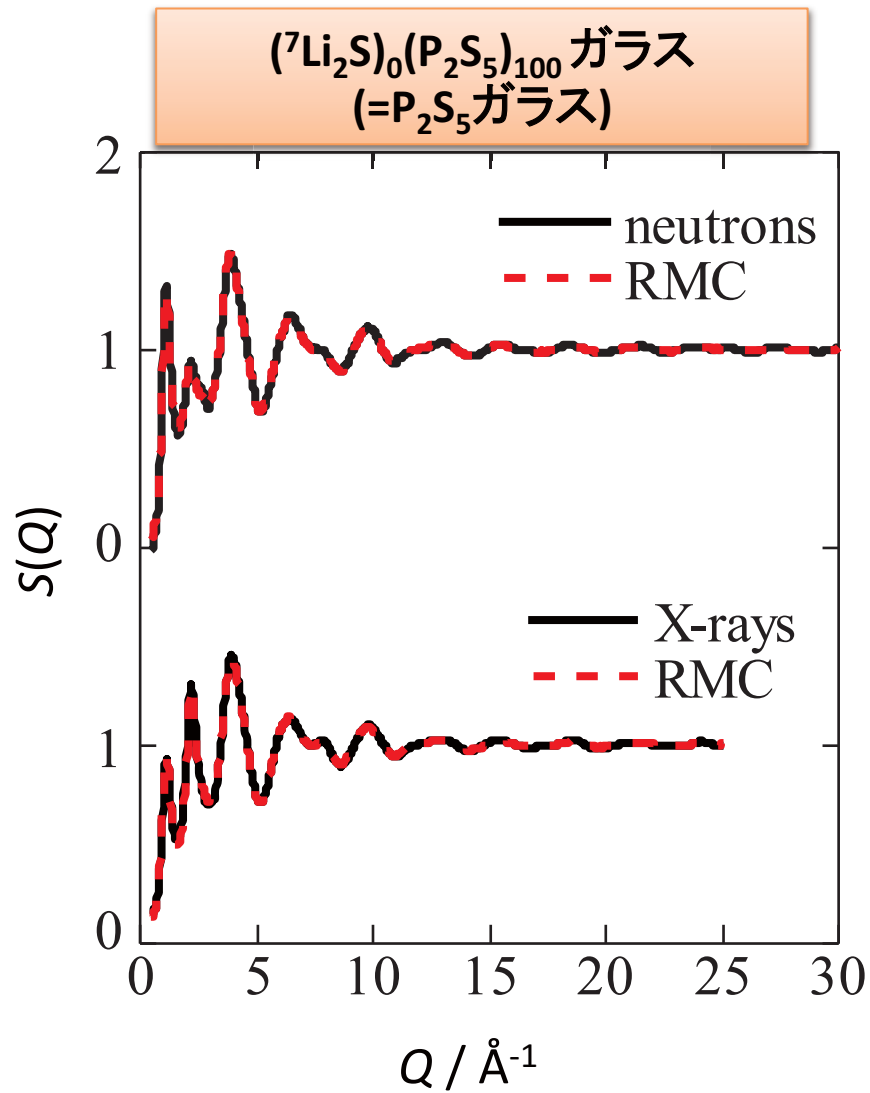
1個の架橋Sが切れて2個の非架橋Sが生成される。
= Liの数と同数の非架橋Sが新たに生成される。



RMCモデリング

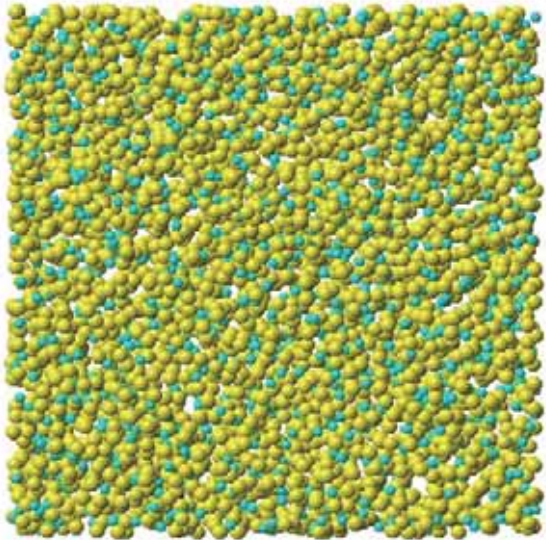
モデリングの条件:

- (1) PS_4 四面体の構成
- (2) 各相関に対する最近接原子間距離の制限

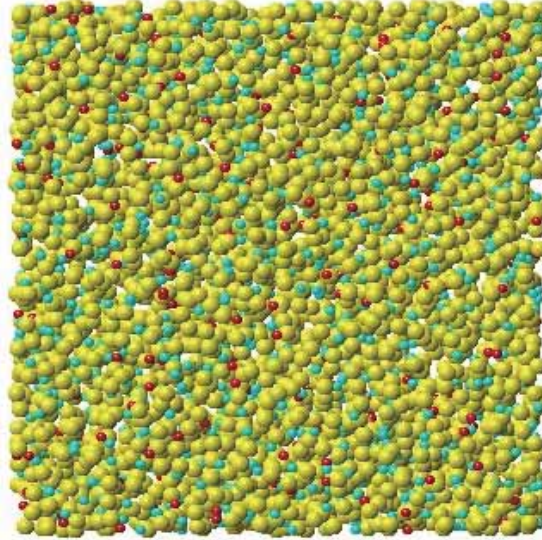


ガラスの3次元構造モデル

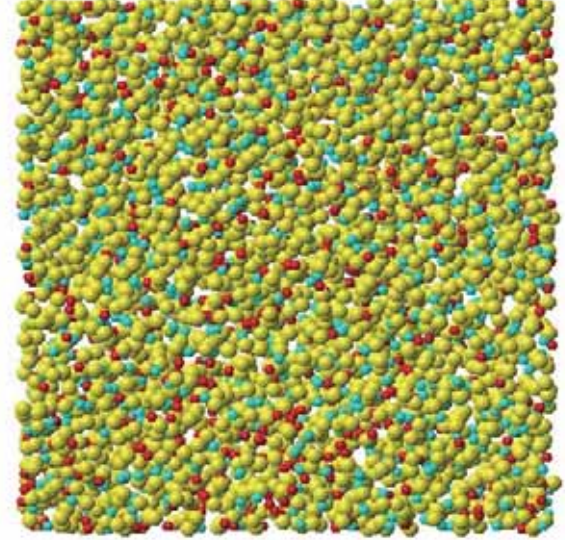
x = 0



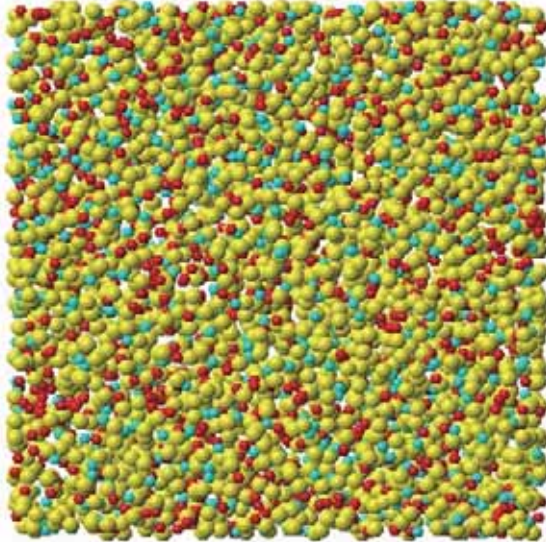
x = 20



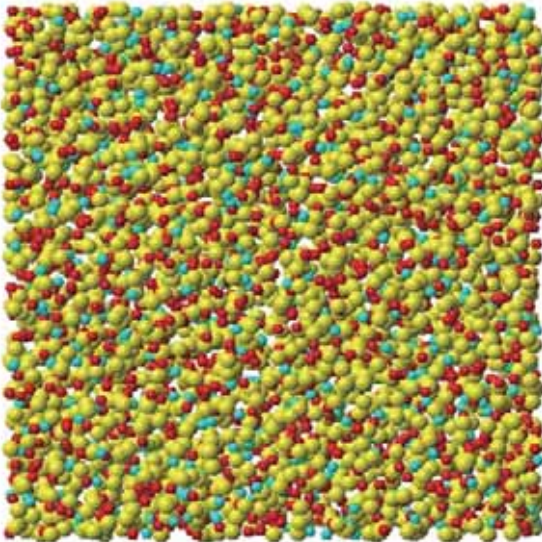
x = 40



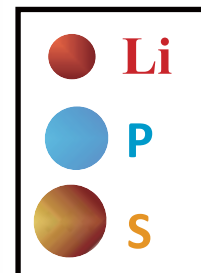
x = 60



x = 70

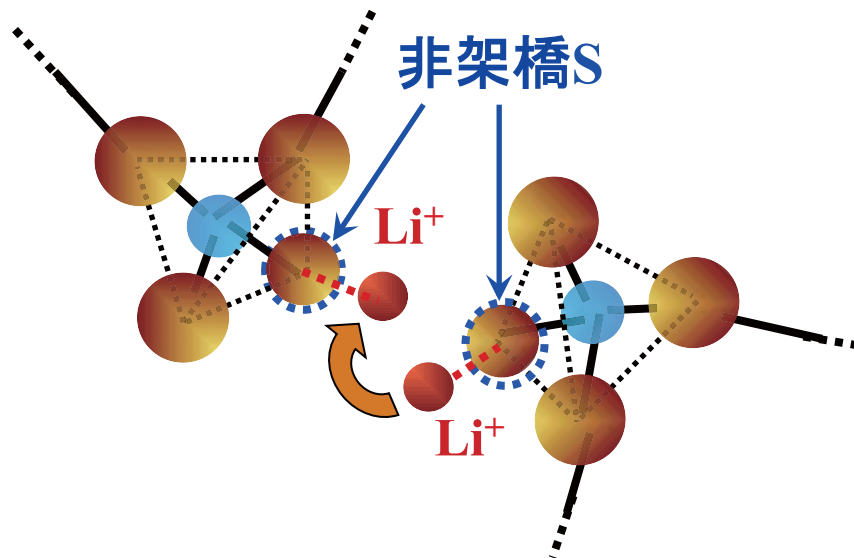
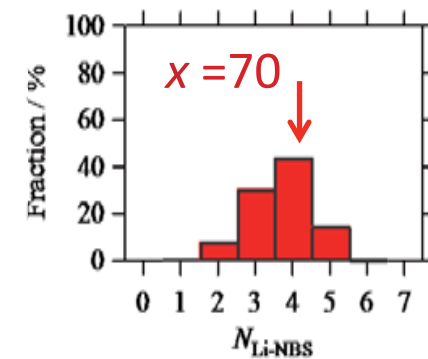
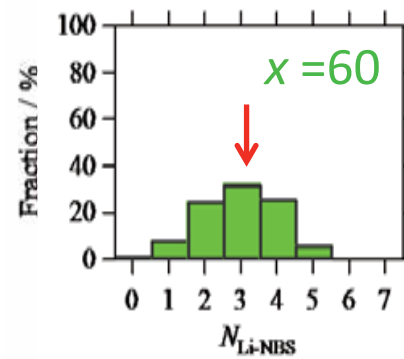
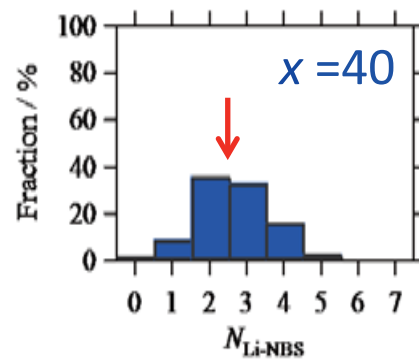
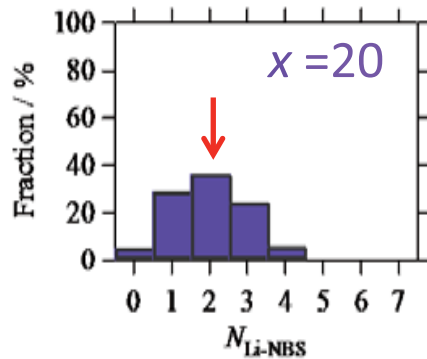


» 実験データを再現



Liイオン周りの配位環境

Liイオン周りの非架橋Sの配位数 $N_{\text{Li-NBS}}$ 分布



分布の中心が Li_2S 量の増加とともに配位数が 2 から 4 へとシフトしている。

↓
Liイオンは非架橋Sの近傍に存在する

↓
Liイオンは PS_4 四面体のネットワークの寸断によって生じた非架橋Sの周囲に分布している

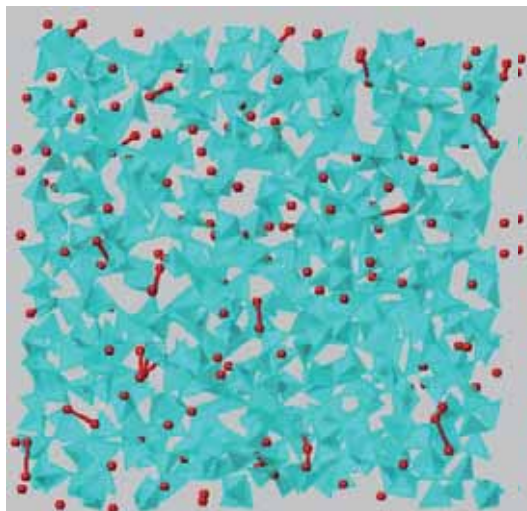
$({}^7\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの3次元構造



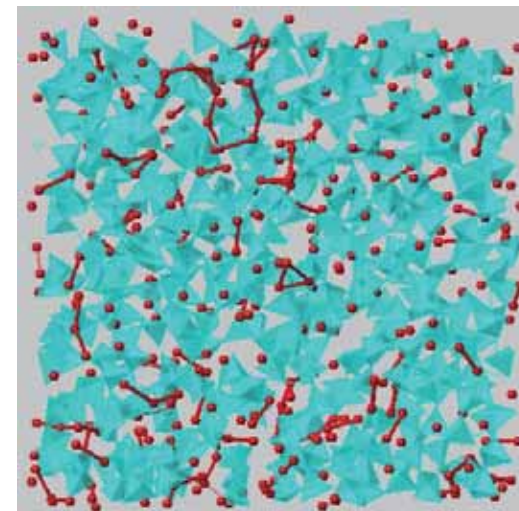
x = 0



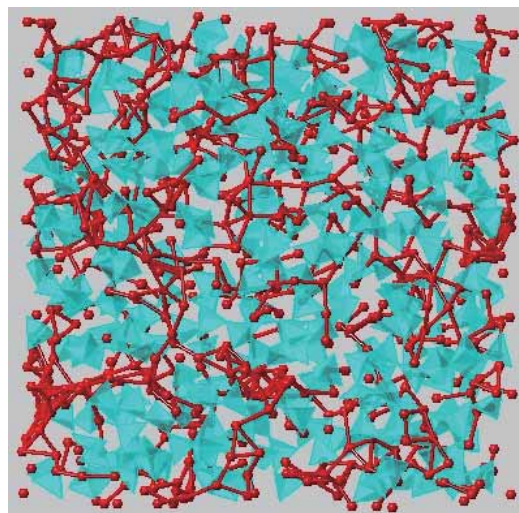
x = 20



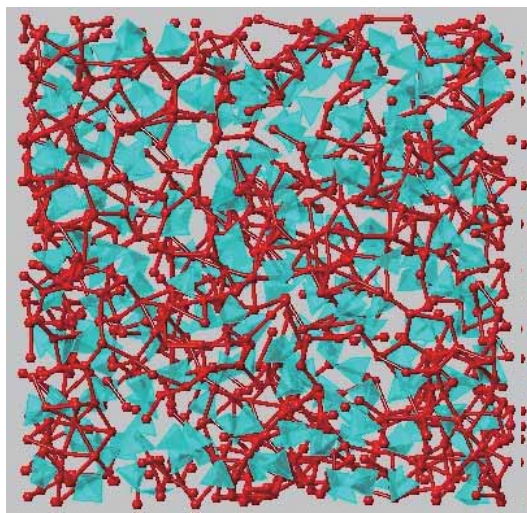
x = 40



x = 60



x = 70



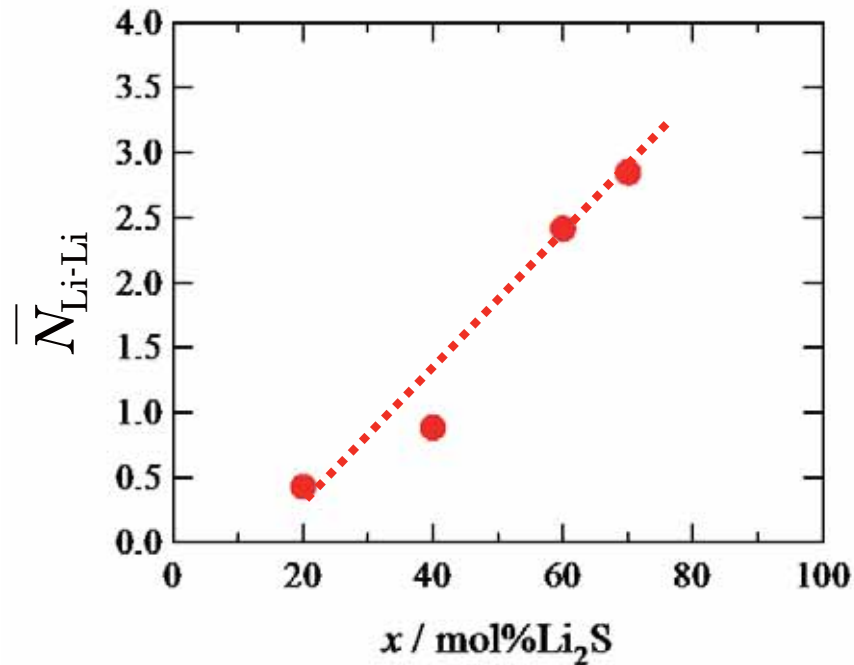
4.0Å以内に存在している
Liイオン同士を線で結ぶ



Li_2S 量が増加すると、NBS
の周辺でLiイオン同士が近
距離で存在するようになる。

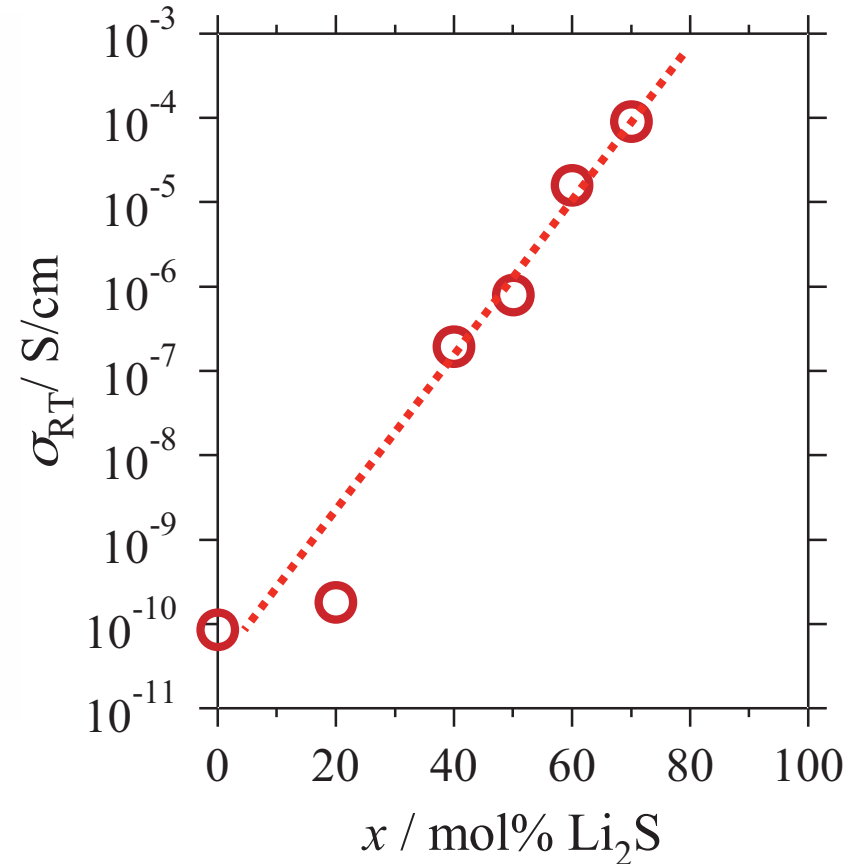
近距離におけるLiイオン同士の相関と電気伝導度

$r = 4.0\text{\AA}$ までの範囲で計算した
Liイオン周りのLiイオンの配位数



Liイオン近傍のLiイオンの数が
 Li_2S 量とともに増加

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_x(\text{P}_2\text{S}_5)_{100-x}$ ガラスの電気伝導度 σ_{RT}

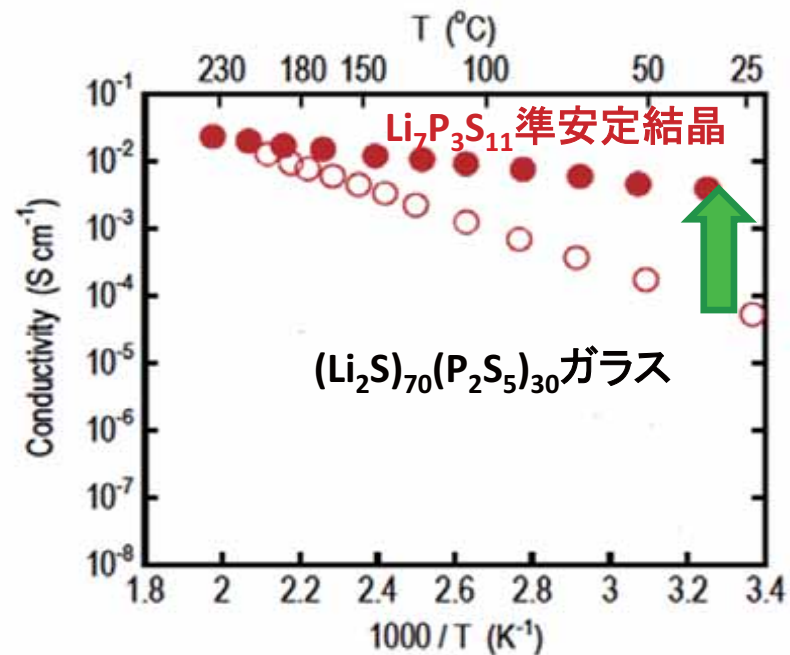


近距離のLi-Li相関の増加に伴い、Liイオンの伝導経路が拡大

超イオン伝導材料について

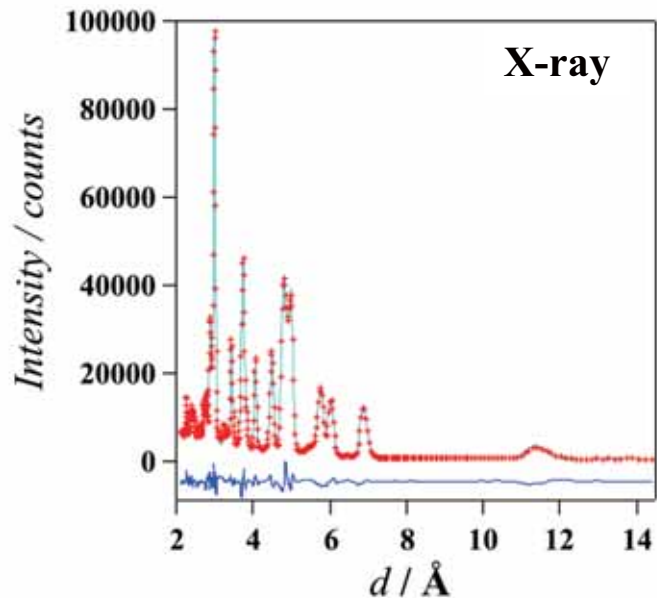
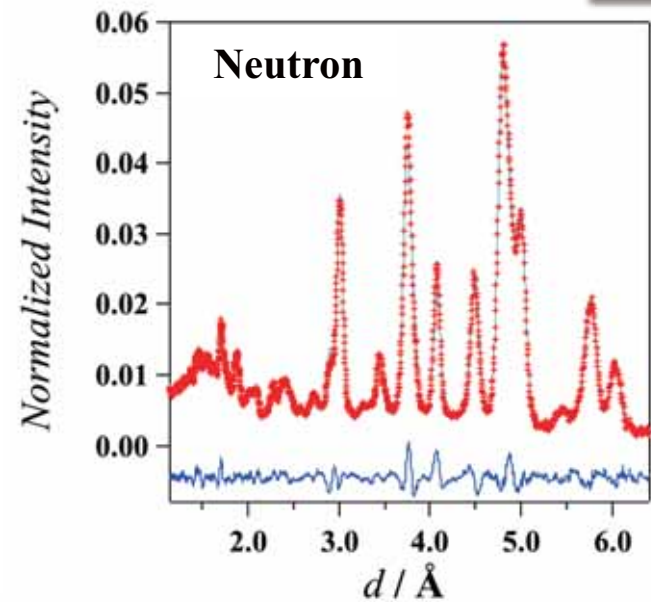
$\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶のイオン伝導性と構造

何故、ガラスから準安定結晶
(ガラスセラミックス)になると
イオン伝導が上昇するの
か？

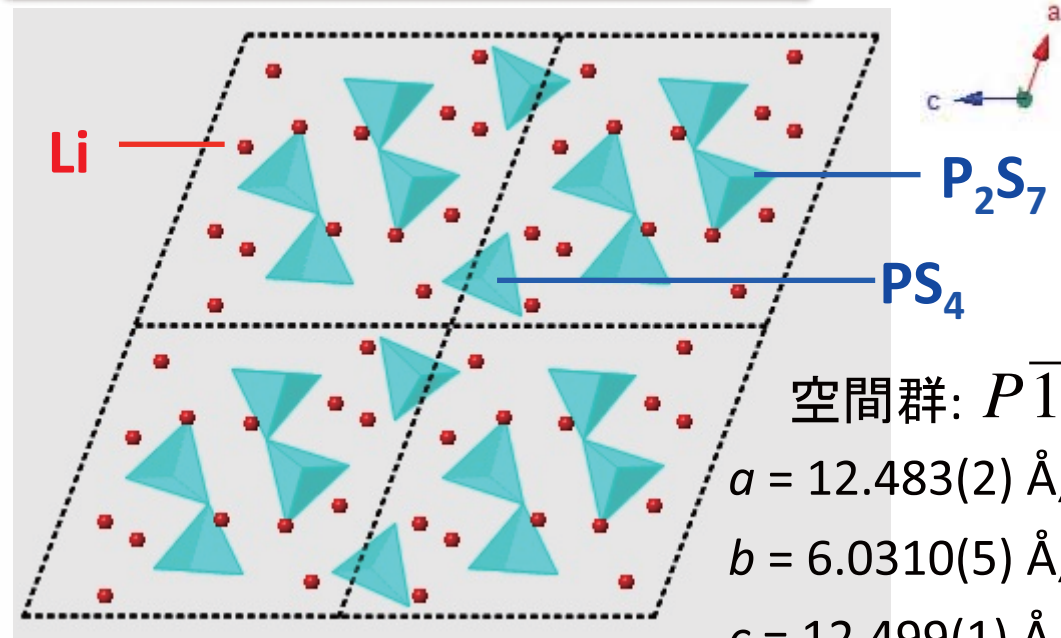


${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶のリトベルト解析結果

X線による構造データ: H. Yamane *et al.*, *Solid State Ionics*, **178** (2007)1163-1167.



中性子とX線回折データを用いた解析



空間群: $P\bar{1}$

$$a = 12.483(2) \text{ \AA}$$

$$b = 6.0310(5) \text{ \AA}$$

$$c = 12.499(1) \text{ \AA}$$

$$\alpha = 102.906(11)^\circ$$

$$\beta = 113.304(8)^\circ$$

$$\gamma = 74.495(11)^\circ$$

Li^+ イオンの存在位置
を正確に決定。

Li^+ イオンは $[\text{P}_2\text{S}_7]^{4-}$ と
 $[\text{PS}_4]^{3-}$ の間に分布している

$$(R_{\text{wp}} = 5.68\%, \chi^2 = 30.74)$$

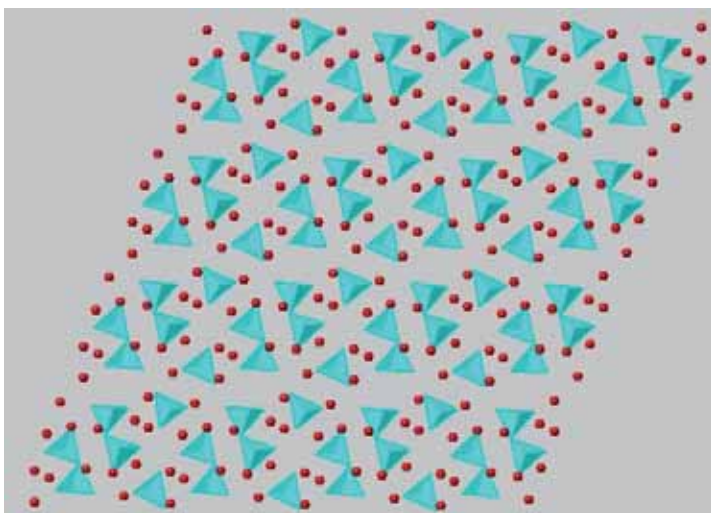
RMCモデリングによる準安定結晶のガラス化

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラスの熱処理による ${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶の出現



その逆に、 ${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶の原子配列を強制的に乱すことで、 $({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラスの原子配列を再現。

${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶

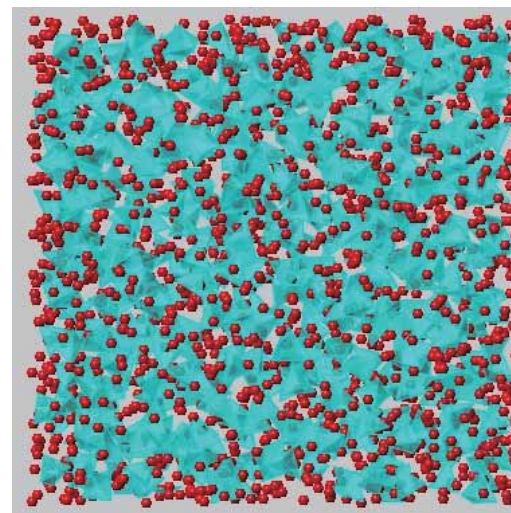


ガラス化
(構造の乱れを導入)



熱処理
(周期性の発現)

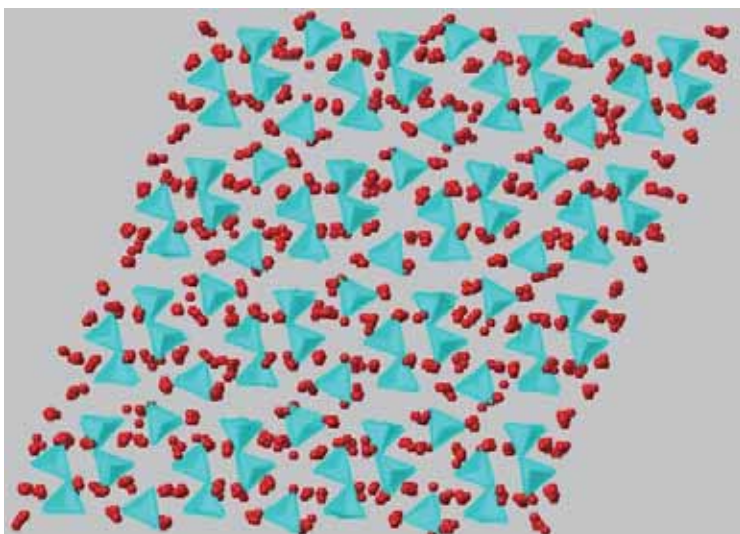
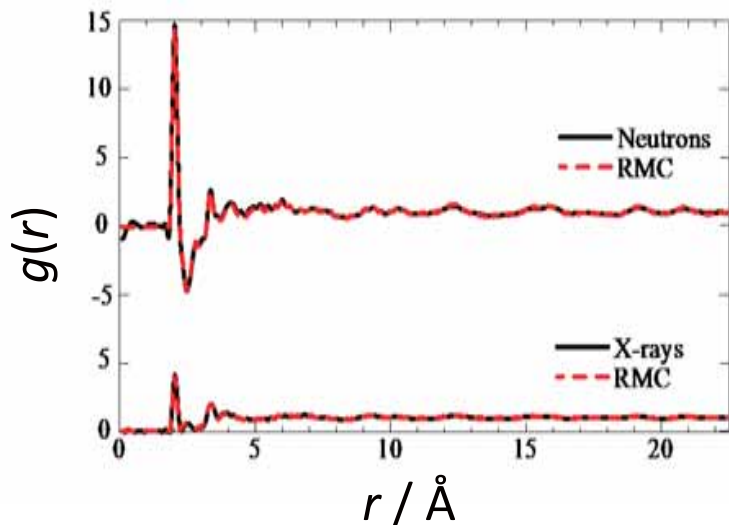
$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラス



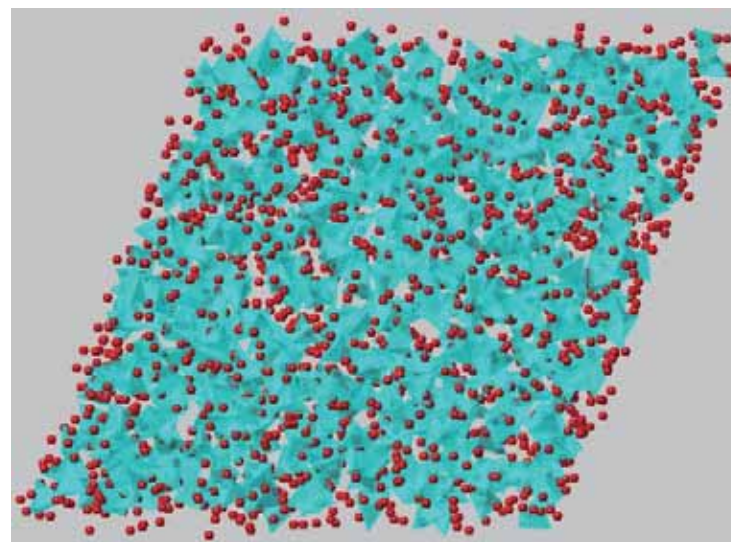
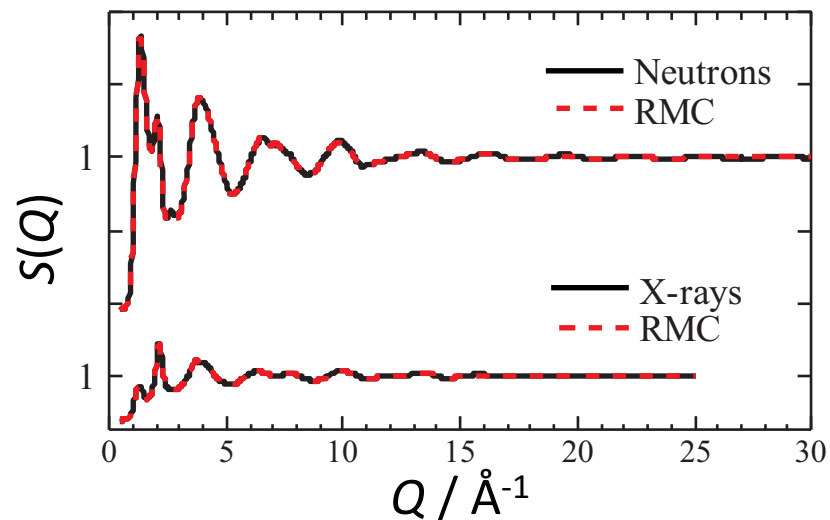
${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶の構造を初期構造とした
 $({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラスのRMCモデリング

準安定結晶を初期構造としたRMCモデリング

${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶



$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラス

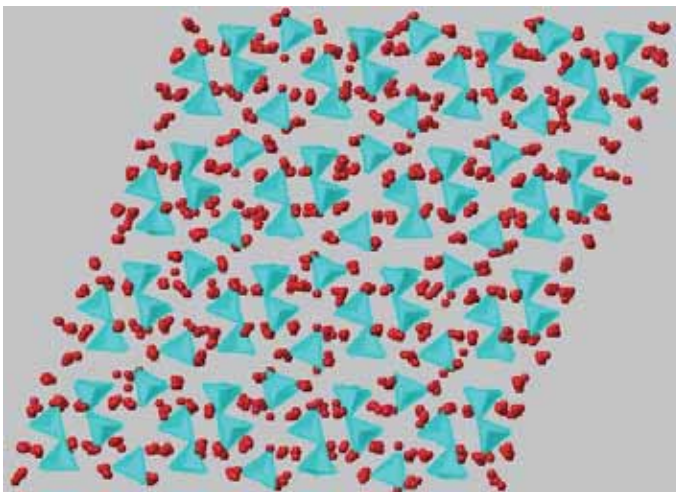


以後、 ${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶を ${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 結晶 と称する。

3次元構造（ $[\text{PS}_4]$ で描画 & $[\text{LiS}_4]$ で描画）

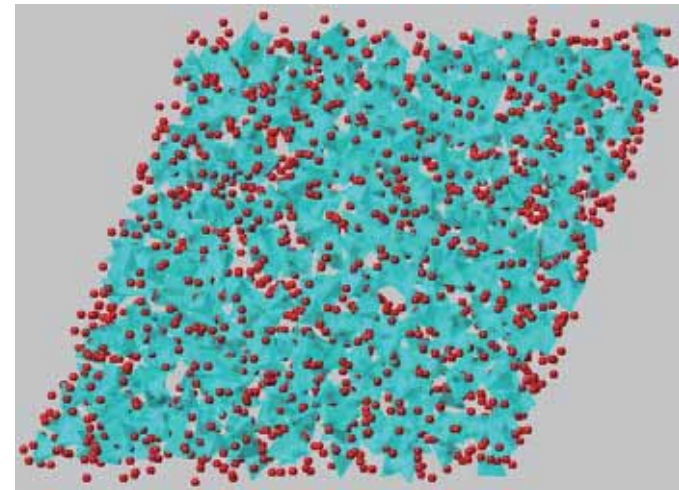
${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶

$[\text{PS}_4]$ で
描画

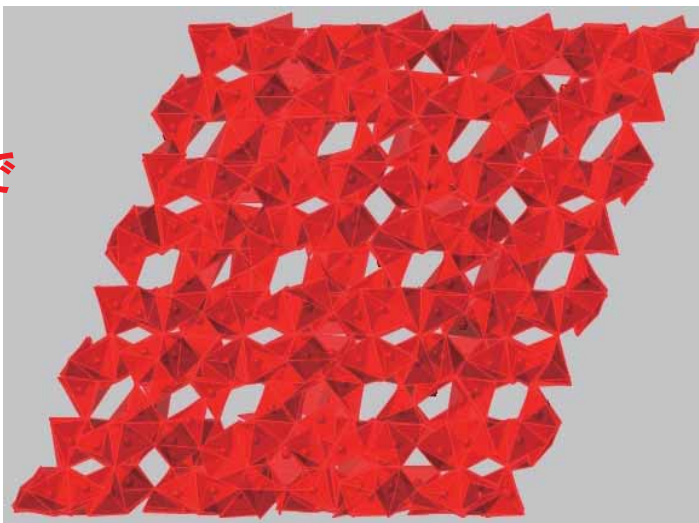


→
ガラス化

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラス



$[\text{LiS}_4]$ で
描画



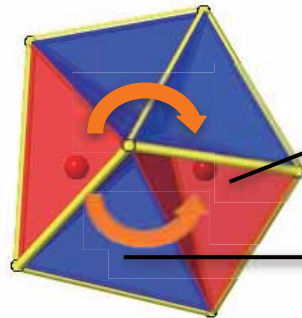
→
ガラス化



Liの動きを知るための3次元構造の描画

Liの流れの2種類の形態

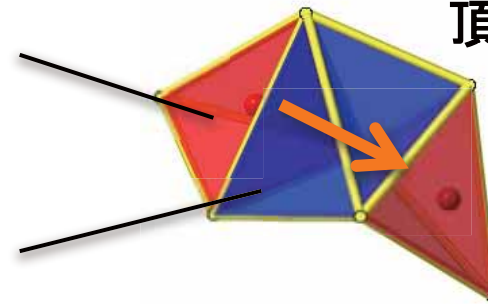
稜共有



【LiS₄】

【□S₄】

頂点共有

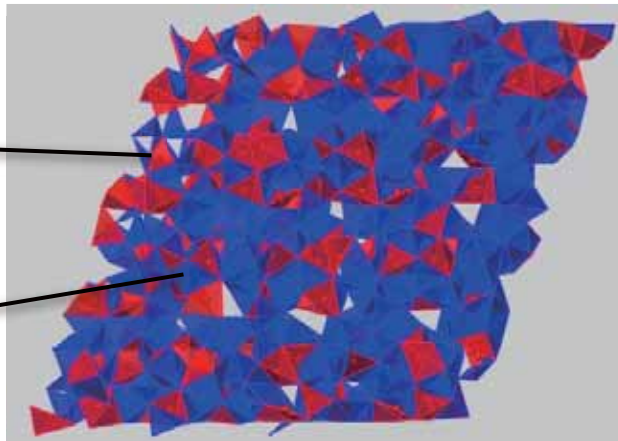


【LiS₄】の間には空隙(□)を有するs₄四面体(【□S₄】)が存在

⁷Li₇P₃S₁₁ 準安定結晶

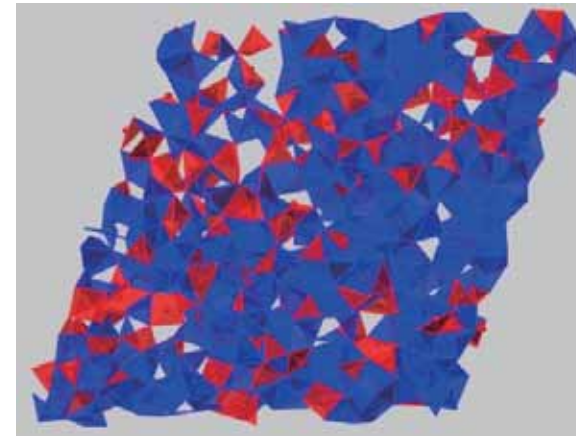
【LiS₄】

【□S₄】



ガラス化

(⁷Li₂S)₇₀(P₂S₅)₃₀ ガラス



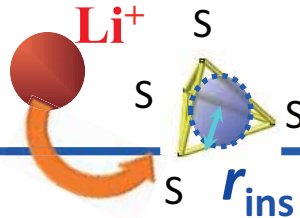
【LiS₄】と【□S₄】で描画

【 $\square S_4$ 】の大きさ？

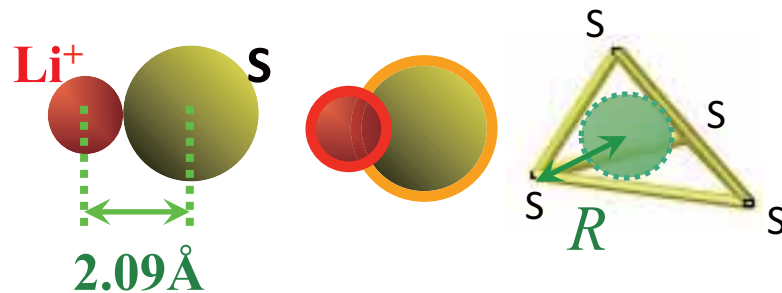
すべての【 $\square s_4$ 】に対して以下の2つの条件を満たすものを抽出

【 $\square s_4$ 】内にLiイオンを収容できる空間(内接球)が存在する

e.g. $r_{Li^+} = 0.59\text{\AA}$

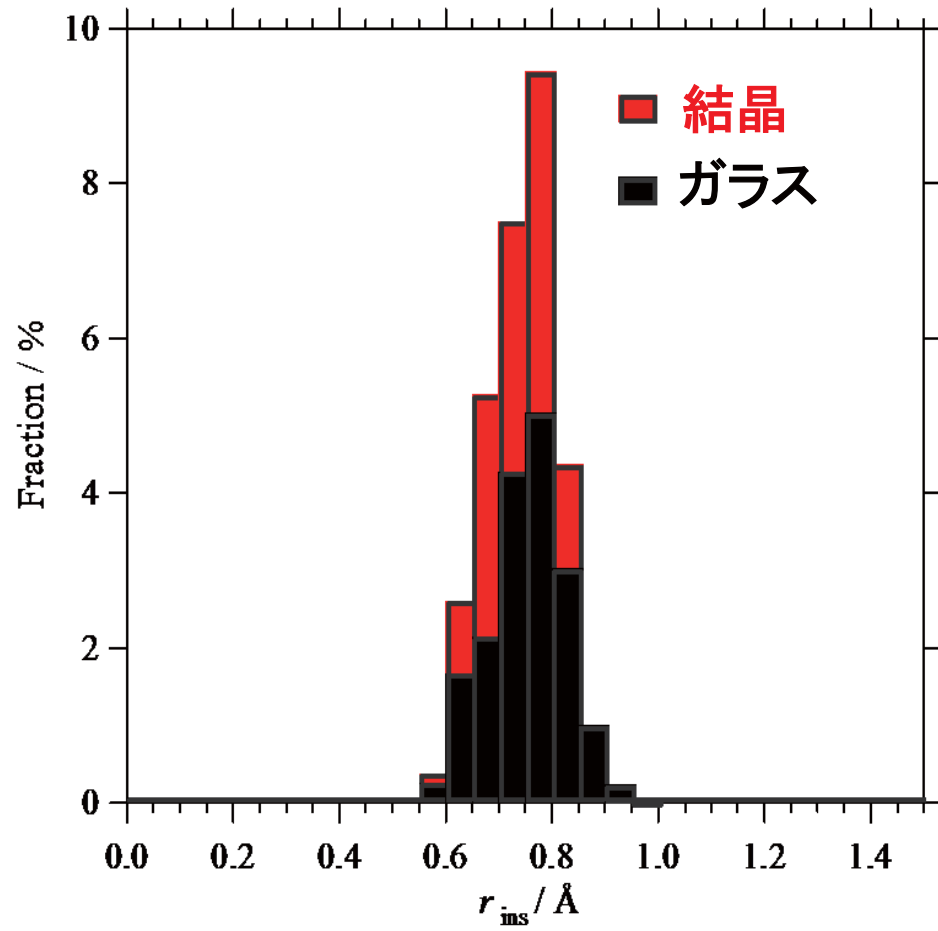


【 $\square s_4$ 】の頂点から内接球の中心までの距離RがLiイオン半径とSイオン半径の和よりも大きい

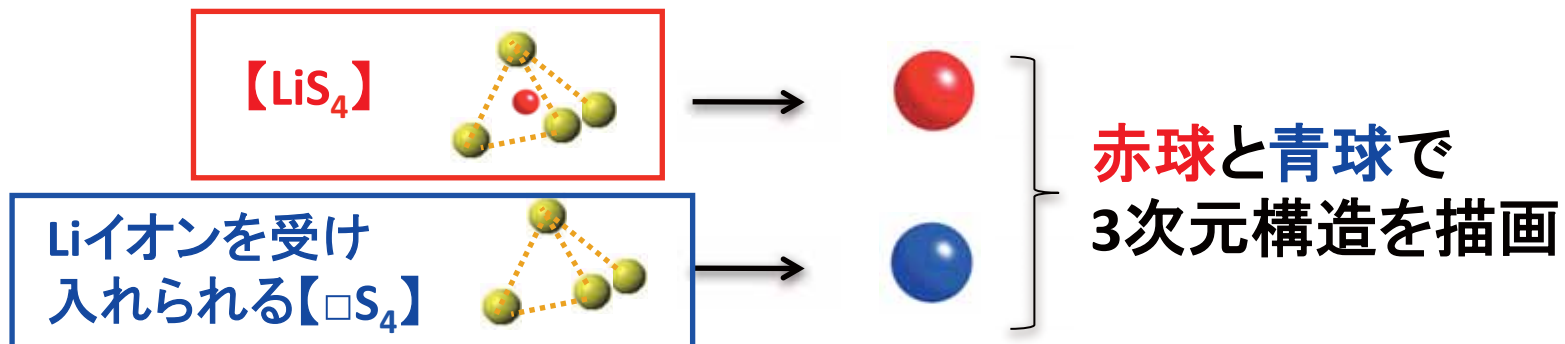


(e.g. $r_{Li^+} = 0.59\text{\AA}$ 、 $r_S = 1.50\text{\AA}$)

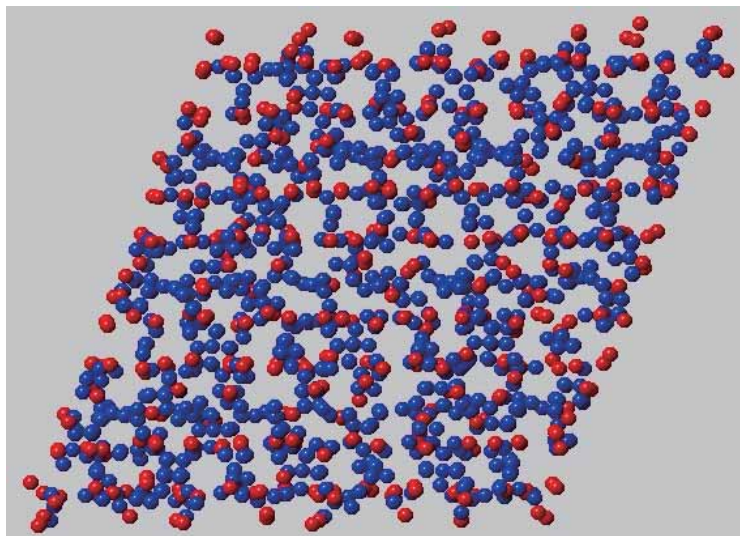
Liイオンが入ることができる【 $\square s_4$ 】のサイズ分布



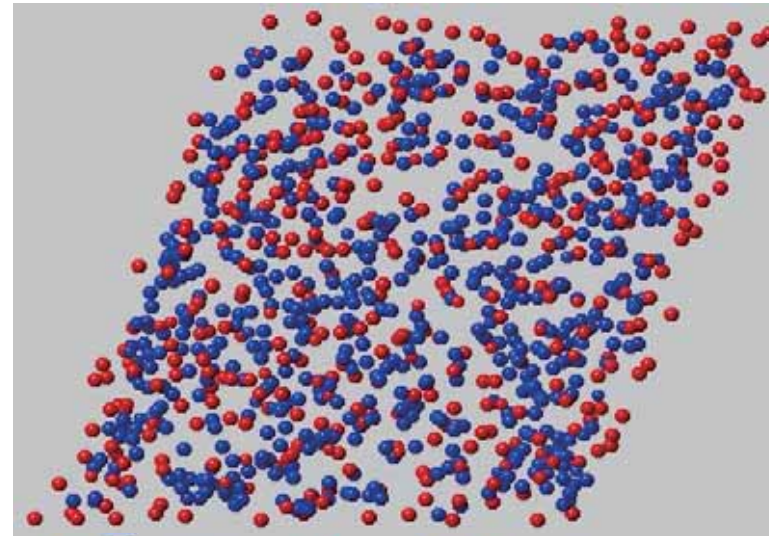
【LiS₄】とLiイオンを受け入れられる【□S₄】の位置分布



⁷Li₇P₃S₁₁ 準安定結晶

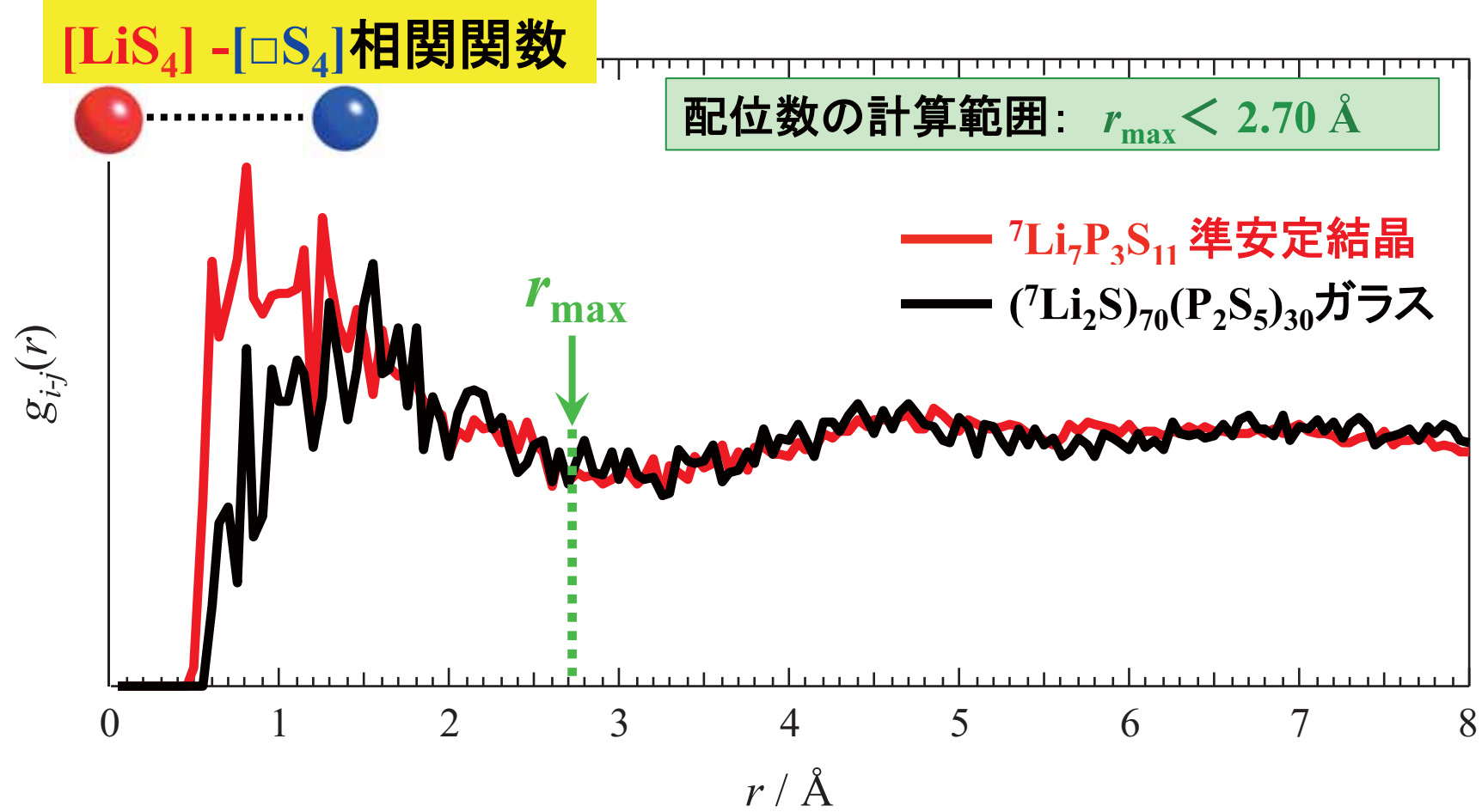


(⁷Li₂S)₇₀(P₂S₅)₃₀ ガラス



⁷Li₇P₃S₁₁ 準安定結晶の場合、「赤球」と「青球」は規則的なネットワークを形成し、連続的に繋がっている

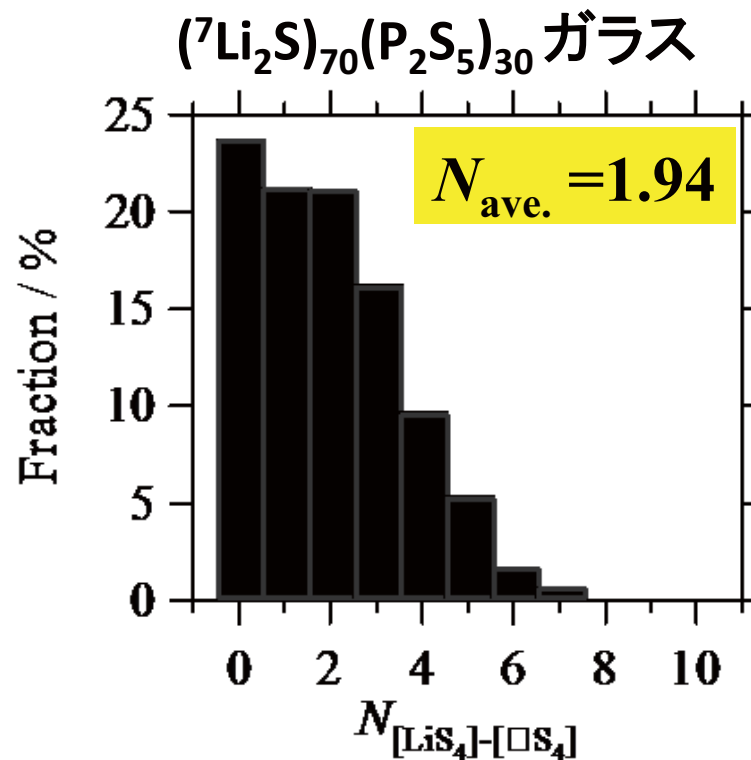
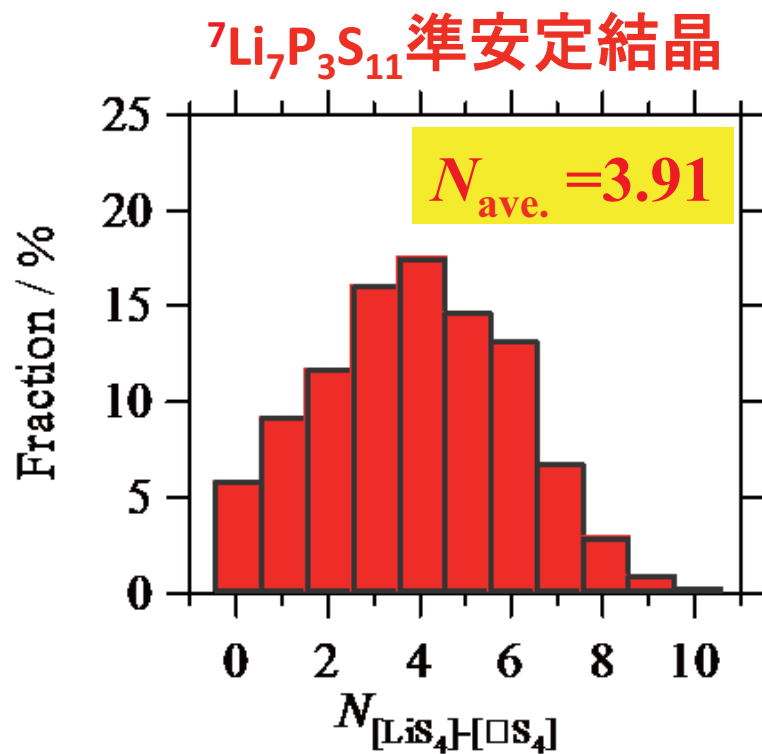
【LiS₄】-【□S₄】2元系の部分二体分布関数 $g_{i-j}(r)$



**【LiS₄】(赤球)周りの
Liイオンを收容できる【□S₄】(青球)の配位数？**

【Li₄】近傍のLiイオンを受け入れられる【□S₄】の配位数分布

($r_{max} = 2.70 \text{ \AA}$)

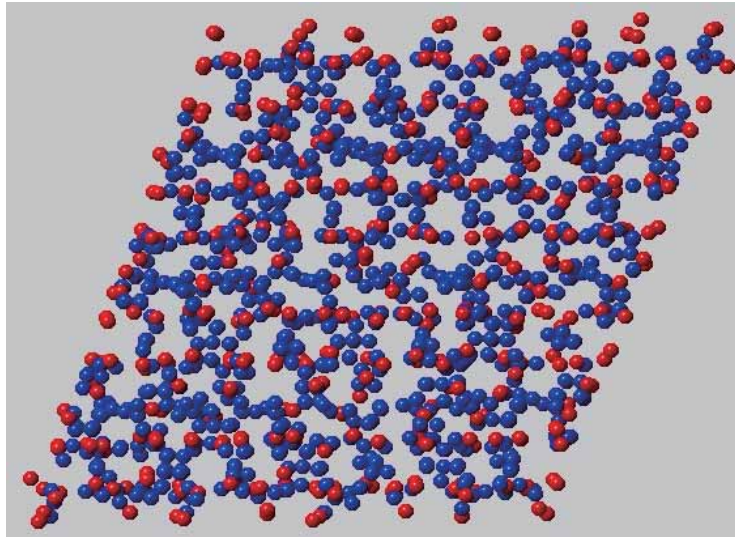


【Li₄】周りのLiイオンを収容できる【□S₄】の平均の配位数は、

- » ⁷Li₇P₃S₁₁ 準安定結晶 3.91個
- » (⁷Li₂S)₇₀(P₂S₅)₃₀ ガラス 1.94個 (結晶の約半分)

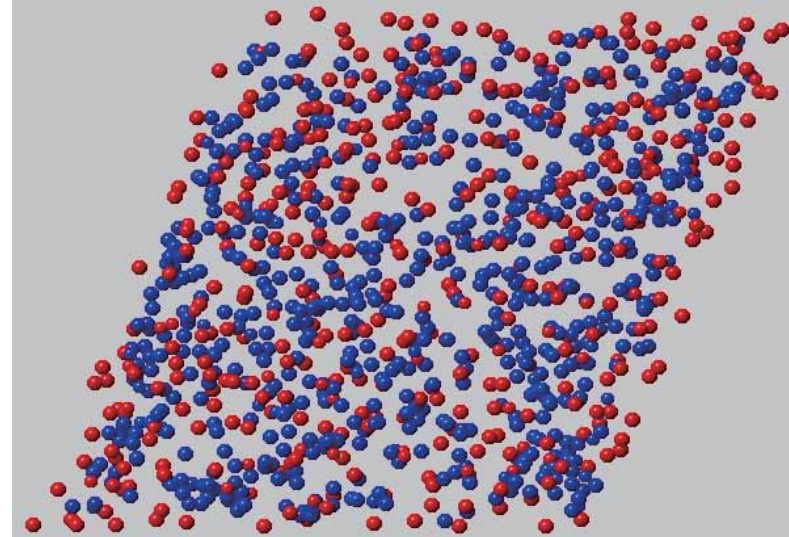
${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ のイオン伝導機構についての考察

${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 準安定結晶



$$E_a = 22.5 \text{ kJ/mol}$$
$$N_{\text{ave.}} = 3.91$$

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラス



$$E_a = 42.3 \text{ kJ/mol}$$
$$N_{\text{ave.}} = 1.94$$

活性化エネルギーの比：

$$\frac{E_a(\text{ガラス})}{E_a(\text{準安定結晶})} = \frac{42.3}{22.5} \sim 2$$

平均配位数の比：

$$\frac{N_{\text{ave.}}(\text{ガラス})}{N_{\text{ave.}}(\text{準安定結晶})} = \frac{1.94}{3.91} \sim \frac{1}{2}$$

${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ のイオン伝導機構についての考察

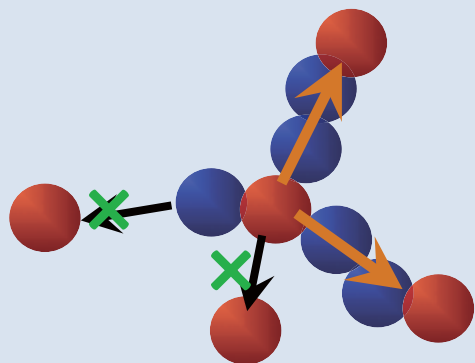
$(\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラスと $\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ の構造と活性化エネルギーの関係

$$\frac{E_a(\text{ガラス})}{E_a(\text{準安定結晶})} \sim 2 \quad \longleftrightarrow \quad \frac{N_{\text{ave.}}(\text{ガラス})}{N_{\text{ave.}}(\text{準安定結晶})} \sim \frac{1}{2}$$

考察中

構造学的には伝導経路

$({}^7\text{Li}_2\text{S})_{70}(\text{P}_2\text{S}_5)_{30}$ ガラス

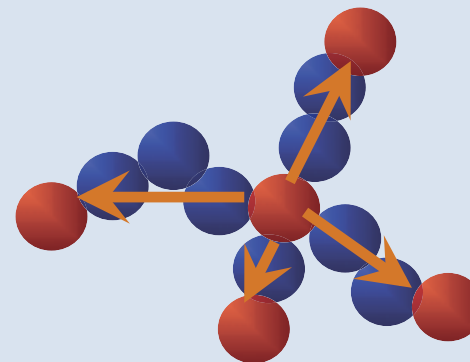


Liイオンの伝導が
制限された状態



熱処理

${}^7\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 結晶



Liイオンの伝導経路が
繋がる

J-PARC/物質生命科学実験施設の紹介

**液体・非晶体の構造測定のための
中性子全散乱装置 (NOVA)**



J-PARC

リニアック

J-PARC 施設
(KEK/JAEA共同)

南から北を

実験施設
の構成

3 GeV シン
クロトロン

ニュートリノビーム
(神岡へ)

物質・生命科学実験施設

50 GeV シンクロトロン

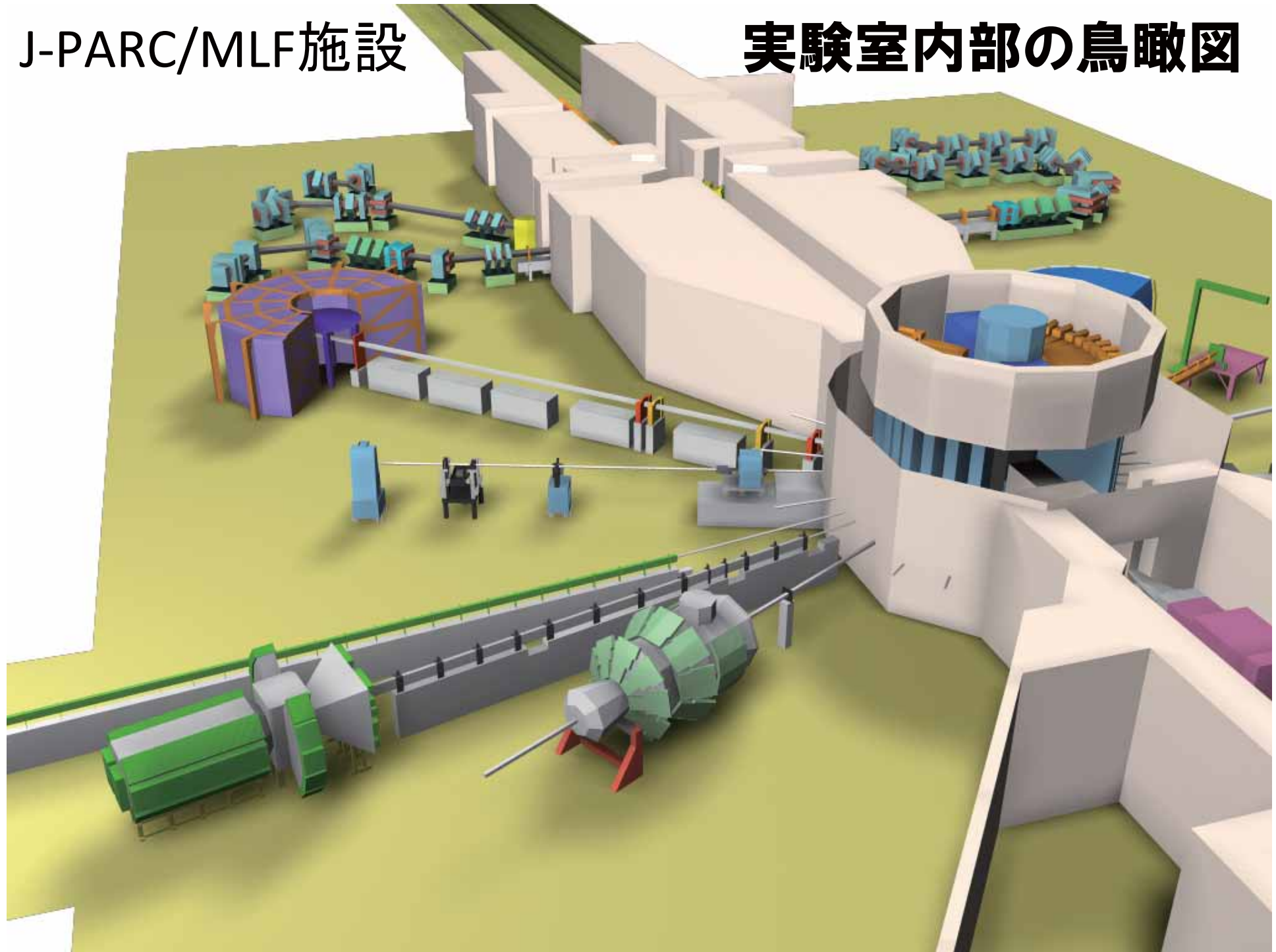
ハドロン実験施設

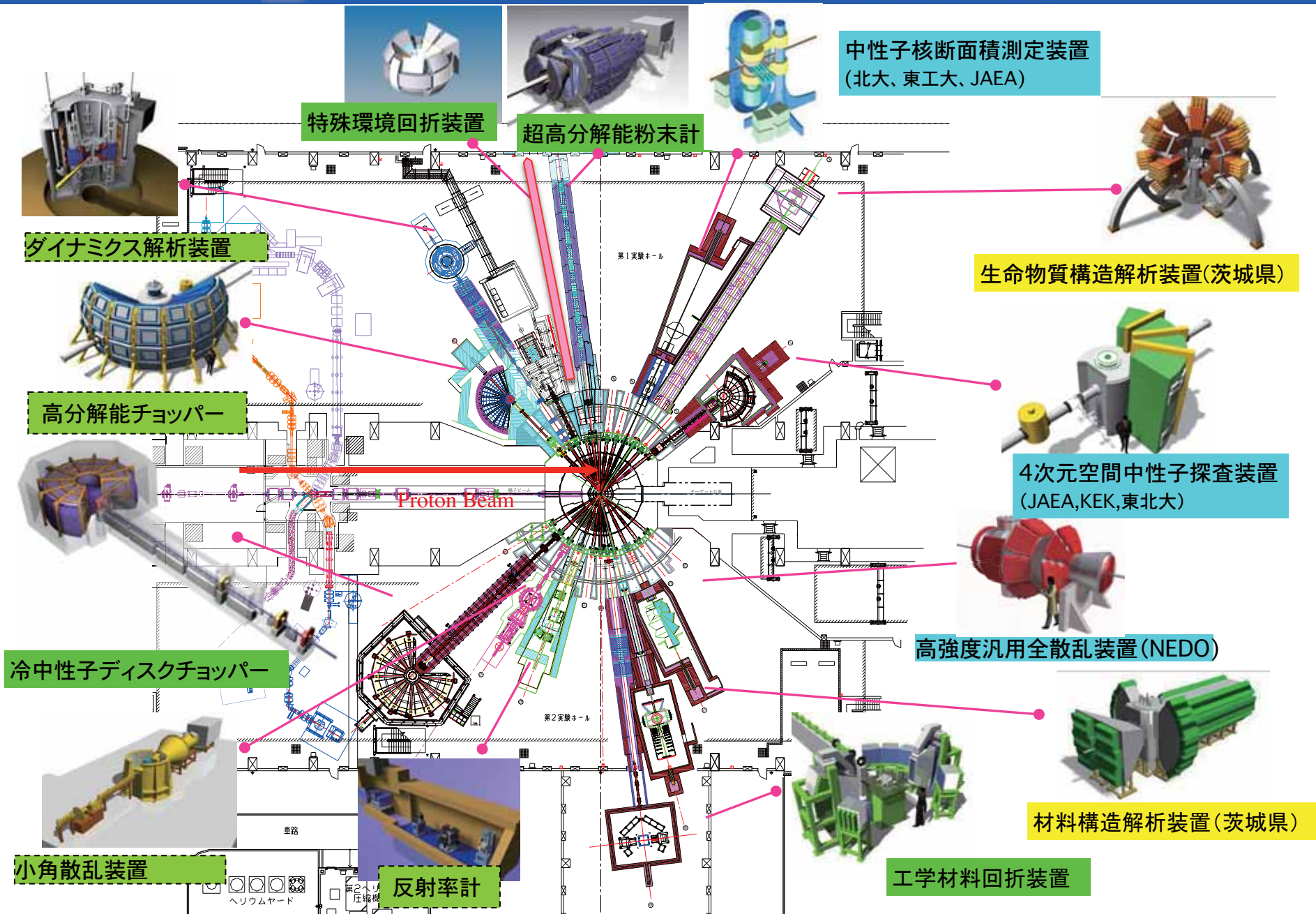
- 平成19年度ビーム
- 平成20年度ビーム
- 平成21年度ビーム

Bird's eye photo in January of 2008

J-PARC/MLF施設

実験室内部の鳥瞰図





特殊環境回折装置

超高分解能粉末計

中性子核断面積測定装置
(北大、東工大、JAEA)

ダイナミクス解析装置

生命物質構造解析装置(茨城県)

高分解能チョッパー

4次元空間中性子探索装置
(JAEA, KEK, 東北大)

冷中性子ディスクチョッパー

高強度汎用全散乱装置(NEDO)

小角散乱装置

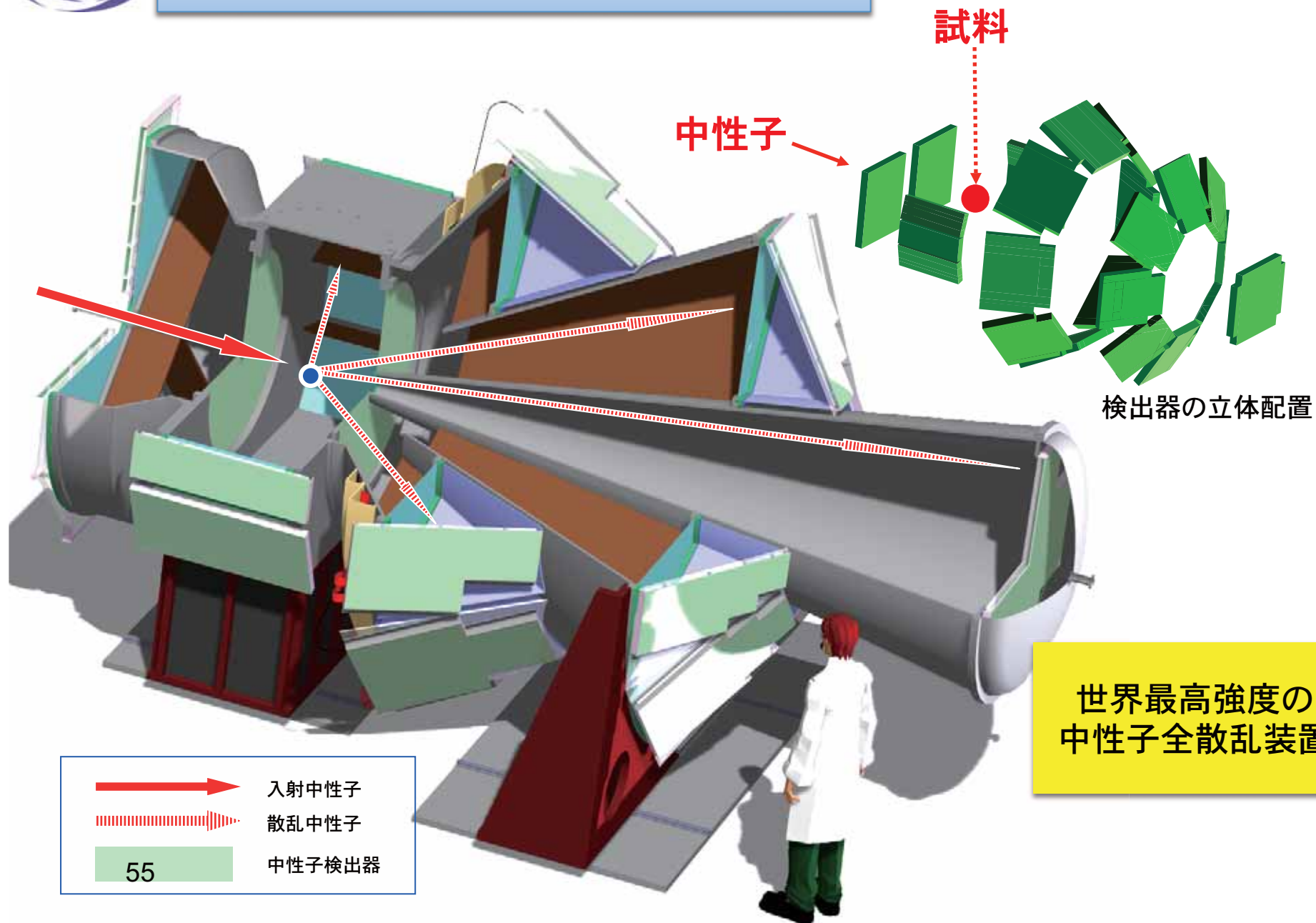
反射率計

材料構造解析装置(茨城県)

工学材料回折装置

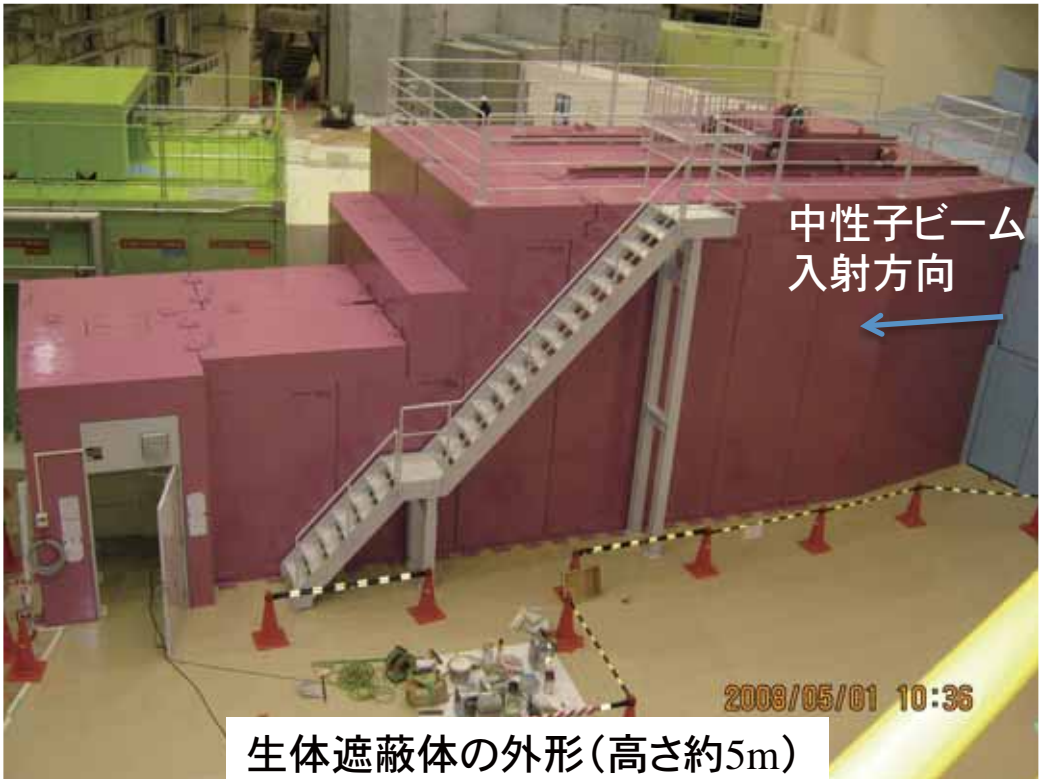


高強度全散乱装置 (NOVA)

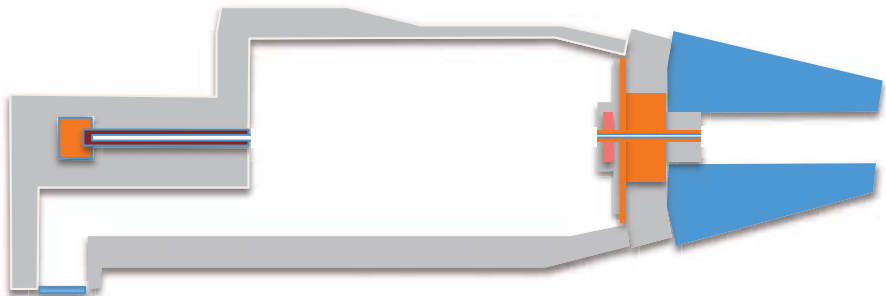




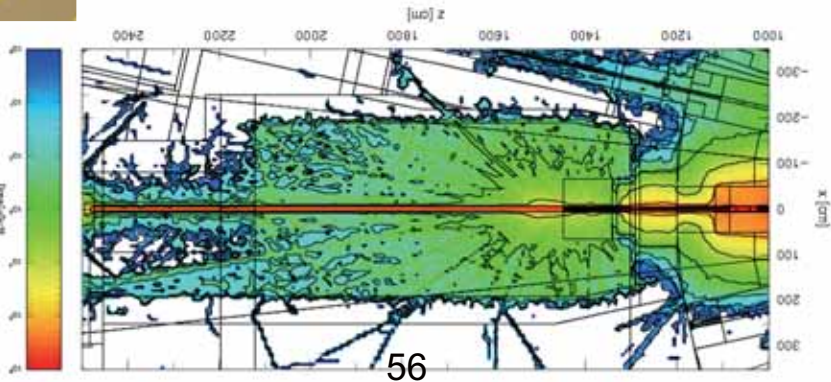
生体遮蔽



生体遮蔽体内(高さ約4.4m)



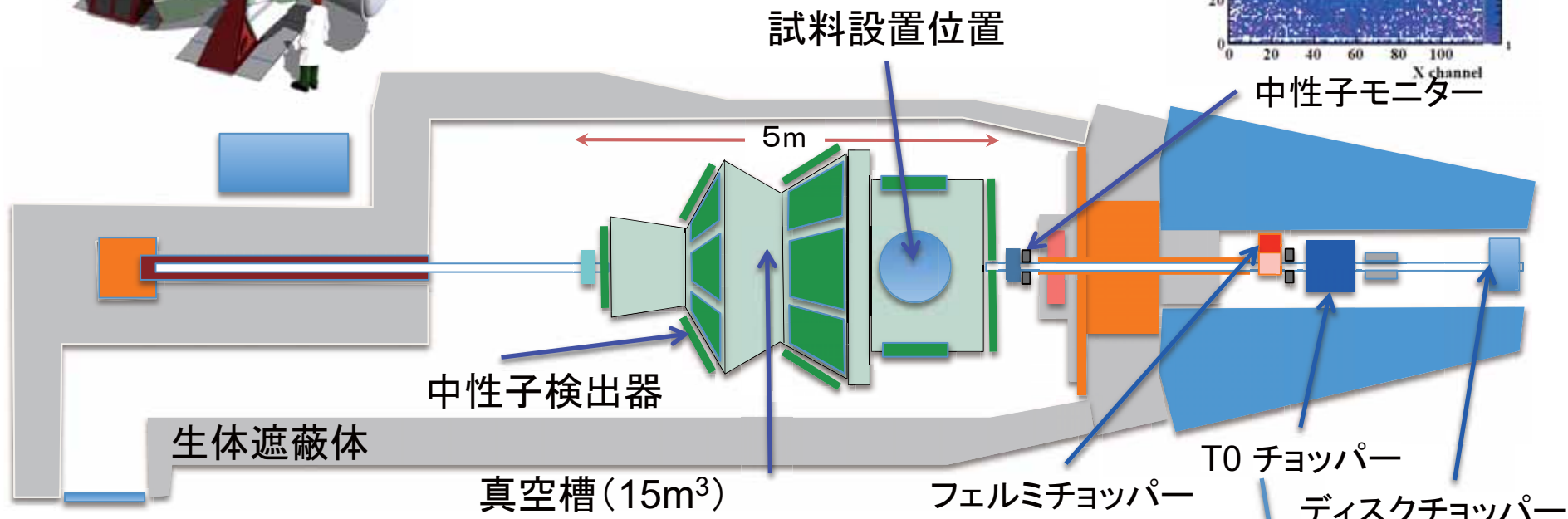
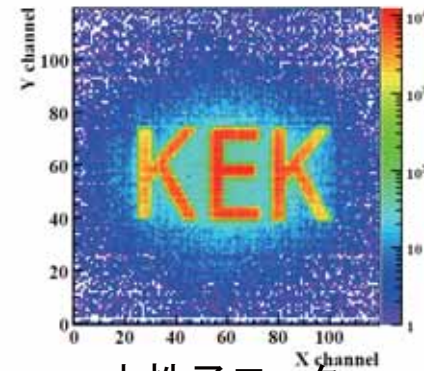
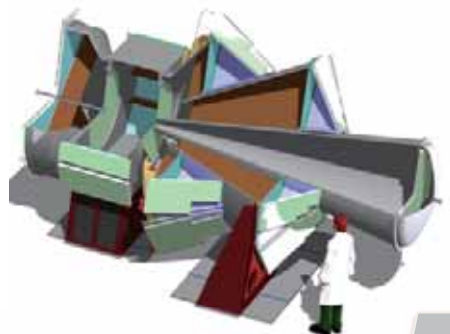
ホウ素入りコンクリートによる遮蔽体構造



放射線量のシミュレーションによる評価



NOVA 機器構成



NOVAの性能と周辺機器

NOVA の検出器バンク構成と性能

| 検出器バンク名 | 散乱角 2 θ [度] | 試料-検出器間距離 [m] | 平均分解能 (最高~最低) [%] | 測定 Q 領域 [\AA^{-1}] (d 領域[\AA]) |
|---------|-----------------------|------------------|-------------------------|--|
| 小角バンク | 0.7~9 | 4 | 7 (4~50) | 0.01 ~ 8 (0.8 ~ 628) |
| 20 度バンク | 12.6~28 | 2.8~3.0 | 2.5 (1.7~3.9) | 0.2 ~ 26 (0.2 ~ 31) |
| 45 度バンク | 33~57 | 1.7~1.9 | 1.2 (0.9~1.5) | 0.4 ~ 50 (0.1 ~ 16) |
| 90 度バンク | 72~108 | 1.2~1.3 | 0.6 (0.5~0.7) | 1 ~ 82 (0.08 ~ 6.3) |
| 背面バンク | 135~170 | 1.0~1.4 | 0.3 (0.3~0.35) | 1.4~ 100 (0.06 ~ 4.5) |

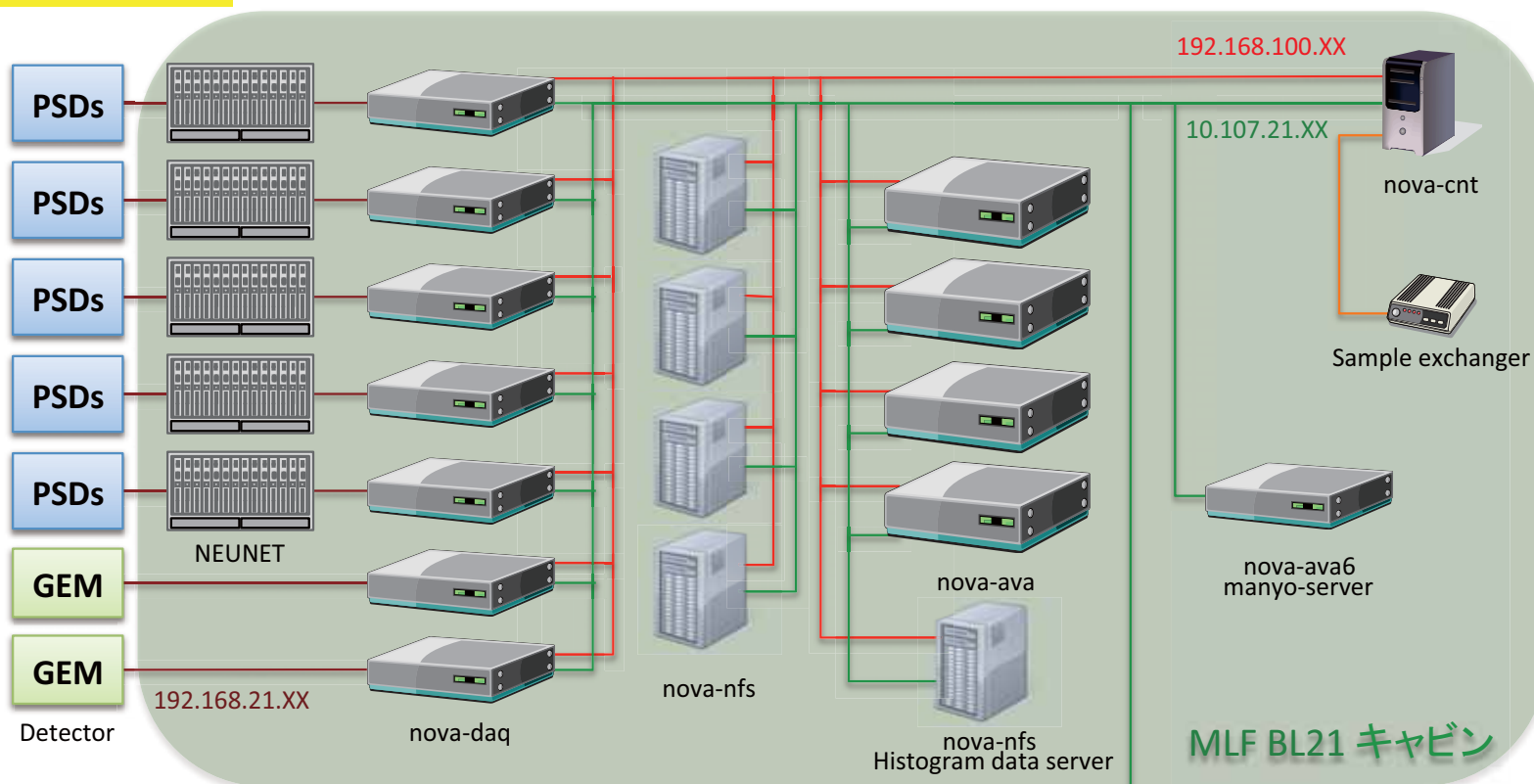
NOVA で整備された試料環境制御機器

| 機器名 | 性能 | 備考 |
|-----------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 水素ガス雰囲気下 in-situ 実験装置 | 最大 10 MPa 温度制御範囲：50 K ~ 473 K | |
| 高温実験装置 | 温度制御範囲：室温 ~ 1373 K | |
| 高圧実験装置 | 最高圧力: 17 GPa 室温のみ | HydroStar 物性グループ 製作 |
| 室温実験装置 | 10 個の試料の自動測定可能 | |
| 非弾性散乱実験 | エネルギー分解能は 10 ~ 20% | 他の試料環境制御と併用が可能だが、測定時間は 10 倍以上必要 |

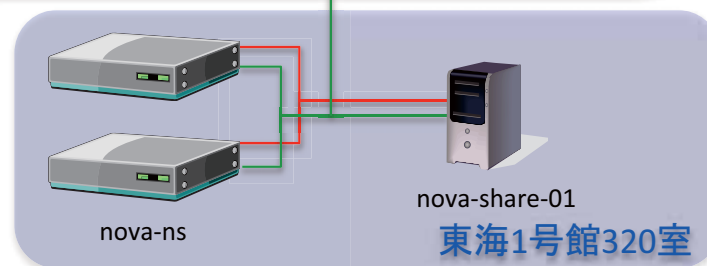
NOVAの計算機構成図

NOVAで取得される中性子回折データは、最大で33 MByte/sec = 2.9 TByte/day

21台の計算機



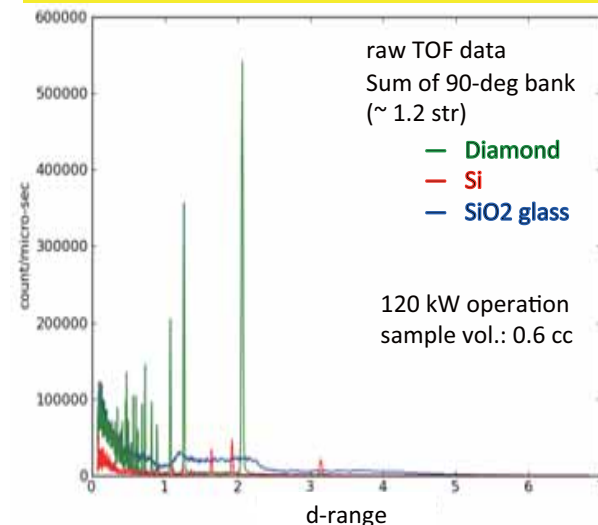
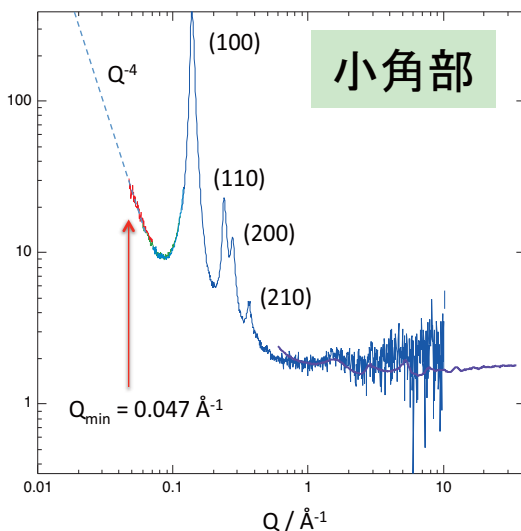
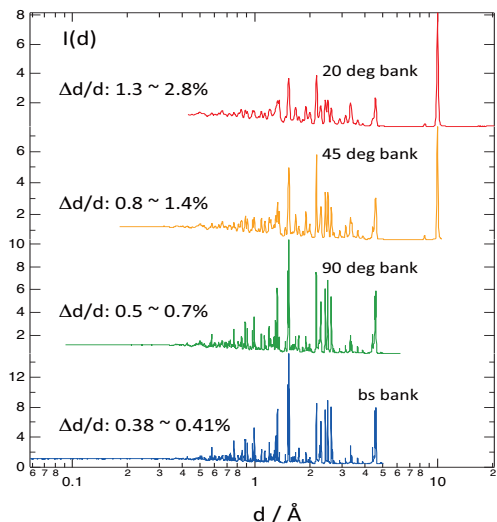
PSD: ヘリウムガス検出器
GEM: GEMモニター



種々のテスト実験

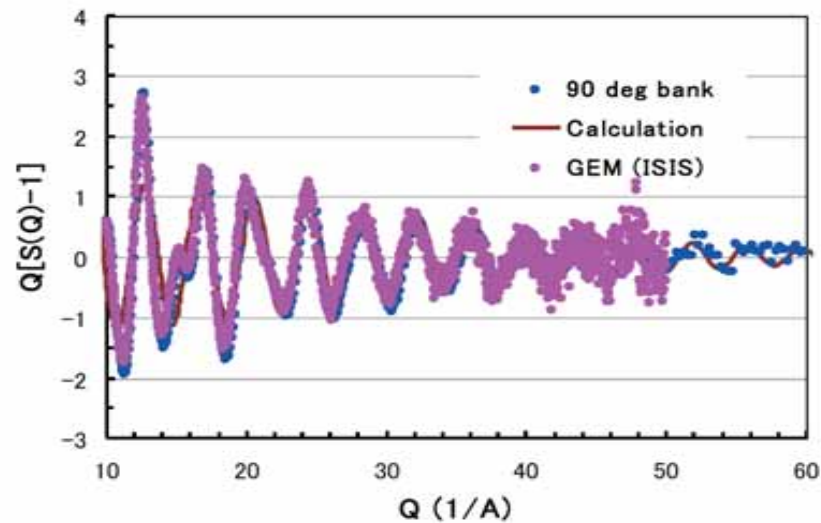
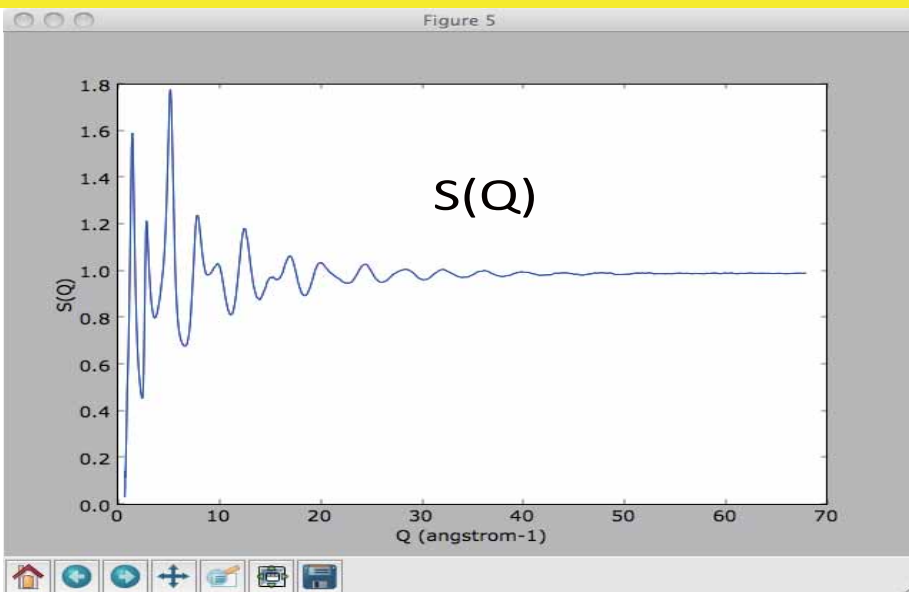
J-PARC陽子加速器のパワー: 120 kW (Max:1MW)

標準的な試料量: 0.6cc ~ 1cc

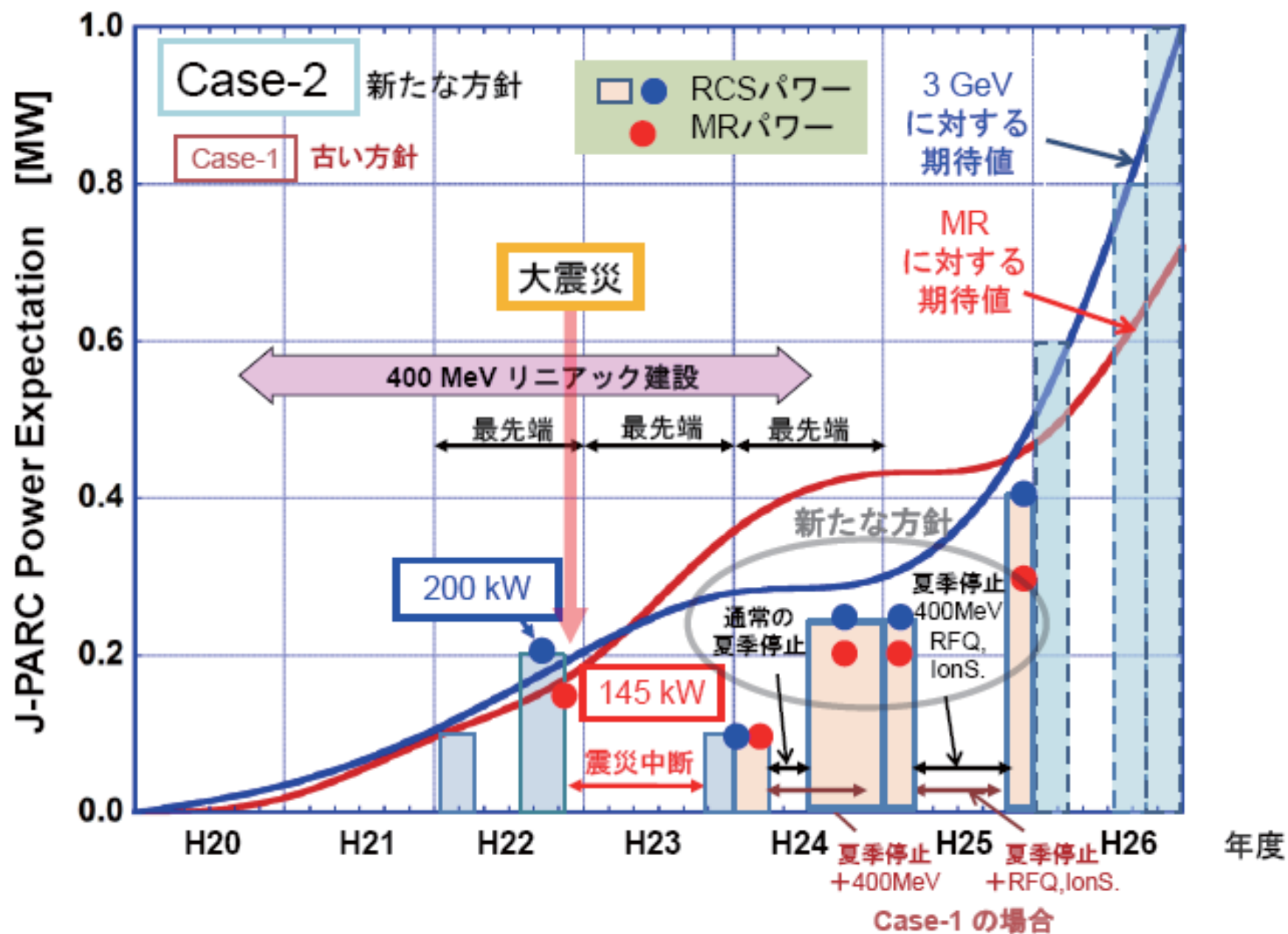


SiO₂ガラスのS(Q) 測定時間: 8時間 (平滑化处理無し)

ISIS-GEMの統計精度 Q範囲を凌駕



震災復旧後のH24,25年度の運転計画



ご静聴有り難うございました。

Acknowledgment:

京都大学 森 一広、小野寺陽平
岡山大学 伊藤恵司
高エネ研 大友季哉