

HRPD

(High Resolution Powder Diffractometer)

高分解能粉末中性子回折装置

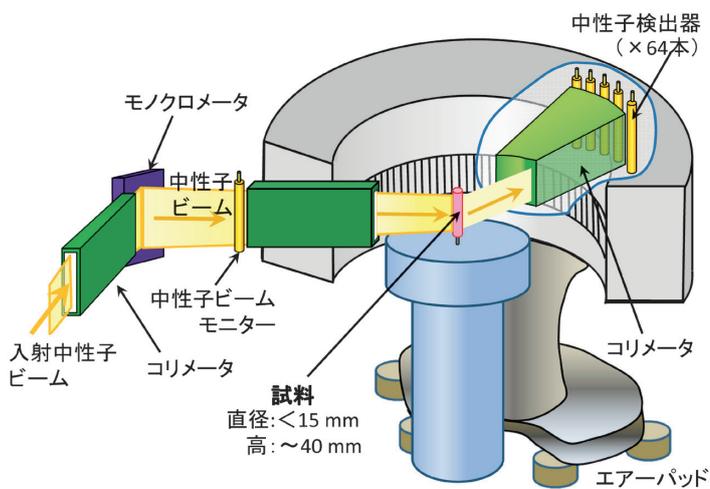
粉末や多結晶試料の
結晶構造や磁気構造の決定

概要

HRPD は、粉末試料や多結晶試料の結晶構造や磁気構造を調べるための高分解能中性子回折装置です。中性子の有する高い軽元素察知能力や磁気感知能力を用いて、水素や Li などの軽元素を含む物質の構造解析、小さな波数領域に現われる回折ピークを観察する必要がある磁気構造・磁気モーメントの研究に威力を発揮します。また、高分解能を活かした複雑な結晶構造を有する物質の解析や、変調構造を持った物質の研究にも適しています。

本装置では、高分解能を広い散乱角で確保するために、第 1 コリメータ及び第 3 コリメータの水平発散角を小さくし、モノクロメータ散乱角を大きくしてあります。また、測定効率を高めるために、擬湾曲型モノクロメータを用いて中性子を試料位置で垂直方向に収束するとともに、64 個の中性子検出器を散乱角の 2.5 度おきに配置し、同時に使用しています。

モノクロメータの入れ替えにより、波長 0.116 nm から 0.297 nm の単色中性子線が使用可能です。典型的な中性子波長 (0.1823 nm) を使用した場合、原子間距離 $0.9 < d < 25 \text{ \AA}$ の測定をすることができます。分解能は最良で $\Delta d/d = 0.18 \%$ です。また、低温装置 (4 K ~ 室温) や電気炉 (室温 ~ 1100 K) を用いた実験も可能です。



| | | | |
|------------------|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| 原子炉コリメータ水平発散角 | $\infty, (40'), (20')$ | | |
| 第1コリメータ水平発散角 | $6', 12', \infty(35')$ | | |
| モノクロメータ結晶サイズ(mm) | 20(W), 75(L), 10(t) | | |
| モノクロメータ結晶枚数 | 11 | | |
| モノクロメータ方式 | 水平方向擬湾曲型 | | |
| モノクロメータ散乱角 | 89° | (130°) | |
| 波長 (nm) | モノクロメータ種類 | | |
| | ホットプレス | Ge 331 | 0.1823 (0.2353) |
| | | (Cu 311) | (0.1531) (0.1976) |
| | (水平湾曲) | (Si 331) | (0.2301) (0.2969) |
| (Si 533) | | (0.1163) (0.1501) | |
| 第2コリメータ水平発散角 | (20'), 40' | | |
| 試料位置での入射中性子強度 | $1 \times 10^5\text{ n/cm}^2\text{s}$ | | |
| 測定角度範囲 | $5^\circ < 2\theta < 165^\circ$ | | |
| 散乱角精度 | 0.005° | | |
| 第3コリメータ水平発散角 | 6' | | |
| 中性子検出器 | 6 atm- ³ He | | |
| 中性子検出器数 | 64 | | |

利用研究例

図1は、水素伝導体 $\text{BaSn}_{0.5}\text{In}_{0.5}\text{O}_{2.75}$ の10 Kの粉末回折データをリートベルト解析プログラム RIETAN-FP で解析した結果です。これにより結晶構造パラメータ情報が得られます。さらに、マキシマムエントロピー法 (MEM) により、原子核密度分布を求めることもできます。

図2は、水素導入前後の $\text{BaSn}_{0.5}\text{In}_{0.5}\text{O}_{2.75}$ の原子核密度分布です。水素原子が隣接する酸素原子の近傍に分布している様子が見てとれます。

図3は、リチウムイオン2次電池用の正極材料 $\text{LiCo}_{1/3}\text{Mn}_{1/3}\text{Ni}_{1/3}\text{O}_2$ の原子核密度分布です。X線では解析が難しいLiの分布が観察され、Liはc軸に垂直な面上で拡散している様子がわかります。

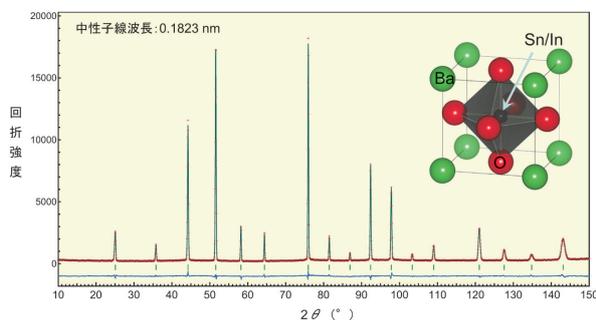


図1 水素伝導体 $\text{BaSn}_{0.5}\text{In}_{0.5}\text{O}_{2.75}$ のリートベルト解析

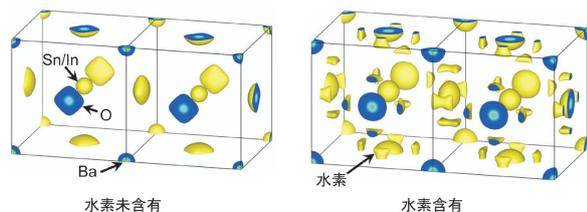


図2 $\text{BaSn}_{0.5}\text{In}_{0.5}\text{O}_{2.75}$ の原子核密度分布図(単位胞を2つ並べて表示)

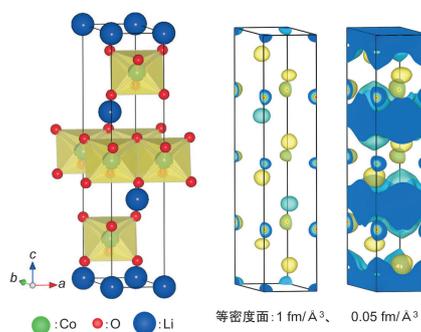


図3 リチウムイオン2次電池正極材の結晶構造と原子核密度分布