



高圧下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定： B-P-O 系化合物の超高圧合成と構造解析

丹羽 健, 廣瀬 瑛一, 長谷川 正
名古屋大学工学研究科

キーワード：高圧合成, キュービックマルチアンビルプレス装置

1. 背景と研究目的

我々は現在までに、キュービックマルチアンビルプレス高圧発生装置を用いて、いくつかのイオン伝導体の高圧合成に取り組んできた。その中の一つに BPO_4 に Li をドーピングさせたイオン伝導体がある。常圧下において、 BPO_4 は Cristobalite 型の結晶構造を持つ。この Cristobalite 型 BPO_4 を母体として Li をドーピングした $\text{Li}_x\text{B}_{1-x/3}\text{PO}_4$ ($x=0.01-0.20$) は、イオン伝導特性を発現することが報告されている[1]。一方、高圧下において BPO_4 は Cristobalite 型から α -quartz 型の結晶構造に高圧相転移することが知られている[2]。本研究では、高圧下で合成される α -quartz 型 BPO_4 に Li をドーピングさせた新規なイオン伝導体の合成を検討してきた。Li ドーピング量が微量であり、実験室系の X 線回折装置では BPO_4 への Li 固溶を判断することは難しい。そこで、高分解能なデータ収集が可能なあいちシンクロトロンでの粉末 X 線回折実験から Li ドープした試料を評価した。

2. 実験内容

名古屋大学において、 Li_3PO_4 および BPO_4 の混合粉末をキュービックマルチアンビルプレス装置を用いて高圧高温処理して得られた回収試料を使用した。回収試料をガラスキャピラリーに封入し、あいちシンクロトロンの BL5S2 にて粉末 X 線回折測定を行った。得られた回折データを解析することで、 BPO_4 への Li 固溶の影響等を評価した。

3. 結果および考察

Fig. 1 は $\text{Li}_x\text{B}_{1-x/3}\text{PO}_4$ (仕込み比 $x=0.3$) の XRD 測定の結果である。下側のプロファイルが 2 GPa, 773 K で、上側のプロファイルが 6 GPa, 1273 K で高圧高温処理後の試料の XRD プロファイルに対応する。それぞれ、Cristobalite 型と α -quartz 型の結晶構造で指数付けされた。高感度なあいちシンクロトロンでの粉末 X 線回折測定においても、不純物相 (Li を含む他の酸化物相) のピークが検出されなかった。以上の結果は、 α -quartz 型 BPO_4 への Li 固溶の可能性を示唆している。今後、より詳細に理解するため、物性測定の結果なども併せて総合的に評価する予定である。

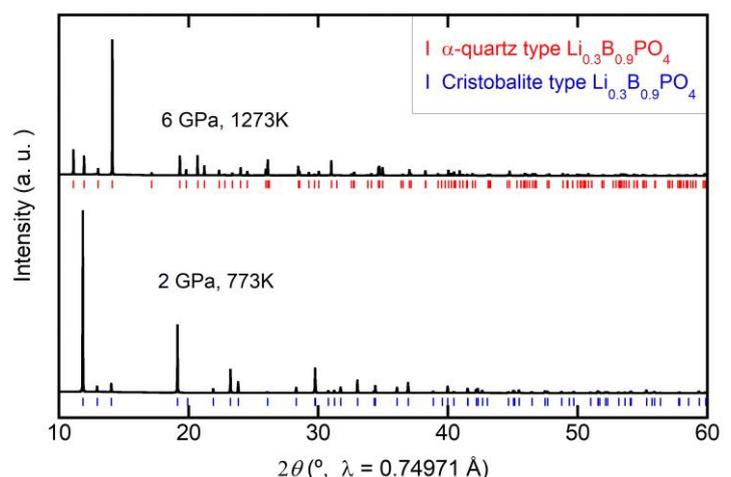


Fig.1 $\text{Li}_x\text{B}_{1-x/3}\text{PO}_4$ (仕込み比 $x=0.3$) の XRD プロファイル

4. 参考文献

1. Shan, *et al. Mater. Res. Bull.* 48 (2013) 2896-2900.
2. Glasser, *et al. Acta. Cryst.* 12 (1956) 820.