

(様式 2)

議事録番号

提出 平成 27 年 1 月 13 日

会合議事録

研究会名：構造物性研究会

日 時：平成 27 年 1 月 10 日 10:00-12:30

場 所：立命館大学びわこ・くさつキャンパス「エポック立命」K310 会議室

出席者：(議事録記載者に下線)

青柳忍 (名古屋市立大学), 有馬孝尚 (東京大学), 石井賢司 (原子力機構), 岩堀禎浩 (村田製作所), 笠井秀隆 (理研), 加藤健一 (JASRI), 河口彰吾 (JASRI), 木村滋 (JASRI), 久保田佳基 (大阪府立大学), 黒岩芳弘 (広島大学), 是枝聡肇 (立命館大学), 杉本邦久 (JASRI), 中尾裕則 (KEK), 西堀英治 (筑波大学), 福田勝利 (京都大学), 藤井康弘 (立命館大学), 藤原明比古 (JASRI), 森吉千佳子 (広島大学), 安田伸広 (JASRI), 若林裕助 (大阪大学)

計 20 名

議題：

10:00-10:05 開会の挨拶 (黒岩芳弘 (広島大学))

先端活用研究の紹介と利用研究の展望

10:05-10:35 電池分野における回折&散乱実験と放射光実験に対する要望
福田勝利 (京都大学)

10:35-10:55 単結晶時分割構造解析実験の現状と将来展望
青柳忍 (名古屋市立大学)

10:55-11:15 今後の物質科学の方向性について
有馬孝尚 (東京大学)

ビームラインの高度化計画

11:15-11:30 BL40XU の現状について
安田伸広 (JASRI)

11:30-12:00 BL02B1 の現状と BL02B2 の改造計画について
杉本邦久 (JASRI)

11:55-12:30 全体討論

- ・ 構造物性研究の将来展望と方向性について
- ・ BL02B2 に導入される新しい計測システムの利用について

議事内容：

・ 始めに黒岩代表より開会のあいさつがあった。会場準備に尽力くださった是枝聡肇先生（立命館大学）へ感謝の意を表した。

・ 「先端活用研究の紹介と利用研究の展望」と題して、福田勝利氏（京都大学）、青柳忍氏（名古屋市立大学）、有馬孝尚氏（東京大学）の3氏から発表があり、その後ディスカッションがあった。

・ 「ビームラインの高度化計画」として、本研究会メンバーがよく利用するX線回折 BL の担当者である安田伸広氏（JASRI）、杉本邦久氏（JASRI）から現状報告や改造計画の紹介があり、その後ディスカッションがあった。以下に発表と意見交換の内容を列記する。

BL40XU の現状について

- ・ BL40XU は高フラックスビームラインとして整備されている。
- ・ ハッチ1とハッチ2がある。ハッチ1は小角散乱やイメージングに利用されている。ハッチ2は2005年にCRESTにより建設され、時間分解測定やマイクロビームを用いた微小単結晶構造解析が可能である。2010年から共用利用開始された。
- ・ ハッチ2のX線ピンポイント構造計測装置について現状の説明があった。X線パルスセレクター（1 kHz パルス）、ゾーンプレートによるサブミクロン集光系（1 μm と 100 nm）、微小結晶の高精度アライメント（偏心誤差 $\pm 250 \text{ nm}/360^\circ$ ）1軸回転、2次元検出器のCCD（RIGAKU Saturn724）とIPが整備されている。可能な外場環境は、レーザー（光学定盤設置）、高温・低温測定（90 - 1000 K）、蛍光X線によるマッピング測定である。
- ・ BL02B1 との主たる違いは強度が大きいことである。BL02B1 ではビームサイズ $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ 時に $10^6 \text{ photon/sec}/\mu\text{m}^2$ であるのに対し、BL40XU では $10^7 - 10^{10} \text{ photon/sec}/\mu\text{m}^2$ である。2 μm サイズの結晶の構造解析用データも数10分から数100分の露光で測定可能である。

・マイクロビームと平行ビームとの切り替えの高速化と簡便化のためダブルビームステージの作成を行った。これにより 5-30 分程度で切り替えと調整が可能となった。ビームライン担当がいなくても切り替え可能である。

・自動四象限スリットの導入によるマイクロビーム精密構造解析用ビームサイズ調整機構を整備し、1 μm (マイクロビーム) から 50 μm (平行ビーム) の間で連続的にビームを変えられるようにスリットを自動化する計画が進行中である。マイクロビームを利用したユーザーの拡大を目指す。

・ビームがずれる原因について質問があった。人が近づく、時間がたつことによりビームがずれる。現状ではその都度調整し直すしかないが、原因を追及すべきではないかという意見があった。

・共用ビームタイムの内訳について質問があった。

・微小結晶一粒のピックアップの方法について、機材を導入したり粉体の分散の方法を工夫したりする必要性についてコメントがあった。

BL02B1 の現状について

・単結晶回折実験を主な目的として整備され、実験ハッチ内の上流に CCD 検出器と IP 検出器を整備した回折計 (主にこれを使用)、下流に多軸回折系が設置されている。

・DAC による高圧単結晶構造解析システムを整備した。シンテック社製 50 mm 角の時計型セル (分離型) を採用し、開口角 70° ($2\theta < 35^\circ$) の測定が可能である。手締めではなく加圧装置を用いた加圧を行う。ルビー蛍光圧力モニターシステムにより内圧を測定する。既存のゴニオメーターヘッドに取り付け可能である。下流から観察できるカメラを取り付け、大まかな試料位置を観察可とした。2015A 期から共用に供する予定である。

・現在使用可能な外場は温度、光、電場、圧力である。

・今後 SPring-8-II への対応を考える必要がある。Pilatus などの整備の可能性について議論した。

BL02B2 の現状と改造計画について

・2014B 期より河口彰吾研究員が B L 担当者として着任した。

・現在使用しているオフラインの IP 検出器 (FUJI BAS2500) は遅く、オフラインであるため、ユーザーフレンドリーさに欠ける。要望のあるオペランド測定などの多種多様な研究が可能な検出器にアップグレードが必要である。さらに、従来メーカーによる IP 読み取り機の製造およびメンテナンスが終了しているた

め、新しい検出器と入れ替えることが喫緊の課題である。

- ・ IP 検出器の問題をうけ、1次元半導体検出器 MYTHEN (thickness 1000 μm , with housing) を導入することが決定された。現状の IP の 1.5 倍の距離に設置し、 $\Delta 2\theta = 0.0075^\circ$ の測定を可能とする。6 個を連装して整備する予定である。

- ・ MYTHEN は 3 月に納入される。2015B 期からの共用開始を目指す。しばらくは MYTHEN と IP を共存させる。

- ・ MYTHEN では粉末試料の粒度がわからないため、Flat panel をとりつけて粒度確認をできるように整備する。

- ・ 6 連装で MYTHEN を使用する際、検出器間にギャップが生じる。このギャップを埋めるため、①Double step mode (検出器を移動させて $2\theta < 78.35^\circ$ を測定)、②Fixed mode (検出器を $\pm 45.1^\circ$ の 2θ 範囲に非対称に配置して固定。透過法など上下に回折線が観測される場合は使用可) の 2 つのモードを準備する。

- ・ MYTHEN 検出器による電子密度解析は困難であるとの指摘があった。MYTHEN は既に理研 BL にて加藤研究員によって整備されつつあるため、情報交換しながら作業を進めていく旨が確認された。

- ・ オプションとして、高角度分解測定が可能な Long arm mode ($\Delta 2\theta = 0.0025^\circ$) を整備する。

- ・ MYTHEN 検出器の迅速読み取り性能を活用したミリ秒～秒の時間分解測定の可能性を検討する。

- ・ 温度変化用吹き付け装置の常設化を行う予定である。低温装置を上流側、高温装置を下流側に常設する。これと関連して、スペース確保のためゴニオメータ全体を 1 m 下流に移動する予定である。

- ・ サンプルチェンジャーを積極的に活用し、ユーザー獲得を目指す。

上記を受けて、今後の構造物性研究会や BL の戦略について議論した。SPring-8 で中心的に実験している人だけの会合ではなく、非利用者からの意見も聞くようにし、そのような活動の中から次世代ビームを利用した研究テーマの議論を行う必要があるとの意見があった。

以上

電池分野における 回折&散乱実験と放射光実験 に対する要望

福田 勝利
京都大学 産官学連携本部



今日の内容

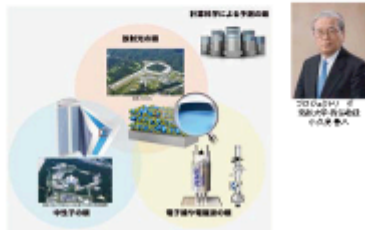
放射光 X線回折法を用いた電池反応解析
(応用&産業界)

X線回折と分光の融合による新しい構造解析技術
(基礎研究)

今後に向けた要望



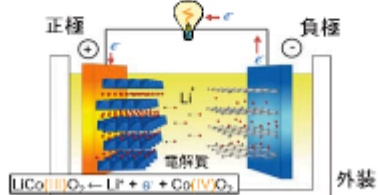
革新型蓄電池先端科学基礎研究事業 (RISING: Research & Development Initiative for Science Innovation of New Generation Batteries)



広い見地に立ち、電池の根本現象を解明できる手法の開発に挑む

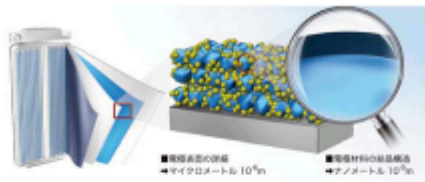
蓄電池は複雑系デバイス

リチウムイオン二次電池



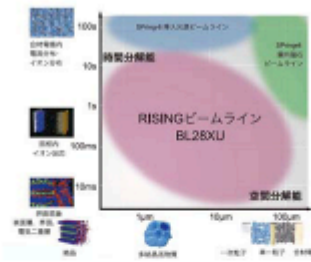
どこから「電子」が来て、どこに「電子」が蓄納されるのか？

進行中の電池反応を理解したい



反応の時間・空間分布が、蓄電池の性能、
寿命の劣化、不安定性の解明につながる

蓄電池解析に要求されるオーダー



現象解明には、数桁にわたる時間と空間の反応解析が必要

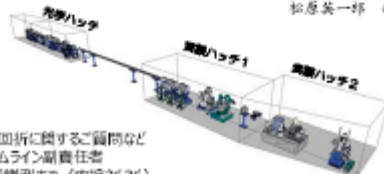
蓄電池専用ビームライン(BL28XU)

RISINGビームライン概略 (2012年4月29日)

- 5 - 30 keVのレーザーのようなX線
- 走査放射光学系 (顕色光が写れる)
- 蓄電池開発に特化した機器を常設



ビームライン責任者
松原英一 教授



BL回折に関するご質問など
ビームライン副責任者
福田勝利まで (内線:3636)

© Synchrotron Radiation Research Center

今日の内容

✓ 放射光 X線回折法を用いた電池反応解析

X線回折と分光の融合による新しい構造解析技術

今後に向けた要望



リチウム二次電池のオペランド分析の難しさ 14

- 電池にとって放射光の照射ダメージが無視できない
⇒ 極度に小さく集光したビームでは何を見ているのかわからない・・・
- 電池サイズがmmから数cmのオーダー
⇒ 大きなビームでも利用価値がある
- 通常外装や電解液を伴うため埋もれたサンプルの分析になる
⇒ 場所を狙う、あるいは特定する必要がある
- 大型電池には透過能が必要（多くが金属集電箔を利用）
⇒ 高エネルギー X線回折 & 散乱ビームラインが少ない
(BL28XUでは38keV上限)

ゴニオメーター付グローブボックス 16

試料環境制御の究極の形として・・・

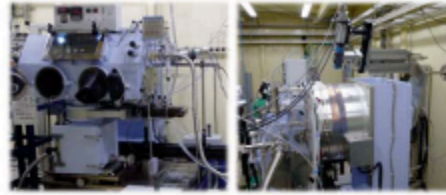


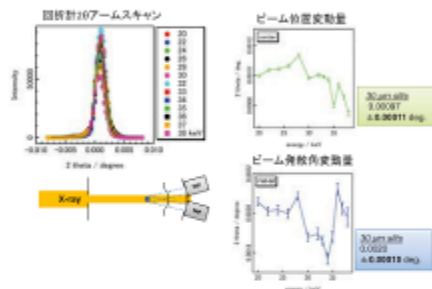
図20.1.12(14) 8. Ohno et al. Research Frontiers 2015, 204

疑似焦点法とカメラ法 17

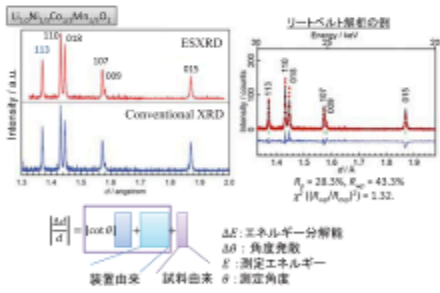


- 角度走査型X線回折
 $\lambda = 2d \sin \theta$
 d と θ のデータ
- 波長走査型X線回折
 $\lambda = 2d \sin \theta_{\text{固定}}$
 λ と d のデータ
- 透過法
(キャビラリー含む)
- 反射法

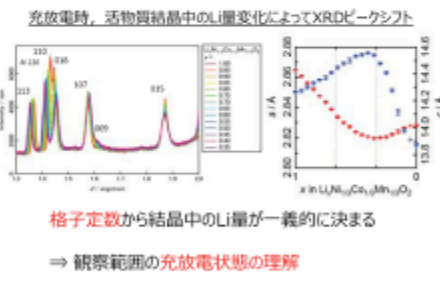
RISINGビームライン定出射・定発散光学特性 18



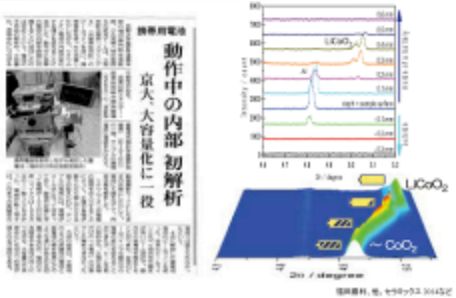
角度走査型と波長走査型の比較 19



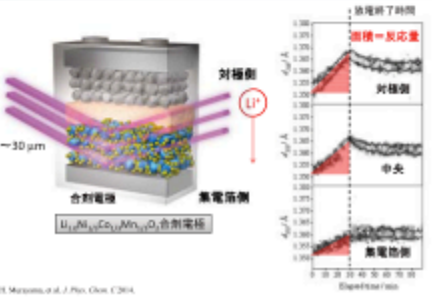
電池のXRD測定から何がわかるか? 20

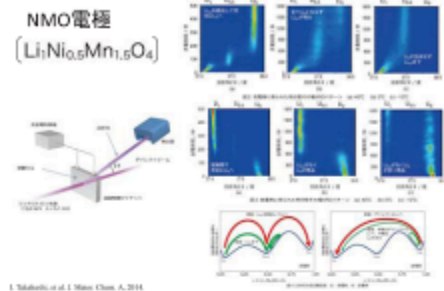


携帯電話用蓄電池のオペランド解析 21

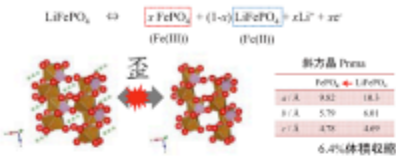


波長走査型X線回折による反応分布の解析 22

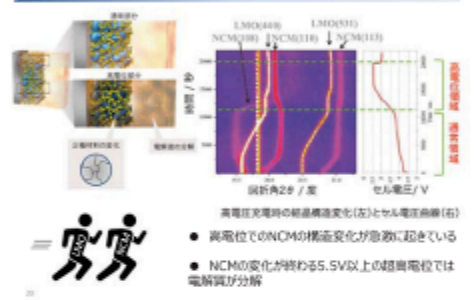
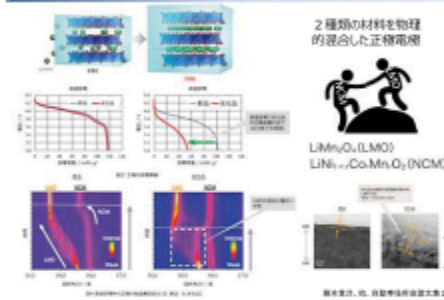




- ほとんど全組成領域で二相共存反応 (出力電位一定)



LiFePO_4 と FePO_4 は同一の結晶構造をもつが、電子定数が異なるため、相転移により大きな整合歪が発生し、その結果、蓄電池反応が大きな影響を受けることが知られている。

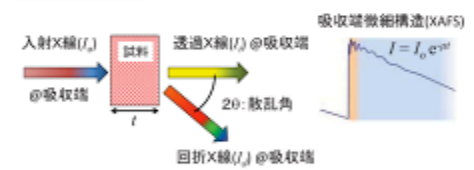


今日の内容

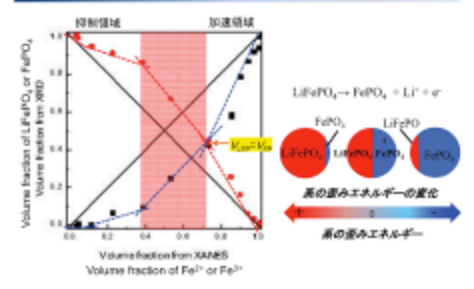
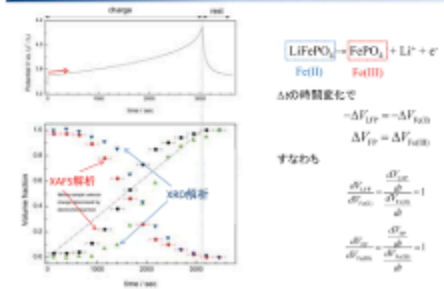
放射光 X 線回折法を用いた電池反応解析

- ✓ X 線回折と分光の融合による新しい構造解析技術

今後に向けた要望



- 測定する電池は一つなのにそれぞれ別に測定するのは時間の無駄?
- 一緒に測定すると新しいことができる?



X線回折のXAFS ⇒ 高速DAFS 33

吸収端微細構造(XAFS)

入射X線(I_0) @吸収端

透過X線(I) @吸収端

2θ: 散乱角

回折X線(I_1) @吸収端

回折されたX線にも吸収端微細構造が顕れる
DAFS (Diffraction Anomalous Fine Structure)

蓄電池におけるDAFSのメリット 34

構造因子 $F(\mathbf{G}) = \sum_j f_j \exp(i\mathbf{G} \cdot \mathbf{r}_j)$

回折強度 $I(\mathbf{G}, E) = |F(\mathbf{G}, E)|^2$

蓄電池には避けられない湿ざりモノ中
それぞれの相の各元素のXAFS解析ができる

「位相回復」 35

構造因子(複素表示)

$$F(\mathbf{G}, E) = F_1(\mathbf{G}) + F_2(\mathbf{G}, E) + iF''(\mathbf{G}, E)$$

$$= |F(\mathbf{G}, E)| \exp(i\phi)$$

Logarithmic Dispersion Relation の導入

$$\ln F(\mathbf{G}, E) = \ln |F(\mathbf{G}, E)| + i\phi$$

$$\phi(E) = -\frac{2\pi}{\alpha} \int_{E_0}^E \frac{\text{Im} F(\mathbf{G}, E')}{(E' - E)^2} dE'$$

Ni金属相のXAFS/DAFSスペクトル

— XAFS extracted from DAFS

— XAFS extracted from XAFS

T. Komagishi et al. / Synchrotron Rad. 2014

カチオンミキシング問題へ 36

置換岩塩構造・リチウムイオン蓄電池正極材料の代表的な結晶構造

| 充放電試験前 | 充放電試験後 |
|------------------------|-----------------|
| 充放電前はLiおよび遷移金属が特定位置を占有 | 空いたLi位置へ遷移金属が移動 |

BL28XUビームラインの今後 39

IMAGING (Next target)

XRD: Diffraction, LRD(SRD), Structure, Symmetry

DAFS: Site-selectivity, Spatial-selectivity

XAFS: Absorption Edge, SRO, Valence

AXS/MAD: Valence

- 高エネルギー
- エネルギー一定型
- 大焦点
- 環境制御
- 時分割
- 全反射
- 時分割
- 深さ分解
- 直接法
- 同時測定

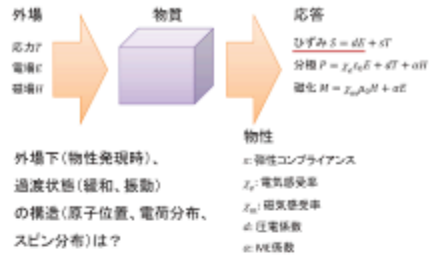
放射光実験に対する要望 40

- 高エネルギー用一次元&二次元検出器
 - 高エネルギー領域のデバイセラーカメラや波長走査型XRDイメージングなど
- 高エネルギー分解能一次元&二次元検出器 (~200 eV)
 - 異常散乱やDAFSのS/N向上など
- 高エネルギー用アンジュレーター光 (~80 keV)
 - 遷移金属が多い電池系においてBL28XUでは透過能が不足気味

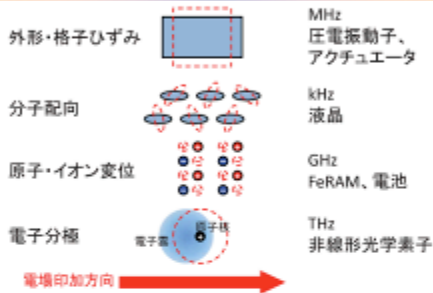
単結晶時分割構造解析の現状と将来展望

名古屋市立大学
青柳忍

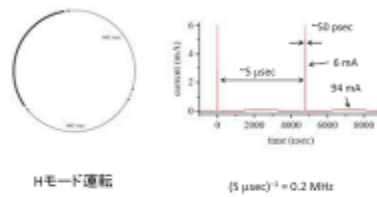
物質の外場応答(物性)



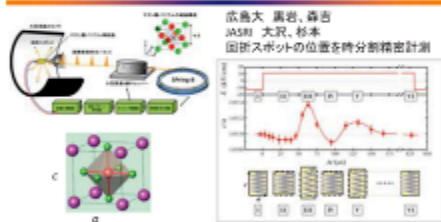
物質の電場応答とその速度



SPring-8の単バンチX線

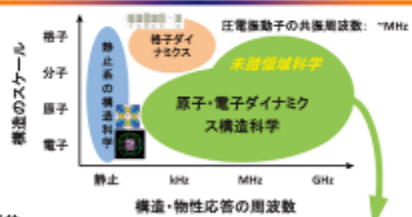


強誘電体の電場による格子ひずみの時分割計測



圧電応答による格子ダイナミクスの計測に成功
分子・原子のダイナミクスは？

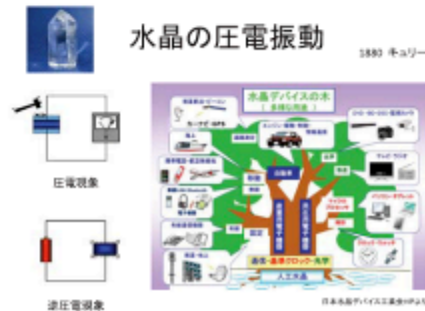
研究目的



最近の成果

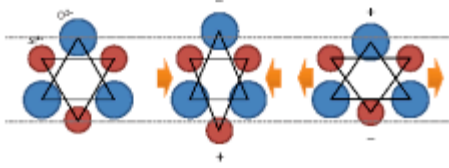
- ・水晶の圧電振動のサブナノ秒時分割構造解析
- ・LiTaO₃の分極反転に伴う構造変化の計測

水晶の圧電振動





古典的モデル

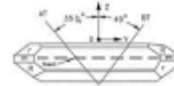


Meissner, A. Z. Tech. Phys. 6, 74-77 (1927)

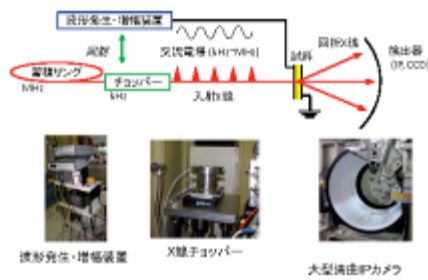
電場下X線回折



ATカット水晶共振子
直径 5mm, 厚さ 10µm



電場下X線回折 (SPring-8 BL02B1)



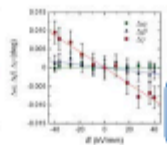
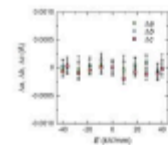
電子発生・増幅装置

X線モノクロマー

大型真空チャンバ

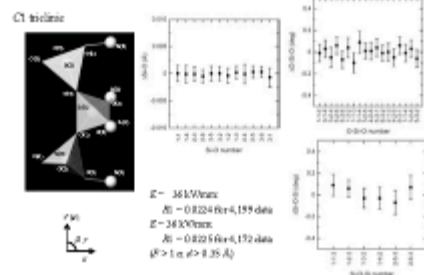
静電場下X線回折

PS₂₁
CuTbCuMn
a = 0.4 nm
b = 0.2 nm
c = 0.4 nm



d_{10} 0.22 nm/V
 d_{11} 0.079 nm/V
 d_{20} 2.21 nm/V
 d_{21} 0.717 nm/V
<http://www.chem.s.uoi.ac.jp/>

静電場下結晶構造解析



$E = 36 \text{ kV/cm}$
 $\lambda = 0.8204 \text{ \AA}$, 159 data
 $E = 24 \text{ kV/cm}$
 $\lambda = 0.8205 \text{ \AA}$, 172 data
($\lambda > 1 \text{ \AA}$, $d > 0.35 \text{ \AA}$)

共振の利用

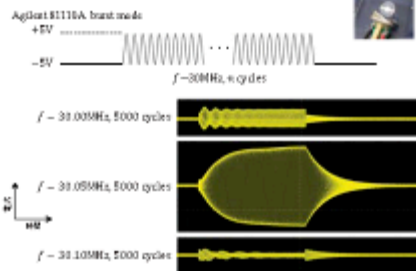
ATカット水晶

$$\text{共振周波数 } f_0 (\text{MHz}) = \frac{1.67}{\text{厚さ } t (\text{mm})}$$

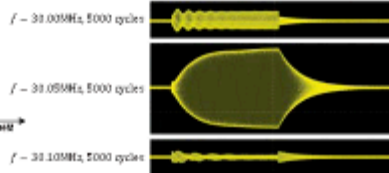


$t = 55 \mu\text{m}$
 $f_0 = 30 \text{ MHz}$

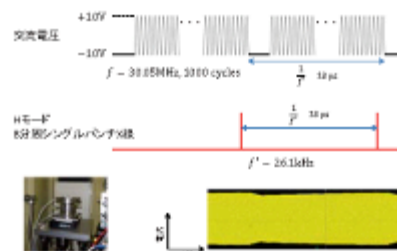
水晶の共振



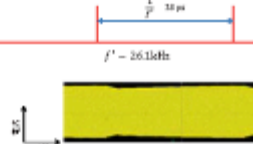
Agilent 81116A, burst mode
+5V
-5V
 $f = 30 \text{ MHz}$, n cycles



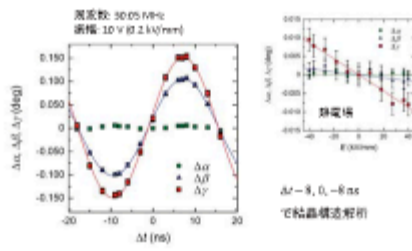
SPring-8との同期



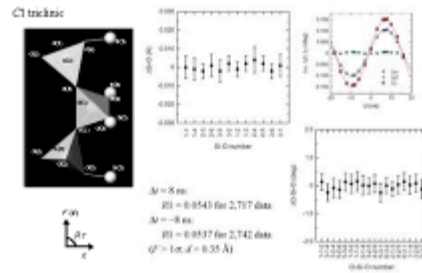
交流電圧
+10V
-10V
 $f = 30.05 \text{ MHz}$, 2000 cycles



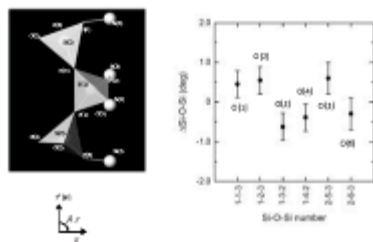
交流電場下時分割X線回折



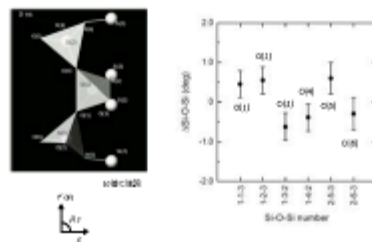
時分割結晶構造解析



時分割結晶構造解析



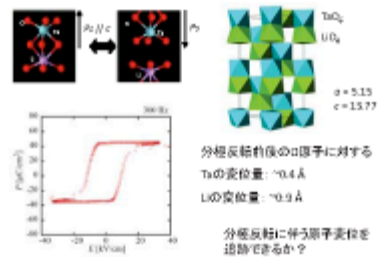
時分割結晶構造解析



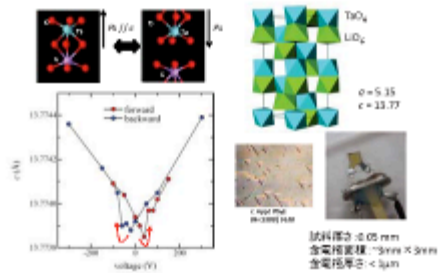
最近の成果

- ・水晶の圧電振動のリブナ秒時分割構造解析
- ・LiTaO₃の分極反転に伴う構造変化の計測

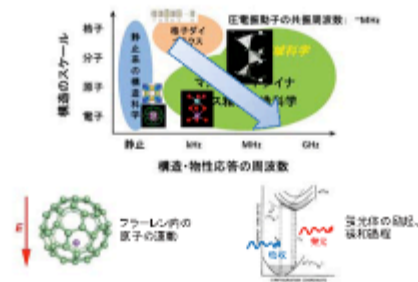
LiTaO₃の分極反転



LiTaO₃の静電場下X線回折



将来展望



今後の物質科学の方向性

有馬 孝尚
東京大学 物質系専攻
理化学研究所 創発物性科学研究センター

物質科学が取り組むべき課題

- >物性物理
- >物質開発
- >物質応用

量子位相

高機能材料

持続可能社会

環境 資源
エントロピー (エネルギー変換)

・ナノ材料・薄膜電気・有機物材料・超伝導材料
・先端材料・ナノ材料・人工知能・環境材料・ナノ材料
・量子材料・超伝導材料・ナノ材料・ナノ材料
・ソフトマテリアル・ナノ材料・超伝導材料
・超伝導材料・ナノ材料・超伝導材料

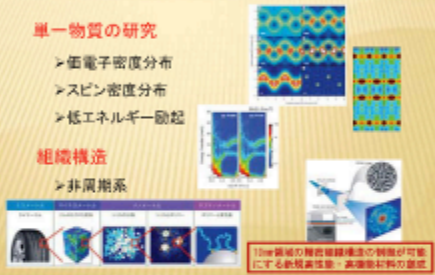
高機能材料開発に資する構造物性研究

単一物質の研究

- >価電子密度分布
- >スピン密度分布
- >低エネルギー励起

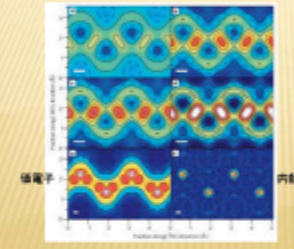
組織構造

- >非周期系

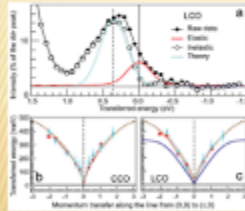


X線非線形光学：エネルギー選択計測

K. Tamada et al., Nature Phys. (2010)



共鳴非弾性散乱で観る電子励起



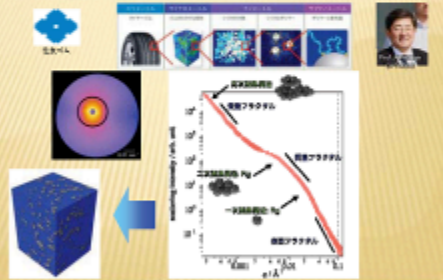
エネルギー分解能 1 meV

輸送現象
熱物性
高速情報処理

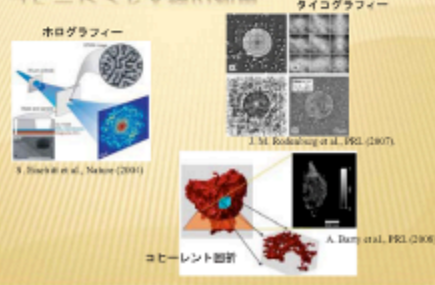
電圧 ~ 25 mV
1 THz ~ 4 meV

L. Brozoski et al., Phys. Rev. Lett. (2005)

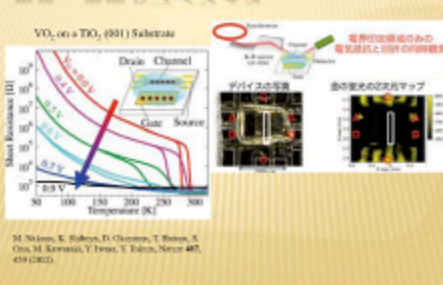
小角散乱による階層構造の解析



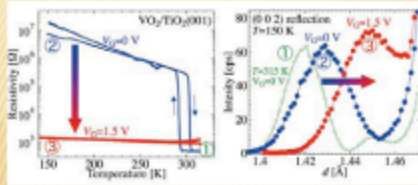
コヒーレントX線の利用



電気二重層トランジスタ



トランジスタ動作下での構造研究

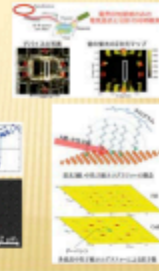


・電界誘起相転移は薄膜全体で発生
 ・温度、X線、圧力誘起の金属相と異なる新しい相
D. Uspakov, M. Nakano et al., to appear in Appl. Phys. Lett.

持続可能社会実現に資する構造物性研究

オベランド計測

ピンポイント計測



量子位相測定へ向けて

巨視的コヒーレンス

> 超高速ポンブプローブ測定



電子の波動関数・単一励起の量子位相

????

How to study wavefunctions

Accurate structure analysis + Computing science

Photoemission spectrum in many Brillouin zones

Resonant x-ray scattering

今後の展開例：ブロッホ状態の決定

スピン/角度分解光電子分光

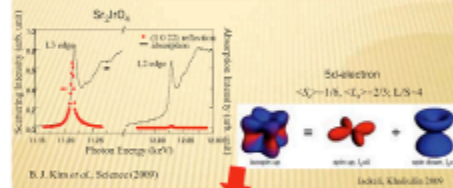
$$E_n(\mathbf{k}, \sigma)$$



$$\Psi_{nk}(\mathbf{r}, \sigma)$$

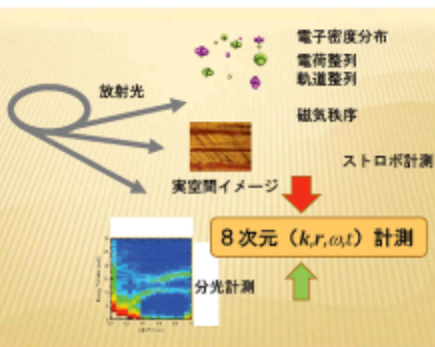
↔ 複数ブリュアンゾーンでの遷移確率比較

散乱+分光による波動関数研究



Fractional Charge, Helical Edge Mode, Quantum Spin Hall Effect

将来展開例：中性子、X線を用いたより直接的な観測



BL40XUの現状について

JCR
ナノテクノロジー利用推進グループ
安田 伸哉

BL40XUビームライン

高圧X線のビームライン

- ハッチ1は中角散乱やイメージングに利用
- 2005年にCRESTでハッチ2を建設
- 時間分解測定
- マイクロビーム
- 微小単結晶構造解析

2010年度より社会利用開始

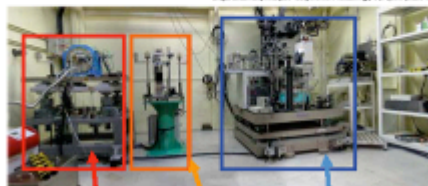
- X線回折測定を中心として利用してもらう
- 高精度X線を利用した単結晶構造解析
- マイクロビームによるマッピング
- 時間分解測定ユーザーは今のところはない
- 1パルス放射光によるイメージング

- BL40XUの概設計
- ビームラインのユーザーの増進と成果
- 蓄積高度化

について報告する。

X線ピンポイント構造計測装置の概観 SPring-8 BL40XU

Spring-8, xrt, xrt (Customer Portal) 4/25/2018 (Sat)



- ◆X線ハルスマネージャー (XPS) 検出器10台による高圧放射光の検出
- ◆S(111)アンチシンクのフォトモニターによる高圧放射光のモニタリング
- ◆ピンポイント構造計測装置の概観

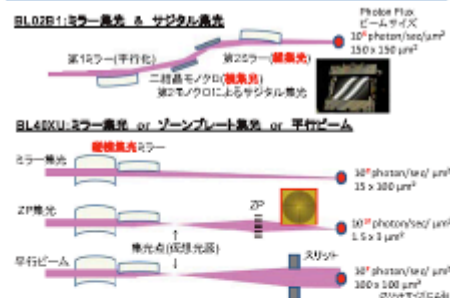
ピンポイント構造計測装置

高精度単結晶構造解析 高分解測定 未知なる結晶構造解析

◆高圧放射光
1) ツーンプレートを使用したサブマイクロビーム
High Flux Type (高強度型)
ビームサイズ 1.20 x 1.40 μm @ 15keV
High Resolution Type (高解析型)
ビームサイズ 70 x 87 nm @ 15keV

◆微小結晶の高圧型マイクロビーム
1) 高精度マイクロビーム
中心位置 ±25.0 nm / 5σ
1 検出器 10 検出器
2) 高精度のための多次元検出器
3) 単結晶... CCD検出器 (gate Satur 720)
検束... イメージングプレート (20 x 40 cm)
4) 高精度・高圧検出器の制御
5) レーザー用光學定数
6) 高精度・高圧検出器の同時測定が可能
7) 高精度・高圧検出器の同時測定が可能
8) 高精度・高圧検出器の同時測定が可能

BL02B1とBL40XUの集光光学系の比較



集光X線による微小単結晶構造解析

◆2 x 2 x 2 μm³ Cytidine (C₄H₅N₃O₂) (2015keV) 測定時間 25分

◆600 x 600 x 300 nm³ BaTiO₃ (0015keV) 測定時間 160分

Micro-crystal image, Diffraction image, R_{int}, R_σ, 2θ_{max}, Completeness

BL40XUで解析された結晶の例

1) 2D分子構造の高精度構造解析 (110x20x10 μm)

2) 3D分子構造の高精度構造解析 (175x90x12 μm, 197x85x10 μm)

3) 3D分子構造の高精度構造解析 (114x112x5 μm)

4) 3D分子構造の高精度構造解析 (123x7.7x5.5 μm)

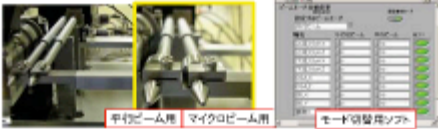
ビームライン利用ユーザーの推移



ダブルビームステージの作成

2023.1.10
最終版10/24改訂

マイクロビームと平行ビームへの切り替えの高速化と複雑化
これまでは汎用のモード切替
・調整と手動でのみスリットなどの調整が必要であった

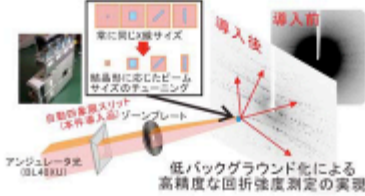


マイクロビーム精密構造解析用ビームサイズ調整機構

2023.1.10
最終版10/24改訂

マイクロビーム 10ナノロン
平行ビーム 最小で500ナノロン
・中程度のビームを扱いたい
・マイクロビームによるラフスケッチで大きなビームを扱う
・手差しスリットをいらいち交換しに行かない(簡便性、位置精度)

連続的にビームを変えられるようにスリットを自動化する



まとめ

2023.1.10
最終版10/24改訂

- ・SL4000 ハッチ2
 - ・高精度な調整を利した微小構造精密解析
おなじみの平行ビーム などが利用可能
 - ・最近ではシングルショットによるイメージングがハッチ2で実現
 - ・ISA機は長期課題が2件ある予定
- ・解析計は少しづつ改良中
ダブルビームステージとビームサイズ調整機構の導入
マイクロビームを利用したユーザーの拡大

BL02B1の現状—まとめ

SPRING-8

DAICによる高圧実験の実現化を目指して、ハード・ソフトウェアの整備を行っている。今後は、低温・高圧実験の装置整備を行っていく予定である。

現在

| 観測分野 | 手法 | 設備 |
|---------|-----------|------|
| ✓ 物性物理 | ✓ 微小撮像顕微鏡 | ✓ 温度 |
| ✓ 有機化学 | ✓ 精密構造解析 | ✓ 光 |
| ✓ 天然物化学 | ✓ 精密分解測定 | ✓ 電場 |
| | | ✓ 圧力 |

未来

SPRING-8IIへアップグレード?

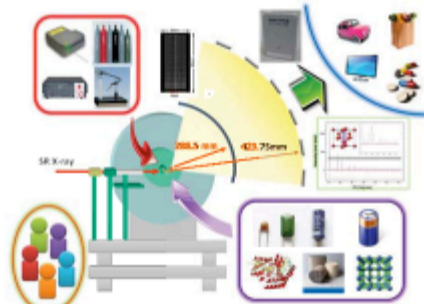
検出器: IP, CCD→PLATUS, 内作検出器?

ロボットによるハイスループット化→ターミネーションシステムの構築?

BL02B2の改造計画

BL高度化: 迅速オペランド構造計測ステーションの整備

SPRING-8



検出器: MYTHENへアップグレード

SPRING-8

2次元検出器 Imaging Plate



2θ range = 75°
Stop angle 0.01°

1次元平面検出器 MYTHEN



2θ range = 78°
Stop angle 0.0075°

- 高速データ読み込み
- 読み取りノイズフリー
- 固定角度の制御

MYTHEN—Module specifications

SPRING-8

| Parameter | Value |
|---|--|
| Material | Siemens |
| Detector principle | Siemens (Siemens) detector |
| Detector position | Single or double |
| Detector diameter (mm) | 200, 400, 600 |
| Number of channels/modules | 1280 |
| Management of channels | One-dimensional, single row |
| Specific area (width x height) (mm ²) | 34 x 10 |
| Dimensions of one channel (width x height) (mm ²) | 32 x 1000 |
| Resolution (mm) | 0.5 |
| Maximum count rate (per channel) | 1 x 10 ⁶ |
| Dynamic range (SR) | 4.0, 16, 32, 127, 511 |
| Energy range (keV) | 1-40 |
| Peak discrimination | 1 channel |
| Power consumption (W) | 2 |
| Cooling | No cooling. Thermal stabilization is recommended for low energy threshold (SR) |
| Detector resolution | 100 μm, 400 μm, 600 μm |
| Maximum (SR) (SR) | 10, 10, 10 |
| Minimum (SR) (SR) | 10, 10, 10 |
| Resolution | 10, 10, 10 |
| Counting | 1 channel |
| Dimensions (SR) (SR) | 11 x 100 x 10 |
| Detector output (SR) | 20 |
| SR resolution | Yes |
| Connector | 32 pin female D50, 32 pin male LEM |

Efficiency of 300, 450 and 1200 μm sections, measured at PTB, BMSV (1, 40) using similar detector (PLATUS).

MYTHEN detector control system DCS6

SPRING-8

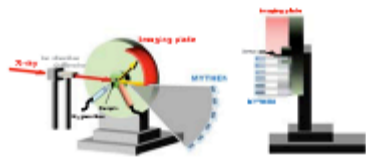


| Parameter | Value |
|--|--|
| Form factor | 1U |
| Power consumption (W) | 20 |
| External Trigger Gate | 3.3V LVPECL |
| Cooling | Air cooled |
| Dimensions (WxDxH) (mm) | 200 x 415 x 300 |
| Weight (kg) (incl. detector module and data cabling) | 4.5 |
| Power supply | external power supply 5.0 V DC 1.0 A, size 4.7 x 2.2. Please supply. |

* The effective frame rates depend on the number of connected modules, the adjusted dynamic range (SR, SR, SR) and the used protocol (TOP, LEP).

IPによる測定

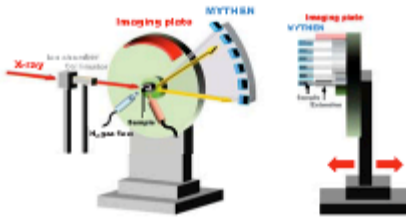
SPRING-8



当型(少なくとも2015年度中), IPを用いて実施していた既存の実験の継続可能。

MYTHEN MODE

SPRING-8



Hot point を設置し、粉末試料の均一性を確保できるようにする。

MYTHEN—データ測定 SPRING-8

Double step mode

$2\theta < 78.35^\circ$ MYTHEN 1K

1st step $2\theta = 0^\circ$

2nd step $2\theta = 6.25^\circ$

- > 2ステップで、 $2\theta < 78.35^\circ$ の領域を測定。
- > 測定時間は、Fast mode の2倍必要。

Fast mode

$2\theta < 43.1^\circ$ MYTHEN 1K

$2\theta = 0 \sim 3.5^\circ$

- > 検出器固定で、 $2\theta < 43.1^\circ$ の領域を測定。
- > 両側分析(分割)実験が可能。
- > キベツラリーによる測定のみ対応。

Option - Long arm SPRING-8

500mm

Stop angle 0.002°

2θ range $\sim 3.2^\circ$ /module

※背に格子定数の大きい(シバ)物質)結晶や角度分解能を必要とする実験に対応。

低温・高温装置の設置場所変更 SPRING-8

低温装置を上向き、
高温装置を下向きに半設

ゴニオメーターを
30cm下に移動

BL02B2の高度化計画のまとめ SPRING-8

- ✓ 遠征オペレータ専用計測ステーションの整備。
- ✓ IPの代替となる半導体検出器MYTHENを導入。
- ✓ MYTHENの共有開始時期は、2015年秋から。
- ✓ 装置(少なくとも2015年度)は、IPとMYTHENの両方で運用する。
- ✓ MYTHENのカマフラ半径は、現行の1.5倍とし、角度分解能は、 $0.01^\circ \rightarrow 0.007^\circ$ へ。
- ✓ データ測定は、Double step mode ($2\theta < 78.35^\circ$) と Fast mode ($2\theta < 43.1^\circ$) の2種類。
- ✓ オプションとして、1モジュールは、カマフラ半径4倍でのデータ測定が可能。
- ✓ 低温、高温状態付け装置の取付け→ゴニオメーターを1m下向き移動。
- ✓ サンプルチェンジャーの常設化により、データ測定の入ループアウトの向上を目指す。
- ✓ Mail in systemも視野に入れた運用を検討する。