

(様式 2)

議事録番号

提出 平成 28 年 9 月 15 日

会合議事録

研究会名：構造物性研究会ユーザーミーティング

日 時：2016 年 8 月 29 日 10:00 - 12:00

場 所：関西学院大学三田キャンパス VII 号館 104 教室

出席者：(議事録記載者に下線)

木村滋(JASRI)・増野敦信(弘前大学)・河口彰吾(JASRI)・西堀英治(筑波大学)・杉本邦久(JASRI)・小林浩和(京都大学)・下野聖矢(大阪府立大学)・久保田佳基(大阪府立大学)・森吉千佳子(広島大学)

計 9 名

目的:

今年度、構造物性研究会の継続が承認されてから初めての会合である。本会合では、SPring-8 で展開されている硬 X 線を用いた構造物性研究について、会員間で情報を共有し、今後の展望について議論する。また、それらに基づき、構造物性研究における SPring-8 の利用者の動向を調査し、SPring-8 次期計画に関する事項を含め意見を集約する。今回は、会員の多くが利用している BL02B2 粉末構造解析ビームラインでの利用研究を中心に議論する。

2015B 期から、BL02B2 粉末構造解析ビームラインにおいて、新しく一次元検出器が導入され、大型デバイシェラーカメラは、半導体検出器多連装型回折計へと改造された。従来のイメージングプレートによる検出器と併用できるようにもなっている。また、1200℃まで昇温できる高温装置や共用のガス導入装置が導入され、後期より本格的な利用研究が開始されると聞いている。今回の会合では、まず、ビームライン担当者および PU 代表者からそれぞれの装置の仕様や利用について紹介いただく。そして、これらの装置を使った新分野・新領域に関する研究開発についてニーズを調査し、総合討論の中で利用研究について意見交換する。討論に先立ち、SPring-8 でガス導入装置を用いたナノ構造体の研究や高温でのアモルファス→結晶化の研究をされている先生方に話題提供していただき、今後の研究開発成果の展開を議論する参考にする。

プログラム :

- 10:00 - 10:05 開会の挨拶
木村 滋 (JASRI)
- 10:05 - 10:20 BL02B2 に導入されたガス導入装置と BL の現状について
河口 彰吾 (JASRI)
- 10:20 - 10:35 BL02B2 に導入された高温装置と PU 活動について
森吉 千佳子 (広島大学)
- 10:35 - 11:05 水素雰囲気下 *in situ* 放射光 X 線回折を用いた金属ナノ構造体のその場測定
小林 浩和 (京都大学) 【招待講演】
- 11:05 - 11:35 無容器法で合成した準安定相の構造解析
増野 敦信 (弘前大学) 【招待講演】
- 11:35 - 12:00 総合討論および利用者の動向調査に関する議論
進行役 木村 滋 (JASRI)

議事内容 :

○木村氏よりご挨拶と趣旨説明

○BL02B2 ビームライン担当者河口氏より最近のBL02B2 のアップグレードについて発表があった。

- ・ 2014B 期までは IP 検出器だけが使用可
2015A 期から半導体検出器 MYTHEN 1K の 6 連装も使用可
- ・ 利用者の約 8 割が半導体検出器の方を利用
- ・ MYTHEN 検出器による迅速なその場観測のできる環境整備を開始
- ・ 2016B 期より新型サンプルチェンジャーを導入、使用可
低温・高温窒素吹付装置 (90 K - 1073 K) と干渉しない
チェンジャーによる試料交換時間は、1~2 分/1 試料
- ・ 2016B 期よりヘリウムガス吹付低温装置 25 K - 300 K を導入、使用可
本来は 10 K まで冷却できる能力を有する
現実的には 27 K までの冷却
下向きに設置せざるを得ないことが原因と推定
He 消費量 28000 L/day、温度安定性 ±0.2 K
- ・ ガス・真空ハンドリングシステムの整備 (ホルダ・ライン) を開始
キャピラリ 0.4 or 0.5 mm φ (O リングのサイズ)、長さ 20 - 25 mm

低温・高温窒素吹付併用可能を目指す

立ち上げ時間は数分、キャピラリを持参するだけで測定できることが目標
オンラインのバルブ装置の仕様を検討中。

2016B 期の完成が目標。

・2016B 期以降の予定

リモートガスハンドリングシステム（液体を含む）

MYTHEN ロングアーム（カメラ長 1,156 mm）

サジタル集光（スタディ）水平方向のビームサイズ 3 mm → 1 mm

（10 mm で取り込む。BL02B1 は 25 mm で取り込まれている）

○BL02B2 PU 広島大学森吉氏より BL02B2 の PU 活動と最近導入された高温炉について紹介があった。

・キャピラリーの扱いがよりシンプルになるように、

「1 型」同様のホルダをガス吸着でも利用できないか検討。

・窓材や構造体からの散乱によるバックグラウンドをパスの工夫により軽減
することを検討。

○京都大学小林浩和氏より水素雰囲気下 in situ 放射光 X 線回折を用いた金属
ナノ構造体のその場測定について紹介があった。

○弘前大学増野敦信氏より無容器法で合成した準安定相の構造解析について紹介があった。

BL02B2に導入された高温装置とPU活動について

広島大学 森吉 千佳子
 大阪府立大学 久保山 佳壽
 筑波大学 西畑 英治
 JASRI 河口 彰吾
 竹本 進敏
 杉本 邦久

BL02B2パートナーユーザーPU (2015A-2016B)

実用化促進3次元実証計画(理研)共同実施計画 共同実施計画の進捗

BL02B2PU稼働実績・支援実績

期	PUシート数	支援シート数 (併発数)
2015A	51	48 (12)
2015B	51	36 (8)
2016A	51	36 (0)
2016B (予定)	51	33 (0)

- ◆ 研究
 - ガス吸着・細粉粉・塩素化合物・有機物類・高気圧/電圧炉使用ソフトフォトン・X線回折
- ◆ 教育
 - 多元素・顕微鏡・顕微化学部・金属ナノ粒子・合金・導体
- ◆ 物性
 - 磁性・超伝導・結晶・有機物・巨電性・イオン交換
- ◆ 実験・材料手続

BL02B2に導入された電気炉

Anton Paar HTK 1200LV with cooling suspension

電気炉
 300-1200°C
 300-1000°C

電気炉の構成

可能なキャリヤー試料

1. 粉末試料
 1.1 粉末試料 (1g) の測定
 1.2 粉末試料 (1g) の測定 (冷却装置あり)

2. 液体試料
 2.1 液体試料 (10ml) の測定
 2.2 液体試料 (10ml) の測定 (冷却装置あり)

センタリングとガス用アダプタ

センタリングマイクروسコープ
 オフラインでセンタリング

アダプタ作成
 排気/ガス導入用アダプタ (1型サンプルホルダー用)
 ガス導入システムと組み合わせてキャリヤー内まで雰囲気制御
 高圧領域での気密制御/促進

窓材からの取乱

窓材の劣化の無いまま測定パターンの違い
 Aluminized Graphite, Graphite J&E Furnace, Graphite J&E Furnace, Graphite, Zircon Oxide

加熱時のときのパターンの取乱
 窓材: Graphite + Al coated Graphite
 窓材のみの加熱パターンをプログラムランとして測いることにより測定結果の取乱

使用マニュアル

BL02B2に導入された電気炉のまとめ

- ◆ サンプル形態
 - クォーツキャリヤに装着された粉末 (外径0.2-1mm)
 - 粉末試料の場合はガス置換が可能
 - ベレット状試料
- ◆ 温度範囲
 - 常用は1050°Cまで (短時間ならば1150°CもOK)
- ◆ 所要時間
 - 電気炉の設置と光軸調整 1時間
 - データ測定 昇温 + HEATING (double-step) で1分+1分測定
1データあたり10-20分必要