C会場(粉末回折、表面科学、表面界面構造、一般講演)

司会・とりまとめ: 岩山 洋士(分子研UVSOR)

概要

4件の発表

- ·粉末回折UG(植草 秀裕(東工大))
- ·表面科学UG(中辻 寬(東工大))
- 表面界面構造UG (白澤 徹郎 (産総研))
- 一般公演(岩山 洋士(分子研UVSOR))

UGからの発表は、現状および2ビーム利用の提案という形で話していただいた

議論のポイント

・なぜ同時に利用しなければいけないのか?

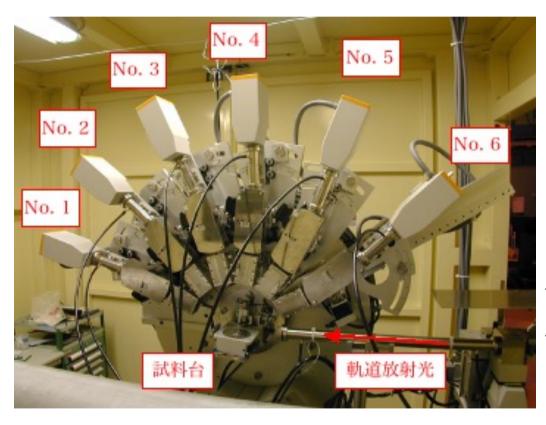
まったく同一の試料状態・環境で構造と電子状態など2測定を関連づけられる

• どのようなあたらしい科学があるのか?

加熱や雰囲気ガス暴露などによる試料環境変化後の2つの物理量(触媒と担体、ナノ構造とメゾ構造、表面とバルクなど)のダイナミクス研究(秒スケール)

粉末回折UG:現状

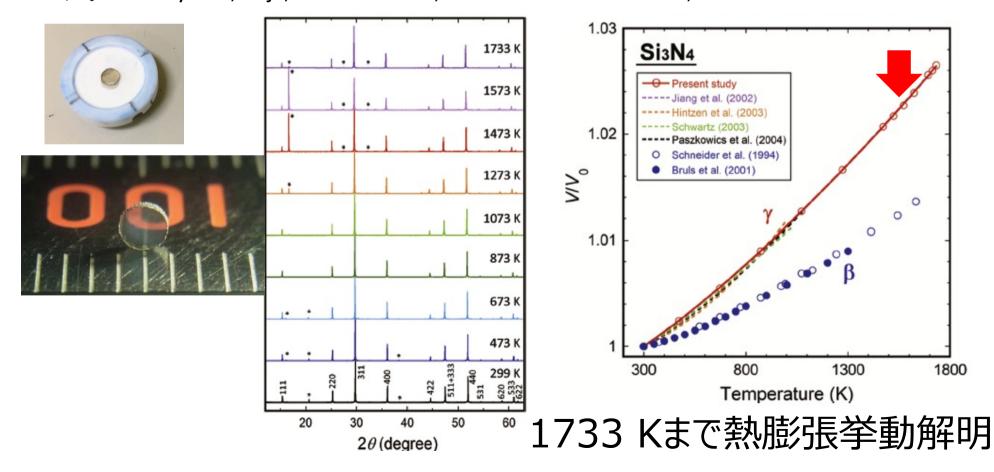
BL-4B,検出器多連装型粉末回折計



反射法,透過法で測 定可能 高分解能 低バックグラウンド 開発した**1500**度高温 装置

粉末回折UG:成果 Si3N4の最大1733 Kにおけるその場測定

酸化耐性のあるSi₃N₄が空気中において**1733** Kまで安定であることを解明. 空気中で高温における電気炉が活躍. Nishiyama, Fujii, Yashima et al., J. Euro. Cram. Soc. 2019, 3627.



粉末回折UG:期待

4B2 MDSの特徴

これらの特徴を残したい

- ・高分解能粉末X線回折測定が可能
- ・空気中 1500℃での測定が可能
- ・透過法, 反射法で測定が可能

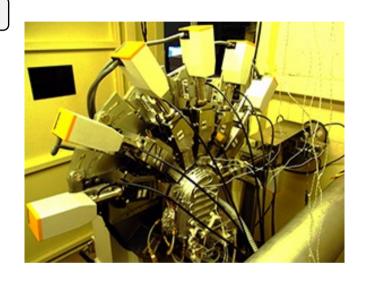
2ビームで何ができると嬉しいか?

プローブープローブによる多角的な分析

- ・高分解能粉末x線回折 + 分光 (xars等) + 極端条件 (高温等)
- ・多波長X線による異常散乱の違いを利用した構造解析

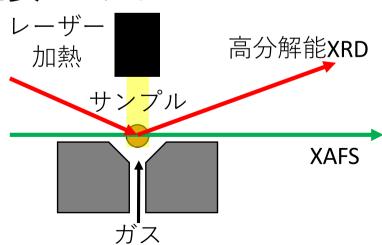
物質(化学的)研究視点で放射光施設に求めるもの

• 温度・圧力・湿度・ガス雰囲気など**試料環境を自由自在**に変 えて回折や分光測定をやりたい



粉末回折UG:議論

- 現状 1 測定 3, 4 時間かかるが、光源の高度化により秒スケールまで改善可能→時間発展が追跡可能
- Pump-probeよりprobe-probeによるXRD(構造)
 +XAFS(化学状態)の同時測定に興味がある
- ・ 試料環境(温度など)が重要である



表面科学UG:現状

固体表面の電子状態、化学状態、ダイナミクスに関する研究

3B, 7A, 11A, 11B, 11D, 13A, 13B, 16A1, 16A2, 27A

BL-3B: ARPES, XPS (ARPES-II)

BL-13B:

ARPES, XPS, XAS, XAFS (SES200)

XPS (Phoibos)

雰囲気XPS (AP-XPS)

- ・金属、半導体、酸化物などの単結晶表面の角度分解光電子分光
- ・NEXAFSによる吸着分子の電子状態と反応の研究
- ・高分解能内殻光電子分光による固体表面および吸着分子の研究
- ・コインシデンス分光を用いた表面ダイナミクス
- ・表面局所電子状態の研究
- ・雰囲気光電子分光を用いた表面反応の研究
- ・内殻分光を用いた表面スピン,表面磁性の研究
- ・原子層,単分子膜,有機薄膜、酸化物薄膜の電子状態と構造に関する研究
- ・放射光STMによる局所元素分析の研究

表面科学UG:2ビームへの期

待

2次元原子層材料

<mark>不均一触媒</mark>

XPS + **EXAFS**, **XAS**

雰囲気中同一条件下での測定

VUV/SX

HX

눶 反応追跡

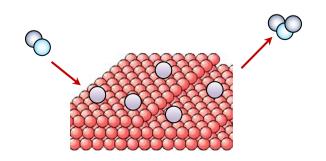
HXPES ならば**常圧測定**可能

電子収量XAS + 高感度蛍光XAS

単原子触媒(SAC)

担体·表面反応種, 単原子触媒

➡ 反応場全体の化学種を一括把握



有機エレクトロニクス

XPS + HXPES

実デバイスの 埋もれた界面

⇒ sub-nm – 数10 nm 連続的な深さ分析

source top gate oxide drain SiO₂ Si back gate

未公開データのため、削除

VL まで拡張すれば

励起状態ダイナミクス

→ スピン多重度の時間発展

表面科学UG:2ビームの必要性

- 不均一触媒において、<mark>雰囲気中同一条件下(不可逆過程)での触媒反応追跡(構造と電子状</mark>態)
- ・単原子触媒において、単原子触媒と担体(表面)の同時測定
- 有機エレクトロニクスにおいて深さ分解(表面とバルクの電子状態の同時計測)

表面科学UG:議論

- ・表面は、構造と電子状態をそれぞれのBLを用いると、まったく同じ条件・状態を作ることが難しい。2ビームによる同時計測により、完全に同一環境で、構造と電子状態を決定できることは、重要
- 2ビームによる、2物理量として、構造と電子 状態、表面とバルク、触媒原子と担体が提案された
- ・触媒反応には秒スケールのものもあり、2つの物理量の時間発展・相関をおいかけることは魅力

表面界面構造UG:現状

表面界面構造UGの主な研究内容

- ●バルク結晶や薄膜の表面・界面の構造物性
- ●電極界面反応
- ●触媒表面反応

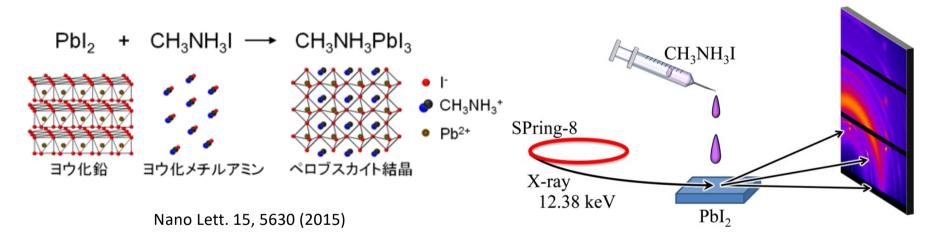
手法:SXRD, CTR, XAFS, GISAXS

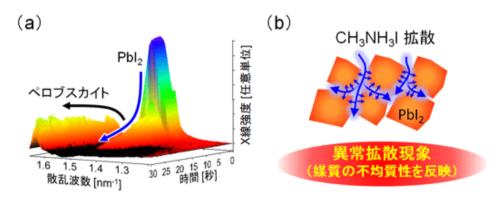
測定対象:半導体、金属、酸化物、トポロジカル物質、2Dマテリアル、貴金属触媒、蓄電材料、etc.

未公開データーのため、削除

表面界面構造UG:期待 結晶成長過程の観察

有機ペロブスカイト太陽電池薄膜作製過程のリアルタイム観察





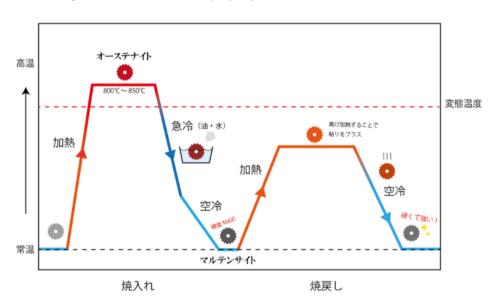
異なる場所での2ビーム同時観察による拡散過程の直接観察

表面界面構造UG:議論

- 局所/大域同時観察による反応過程、結晶成長 過程の解明
- ・微小領域観察による希薄、不均一試料の構造・電子状態の解
- HXとSXで異なる深さをプローブ(積層デバイ スなど

一般公演(岩山)

- ・相転移におけるナノとメゾ構造ダイナミクスの時間相関測定
- ・炭素鋼の焼き入れ現象の実時間観測
- ・加熱冷却によるBCC-FCCの構造転移(サブナノ) と炭素分布(サブマイクロ)の同時計測
- サブナノ: HX回折
- •炭素分布:SX共鳴散乱



議論のポイント

・なぜ同時に利用しなければいけないのか?

まったく同一の試料状態・環境で構造と電子状態など2測定を関連づけられる

• どのようなあたらしい科学があるのか?

加熱や雰囲気ガス暴露などによる試料環境変化後の2つの物理量(触媒と担体、ナノ構造とメゾ構造、表面とバルクなど)のダイナミクス研究(秒スケール)

総括

- ほとんど2ビームをprobe-probeとしてつかう 提案が多かった。
- まったく同一環境下での測定(質的な向上)
- ・秒スケールの2物理量のダイナミクスの相関測定(新しい分野)
- 2 物理量(表面・バルク、ミクロ・マクロ、元素間、構造・電子状態などなど)
- ・試料環境の制御(雰囲気ガス、温度・圧力・電場)の重要性が指摘された(摂動(刺激)を与える必要があるため)

技術的課題

- 検出器の同期性や読み込み速度が重要
- 1 測定が秒スケールで終わる必要がある

Hybrid ringに対する期待

- SP-SPの2ビーム同時利用では、フェムト秒スケールの同期計測が可能となる。
- しかしながら、異なる電子バンチモード (SP+SR)を利用してこそ、hybridリングの特徴に つながる
- SP-SR測定の可能性をもっと検討すべき
- •短パルス性だけでなく、SPのコヒーレンスを利用した実験を提案すべきとの意見がでた

感想

- 2ビーム利用(開発ビームライン・Hybrid ring)は、ブルーオーシャン!
- ・活発な議論が行われ、想像力(妄想力?)を掻き立てられる。無謀に思えることでもまずは話し合うことが重要。
- ・また、UG間の交流も促進され、相互理解につながった