

ガスジェット浮遊法を用いた in-situ 計測システムの開発

馬込栄輔^{1,2}、隅谷和嗣²、岡島敏浩²

¹ 広大院理, ² 九州シンクロtron光研究センター

最近, 宇宙空間での物質合成を地上において再現できる無容器法を利用した機能性材料の開発が注目を集めている. この無容器法とは, 物質を浮遊させた無容器状態での融解, 凝固による物質合成を行う手法である. この手法を利用して X 線回折や X-ray Absorption Fine Structure (XAFS) 等の実験を行えば, るつぼ等の容器からの散乱や試料と容器との化学反応を防ぐことができるため, 従来の方法では計測が困難であった 1000°C 以上の高温物質の構造計測を高精度で行うことができる. 本研究の目的は SAGA-LS の BL15 において, 無容器法の一つであるガスジェット浮遊法(ガスジェットにより物質を浮遊させる方法)を用いて試料を融解, 凝固し, その過程をシンクロtron光を用いて in-situ 計測を行う計測システムの開発を行うことである.

Figure 1 に BL15 において開発した in-situ 計測システムの模式図を示す. 試料を不活性ガス(Ar, N₂)のガスジェットにより浮遊させ, CO₂ レーザー光(波長:10.5 μm)照射による加熱とシンクロtron光を照射による計測を同時に行う. 試料の温度は放射温度計により計測する. 可能な温度範囲は 20~3000°C である. X 線検出器は, X 線回折には 2 次元検出器(IP, PLATUS), 蛍光 XAFS には Silicon Drift Detector を用いる. 発表では本システムの開発状況と試験的な測定例を報告する.

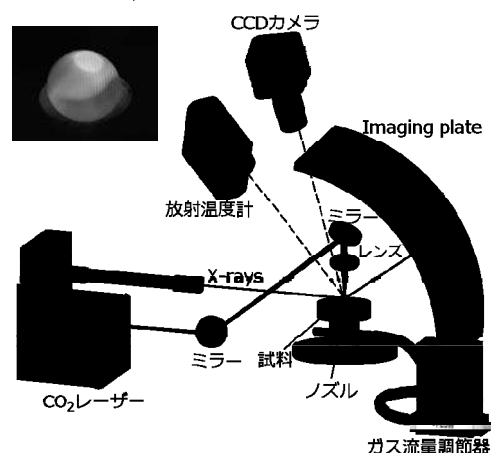


Fig. 1. ガスジェット浮遊法を用いた in-situ 計測システムの模式図. 挿入図は, 浮遊する高温融体($T = 1870^{\circ}\text{C}$)の写真.

ガスジェット浮遊法を用いたin-situ計測システムの開発



馬込栄輔^{1,2}、隅谷和嗣²、岡島敏浩²

¹広大院理, ²九州シンクロトロン光研究センター



無容器浮遊法

無容器浮遊法とは
物質を浮遊させ、無容器状態で融解、凝固を行う手法
準安定な物質の合成が可能

容器がある場合 容器がない場合

容器壁面から結晶化する
容器壁面からの不均一核形成が抑制される
融解物質の深い過冷却が可能

無容器浮遊法の主な種類

- 磁気浮遊**
- 静電浮遊**
- ガスジェット浮遊**
- 超音波浮遊**

磁気浮遊
○ 高真空対応
× 非磁性物質不可

静電浮遊
○ 高真空対応
○ 帯電すれば物質を選ばない
× 装置複雑

ガスジェット浮遊
○ 装置簡便
× 高真空不可
○ 試料の温度勾配

超音波浮遊
○ 装置簡便
× 高温での浮遊安定性悪
× 高真空不可

SAGA Light Source BL15

BL15
偏向電磁石からのシンクロトロン放射光(4 - 20 keV)を利用できるビームライン。

エネルギー範囲 4 - 20 keV
エネルギー分解能 $10^{-4} - 10^{-3}$
ビームサイズ $0.5(H) \times 0.4(V) \text{ mm}^2$

Photon Flux (Photons/s/300 mAs) vs Photon Energy (keV)

X線回折装置 (Rigaku, SOR-SmartLab)

Debye-Scherrer camera

2-dimensional detector (PILATUS 100K)

測定手法
X線回折, X線蛍光分析, XAFS, 小角散乱, X線反射率測定

無容器浮遊法 + シンクロトロン光を用いたX線回折, XAFS

- 従来の方では困難な1000°C以上の高温物質の構造計測が可能
- ガラス、準安定結晶の合成による新規材料開発が可能

ガスジェット浮遊法を用いたin-situ計測システム

In-situ 計測システムの構成

試料を不活性ガス(Ar, N₂)のガスジェットにより浮遊させ、CO₂レーザー光(波長:10.5 μm)照射による加熱とシンクロトロン光を照射による計測を同時に行う。試料温度は放射温度計により計測する。検出器には、X線回折では2次元検出器(1P, PLATUS), 蛍光XAFSではSDDを用いる。

レーザー CO₂, 100 W (SYNRAD, t100)
温度領域 300 K - 3300 K
試料サイズ 1.0 - 3.0 mmφ
ガス N₂, Ar

2300 K で浮遊する高温融体

放射温度計 測定波長 CO₂レーザー
吸収率 (%) vs レーザーの波長 (μm)

CO₂レーザー光の波長に対して吸収率は酸化物で高く、酸化物の融解は容易

物質合成

BaTiO₃ 結晶の合成

Temperature (K) vs Elapsed time (sec.)

Melting point T = 1875 K

BaTi₂O₅ ガラスの合成

BaCO₃, TiO₂ 融体 ガラス

過冷却を制御することにより様々な材料の合成が可能

Temperature (K) vs Elapsed time (sec.)

T = 300 K, T = 2300 K, T = 300 K

In-situ 計測 (X線回折, 蛍光XAFS)

X線回折

Sample BaTiO₃
Sample size 1.8 mmφ
Temperature T = 300 K, 1900 K
Wave length 1.0 Å (12.4 keV)
Detector Imaging Plate

蛍光XAFS

ZnSeLens, Laser excitation, SDD, Nozzle, Sample

Absorbance (arb. unit) vs Energy (eV)

BaTiO₃ Ti K-edge
RT, 1880 K

原料
融体
結晶

X線回折, 蛍光XAFSの測定を行い、従来の方では困難であった高温物質の計測が可能になった。
今後、精密なIn-situ測定を行えるように高度化を進めていく。