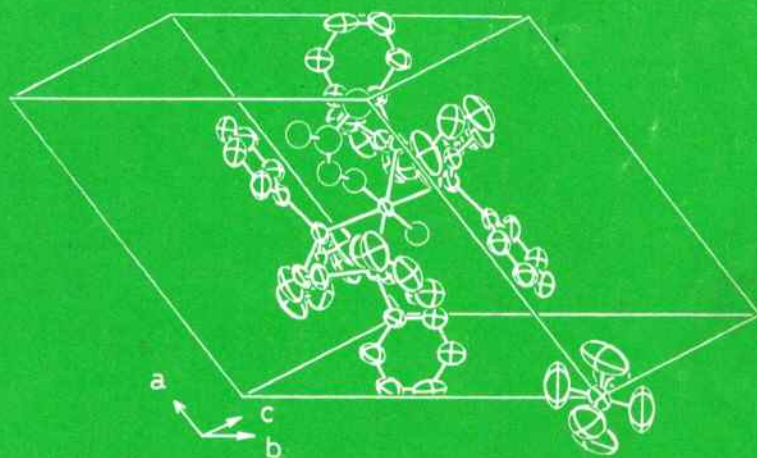


# 強力X線 実験室 レポート

No. 2

昭和56・57年度



小野

東京大学工学部総合試験所

強力X線実験室

表紙説明

[W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>] の結晶構造図  
結晶学的データその他の詳細は本文「[W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>] PF<sub>6</sub>と  
K<sub>3.5</sub> [H<sub>4.5</sub> Pt Mo<sub>6</sub> O<sub>24</sub>] · 3H<sub>2</sub>O 単結晶の構造解析」参照。

# 目 次

## 実験報告

1. Al K $\alpha$ による Al の配位数分析 .....	1
2. 化合物半導体の EXAFS .....	3
3. EXAFS による物質構造の研究 .....	6
4. 自動 4 軸回折計について .....	10
5. [W(OH) (NNCMe <sub>2</sub> ) (dpe) <sub>2</sub> ]PF <sub>6</sub> と K <sub>3.5</sub> [H <sub>4.5</sub> PtMo <sub>6</sub> O <sub>24</sub> ] 3 H <sub>2</sub> O 単結晶の構造解析 .....	13
6. X 線の多波回折現象 .....	16
7. X 線定在波法による NiSi <sub>2</sub> /Si (111) 界面構造の解析 .....	21
8. 積分型比例計数管位置検出器 .....	27
9. 空気電離箱方式ビームプロファイルモニタ .....	30
強力 X 線実験室状況報告 .....	32
利用実績 .....	35
東京大学工学部総合試験所強力 X 線実験室 運営委員会規程 .....	37
東京大学工学部総合試験所強力 X 線実験室 実行委員会規程 .....	39
利用内規 .....	40



# Al K $\alpha$ による Al の配位数分析

工学部 工業化学科

白 友 兆, 福 島 整, 飯 田 厚 夫, 合 志 陽 一

強力X線実験室の高分解能蛍光X線装置の重要な特徴の一つは、145.8°という高角度までの測定が可能なことである。これによって、軽元素の特性線を2dの小さな結晶を用いて高分解能で測定することが可能となり、軽元素を含むセラミックス等の状態分析に威力を発揮している。すでにいくつかの重要な成果を得ているが、ここでは、Alの酸化物を含む物質中の、Alに対するOの配位数分析について報告する。

Alの酸化物を含む系において、Alに対するOの配位数(4あるいは6)によって、Al K $\alpha$ の出現する領域が互いに独立な二つの領域にわかれることは以前から知られていた。これを利用して、X線回折等の応用が困難な系(アモルファス、固溶体等)の配位数分析が数多く報告されている。しかし、配位状態が単一でない場合は、K $\alpha$ の出現する位置が4配位と6配位の領域の間であったり、あるいは4配位もしくは6配位の領域に入ってしまうこともあり、工業的に重要な物質(セメント等)を構成する物質中のAlの配位数については、未だ説の定まらないものも多い。

我々は、分解能が高いことを利用してAl K $\alpha$ の形状と出現領域を精密に測定し、Alの配位数分析法についての検討を行なった。

## 1. 測定条件

装置の概略については強力X線実験室レポートNo 1(昭和55年度)を参照されたい。Al K $\alpha$ の測定にあたっては、分光結晶ADP(1 0 1)  $\times$  2 (2d = 10.64 Å), 対陰極Cr (50 Kv 50 mA)の封入管を用いた。測定は2 $\theta$ が136°近

辺で行なわれたが、K $\alpha$ のピーク近辺では0.001°ステップで測定を行なえた為、ほぼ0.01eV間隔の測定が実現できた。これにより、金属AlのK $\alpha$ で半値幅内に80点以上の測定点を取ることができ、1ステップの積算時間を充分とることでK $\alpha$ の形状をかなり精密に測定することができた。

測定データは、各ステップ毎に2 $\theta$ とCount数の型でプリンタに打ち出し、これをマイコンに手でインプットすることで処理した。なお、昭和58年度後期には、装置にマイコンによるデータ取得システムが入り大型計算機とも継ぐことが可能になる為、この様な煩わしさも解消される。

## 2. 測定結果と検討

### 1) Al K $\alpha$ の配位数による出現領域

4配位と6配位のAl K $\alpha$ の出現領域は、過去の報告でほぼ明らかにされている。金属Alからのシフト値で表わすと、6配位の領域の下限は0.39eVで、これは $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>もしくはMg Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>に相当する。4配位の上限はほぼAlPO<sub>4</sub>の0.28eVであるが、下限は3CaO·Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の0.15eVと過去の報告よりさらに小さなシフトが見出されたことで、今までの報告よりさらに低エネルギー側へのびていることがわかった。

### 2) Al K $\alpha$ の配位数による形状変化

K $\alpha$ の形状の配位数別の比較から次のことがわかった。まず、半値幅は金属Alが最も狭く(0.83eV)、6配位が続き(0.88eV)4配位が最も広い(0.90eV)。しかも、単一配位状態であればこの値はほぼ一定であることがわかった。

字数 =  $\frac{2}{1} \times 3871 = 774$  字

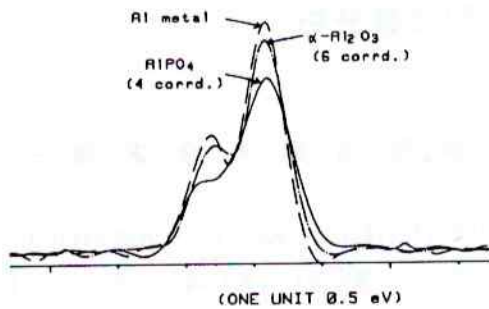


図1 分解能向上処理後の Al Kα

さらに  $K\alpha_1$  と  $K\alpha_2$  の出現の様子を見ると、金属 Al と 6 配位の場合は  $K\alpha_2$  の存在が明瞭なショルダーピークとして識別できるのに対し、4 配位ではいずれも  $K\alpha_2$  が  $K\alpha_1$  のソノかなだらかなショルダーとして識別できるのとどまっている。これから、単一配位状態の化合物であれば、形状からすぐに配位数を判別できることがわかった。

さらに、得られたスペクトルを 3 次の Spline 関数で平滑処理し、理論上の Al Kα の自然幅 (0.45 eV) で deconvolution して分解能を向上させた各配位の形状を図 1 に示す。図 1 は  $K\alpha_1$  の頂上 (高いピークの頂上) がほぼ一致する様に各スペクトルを移動させ、さらに面積強度を等しくした時のピーク付近を拡大して描いている。この結果から、形状の変化の原因はサテライト線の出現ではなく、 $K\alpha_1$  と  $K\alpha_2$  の半値幅の変化であると考えられる。

### 3) 混合配位化合物の分析

複数の配位状態からなる化合物のスペクトルは、いずれも半値幅が広い為、出現位置が単一配位の領域であっても識別できる。さらに最小二乗の原理に基づいたピーク分離法を用いた形状の解析から、構成している配位状態の判別とその比率を決定することができた。

粉末状態の  $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  は 4 配位の領域に出現するが、半値幅の広さ (0.96 eV)

とその形状から混合配位状態であることがわかる。ピーク分離による解析から、4 配位 66%、6 配位 34% の配位状態であることがわかった。

Andalusite は 6 配位の領域に出現するが、やはり半値幅の広さ (0.90 eV) とその形状から混合配位であることがわかる。ピーク分離によると 6 配位領域に属する成分 (53%) と、4 配位と 6 配位の領域の中間に出現する成分 (47%) からなることがわかる。X線回折等による過去の報告から、Andalusite は Al の 6 配位と 5 配位より成ることが確められており、この中間領域に出現する成分は 5 配位を示すと結論できる。このことは、Andalusite の構造データを基にした分子軌道計算により理論的にも裏づけることができた。

$\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$  は、その Al の配位数について統一された説は存在しない。測定では、Al Kα は中間領域に出現し、半値幅も比較的狭い (0.89 eV)。ピーク分離による解析では、6 配位の領域に属する成分と中間領域に属する成分からなることが判明した (図 2)。このことと、Andalusite における結論から、この化合物は 5 配位成分を主 (74%) とした。6 配位 (26%) との混合配位状態であることが確認された。

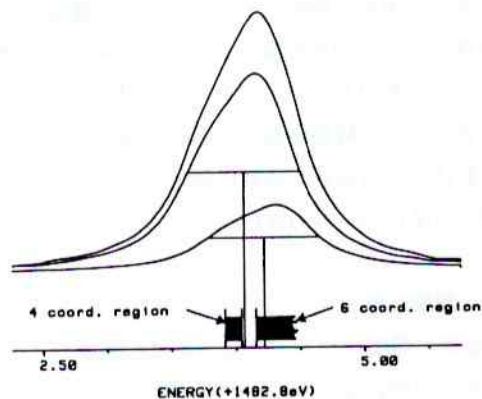


図2 ピーク分離後の  $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ , Al Kα

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21

17 21 x 38 =

998 8  
400 246 202

# 化合物半導体の EXAFS

工学部 物理工学科

佐々木 徹, 恩田 智彦, 伊藤 良一

## 1. はじめに

X線領域の吸収スペクトルは吸収端から約1 KeVの範囲にわたって微細な振動を示し, EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) と呼ばれる。EXAFSは吸収原子の周囲に存在する原子の位置・数・種類に関する情報を与えてくれる。この測定は結晶体はもちろん, 溶液やアモルファス物質などいかなる形状の試料にも適用できるため, 広範な分野で盛んに応用されている。

III-V族化合物半導体は理想的な固溶体(混晶)をつくることが知られており, 閃亜鉛鉱型構造を保ったまま格子定数が混晶比に対して線型に変化する。しかし, i) 混晶内で各原子間距離(ボンド長)も格子定数と同調して変化しているのか, あるいはii) 各原子は副格子上でランダムに分布しているのか, ということは必ずしも明らかでない。こうした問題は混晶の成長機構に直接的な影響を及ぼし, 電子移動度, 転位の動き易さ等の材料としての特性にも関わ

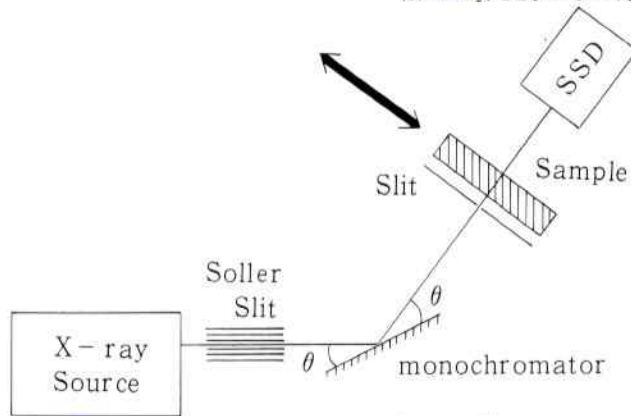


図1 測定のプロック図

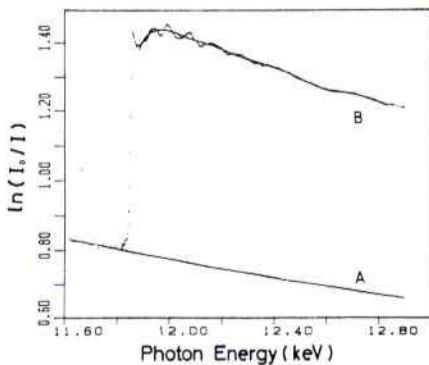


図2 (a)

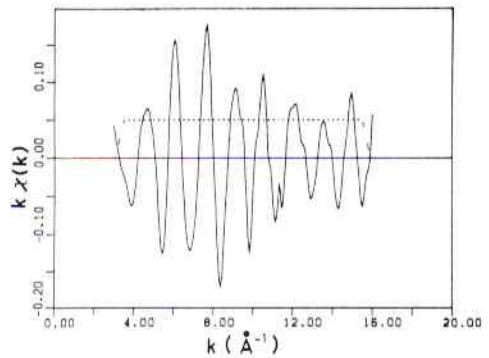


図2 (b)

図2 GaAsのAs吸収端の測定データ(室温)

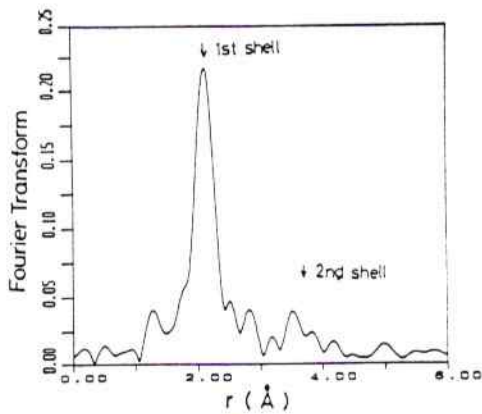


図 2 (c)

てくる。

我々は以上の観点から EXAFS に注目し、いくつかの III-V 混晶の試料について測定を行ったので報告する。

## 2. EXAFS の原理及び測定

EXAFS は、吸収原子から放出された光電子の波動関数が、周囲原子によって散乱されてきた成分と干渉し合うことに起因する。入射 X 線のエネルギーを変えると光電子のエネルギー(従って波長)が変わり、干渉条件を変化させる。このときの共鳴・非共鳴の繰り返しが吸収スペクトルの微細振動となって現われるのである。

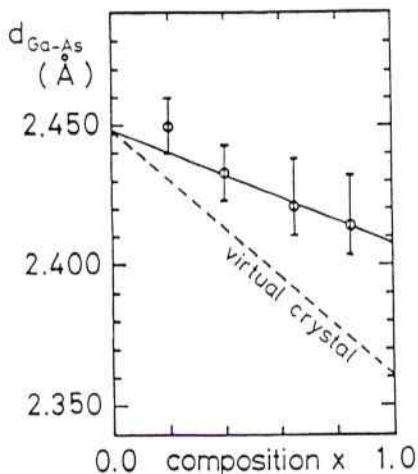


図 3 (a) GaAs, GaAs<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>, GaP

この周期性から中心(吸収)原子と散乱原子の距離が求まり、振幅には散乱原子の種類・数が反映される。

図 1 に測定のプロック図を示す。白色 X 線源を用い、分光結晶により単色化した後、試料に入射させる。計数器としては半導体検出器 (SSD) を使い高調波は電子回路系で除去する。透過及び入射 X 線強度  $I$ ,  $I_0$  は、試料を X 線光路中に入れた状態及び出した状態で測定する。

EXAFS の実験上の最大の問題点は、強力な白色 X 線源を必要とすることだろう。高出力 X 線発生装置 (RU-1000) を用いた本実験の場合、典型的な測定時間は数~10 時間程度である。

## 3. 結果及び解析

図 2(a) に室温における GaAs の As-吸収端の吸収スペクトルを示す。このうち As 原子 K 吸収以外の吸収 (実線 A) 及び滑かな非振動部 (同 B) をさし引くことによって微細振動  $\chi$  を抽出する。X 線のエネルギーを光電子の波数  $k$  に変換し、 $k$  に対して  $k\chi(k)$  をプロットしたものが図 2(b) である。この微細振動のうち距離の異なる原子からの寄与は振動周期が異なるためフーリエ変換することにより分離できる。

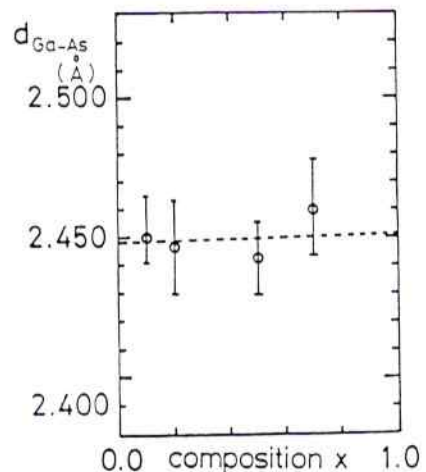


図 3 (b) GaAs, Ga<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>As, AlAs

図 3 GaAs, P, GaAlAs 中の GaAs ボンド長の変化。破線は格子定数

$a_0$  から求めたボンド長  $d = (\sqrt{3}/4) a_0$



(図 2(c))

GaAs を参照試料として、 $Ga_{1-x}Al_xAs$ 、 $GaAs_{1-x}P_x$  中の Ga - As のボンド長が、Al、P の混晶比  $x$  とともにどのような変化を示すかを解析した結果を図 3 に示す。図中の破線は X 線回折で求められる格子定数から予想されるボンド長である。Ga と Al の原子半径が非常に近いので Al の組成比  $x$  によって格子定数がほとんど変わらない  $GaAlAs$  では、ボンド長の変化も見られない。(図 3(b)) 一方、P 組成  $x$  が増すにつれ格子定数が短くなる  $GaAsP$  でも、格子定数が短くなる度合に比べボンド長の縮まり方は小さいことがわかる。(図 3(a)) この結果は、混晶中のボンドは本来の長さを保とうとする傾向があることを示し、閃亜鉛鉱型の四面体構造の結合角が局所的に歪められていることを示唆するものである。

#### 4. おわりに

化合物半導体に EXAFS を適用したところ、

まだ予備的な段階ではあるが、従来の測定では得ることのできない知見を得る可能性を実証できた。

近年では、さらに数桁大きな強度のとれる放射光施設の公開も進んでおり、EXAFS への関心は益々高まることであろう。しかし、マシンタイムの制約やビームの不安定性等を考えた場合、我々はまだまだ強力 X 線を大事にしなくてはならないと思う。

最後に、本実験は理学部化学科黒田研究室の開発したプログラムをお借りして測定を行ったものであり、厚く御礼を申し上げます。

# EXAFSによる物質構造の研究

理学部 化学科

黒田 晴雄

## 1. はじめに

強力X線実験室に設置されたEXAFS実験装置を用いて、我々は多数の物質についてEXAFSの測定を行い、EXAFSの良いデータを得るための実験条件、データの解析方法などを詳しく検討した。この研究は、高エネルギー物理学研究所の放射光実験施設でシンクロトロン放射を用いたEXAFS実験装置を設計製作する際の参考になる知見を集積すること、同装置が稼働し始めた時に行う研究の基礎となるデータを得ることを目的とすると共に、実験室的なEXAFS装置の可能性と限界についての見通しを得ることも一つの目的にした。

昨年から放射光実験施設でEXAFSの測定が実施出来るようになり、比較的短期間の間に多くの研究成果をあげることが出来たが、それは、強力X線実験室のEXAFS実験装置による予備的研究の積み重ねがあって初めて可能になったものといえる。その意味で放射光実験施設の建設に先立って強力X線実験室にEXAFS装置が設置されたことの意義は極めて大きい。始めに強力X線実験室の装置で予備的な実験を行い、後に放射光実験施設でシンクロトロン放射を用いたEXAFSの測定を行って精密なデータを得た例まで含めると、かなり多数の研究になるが<sup>1)</sup>、それ等にまで触れるのは、紙数も限られており、適切ではないと考えるので、ここでは強力X線実験室での測定のみで興味ある結果が得られた例に限定して述べることにする。

## 2. 化学的に固定化したモリブデン2核触媒系 $\text{Mo}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ <sup>2)</sup>

$\text{Mo}_2(\text{C}_3\text{H}_5)_4$  をアルミナに作用させると、アルミナの表面のOHと $\text{Mo}_2(\text{C}_3\text{H}_5)_4$ とが反応してアルミナの表面にMo原子が2核的に着いた触媒が出来る<sup>3)</sup>。このような触媒はエチレン水素化反応などに著しく高い触媒活性を示すいわゆる担持触媒は大抵、含浸法で作るが、その場合、担持された金属原子は微小な金属粒子として担体表面に分散している。ところが、上に述べたように化学反応的な手法で金属原子を担体表面に固定化した場合には、その固定化反応の性格から表面に金属原子が単原子的に分散している状態や2核的についている状態をコントロールして作り出すことが出来る<sup>1)</sup>。そのような手法で作った2核的に固定化されていると考えられる触媒系 $\text{Mo}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ で、実際にMo原子が2核的になっているか、その際のMo原子同志の距離はどうであるかなどを調べる直接的な手段がこれまで無かった。そこで、調製条件から図1に示すような構造になっていると推定される試料のEXAFSを調べた。試料におけるMoの担持量は0.56 wt.%である。図2が、試料のMo K吸収スペクトルである。これ

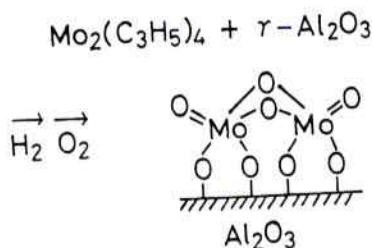


図1  $\text{Mo}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 触媒のモデル

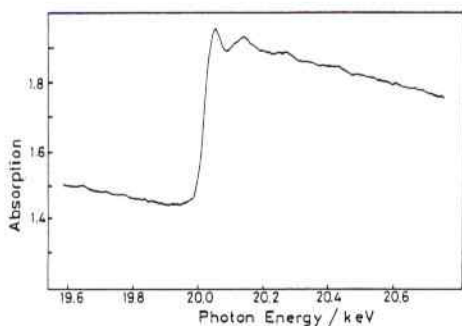


図2 Mo<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> のMo K 吸収スペクトル

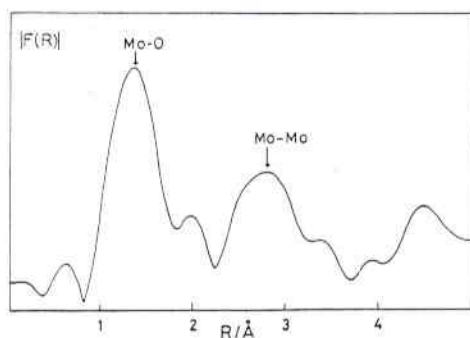


図3 Mo K EXAFS のフーリエ変換

から得られる EXAFS oscillation をフーリエ変換すると図3 のようになる。最初の高いピークは Mo-O の結合に対し、2 番目のピークは Mo-Mo の結合に対応する。この二つのピークの領域に限定して逆フーリエ変換し、curve-fitting の方法で解析を進めて、表1 に示すような結果を得た。

表1 curve-fitting 解析の結果

	方法 (1)		方法 (2)	
	距離 [Å]	配位数	距離 [Å]	配位数
Mo-O	1.76	4.2	1.78	4.8
Mo-Mo	3.25	0.6	3.12	1.7

注) 方法 (1) は経験的パラメータを使用、  
方法 (2) は理論的パラメータを使用。

即ち、Mo 原子の周囲には、1.76—1.78 Å の距離に 5 個の O 原子が、3.1—3.2 Å の所に 1 個の Mo 原子が存在することになる。この結果は図1 に示した構造モデルに正に対応するものである。こうして、従来化学的な知見と赤外、可視・紫外の分光学的データを総合して推定されていた構造が初めて実証された。

上に述べた EXAFS の実験は、その触媒系が最も酸化された安定な状態について行ったものであるが、この触媒系の触媒活性の研究との関連では、酸化・還元状態が異なる、より不安定な状態での構造に関心がもたれる。それには、“in situ” で触媒を処理し、直ちに EXAFS の測定を行うことが必要になる。残念ながら強力 X 線実験室の装置では、ここで取り上げている触媒系で解析に耐えうる EXAFS データを得るには、20 時間程度を要するので、不安定状態の EXAFS の研究には適していない。

最近我々は、放射光実験施設で、このような触媒系の種々の酸化段階での表面構造変化を “in situ” の EXAFS 測定によって追跡することに成功した。<sup>4)</sup>

### 3. 遷移金属カルボニルを固定化した触媒<sup>5,6)</sup>

金属原子をシリカ、アルミナ上に高分散状態に固定化する方法の一つに、担体に金属のカルボニル化合物を吸着させて、それを酸化・還元処理して触媒を調製する方法がある。

Fe カルボニル Fe<sub>3</sub>(CO)<sub>12</sub> をシリカ、アルミナに担持した系の EXAFS を測定し、その EXAFS データを解析して、Fe 原子の周囲の構造を調べた。

シリカに担持した時には、Fe-Fe の距離が 2.64 Å であり、Fe カルボニル自身と同じであるが、アルミナに担持した系では Fe-Fe 距離が 2.47 Å と著しく短くなっている。後者の Fe-Fe 距離は、ほぼ Fe 金属の場合の値に近い。

EXAFS の解析から得たこのような構造知見と赤外吸収スペクトル等のデータを総合することによって、担体がシリカの時とアルミナの時とで触媒活性的に大きな相違がある原因が明らかになった。

担体による差は、Co カルボニル  $\text{Co}_2(\text{CO})_8$  を担持させた場合にもあることが、EXAFS の解析によって知られた<sup>6)</sup>。シリカでもアルミナでも、 $\text{Co}_4(\text{CO})_{12}$  が形成されていることは、他の分光学的データから推定されていたが、EXAFS の解析結果から、そのモデルの妥当性が裏付けられた。しかし、アルミナに担持した系では、Co-Co 距離が  $2.54 \text{ \AA}$  とカルボニルにおける値  $2.47 \text{ \AA}$  より長く、そのためか空気に敏感であり、空気にさらした後の状態の EXAFS の解析では、Co-Co 結合が消滅していることが結論された。

#### 4. ポリアセチレン- $\text{FeCl}_3$ 系<sup>7)</sup>

ポリアセチレンに  $\text{FeCl}_3$  をドーブすると、金属的な高い導電性を示す。この系でドーパントの  $\text{FeCl}_3$  が実際にはどのような状態になっているのかを知るために EXAFS を調べた。

強力 X 線実験室の装置で  $[\text{CH}(\text{FeCl}_3)_{0.1}]_x$  に相当する組成の試料の EXAFS を測定した。その EXAFS データの解析によって、Fe 原子の周囲には距離  $2.19 \text{ \AA}$  に約 4 個の Cl 原子が配位していることが知られた。この結果は、ドーパントが  $\text{FeCl}_4^-$  の状態になっていることを示

唆するものであり、その以前にメスバウアー・スペクトルの解析から Fe(II) 化合物として存在していると結論されていたことと矛盾する<sup>8)</sup>。その後、さらに、シンクロトロン放射を用いて EXAFS のより詳細な研究を行った結果、やはりドーパントは  $\text{FeCl}_4^-$  の状態になっていることが確認できた。

#### 5. おわりに

以上、強力 X 線実験室の EXAFS 装置を用いて行った研究の中から、興味ある結果が得られた三つ程の例を選んで述べたが、始めにも述べたように、それ以外の多数の試料の EXAFS の測定を強力 X 線実験室の装置で行っており、それ等は何れも、最近我々が実施しているシンクロトロン放射を用いた EXAFS の研究の予備実験として大変役にたっている。

一般に実験室系の EXAFS 装置では、注目する元素の濃度が低い場合に EXAFS の測定が困難と考えられている。上で述べた例は、何れも注目する元素の濃度が低い系である。それにもかかわらず解析に耐える EXAFS データが得られたことは強力 X 線実験室の EXAFS 装置の性能の良さを実証したものと考えて良いであろう。

特に、 $\text{Mo}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  触媒系の Mo K EXAFS の測定は普通の実験室的 EXAFS 装置では、全く不可能と思われるものである。

強力 X 線実験室の EXAFS 装置で測定したのと同じ試料を放射光実験施設でシンクロトロン

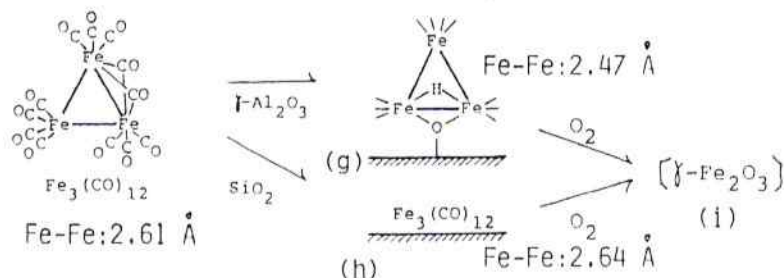


図 4 Fe カルボニル担持触媒のモデル

放射を用いて測定し、両者のデータを比較して見ると、シンクロトン放射の威力は明瞭であり、スペクトルの分解能、S/N比などの点で格段に後者が優れている。その上に、測定所要時間でも大きな差がある。たとえば、Mo<sub>2</sub>触媒のMo K EXAFSの場合についていえば、強力X線のEXAFS装置で20時間以上測定に要したのにたいして、放射光実験施設の装置では30~40分で遥かに精度の高いスペクトルを得ることが出来る。

従って、今後のEXAFSの研究は、放射光実験施設の利用が中心となるであろうが、その限られたマシン・タイムを有効に使うためには、十分に予備的な研究を重ねて置くことが望ましく、それには強力X線実験室のEXAFS装置が今後も大きな役割を果すことと思う。

最後に、本研究の実施に対して、マシン・タイムの配分、装置の使用等、種々の便宜を与えて頂いたことについて、強力X線実験室の関係者の方々に感謝申し上げる次第です。

#### 文 献

- 1) それらについては、放射光実験施設の Activity Report (1983) に近く公表される予定である。
- 2) Y. Sato, Y. Iwasawa, H. Kuroda, Chem. Lett. (1982), 1101
- 3) Y. Iwasawa, M. Yamagishi, S. Ogasawara, J. Chem. Soc., Chem. Commun. (1980), 871
- 4) 石井, 小杉, 山田, 池本, 黒田  
分子構造総合討論会 (1983, 仙台)  
石井, 朝倉, 横山, 小杉, 黒田, 岩沢,  
第1回フォトン・ファクトリー・シンポジウム (1983, 筑波)
- 5) Y. Iwasawa, M. Yamada, S. Ogasawara, Y. Sato, H. Kuroda, Chem. Lett. (1983), 621
- 6) 佐藤, 学位論文 (東京大学)
- 7) H. Kuroda, I. Ikemoto, K. Asakura, H. Ishii, H. Shirakawa, T. Kobayashi, H. Oyanagi, T. Matsushita, Solid State Commun. **46**, 23, (1983)
- 8) A. Pron, I. Kulszenwicz, D. Billaud, J. Pryluski, J. Chem. Soc., Chem. Commun. (1981), 783
- Y. Iwasawa, Y. Sato, H. Kuroda, J. Catalysis **82**, 289, (1983)
- Y. Iwasawa, S. Ogasawara, Y. Sato, H. Kuroda, Proc. Fourth International Conference on the Chemistry and Uses of Molybdenum (1982), p. 283

## 自動4軸回折計について

薬学部

原田 義 則<sup>1)</sup> 飯 高 洋 一

本装置については既に前回のレポートで報告した。仕様の概要を記すと

X線源 RU-1000の標準焦点(1×10mm)

又は中焦点(0.3×数mm)の窓に取付けるよう可動架台が用意されている。

4軸ゴニオメータ：AFC-5型(理学電機)

モノクロメータ：標準はグラファイト平板

計数装置：標準はシンチレーション管

制御用計算機：FACOM-U200

制御ソフトウェア：FOS(理学電機)

測定結果の出力：タイプ出力のほかU200

の磁気テープ(UMOS/DSのFORTRAN

出力形式により、800BPIでEBCDIC

コードを使って出力される。データ

はINO(I3), H, K, L(314),

F,  $\sigma$ (F)(2F9.3)なる反射データを

5個並べて1レコードとして出力される)

昭和55年度から稼働されているが、RU-1000の利用者が増すに従い、本回折計の長時間にわたる使用がRU-1000の運転計画に著しい影響を与えることが指摘され、特にRU-1000の夜間の使用が管理上の問題で制限されていることもあって、利用者としてはむしろRU-1000と切離して連続運転ができるよう希望した。

その後たまたま中外製薬株式会社から粉末X線ディフラクトメーター一式の寄贈を受けたので、そのX線源を本四軸ゴニオメーターと共用して使えるように改造し、全装置を333号室へ移して運転をはじめた。当初は冷却水系のトラブルで大変でこずったが、最近は好調に運転されている。本誌に佐々木、李、今枝諸氏のレポートがあるので参照されたい。ここでは本回折計導入当初RU-1000の標準焦点の窓にとりつけ

てフルパワーで運転した際の状況を記したい。実験は昭和55年7月に行われた。試料は帝京大学薬学部の齋藤教授らが漢方生薬の黄耆から始めて抽出されたもので、cyclostragenol 配糖体の2つの化合物(AとBで互に酷似した構造をもち結晶形態も同じ)の結晶について測定を行った。AについてはPhilips PW1100 X線回折で、Bについては本回折計で測定を行い、両者を比較して表1に要約して示した。A化合物は直接法で解析し構造を確定し得た。一方、BはAとほぼ同型であることは明らかであるから差電子密度分布図を計算して直ちに図1の結果を得た。BはAのO<sub>3</sub>-C<sub>60</sub>のメチル基が水素原子に置き換ったものでO<sub>3</sub>-Hの構造を有している。今回の解析では水素原子まで求めなかったが、全原子に異方性温度因子を与えて最終R因子はAで12.07 Bで8.86%を得た。AのR因子が悪いのは構造の一部に回転の不整を含むため必ずしも観測データの正確さを示すものではない。これらの結果から見て、より直接的にRU-1000の強度を比較するため、同一試料を使って両者の積分強度を比較してみた。結果は本レポートNo1, p 37(昭和55年)の図1に示したが、明らかにRU-1000の方が優れていることが分る。しかし、長時間にわたる装置の安定性、あるいは電力消費量(経済性)まで考慮した場合、どちらに軍配を挙げてよいものか判断に苦しむところである。当事者としては前にも述べたように通常の測定は通常のX線発生装置を使い、特殊な測定に限ってRU-1000を使う方針で進んだ。RU-1000を使った場合思っ

<sup>1)</sup> 現在日立中央研究所

表1. 結晶データならびに強度データの測定

	化合物 A	化合物 B
分子式(構造単位)	C <sub>50</sub> H <sub>86</sub> O <sub>14</sub>	C <sub>49</sub> H <sub>84</sub> O <sub>14</sub>
分子量	911.2	897.2
格子定数		
<i>a</i> (Å)	15.785	15.918
<i>b</i> (Å)	12.848	12.811
<i>c</i> (Å)	12.824	12.600
β (°)	91.9	92.1
<i>Z</i>	2	2
<i>D</i> × (g cm <sup>-3</sup> )	1.164	1.160
空間群	P 2 <sub>1</sub>	P 2 <sub>1</sub>
測定装置	Philips PW1100	理学AFC-5 と RU-1000
波長	Cu Kα	Cu Kα
管電圧	40 kV	50 kV
管電流	20 mA	1000 mA
モノクロメータ	グラファイト板	グラファイト板
走査法	2θ / ω scan	ω < 30° ω scan ω ≥ 30° 2θ / ω scan
走査速度	ω 6°/min	ω 12°/min
走査幅	1.0 + 0.35 tan ω	1.0 + 0.35 tan ω
コリメータ	0.8 mm φ (完浴)	1.0 mm φ (完浴)
受光スリット	1.0° × 1.0°	1.5° × 1.0°
2θ max	156°	120°
観測可能反射数 ( <i>N</i> )	6772	3548
観測反射数 ( <i>n</i> )	5350 [ <i>I</i> > 2 σ( <i>I</i> ) ]	2906 [ <i>I</i> > 3 σ( <i>I</i> ) ]
( <i>n</i> / <i>N</i> ) × 100	79 %	82 %

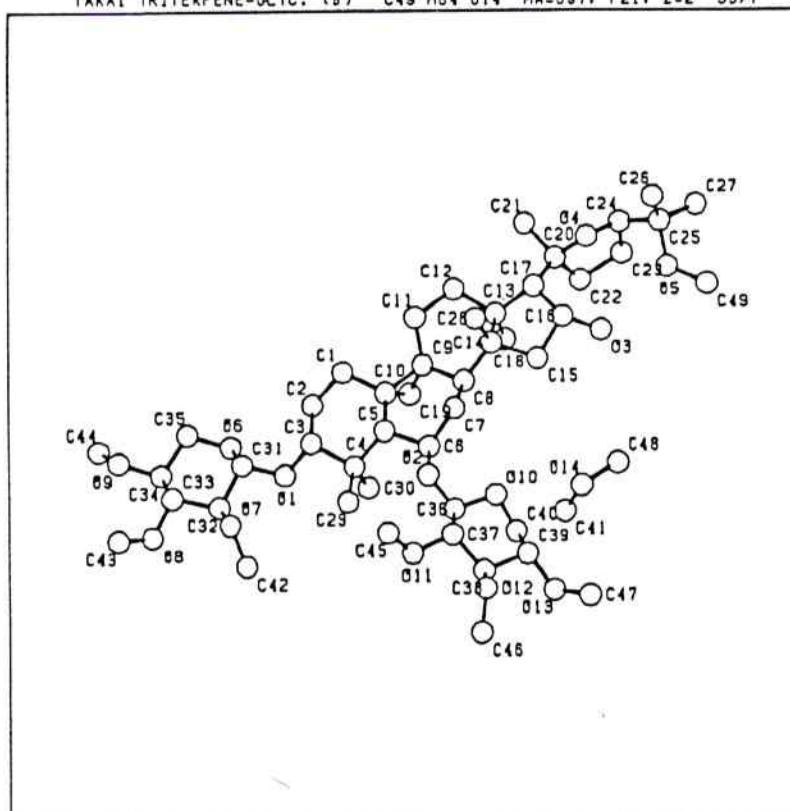


図1. 化合物Bの解析結果

た程効率が挙らないのは一つはX線焦点と試料の距離が伸びているためで、<sup>2)</sup> これは機構的に避けられない問題であるから、取敢えずX線焦点に接した位置にあるモノクロメーターを集光方式に改めるべく、円筒形グラファイト・モノクロメーターで垂直方向の拡がりを抑える用意をしている。

<sup>2)</sup> 注. 両測定で光学系の諸元は次の通りである。

RU-1000と	Philips
AFC-5の	PW1100
組合せ	

X線焦点とモノクロメーターとの距離	約 600 mm	約 70 mm
-------------------	----------	---------

モノクロメーターと試料との距離	約 180 mm	約165 mm
試料と受光スリットとの距離	約 260 mm	約 195 mm



# [W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub> と K<sub>3.5</sub>[H<sub>4.5</sub>PtMO<sub>6</sub>O<sub>24</sub>] · 3H<sub>2</sub>O 単結晶の構造解析

理学部 化学科

佐佐木 行 美, 李

旭, 今 枝 美能留

X線結晶解析は膨大な回折点の短時間での収集とそのデータ処理が可能な大容量高速計算機の導入により目ざましい発展をし、現在ではX線結晶学の専門家のみならず一般に構造解析が行われるようになって来た。

当総合試験所強力X線実験室の理学電機製自動四軸型X線回折装置は高速で対称性の高い結晶に対し効率良く精密測定をすることが可能でX線結晶構造解析にすぐれた性能を持っている。今回理学部化学科無機合成研究室によって標題化合物に対する構造解析が行なわれた。

## 測定及び構造解析

X線発生装置の出力は40kv 20 mA に設定し graphite 単結晶により単色化した Mo - K $\alpha$  線( $\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$ )を用い  $\omega - 2\theta$  Scan 法で  $6^\circ < 2\theta < 60^\circ$  までの反射を scan speed  $2\theta - 2^\circ/\text{min}$ , scan 幅  $1.2 + 0.6 \tan \theta^\circ$  の条件下で測定した。 $(I) > 3\sigma(I)$  なる各々独立な反射点を解析に用い重原子法により構造を決定し精密化はブロック対角近似最少二乗法により行なった。計算は部分的に変更した UNICSI プログラムを用い東京大学大型計算機センターの HITAC 200 H 及び 280H により行なった。

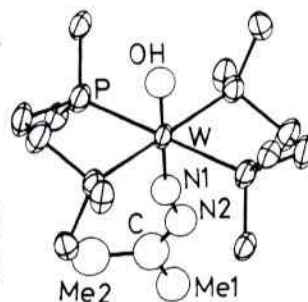
## [W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub> の構造

dpe : Ph<sub>2</sub>PCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>PPh<sub>2</sub>

最近我々は配位窒素の触媒的な水素化を目標とした、低原子価の金属カルボニル水素化物をプロトン源とした一連の実験の中で、アルコール中

の反応においてアルコキシド-ヒドラジド(2-)型錯体 [M(OR)(NNH<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>] X を単離した。この化合物は NH<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 生成の中間体と考えることが出来るから、水素化に溶媒アルコールが深く関与していると思われる。そこで、アルコールのかわりに H<sub>2</sub>O を用いて反応を行なって得られたヒドロキシド-ヒドラジド(2-)型の錯体の構造解析を行い、その OH の配位と構造の特徴を明らかにしようとした。

W - P	2.524(4)
W - OH	1.876(11)
W - N1	1.876(11)
N1 - N2	1.414(31)
N2 - C	1.316(45)
C - Me1	1.468(58)
C - Me2	1.558(63)



W - N1 - N2	163.0(14)
N1 - N2 - C	128.2(29)
N2 - C - Me1	122.0(37)
N2 - C - Me2	120.3(37)

Figure 1. The structure around W atom in [W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>]PF<sub>6</sub> with selected bond distances and angles.

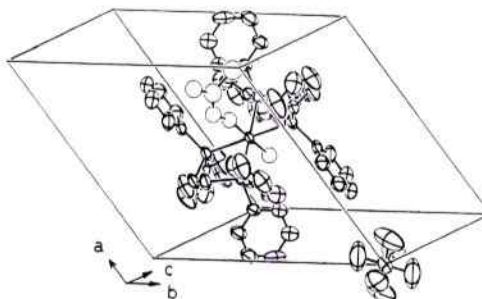


Figure 2. The crystal structure of [W(OH)(NNCMe<sub>2</sub>)(dpe)<sub>2</sub>]

Table 1. The crystal data of  $[W(OH)(NNCMe_2)(dpe)_2]PF_6$ .

F. W	1270.85	Crystal system	triclinic
Space group	$P\bar{1}$	Z	1
a Å	13.815 (3)	b	12.205 (2)
c	11.134 (2)	$\alpha$	111.05 (2)
$\beta$	118.13 (2)	$\gamma$	59.85 (2)
U Å <sup>3</sup>	1413.0 (6)	Dx gcm <sup>-3</sup>	1.493
$\mu$ cm <sup>-1</sup> (Mo K $\alpha$ )	15.69		

Table 2. The crystal data of  $K_{3.5}[H_{4.5}PtMo_6O_{24}] \cdot 3H_2O$ .

F. W	1349.77	Crystal system	triclinic
Space group	$P\bar{1}$	Z	2
a Å	12.426 (2)	b	13.884 (2)
c	10.089 (1)	$\alpha$	102.59 (2)
$\beta$	110.73 (1)	$\gamma$	93.18 (2)
U Å <sup>3</sup>	1332.2 (4)	Dx gcm <sup>-3</sup>	3.365
$\mu$ cm <sup>-1</sup> (Mo K $\alpha$ )	82.93		

結晶学的データはTable 1に、分子の構造図と主な結合距離及び角度をFig.1に、結晶図をFig. 2に示す。この結晶は分子に disorder があるためWに配位しているOHとN-1の分離が困難であるため、OとNを平均して refine を行なった。この結晶構造解析により以下のことが明らかになった。1) 溶媒のH<sub>2</sub>O由来のOH基が窒素錯体のN原子の trans 位に確かに存在すること。

2) NNCMe<sub>2</sub>の部分のMe基はジフェニルホスフィンエタン分子内の2つのフェニル基にはさまれる方向に存在する。3) ジフェニルホスフィンエタン分子内の4つのフェニル基については同一のリンについている2つのフェニル基は85.4°, 80.4°の dihedral angle を持ち、ほぼ直交していると考えられるのに対し、WP<sub>4</sub>で作る平面の同じ側にある2つのフェニル基ではそれぞれ48.4°, 26.3°の角度をなしている。

#### K<sub>3.5</sub>[H<sub>4.5</sub>PtMo<sub>6</sub>O<sub>24</sub>]・3H<sub>2</sub>Oの構造

Mo及びW系における heteropoly 酸化合物は、溶液化学及び結晶学的立場よりかなり興味をもたれている。その中でPt(IV)をヘテロ原子とするMo及びW系の heteropoly 酸塩はその存在が最近まで疑問視されてきた。そこで、我々はPt-W系の1:6ヘテロポリ酸塩に引きつづきPt-Mo系のヘテロポリ酸塩を合成その構造解析を行なった。

Pt-Mo系におけるヘテロポリ酸はpH2.5領域で平面構造のいわゆるAnderson型がpH5.4で[Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>]<sup>6-</sup>アニオンと同じ骨格をもつ[PtMo<sub>6</sub>O<sub>24</sub>H<sub>4</sub>]<sup>4-</sup>アニオンが単離されるのを確認した。我々は前者を $\alpha$ -型、後者を $\beta$ -型と呼ぶことにする。今回構造解析を行ったのは $\alpha$ -型である。その結晶の結晶学的データをTable 2に、またアニオンの構造と原子間平均距離をFig. 3に、結晶図をFig. 4に示す。Oc<sub>1</sub>, Oc<sub>2</sub>, Oc<sub>3</sub>, Oc<sub>6</sub>及びOb<sub>10</sub>の酸素は水素化されている。1つのK<sup>+</sup>は特殊位置にある。Fig. 4でわかるように単位格子のアニオンはとなりのアニオン

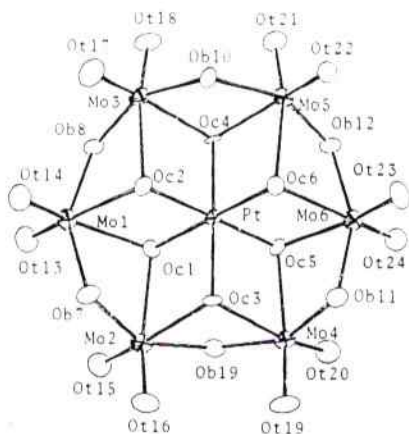


Figure 3. The structure of  $[H_{4.5}PtMo_6O_{24}]^{3.5-}$  anion. Average distances with range in parentheses.

Pt - Mo 3.32(5)(3.222 - 3.417), Mo - Mo 3.32(5)(3.222 - 3.365), Pt - Oc 2.01(3) (1.988 - 2.055) Mo - Oc 2.25(8) (2.096 - 2.338), Mo - Ob 1.96(7)(1.841 - 2.116) and Mo - Ot 1.71(3)(1.681 - 1.768) Å.

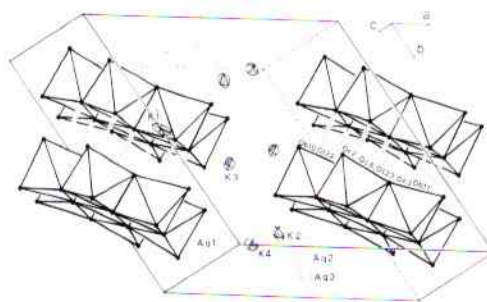


Figure 4. The crystal structure of  $K_{3.5}[H_{4.5}PtMo_6O_{24}] \cdot 3H_2O$ .

( $1-x, -y, -z$ )と強い水素結合 (2.55 ~ 2.83 Å) をしている。1 : 6 ヘテロポリアニオンにおいてこのような  $\alpha, \beta$  異性体が単離されたのはこの Pt - Mo 系が最初の例である。

# X線の多波回折現象

工学部 物理工学科

高橋 敏 男, 菊 田 惺 志

## 1. はじめに

X線の多波回折現象とは、ある波長のX線を結晶に入射させたときに、入射X線が2つ以上の格子面に対して同時にブラッグ条件をみたし、2つ以上の回折波を生じる現象である。一般に多波回折条件をみたす場合には、入射波および回折波相互の干渉効果により、1つの格子面に対してだけブラッグ条件をみたす2波の回折条件の場合と比べて、X線の回折強度は著しく変化することが知られている。たとえば、Renninger<sup>1)</sup>は反射型の配置において、禁制反射の回折強度が、多波回折条件をみたす場合には増大するという遠まわり反射回折現象を見出した。一方、Borrmann たち<sup>2)</sup>は、透過型の配置において、結晶が厚い場合に入射波および回折波の強度が異常に増大するという異常透過現象は、多波回折条件をみたす場合の方が2波の回折条件をみたす場合よりもさらに顕著になることを観測している。これらの先駆的な研究にひき続いて、

その後も多くの研究<sup>3)</sup>が理論および実験の両面からなされているが、多波回折条件をみたす場合のイントリンシックに近いX線の回折強度曲線を測定した例はほとんどない。本研究では、ほぼ単色で平行な入射線をつくり、入射波と2つの回折波が同じ平面内に含まれる場合について、2つの回折波のイントリンシックに近い回折強度曲線を測定し、動力学的回折理論と比較検討した。

## 2. 実験結果および考察

試料は、(111)面に平行に切り出されたGe単結晶平板を用いた。多波回折の条件をみたす格子面としては、 $[1\bar{1}0]$ 軸を晶帯軸とする晶帯面(111)および(331)を選び、X線は晶帯軸に垂直に入射させた。この多波回折条件をみたすX線の波長 $\lambda$ は $1.4987\text{\AA}$ で、ブラッグ角はそれぞれ $13.26^\circ$ 、 $35.26^\circ$ である。

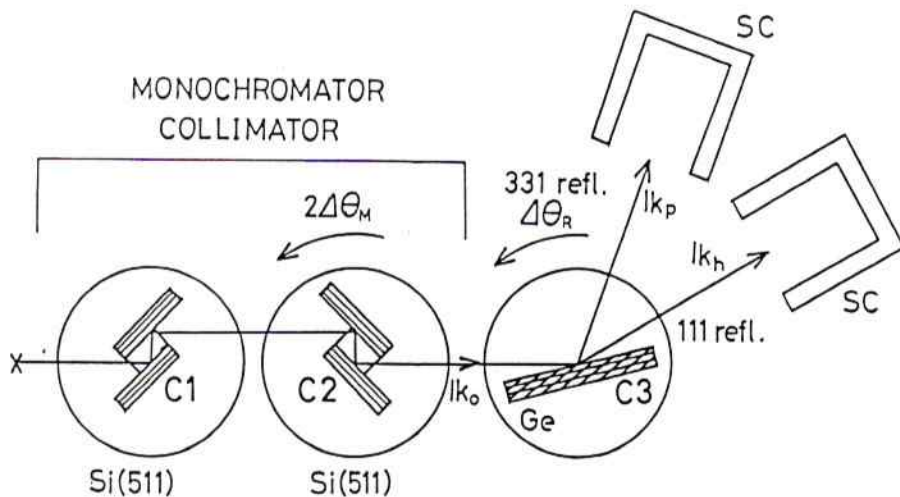


図1. 実験配置

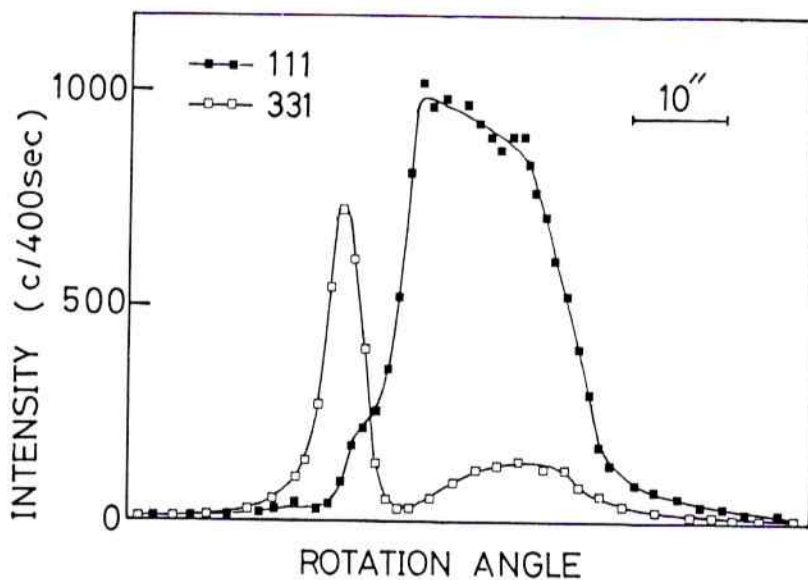


図2. 測定された回折強度曲線。入射波の波長が多波回折条件から  $\Delta\lambda/\lambda = -1.2 \times 10^{-4}$  だけずれた場合

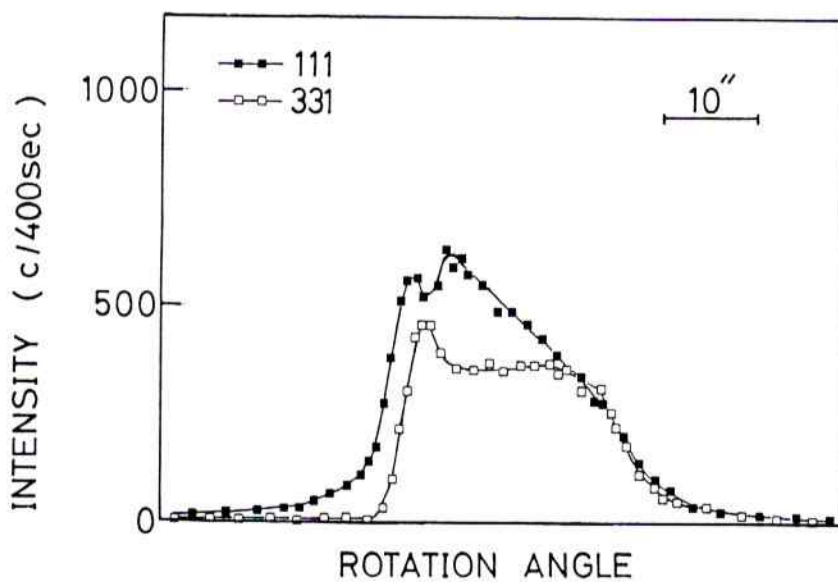


図3. 測定された回折強度曲線。入射波の波長が多波回折条件を厳密に満たす場合

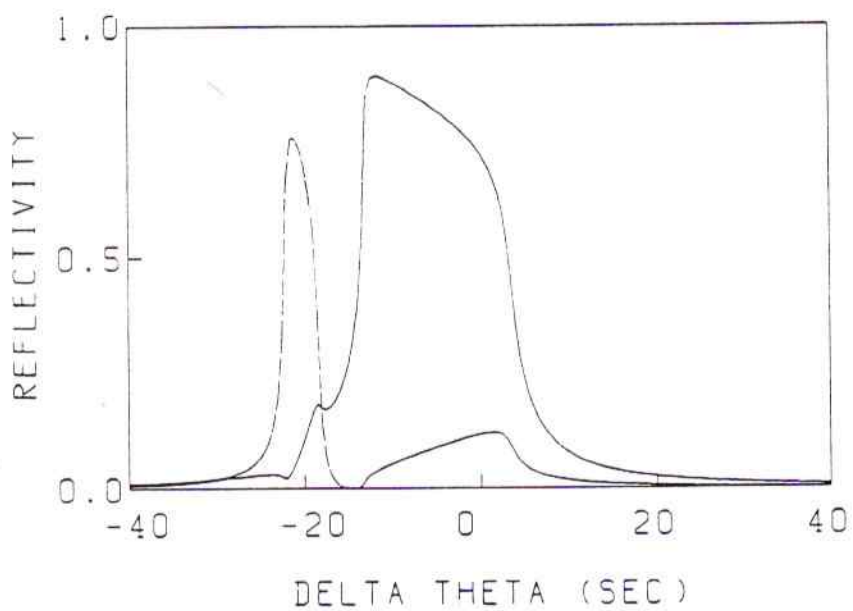


図 4. 計算された回折強度曲線。図 2.に対応する。

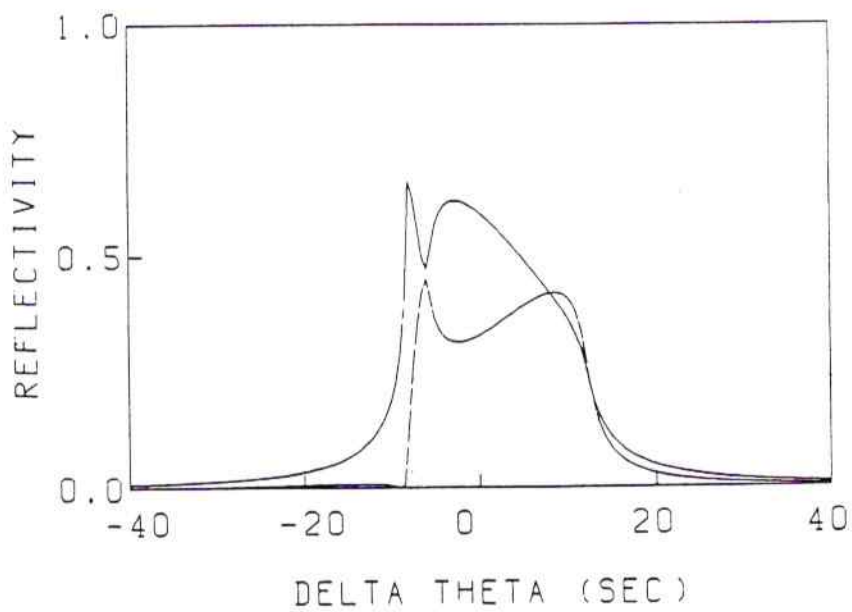


図 5. 計算された回折強度曲線。図 3.に対応する。

測定は図1に示すような三結晶法の(+, +, +)配置で行なった。第1結晶(C1)と第2結晶(C2)がモノクロメータ・システムを構成し、第3結晶(C3)が試料である。イントリンシックに近い回折強度曲線を得るためには、試料に入射するX線の角度広がりや波長広がりを狭くする必要があり、第1、第2結晶にはSiの511反射を用いた。それらの結晶はチャンネルカットされ各々2回の逐次反射を行うのでX線の角度広がりの裾の部分は激減する。さらに、511反射のブラッグ角はほぼ45°であるので、散乱面に平行な偏光成分は取り除かれ、垂直な偏光成分だけが残る。

図1に示す三結晶法の配置では、第2結晶を回転させることにより試料に入射するX線の波長を変換することができる。たとえば、第2結晶を1秒回転させると、波長は $\Delta\lambda/\lambda = 2.4 \times 10^{-6}$ だけ変化する。実験は、第2結晶を多波回折条件をみだす波長の極めて近くで微小回転し、そのつど第3結晶を回転させて111反射および331反射の回折強度曲線を測定した。X線源には高出力X線発生装置を50 kV, 900 mAで使用した。ゴニオメータおよび計測制御系には精密X線光学実験装置のものを利用し、 $22^\circ \pm 0.1^\circ \text{C}$ に温度制御された恒温槽内で実験を行なった。X線の検出には2台のシンチレーションカウンタを用いた。

多波回折条件をみだす波長の近傍で波長を変化させながら回折強度曲線を測定すると、はじめ2つの回折波のピークは異なる角度で独立に現われていたものが、多波回折条件をみだす波長に近づくに従って、回折波のピークの現われる角度が接近し互いに干渉し合うようになる。それに伴って回折強度曲線のプロファイルも2波の回折条件をみだす場合とは異なってくる。図2は、多波回折条件を厳密にみだす波長から $\Delta\lambda/\lambda = -1.2 \times 10^{-4}$ だけ波長を変化させ、111反射および331反射の回折強度曲線を

測定した結果である。111反射と331反射は非常に接近した角度でおこっている。331反射の回折強度は111反射のピーク角度でも反射するようになり2つのピークをもつ。111反射の回折強度曲線も331反射のおこる角度で肩をもつようになる。さらに波長を変化させてほぼ厳密に多波回折条件をみだす波長で測定した回折強度曲線を図3に示す。2つの回折波の強度はほぼ同じ角度範囲で強くなる。入射線束が2分されるため回折波のピーク強度は減少する。さらに波長を変化( $\Delta\lambda/\lambda > 0$ )させると、2つの回折強度曲線は再び分離していき、ついには2波の回折条件をみだす場合と一致する。このように、回折強度曲線のプロファイルは、多波回折条件をみだす波長の近傍では複雑に変化する。図4、図5は共平面の条件をみだす3波の多波回折の場合について動力的回折理論に基づいて計算したイントリンシックな回折強度曲線である。それぞれ図2、図3に対応する波長で計算してある。計算結果と実験結果はよく一致していることがわかる。

### 3. おわりに

動力的回折理論によれば、多波回折条件をみだす場合の回折強度曲線のプロファイルは、回折に関与している結晶構造因子の絶対値のみならず、その位相にも深く依存している。このため、回折強度曲線のプロファイルを精密に測定することにより結晶構造因子の位相に関する情報も得ることができる。また、シンクロトロン放射光のモノクロメータ結晶に、多波回折の条件を適用すれば、連続スペクトルのなかから波長広がりや発散角の狭いX線束を得ることができる。

#### 参考文献

- 1) M. Renninger : Z. Phys. 106 (1937) 141.
- 2) G. Borrmann and W. Hartwig : Z.

Kristallogr. 121 (1965) 26.

- 3) Z. G. Pinsker : Dynamical Scattering  
of X-Rays in Crystals (Springer -  
Verlag, New York, 1978), Chap. 12.



# X線定在波法による $\text{NiSi}_2/(111)\text{Si}$ 界面構造の解析

工学部 物理工学科, 高エネルギー物理学研究所\*

秋本晃一, 石川哲也,\* 高橋敏男, 菊田惺志

X線の動力的回折理論<sup>1,2)</sup>によれば, X線が結晶で回折される時, 入射波と回折波の干渉により, X線の定在波が結晶の内外に形成されることが知られている。この定在波は回折面に平行で, 回折面と同じ面間隔をもち, ブラッグケースでは定在波の節や腹の位置はブラッグ角近傍のX線の入射角によって大きく変化する。この現象は実験的には, X線と結晶中の構成原子との相互作用の結果放出される蛍光X線<sup>3)</sup>や光電子<sup>4)</sup>の収量の測定から確かめられている。最近, この現象を利用して結晶中の不純原子の位置<sup>5)</sup>や結晶表面に吸着した原子の位置<sup>6)</sup>を決定する試みがなされ, X線定在波法と呼ばれている。

ここでは, X線定在波法を電子デバイス等への応用上興味のもたれている界面の構造解析に応用した。その一例としてSi デバイスでohmicあるいはSchottky contactとして利用されているシリサイド, 特にNiシリサイドとSiとの界面構造の解析を行なった。 $\text{NiSi}_2$ 薄膜は(111)Si基板上にエピタキシャル成長することが知られており<sup>7)</sup> TEM (Transmission Electron Microscopy) によって $\text{NiSi}_2/(111)\text{Si}$ 界面は原子レベルで急峻であることが観察されているが<sup>8)</sup> シリサイド/Si界面の原子構造についてはTEMの格子像の観察によってごく最近になってモデルが提案されるようになってきた段階である<sup>9)</sup>。

X線定在波法が界面の構造解析に用いられるためには, 基板とその上にエピタキシャル成長した薄膜の格子定数が非常に近く, またエピタキシャル薄膜は基板とちがった種類の構成原子を

もっていることが必要であるが, この条件は電子デバイス等で興味のもたれている系では満足されていることが多い。 $\text{NiSi}_2$ とSiの場合, 格子定数のちがいは0.45%である。図1に測定の原理を示す。図1.(c)にブラッグ角近傍での定在波の様子が描かれている。ブラッグ角の低角側では定在波の節の位置が基板の原子面に一致しているのに対し, 高角側では定在波の腹の位置が原子面に一致している。図1.(a)(b)は界面のモデルであるが, (a)の場合はエピタキシャル薄膜構成原子から放射される蛍光X線強度のX線入射角依存性を測定すると; ブラッグ角の低角側でピークになるのに対し, (b)の場合には高角側でピークになる。このことから逆に蛍光X線強度のX線入射角依存性の測定から界面の構造を決定できるわけである。

X線源としては, はじめ強力X線実験室の高出力X線発生装置のRU-1000をMoターゲットで50kV, 900mAの条件で使用した。MoK $\alpha$ 線による実験で, よい結果の得られる見通しを得た。そこで, 高エネルギー物理学研究所のフォトン・ファクトリーのシンクロトロン放射光を用いて本格的な実験を行なった。その実験配置を図2に示す。二結晶法の平行配置で, 第一結晶に非対称度 $b = 0.11$ のSiの111ブラッグ反射を用い, 第二結晶に試料結晶を置いた。使用したX線の波長は $0.80\text{ \AA}$ で $\text{NiSi}_2$ 薄膜から放出されるNiK $\alpha$  蛍光X線( $\lambda = 1.66\text{ \AA}$ )の収量はGe半導体検出器で測定した。

NiK $\alpha$  蛍光X線の収量をSi基板の111ブラッグ反射近傍の角度で測定した結果を図3に示す。図3.(a)は厚さ5nmの蒸着Ni膜から熱

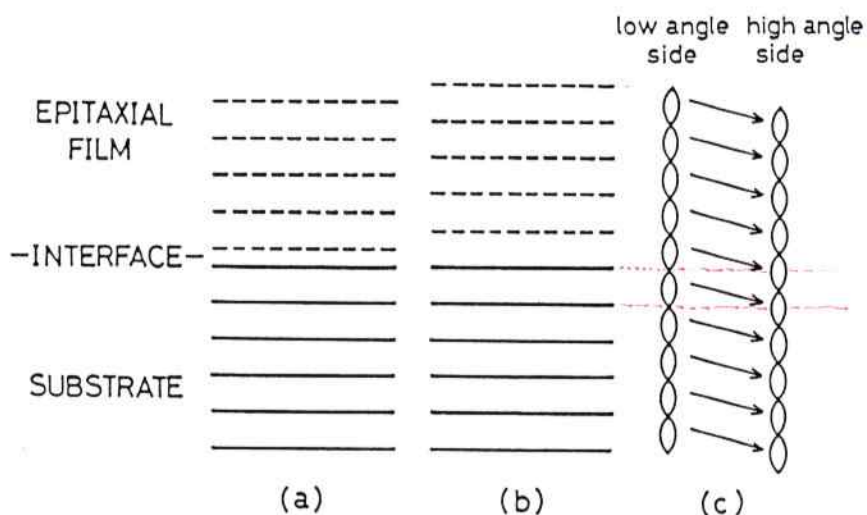


図1. 測定の原理

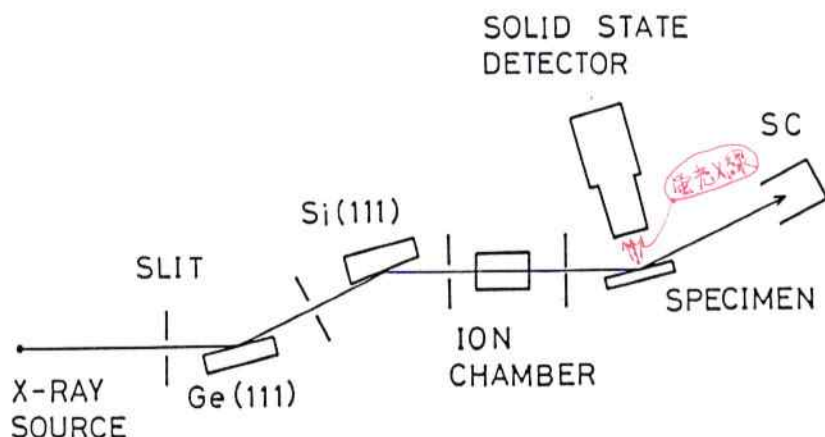


図2. 実験配置

処理によって  $\text{NiSi}_2$  薄膜をエピタキシャル成長させた試料のものであり、(b) は 10nm のものである。図 4., 5. に種々の界面のモデルに対する X 線の動学的回折理論を用いた計算結果を示す。モデル 0-7 は図の左上に示されているように Si 基板中の Si 原子の位置に対する  $\text{NiSi}_2$  薄膜中の Ni 原子の相対位置 0-7 に対応している。この中でモデル 1 の計算結果を抜き出したものが図 6. である。これは図 3. の実験結

果とよく一致している。計算に際しては、 $\text{NiSi}_2$  薄膜の膜厚はももとの Ni 膜の膜厚の 3.6 倍であるとした。最近 Cherns らが提唱した 2 つのモデル<sup>9)</sup>を 図 7. に示す。図 7. の (a) がモデル 7 に対応している。彼らは TEM の格子像観察から、図 7. の (a) が計算と実験の結果が一致するとしているが、この X 線定在波法の実験では図 7. の (b) の方が計算と実験の結果がよく一致している。以上の実験を通して、X 線定在波法が

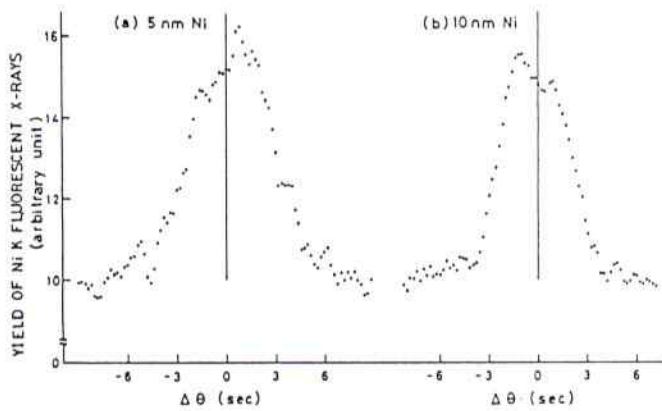


図3. 実験結果

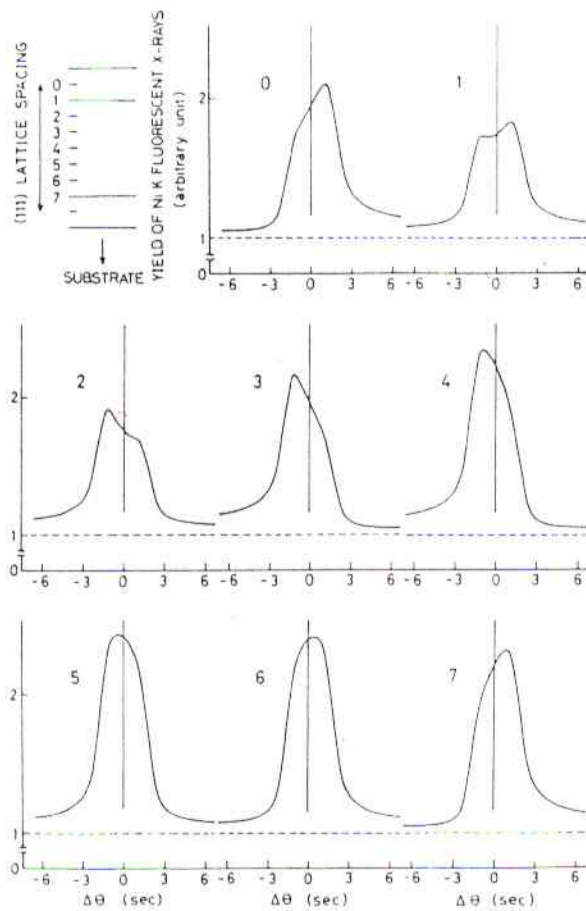


図4. 計算結果 (5 nm Ni)

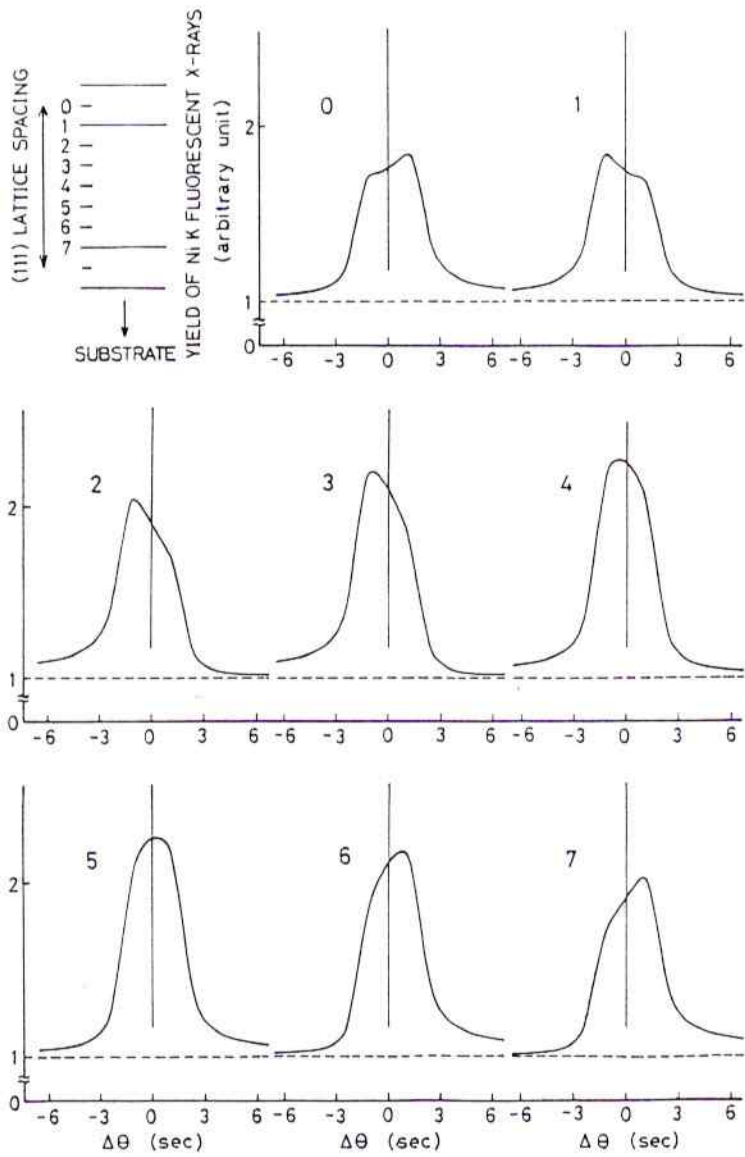


圖 5. 計算結果 (10 nm Ni)

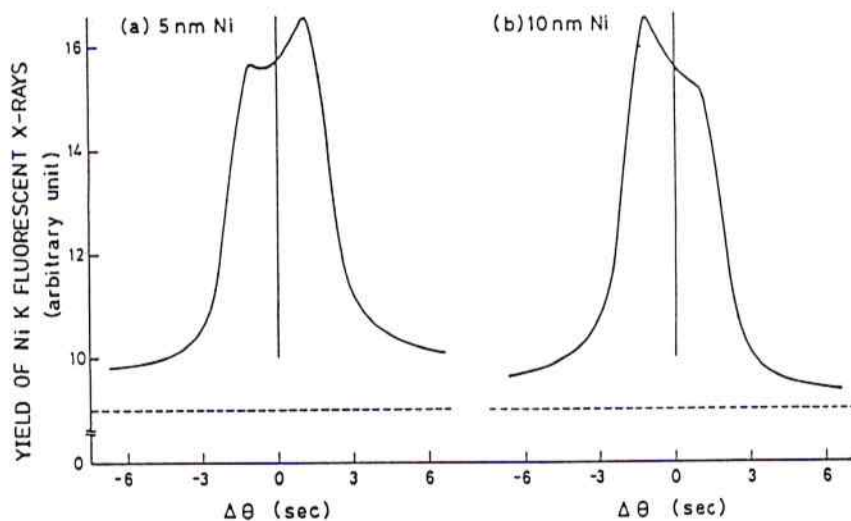


図6. モデル1による計算結果

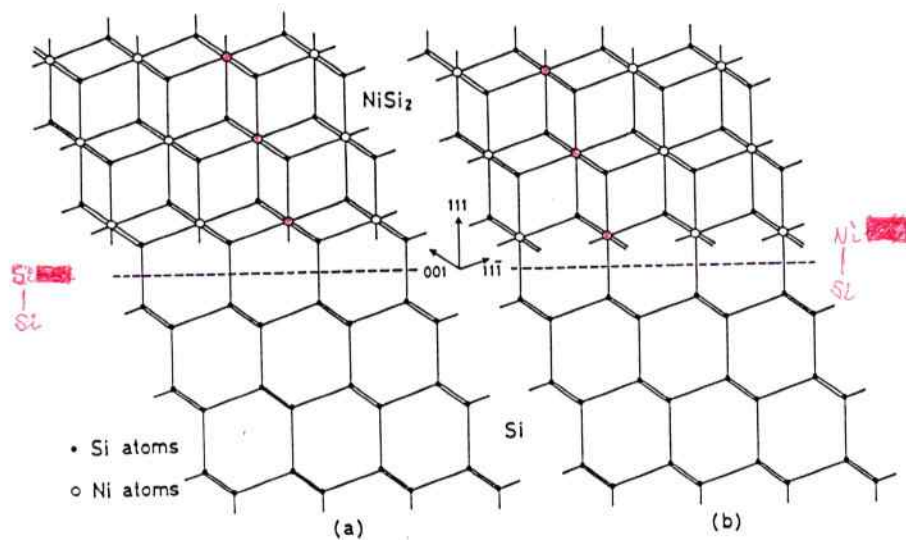


図7.  $\text{NiSi}_2 / (111)\text{Si}$  界面の構造モデル

エピタキシャル薄膜と基板との界面の構造解析の有力な手段になることが明らかになった。

#### 参考文献

- 1) M. v. Laue : Röntgenstrahl-Interferenzen (Akademische Verlag, Frankfurt, 1960).
- 2) B. W. Batterman and H. Cole : Rev. Mod. Phys., 36 (1964) 681.
- 3) B. W. Batterman : Phys. Rev. 133 (1964) A 759.
- 4) S. Kikuta and T. Takahashi : Proc.

- Int. Conf. X-ray and VUV Spectroscopy. Sendai 1978. Jpn. J. Appl. Phys. 17 (1978) Suppl. 17-2, p. 271.
- 5) J. A. Golovchenko, B. W. Batterman and W. L. Brown : Rev. Revv B 10 (1974) 4239.
  - 6) P. L. Cowan, J. A. Golovchenko and M. F. Robbins : Phys. Rev. Lett. 44 (1980) 1680.
  - 7) K. N. Tu, E. I. Alessandrini, W. K. Chu, H. Kräutle and J. W. Mayer : Proc. 6 th Int. Vacuum Congr., Kyoto 1974. Jpn. J. Appl. Phys. 13 (1974) Suppl. 2, Pt. 1, p. 669.
  - 8) F. Föll, P. S. Ho and K. N. Tu : J. Appl. Phys. 52 (1981) 250.
  - 9) D. Cherns, G. R. Anstis and J. L. Hutchison : Phil. Mag. A 46 (1982) 849.

# 積分型比例計数管位置検出器

工学部 原子力工学科

長谷川 賢一, 持木 幸一

## 1. はしがき

高エネルギー物理学研究所の放射光実験施設での共同利用が開始され、強力なフラックスのX線が利用できるようになった。強力X線での実験における問題の一つに、高計数率で動作できるX線検出器の開発がある。文部省科研特定研究「物質のマイクロ構造の動的解析」(昭和55~57)の目的の一つはこのような放射光用の位置検出器を開発することであり、高性能の検出システムが使用できなければ、放射光の特性を十分に生かしきれないことになる。

われわれの研究室では放射光用として積分型と高速2次元MWPCの開発研究を行なっている。

一般に、検出器にはパルス計数方式と積分方式とがある。放射光で高計数率測定を行なうには、エネルギー情報は失われるが、出力電流の積分値を測定値とする電荷積分型を用いる方が

有利である。

X線TVも積分型検出器の一種であるが、われわれの開発したPSDは、広い計数範囲を持つ点で特長がある。

## 2. 個別比例計数管集合方式

図1のように、一本の共通アノード線を持つ小さな比例計数管を多数並べて、そのカソードからの出力電流を積分用コンデンサCaで受ける。アナログマルチプレクサはこのCaに蓄積された電荷を電荷増幅器に送り込む役目を持っている。使用したマルチプレクサはHARI S 506で、16chが一つのICに含まれていてカスケード接続が可能である。マルチプレクサの各チャンネルを順番に周期的に指定することにより、それに対応した比例計数管セルに貯えられていた電荷が電荷増幅器とA-D変換器(ADC)で処理され、メモリに送り込まれるようになっている。

いま、1個のX線光子の一次電離によって発生したイオンの量を $q$ 、ガス増幅率を $A$ 、1つのセルに入射して吸収されたX線の計数率を $I$ 、電荷増幅器のフィードバック静電容量を $C_f$ 、マルチプレクサの読み出し周期を $T$ 、ガス増幅された電荷がカソードに捕集される効率を $k$ 、および電荷増幅器の出力電圧を $V$ とすると、これらの間に次の関係が成り立つ。

$$V = \frac{kqAIT}{C_f} \quad (1)$$

出力 $V$ はX線強度 $I$ に比例する。また、この式には電荷蓄積用コンデンサ $C_a$ は含まれない。

$C_a$ の値はマルチプレクサの入力最大可能電圧

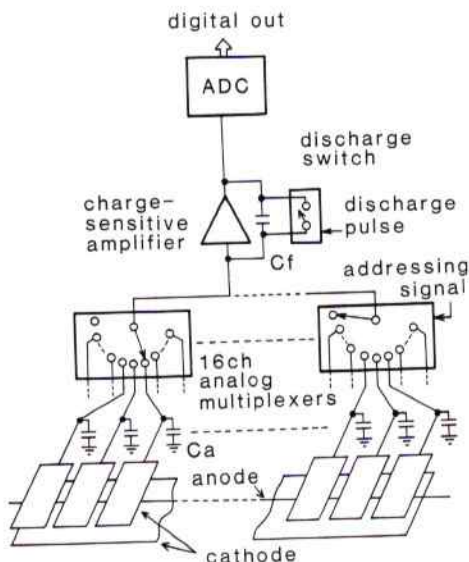


図1 積分型比例計数管とその読み出し回路

以下になるように定められるだけで、各セル（チャンネル）の電荷は単一の電荷増幅器によって読み取られる。

検出器本体としては、最初、2 mm ピッチのものを作り基本的な特性の測定を行ない、その結果を用い1 mm ピッチの実用検出器を製作した。検出器自体は通常のPSPC (Position Sensitive Proportional Counter)と同じで、20  $\mu\phi$  の金メッキタングステン線を使用し、カソード・アノード間隔は1 mm ~ 5 mmの範囲で使用できる。

### 3. 試験結果

図2に1 mm ピッチの検出器のガス増幅率特性を示す。最高計数率は使用する高電圧に依存し、ガス増幅率 ((1)式の  $kA$ ) を小さくとれば1チャンネルに当り、 $10^8$  photons/sec のX線を検出できる。入射計数率の下限は、100 photons/sec程度で、マルチプレクサの暗電流によって決まる。

高出力X線発生装置のダイレクトビームを使用した測定例を図3に示す。これはAlの回折

パターンで、回折ピークは左からCuK $\beta$ (111), CuK $\alpha$ (111), CuK $\alpha$ (200)で、これから、検出器の位置分解能がカソードピッチ幅にほぼ等しいことが分かる。また、同じ試料を1 mm ピッチ、カソード・アノード間隔5 mmの検出器で測定した例を図4に示す。この検出器を用いて放射光でカエルの筋肉の動的測定を行ないパルス方式の検出器の5~10倍以上の高計数率領域で測定が可能であることが確められている。なお、図2及び図4の特性はPL-200回

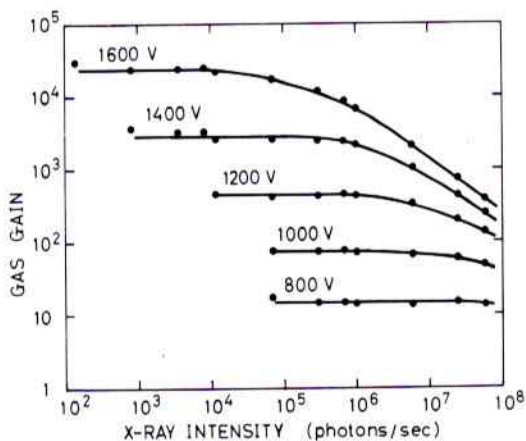


図2 入射計数率に対するガス増幅率特性

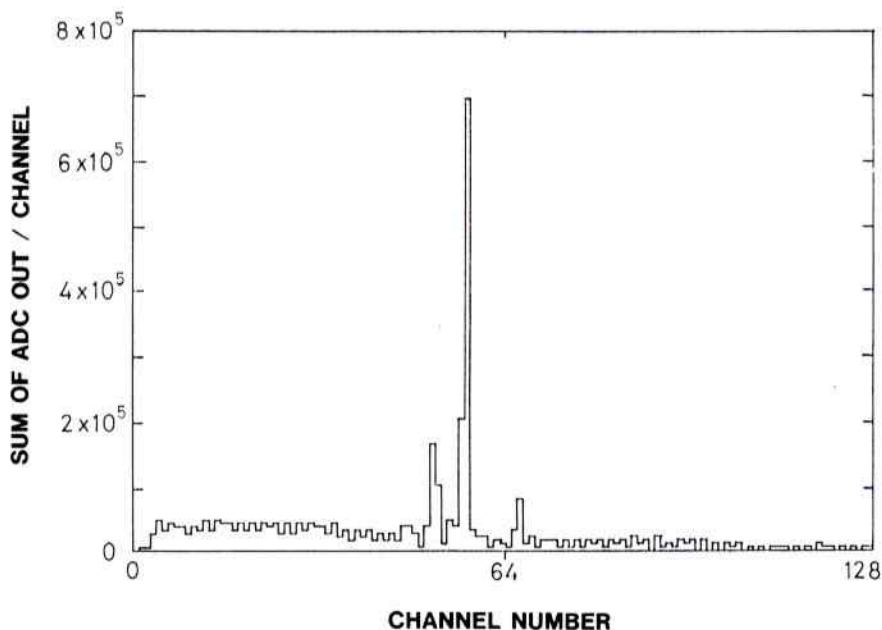


図3 2 mm ピッチ検出器のAl回折測定例(高電圧1100 V, 測定時間200 sec)



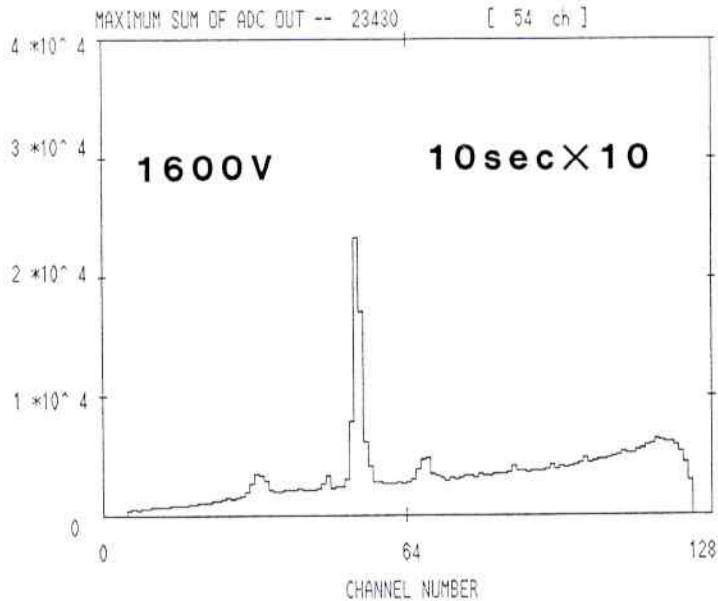


図4 1 mmピッチ検出器のAI 回折測定例(読み出し周期10sec, 10回加算)

転陽極X線発生装置を用いて測定したものである。

#### 4. むすび

放射光用の高計数率検出器として新方式の積分型検出器およびその付属エレクトロニクスを試作し、好結果が得られた。この検出器方式で現在0.5 mmの分解能のものを試作中である。また、強力X線実験室がこのような検出器開発に極めて有用であることも立証された。なお、実験に際し、多大な御協力をいただいた小野技官に感謝します。

- (1) HASEGAWA K., MOCHIKI K. & SEKIGUCHI A. (1981). Integral Type Position-Sensitive Proportional Chamber with Multiplexer Readout System, IEEE Trans. Nucl. Sci., Vol. NS-28, NO. 4, 3660-3664

- (2) MOCHIKI K., HASEGAWA K., SEKIGUCHI A. & YOSHIOKA Y. (1981). Integral Type Position-Sensitive Proportional Chamber with Multiplexer Readout System for X-ray Diffraction Experiments, Adv. in X-ray Analysis, Vol. 124, 155-159
- (3) 長谷川, 持木 (1980)(1981)(1982) 個別比例計数管集合方式検出器の開発, 「物質のマイクロ構造の動的解析」成果報告書第1~第3年度

# 空気電離箱方式ビームプロファイルモニタ

工学部 原子力工学科

細野 米市, 長谷川 賢一

## 1. はしがき

放射光実験施設（高エネルギー物理学研究所）では、強力なX線フラックスを用いて種々の実験が行われているが、放射光実験での問題の一つにビームの位置安定性がある。放射X線を出す電子ビームの軌道が変化すると、X線実験装置の再調整が必要となる。これに必要なビームプロファイルモニタとして、空気電離箱方式のものを試作し、高出力X線発生装置で実用化のテストを行った。

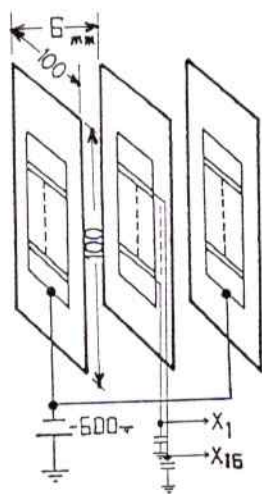


図1 ビームプロファイルモニタの構成

## 2. 構成

ビームプロファイルモニタ（BPM）の概要を図1に示す。アノード、カソード共に36本のCu-Be（70 $\mu$ m $\phi$ , Be数%含有）を0.38mmピッチに張ってある。等間隔ピッチで張るためにアクリル棒のネジを作り、そのピッチを利用した。

中央にアノード、6mm離れて両側にカソー

ドを配置し、カソードに負の高電圧を加えて使用する。

信号はアノードの中央16本から取り出され、両側の10本ずつはグミー線として使用される。16本のアノード線には170pFのコンデンサが並列につながれ、吸収されたX線によって生じた電荷を蓄積する。このコンデンサの充電電圧をマルチプレクサを通して順次、読み出す。

読み出しの方法は積分型比例計数管位置検出装置と同様であるが、このBPMでは、電荷増幅器を用いず、電圧を読んで、読み終わったらリセットする方式を用いている。BPMではチャンネル数が少ないので、各チャンネルの感度偏差をコンデンサの容量の微調で補正する方式も使用できる。

蓄積コンデンサの容量Cに対し、読み出られる電圧 $V_i$ は

$$V_i = \frac{k T I f_i}{C}$$

で表わされる。ここでIはX線の強度、Tは蓄積時間、 $f_i$ はビーム強度分布（ビームをアノード線のピッチで切断し、積分した量の分布）、kはX線の吸収係数、生じた電荷の収集効率を含めた常数である。

## 3. 実験結果

X線取出窓より約30cmの位置にBPMを設置し、3mm $\phi$  コリメータからのビームを測定した結果を図2に示す。各チャンネルの感度差の補正は行っていない。ピーク電圧は約-2V、蓄積時間は100msである。

このプロファイルからビームの約90%を占める範囲を求めると $\pm 2$ mmになり、3mm $\phi$  の

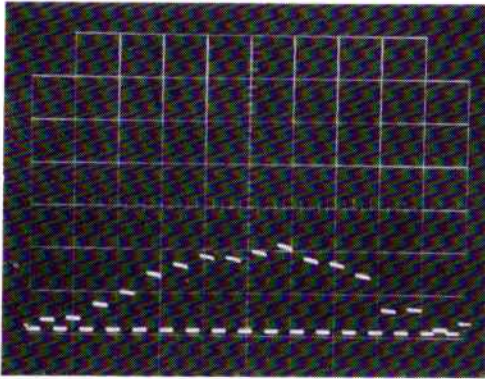
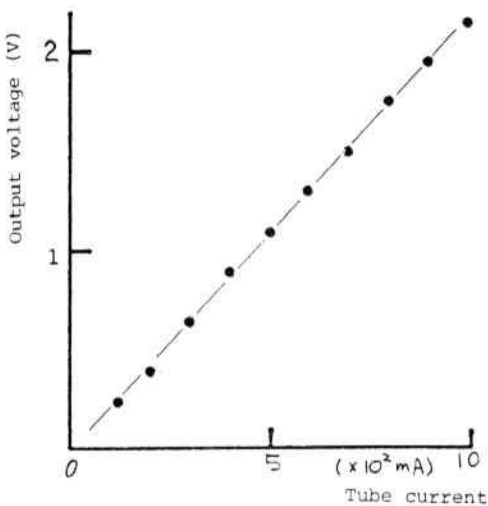


図2 測定ビームプロファイル  
(1 V / div , 10 ms / div)

ビームがわずかに広がって測定されていることが分かる。

測定された全電荷から、入射X線のフラックスを概算してみると、電荷の収集効率 $G$ に対して、 $(1/G) \times 6.7 \times 10^{10}$  photons / sec になる。 $G$ の値はまだ測定していないので、正確な値を出せないが、この4mm $\phi$  ビームが $10^{11}$  photons / sec 程度であることは推定できる。

出力電圧とX線管の電流との関係は図3のように比例性を持つので、このBPMが強度のモニタとしても使用できることが分る。



第3図 X線管電流に対する出力ピーク電圧

#### 4. むすび

空気電離箱方式のビームプロファイルモニタ（位置分解能 $\approx 0.4$  mm）を作り高出力X線発生装置によってテストした結果、良好な特性が得られた。実験に際し、小野技官に御協力をいただいた。感謝します。

#### 文 献

細野，長谷川，関口：パルス電子線用多線式ビームプロファイルモニタ，応用物理 Vo152，No.4，344（1983）

## 〔Ⅱ〕 強力 X 線実験室状況報告

工学部 総合試験所強力 X 線実験室  
小野 勝 男

強力 X 線実験室には高出力 X 線発生装置を中心としてそれと組合せて使用される実験装置の他に、諸研究室のご好意により提供を受けた実験装置がこの 1～2 年の間にいくつか配備されて来た。これらは昭和 58 年 3 月頃までに殆んど立上げが行われ、順次ユーザーの方々に利用されてきている。また配置換えあるいは撤去した装置もあり移転当初と変っているので装置の現在の配置状態を 43 ページの図に示す。ここでは本実験室の最近の 2 年間の利用状況と高出力 X 線発生装置その他の装置の保守状況について報告する。

### 1. 高出力 X 線発生装置の稼動状況

	Cu ターゲット	Mo ターゲット	合計時間	備 考
標準焦点	966 (H)	1,987 (H)	2,953 (H)	
細焦点	39	87	126	
エージング	158	184	342	ターゲットの交換, 整備のため
合計時間	1,163	2,258	3,421	

第 1 表 高出力 X 線発生装置稼動状況 (S 56. 4. 1～S 58. 3. 31)

### 2. その他の実験装置の稼動状況

主な装置として(1)高分解能 X 線分光分析装置(理学電機工業製)(2)高輝度回転陽極 X 線発生装置(理学電機製 RU-200 PL)(3)粉末試料用 X 線ディフラクトメーター(理学電機製 D-8 C)(4)結晶切断面方位測定装置(東芝製 EC-60 B)(5) X 線光学素子作成装置(エイコーエンジニアリング製)があげられる。このうち(2)は総合試験所冶金方面研究室(3)は薬学部飯高研(4)は物理工学科菊田研の各研究室からご提供を受けた装置で、(2)の RU-200 PL ロータは 57 年の 7 月、(4)結晶面方位測定装置は 58 年の 2 月に立

新建屋に移転した直後と昭和 57 年の 11 月に比較的大きなトラブル(後述)があった他はほぼ順調に運転されて来た。現在では技術的には連日の終夜運転も可能である。

高出力 X 線発生装置の運転時間を第 1 表に示す。これは 2 年間の合計時間を示しているが、前 2 年の時間とくらべて約 20% 増加している。

ターゲットとしては Cu の利用が少なく Mo が多い。この傾向は前 2 年と同じである。また焦点サイズについては標準焦点の利用が圧倒的に多くなっている。

上げが行われた。また(3)の粉末試料用 X 線ディフラクトメーターには多目的 4 軸回折計も組合わされてその X 線源が共用できるようにした。これは RU-1000 のマシンタイムがとれないときに上記 X 線ディフラクトメーターと組合せて少しでも能率よく使うためである。(5)の MBE 装置では高エネルギー研究所の SOR 光源用のモノクロメーターなどの製作にも使用されている。これらの装置は RU-1000 のように使用時間の統計はとっていないが、それぞれ殆んど絶え間なく使用されている。

またスライシングマシン、放電加工器も単結

晶の切断・加工・引張試験用の試料の製作等に  
ひんぱんに使われている。

これらの装置を使った研究成果も本冊子の実  
験報告として述べられている。

・高分解能X線分光分析装置	: ①合志研, ②黒田研	2
・EXAFS実験装置	: ②黒田研, ③飯高研, ④伊藤研, ⑤竹内研, ⑥細谷研	5
・精密X線光学実験装置	: ①伊藤研, ①菊田研	2
・多目的4軸自動回折計	: ②佐々木研	1/10
・点収束カメラ	: ②若林研	1
・結晶切断面方位測定装置	: ①菊田研, ①兵藤研	2
・高輝度回転用極型X線発生装置	: ①長谷川研, ①明石研, ③伊藤研	3
・スライディングマシン	: ①菊田研, ③伊藤研	2
・放電加工機	: ①菊田研, ③伊藤研, ④伊藤研, ⑤山崎研	4
・持込装置	: ①長谷川研, ③伊藤研, ①菊田研	3

第2表 実験装置の利用研究室 (56・57年度)

25

#### 4. 高出力X線発生装置その他の装置の運転保 守状況

新建屋に本実験室が移転してから2年程経過  
したが、その間高出力X線発生装置 (以下 RU  
-1000と呼ぶ)その他の装置についていくつか  
のトラブルを経験している。RU-1000の故  
障件数は年々減少する傾向にあるので装置が安  
定して来ていると云えそうである。最近では技  
術的には無人運転も充分可能な状態である。こ  
こでは2~3の主な故障状況をとりあげて今後  
のトラブル防止の参考にしたい。

##### (1)RU-1000ターゲット軸受ベアリングの故障

いままでに何回かターゲットの軸受のボー  
ルベアリングが電蝕で使用不能になる事故が起  
きている。使用しているベアリングはローラベ  
アリングとボールベアリングの2種類あるが、  
ボールベアリングの方が圧倒的に多く故障して  
いる。その原因の殆んどはプリー側の軸シール  
のオイル漏れ、水漏れにある。

オイル漏れがあるとプリー表面がオイルでよ  
ごれたカーボンブラシとの電氣的接触抵抗が大  
きくなるためである。そのため数100時間で故

### 3. 各実験装置の利用研究室

この2年間に本実験室を利用された研究グル  
ープ名を利用機種別にまとめて第2表に示す。

障してしまった場合もある。

この対策として、ベアリング周囲に電氣的絶  
縁スペーサー (テフロン) をはさむことにより  
ベアリング自身に管電流が流れないようにする  
ことが考えられている。すでにこの改善は名古  
屋大学や北海道大学で実施され、成功してい  
ると聞いている。本実験室においても理学電機  
(株)のご協力を得て実施されようとしている。

##### (2)RU-1000フィラメント固定の緩み

細焦点用電子銃のフィラメントが内部ウェー  
ネルト円筒に接触した。フィラメント装着時に  
あまりきつくネジを締めつけると取外しのとき  
に容易に外せない。そのため適当な力で締めつ  
けるようにしているがその手加減がむずかしい。  
フィラメントは使用時間の耐久限度まで使われ  
ずに交換することが殆んどである。標準焦点用  
のガンにも同じことが云える。電子銃は高温に  
なること振動するなどの条件は避けられないの  
で技術的な困難はあるが今後フィラメントの固  
定方法、位置調整方法の改善が望まれる。

##### (3)管球内真空の漏れ

ターゲットを支持しているフランジのうち共

通のフランジに真空の漏れを生じた。シールオイルの飛散あるいは反跳電子を防ぐための、フランジ中央内側円筒部の先端にある溶接部に非常に小さな孔があいたものである。

このため管球内の真空度が  $10^{-7}$  Torr から  $10^{-6}$  Torr におちた。孔のあいた原因は不明であるが、反跳電子が集中しそのため比較的溫度が高くなると思われる部分なので今後は充分監視していく考えである。

#### (4) 冷却水の汚れ

RU-1000 以外の実験装置のための冷却水の循環装置がある。設置してから一年間程は鉄錆で水がよごれ、フィルターの目詰まりのため 20 時間後に再びフィルターの交換の止むなきに至

ったこともあった。そのため

① 錆の直接的原因となっている配管中の部品を交換した。(それによる若干の性能の低下は止むを得ないものとした)

② 冷却水配管系には、水を抜かない限り、直接空気を入れないように配管系の一部を改良した。

③ 常時運転を行なう。

の三点を実施したところの水の汚れがなくなった。いくつか実験した結果では②③両方とも有効であると思われるので現在は常時運転を実行している。今後は消費電力節約のため常時運転の見直しも検討され始めている。

以上

### 〔Ⅲ〕 利用実績

#### 昭和56年度

No.	テーマ又は内容	利用者	所 属
1.	ポリアセチレン試料, 触媒試料の EXAFS	佐藤 佳晴 黒田 晴雄	理学部化学科
2.	担持触媒試料の EXAFS	〃	
3.	低合金鋼中の定性定量, 高合金鋼中の不純物の定性, セラミックスの定性	藤村 一良 合志 陽一	工学部工業分析化学
4.	触媒とそのモデル試料の EXAFS スペクトルの測定	佐藤 佳晴 黒田 晴雄	理学部化学科
5.	ガラス中の Mg 配位数の蛍光 X 線分析による決定	飯田 厚夫 合志 陽一	工学部工業分析化学
6.	固形吸着剤上に捕集された金属の蛍光 X 線法による定 量測定	吉永 敦 合志 陽一	〃
7.	PtNi(CN) <sub>6</sub> の Ni 周囲の配向原子の偏光依存性と EXAFS の測定	坂牧 俊夫 細谷 資明	物性研究所
8.	Cu の K-Shell EXAFS の測定	小林 真司 竹内 伸	〃
9.	触媒およびポリアセチレンなどの EXAFS 測定	朝倉 清高 黒田 晴雄	理学部化学科
10.	SOR 光用検出器の性能試験	持木 幸一 長谷川賢一	工学部原子力工学科
11.	X 線ビームラインモニタの性能試験	細野 米市 長谷川賢一	〃
12.	不純物拡散 Si 単結晶のキャラクタリゼーション	石川 哲也 菊田 惺志	工学部物理工学科
13.	アモルファス WO <sub>3</sub> の L <sub>I</sub> , L <sub>II</sub> 吸収端の EXAFS 測 定	坂牧 俊夫 細谷 資明	物性研究所

#### 昭和57年度

1.	アルミナに担持した Rh <sub>6</sub> (CO) <sub>16</sub> の構造変化の EXA FS による測定	朝倉 清高 黒田 晴雄	理学部化学科
2.	X 線の単結晶による垂直入反射現象の研究	牛神 義行 菊田 惺志	工学部物理工学科
3.	Al 単結晶の高温変形中の方位変化 および方位分布の 測定	小野 勝男 岩見 輝夫 伊藤 邦夫	工学部総合試験所
4.	Pk $\alpha$ のケミカルシフトの測定, PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> の重合度による 変化の測定	福島 整 合志 陽一	工学部工業分析化学
5.	Al, Ca の状態分析, 吸着剤を用いた金属元素の定量, 吸着剤を用いた P の定量, テトラオキソ P 酸イオンの	白 友 兆 福島 整	工学部工業分析化学

No.	テーマ又は内容	利用者	所 属
	K $\beta$ スペクトル測定	吉永 敦	
6.	抗生物質の EXAFS 測定	合志 陽一 鶴田 二郎	薬学部製薬化学科
7.	ポリアセチレンにドーピングした FeCl <sub>3</sub> の構造の EXAFS による研究	飯高 洋一 朝倉 清高	理学部化学科
8.	二結晶による GaAs 基板上の Ga <sub>x</sub> In <sub>1-x</sub> P エピタキシャル層の格子定数測定	黒田 晴雄 太田 淳	工学部理工学科
9.	工業用乾燥剤の成の状態分析	伊藤 良一 福島 整	工学部工業分析化学
10.	岩塩中の成分元素分析	合志 陽一	"
11.	オルトリン酸とポリリン酸の Pk $\alpha$ 測定	"	"
12.	個別比例計数管集合方式の位置検出器の性能試験	持木 幸一	工学部原子力工学科
13.	EXAFS による Rh <sub>6</sub> (CO) <sub>16</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 触媒の構造変化の測定	長谷川賢一 朝倉 清高	理学部化学科
14.	二結晶法を用いた GaAs/Ga <sub>x</sub> In <sub>1-x</sub> P 系の薄膜単結晶の格子定数測定	黒田 晴雄 太田 淳	工学部理工学科
15.	Al, Ca, Si, PO <sub>4</sub> 塩系の P の K $\alpha$ , K $\beta$ 測定	伊藤 良一	工学部工業分析化学
16.	アルミナセメント中の Al, Mg の状態分析, 吸着剤に捕集された金属元素の定量分析	白 友 兆	工学部工業分析化学
17.	Al, P の K $\alpha$ , K $\beta$ のケミカルシフトの測定 P 金属元素の定量	合志 陽一 福島 整	"
18.	Cu(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> SO <sub>4</sub> · H <sub>2</sub> O の EXAFS 測定	吉永 敦 水野 薫	"
19.	Ca, Si, Al 化合物の K $\alpha$ , K $\beta$ による状態分析, テトラオキソリン酸塩の PK $\alpha$ , K $\beta$ の測定, 多元素同時定量分析, リンの XRE による定量	合志 陽一 白 友 兆	工学部工業分析化学
20.	III-V 族化合物半導体混晶 (AlGaAs, GaAsP 等) の EXAFS 測定	合志 陽一 吉永 敦	工学部工業分析化学
21.	Fe-3%Si における X 線磁気散乱の測定	水野 薫 合志 陽一	工学部理工学科
22.	X 線の多波回折現象の研究	佐々木 徹 伊藤 良一	工学部理工学科
		牛神 義行	"
		菊田 惺志	"
		高橋 敏男	"
		石井 和慶	"
		菊田 惺志	"



# 東京大学工学部総合試験所強力 X線実験室運営委員会規程

昭和53年5月25日制定

昭和56年4月27日改正

## (設置)

第1条 東京大学工学部総合試験所（以下「総合試験所」という。）に強力X線実験室運営委員会（以下「運営委員会」という。）を置く。

## (任務)

第2条 運営委員会は、強力X線実験装置の管理運営に関する事項を審議する。  
2. 運営委員会は、総合試験所長に対して意見を述べることができる。

## (組織)

第3条 運営委員会は、委員長、副委員長及び委員若干名をもつて組織する。

## (委員長等)

第4条 委員長は、総合試験所長をもつて充てる。  
2. 委員長は、運営委員会を招集し、その議長となる。  
3. 委員長に事故があるときは、総合試験所長補佐である委員がその職務を代理する。  
4. 副委員長は、委員のうちから委員長が委嘱する。  
5. 副委員長は、委員長を補佐する。

## (委員)

第5条 委員は、次の各号に掲げる者に総合試験所長が委嘱する。  
(1) 総合試験所長補佐  
(2) 総合試験所主任  
(3) 総合試験所冶金方面担当所員  
(4) 工学部の教授、助教授、講師のうちから若干名  
(5) 学内関係部局の教授、助教授、講師のうちから若干名  
(6) その他総合試験所長が必要と認めた者若干名

## (任期)

第6条 前条第4号、5号及び6号の委員の任期は2年とする。ただし、再任を妨げない。  
2. 補欠の委員の任期は、前任者の残余の期間とする。

## (幹事)

第7条 運営委員会に幹事若干名を置く。  
2. 幹事は、工学部職員のうちから総合試験所長が委嘱する。ただし、幹事には総合試験所冶金方面担当所員を加えるものとする。

## (小委員会)

第8条 運営委員会は、特定の事項について審議するため、小委員会を置くことができる。  
2. 小委員会の委員は、運営委員会委員長が委嘱する。

(庶 務)

第 9 条 委員会の庶務は、総合試験所事務部において処理する。

(補 則)

第 10 条 この規程に定めるもののほか、運営委員会の運営に関して必要な事項は、運営委員会が別に定める。

附 則

この規程は、昭和56年4月27日から施行し、昭和56年4月1日から適用する。

# 東京大学工学部総合試験所強力 X線実験室実行委員会規程

昭和53年5月25日制定

昭和56年4月27日改正

## (設 置)

第 1 条 東京大学工学部総合試験所強力X線実験室運営委員会（以下「運営委員会」という。）に運営委員会規程第8条第1項に基づき実行委員会（以下「実行委員会」という。）を置く。

## (任 務)

第 2 条 実行委員会は、運営委員会の諮問に応じて強力X線実験装置の建設、研究及び利用に関する事項を審議する。

## (組 織)

第 3 条 実行委員会は、委員長、副委員長及び委員若干名をもつて組織する。

## (委員長等)

第 4 条 委員長は、運営委員会委員のうちから運営委員会委員長が委嘱する。

2. 委員長は、実行委員会を招集し、その議長となる。
3. 委員長は、実行委員会における審議の結果を運営委員会に報告しなければならない。
4. 副委員長は、委員のうちから委員長が委嘱する。
5. 副委員長は、委員長を補佐し、委員長に事故があるときはその職務を代理する。

## (委 員)

第 5 条 委員は、次の各号に掲げる者に運営委員会委員長が委嘱する。

- (1) 工学部の教授、助教授、講師のうちから若干名
- (2) 学内関係部局の教授、助教授、講師のうちから若干名
- (3) その他運営委員会委員長が必要と認めた者若干名

## (任 期)

第 6 条 前条の委員の任期は2年とする。ただし、再任を妨げない。

2. 補欠の委員の任期は、前任者の残余の期間とする。

## (幹 事)

第 7 条 実行委員会に幹事若干名を置く。

2. 幹事は、工学部職員のうちから運営委員会委員長が委嘱する。

## (補 則)

第 8 条 この規定に定めるもののほか、実行委員会の運営に関して必要な事項は、実行委員会が別に定める。

## 附 則

この規程は、昭和56年4月27日から施行し、昭和56年4月1日から適用する。

## 東京大学工学部総合試験所強力X線実験室利用内規

### 1. 目的

この内規は、強力X線実験室（以下「実験室」と略す。）の設備の円滑にして効率的な利用を図るために設けるものである。

### 2. 適用範囲

この内規は実験室に属する全ての機器・装置に適用する。

### 3. 利用資格

実行委員会の承認を得た研究者、又はその研究者の立会いの場合にのみ利用を認める。

利用にあつての責任はその研究者にある。

### 4. 利用方法

実験室に備えつけの申込用紙によつて申込み、実行委員会の承認を得て利用する。

#### 利用申込

(1) 利用希望者は所定の申込用紙に必要事項を記入（利用責任者を明記）し、希望する利用開始期日の原則として1箇月前までに実行委員会に申込む。

(2) 申込用紙は実験室にある。

#### 利用許可

(3) 利用許可及び日程の調整は実行委員会で行ない利用者に連絡する。日程は実験室前の廊下に掲示する。

#### 利用期間

(4) 原則として1回の利用は連続して3週間以内とする。

#### 利用料金

(5) 運営委員会で別に定める。

### 5. 利用に関する注意

(1) 期間中に使用しない日がある場合および期限前に終了したときは、利用者は実行委員会に連絡してマシントイムの無駄が生じないように努力する。

(2) 発生装置の運転は有資格の利用者が行なう。

(3) 発生装置の有資格者は実行委員会が決める。

(4) 実験室の利用時間は原則として午前9時より午後5時までとする。

上記の時間外の運転を希望するときは、あらかじめ実行委員会の許可を得、総合試験所の規則に従つて行なう。

(5) 利用にあつては備えつけの利用日誌に必要事項を必ず記入すること。

(6) 利用中に不測の事故が生じた場合は直ちに実行委員、または実行委員会が指定した者に連絡すること。

(7) 利用者は、実験中は必ずフィルムバッジを着用し、また、防X線衝立、鉛板、その他を使つてX線の漏洩を防ぐなど、放射線傷害の事故を起さぬよう安全管理に充分注意すること。

(8) 利用が終了したときは実行委員会に連絡して撤去すること。

### 付 則

1. この内規は昭和56年4月27日から施行する。

## 工学部総合試験所強力X線実験室運営委員会委員名簿

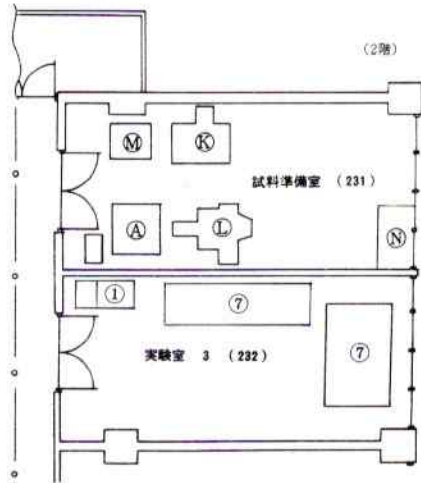
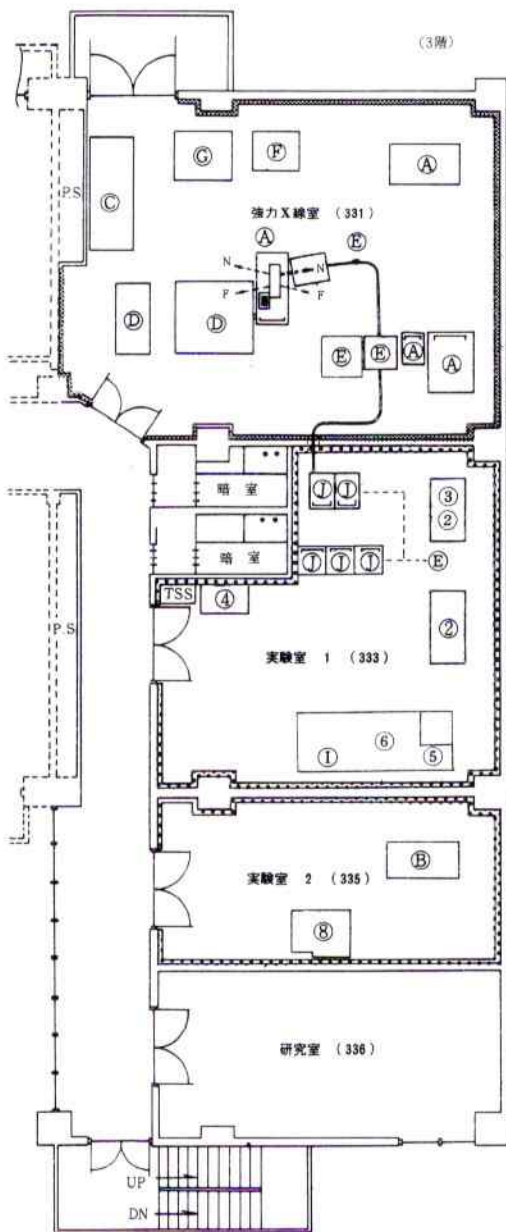
昭和58年3月31日現在

委員長	工学部総合試験所長	教授	南 雲 仁 一
副委員長	工学部物理工学科	”	兵 藤 申 一
委員	” 総合試験所長補佐	”	國 井 大 蔵
”	” 電子工学科	”	菅 野 卓 雄
”(幹)	” 物理工学科	助教授	菊 田 惺 志
”	” 計算工学科	教授	森 下 徹
”	” 原子力工学科	助教授	長谷川 賢 一
”	” 資源開発工学科	教授	武 内 寿久弥
”	” 金属材料工学科	”	阿 部 秀 夫
”(幹)	” 工業化学科	”	合 志 陽 一
”	医学部薬理学教室	”	江 橋 節 郎
”	” 放射線医学教室	助教授	竹 中 栄 一
”	理学部化学科化学教室	教授	黒 田 晴 雄
”	” 地学科鉱物学教室	”	竹 内 慶 夫
”	薬学部製薬化学科薬品物理分析学教室	”	飯 高 洋 一
”	物性研究所凝縮系物性部門	”	細 谷 資 明
”	工学部総合試験所主任	助教授	平 野 敏 右
”	” ” 物理方面担当所員	”	中 野 馨
”(幹)	” ” 冶金方面担当所員	”	伊 藤 邦 夫
幹 事	工学部事務部経理課長		下 遠 武 彦
”	” 総合試験所事務長		笹 井 和 夫

## 工学部総合試験所強力X線実験室実行委員会委員名簿

昭和58年3月31日現在

委員長	工学部物理工学科	教授	兵藤申一
副委員長	薬学部製薬化学科薬品物理分析学教室	〃	飯高洋一
委員	工学部工業化学科	〃	合志陽一
〃(幹)	工学部物理工学科	助教授	菊田惺志
〃	理学部化学科	〃	池本勲
〃(幹)	工学部総合試験所冶金方面担当所員	助教授	伊藤邦夫
〃	工学部総合試験所冶金方面	技官	小野勝男

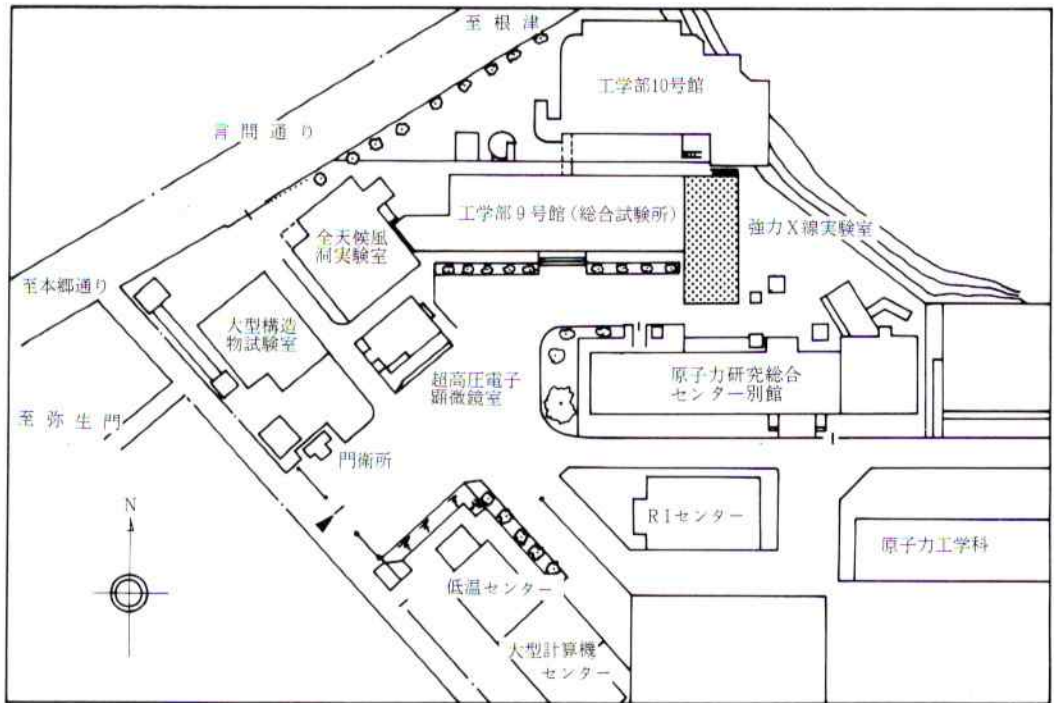


- Ⓐ 高出力X線発生装置
- Ⓑ 高分解能X線分光分析装置
- Ⓒ EXAFS 実験装置
- Ⓓ 精密X線光学実験装置
- Ⓔ 多目的自動四軸回折計
- Ⓕ 点収束カメラ
- Ⓖ 二軸ゴニオメータ
- Ⓗ 高速二次元X線検出器
- ① 円筒型位置敏感X線検出器
- ② 計算機システム
- Ⓚ スライシングマシン
- Ⓛ ダイヤモンド・ドリル
- Ⓜ 放電加工器
- Ⓝ ドラフトチャムバー
- ③ 結晶切断面方位測定装置
- ④ 四軸回折計
- ⑤ 粉末試料用X線ディフラクトメータ
- ④ マイクロデンシトメータ
- ⑤ カメラ類 (プリセッションカメラ、ワイセンベルグカメラ)
- ⑥ 高輝度回転陽極型X線発生装置
- ⑦ X線光子素子作成装置
- ⑧ 走査型X線顕微鏡

強力X線実験室の装置配置図







東大弥生キャンパス

発行日：昭和58年3月31日

編集及発行：東京大学工学部総合試験所強力X線実験室

〒113 東京都文京区弥生2-11-16

電話 (03)812-2111 内線 7471

