

2010年11月26日(金)~12月2日(木)

共同利用実験 2009G092

「オキソ酸塩系正極材料の創成と構造解析」

実験責任者: 山田 淳夫 (東京大学)

2010年11月26日(金)~11月28日(日)

担当 井田 隆 (名古屋工業大学)

2010年11月26日(金) 小雨. マシンスクデスあけ

○ 最近のログブック記載の確認

#16-138 ~ 車工大. 陳さん 2010年10月12日~19日

・ スリット高さを1mmから2mmに変更したと  
強度が2倍以上になったとの記述 (#16-138)

チームの芯がずれているらしい。このような  
状況ではスリット架台位置の調整が  
必要と書かれている...

・ 電気炉の過熱事故 (#16-146)

~400°C で冷却水が止まるとらしい。

ゴリアーはどうか、たか?

・ エコーの Error の (通信エラー) 表示

の理由をおこなったとの記載 (#16-153)

またなぜか「ほぼ毎回」? (#16-156)

・ #13-4 の強度が弱い? (#16-156)

#16-157 ~ 名工大(?) 神保 じ, 2010年10月19日 ~

#16-161 ~ 昭和葉大 清谷, 2010年10月24日 ~

・ 20補正値の再検討を試みながら苦戦した  
じ ( #16-164 )

#16-170 ~ 京大. 三宅 じ, 2010年11月3日 ~

・ 「『20100620』の時と強度が4倍違う」との  
記載' (#16-173) (#16-204)

・ 7-2の断層 ( #16-192 ~ 194 )

・ 要旨がわかるのと記載' (#16-194)

#17-1 ~ 東大. 西村, 2010年11月12日 ~

・ シンギュラリティ. 内容変更

#17-17 ~ 東工大. 藤井 じ, 2010年11月19日 ~

## ○ メンテナンス 操作

- ・ 計測制御系の電源を一斉全部おとし、入力を直す。

~~MDS20101112~~ MDS20101010-6.pxp の

- ・ ティーとログを全消去。 MDS20101126-0.pxp として保存。

- ・ コントローラリセット実施

- ・ 全軸初期化・エンジンリセット実施。

- ・ 真空ロス排除用の ~~ホールド~~ 停止にいた。

(東工大藤井さんが停止をおいじりたの  
たろうか...?) ホールドを起した。

- ・ 平板回転計材料用ヤゴに巻き込み防止板が  
少しひたついているかと、と交換できる材料に交換。

- ・ シャッター上流の可動スリットがヒール上の  
位置に来た。手と手と不自然な位置で  
電源OFF。下の位置に移した。

- ・ 制御PC. ~~Microsoft Update~~ の実施、  
再起動。この後 MDS20101126-0.pxp と  
起動。いまだにホールド中に常操作と  
試みたが、問題なく動作した。

- ・ BBS を開く @09:40

・ 17日冷却水温度 上流 24.2°C 下流 24.8°C  
(9:49)

・ 17日・三ヶ-制御系キック

“Rescue and Recovery” 11°Cに

「Rescue and Recovery」  
「リカバリー」

2. 基本仕込に操作の実行に必要領域

が不足(2ヶ分)とメッセージが表示

された。意味不明なメッセージとエラー

メッセージが表示された。

最前面に “管理者スキャン開始 2010/11/19

12:10:00” の 11°C 表示された。

11°C 以上 “完了” の表示された。閉じ

メッセージ。

“Update Manager” 11°Cに Install(Shield

Update Manager) OK ボタンを押す。

“Scriptclient” 7ヶ-10ヶ-

C: ¥STARS¥scriptclient > getpara λφ

Lambda: 1.2000

Mono.TEM: 10.9062

Mono.S2: 12.7299

Mono.DTH2: 0.2644

Mirr.MFV: 29.4036

Mirr.MRV: 31.5334

Mirr.MFH: 7.3590

Mirr.MRH: 10.1550

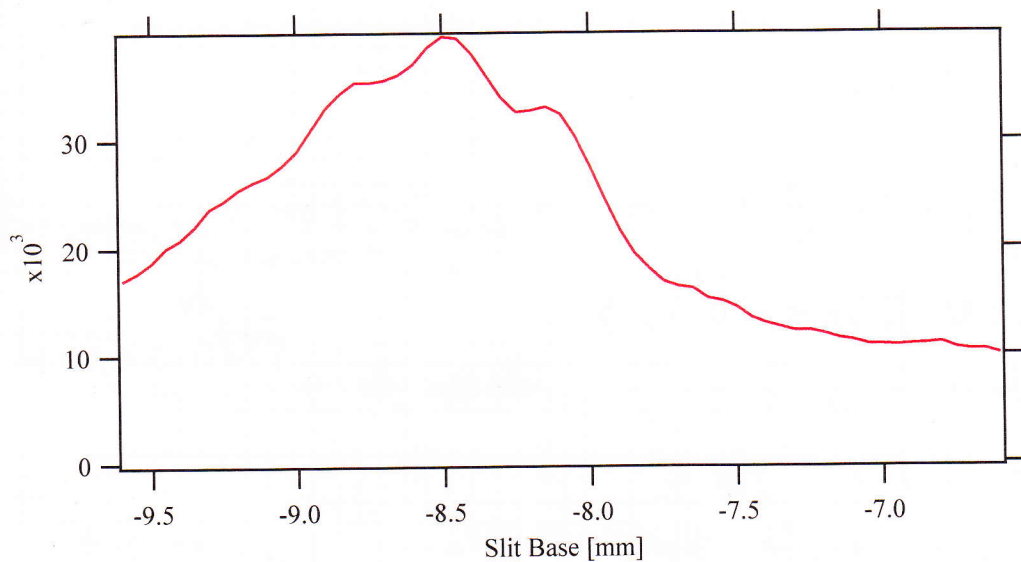
Mirr.BNT: 0.0000

( pm16c02(11°C) )  
-392624  
254598  
9518  
147018  
-157667  
14718  
20310  
0

- 蓄積のγ線中子-ドット線- (~~Wsp 45 KEK-P1~~  
Webサイトから) 2.5 GeV 21471124 配  
( $I = 450 \mu\text{A}$ )

### ○ 回折光学系調整

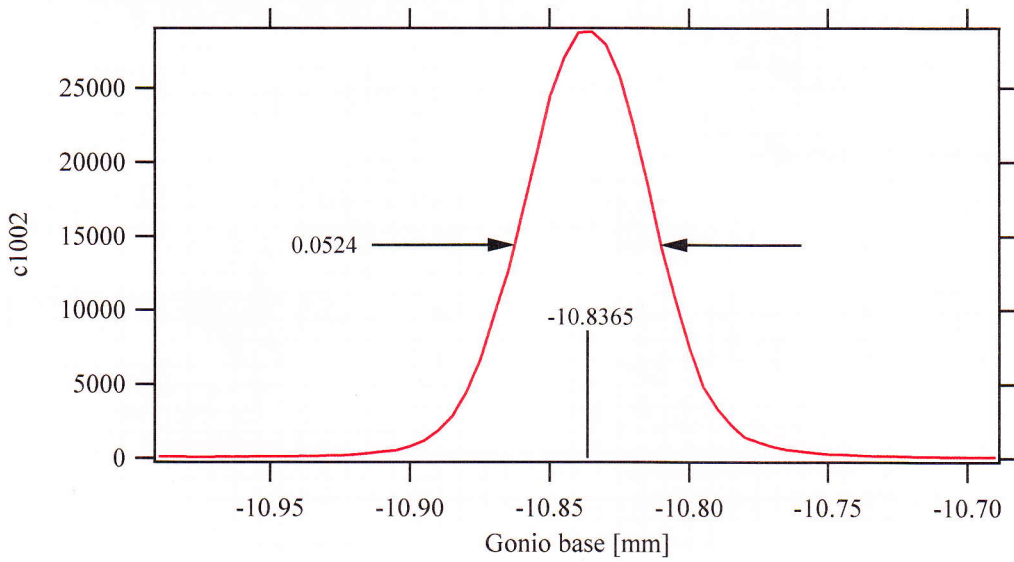
- No.1 3つの4°を調整. スリット  $W_{2.5} \times H_{0.05}$   
減衰板 Cu 5(2)
- スリット架台スキャン



スリット位置を  $-8.10 \text{ mm}$  から  $-8.50 \text{ mm}$   
に変更.

### ○ ゴニオ架台調整

セクタ-2 スリット調整, スリット架台位置  $-8.50 \text{ mm}$   
②軸  $0^\circ$  に移動. ゴニオ架台位置  
 $-10.838 \text{ mm}$  に移動. ゴニオ架台スキャン



この位置を  $-10.438 \text{ mm}$  から  $-10.837 \text{ mm}$  に変更

・アタリを自動セツリ

No.1 2④A を  $21.3^\circ$  に調整する

MDS20101126-1.ppt

セツリを撤去

No.1 ~ No.6 アタリを  $1 \text{ mm}$  に変更

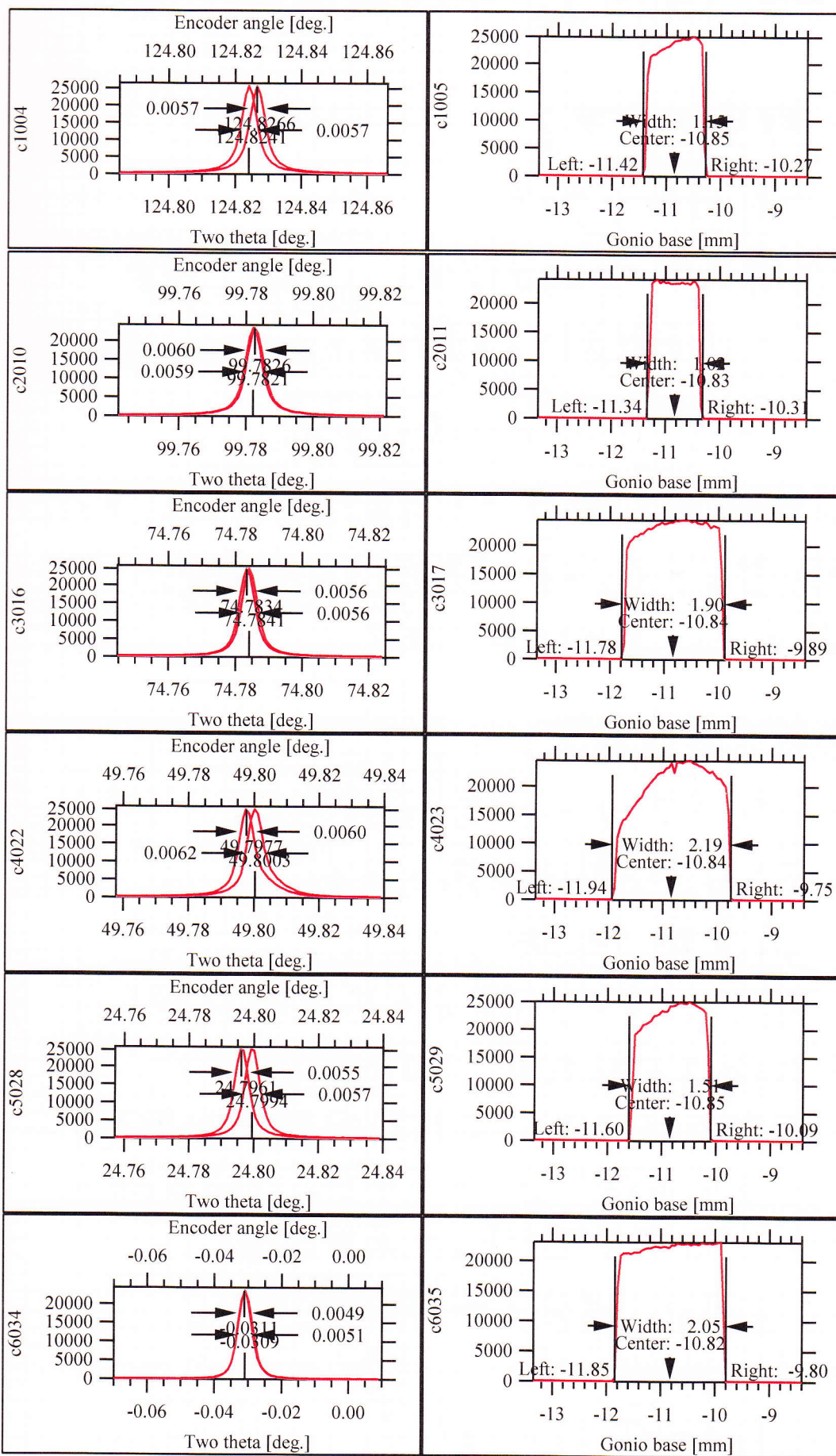
10:45'33" 自動セツリ

10:58'30" No.1 調整終了

11:11'47" No.2 "

12:04'46" No.6 " (調整時間 1hr 19min)

No.	④A( $^\circ$ )	$\Delta 2$ ④G( $^\circ$ )	$\Delta 2$ ④E( $^\circ$ )
1	10.439	124.8241	124.8266
2	10.579	99.7821	99.7826
3	10.505	74.7841	78.7834
4	10.645	49.8003	49.7977
5	10.569	24.7994	24.7961
6	10.580	-0.0309	-0.0311



⇒ [MDS201 @1126-2.pcp]

13:30 ~~清掃~~ 訓練開始 千口2千口70-2  
防災訓練

13:52 防災訓練終了

・ 平板回転試料台調整.

① 補正値  $\varepsilon - 0.247^\circ$  から  $-0.370^\circ$  に変更.

少し反時計方向への回転がたつたが、その分、 $\varepsilon$  の値を (下) に、

$\Rightarrow$  MASS201 @ 1125-3.pxp

※ 平板試料回転  $\omega = 0.3$  の  $0.5 \text{ s/rev.} \leftrightarrow 1 \text{ s/rev.}$

切り替えて  $\omega = 0.3$  の回転機にしている。

後でチェックあり = とにあり。

・ ② 補正値再測定

アジャスター エッジ  $6 \text{ mm}$  設定

スリット巾  $10 \text{ mm} \times$  高さ  $\pm 0.5 \text{ mm}$

減衰板 Mo20

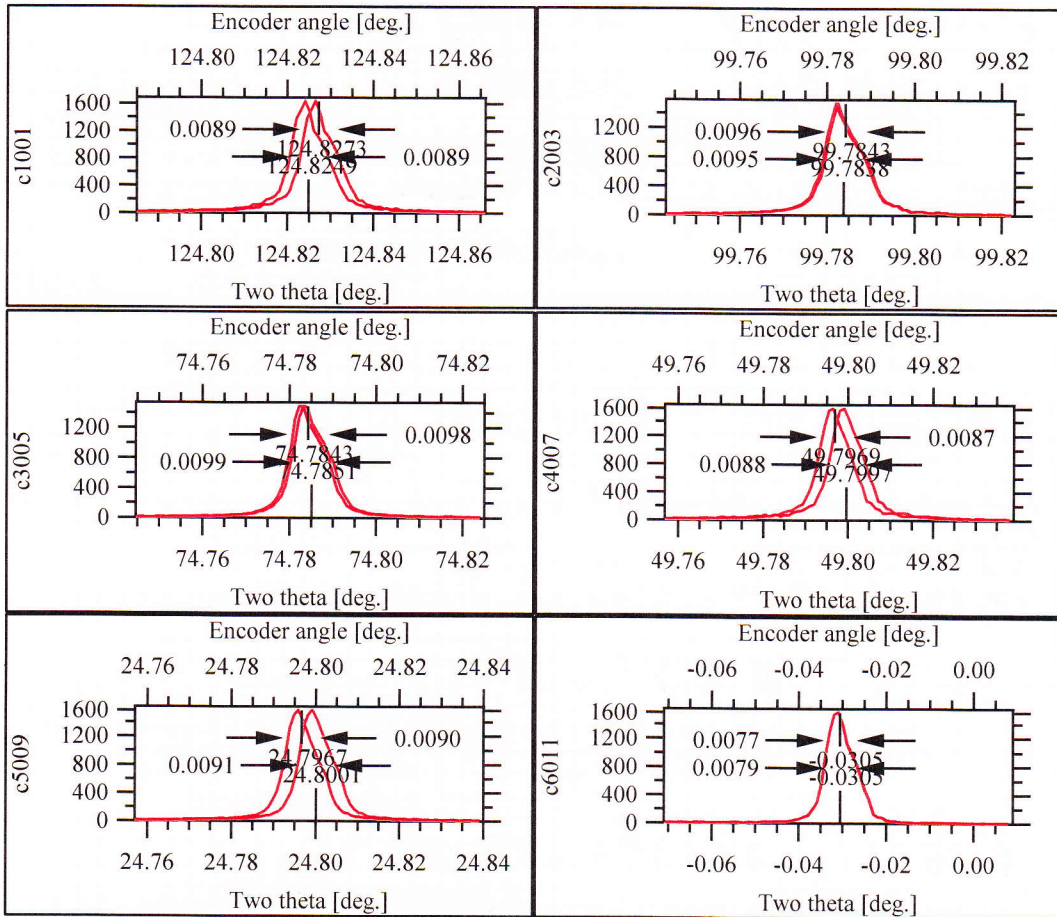
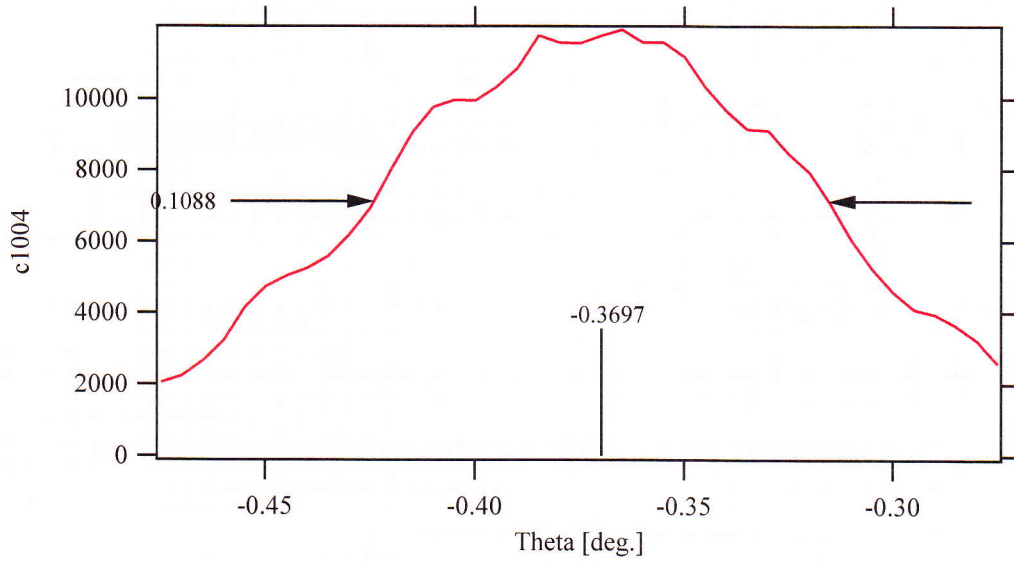
※ Positioning 11° くらい 平板回転試料台  
制御は可能なはず。USB-DIO S=7-7=2 の  
初期値  $\alpha$  値に 平板回転試料台制御用  
11° くらいを指定する必要があるが、  
不便な様子。改善の必要あり。

14'03'03" 補正値測定開始

14'30'34" " 終了

(PT 平均時間  $27 \text{ min } 31 \text{ s}$ )





非対称なピーク

スリット幅 10mm 高さ  $\pm 0.5\text{mm}$  2<sup>nd</sup> の  $\theta$  のスリットに  
 2<sup>nd</sup> スキャン  $\theta$  の  $\theta$  をスリット幅に非対称な  
 形状となる。円筒型  $\theta$  -  $\theta$  に ~~対称な形状~~、2  
 本の  $\theta$  をスリット幅に非対称な  $\theta$  桶形にする、  
 必要に応じて  $\theta$  を変化する。

半値中絶法に合わせた  $\theta$  の位置は  
 以下のようである。修正は変更し  $\theta$  が必要。

No.	$\Delta 2\theta_G (^\circ)$	$\Delta 2\theta_E (^\circ)$
1	124.8249	124.8273
2	99.7838	99.7843
3	74.7851	74.7843
4	49.7997	49.7969
5	24.8001	24.7967
6	-0.0305	-0.0305

$\Rightarrow$  MAS20101126-4.pxp

○ 波長校正. NIST SRM 640c

$W = 10\text{mm}$ ,  $H = 0.5\text{mm}$

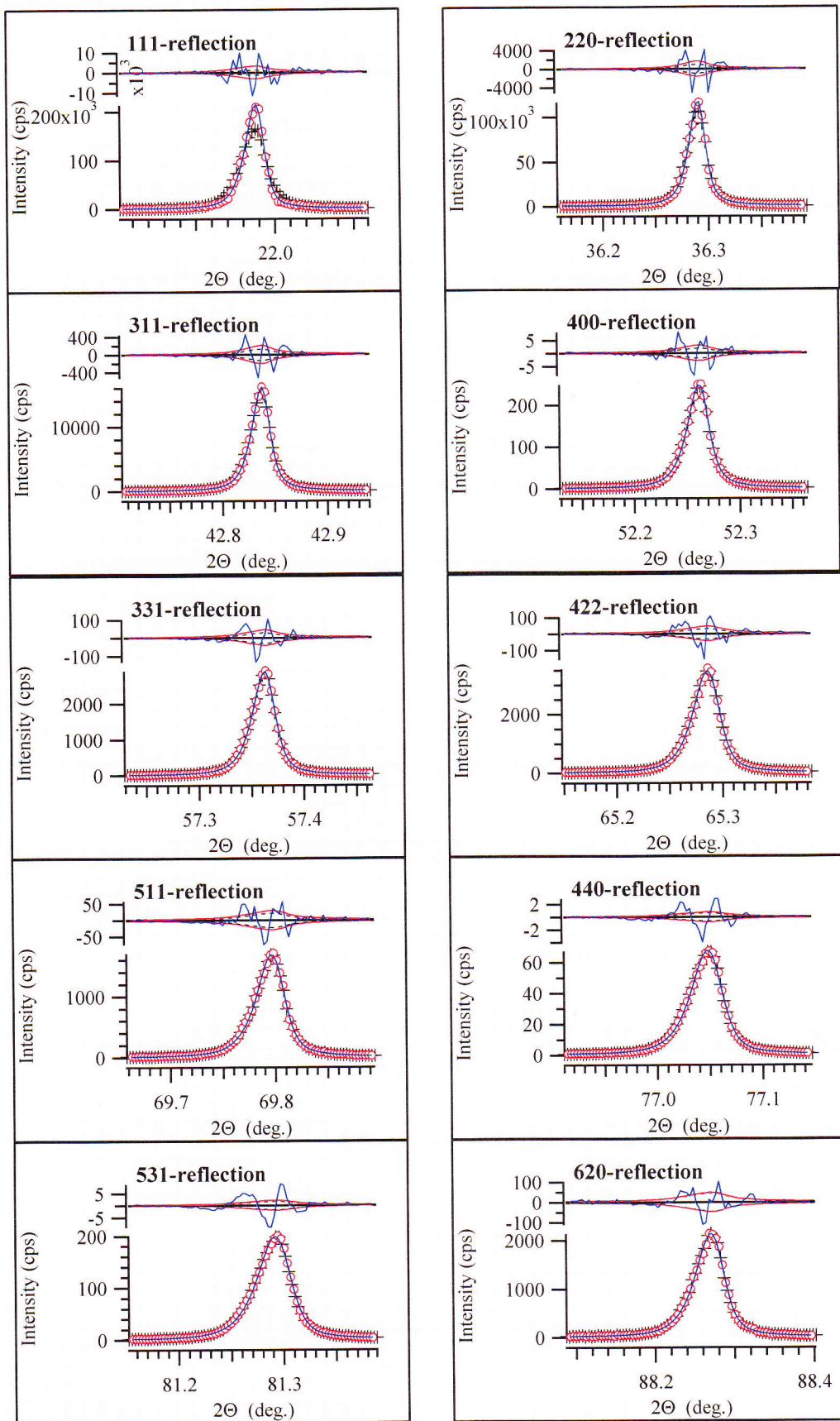
材料  $\theta$  スキャン. 平均値  $\theta$

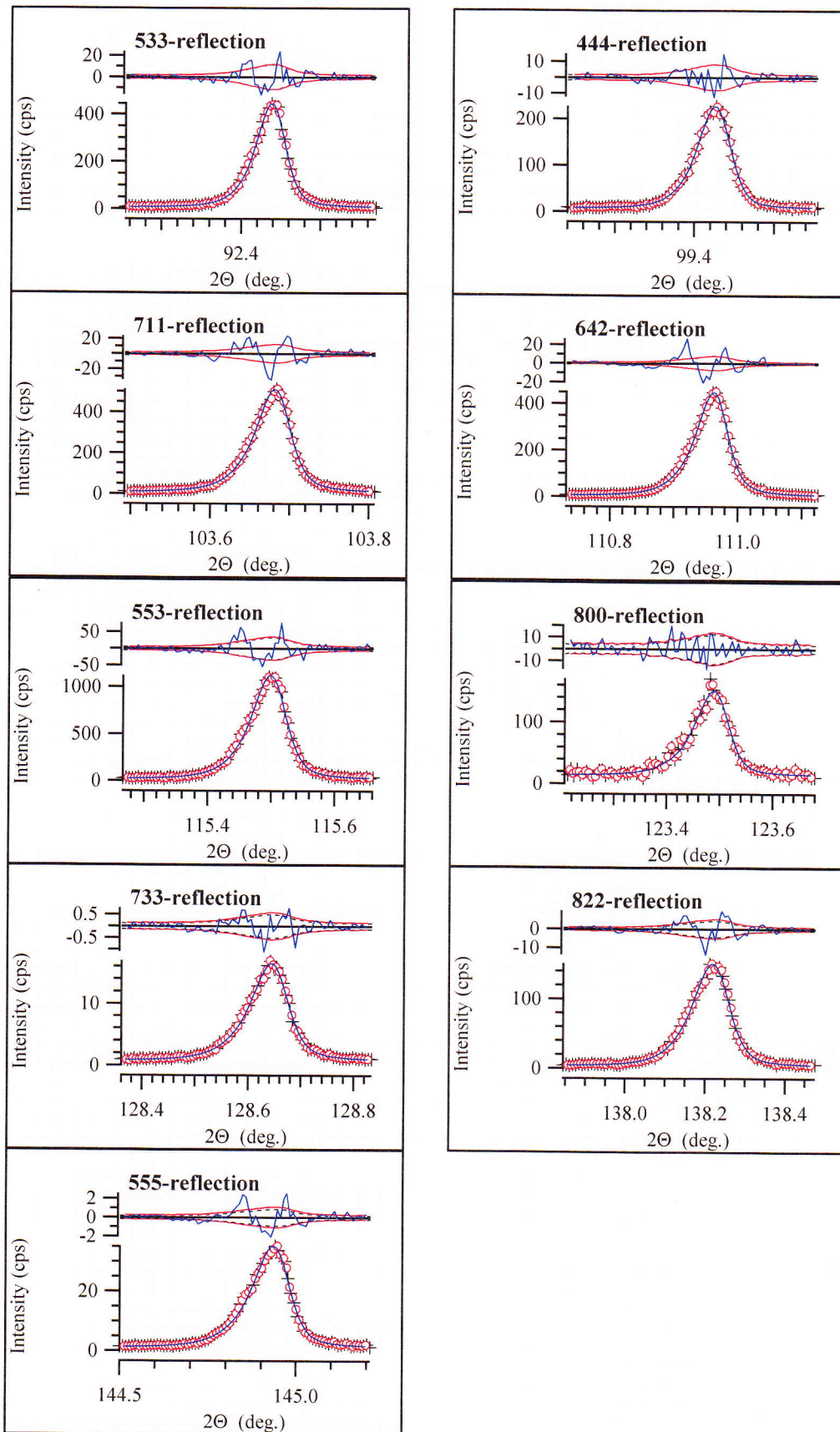
14:52'59" #0 スキャン [開始]

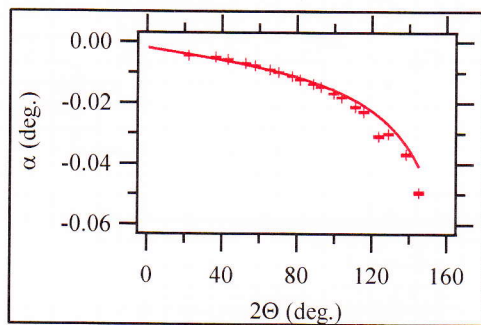
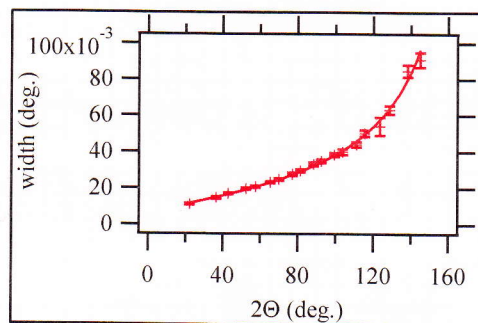
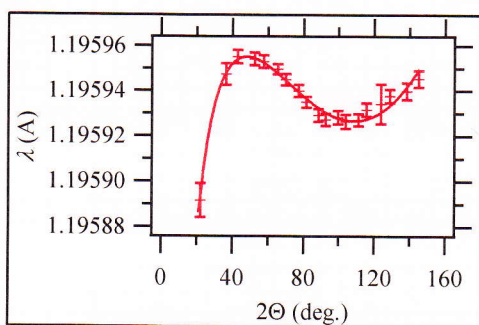
17:12'17" #23 スキャン [終了]

(所要時間) 2hr 19min 18s)

$\Rightarrow$  MAS20101126-5.pxp





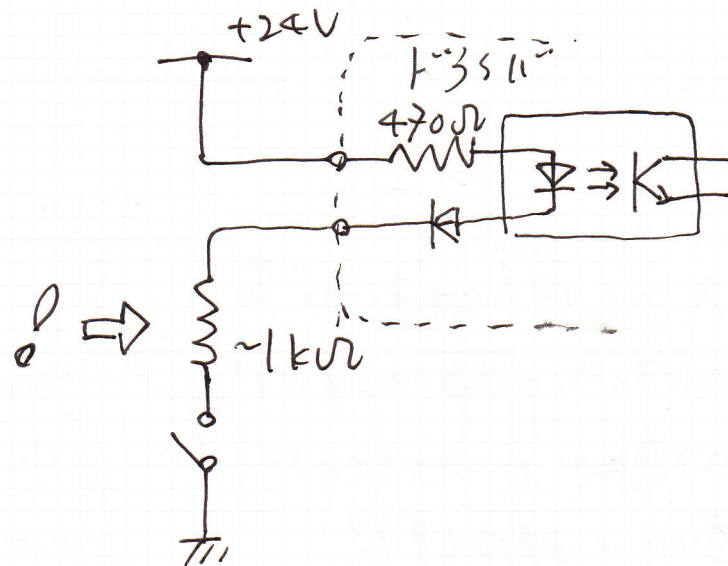


$$\begin{aligned} \lambda &= 1.196013(5) \text{ \AA} \\ \Delta 2\theta_0 &= -0.0145(8)^\circ \\ \Delta 2\theta_{ecc} &= 0.0125(6)^\circ \\ \Phi_{ecc} &= 32.2(9)^\circ \end{aligned}$$

# ○平板回転試料台補修

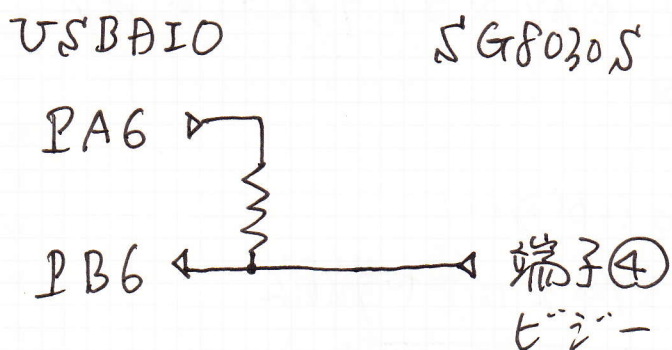
コトロ-3

1s/rev. と 0.5s/rev. の切り替えが出来ず、  
リモート操作が不安定なとの問題が、  
速度切り替え回路(オプティカルモータ  
用FC5103P)の分解能切り替え入力  
を使い、2つにしたい。



7オトカワの電流を制限する抵抗を  
付け忘れた。7オトカワ内のLEDが  
死んでいない可能性が、  
当時は 0.5s/rev. に固定にしたい。  
必要ならSG80305の11°を操作して  
11°に入出力速度を変更するといふことはある。

手取.  $\gamma$  端子動作が不安定なため. SG80305 の  
 ビジー信号を読めたい.  $\Rightarrow$  プラチナ理由で  
 端子  $\Rightarrow$  プラチナ,  $T_2$ . 今端子の配列 (c.f. #16-130)  
 2 は low level プラチナ, 2.1.9 プラチナ,  $T_2$ .



SG80305 の ビジー 出力は オープンコレクタ形式.  
 上図のように接続して動作を確認した.

① 空間群決定への粒子統計解析応用. 検証実験.

擬立方の  $Ba_{2-x}Ca_xSrNbO_6$   $\Lambda^0P$  構造  
 について.  $x = \frac{1}{2}$  組成では  $\Rightarrow$  重  $\Lambda^0P$  構造の  
 tilt system を指定すれば  $\sqrt{2} \times \sqrt{2} \times 2$   
 超格子の  $P2_1/m$  手取は  $2 \times 2 \times 2 C2/c$ ,  
 $2 \times 2 \times 2 P\bar{1}$  のいずれかに絞込まれる.  
 本質的に超格子構造の干渉距離が  $\frac{1}{2}c$  である.  
 不均一構造には, 2 ioni 可能性もある.  
 通常の粉末末回折測定や普通の制限視野  
 電子回折では判別が困難.

$P(2,1/m)$  と  $(2/c)$  は supergroup/subgroup の関係には  
なく、母明子には異分子構造である。

積分子層には差が出現する。中には有知分子層には  
差が分子 =  $\pm p^1$ 、 $2p^1 + 2p^0$  ン法には分子統計  
解析を用いなければ区別できない可能性もある

・標準: 予備測定。

存在するが  $c$  にはない

7° の  $\gamma$  の 表 主 準 之 に や や 難 敵

⇒ MAS20101126-6.pcp

MAS20101126-7.pcp

2010年11月27日(土)

○ 分子統計解析, S: 標準試料

スリット幅 10mm, 高 0.5mm

対称  $2p^0$  と  $e^-$  による ~~分子~~  $2p^1 + 2p^0$

19  $e^-$  の

角度  $0.9^\circ$  から  $7^\circ$ ,  $360^\circ$  回転。

計測時間 0.5s /  $7^\circ$  毎

13:50'50"  $2p^1 + 2p^0$  #19 開始

14:03'08" " " 終了

14:03'13"  $2p^1 + 2p^0$  #20 開始

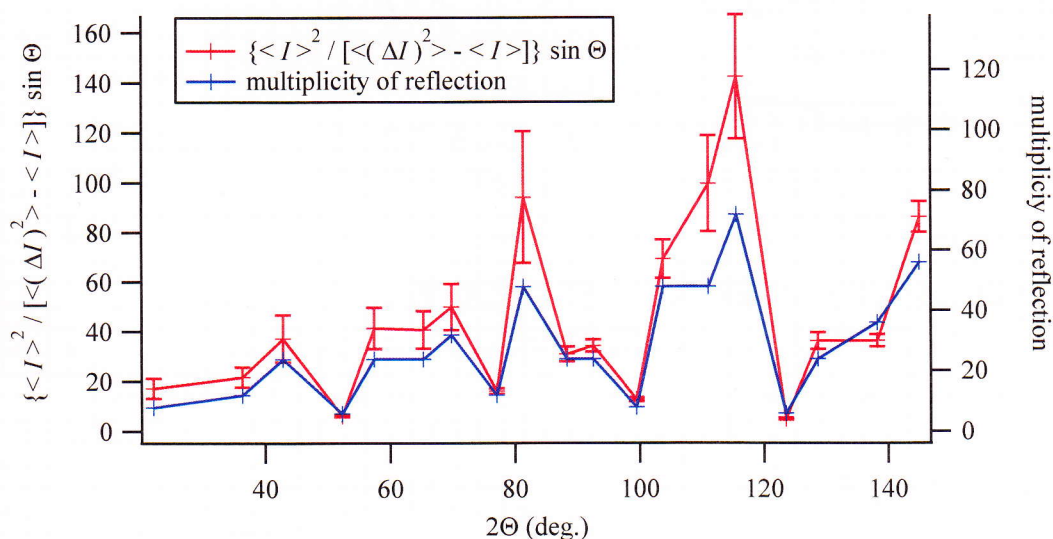
14:10'38" " " 終了



16:28'25" スト+2ヶ= #37 終了

(19℃) 234号の計測 (19℃) 2hr37min35s

⇒ MDS20(01126-8.pxp)

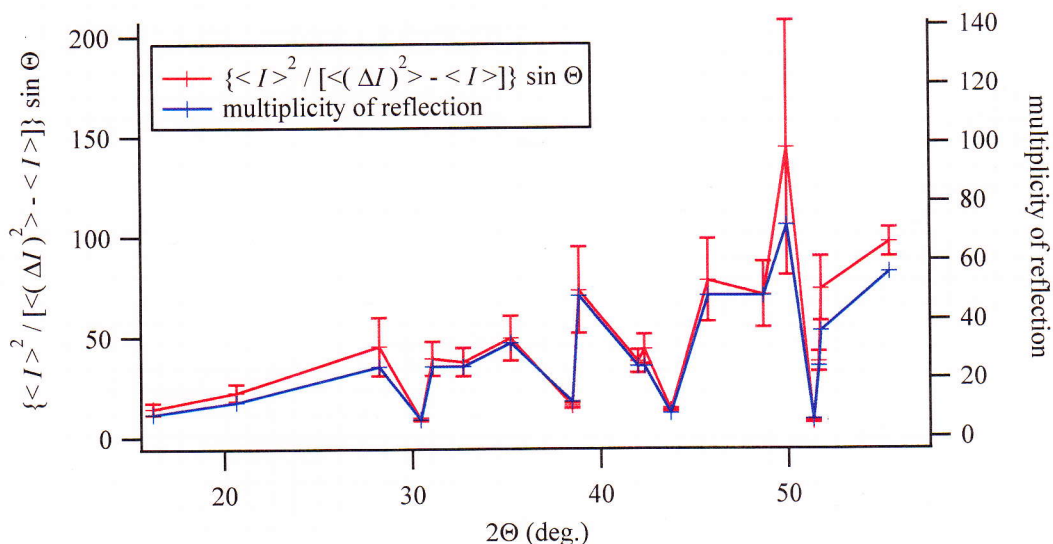


の粒子統計評価. 5: 再測.

同じ条件で. もう一度測定をした

17:22'22" スト+2ヶ= .111号 #38 終了

19:57'54" スト+2ヶ= #56 終了 (2hr32min32s)



⇒ MAS20101126-9.pxp

○ 粒子統計測定.  $\text{Ba}_{0.4}\text{Ca}_{1.6}\text{ScNbO}_6$

予備測定 (20 t<sup>2</sup> 探索)

⇒ MAS20101127-1.pxp

⇒ MAS20101127-2.pxp

2010年11月28(日) 9:00 ~ 東大 西村

θ → 8° 程度

LOGFP-Q を取り付けて測定

batch No.	20
1	13.1° ~ 14.1°
2	15.85° ~ 16.20°
3	11.5° ~ 12.0°