

2019年度第1回シンクロトロン光産業利用セミナー
「シンクロトロン光施設と超高圧電顕施設が繋がる新たな材料開発」
2019年9月30日(月) 13:30～
愛知県産業労働センター「ウイंकあいち」12階 1201会議室

あいちSR、名古屋大学SR研究センター、 超高圧電顕施設の新たな連携に向けて

—あいちSRの現状と名古屋大学SR研究センターの役割—

名古屋大学 シンクロトロン光研究センター
田渕 雅夫

「知の拠点あいち重点研究プロジェクトⅢ期」
革新的モノづくり技術開発プロジェクト
「シンクロtron光と先端計測技術によるモノづくり産業の加速」

「地域先端計測基盤とAIの統合による機能材料探索の新展開」

- あいちSR、名古屋大学電子顕微鏡施設、名古屋大学SR研究センターが中心となって、地域の材料研究、材料開発を加速する
- 2019年9月スタート、2022年3月まで2年半のプロジェクト
- プロジェクト終了時点の成果として「新世代型モノづくり産業プラットフォーム」を形成する

- プロジェクトの概要
- あいちSRの概要
- あいちSRでの2D/3D XAFS測定
(多数試料、短時間測定)

プロジェクト概要

高速材料評価・計測 SR/TEM

- マルチプローブ(多角的)、マルチスケール(最適視野)計測
- ・先端電子顕微鏡群(TEM)計測 ・シンクロトロン光(SR)計測
- ・SR/TEM共用試料搬送システム開発
- ・高速・高精度試料搬送、自動試料交換システム開発

計算機支援材料解析

- 材料探索と多様な計測が生むビッグデータを
AI活用により効率的・迅速に解析
- ・データ/解析結果の可視化、可読化
 - ・計算機上での材料探索

材料探索の為の材料合成

- 多種合成技術に支えられた材料探索
コンビナトリアル(同時複数条件)合成活用
- ・機能性酸化物、軽量断熱材、軽量合金、
低溶出コンクリート
 - ・大量合成システムの開発

先端の計測技術を含む「設計・合成・計測・解析のループ」を迅速
に回す**フレームワーク確立**

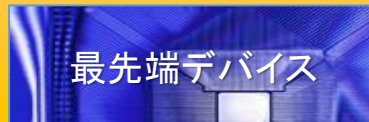
データサイエンス・材料合成・先端計測のそれぞれの
エキスパートの協力があって初めて達成可能。

放射光施設・超高圧電顕という知恵が持ち寄られる施設が中
核に存在することによる加速。



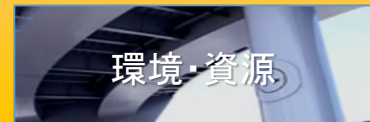
自動車
航空宇宙

超軽量、強靱材料



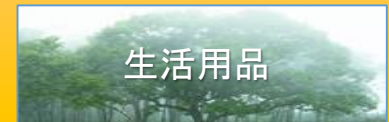
最先端デバイス

エレクトロニクス



環境・資源

建設資材



生活用品

住宅建材

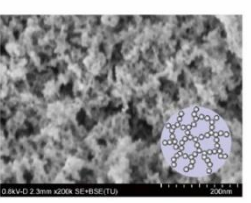
愛知発「新世代型モノづくり産業プラットフォーム」の構築

材料合成グループ

材料探索の為の材料合成

シリーズ: ナノ材料調製、製造プロセスの最適化による空間構造制御
 国際的優位: CNTとシリカ多孔体によるフレキシブルな新規断熱材

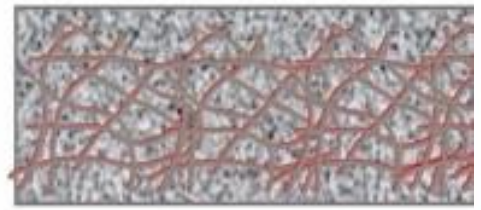
➡ 材料調整とプロセスの更なる最適化による
 いっそうの高機能発現を目指す



SiO₂ 多孔体
 (対流抑制, 脆い)



CNT ネットワーク
 (軽い, 強い, 輻射吸収)



高機能実現: 高強度、低密度、難燃...



関連特許 1 件: 特許:特願 2018-146810 名大 上野、LIXIL 井須、名城ナノカーボン 橋本

シリーズ: ハイスループット合成・コンビナトリアル合成技術
 国際的優位: 製造装置の独自開発

➡ 複数の材料系に対応し、スループットを高めた
 新規多種合成装置の開発

COMBIT
 (Commercialized product)



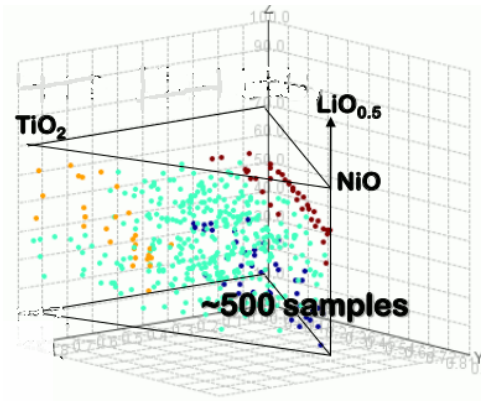
独自開発
 多種合成装置



weighing
 volumetrically



液体・粉体を原料の計量
 混合、焼成までを自動化



高次元の組成空間の中での
 材料探索を飛躍的に簡
 便化。
 原材料に関する制約が少
 なく、様々な材料に適用可
 能。

関連特許 1 件:
 特許第5016960号
 東京理科大 藤本

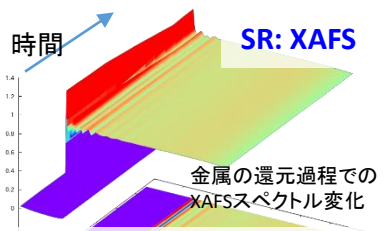
他: 廃棄物の溶出を防ぐコンクリートの製造 大林組 人見
 新規軽量合金の実現
 材料合成装置の製造 トヤマ 竹中

評価・計測グループ

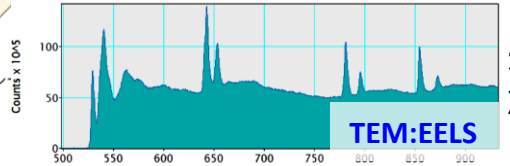
高速材料評価・計測



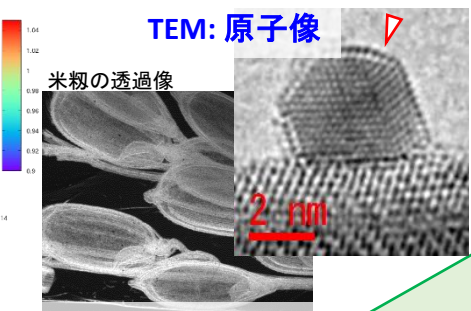
- ・マクロ～μmスケール
- ・in-situ、オペランド



原子種を指定して
原子レベルの構造
個々の元素の化学状態解明



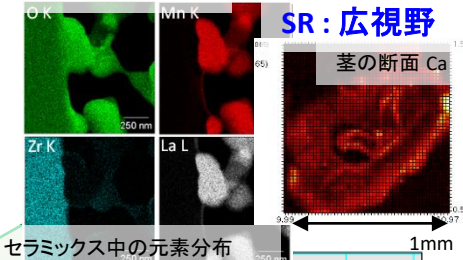
X線電子線分光
(XAS, XAFS, EELS)



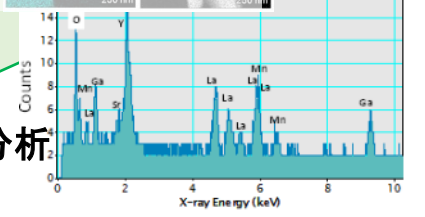
SR: CT: 透過3次元像

透過TEM像
X線CT

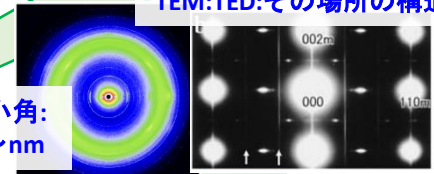
TEM: 高分解能



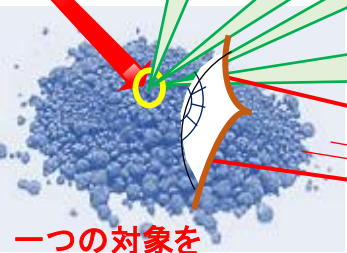
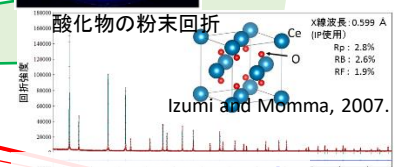
SR, TEM: 蛍光X線分析



TEM: TED: その場所の構造



X線回折
電子線回折
X線小角散乱

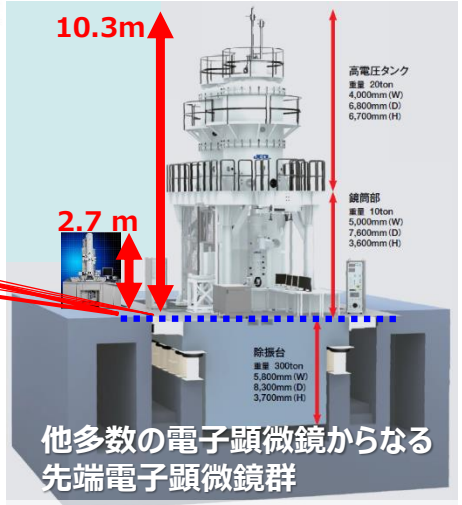


有機的に関連付いた
大量のデータ

材料の本質
の理解

シーズ: SR, 超高压TEM を有する
国際的優位: SR: 産業利用を指向し成功したSR(利便性, サポート体制)
TEM: 世界最高性能の装置群

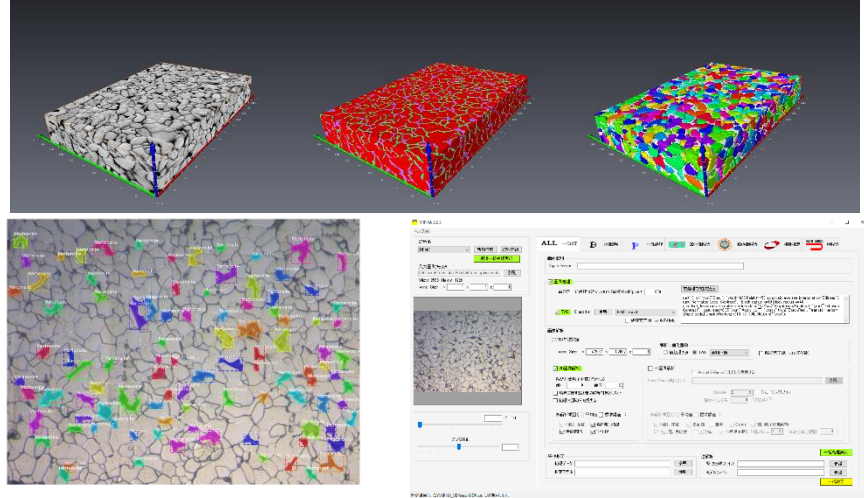
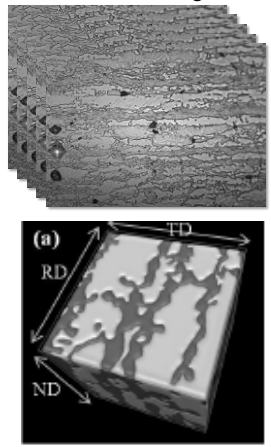
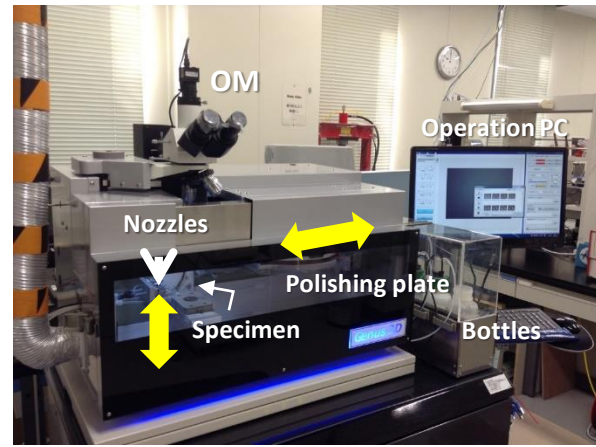
反応科学
超高压電子顕微鏡(TEM)
(名大・超高压電子顕微鏡施設)



- ・μm～nm～原子スケール
- ・試料環境制御、オペランド

関連特許 1 件 SR: 名大 田淵、あいちSR 竹田、渡辺 TEM: 名大 武藤 機器開発: トヤマ 竹中

計算機支援材料解析

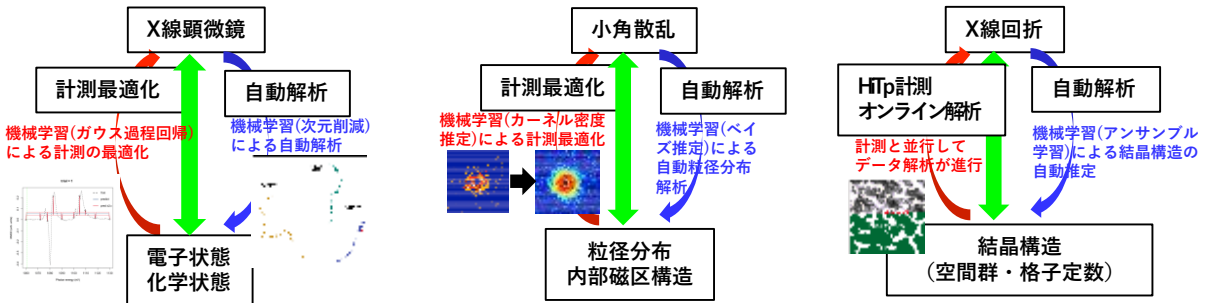


3次元計測、可視化システム「Genus_3D」開発。
 新興精機より市販中。国内シェア100%、海外シェア45%

名古屋大学 足立

機械学習を取り入れ効率的な組織の定量評価・特性推定システム
 MIPHA (Materials Genome Integration System for Phase and
 Property Analysis)開発。新興精機より市販中。

AI 支援により、実験計画を自動決定する技術を保有。従来の網羅的計測や人間の思考に頼った探索、トライアンドエラー型の探索に比べて、圧倒的な効率化を達成。人間、時間、装置など様々な資源を効率的に活用することが可能。



AIで実験計画を自動決定
 X線スペクトル測定を効率化

KEKなど

高エネルギー加速器研究機構(KEK) 小野

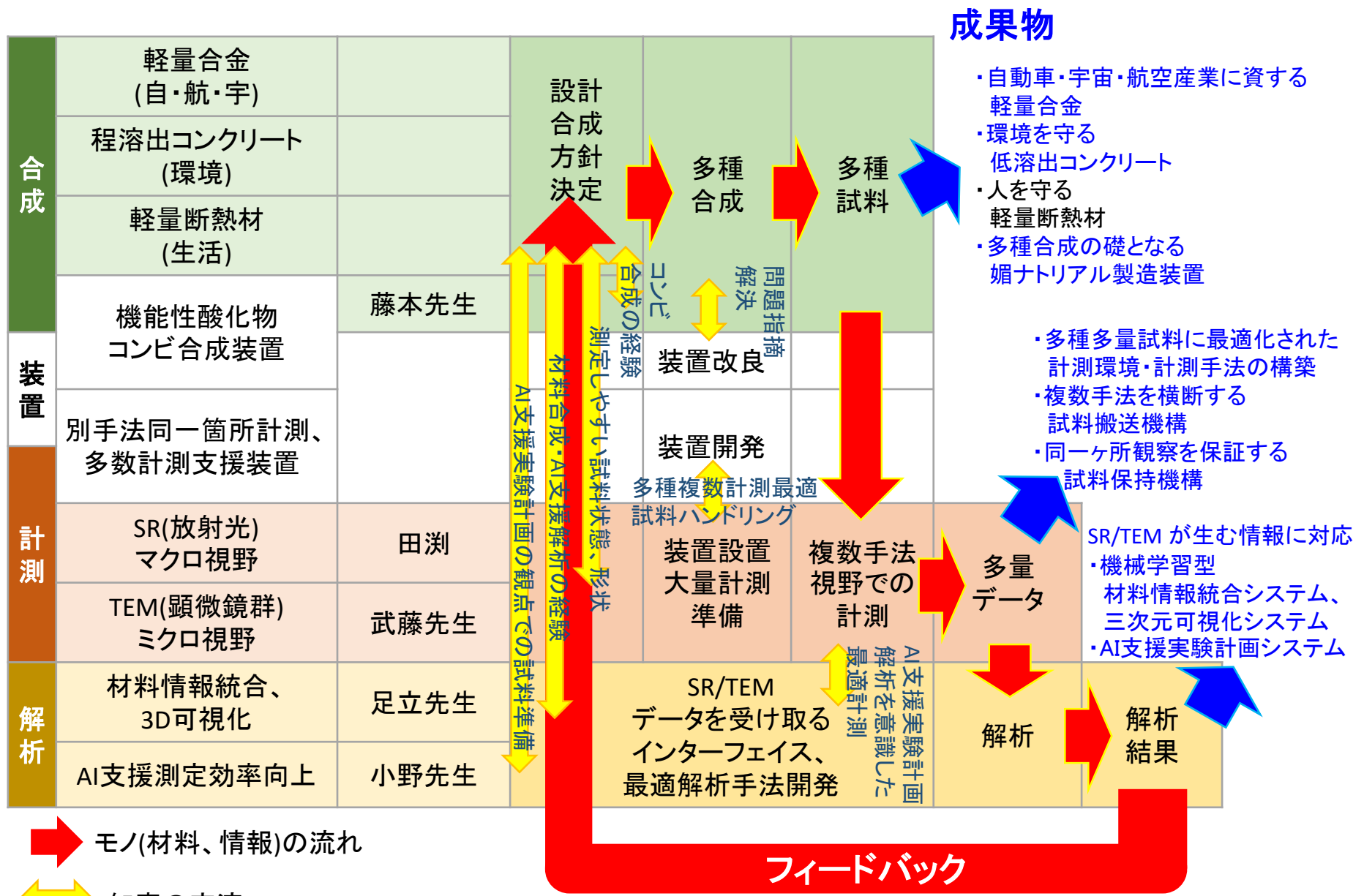
新材料評価に量子ビーム
 計測時間10分の1に
 高エネ研と日立が開発

高エネルギー加速器研究機構(KEK) 小野

K. Ono et al., SAS2018 (2018). Y. Suzuki, K. Ono et al., *npj Comp. Mat.* **5**, 39 (2019).
 K. Saito, K. Ono et al., *Sci. Rep.* **9**, 1526 (2019). T. Ueno, K. Ono et al., *npj Comp. Mat.* **4**, 4 (2018).
 Y. Suzuki, K. Ono et al., *Microsc. Microanal.* **24**, 144–145 (2018).

関連特許 2 件(各々トヨタ、日立と共同)
 高エネルギー加速器研究機構(KEK) 小野

本プロジェクトでの材料開発



合成	軽量合金 (自・航・宇)					
	程溶出コンクリート (環境)					
	軽量断熱材 (生活)					
装置	機能性酸化物 コンビ合成装置	藤本先生				
	別手法同一箇所計測、 多数計測支援装置					
計測	SR(放射光) マクロ視野	田渕				
	TEM(顕微鏡群) ミクロ視野	武藤先生				
解析	材料情報統合、 3D可視化	足立先生				
	AI支援測定効率向上	小野先生				

設計
合成
方針
決定

多種
合成

多種
試料

コンビ
合成の
経験
装置
改良

装置
開発
多種
複数
計測
最適
試料
ハンド
リング

装置
設置
大量
計測
準備

複数
手法
視野
での
計測

SR/TEM
データ
を受け
取る
インター
フェイス、
最適
解析
手法
開発

解析

解析
結果

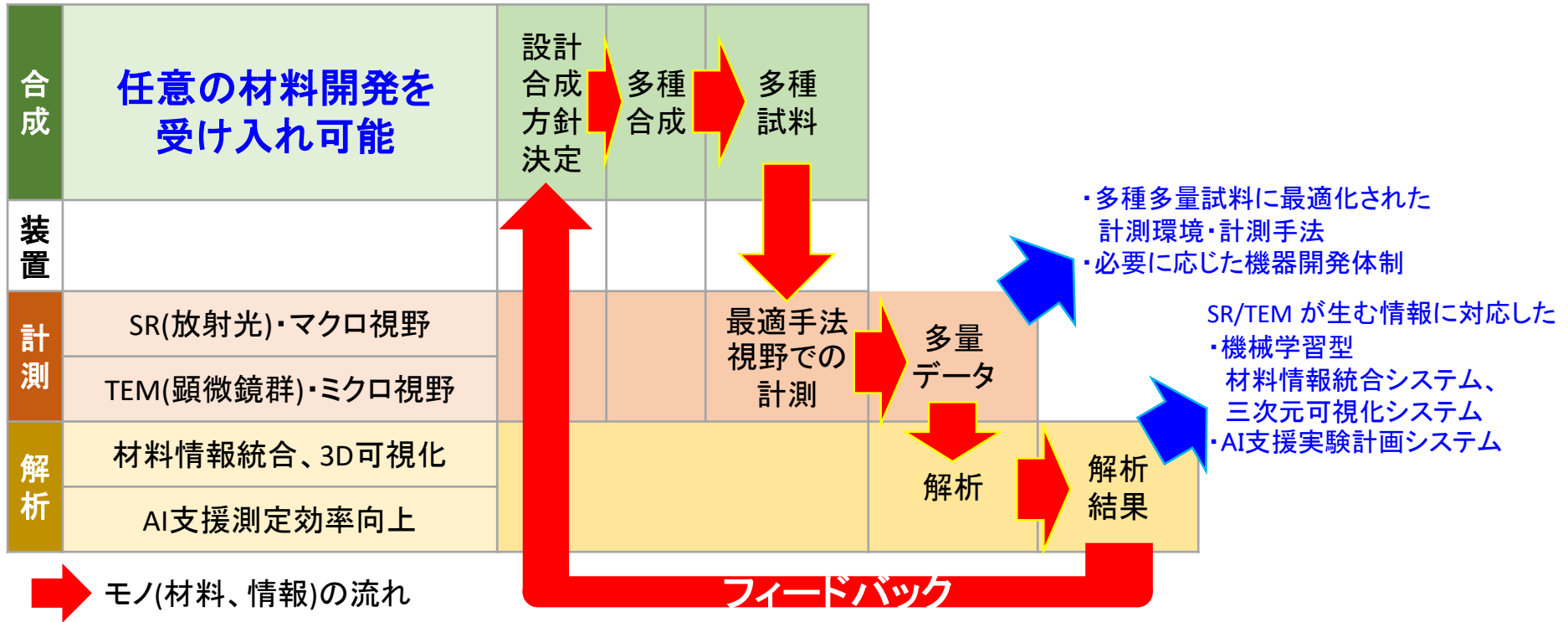
AI支援実験計画の観点での試料準備
材料合成・AI支援解析の経験
測定しやすい試料状態、形状

AI支援実験計画
解析を意識した
最適計測

モノ(材料、情報)の流れ

知恵の交流

プラットフォームの核となるフレームワーク構築



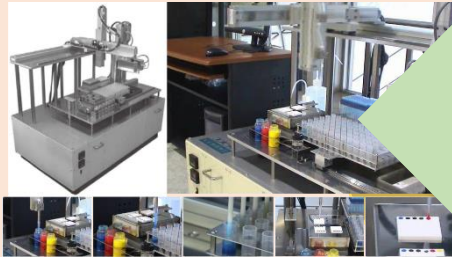
このフィードバックループ「**設計・合成・計測・解析のループ**」を確立すること、これを迅速に回す、経験とノウハウの集合としての**フレームワークの確立**が大目標

あいちSR、名古屋大学(超高压電子顕微鏡施設、シンクロトロン光研究センター)が受け皿となり、確立したフィードバックのメリットを産業界が享受するための、「**モノづくり産業プラットフォーム**」を構築する。

新世代型モノづくり産業プラットフォーム

材料探索の為の材料合成

各分野の企業群・大学が結集



研究室で
材料合成

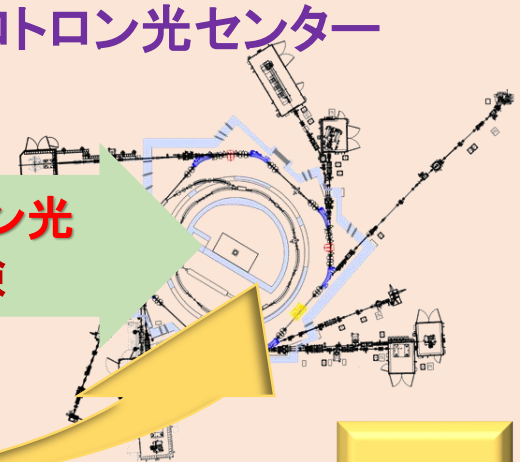
高速材料評価・計測

あいちシンクロtron光センター

知の拠点あいちエリア



シンクロtron光
利用実験

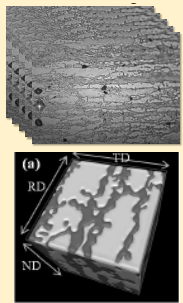
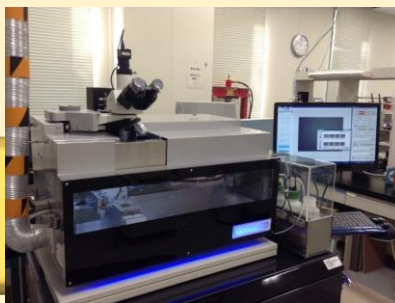


名大キャンパスエリア

計算機支援材料解析

3次元可視化

材料設計に
フィードバック



先端電子
顕微鏡群(TEM)

材料情報統合
システムで解析



- プロジェクトの概要
- あいちSRの概要
- あいちSRでの2D/3D XAFS測定
(多数試料、短時間測定)



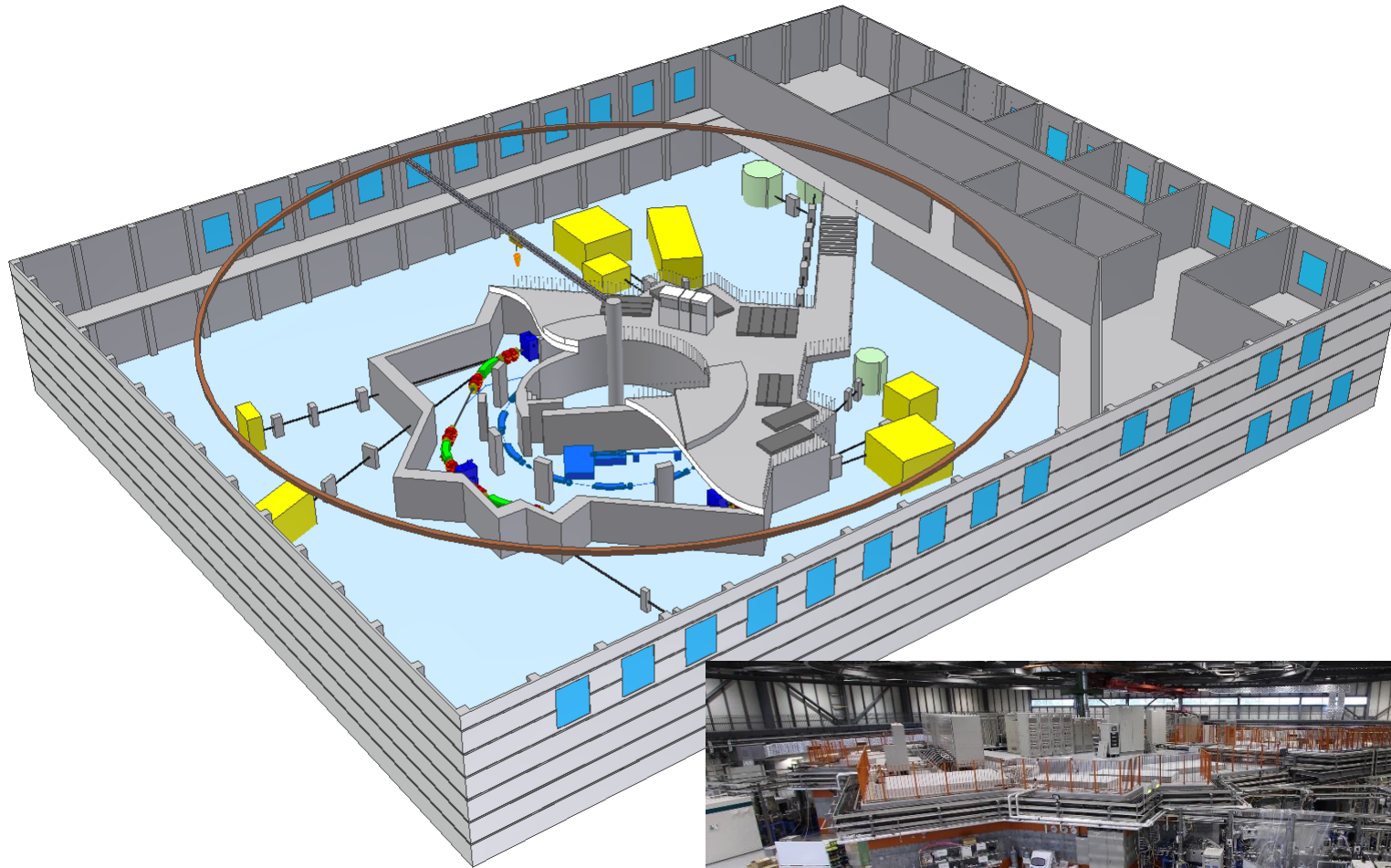
知の拠点

名古屋市街

東部丘陵線(リニモ)
陶磁資料館南駅

あいち産業科学技術総合センター

あいちSR



1辺50mのホールに設置された
周長72mのシンクロトン光源



あいちSRの光源

蓄積エネルギー: 1.2GeV

蓄積電流: 300mA

周長: 72m

偏向電磁石

磁場強度: 1.4T

臨界波長: 0.93nm

超伝導偏向電磁石

磁場強度: 5T

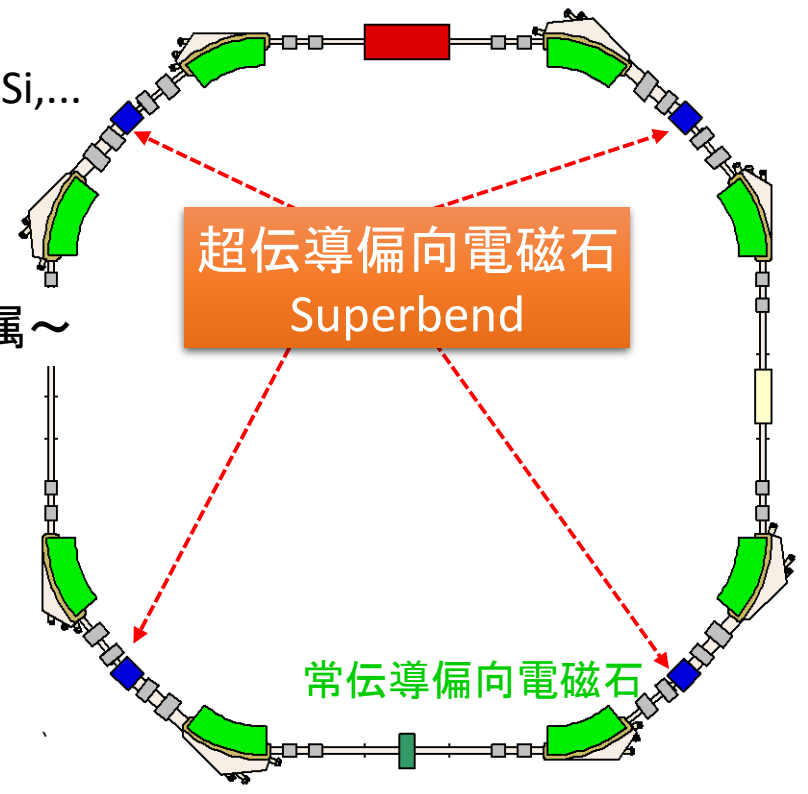
臨界波長: 0.26nm

軽元素 C,O,N,Al,Si,...

真空紫外、軟X線

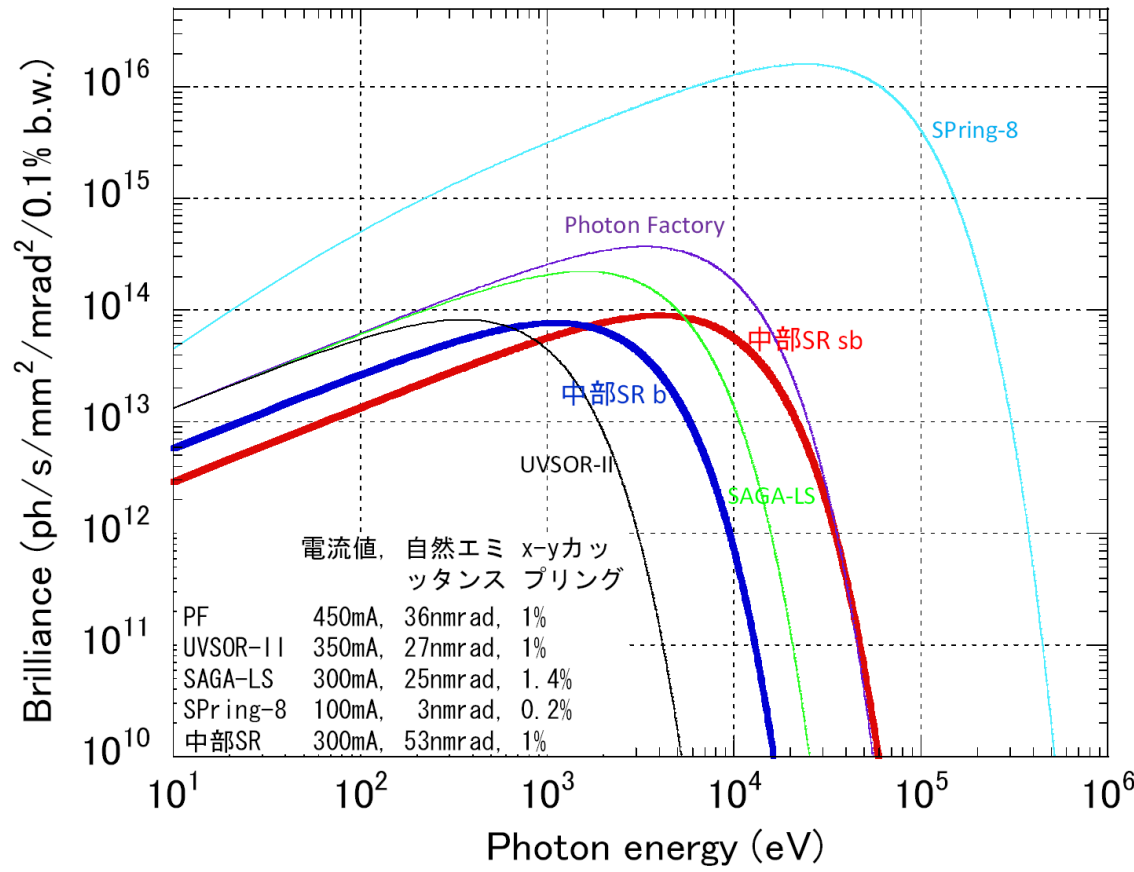
3d遷移金属~

硬X線

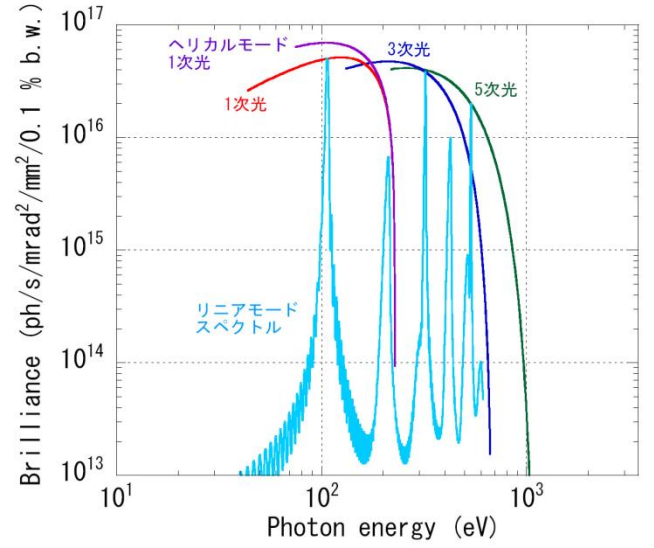


	蓄積リング	周長	蓄積エネルギー
小型	立命館大:	3 m	0.575GeV
	広島大:	22 m	0.7GeV
	分子研:	53.2m	0.75GeV
	本光源	72 m	1.2GeV
中型	佐賀県:	75.6m	1.4GeV
	兵庫県:	118.7m	1.0GeVおよび1.5GeV
	PF:	187 m	2.5GeV
大型	SPring-8	1436 m	8GeV

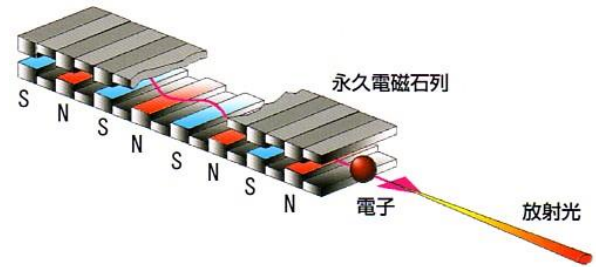
あいちSRの光源スペクトル



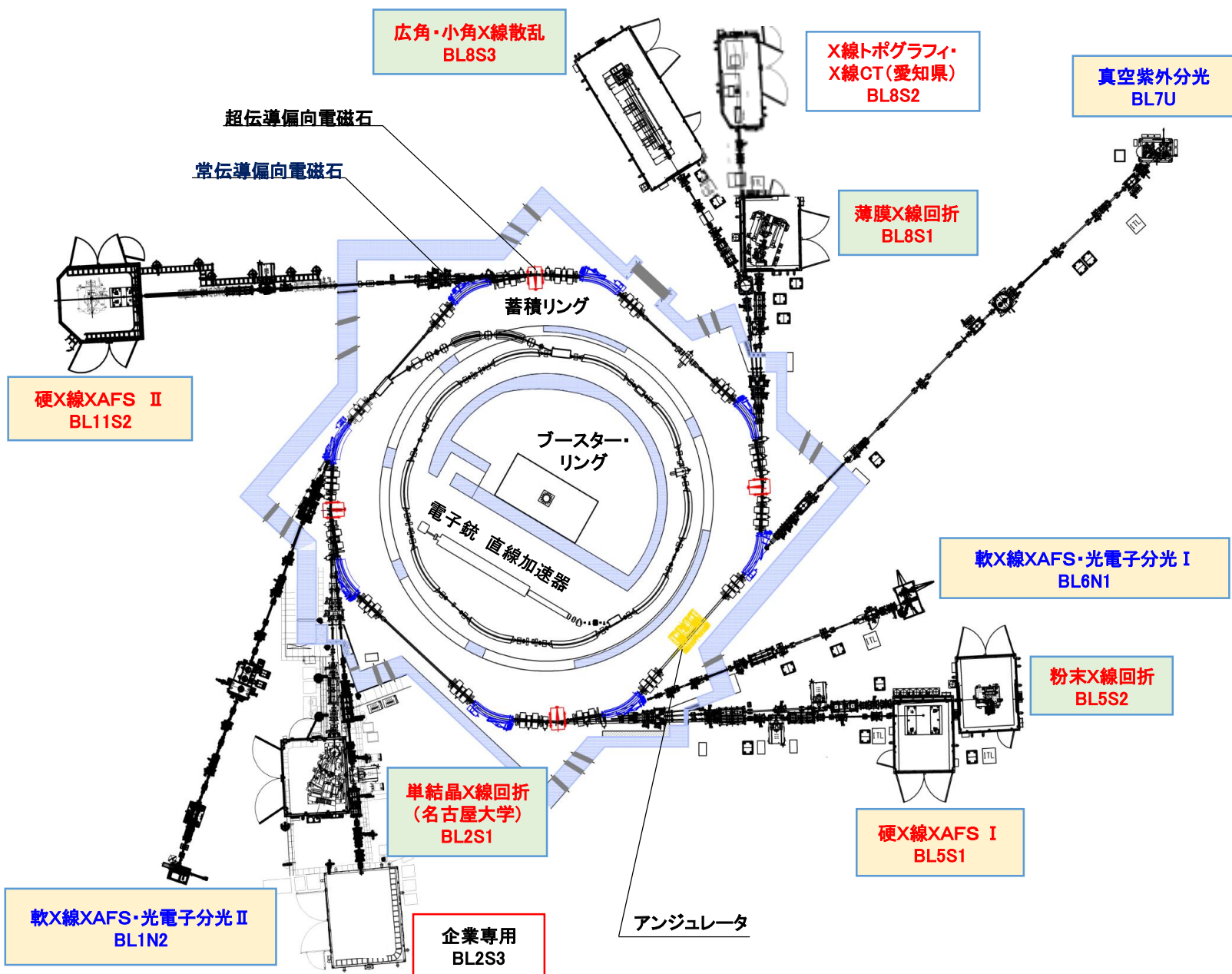
偏向電磁石



アンジュレータ



あいちSRのビームライン構成

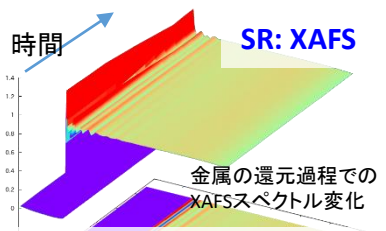


評価・計測グループ

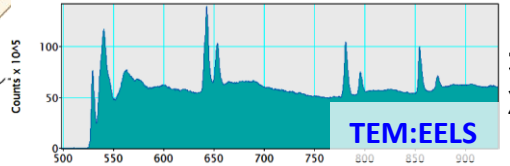
高速材料評価・計測



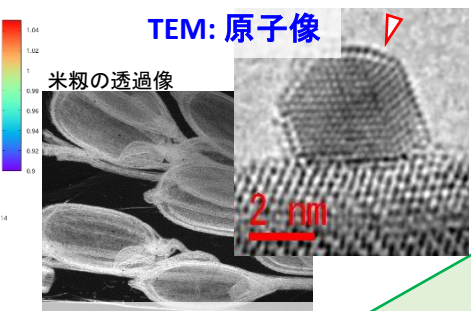
- ・マクロ～ μm スケール
- ・in-situ、オペランド



原子種を指定して
原子レベルの構造
個々の元素の化学状態解明

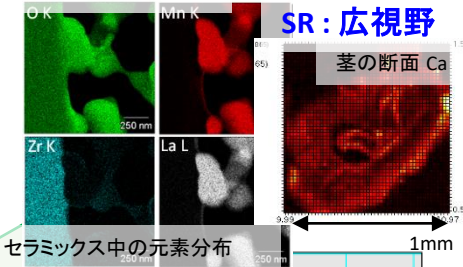


X線電子線分光
(XAS, XAFS, EELS)

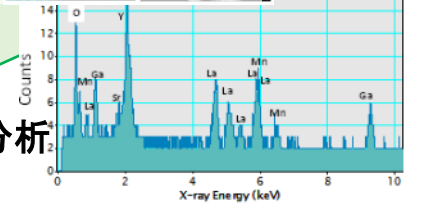


透過TEM像
X線CT

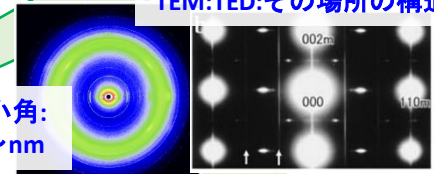
TEM: 高分解能



SR, TEM:
蛍光X線分析

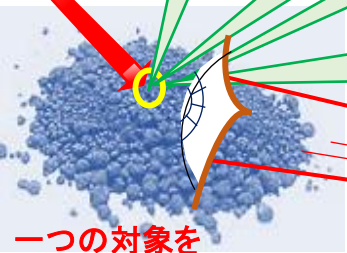


TEM: TED: その場所の構造

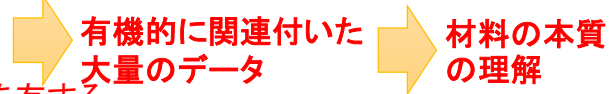


X線回折
電子線回折
X線小角散乱

SR: 回折: 単位構造

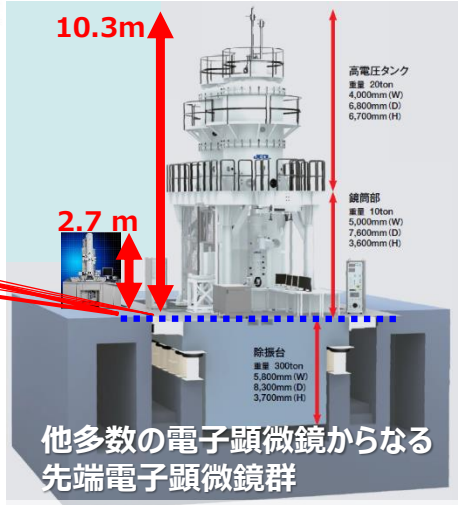


一つの対象を
多角的に、最適のスケールで
必要な場所を集中的に計測/観察



シーズ: SR, 超高压TEMを有する
国際的優位: SR: 産業利用を指向し成功したSR(利便性, サポート体制)
TEM: 世界最高性能の装置群

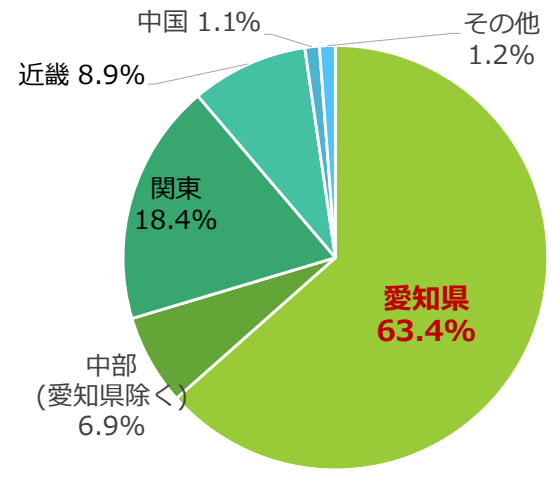
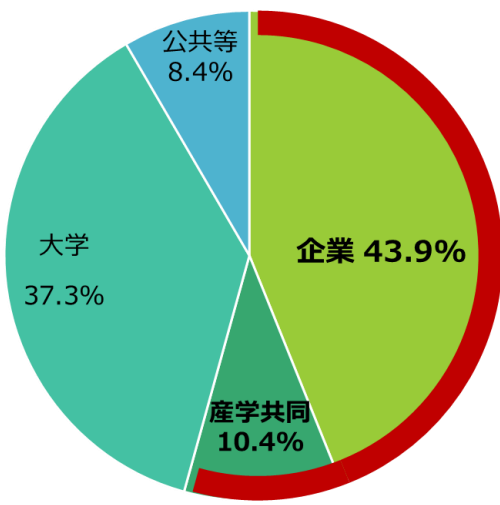
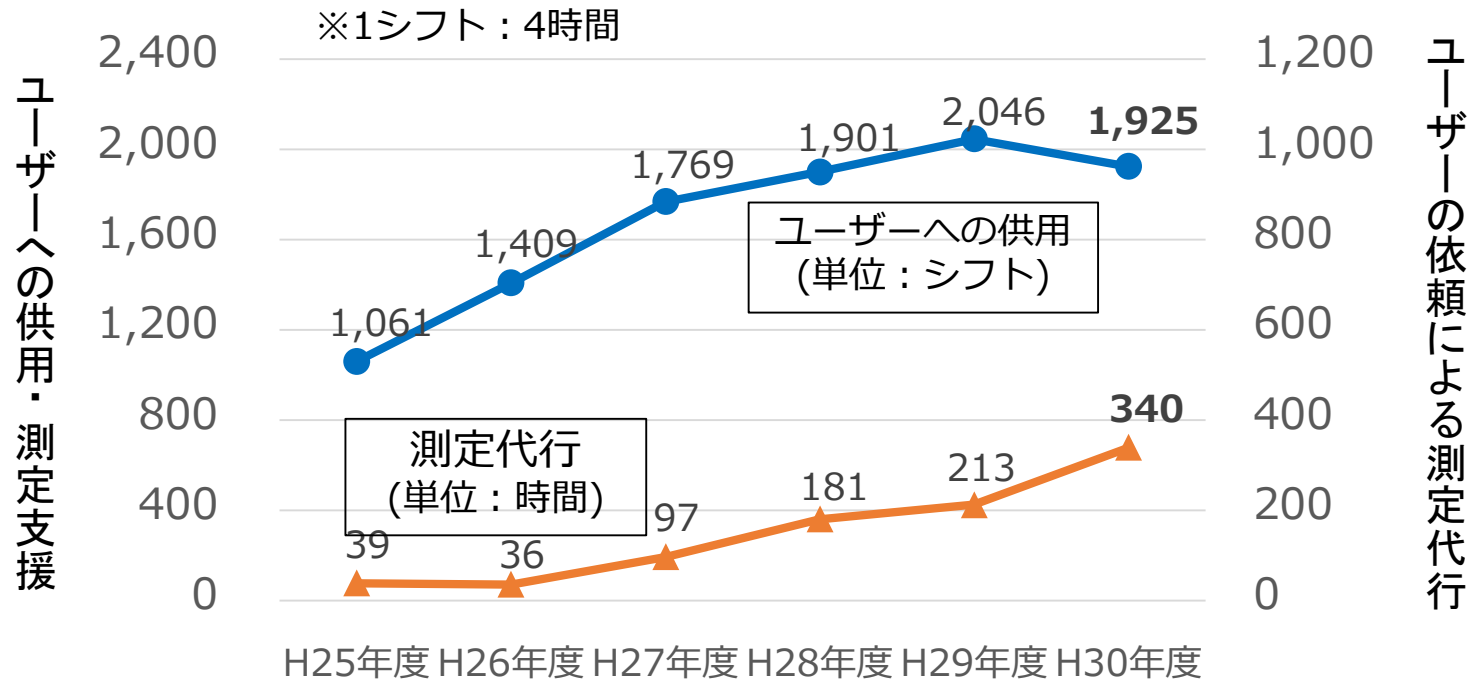
反応科学
超高压電子顕微鏡(TEM)
(名大・超高压電子顕微鏡施設)



・ $\mu\text{m} \sim \text{nm} \sim$ 原子スケール
・試料環境制御、オペランド

関連特許 1 件 SR: 名大 田淵、あいちSR 竹田、渡辺 TEM: 名大 武藤 機器開発: トヤマ 竹中

あいちSRの利用状況



経緯

- 名古屋大学の有志研究者の計画としてスタート(1988年)
- 名古屋大学シンクロトロン光研究センター設立(2007年)
- あいちシンクロトロン光センター建設
設計と立ち上げの大きな部分を名大SRセンターが担当

現状

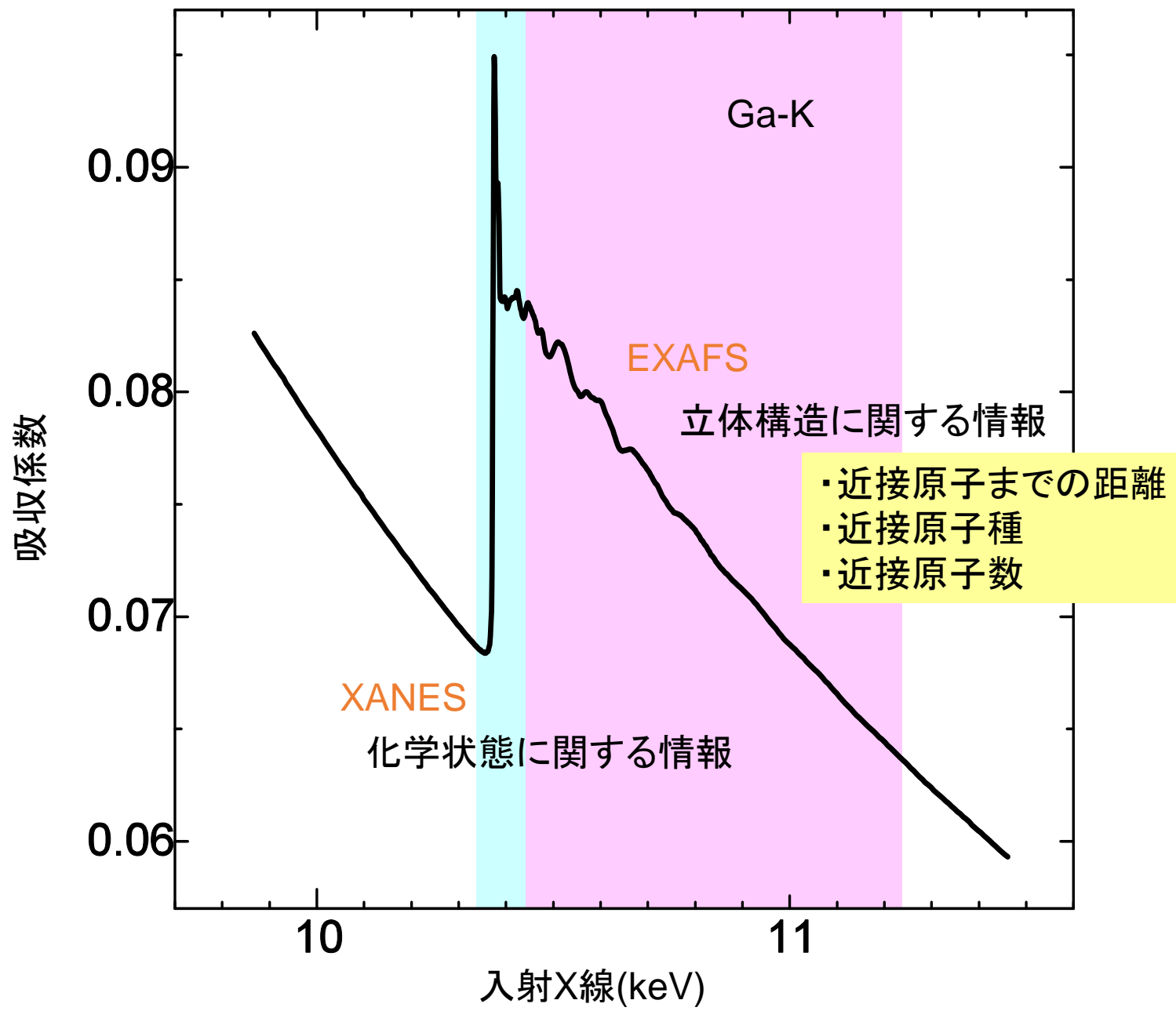
- 常駐、非常駐を含め 10名以上の名大SRセンター教員、職員が
あいちSRの加速器・光源の運転・整備・高度化
ビームラインの運用・高度化・ユーザーサポート
に協力する体制を維持

将来

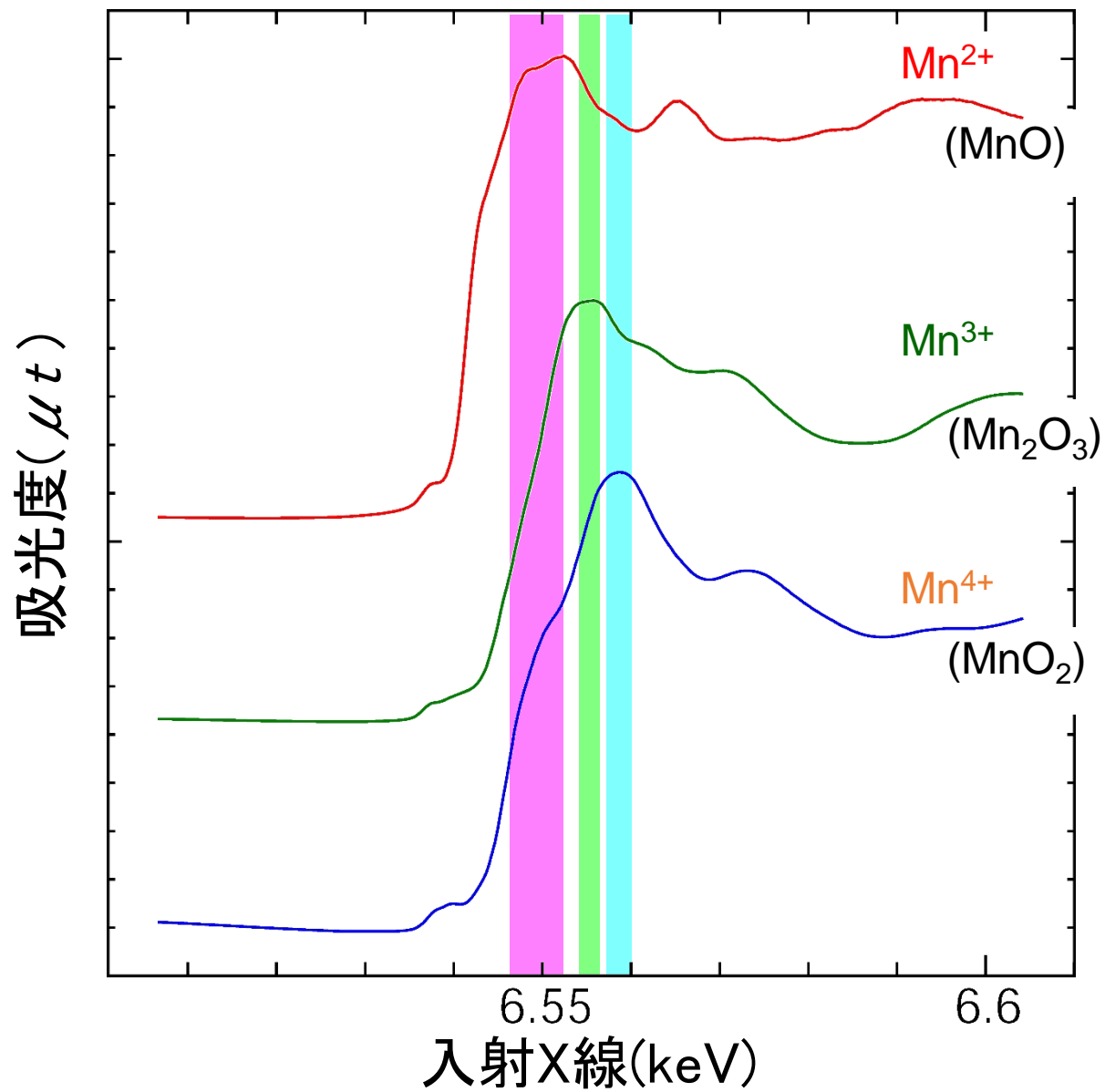
- 本プロジェクトは名大SRセンターとあいちSR共同での提案
プラットフォーム構築で協力体制の枠を広げ、
さらなる発展を目指す

- プロジェクトの概要
- あいちSRの概要
- あいちSRでの2D/3D XAFS測定
(多数試料、短時間測定)

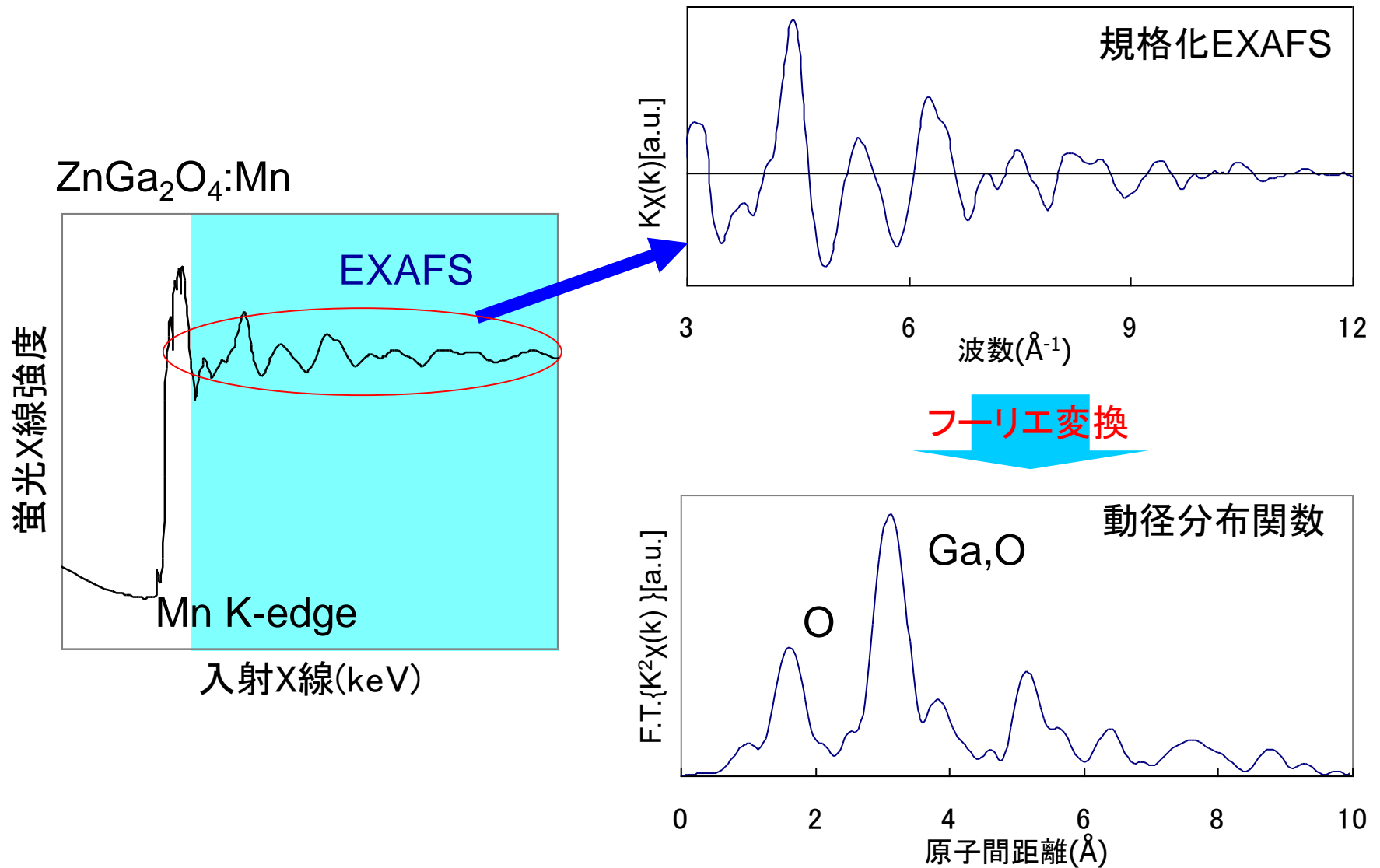
XAFS測定/XAFSスペクトル



XANES領域のXAFSスペクトル

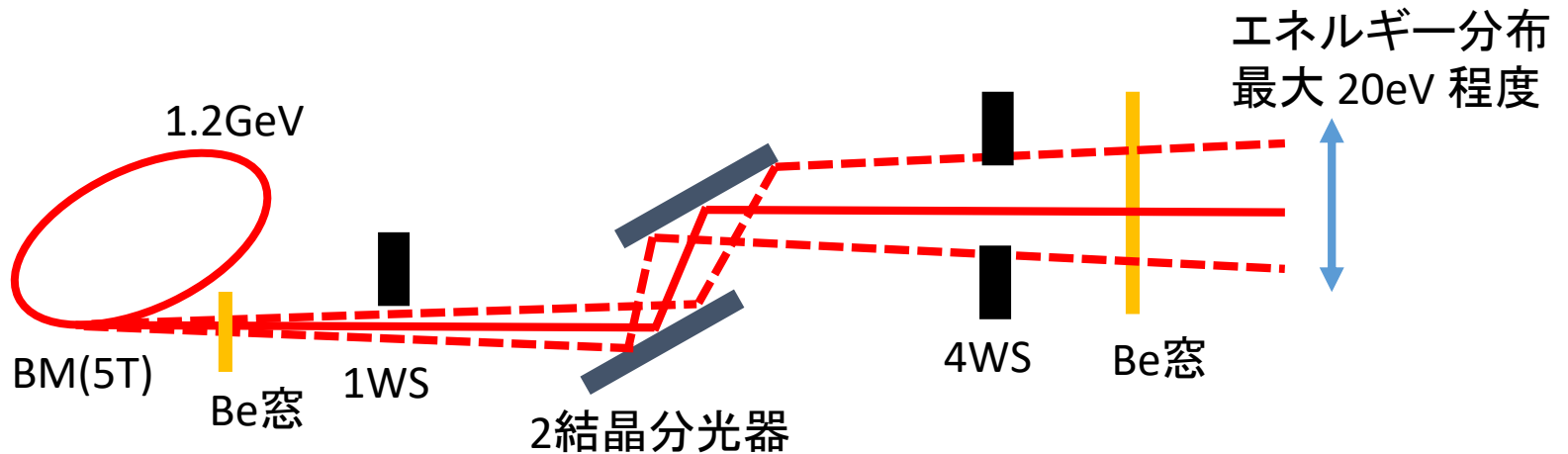


EXAFS領域のXAFSスペクトル



特定原子種の局所構造(配位子の種類、数、距離)がわかる。

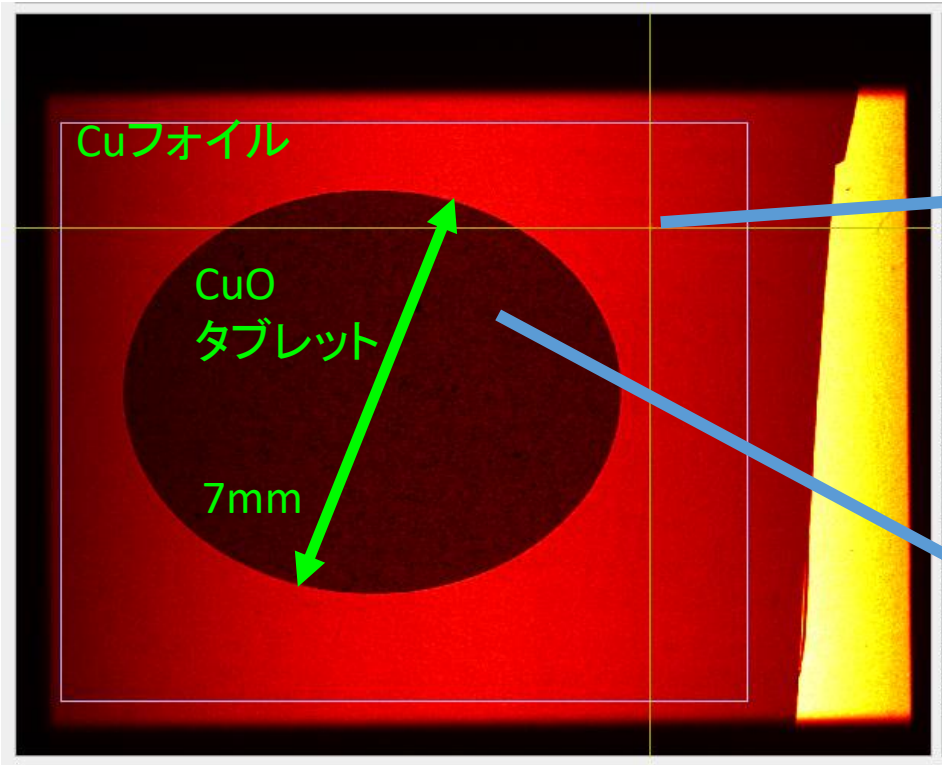
あいちSR BL8S2 (イメージングビームライン)



- 2017年6月～
- 光学系はほぼ分光器だけ。
分光器も抜いて白色光の利用も可能。
- 7～24keV
- 試料位置 40mm x 8mm
- ハッチ内のセットアップで 白色/単色トポ、CT、LIGA等が可

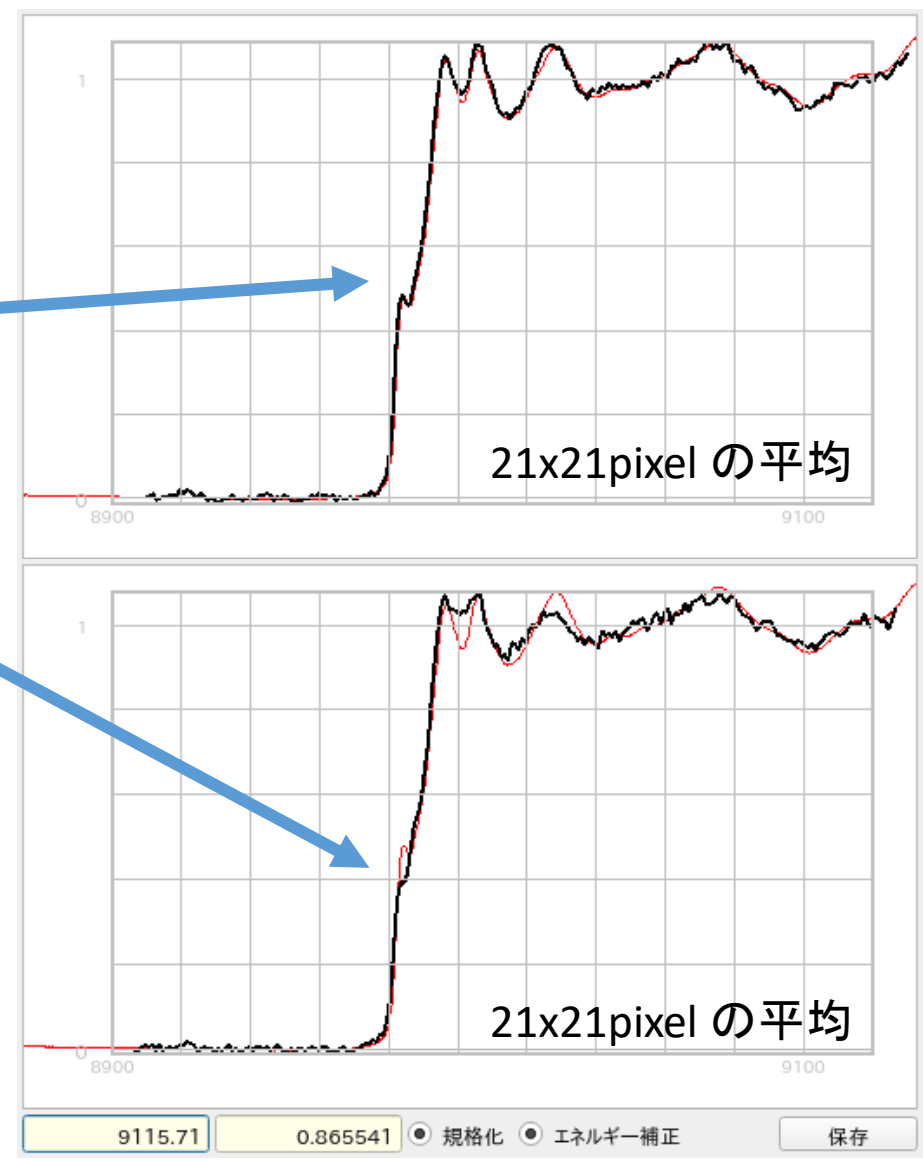
BL8S2での2次元XAFS測定

CuOタブレット/Cuフォイルの二次元透過像
at 9100eV



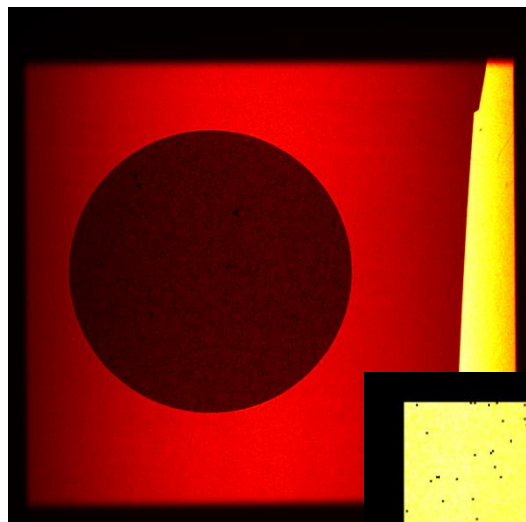
- 1pixel 6.5x6.5 μ m
- 視野 13mm角

エネルギーを 1eVずつ変えながら
100msec で撮像 合計200枚, 約10分

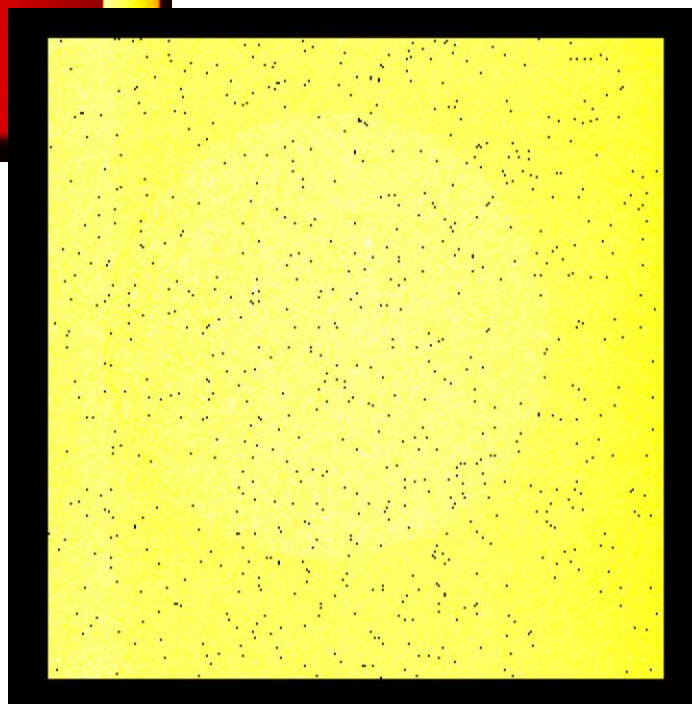


BL8S2での2次元XAFS測定

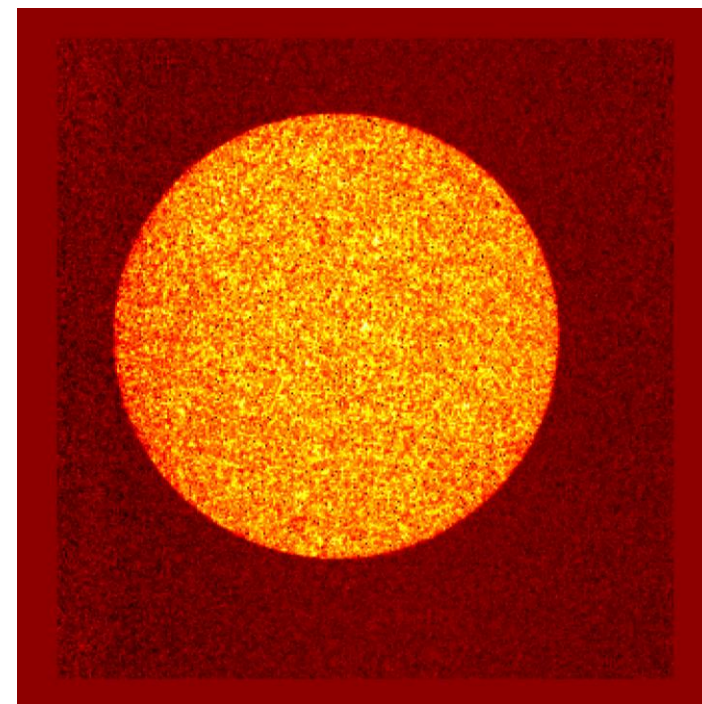
- ・ 解析は $1 \times 1 \text{ pixel} (6.5 \mu\text{m}^2)$ で実行
- ・ Cu フォイルの $\Delta\mu t$ の変化は全面で 5% 以下



透過光強度のマップ

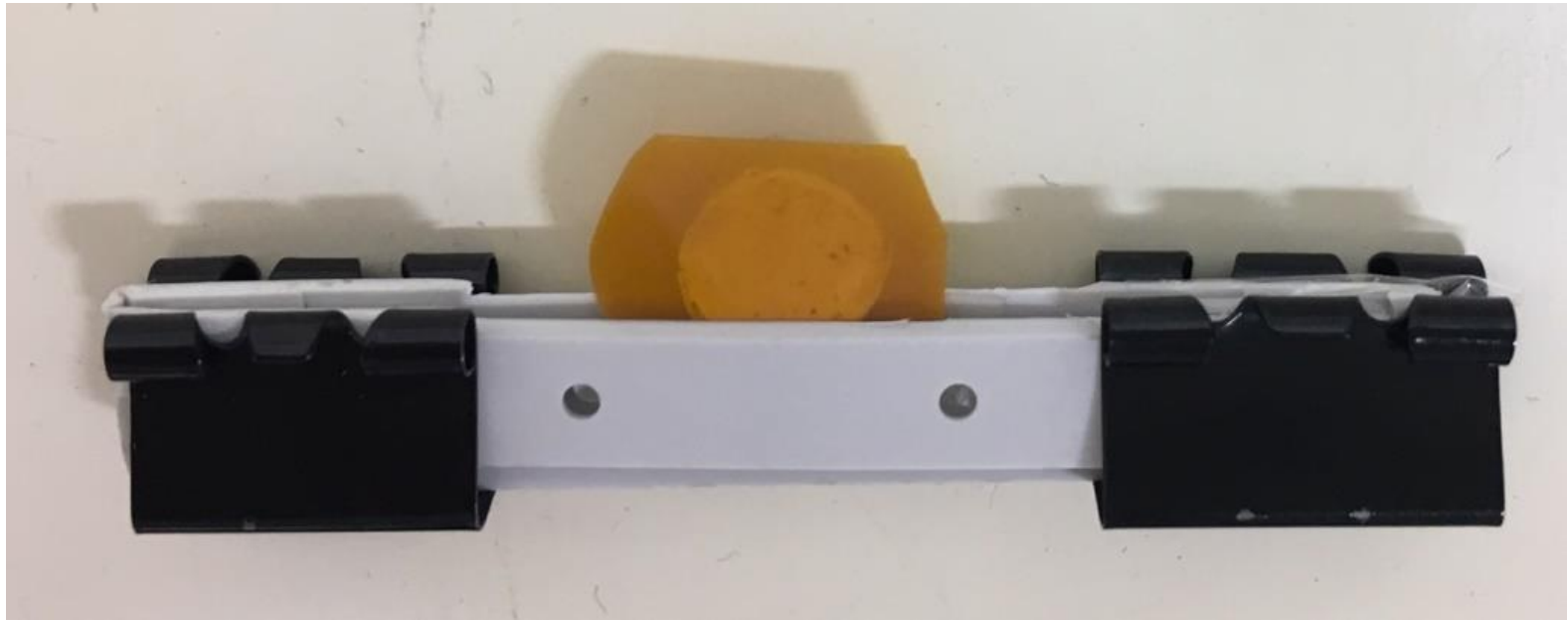


0価のCuのマップ



2価のCuのマップ

BL8S2での3次元XAFS測定 (CT-XAFS) の試み

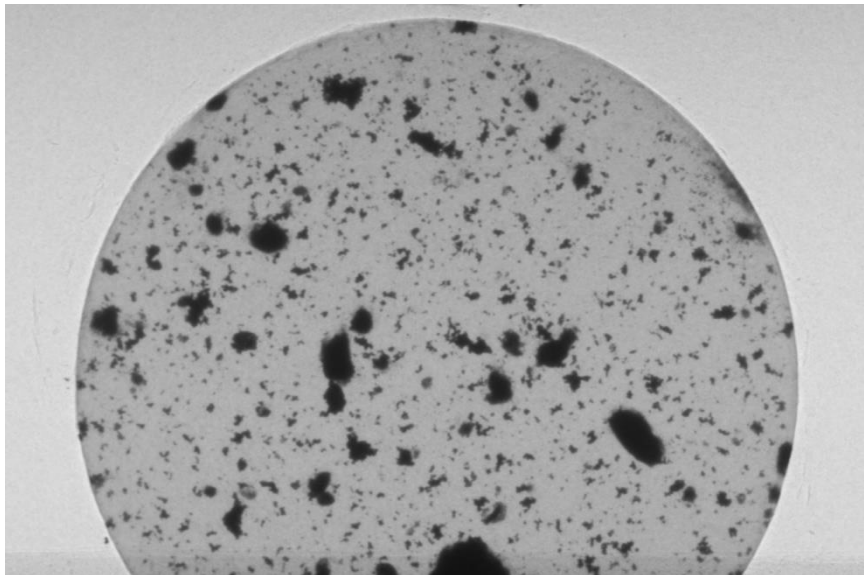


- BN希釈 CuO, Cu₂O混合粉末 (重量比1:1)
ペレット(直径7mm)
- 均一混合なら $\Delta\mu t \sim 1$ 、吸収端直後の吸光度2程度
- 意図的にあまり混合せず
CuO, Cu₂O 紛体の塊を残すようにした。

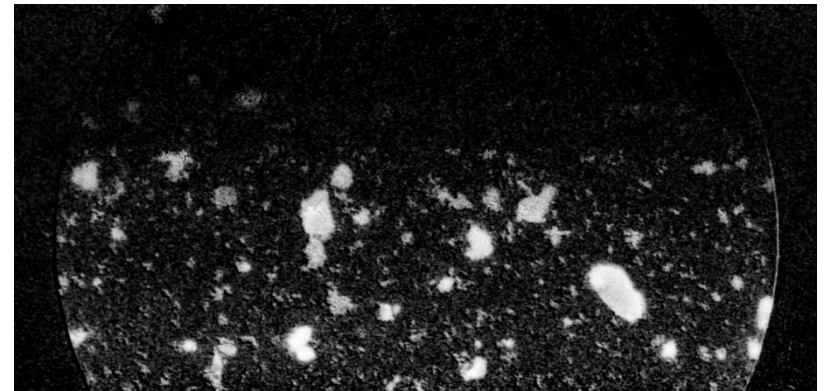
BL8S2での3次元XAFS測定 (CT-XAFS) の試み

- 中心のエネルギーを
8960, 8980, 8990, 9000, 9010, 9020, 9030, 9040, 9060, 9080, 9100, 9120 eV
として、各エネルギーでCT測定
- 180度の範囲を0.15度で刻み1200枚撮影(各25msec)
- 1エネルギー点のCT測定は5分程度。合計で5 x 12 = 60分程の測定

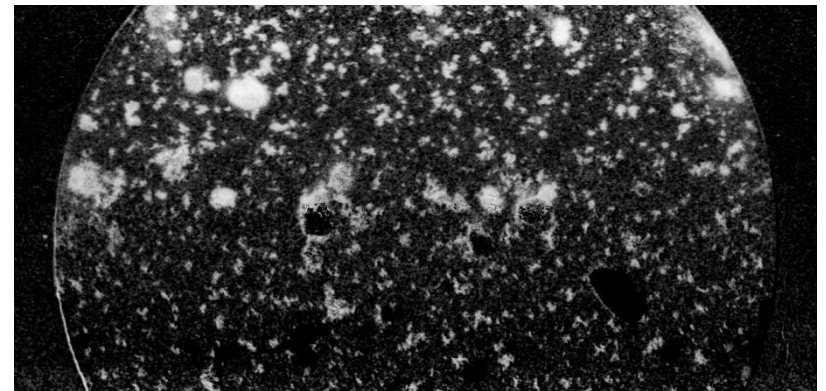
CT用に測定したデータセットの内
0度のデータセットの解析結果



透過光強度マップ



1価Cu分布マップ

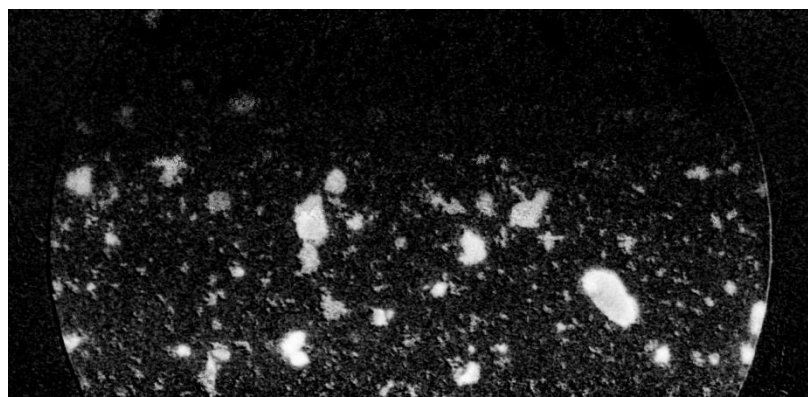


2価Cu分布マップ

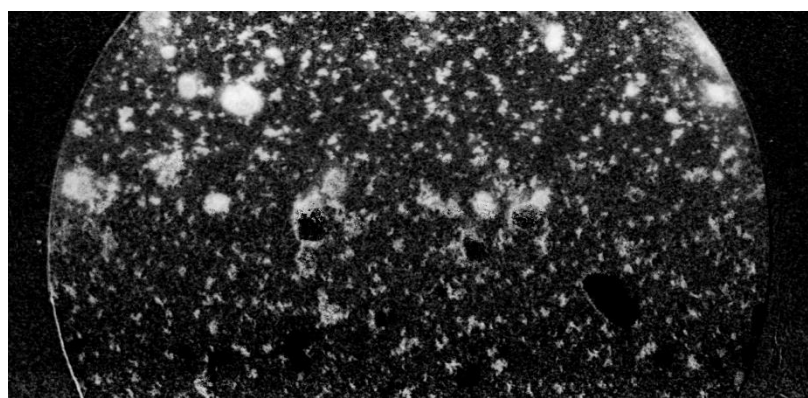
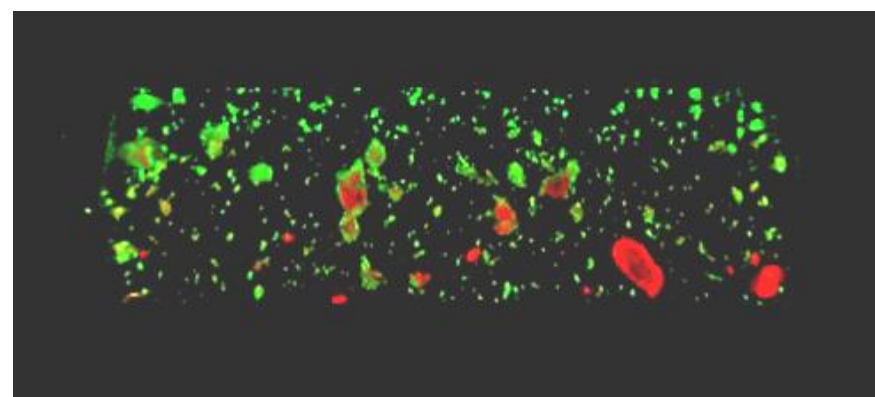
BL8S2での3次元XAFS測定 (CT-XAFS) の試み

CuO, Cu₂O 混合タブレット中の Cu の価数分布

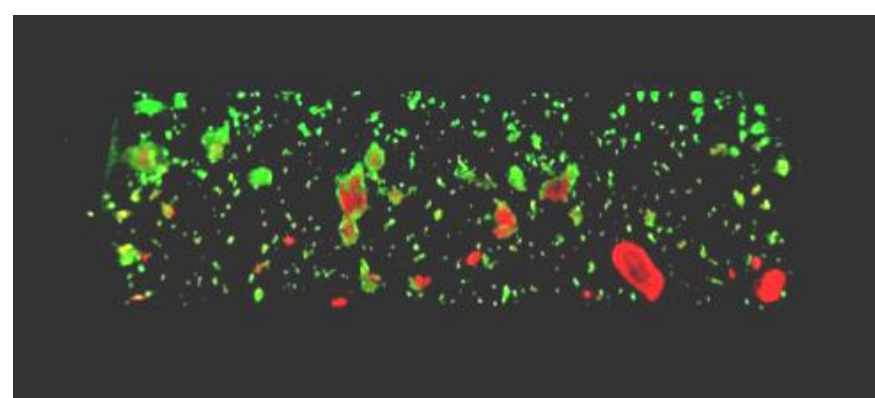
緑 : Cu²⁺, 赤 : Cu⁺



1価Cu分布マップ



2価Cu分布マップ



- プロジェクトの概要
- あいちSRの概要
- あいちSRでの2D/3D XAFS測定
(多数試料、短時間測定)