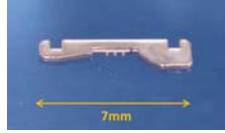


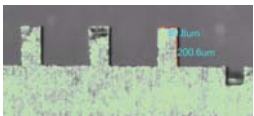
## 小惑星探査機「はやぶさ2」 試料分析用試料台 NanoAnalysis linkage grid (Kochi grid) の開発

櫻井郁也  
(名古屋大学)

### 銅製試料台 Kochi grid の製作



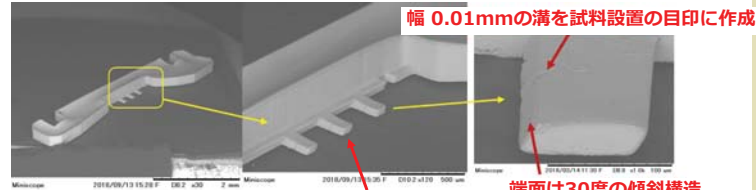
BL8S2 で作成した試料ホルダー



試料ポスト部の拡大写真

複数回の重ねX線露光と銅電鍍作業で多段形状（試料設置用ポスト 厚さ 0.03mm、ハンドル部 厚さ 0.2mm）と試料設置用ポストの傾斜形状を有する銅製 Kochi grid の形状を実現している。SEM観察による評価では、バリも無く形状も良好である。

本研究では、(株)三琇ファインツールの金型加工技術によるSUS製X線照射用マスクの作成、(株)イケックス工業の電鍍技術などを導入し、共同で開発を行っている。



試料台のSEM画像

先端の試料取り付けピンは 0.1mm×0.2mm、高さ 0.03mm

端面は30度の傾斜構造



BL8S2 で作成した試料台

あいちSRの放射光LIGAシステムを利用して「はやぶさ2」微小試料分析用銅製試料台 Kochi grid の製作を行った。Kochi grid は、「はやぶさ2」試料だけでなく様々な分野の分析試料で利用が可能である。現在、「はやぶさ2」プロジェクトチームへ試料台のサンプル提供を行っている。

[参考文献: Ito et al. Earth, Planets and Space (2020) 72 133]

## 高速 2D XAFS測定による リチウムイオン電池正極の充放電に伴う価数変化の可視化

田淵雅夫  
(名古屋大学)

### 【2D-XAFS測定】

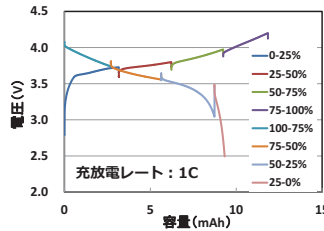
- 測定対象: Ni K-edge
- エネルギー範囲: 8,228~8,428 eV
- エネルギーステップ: 1eV
- 検出器: sCMOSカメラC12849-101U (浜松ホトニクス社製)
- 測定面積: 12mm x 13mm
- 充電率 (SOC) 25%刻みで測定
- 測定所要時間: 7分 (測定所要時間は撮影試料、条件により変わります。)

### 【試料】



- 正極: NCM, Al箔 15μm
- 負極: 人造黒鉛, Cu箔 10μm
- 電解液: 1M LiPF6, EC:EMC:DMC=1:1:1

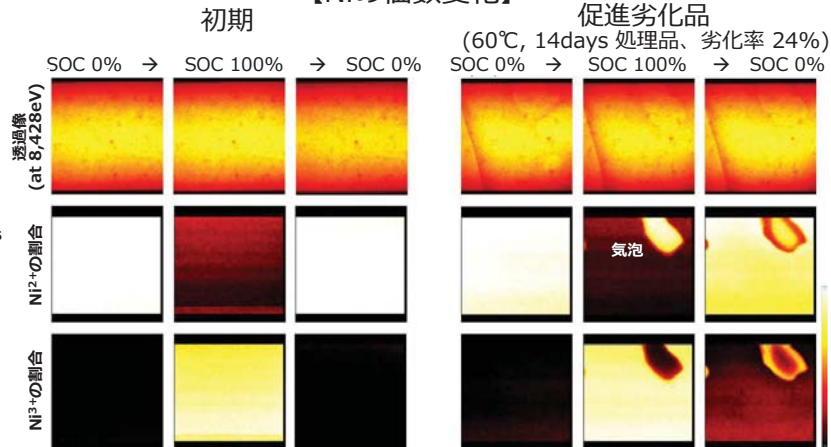
### 【充放電特性(初期)】



### 【測定風景】



### 【Niの価数変化】

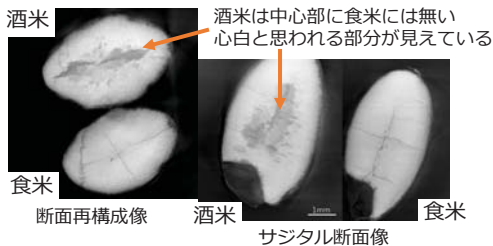


初期: 充放電に伴いNiの価数変化が測定できた  
促進劣化品: 気泡部は充放電してもNiの価数変化は小さい

## 位相コントラストCT測定例

砂口尚輝  
(名古屋大学)

### 酒米と食米の内部構造の比較

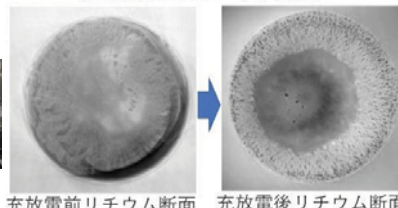


アガロースゲル  
Φ10アクリル筒内のアガロースゲル中に固定したCT撮影時のサンプル

あいち産業科学技術総合センター  
村井崇章

### Liイオン電池の劣化観察

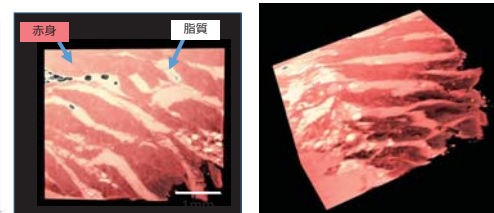
株式会社SOKENとの共同研究



充放電前リチウム断面 充放電後リチウム断面  
電池内部での充放電前後のLi金属析出状態の変化を観察できた

株式会社SOKEN

### 食用ベーコンの内部観察



断面再構成像 3次元合成像  
ベーコン赤身部と脂質部観察と3次元合成像

名古屋大学 櫻井郁也

本研究は、愛知県の知的拠点重点研究プロジェクトⅢ期(2019-2021年)、革新的シンクロトロン光CT技術による次世代モノづくり産業創生(研究代表:名古屋大学 砂口尚輝)の助成を受けて行いました。

## 概要

BL8S2は、愛知県が整備したビームラインで、平成29年6月から供用を開始しました。白色X線と単色X線(エネルギー: 6-26 keV, 波長: 0.5-2 Å)を使用することができ、ビームサイズが8 mm × 40 mm(垂直方向 × 水平方向)と大きいので、X線トポグラフィ、LIGA、X線CT、X線照射実験、その他様々な実験に利用されています。これらの実験を通して、自動車、エネルギー、情報機器、医療機器、輸送機器、光学機器などの分野への貢献が期待でき、さらに医療や農業分野への貢献も期待できます。

<BL8S2の上面図>



エネルギー範囲 : 6 - 26 keV (波長 0.5 - 2 Å)  
 ビームサイズ : 10 × 40 mm (垂直方向 × 水平方向)  
 フォトンフラックス密度 : 10<sup>18</sup> photons/sec/mm<sup>2</sup> (9 keV)  
 光源 : 超伝導偏向電磁石  
 分光器 : 二結晶分光器, Si (111)

<実験手法>  
 ・ X線トポグラフィ  
 ・ LIGA (マイクロ加工)  
 ・ ロッキングカーブ  
 ・ X線CT  
 ・ 屈折コントラストCT  
 ・ X線照射による育種改良  
 ・ イメージングXAFS  
 ・ CT-XAFS

## X線トポグラフィ

### 単結晶試料の結晶欠陥の非破壊観察

X線トポグラフィ測定セットアップ例

検出器 : 原子核乾板, X線フィルム, CMOSカメラ, CCDカメラ  
 試料 : SiC結晶, GaN結晶, Diamond結晶  
 配置 : 反射配置, 透過配置  
 X線エネルギー : 6 - 26 keV (波長: 0.5 - 2 Å)

X線トポグラフィ像 (SiC結晶, (11-28)面回折, 入射X線波長1.3 Å)  
 原子核乾板 (ILFORD製) 粒子サイズ 0.1 μm  
 検出エリア 1×3 inch, 3×3 inch  
 ピクセルサイズ 6.5 μm  
 検出エリア 13.3 × 13.3 mm  
 フレームレート 33 Hz  
 露光時間 1ms - 30s  
 シンチレータ Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S: Tb<sup>3+</sup> 10 μm

アナログ検出器およびデジタル検出器で転位の観察は可能

## LIGA

### シンクロトロン光(白色X線)を用いたナノ・マイクロ加工

LIGA用照射装置

医療機器のマイクロチップ 作製技術の開発

10 μm L&S転写パターン例 (PMMA 50 μm厚)

レジスト  
モスアイ面  
流路側壁パターン

## X線照射実験

シンクロトロン光X線照射による突然変異を用いた新品種開発  
 実験実績: 清酒酵母, カーネーション, イチジク, 乳酸菌  
 カーネーションの白色X線照射実験

照射後18日目の生存率と発根率

非照射 20 Gy 照射 10 Gy 照射  
 濃い色・小型化 淡色化

目的: カーネーションの花色変異体の作出  
 材料: カーネーションの挿し穂

照射線量 10-20 Gy, X線エネルギー 6-26 keVの範囲で、変異を制御できる可能性が見出された。

## イメージングロッキングカーブ (2D&3D)

### 2次元および3次元歪み観察

2次元ロッキングカーブ (2DRC) 測定

深さが5 μmから15 μmへと深くなるにつれて、結晶の歪みがなくなっていくのが確認できる。(黒くなればなるほど歪みが大きい)

深さ 5 μm程度 深さ 7.5 μm程度 深さ 15 μm程度

試料: 4インチSiCウエハ (Si面, 30000番研削)

## X線CT

3次元および断面微細構造の非破壊観察

浮遊性有孔虫殻の化石の非破壊内部観察

3次元CT像 断面CT像  
 重金属物質

試料観察倍率	X線	測定可能試料サイズ (直径)	イメージ分解能
等倍	単色X線、6-26 keV	10 mm	10 μm
5倍	白色X線	2 mm	4 μm
10倍	白色X線	1 mm	3 μm

1 サンプルの測定時間 15分 (セットアップ時間含まず)

## イメージングXAFS (2D-XAFS)

2D-XAFS測定

CuOタブレット (BN希釈) と Cuフォイルを重ねた

21x21 pixelの平均

Cuフォイル領域

CuOタブレット領域

入射エネルギー1eV毎に100msec露光、合計200枚の像を取得  
 1Scanの測定時間は約10分

1pixel 6.5x6.5 μm, 視野 13mm角

## 屈折コントラストX線CT (X線暗視野法)

軽元素試料の3次元および断面微細構造の非破壊観察

食米 酒米 食米 酒米

吸収コントラスト 屈折コントラスト

屈折コントラストX線CT測定システム性能表			
X線エネルギー	単色X線 19.8 keV		
撮影倍率	等倍	3.5倍拡大	
有効視野サイズ	25.3 × 14.3 mm <sup>2</sup>	7.1 × 4.0 mm <sup>2</sup>	
有効画素サイズ	5.5 μm <sup>2</sup>	1.55 μm <sup>2</sup>	
透過像撮影枚数	2400枚/360度!		
撮影時間	4時間程度 (5秒露光/枚の場合)!		

1 撮影枚数、露光時間は撮影試料、条件により異なる。

## 3次元 CT-XAFS法

試料中元素価数分布の3次元可視化

- 測定エネルギー: 8960~9120 eV (12エネルギー点でCT測定)
- CT測定: 180度を0.15度ずつ1200枚撮影、測定時間60分程度

【3次元CT-XAFS画像の再構成像】

緑: Cu<sup>2+</sup>, 赤: Cu<sup>1+</sup>

Cu 価数の3次元分布の可視化