

Aichi
SR

あいちシンクロトロン光センター
Aichi Synchrotron Radiation Center

年次報告 2020



AichiSR

2020年度 年次報告

あいちシンクロトロン光センター



所長挨拶

開設8年目となる2020年度のあいちシンクロトロン光センターの年報がまとまりました。その活動を2021年3月末までご指導頂いた竹田美和前所長から、あいちシンクロトロン光センターの所長を引き継いだ國枝が巻頭のご挨拶を書かせて頂いています。

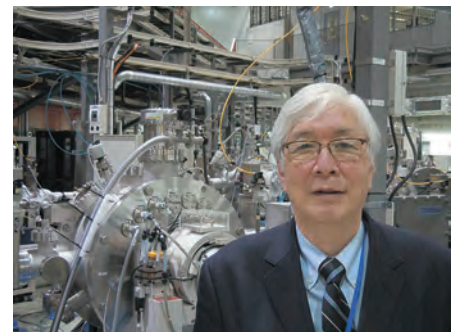
2020年度はCOVID-19に大きな影響をうけた1年とすることができます。4月に緊急事態宣言が出され、次々と感染拡大の波が押し寄せる中で、当センターでは消毒、換気、来所人数制限など、しっかり感染対策をとりながら運用を続けて来ました。その中では測定代行の制度をご利用頂くことで、企業の判断で来所できないケースにも対応できました。特に2020年5月には通常の3倍ほどに測定代行依頼が急増しましたが、その後も一定の利用が続き、with Corona時代の利用スタイルとして定着して来た様に感じます。私たちとしては安心・安全に留意しつつ「日本の研究開発を止めない」を合言葉にして運用を続けて行きたいと考えます。

施設全体では現在11本のビームラインの内、財団の8本と共に、愛知県と名古屋大学所有の1本ずつの一部を共用に提供しています。共用の利用時間割合では企業の利用が約50%、学術研究が30%強となっており、利用分野も輸送用機器、化学、電気・電子に限らず様々な分野で広くご利用頂いています。今回の年報には多くの方に研究開発の成果事例報告の原稿をお寄せ頂き感謝すると共に、この年報を手にした皆様には、是非今後の利用の参考にして頂けると幸いです。ビームラインについては本編の中にそれぞれの運用・整備状況がまとめられています。センターを利用した研究開発の内、公共等利用、無償利用事業の成果についてはリストが掲載されており、センターのホームページで報告書の内容を見て頂くことができます。センターでは、無償利用事業や講習会、などを通して、放射光の高輝度と言う特徴を生かし、実験室の計測では実現できない高精度計測を更に広く活用される様、普及に努めて行きたいと思えます。

一方、放射光技術、計測技術の革新が進む中で、光源、ビームラインの機能向上を進めて行く必要があります。2020年度にもいくつかのビームラインで高速化、多機能化の改良が進められています。こうした改良についてはご利用の皆様のご希望が重要な要素になります。ご要望、ご提案をお寄せ頂いて、あいちシンクロトロン光センターのビームラインの更なる高機能化、利便性向上などの改善にご協力頂けると幸いです。加えて放射光施設建設後8年となり、光源、ビームラインの機器が更新時期に近づき、故障の発生が散見される様になって来ました。特に光源周りの制御機器については、製造・支援停止された機器を中心に更新を計画的に進め、光源の運用休止などが起きない対策を始めています。

2020年度は放射光施設間交流事業であるプラットフォーム事業の最終年度にあたり、放射光施設間の校正比較のためのラウンドロビン、様々な情報交換の取り組みが進められました。地域、規模、設立母体に違いのある放射光施設間で、ビームライン技術、利用対象、利用者情報を共有し、普及活動、人事交流を進めることは大変重要であり、プラットフォーム事業終了後も継続できるように努めたいと思えます。

2022年度には10年目を迎えることになり、次の10年を目指して長期計画を立てる時期に来ています。機能を向上させることで魅力ある放射光施設とすると共に、安定した運用を続けるべく、機器の更新も喫緊の課題となっています。利用分野の拡大、利用者ニーズの動向も踏まえ、皆様のご協力、ご支援を頂きながら改良を進めて行きたいと考えています。日本、世界のものづくりの中心地に位置する当センターは、広く産業、学術の革新に貢献し続けたいと考えております。



公益財団法人 科学技術交流財団
あいちシンクロトロン光センター
所長 國枝秀世

目次

所長挨拶

1. 全体の概要	1
1.1 全体の概要	2
1.2 施設の運転状況	3
1.3 年間の活動	8
2. 2020年度成果事例	9
3. 研究開発	49
3.1 外部発表	50
3.2 光源加速器	57
3.3 ビームライン	58
3.4 科研費等外部資金の獲得状況	60
4. 施設運営の記録	61
4.1 光源	62
4.2 ビームラインの状況	63
4.3 利用促進	72
5. 研究会・セミナー	79
6. 成果報告書	87
6.1 公共等利用成果報告書	88
6.2 成果公開無償利用事業成果報告書	101
7. 委員会	103
7.1 あいちシンクロトロン光センター運営委員会	104
7.2 あいちシンクロトロン光センター専用ビームライン審査委員会	104
7.3 あいちシンクロトロン光センター成果公開	104
7.4 その他委員会	104
8. 安全管理	105
8.1 放射線管理	106
8.2 その他安全	107
9. 施設管理	109
9.1	110
9.2	110

10. 運営	111
10.1 過去5年間の予算（委託等は除く）・利用料収入の推移	112
10.2 運営組織、スタッフ名簿	112
10.3 委員名簿	114
10.4 支援教員名簿	115
付録	117
【共用ビームライン】	118
【光源の性能】	118
アクセス	119

1. 全体の概要

1.1 全体の概要

当センターは、付加価値の高いモノづくりを支援するため愛知県が整備している「知の拠点あいち」に設置され、2013年3月半ばから、産業界、大学、愛知県の支援を受けながら、公益財団法人科学技術交流財団が主体となって運営をはじめ、2020年度末をもって8年が経過した。

ビームラインは、運営開始当初6本だったが、2015年度に1本、翌2016年度にもう1本を追加し、財団所有のビームラインは8本となっている。また、他機関所有のビームラインも徐々に整備され、名古屋大学が1本、愛知県が1本、さらに、株式会社デンソーが1本を建設し、現在、財団所有の8本とあわせ、計11本が稼働している。

運転計画としては、原則、月曜日を光源調整・マシINSTAディ、火曜日から金曜日までをユーザー利用日としており、ユーザータイムは、1日2シフト（第1シフト：10:00～14:00、第2シフト：14:30～18:30）を設けている。

利用区分としては、「一般利用」のほかに、「中小企業利用」、大学や公設試等による成果公開を前提とした「公共等利用」、さらには、一般企業や中小企業の初回利用を対象とした「トライアル利用」があり、それぞれ「一般利用」よりも低額での利用が可能となっている。

利用方法としては、「通常利用」と、ユーザーから預かった試料を当センタースタッフが代わりに測定する「測定代行」を設けている。「通常利用」は、年6回、各期前月の初めに受け付ける「定期利用申込」を基本に、定期利用申込終了後に空きのあるビームラインを利用できる「随時利用申込」と、前期（第1～3期）、後期（第4～6期）の2回に分けて受け付ける「長期利用申込」がある。

2020年度は、前年度末から世界中に拡大した新型コロナウイルス感染症の影響を受けることになった。4月中旬から5月中旬にかけては、愛知県に初めての緊急事態宣言が発出されたことに伴い、年度当初のメンテナンス後の通所利用を停止し測定代行のみ受け付けることとした。職員も、半分を目途に

在宅勤務としたこともあり、5月の利用は、前年度の半分に止まった。この緊急事態宣言が解除された6月以降は、新型コロナウイルス感染症対策を徹底させた上で通所利用を再開させたこともあって、前年度を上回る利用実績を残す月が続いた。年度末の1月中旬から2月末にかけては、2回目の緊急事態宣言が発出されたが、1回目とは異なり感染対策に取りくみつつ通所利用は継続した。宣言直後はキャンセルが相次いだが、影響は少なく済んだ。ただし、利用促進の取組である成果公開無償利用制度の成果発表会を翌年度に先送りにせざるをえなかったほか、普及啓発の取組であるセミナー、展示会、学会の多くが自粛又はオンライン開催となった。また、当センターへの視察も減少したために、予定どおりのPR活動を行うことができなかった。このように、2020年度は、新型コロナウイルス感染症対応を執りながらの1年となった。利用時間数は僅かに減少したが、測定代行の増加により利用料収入は過去最高を記録した。

1.2 施設の運転状況

(1) 光源加速器

光源加速器は、50MeVの直線加速器、1.2GeVブースターシンクロトロン、1.2GeV電子蓄積リングからなる。ビームラインにシンクロトロン光の供給を開始した当初より、蓄積電流300mAのトップアップ運転を行っている。トップアップ運転中の電流値の変化は300mAに対して約0.1%である。光源加速器は、通常月曜日はマシンスタディで、火曜日から金曜日が利用日となっている。利用日には、朝8時過ぎから入射を行い、夕方19時頃までシンクロトロン光の提供を行っている。本年度の光源加速器の総運転時間は1,919時間であった。前年度と比較すると約1.2%増加した。このうちユーザーの利用時間は1,360時間、光源加速器の高度化や安定化のためのマシンスタディ時間は209時間であった(4.1参照)。

(2) ビームライン

8本の財団ビームライン(BL1N2、BL5S1、

BL5S2、BL6N1、BL7U、BL8S1、BL8S3、BL11S2)、愛知県ビームライン(BL8S2)、名古屋大学ビームライン(BL2S1)、そして、デンソービームライン(BL2S3)の11本のビームラインが種々の目的でシンクロトロン光の利用が行われた。

本年度は、財団および愛知県ビームラインにおいて主に、試料交換時の時間短縮を目的とした急速停止ターボ分子ポンプの導入(BL1N2)、高次光除去ミラーの導入(BL5S1)、特殊環境下での測定装置の開発(BL6N1)、回折角度拡張のための小型4象限スリットの導入(BL8S1)、位相CT測定システムの導入(BL8S2)、真空パス切り替え時間短縮のための大排気量真空ポンプ及び多連サンプルチェンジャーの導入(BL8S3)、そして溶液層厚み可変セルの導入(BL11S2)などを行い、利用者の利便性を高める活動を行った。一方、名古屋大学ビームライン(BL2S1)では、2枚の分光結晶の切替機構の設計、デンソービームライン(BL2S3)では、自動プレミックスガス供給装置の導入などが行われた。(4.2参照)

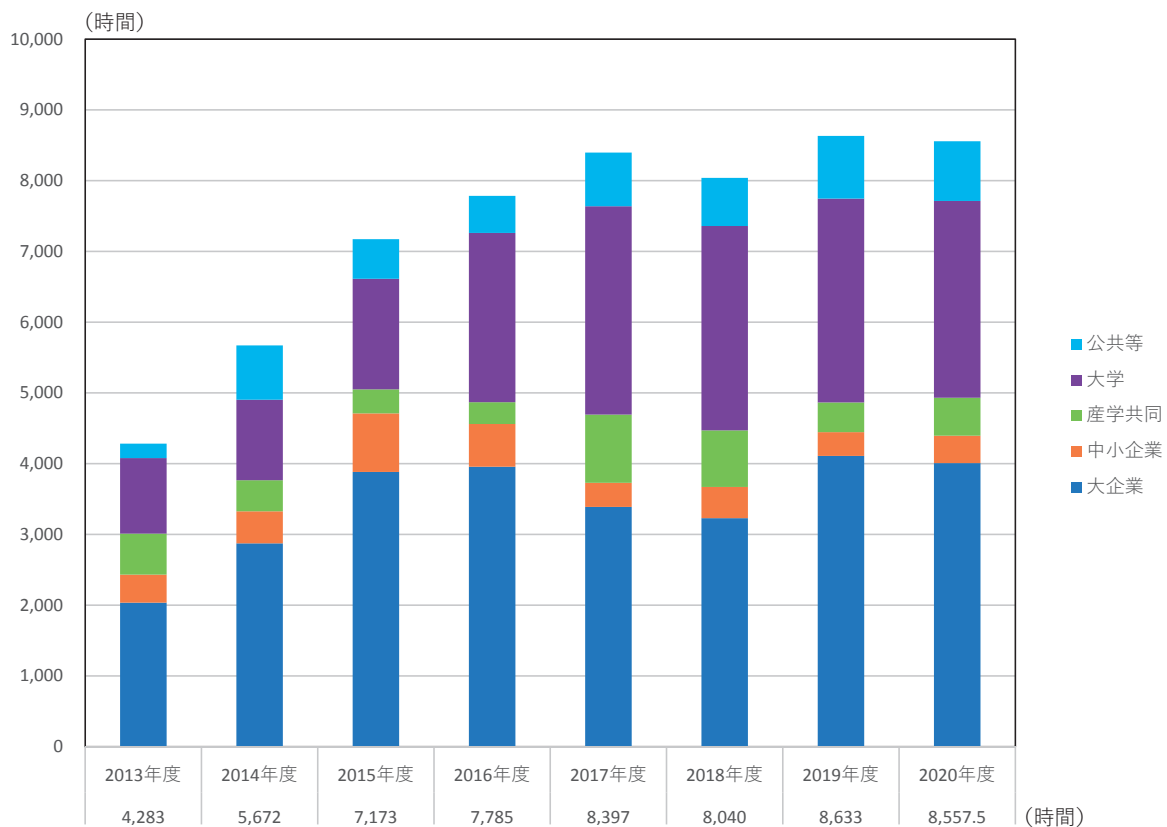


図1 年度別の全ビームラインの利用時間数の推移

【供用ビームライン数の推移】

2013年度：前年度3月にBL6本でスタート

2014年度：BL6本

2015年度：BL1N2、BL2S1（名古屋大学）が供用開始 BL8本

2016年度：BL11S2が供用開始、BL2S3（企業専用）を設置 BL10本

2017年度：BL8S2（愛知県）が供用開始 BL11本

2018年度：第一四半期にBL2本が故障のため停止

2019年度：利用時間数過去最高を記録

2020年度：5月 新型コロナウイルス対策のため通所利用を停止

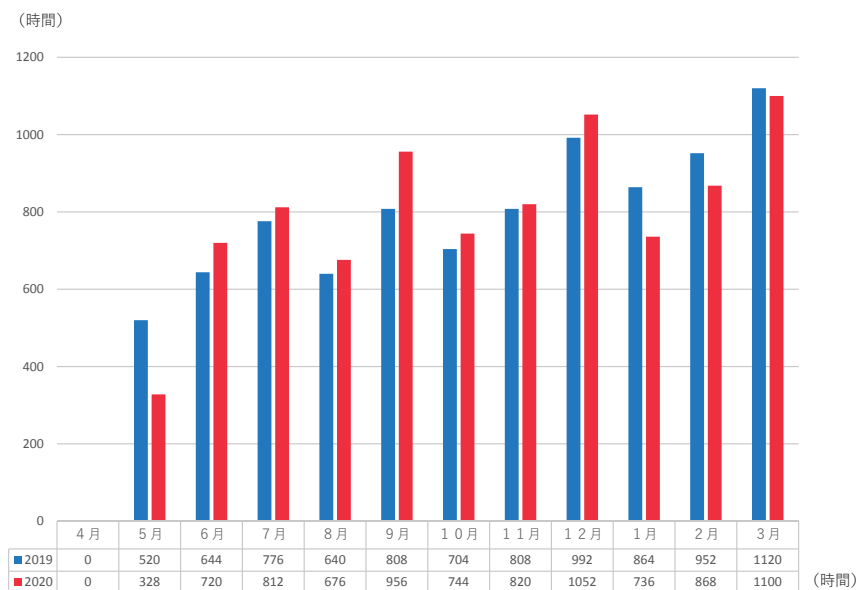


図2 通所利用時間数の推移

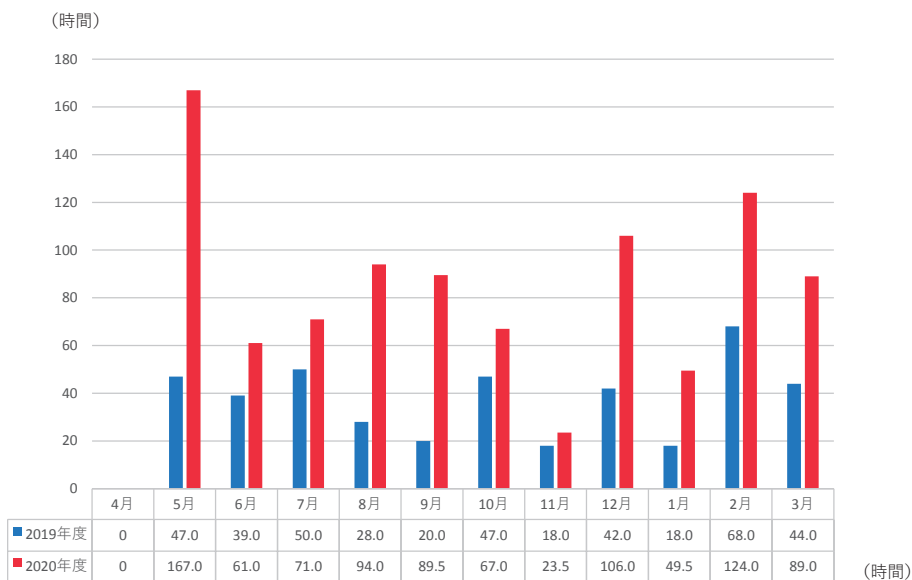


図3 測定代行利用時間数の推移

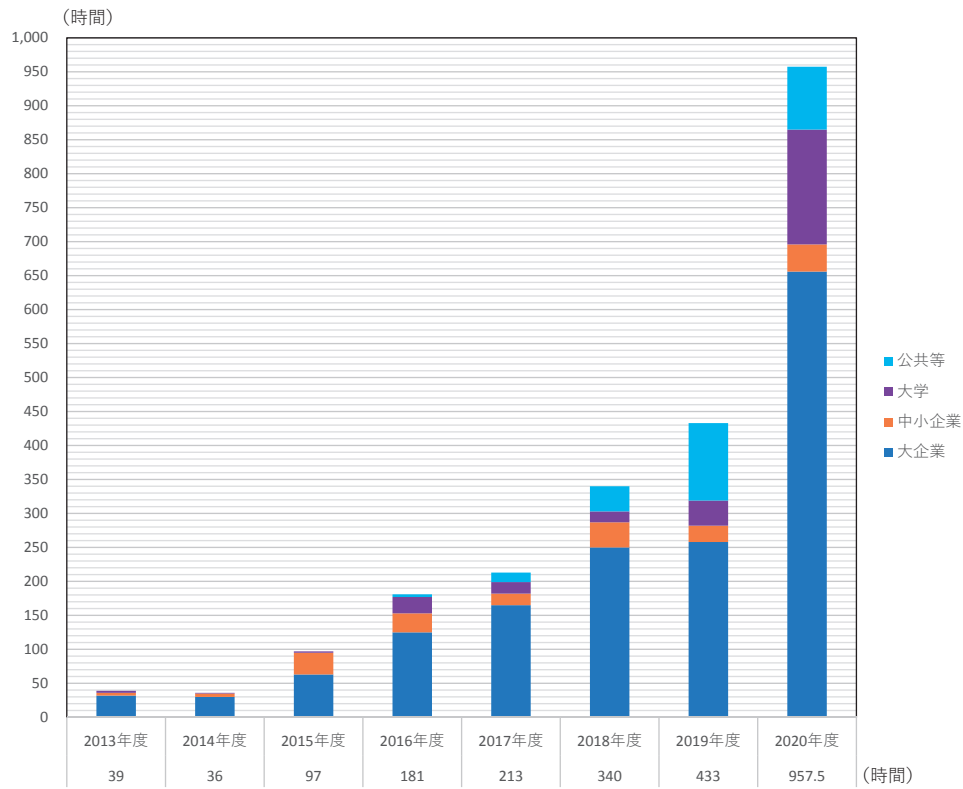


図4 年度別の測定代行時間数の推移

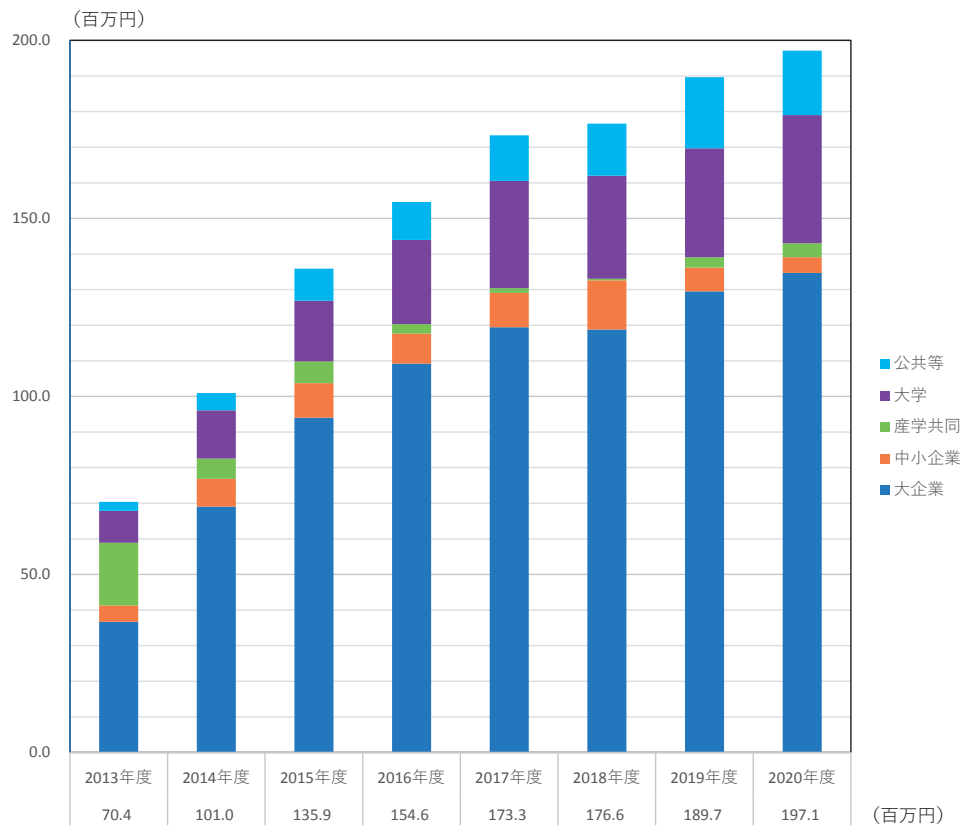


図5 年度別の利用料収入の推移

(3) 利用の状況

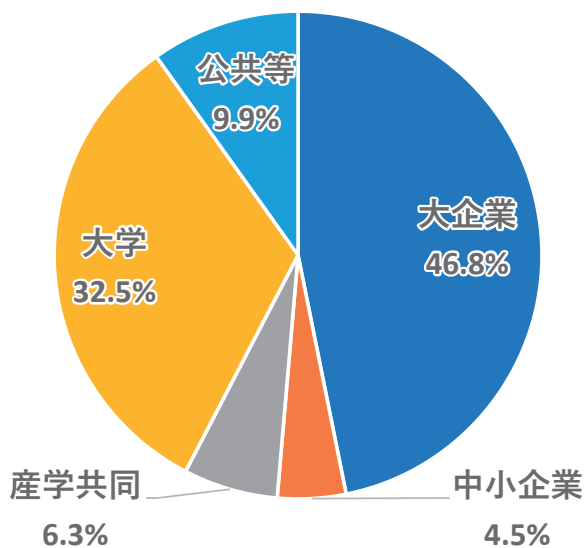
図1は年度別の利用時間数の推移である。2020年度における専用ビームラインを含めた全ビームライン11本の利用実績は、8,557.5時間となり、2019年度に次ぎ過去2番目であった。利用傾向としては、二次電池、磁石材料、パワー半導体分野の利用時間数が増加している。図2と図3は2019年度と2020年度の通所利用の利用時間と測定代行時間をそれぞれ比較したものである。1度目の緊急事態宣言の下で、2020年度のメンテナンス明けの5月に通所利用を停止し測定代行のみのユーザー対応をしたほか、職員の5割を目途とした在宅勤務を行った。そのため、5月は前年度に比べ利用が半減したが、通所利用を再開した6月以降は、順調に利用申込が入り、前年度を上回る利用実績を残す月が続いた。1月に2度目の緊急事態宣言が発出されキャンセルが相次いだものの、1度目の緊急事態宣言時と異なり、測定代行に加え、感染対策を徹底しながら通常の運営を行なったこともあり、利用の落ち込みは見られなかった。図4は年度別の測定代行時間の推移である。コロナ禍にあって当センターが実施する測定代行は移動に伴う感染リスクを忌避するユーザーのニーズを捉え、対前年度2倍以上となる957.5時間に達した。図5は年度別の利用料収入の推移を示したものである。測定代行の伸びにより、2020年度は

過去最高(197.1百万円)になった。

図6は利用時間に占める利用者の構成を示したものである。全体の57.6%(大企業46.8%、中小企業4.5%、産学共同6.3%)が企業による利用で過半を占めている。昨年度と比較して、中小企業と産学協同の利用が微増し、大企業の利用が微減したが、全体として大きな変動はなかった。図7は利用時間に占める地域別利用者の構成を示した図である。これまで同様、愛知県内の利用は全体の過半を占めるが、前年度より6.1ポイント減少した。また、愛知県を含めた中部地域の利用を見ても、前年度より6.3ポイント減少した。一方、新型コロナウイルス感染症拡大に伴う緊急事態宣言による移動自粛等があったにもかかわらず、関東地域は1.3ポイント増、近畿地域は4.0ポイント増と、前年度よりも割合を伸ばした。

図8は利用時間に占める産業分野別の利用状況を示したものである。例年利用の大部分を占める輸送用機器が39.6%となり、前年度比で10ポイント強も割合を落とした。県内輸送用機器関連企業の出張自粛の影響があったと考えられる。一方、電気機器・電子部品や調査・分析サービスは割合を伸ばしている。その他、割合は小さいが、窯業、金属、食品など幅広い産業分野に活用されている。

2020年度



2019年度

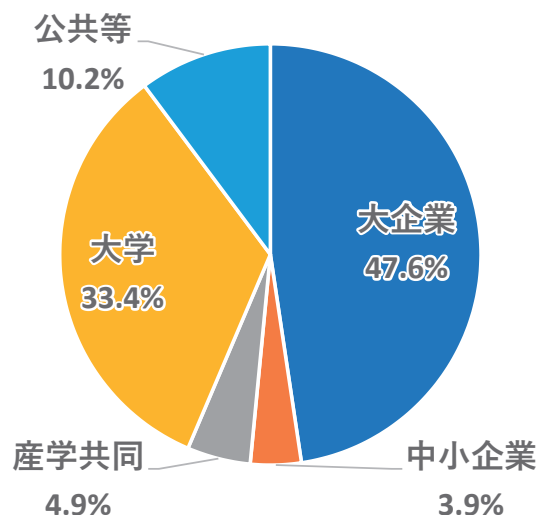
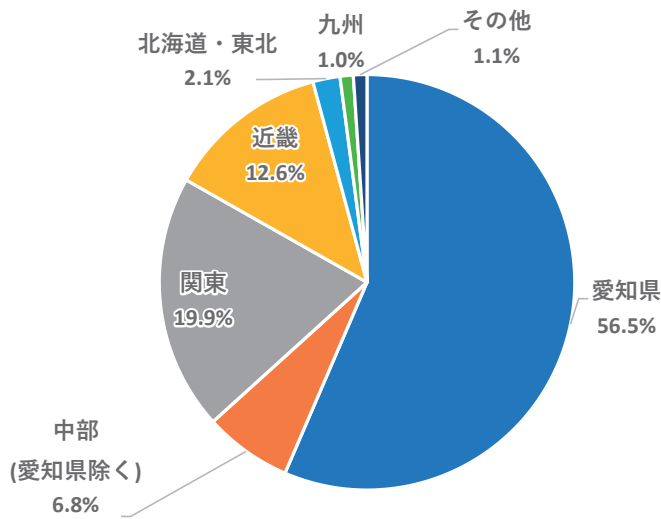


図6 利用時間に占める利用者の構成

2020年度



2019年度

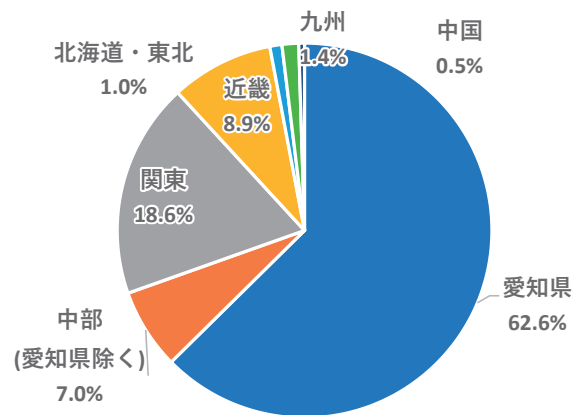
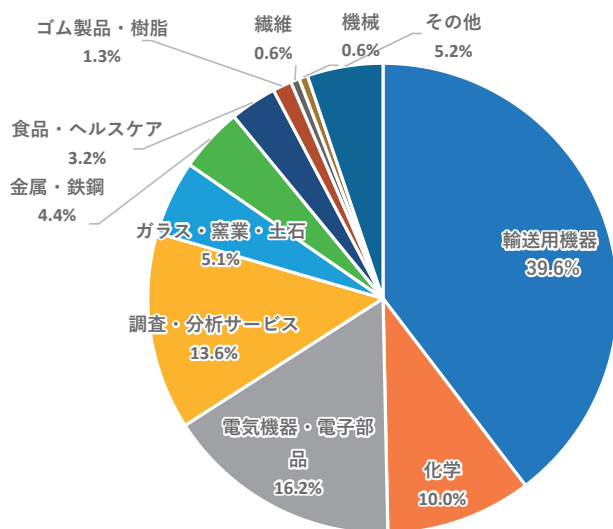


図7 利用時間に占める地域別利用者の構成

2020年度



2019年度

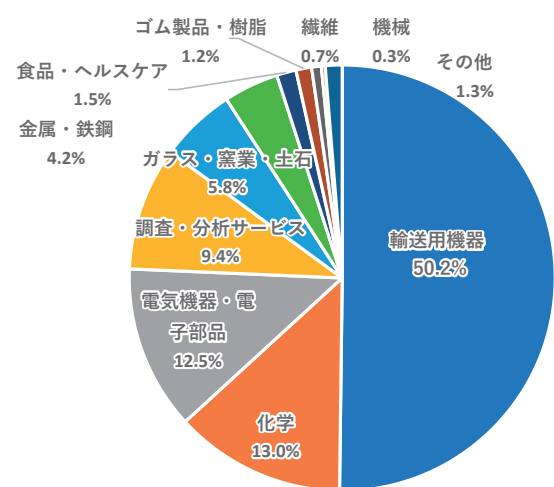


図8 利用時間に占める産業分野別の利用状況

1.3 年間の活動

2020年度の活動として大きく「ユーザーの利便性向上に向けた取組」、「利用促進に関する取組」、「普及啓発に関する取組」の3つの取り組みを行った。

ユーザーの利便性向上に向けた取組では、定期的に利用者アンケートを実施し、このアンケートから出てきたユーザーニーズに対応した改善活動を2020年度も引き続き実施し、ビームライン技術者が中心になって、設備機器及び施設について38の改善項目を実施した(4.3.3参照)。また、測定業務の効率化に寄与するものとして2020年度も測定代行を実施した。新型コロナウイルス感染症対応により、企業・大学等が外出を抑制したこともあり、リモートでの利用ニーズが著しく高まった。

利用促進に関する取組の中で、成果公開無償利用事業や光ビームプラットフォーム事業を実施した。2020年度の成果公開無償利用事業では、様々なビームラインを利用する22件の課題が採択された。報

告会は例年3月に行っていたが、新型コロナウイルス感染症の影響で年度をまたぐことになり、2021年5月28日(金)にオンラインで開催した。参加者は145名であった。光ビームプラットフォーム事業では、5年間にわたって行ってきた事業の最終年度であったが、利用を停止する施設があり、国や自治体による県をまたぐ移動の自粛要請が活動の大きな妨げになった。

産業利用コーディネータが中心となって、利用相談、技術指導及び個別訪問の実施を継続的に行った。また、利用促進の取り組みとして、利用者研修会等を開催した。加えて、普及啓発に関する取組として、セミナー等の開催・関係学会等への参加や、展示会への出展及び見学者の受入れを通じて、シンクロtron光の活用例をアピールする予定であったが、新型コロナウイルス感染症の影響下、例年開催されるイベントや展示会の多くが自粛により中止もしくはオンライン開催となり、また、不急の移動自粛の影響により、減少した(4.3.2参照)。

2. 2020 年度成果事例

琵琶湖産シジミの殻の色は何によって決まるのか

¹ 関西医科大学, ² 東レテクノ, ³ 名古屋大学, ⁴ 立命館大学

竹本邦子¹, 馬場大哉², 田淵雅夫³, 太田俊明⁴

1. はじめに

かつて、琵琶湖は日本でも有数のシジミの産地で、シジミの漁獲量は琵琶湖漁業全体の50%以上を占めていた。しかし、シジミの漁獲量は1957年の6,072 tをピークに激減し、2020年は41 tとなり、主要漁場の生息密度も1949年の60 個体/m²から、2020年の0.46 個体/m²となっている [1]。砂利の流出、河川からの泥の流入、外来水草の繁茂などにより、生息場所である砂地が減少したことが理由ではないかと考えられているが、現在のところ、原因は不明である。このため、シジミ復活に向けた様々な取り組みが行われているが、今のところ顕著な成果は得られていない。

日本には、汽水域に生息するヤマトシジミ、淡水域に生息するマシジミ、そして琵琶湖淀川水系固有種であるセタシジミの3種類の在来シジミがいる。現在、琵琶湖にはセタシジミの他にマシジミが生息している。外来種であるタイワンシジミの繁殖も報告されている。マシジミやタイワンシジミは雌雄同体で自家受精を行い、殻内で仔貝になるまで保育するので繁殖力が高い。一方、セタシジミは雌雄異体の卵生で、琵琶湖や瀬田川の限られた場所に、比較的種別隔離された状態で生息していると考えられる。

図1に、二枚貝の殻の形成過程の模式図を示す。二枚貝の貝殻は、親貝由来の卵内成分から成る幼生殻の腹縁を起点とし、摂餌開始後、外套膜上皮から分泌される成分によって形成される [2]。このため、殻は年輪のような構造をとり、幼生殻も稚貝の頃の貝殻も、外部の侵食や剥離されない限り殻頂近くに残り続ける。貝殻は、炭酸カルシウムと複合タンパク質からなる石灰質層の本体と、有機物からなる殻皮と呼ばれる皮膜から成り (図2)、個体が成育した環境の情報が記録されやすい特異な器官とされている (例えば [3])。殻皮は腹縁から殻頂に向かって

薄くなり、殻高20 mmの琵琶湖産シジミで厚さは約4~15 mmとなっていた [4]。同じ代謝物からできているにも関わらずシジミの殻皮の色は黄色、褐色、黒色と多様である (図2)。殻の色と生息環境に関連があることは漁業者の間では知られており、黄色を帯びたシジミは良い生息環境と考えられる砂地で、黒色を帯びたシジミは泥地でよく獲れるとされている。我々はここに注目し、殻皮の色が黄色や黒色になるメカニズムを解明できれば、殻の色から生息環境を読み出し、生息数減少の原因を解明できるのではないかと考え殻皮について調べている。

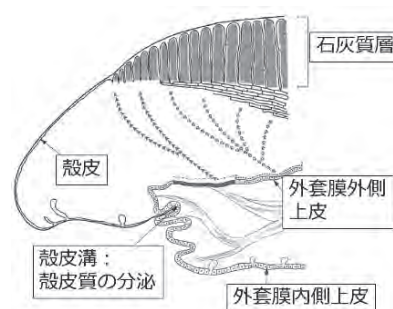


図1 二枚貝の殻の形成過程の模式図 (F. Marin 等の文献 [2] Figure 2 を引用し一部改変)

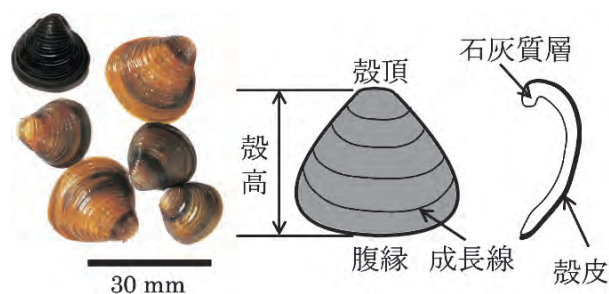


図2 琵琶湖産シジミの写真と二枚貝の模式図

今回、琵琶湖の湖底に多く存在する Fe および Mn と殻皮の色との関係を調べるため、BL11S2 硬 X 線 XAFSII ビームラインで行った、XAFS と蛍光 X 線二次元マッピングの結果について紹介する [4]。

2. 実験方法

試料は、瀬田町漁業協同組合で採取された琵琶湖産のシジミから、貝殻が全体に黒色を帯びたシジミ (黒色タイプ) と黄色を帯びたシジミ (黄色タイプ) を選び、乾燥した殻を用いた。参照試料は、Fe 箔以外は、高純度化学から購入したものをを用いた。

Fe と Mn の K 吸収端の XAFS と、Fe、Mn および Ca の蛍光強度の二次元マッピングは、あいちシンクロトロン光センター BL11S2 硬 X 線 XAFSII ビームラインでおこなった。シジミ殻の XAFS 測定は、シリコンドリフト検出器 (SDD) を用いた部分蛍光収量法 (PFY) で行った。参照試料の XAFS 測定は透過法で行った。

3. 結果と考察

3-1 Fe の二次元マッピングと K 吸収端 XAFS

図 3 に黒タイプと黄色タイプの CaK α と FeK α の蛍光 X 線マッピングの結果を示す。石灰質層の Ca が、色に関係なく確認できる。Ca 一様ではなく縞状に分布している。この縞は成長線に平行で、黄色タイプに比べ、黒色タイプの方が明瞭である。黄色タイプでは、成長線に沿った黒色を帯びた部分で Ca の分布が少ない部分がある (Ca, 黄色矢頭)。これは、黒い部分に、Ca の蛍光を遮蔽する物質が多く存在していることを示唆している。Fe は、黒タイプの方が広範囲に、大量に分布している。Fe も成長線に沿って縞状に分布し、縞は黒タイプの方が明瞭である。これは、Fe は貝の成長と同時に殻皮に取り込まれたことを示している。黄色タイプで、成長線に沿った黒色を帯びた部分で Fe が多く分布している (Fe, 黄色矢頭) ことから、Ca の蛍光を遮蔽していたのは Fe であると考えられる。側面 (白矢印) に Fe の高い蓄積が認められる。これは、成長後、殻皮の表面に付着した Fe 化合物であると考えられる。

図 4 に黒色タイプと黄色タイプの Fe の K 吸収端

の XAFS スペクトルを示す。黄色タイプ蛍光強度は黒色の 1/20 以下であった。黒色タイプおよび黄色タイプのスペクトルの形状は α -FeOOH に似ている。同じ貝の黒色部と黄色部分でも同様の傾向を示すスペクトルが得られた。殻皮に含まれる Fe は色に関係なく主に Fe³⁺ であると考えられる。

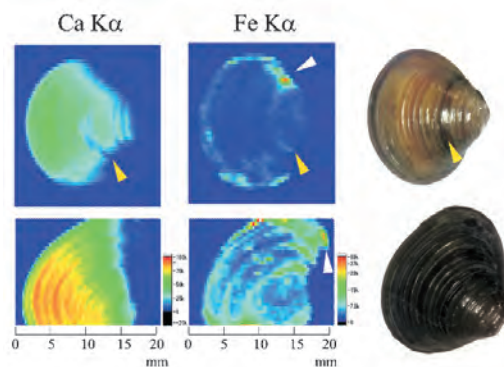


図 3 CaK α と FeK α の蛍光 X 線マッピング (上段: 黄色タイプ、下段: 黒色タイプ) と測定したシジミの写真

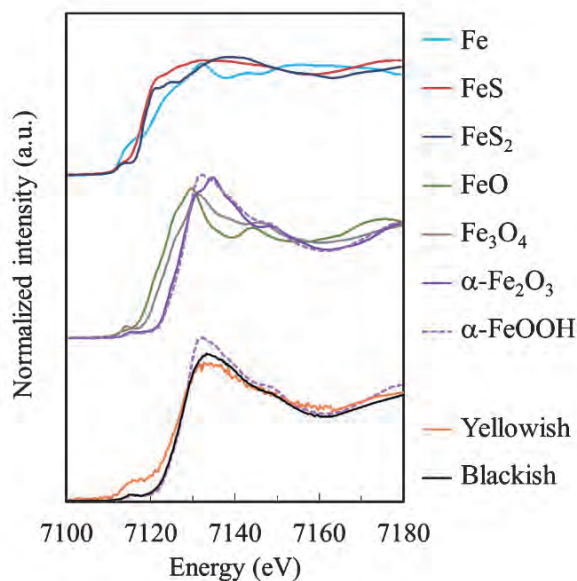


図 4 黒色タイプと黄色タイプのシジミの殻と参照試料の Fe の K 吸収端 XAFS

3-2 Mn の二次元マッピングと K 吸収端 XAFS

図 5 に黒色タイプと黄色タイプのシジミと参照試料の Mn の K 吸収端 XAFS と Ka の蛍光 X 線マッピングの結果を示す。Mn は Fe の多いところに分布している。Mn も成長線に沿った縞状の分布は見られるが、殻の色による違いはない。殻皮中の Mn は、

Mn²⁺ と Mn⁴⁺ で、黄色タイプの Mn は黒色タイプよりも酸化していた。

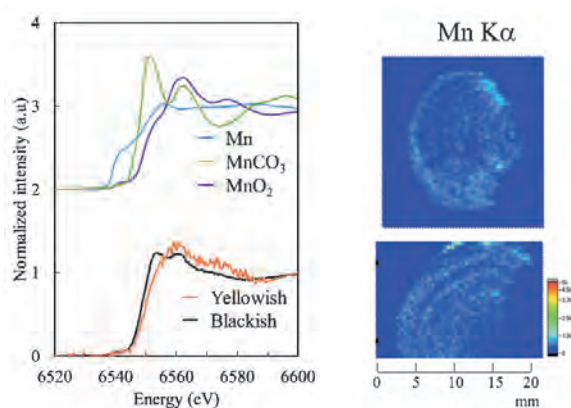


図5 黒色タイプと黄色タイプのシジミの殻と参照試料のMnのK吸収端XAFSとKaの蛍光X線マッピング(上段:黄色タイプ、下段:黒色タイプ)

3-3 殻皮の中のFeと色との関係

Feは成長線に沿って分布し、殻皮の表面だけではなく内部にも存在していた[4]。この結果は、FeとMnは殻皮形成と同時に殻皮内部に取り込まれたことを示している。水の中にFeとMnが共存するとき、FeはMnより早く酸化する。黄色タイプの生息環境の酸化還元電位は黒タイプより高く、好気的な環境であったと考えられる[5]。

殻皮に含まれるFeは色に関係なくFe³⁺で、Feの量が多いほど黒っぽい色を示した。Feの酸化物は、結晶構造や粒子形態により色が異なる。例えば、FeOやFe₃O₄は黒色、 α -FeOOHは薄い黄褐色、 γ -FeOOHは赤褐色、 α -Fe₂O₃は赤褐色、 γ -Fe₂O₃は褐色を示す[6]。XAFSの結果は、FeOやFe₃O₄は黒色の原因物質ではないこと、「黒色の原因物質は硫化鉄である」という流説を否定する。Fe³⁺が黄褐色から赤褐色の原因であるかについては、今のところ否定も肯定もできる明確な証拠はない。今後、詳細な構造解析が必要である。

5. まとめと今後の展望

シジミの殻皮の色が黄色や黒色になるメカニズムの解明を目指し、琵琶湖の湖底に多く存在するFeおよびMnと殻皮の色との関係を調べるため、BL11S2硬X線XAFSIIビームラインで、K

吸収端XAFSと蛍光X線二次元マッピングを行った。殻皮中のMnはMn²⁺とMn⁴⁺で、黄色タイプのMnは黒色タイプよりも酸化していた。Feは黒い部分に多く存在していたが、色に関係なくFe³⁺であった。これより、(1)黄色タイプの生息環境は黒タイプより好気的な環境である、(2)黒色とFeの分布には相関がある、(3)Feの酸化物や硫化物は黒色の原因物質ではない、ということが分かった。

自然界には様々な色素が存在する。殻皮の色の原因の解明に向け、色の数値化とFe化合物を含めたいくつかの色素についてX線分光法を中心に検討を進めていく予定である。

謝辞

本研究は、科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センター公共利用(実験番号:201606002)、成果公開無償利用事業(実験番号:2017P1001)で実施された。

参考文献

- [1] 環境省, “琵琶湖の保全及び再生の状況”, http://www.env.go.jp/water/03_1_biwakonohozennsaiseizyokyoku.pdf, 参照 2021-10-01.
- [2] F. Marin et al., “Molluscan shell proteins: primary structure, origin, and evolution”, *Curr. Top. Dev. Biol.*, 80 209-276 (2008).
- [3] L. C. Foster et al., “Strontium distribution in the shell of the aragonite bivalve *Arctica islandica*”, *Geochem. Geophys. Geosyst.*, 10 Q03003 (2009).
- [4] K. Takemoto et al., “Chemical State Analysis of the Periostracum in the Corbicula Clam Hatched in Lake Biwa”, *J. Wat. Env. Technol.*, 18 62-69 (2020).
- [5] 青山勲, “水圏環境中における鉄・マンガン の挙動”, *土壌の物理性*, 67 11-18 (1993).
- [6] mindat.org, <https://www.mindat.org/>, 参照 2021-10-01.

エポキシ樹脂 / 無機基材接着界面の解析

住友ベークライト株式会社

首藤靖幸、加々良剛志、和泉篤士

1. はじめに

エポキシ樹脂やフェノール樹脂などの熱硬化性樹脂は熱硬化反応によって緻密な三次元網目構造を形成する高分子材料であり、硬化後の樹脂は高い耐熱性、機械特性、電気絶縁性などの物性を発現することから、電子・半導体産業において重要な役割を果たしている。樹脂材料は成形加工プロセスや使用環境下において様々な温度変化に曝されるために、熱膨張・収縮の繰り返しによって異種材料間界面に残留応力が生じ、基材の反りや界面剥離といった材料不良が生じるという問題があり、半導体の小型化、高集積化、高耐熱化のニーズに伴い要求される耐久性能は高まっている。これらの問題を解決するためには樹脂 / 無機材料（フィラー、基材）間の界面接着性の向上が重要である。しかしながら、硬化後の熱硬化性樹脂は不溶不融であるため、成形後の複合材料の界面状態の分析は困難であり、界面構造の把握は十分になされていない。

本実験では、X線光電子分光（XPS）を用いてエポキシ樹脂 / 無機基材接着界面における化学構造を明らかにすることを目的とする。無機基材としては半導体集積回路用リードフレームを想定し銅（Cu）およびニッケル（Ni）を対象とした。高エネルギーの放射光を用いた XPS 分析を行うことによって樹脂 / 金属（Cu、Ni）間相互作用をピーク強度およびピークシフトの観点から定量化することが可能であることから、本検討を行うことによって原子・分子オーダーにおける異種材料間の接着力発現メカニズムが解明され、接着力に優れる樹脂材料の設計が可能になると期待される。

2. 実験

2-1.XPS 測定

XPS 測定は BL6N1 にて実施した。3,000 eV の

X 線を励起エネルギーに用い、Au 4f を用いてエネルギー校正を行った。光電子検出器は PHOIBOS 150 CCD（SPECS 社）を用い、分光器のパスエネルギーは 20 eV、X 線入射角度は 55°、光電子検出角度は 90° とし、室温、真空下で測定を実施した。得られたプロファイルのカーブフィッティングは IgorPro の解析マクロ XPST [1] を用いて行い、Background の推定は Shirley 法を適用した。

2-2. 試料

測定試料は銅（Cu）、ニッケル（Ni）基板、および各基板上にスピンコート法で成膜後に熱硬化したエポキシ樹脂薄膜であり、膜厚は約 20 nm である。TPP-2M 式 [2、3] で見積もった $h\nu=3,000$ eV におけるエポキシ樹脂の非弾性平均自由行程 λ は 6.8 nm であることから、得られるプロファイルは $3\lambda=20$ nm 程度までの情報を含み、樹脂 / 基板接着界面における樹脂・基板の情報を反映したものと推定される。予備検証においてエポキシ樹脂薄膜は導電膜コート処理を施さなくてもチャージアップの影響がないことが確認されたことから、本測定では帯電処理としてカーボンテープ貼付のみを行い測定を実施した。

3. 結果

エポキシ樹脂 / Cu およびエポキシ樹脂 / Ni について測定し得られた C 1s および O 1s スペクトルを図 1 に示す。Cu 基板および Ni 基板について測定した結果についても記載する。いずれの試料についても、C 1s スペクトルの C-C/C-H のシグナルにピークシフトは見られなかったことからチャージアップはないものと考えられる。エポキシ樹脂 / Cu およびエポキシ樹脂 / Ni ともに基材のシグナル（Cu $2p_{3/2}$ 、Ni $2p_{3/2}$ ）が観測されており、また O 1s スペクトル

において樹脂由来のシグナルに加えて金属基板由来のシグナルが見られていることから、本条件で得られた樹脂 / 金属試料のプロファイルは金属基板表面までの情報を含み、樹脂 / 金属間相互作用を反映したプロファイルであると言える。

図1 (a) より、エポキシ樹脂の C-C/C-H 結合および C-O 結合に相当するピークが得られた。C-C/C-H のピーク位置はいずれの試料においても 285 eV であったが、C-O のシグナルは Cu 上では 288.1 eV、Ni 上では 286.4 eV と異なる位置に現れている。これは樹脂 / 金属界面において樹脂の酸素原子が金属側から異なる影響を受けていることを示唆しており、Ni 上の樹脂は Ni 最表面との電子授受によって C-O 結合の分極が抑制されているものと考えられる。

図1の (b) エポキシ樹脂 / Cu、(c) エポキシ樹脂 / Ni の O1s のピークフィッティング結果から、エポキシ樹脂に由来する酸素原子のピーク位置はそれぞれ 530.3 eV、533.3 eV であると推定された。これらの O1s のピーク位置の違いは C1s の C-O のシグナル同様に金属表面からの電子移動の程度の差に

由来するものと推定され、金属表面の酸化層の等電点の違い(酸化銅:9.1-9.9、酸化ニッケル:9.9-10.7)がもたらす樹脂 / 金属間の酸-塩基相互作用の強さの差を示すものであると考えられる [4、5]。

4. まとめ

エポキシ樹脂 / 金属試料に関する XPS 分析の結果、金属最表面における金属酸化層とエポキシ樹脂の酸素原子間の電子授受が樹脂 / 金属間の相互作用の起源であることが推定された。

参考文献

1. S. Tanuma, C. J. Powell, D. R. Penn, Surf. Interface Anal., 21, 165 (1994) .
2. 日本表面科学会 編, X 線光電子分光法, 丸善出版, 1998.
3. <https://www.wavemetrics.com/project/XPSstools>
4. 前田重義, 色材, 65 (9) , 565-574 (1992) .
5. 谷山明, 表面科学, 16 (5) , 320-325 (1995) .

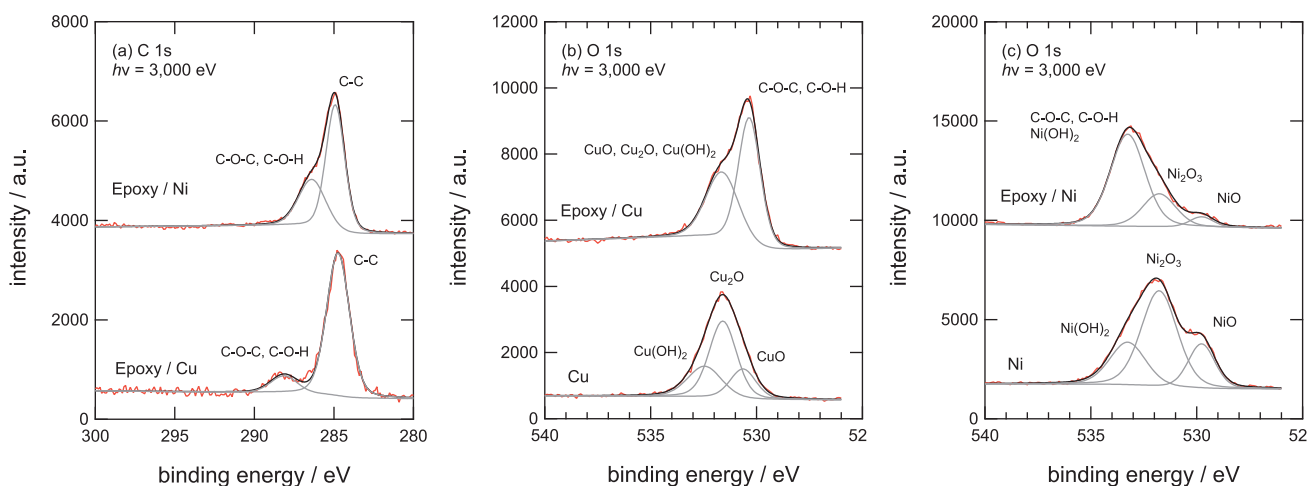


図1 XPS spectra of (a) C 1s for Epoxy/Metal, (b) O 1s for Epoxy/Cu and (c) O 1s for Epoxy/Ni.

水酸化第二鉄へのヒ素の共沈機構
早稲田大学理工学術院・東京大学大学院工学系研究科
所 千晴

1. はじめに

Fe (鉄) はありふれた元素であるが、自然界で II および III の複数の価数を有し、また様々な陰イオン、陽イオンと共に多種多様な沈殿を生成し、それらはさらに多種多様な元素に対してユニークな吸着特性を有する。したがって、自然界における元素の移動を決定づける重要なマトリックスの1つである。また、各種分離プロセスでは、吸着によって有用元素のロスを招く忌避元素となる場合もあれば、有害元素の高効率な吸着剤として積極的に利用される場合もある。ミネラルプロセッシングの分野では、鉄形態のコントロールが全体のプロセス効率を左右されると言われるほどである。

筆者らは、鉱山開発や地下水で汚染を招く場合がある As (ヒ素) について、 $(\text{Fe}^{\text{III}})_2\text{O}_3 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ (水酸化第二鉄) との共沈機構を考察してきた。As は自然界で III または V の価数を有し、それぞれが異なる共沈機構を有する。鉱山廃水では Fe (II) と As (III) または As (V) が酸性溶液にイオンとして共存している場合があり、それを中和することによって Fe (III) へ酸化させ、生じる沈殿に対して As (III) や As (V) を共沈させるという処理法が、長らく高効率な処理法として採用されてきた [1]。これらの共沈プロセスを、改めて条件制御したビーカー実験で再現すると、確かにシンプルな吸着法に比べて共沈法では高濃度の As の沈殿への取り込みが確認され、その傾向は As (III) でも認められるものの As (V) の方が顕著であることが確認された [2]。筆者らはその理由について、XAFS (X-ray adsorption fine structure) 解析法を用いて水酸化第二鉄や As 吸着の構造変化を考察したので、以下ではその例を紹介する。

2. 水酸化第二鉄への As (III) の共沈機構 [3]

2-1 共沈と吸着の吸着特性の違い

図1は、初期 As (III) 濃度を 10 mg dm^{-3} ($0.13 \text{ mmol dm}^{-3}$)、初期 Fe (III) 濃度を As/Fe モル比 0.125 から 10、イオン強度 0.05、pH 7、反応時間 1 時間に設定した際の、共沈と吸着における水酸化第二鉄中への As (III) の吸着密度の違いを示したものである。このように、共沈では吸着の 2 倍から 4 倍の吸着密度が得られるほか、As/Fe が大きい範囲では共沈では吸着が飽和しない現象が認められる。このことは、共沈では水酸化第二鉄への As (III) 取り込みが単なる表面錯体のみではなく、何らかの水酸化第二鉄自身の構造変化を伴っている可能性を示している。なお、水酸化第二鉄上の As (III) については XANES (X-ray adsorption near-edge structure) にて価数変化等の可能性を確認したが、いずれも As (V) へは酸化しておらず、As (III) のままであった [3]。

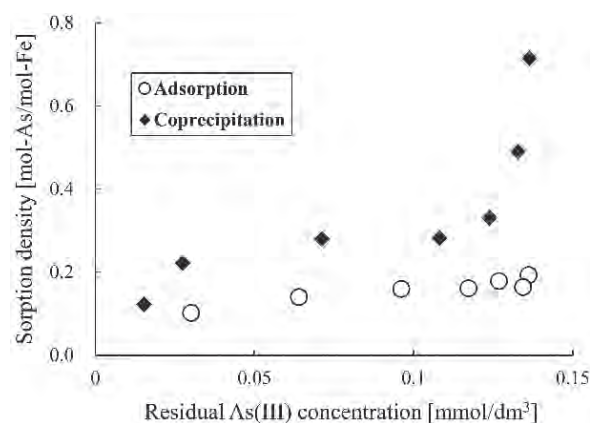


図1 Sorption density of As (III) with ferrihydrite [3]

2-1 EXAFS 解析による共沈機構解明

図2および3は、初期 Fe (III) 濃度を 40 mg dm^{-3} 、初期 As (III) 濃度を As/Fe モル比 0.25

から10となるように調整し、他の条件は上述の実験と同様として得られた沈殿物に対してFe K 端のEXAFS解析を実施した結果である。測定は透過法で実施した。水酸化第二鉄は四面体構造に20-30%の八面体構造が混じった構造をしているが、共沈ではAs/Fe比が大きくなって多くのAsが取り込まれるにつれて八面体構造が増加する傾向が認められた。XRD (X-ray diffraction) パターンにおいても、共沈では高As/Fe比において $34^\circ 2\theta$ 付近のピークの低角側へのシフトが認められていたが、これも水酸化第二鉄の八面体構造化に起因していたものと推察される [3]。また、共沈ではAs/Fe比が大きくなるにつれてFe-O結合距離が増加し、Fe-Fe結合もedge-sharing (Fe-Fe₁) とdouble corner-sharing (Fe-Fe₂) 共に距離が増加する傾向が認められた。したがって、As/Fe比が大きくなるにつれて、共沈ではAs (III) が水酸化第二鉄の内部にまで取り込まれ、その構造を変化させていることがわかる。一方、上述のような構造変化は、吸着では認められなかった。

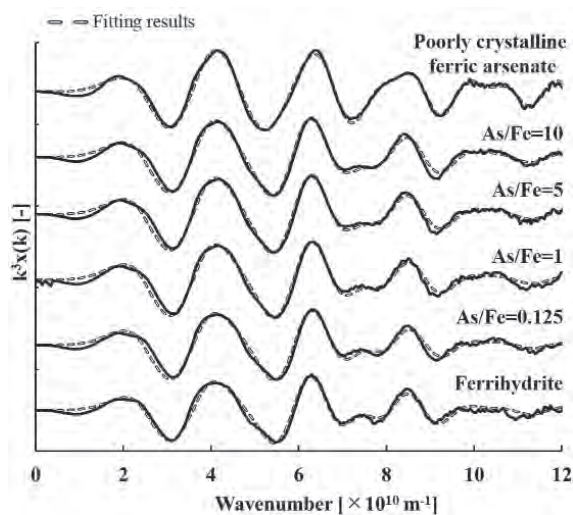


図2 k^3 -weighted iron K-edge EXAFS spectra of the ferrihydrite obtained from As (III) coprecipitation experiments [3]

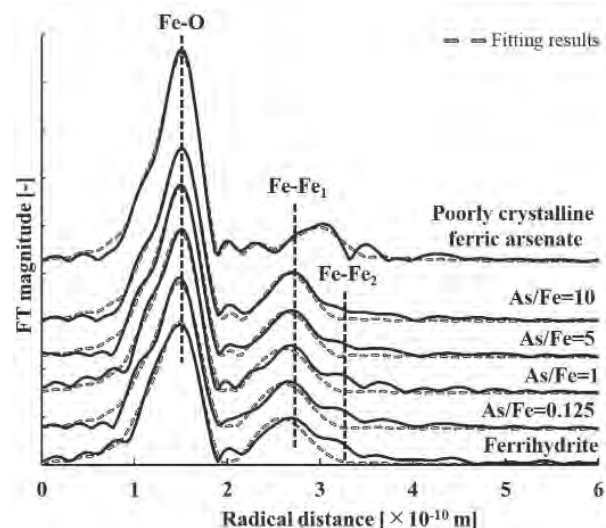


図3 Iron K-edge radial distribution functions of the ferrihydrite obtained from As (III) coprecipitation experiments [3]

一方、As K 端におけるEXAFS解析結果では、As (III) は水酸化第二鉄に対して、binuclear-bidentateのAs-Fe結合が減少し、monodentate-mononuclearのAs-Fe結合が増加していた。

以上のことから、水酸化第二鉄へのAs (III) 共沈では、As/Fe比が高くなるにつれて、四面体ではなく八面体構造の水酸化第二鉄へのmonodentate-mononuclearのAs (III) 結合が増えるとともに、その構造が水酸化第二鉄の内部まで入り込むことによって、高い収着に至っていると予想される。

3. 水酸化第二鉄へのAs (V) の共沈機構 [4-6]

3-1 共沈と吸着の収着特性の違い

図4は、初期As (V) 濃度を10、20、30 mg dm^{-3} (0.13, 0.27, or 0.40 mmol dm^{-3})、初期Fe(III)濃度をAs/Feモル比0.25から10、イオン強度0.05、pH 5、反応時間1時間に設定した際の、共沈と吸着における水酸化第二鉄中へのAs (V) の収着密度の違いを示したものである。このように、共沈では吸着に比べて3-5倍の収着密度が得られ、場合によっては沈殿中のAs/Fe比が1に達している。この共沈における高い収着密度の傾向は、上述のAs (III) の場合よりも顕著であることから、As (V) の共沈では、As (III) の共沈で認められた水酸化第

二鉄の八面体構造化以上の、より大きな構造変化が起きていると考えられる。

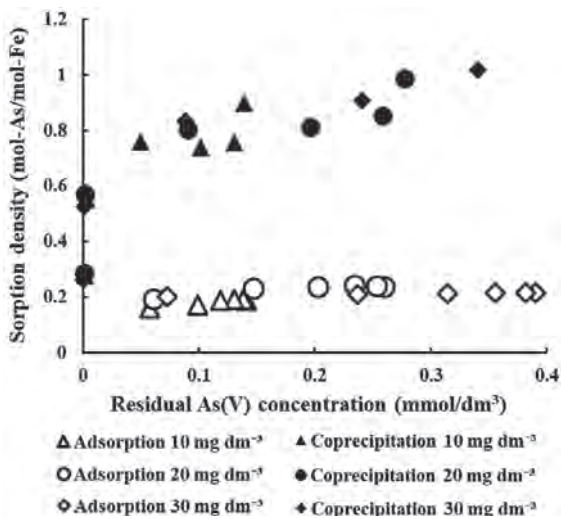


図4 Sorption density of As (V) with ferrihydrite [5]

3-2 EXAFS による構造解析

図5は、初期 Fe (III) 濃度を 10 mg dm^{-3} 、初期 As (V) 濃度を As/Fe モル比 0.25 から 5 となるように調整し、他の条件は上述の実験と同様として得られた沈殿物に対して Fe K 端の EXAFS 解析を実施した結果である。As/Fe 比が大きくなるにつれて水酸化第二鉄の八面体構造の割合が増え、Fe-O 結合、Fe-Fe₁ 結合、Fe-Fe₂ 結合の距離が増加する傾向は As (III) 共沈と同様であるが、As (V) 共沈の方がその傾向は顕著であった。またその構造は、非晶質ヒ酸鉄 (FeAsO₄) の構造に近づいていることが確認された。ここで、すべての実験系における溶液は非晶質ヒ酸鉄の沈殿に対しては不飽和であるので、非晶質ヒ酸鉄が生じているとすれば、これは界面を介した界面のみで生じる表面沈殿である。

図6は同様の沈殿に対する As K 端の EXAFS 解析を実施した結果である。As (V) の水酸化第二鉄に対する表面錯体は、mononuclear-bidentate (As-Fe₁)、binuclear-bidentate (As-Fe₂)、mononuclear-monodentate (As-Fe₃) の3種類が知られているが、As (V) 共沈では As/Fe 比が大きくなるにつれて、binuclear-bidentate が減少し、mononuclear-bidentate が増加する傾向が認められた。この傾向

は、As (III) 共沈においても binuclear-bidentate が減少していたことと共通しているが、その代わりに増加した表面錯体種の傾向は異なっている。As (V) 共沈で増加が認められた mononuclear-bidentate での As-Fe₁ 結合間距離は、非晶質ヒ酸鉄における As-Fe 結合距離と近いので、この表面錯体構造を前駆体として、非晶質ヒ酸鉄の表面沈殿が形成されるのではないかと推測される。非晶質ヒ酸鉄が形成されれば、沈殿中の As と Fe の比は 1 となるので、共沈にて高い As/Fe 比が得られたことも納得できる。非晶質ヒ酸鉄の表面沈殿形成を裏付けるエビデンスとしては、XRD パターンにおいても、高 As/Fe 比において水酸化第二鉄に特徴的な $34^\circ 2\theta$ 付近のピークが、非晶質ヒ酸鉄のピークと同様の $28^\circ 2\theta$ までシフトしていた [5,6]。

以上のことから、水酸化第二鉄への As (V) 共沈では、As/Fe 比が高くなるにつれて、八面体構造の水酸化第二鉄への mononuclear-bidentate の As (V) 結合が増え、その構造は徐々に非晶質ヒ酸鉄となって、より安定な As (V) の取り込みに至ると推測される。この構造は、高効率な As (V) が安定に形成されるという点で、廃水処理の観点からも非常に有利である。

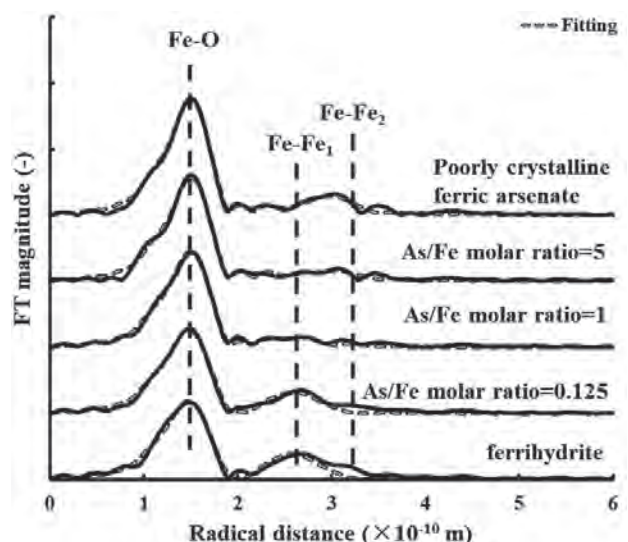


図5 Iron K-edge radial distribution functions of the ferrihydrite obtained from As (V) coprecipitation experiments [5]

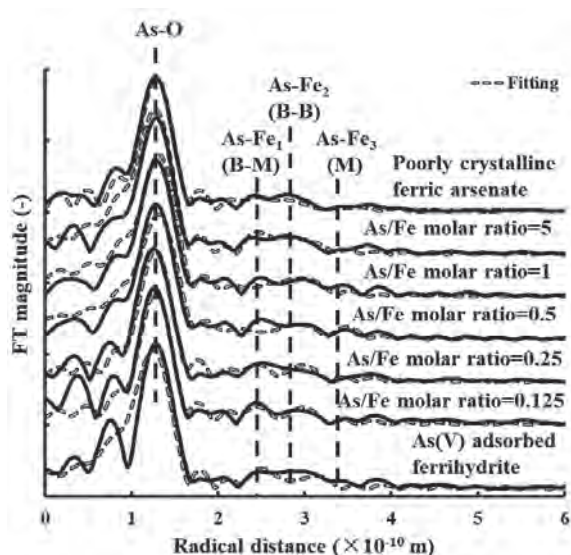


図6 Arsenic K-edge radial distribution functions of the ferrihydrite obtained from As (V) coprecipitation experiments [5]

5. まとめ

水酸化第二鉄に対する As (III) および As (V) の共沈において、特に高い As/Fe 比では吸着よりもかなり高い As 収着が得られる現象に対して、その構造変化を EXAFS 解析した例を紹介した。As (III) や As (V) の表面錯体形成により水酸化第二鉄が八面体構造化し、表面錯体構造も binuclear-bidentate から monodentate-mononuclear あるいは mononuclear-bidentate に変化することによって、高い As (III) または As (V) 収着密度が得られることを示した。また As (V) 共沈においては、その構造が前駆体となって非晶質ヒ酸鉄の表面沈殿形成に至ることを紹介した。この現象は高効率かつ安定した廃水処理には有利であり、筆者らは、連続的に高い As/Fe 比を実現するような廃水処理法として、樹脂を利用したカラム処理法を提案している [7]。

また、これらの現象については、別な水酸化物と元素の組み合わせでも同様の傾向が認められている。筆者らは、水酸化アルミニウムへの As (V) 共沈 [8]、Si 共沈 [9]、Zn 共沈 [10]、水酸化第二鉄への Cr (VI) 共沈 [11]、水酸化マグネシウムへの B 共沈 [12]、F 共沈 [13]、酸化マンガンへの Cd 共沈 [14] において、総じて共沈の方が収着密度は大きく、そ

の場合は収着自体が水酸化物の構造を変化させることを確認している。これらの現象を系統的に明らかにし、制御できれば、例えば高効率な廃水処理法の提案などに役立てられるのではないかと考えている。

謝辞

本研究で紹介した XAFS 解析のほとんどはあいちシンクロトン光センター BL5S1 にて実施したものである。ここに関係者各位に謝意を表す。

参考文献

- [1] R. Koide et al., "A model for prediction of neutralizer usage and sludge generation in the treatment of acid mine drainage from abandoned mines: case studies in Japan", *Mine Water Environ.*, 31, 287-296 (2012)
- [2] C. Tokoro et al., "Sorption mechanisms of arsenate during coprecipitation with ferrihydrite in aqueous solution", *Environ. Sci. Technol.*, 44, 638-643 (2010)
- [3] Y. Takaya et al., "Removal mechanisms of arsenite by coprecipitation with ferrihydrite", *J. Environ. Chem. Eng.*, 9, 105819 (2021)
- [4] C. Tokoro et al., "XAFS investigation for As(V) co-precipitation mechanism with ferrihydrite", *J. MMIJ*, 127, 213-218 (2011)
- [5] C. Tokoro et al., "Mechanism of arsenate coprecipitation at the solid/liquid interface of ferrihydrite: A perspective review", *Adv. Powder Technol.*, 31, 859-866 (2020)
- [6] C. Tokoro and T. Kato, "Coprecipitation mechanism to hydroxides in treatment of acid mine drainage", *Geochemistry*, 54, 5-14 (2020)
- [7] C. Tokoro and T. Kato, "Arsenate removal by resin-supported ferric ions: mechanism, modeling, and column study", *Adv. Powder Technol.*, 32, 1943-1950 (2021)
- [8] D. Haraguchi et al., "Sorption mechanisms of arsenate in aqueous solution during coprecipitation with aluminum hydroxide", *JCEJ*, 12, 168 (2012)

- [9] C. Tokoro et al., "Silicate removal in aluminum hydroxide co-precipitation process", *Materials*, 7, 1084-1096 (2014)
- [10] C. Tokoro et al., "Mechanism investigation and surface complexation modeling of zinc sorption on aluminum hydroxide in adsorption/coprecipitation processes", *Chem. Eng. J.*, 279, 86-92 (2015)
- [11] A. Mamun et al., "Sorption mechanisms of chromate with coprecipitated ferrihydrite in aqueous solution", *J. Hazard Mater.*, 334, 142-149 (2017)
- [12] K. Sasaki et al., "Characteristic sorption of $\text{H}^3\text{BO}^3/\text{B}(\text{OH})^{4-}$ on magnesium oxide", *Mater. Trans.*, M-M2013814 (2013)
- [13] K. Tsuchiya et al., "Experimental study and surface complexation modeling of fluoride removal by magnesium hydroxide in adsorption and coprecipitation processes", *J. Environ. Chem. Eng.*, 8, 104514 (2021)
- [14] K. Suzuki et al., "Removal mechanisms of cadmium by $\delta\text{-MnO}_2$ in adsorption and coprecipitation processes at pH 6", *Chemical Geology*, 550, 119744 (2020)

ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成過程の解明

九州大学大学院工学研究院

吉年規治

1. はじめに

粉末冶金プロセスは、粉末を焼結することにより素材や製品を作製するプロセスであり、特殊な組織を有する材料素材や複雑形状を有する製品の作製手法として古くから用いられてきた。近年では、軟磁性非平衡材料に代表される非常に微細なナノ構造組織やランダム構造を有する非結晶粉末の作製も可能となっている。また、複雑形状の製品加工法としては3次元積層造形法が注目を浴びており、基礎・応用の両面からの研究開発が進められている。

ガスアトマイズ法は、表面が清浄でかつ球状粉末を大量に合成できるため、ガスアトマイズ金属粉末は機械要素部品や機能性材料など粉末冶金の原料として工業的に広く用いられている。図1はガスアトマイズ法により作製したNi系合金粉末の走査型電子顕微鏡による観察像を示したものであるが、多くの粒子が球形状をしていることが見て取れる。近年の製品品質の高性能化に伴い、原料粉末には形状のみではなく他にも厳しい品質条件が求められている。特に、上述の省エネルギー用軟磁性非平衡金属粉末や3次元積層造形用原料粉末においては、高品位な原料粉末を準備できるかどうか最終製品

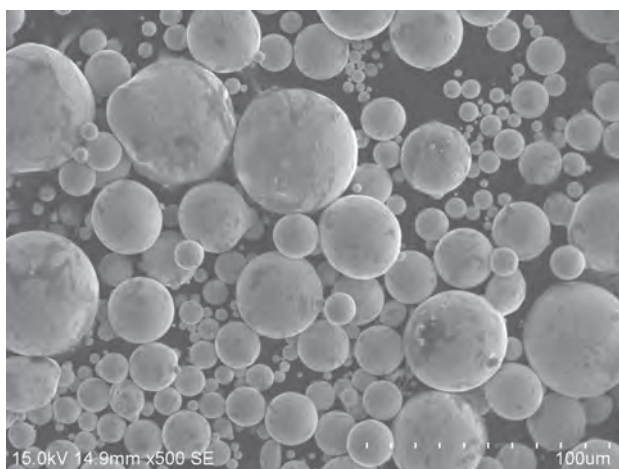


図1 ガスアトマイズ法により作製したNi系合金粉末の走査型電子顕微鏡観察像

の性能に大きく影響を与える。その一つが粒子内部に含まれる気孔量であり、これをいかに低減できるかである^[1,2]。一方で現状においては、内部気孔の形成メカニズムは未解明であり、また、それらを抑制する手法についても未確立である。

最近、著者らは、ガスアトマイズ時のプロセス条件を制御し、粒子内に含まれる気孔がなるべく少ない粉末が得られる条件を明らかにするべく研究に取り組んでいる。その際に重要となるのは、微細な粉末粒子内部に含まれる微細気孔の可視化であり、著者らはシンクotron光X線を用いることで、各種ガスアトマイズ粉末の気孔分布形態を詳細に観察することに成功した。

2. シンクotron光X線CTを用いた粉末内の観察実験

複数の合金粉末 (Fe系、Ti系、Si系、Ni系およびCu系合金) をガスアトマイズ法で作製し125 μm 以下に分級した。得られた粉末は樹脂と混合し、直径1mmのアクリル棒先端に塗布し観察用試料とした。図2に示すような光学系をあいちシンクotron光センター BL8S2 ビームラインにセットし、試料を回転させながら透過X線を撮像し、得られた像を3次元再構成することにより、粉末内部構造を3次元モデルとして取得した。撮像イメージ解像度は $0.65 \times 0.65 \mu\text{m}^2/\text{pixel}$ とし、視野サイズは $1.3 \times 1.3\text{mm}^2$ であった。また試料は 360° 回転させながら3601枚の透過写真を撮影し、再構成処理を行った。得られた3次元モデルは画像処理ソフトを用いて樹脂中の粉末部分および粉末内気孔部の体積を解析した。この時、分解能を考慮してフェレ径 $6.5 \mu\text{m}$ 以下の粉末粒子およびフェレ径 $6.5 \mu\text{m}$ 以下の気孔については除去を行った。

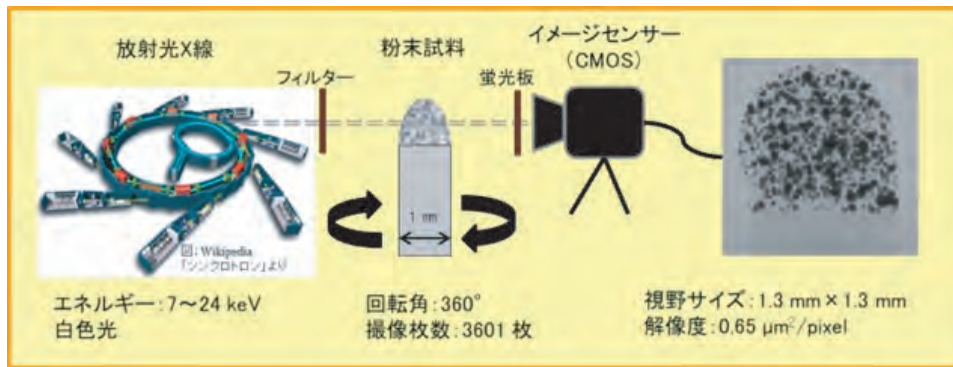


図2 シンクロトロン光 X 線 CT による粉末内部の気孔観察の模式図

3. 気孔観察の結果および分析

図3 (a) は Ni 系合金粉末の X 線透過像を示したものである。樹脂中に粒子が分散している様子が確認できる。このとき鍵となるのは粉末の分散であり、粉末同士の接触を少なくなるように均質に樹脂と混合する必要がある。一方で、一度の測定で観察できる粒子数はできるだけ多くすることが、効率よく精度の高いデータを得るためには重要となる。

図3 (b) は 360° 方向から合計 3601 枚の透過像を得た後に、トモグラフィー法により 3 次元再構成を行い得られた 3 次元モデルを示している。解析ソフトを用いることで任意の断面の画像情報を得ることができ、図3 (c) (d) のように任意の面および粒子に対して、内包する粉末粒子を可視化することに成功した。この作業を複数の樹脂埋め試料に対して行い、6.5 μm 以上の粉末粒子が合計で 10000 個以上になるまで繰り返しデータ収集および解析を行い、検出可能な気孔の情報（気孔の球相当径・形状・含まれる粒子の球相当径）をすべてリスト化することができた。

Table 1 は Ni 系合金粉末および内部気孔に関する個数および体積の情報をまとめた例である。気孔を含む粉末粒子は 5.51×10^3 の個数頻度で含まれており、粉末全体に対する気孔全体の体積割合は 2.85×10^3 程度、また 1 cc あたりの粉末に対して 4.48×10^5 個の気孔を含むことが明らかとなった。

図4 は気孔を含む粒子について各粉末粒子径を横軸に、気孔径を縦軸にしてプロットを行ったものである。最大で直径 50 μm を越える比較的大きな気孔も複数含まれていることが確認された。

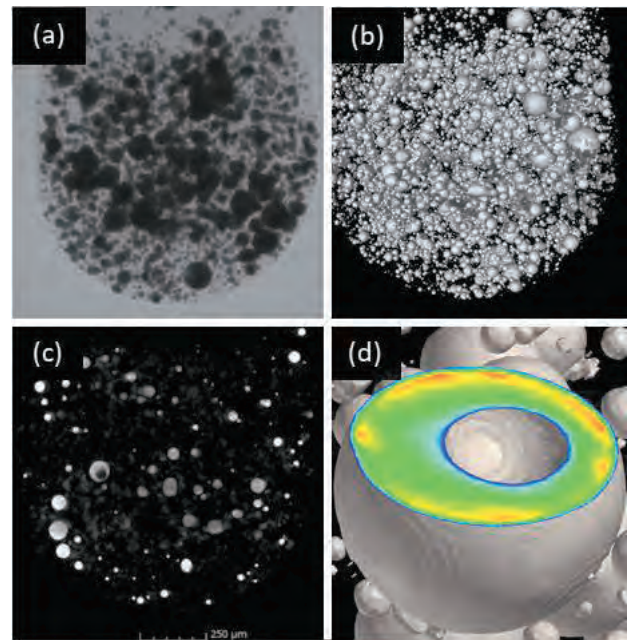


図3 樹脂中に分散させたガスアトマイズ粉末の (a) X 線透過像、(b) 3 次元再構成モデル、(c) 再構成後の断面図、(d) 粒子内ポアの抽出

Table 1 Ni 系ガスアトマイズ粉末に含まれる気孔の解析結果

粉末粒子	平均粒径(個数基準) [μm]	11.98
	検出数 [個]	13434
	合計体積 [cc]	1.65×10^{-4}
気孔	検出数 [個]	74
	合計体積 [cc]	4.71×10^{-7}
気孔の頻度・割合	単位体積当の個数 [個/cc]	4.48×10^5
	体積割合 [-]	2.85×10^{-3}
	気孔含有粒子の個数割合 [-]	5.51×10^{-3}

4. 今後の課題

シンクロtron光 X 線 CT を用いることによりガスアトマイズ粉末内部の気孔分布について評価できることが確認された。これは、高品位ガスアトマイズ粉末の作製技術開発に対して強力なツールとなりうると考えられる。今後は、これらの分布形態の解析を各種合金粉末 (Fe 系、Ti 系、Si 系および Cu 系) について行い比較することにより、合金物性などの特性と気孔形成の関係性を明らかにし、気孔形成メカニズムの解明を試みる予定である。また、ガスアトマイズ法による粉末作製時の作製条件が及ぼす影響についてもすでに検討を始めており、粉末作製時の雰囲気ガスの影響などが明らかとなりつつある。これらの一連の研究により粉末内部に形成される気孔を低減する技術の確立を目指している。

謝辞

本研究のシンクロtron光 X 線 CT 観察実験は、科学技術交流財団あいちシンクロtron光センター 成果公開無償利用事業 (2020P0104) として行いました。X 線 CT 観察の技術的サポートを頂きました名古屋大学 櫻井郁也特任准教授、公益財団法人花田賢志博士および永見哲夫コーディネータに感謝致します。

本実験を遂行するにあたり有用な意見交換を頂きました株式会社真壁技研 福田泰行博士および宮城県産業技術総合センター 伊藤桂介博士に感謝致します。

参考文献

- [1] S. Tammas-Williams, P.J. Withers, I. Todd, P.B. Prangnell, *Scr, Mater*, 122 (2016) 72-76.
- [2] 高橋亨, 逸見和宏, 吉年規治, 牧野彰宏. 磁性粉末, 日本国 特許第 6448799 号.

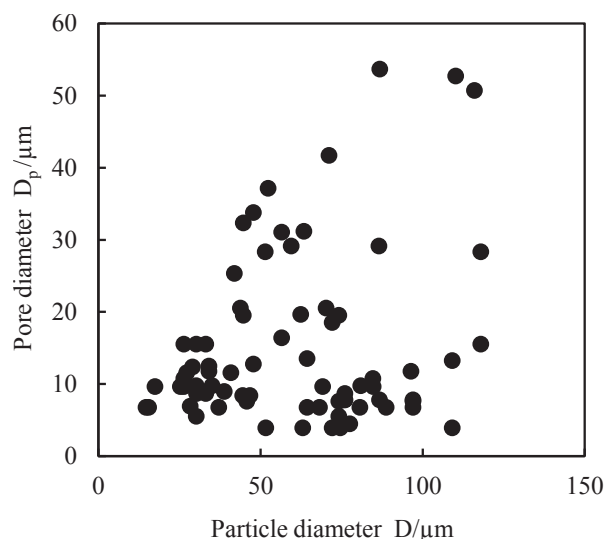


図4 Ni系ガスアトマイズ粉末の粒子径と含まれる気孔サイズの分布

燃料電池用白金触媒の合成プロセス開発における小角 X 線散乱の利用

株式会社 豊田中央研究所

吉宗航、桑木聰、草野巧巳、松永拓郎

1. はじめに

過去 30 年、自動車用途のために固体高分子形燃料電池 (Polymer Electrolyte Fuel Cell; PEFC) の研究開発が進められ [1]、2015 年には燃料電池自動車 (Fuel Cell Electric Vehicle; FCEV) が市販された [2]。市場拡大を見据えて、次世代 FCEV ではさらなる低価格化への要求に応じていく必要がある。なかでも、FCEV は空気極触媒に貴金属である白金を使用しているため、酸素還元反応 (Oxygen Reduction Reaction; ORR) 活性の向上による白金使用量の低減が求められている。これに対し、近年、高い ORR 活性を示すナノ形状を制御した白金触媒が報告されており [3]、これを空気極触媒に用いる検討がなされている。これらの白金ナノ粒子は、合成パラメータによって様々な形態となるため [4]、合成パラメータの最適化が重要である。本報告では、白金ナノ粒子の核成長メカニズム解明を目的として、合成プロセス中における形態制御触媒の形態変化を時分割小角 X 線散乱 (SAXS; Small-Angle X-ray Scattering) 測定によって追跡し、評価した結果について報告する。

2. 実験方法

2-1 サンプルの合成方法

界面活性剤をテンプレートとして用いたシード媒介コロイド成長法によって、白金ナノ粒子を合成した [5]。5 cm³ のオレイルアミン (OAm) に、白金アセチルアセトナート Pt (acac)₂ を 10 mg、ニッケルアセチルアセトナート Ni (acac)₂ を 6.4 mg、ヘキサカルボニルモリブデン Mo (CO)₆ を 3 mg、および、塩化セチルトリメチルアンモニウム (CTAC) を 32 mg 投入して、60 分間超音波処理した後、加熱することで白金ナノ粒子を得た。

2-2 時分割 SAXS 測定

超音波処理したサンプルを直径 2 mm のカプトンチューブに小分けし、ホットステージ (LK-600PM) で加熱しながら、あいちシンクロトロン光センターの BL8S3 で時分割 SAXS 測定を実施した。ここで、加熱条件は図 1 に示す 3 条件 (Sequence 1-3) とした。

X 線の波長 λ [Å] は 0.92 Å とし、サンプルから 2 次元検出器 (PILATUS 100K) までのカメラ長を 1.16 m にすることで、0.04 Å⁻¹ から 0.4 Å⁻¹ までの q [Å⁻¹] 領域 ($q \equiv 4\pi \sin\theta/\lambda$, 2θ は散乱角 [°]) を測定した。測定間隔を 60 秒にするために、X 線の露光時間は 58 秒に設定した。空セルからの散乱をバックグラウンドノイズとして減算処理した。測定で得られた 2 次元データは円環平均して 1 次元データ化し、グラッシーカーボンをリファレンスとして用いることで、相対散乱強度を絶対散乱強度に変換した [7]。

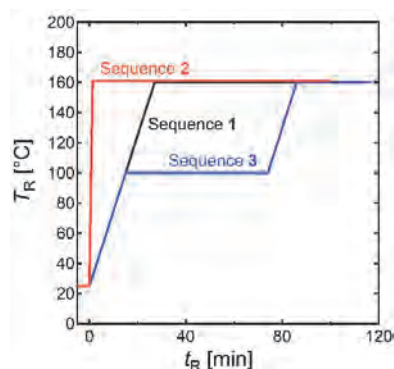


図 1 時分割 SAXS 測定における加熱条件 (Sequence 1-3)。縦軸は反応温度 T_R [°C]、横軸は反応時間 t_R [min] である。Sequence 1 と Sequence 3 では 5°C / 分、Sequence 2 では 100°C / 分で昇温させた。Sequence 3 では、100°C で 60 分間保持した後に 160°C まで昇温させた。アメリカ化学会の許可を得て、文献 [6] から転載。

2-3 解析モデル

時分割 SAXS 測定から、粒子形状、個数密度、収率、比表面積を解析するために、ナノ粒子形状のモデル化を実施した。絶対散乱強度 $I_{\text{abs}}(q)$ は、式 (1) として表される。

$$I_{\text{abs}}(q) = (\rho_{\text{Pt}} - \rho_{\text{OAm}})^2 NVP(q)S(q) + I_{\text{bkg}}(q) \quad (1)$$

ここで、 ρ_{Pt} [cm^{-2}] と ρ_{OAm} [cm^{-2}] は白金とオレイルアミンの散乱長密度であり、 N [cm^{-3}] と V [cm^3] はナノ粒子の数密度と体積を表す。 $P(q)$ と $S(q)$ はナノ粒子の形状因子と構造因子であり、 V [cm^3] は主に分散媒に由来する散乱強度である。本報告では $S(q)$ を 1、 $P(q)$ をロッド状粒子と仮定してモデル化した。ロッド径 R [\AA] およびロッド長 L [\AA] が参照軸に対して角度 α の方向に傾いたロッド状粒子の場合、散乱振幅 $A_{\text{rod}}(q)$ は式 (2) で与えられる。

$$A_{\text{rod}}(q) = \frac{2J_1(qR\sin\alpha) \sin(q(L/2)\cos\alpha)}{qR\sin\alpha \quad q(L/2)\cos\alpha} \quad (2)$$

ここで、 $J_1(\chi)$ は第 1 次ベッセル関数である。形状因子は $A_{\text{rod}}(q)$ を用いると、式 (3) で記述できる。

$$P_{\text{rod}}(q) = |A_{\text{rod}}(q)|^2 \quad (3)$$

ロッド状粒子が分散媒体中でランダムに分布していることを考えると、形状因子は配向平均する必要がある。ロッド状粒子のランダム配向は式 (4) に表される。

$$P_{\text{rod}}^{\text{ave}}(q) = \frac{\int_0^{\pi/2} P_{\text{rod}}(q;\alpha) \sin\alpha \, d\alpha}{\int_0^{\pi/2} \sin\alpha \, d\alpha} \quad (4)$$

ロッド状粒子の体積 V [cm^3]、表面積 [Scm^2]、体積分率 ϕ_{Pt} [-] は、式 (5 - 7) で記述できる。

$$V = \pi R^2 L \times 10^{-24} \quad (5)$$

$$S = 2\pi(R + L) \times 10^{-16} \quad (6)$$

$$\phi_{\text{Pt}} = NV \quad (7)$$

反応収率 Y [%] と比表面積 SSA [$\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$] は、仕込みの白金体積分率 ϕ_{Pt}^0 [-] と白金密度 D_{Pt} (21.45×10^6) [gcm^{-3}] を用いると、式 (8,9) になる。

$$Y = \frac{\phi_{\text{Pt}}}{\phi_{\text{Pt}}^0} \times 100 \quad (8)$$

$$SSA = \frac{100S}{VD_{\text{Pt}}} \quad (9)$$

3. 結果と考察

3-1 時分割 SAXS 測定結果

各加熱条件 (Sequence1-3) で測定した時分割 SAXS 測定データを図 2 に示す。反応時間 t_{R} における 1 次元散乱強度プロファイルの時系列順に並べており、反応開始直後を青色、反応終了時を赤色で表示している。反応開始時に核生成が起こっていないため、反応開始直後では低 q 領域での散乱プロファイルの立ち上がりは観測されずに一定の値となった。反応が進行するにつれて、低 q 領域での散乱強度は単調に増加し、白金ナノ粒子の核形成及び核成長が起こっていることがわかる。すべての散乱強度プロファイルにおいて、 $q \approx 0.1 \text{ \AA}^{-1}$ で、 q^{-1} 依存性から q^4 依存性へ変化した。 q^{-1} 依存性はロッド状粒子であることを示す典型的な特徴である。反応中、 $0.1 < q < 0.2 \text{ \AA}^{-1}$ の領域では、界面活性剤の自己組織構造を反映したピークが出現と消失を繰り返した。このような挙動は広く観察され、例えば文献[8]では詳細に解析されている。本報告では、自己組織構造については考慮せず、1 粒子あたりの形態変化にフォーカスして検討を進めた。

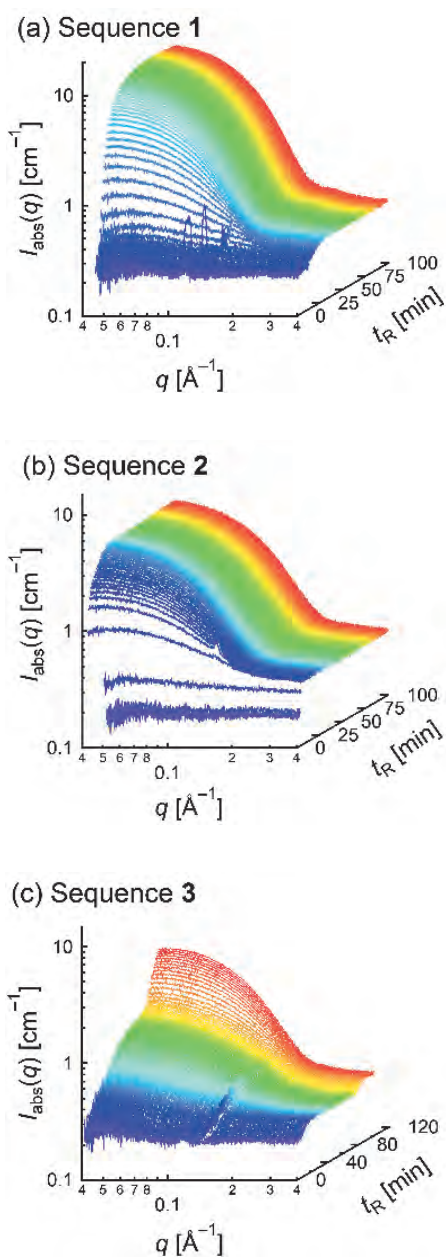


図2 時分割 SAXS 測定結果。アメリカ化学会の許可を得て、文献 [6] から転載。

3-2 加熱プロセス中における粒子形状変化

各加熱条件 (Sequence 1-3) における時分割 SAXS 測定データの解析結果を図3に示す。加熱開始直後では、白金ナノ粒子が形成されていない、もしくは、微量であるため、適切に解析できなかったためプロットしていない。

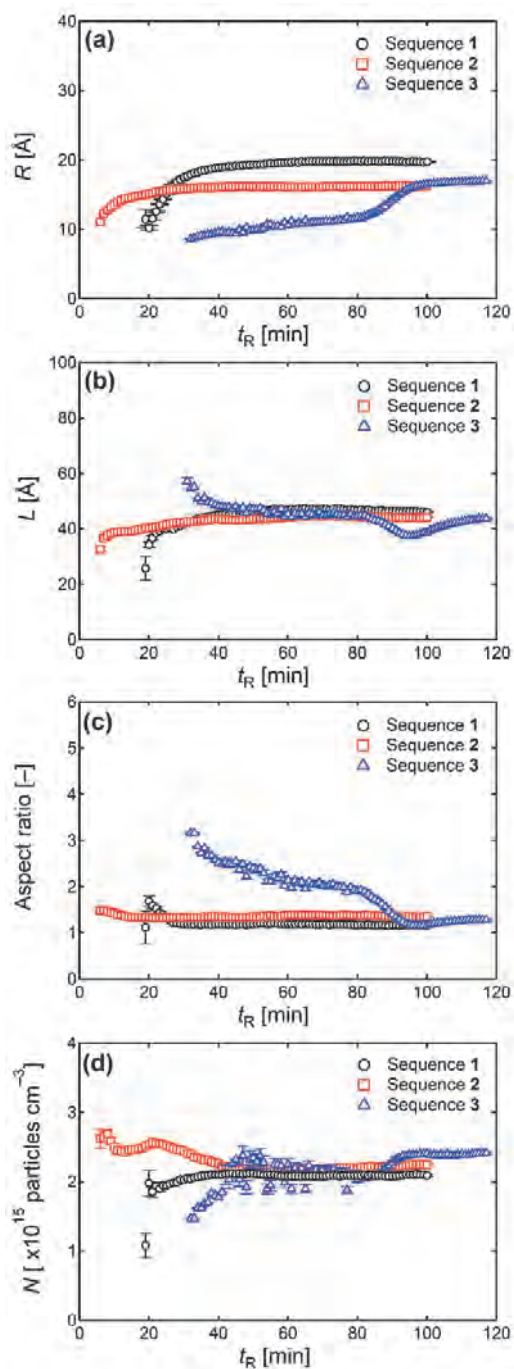


図3 サンプル形状における反応時間 t_R 依存性:(a) ロッド径 R [Å] (b) ロッド長 L [Å] (c) アスペクト比 [-] (d) 数密度 [cm^{-3}]。アメリカ化学会の許可を得て、文献 [6] から転載。

図3aは反応時間 t_R に対するロッド径 R [Å] を示している。Sequence 1 – 2の解析結果から、昇温速度が遅い場合と反応時間が長い場合はロッド径が大きくなるのがわかった。そして、Sequence 3では、反応温度 T_R を 100°C から 160°C に昇温させるとロッド径が大きくなった。一方、今回の実験では、加熱温度や昇温速度に対するロッド長 L [Å] の明瞭な変化は確認されなかった (図3 b)。図3 cに示すアスペクト比 ($=L/2R$) は、低温合成かつ短時間反応でよりアスペクト比の大きい白金ナノ粒子を合成できる可能性を示している。今回、すべての条件で最終的には 160°C での加熱処理を実施したため、ほぼ同じ形状で低アスペクト比 (1.3) の白金ナノ粒子になるという解析結果を得た。これは、SAXS測定後にチューブ内から取り出したサンプルの透過型電子顕微鏡による観察結果と合致した。また、Sequence3の加熱条件で合成した場合にのみ、粒子径が不揃いな白金ナノ粒子が観察された。これは、 100°C から 160°C に昇温させたときに、再び核形成が起こったためであると考えられる。それを裏付けるために、白金ナノ粒子の数密度と反応時間 t_R の関係を図3 dに示す。Sequence1 – 2では、白金ナノ粒子の数密度は加熱開始後に増加した後、一定の値に収束した。加熱開始後に核形成が起こり、一定量核形成された後には核成長が始まったことを示唆している。Sequence3では、反応温度 T_R を 100°C から 160°C に昇温させたときに数密度の増加が認められた。これは 160°C への昇温時に再び核形成が起こったことを示唆している。

図3で得られた解析結果から計算した各加熱条件における反応収率 Y [%] と白金比表面積 SSA [$\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$] の反応時間 t_R 依存性を図4に示す。今回の条件では、最終反応収率が $20 - 30\%$ となった (図4 a)。別途実施した合成反応において、分散液を蒸発させて、残留物を洗浄乾燥することによって得られた粒子重量から見積もった反応収率とおおよそ合致している。Sequence1 – 2を比べると、急激な昇温 (Sequence2) は、反応収率の低下を引き起こすことがわかった。核成長が還元剤の消費に追いつけなかったためと考えられる。Sequence3では、

100°C から 160°C に昇温させると急激に反応収率が増加した。これは、粒子体積と数密度が増加したことを反映している。

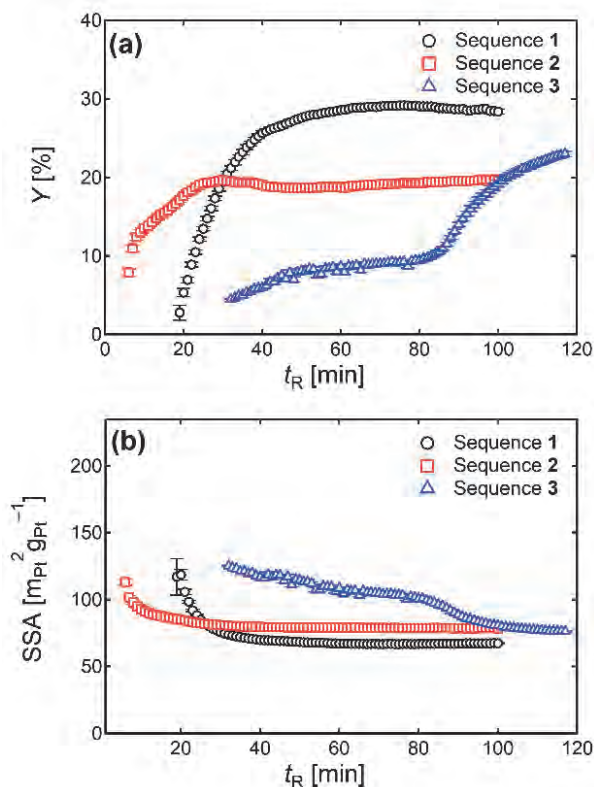


図4 解析から見積もった (a) 反応収率 Y [%] と (b) 白金比表面積 SSA [$\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$] の反応時間 t_R 依存性。アメリカ化学会の許可を得て、文献 [6] から転載。

次に、電気化学的には合成反応をいつ停止させればよいかについて考察する。一般的に、燃料電池の電気化学活性面積 (ECSA) [$\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$] が大きいほどよい触媒とされる。Paul Scherrer Institute (PSI) らのグループでは、触媒粒子の比表面積 SSA [$\text{m}_{\text{Pt}}^2 \text{g}_{\text{Pt}}^{-1}$] と ECSA との類似性に着目した研究結果を報告している [9]。図4 bに解析結果から見積もった SSA を反応時間 t_R に対してプロットした。今回実施した実験条件では、Sequence3の 100°C 保持中かつ反応初期で高い SSA を示した。電気化学的には、低温かつ短時間で反応を停止するのが良いことを示唆している。ただし、このような反応条件でサンプルを取り出した場合、収率が 30% から 10% に低下する (図4 a) という背反事項があり、この問題をいかに解決するかという課題が残されている。

3-3 ナノ粒子形状メカニズム

ナノ粒子合成時、核生成した白金粒子表面には界面活性剤 CTAC の親水基が吸着し、炭化水素鎖がオレイルアミンに突き出す構造をとる (図 5)。先行研究では、界面活性剤、金属アセチルアセトナート、そして、金属カルボニルの量が粒子形状に影響を与えることが示されている [5]。本研究では、界面活性剤の形状と反応温度に着目した粒子の成長メカニズムについて議論する。

シード媒介コロイド成長法では、界面活性剤と白金表面との吸着構造が粒子形状を決める。白金表面に対する界面活性剤親水基の親和性は白金表面の曲率に依存する。界面活性剤が短手方向 (以下、エンドキャップと呼ぶ) ではなく長手方向に吸着している場合、界面活性剤が吸着していないエンドキャップで核成長頻度が高くなるため、粒子形状が異方的に成長する (図 5)。エンドキャップのされやすさは界面活性剤のパッキングパラメータ p で説明することができる。ここで、パッキングパラメータ p は、炭化水素鎖の有効体積を v 、親水基の有効面積を A 、炭化水素鎖の長さを l として、 $p=v/AI$ で定義される [10]。今回の場合、界面活性剤の親水基が白金表面に吸着しているため、逆ミセル構造を形成する $p>1$ の界面活性剤はエンドキャップに吸着しやすい。逆に、 $p<1$ の界面活性剤ではエンドキャップにおける吸着状態が不安定化し、エンドキャップでの核成長が促進され、異方的に粒子が成長しやすくなる。今回使用した界面活性剤 CTAC のパッキングパラメータ p は、 $p<1$ となるため、異方的に粒子を成長させるためには適した界面活性剤である。より好ましい界面活性剤として CTAC よりも長い疎水性鎖を持つ界面活性剤、例えばオクタデシルトリメチルアンモニウムクロリド (OTAC) などが考えられる。水中での金ナノ粒子の合成では、界面活性剤の炭化水素鎖、pH、塩添加によってパッキングパラメータ p を系統的に制御した例が知られている。親油性のオレイルアミンでは、pH 調整や塩添加は効果的ではないが、界面活性剤の形状に着目した白金ナノ粒子の形態制御は合理的であるといえる。

次に、反応温度 T_R が白金ナノ粒子のアスペクト

比に及ぼす影響について考察する。ミセルは剛直な構造を持っているのではなく、動的平衡の中で絶えず構造形成と構造破壊を繰り返している。界面活性剤がミセル形成を促進するか否かは、ギブスエネルギー ($\Delta G=\Delta H-T\Delta S$) で決まる。一般的に、ミセル形成にはエントロピー項 $T\Delta S$ が支配的であり、高温ではミセル構造が崩壊しやすい。そのため、低温 T_{R1} 反応 (図 5) ではエンタルピー項 ΔH 、すなわち、パッキングパラメータ p を考えればよいが、昇温させていくとパッキングパラメータ p を用いた説明は破綻してしまう。高温 T_{R2} 反応 (図 5) では、界面活性剤の熱揺らぎが大きくなり、界面活性剤で保護された長手方向にも白金供給源 $\text{Pt}(\text{acac})_2$ が接近して等方的な核成長を引き起こす。この仮説は Gou と Murphy による金ナノ粒子を用いた研究 [11] から裏付けることができる。彼らは、金ナノ粒子合成において熱処理反応では等方的な核成長が起こるのに対して、室温下で還元剤としてアスコルビン酸を加えて核成長させると、優先的にエンドキャップで核成長することを報告している。白金ナノ粒子の場合、還元剤としてグルコースを加えることが提案されているが、依然として高い反応温度 (100℃以上) が必要である [5]。より低い反応温度での合成手法を開発することができれば、形態制御白金触媒の合理的な設計につながると考えられる。

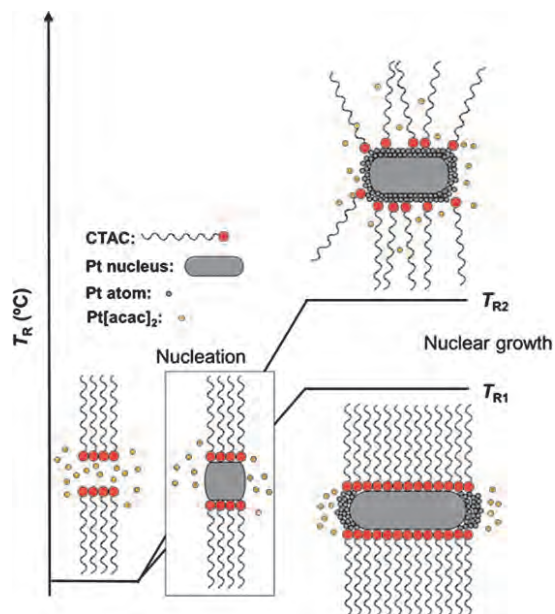


図 5 白金ナノ粒子の成長メカニズム。アメリカ化学会の許可を得て、文献 [6] から転載。

4. まとめ

次世代燃料電池自動車の開発において、高活性な形態制御触媒を空気極触媒に用いる検討が進められている。本報告では、界面活性剤のミセル構造をテンプレートとして用いたシード媒介コロイド成長法によって合成した白金ナノ粒子の形成過程を時分割小角 X 線散乱測定により評価した。得られた散乱プロファイルを精密に解析することによって、合成過程における白金ナノ粒子の形状、サイズ、数密度、反応収率、比表面積の変化を追跡することができた。反応温度が低く (~100°C)、反応時間が短い (~30 分) 場合に、比表面積が高い白金ナノ粒子が形成されていることを確認した。一方、このような反応条件では収率が 10% 程度 (既報 [5] の合成条件では 30%) に低下してしまうという背反があることがわかった。

高輝度の放射光を利用することによって、ナノ粒子合成過程における形態変化を数秒、数十秒単位でリアルタイムに評価することができ、ナノ粒子の核成長メカニズムの解明につなげることができた。研究開発の現場でよく用いられる透過型電子顕微鏡と併用することで、研究開発の加速化が期待される。

5. 謝辞

本研究の小角 X 線散乱実験は、科学技術交流財団あいちシンクロトロン光センターの BL8S3 で行った (実験番号: 2020P3106 及び 2020P4106)。本原稿は、アメリカ化学会の許可を得て、論文 [6] を加筆修正したものです。

参考文献

[1] K. Kodama et al., "Challenges in Applying Highly Active Pt-Based Nanostructured Catalysts for Oxygen Reduction Reactions to Fuel Cell Vehicles", *Nat. Nanotechnol.* 16, 140 – 147 (2021) .
[2] T. Yoshida, K. Kojima, "Toyota MIRAI Fuel Cell Vehicle and Progress Toward a Future Hydrogen Society", *Electrochem. Soc. Interface* 24, 45 – 49 (2015) .

[3] L. Pan et al., "Current Challenges Related to the Deployment of Shape-Controlled Pt Alloy Oxygen Reduction Reaction Nanocatalysts into Low Pt-Loaded Cathode Layers of Proton Exchange Membrane Fuel Cells", *Curr. Opin. Electrochem.* 18, 61 – 71 (2019) .

[4] J. Quinson, K.M.Ø. Jensen, "From Platinum Atoms in Molecules to Colloidal Nanoparticles: A Review on Reduction, Nucleation and Growth Mechanisms", *Adv. Colloid Interface Sci.* 286, 102300 (2020) .

[5] K. Jiang et al., "Efficient Oxygen Reduction Catalysis by Subnanometer Pt Alloy Nanowires", *Sci. Adv.* 3, No. e1601705 (2017) .

[6] W. Yoshimune et al., "In Situ Small-Angle X-ray Scattering Studies on the Growth Mechanism of Anisotropic Platinum Nanoparticles", *ACS Omega* 6, 10866 – 10874 (2021) .

[7] A.J. Allen et al., "NIST Standard Reference Material 3600: Absolute Intensity Calibration Standard for Small-Angle X-Ray Scattering", *J. Appl. Crystallogr.* 50, 462 – 474 (2017) .

[8] A. Loubat et al., "Growth and Self-Assembly of Ultrathin Au Nanowires into Expanded Hexagonal Superlattice Studied by In Situ SAXS", *Langmuir* 30, 4005 – 4012 (2014) .

[9] M. Povia et al., "Combining SAXS and XAS to Study the Operando Degradation of Carbon-Supported Pt-Nanoparticle Fuel Cell Catalysts", *ACS Catal.* 8, 7000 – 7015 (2018) .

[10] J.N. Israelachvili et al., "Theory of Self-Assembly of Hydrocarbon Amphiphiles into Micelles and Bilayers", *J. Chem. Soc., Faraday Trans. 2* 72, 1525 – 1568 (1976) .

[11] L. Gou, C.J. Murphy, "Fine-Tuning the Shape of Gold Nanorods", *Chem. Mater.* 17, 3668 – 3672 (2005) .

光架橋性 ABA 型共重合体エラストマーの A 鎖間架橋が 熔融 B 鎖セグメント運動に与える影響

林 幹大¹ 河原崎 勇¹

¹名古屋工業大学大学院 生命応用化学専攻

1. はじめに

異種高分子鎖間を共有結合で連結させたブロック共重合体は、ブロック成分間の斥力により nm スケールで規則的な構造 (=マイクロ相分離構造) を形成する。最近では、室温でガラス状態の A 鎖と熔融状態の B 鎖が連結したブロック共重合体を構成成分としたエラストマーに関して、マイクロ相分離の熱耐性や材料強度向上を目指した研究が盛んに行われている。申請者は最近、上記物性の向上を目指し、光架橋性官能基を A 鎖に導入した ABA トリブロック共重合体の高効率な合成法を確立した¹⁾。UV 光架橋を施すと、A 鎖間での選択的・且つ十分な架橋が進行する。これまで、光架橋がもたらすマイクロ相分離構造の熱耐性向上について報告してきた²⁾。現在は、光架橋とエラストマーの分子鎖運動性の相関を詳細に解明することを目的としている。その中で、本課題ではまず、「光架橋反応がマイクロ相分離構造に影響がないこと」を小角 X 線散乱測定 (SAXS) により証明し、その後、ドメイン光架橋が B 鎖セグメント運動性に与える影響を調査した。

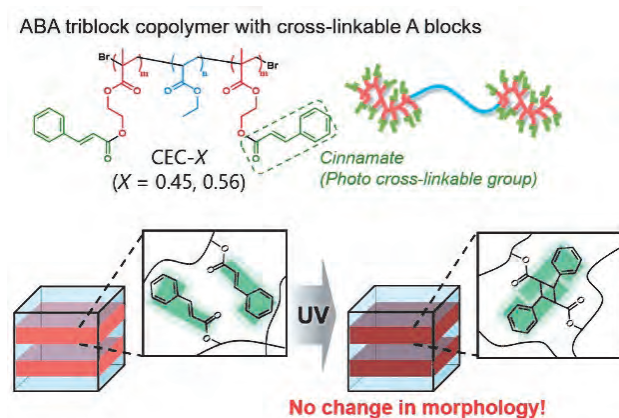


図1 ABA トリブロック共重合体の化学構造と、ドメイン架橋の概念図。

2. 実験

2-1 ポリマー合成

熔融 B 鎖に ethyl acrylate (EA)、ガラス状 A 鎖に光架橋性反応基である Cinnamate を有する ABA トリブロック共重合体を 2 段階の原子移動ラジカル重合 (ATRP) とエステル化反応を用いて合成した (図 1)³⁾。Cinnamate は UV 光の照射により、[2+2] 光付加反応が進行し、二量体が形成されることで A 鎖間が架橋される。B 鎖の分子量は固定し ($M_{n,B}=23$ kDa)、A 鎖の分子量が異なる 2 種類の試料を調製した ($M_{n,A}=10$ kDa、16 kDa)。得られた共重合体を CEC-X をコードし、X は A 鎖の体積分率を表す ($X=0.45、0.56$)。

2-2 フィルム調製・架橋反応

その後、溶媒キャスト、真空乾燥によりバルクフィルムを作成した。110 °C で 1 日間アニール処理した後に UV 光を両面に対してそれぞれ 30 分間照射することで光架橋を施した。

2-3 評価方法

光架橋の進行は、フーリエ変換赤外分光 (FT-IR) 測定、膨潤試験により確認した。小角 X 線散乱 (SAXS) 測定と動的粘弾性 (DMA) 測定により、光架橋前後のモルホロジーとセグメント運動の変化をそれぞれ調査した。

3. 結果および考察

3-1 光架橋前後のモルホロジー

まず、光架橋の進行は、FT-IR 測定において、シンナメート由来のビニレンピークが消失していることで確認した。また、膨潤試験より、ゾル成分がほぼ観られなかったことから、分子間架橋が十分に進行していることを確認した。

ABA トリブ光架橋前後の SAXS プロファイルを図 2 a, b に示した。散乱ピーク比からどちらの試料でもラメラ構造の形成が示唆された。二相ラメラモデルのフィッティングにより、AB ブロックのラメラ厚 (d_A , d_B) と広角側の散乱プロファイルの傾きから両ブロック界面の混合相の厚さ (t_{int}) をそれぞれ求めた (表 1)。両試料において、それらの値は架橋前後でほぼ同じであることから、架橋前後で相分離構造が変化していないことを証明できた。

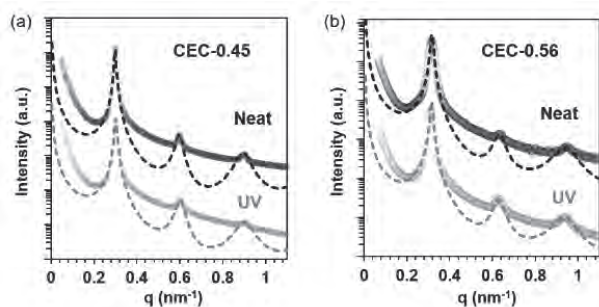


図 2 CEC-0.45 と CEC-0.56 に関する、架橋前後の SAXS プロファイル (架橋前 = Neat、架橋後 = UV)。

表 1 CEC-0.45 と CEC-0.56 に関する、架橋前後の特性 (文章参照)

Sample		d_A (nm)	d_B (nm)	t_{int} (nm)	$T_{a,B}$ (°C)	$N_{int,A}$	$N_{int,B}$
CEC-0.45	Neat	9.0	12.0	1.2	-7.8	5.1	12.4
	UV	8.8	12.0	1.2	-4.2	-	-
CEC-0.56	Neat	11.1	8.7	1.5	-4.6	7.8	20.5
	UV	11.3	8.6	1.5	-8.0	-	-

3-2 光架橋前後のモルホロジー

図 3 a, b に光架橋前後の温度分散粘弾性スペクトルを示す (一軸固体粘弾性装置、昇温速度 3 °C/min、周波数 1 Hz、ひずみ 0.05%)。架橋前の試料において、どちらも約 70 °C 付近で A 鎖のガラス転移により高分子鎖が流動し、貯蔵弾性率 E' が損失弾性率 E'' の値を下回った。それに対し、架橋後の試料では流動性は示さなかったことから、光架橋により A 鎖の流動が抑止されたと考えられる。続いて、 E'' がピークトップを示す温度から、B 鎖の緩和温度 $T_{a,B}$ を求めた (表 1 にまとめる)。CEC-0.45 では、

A 鎖間の光架橋により $T_{a,B}$ は 3.6 °C 上昇したのに対し、Cin-0.56 では 3.4 °C 低下した。この結果から、A ドメインの架橋は熔融 B 鎖のセグメント運動に影響を与えていることがわかった。また、興味深いことにそれぞれの試料で架橋による $T_{a,B}$ の変化は異なっていた。

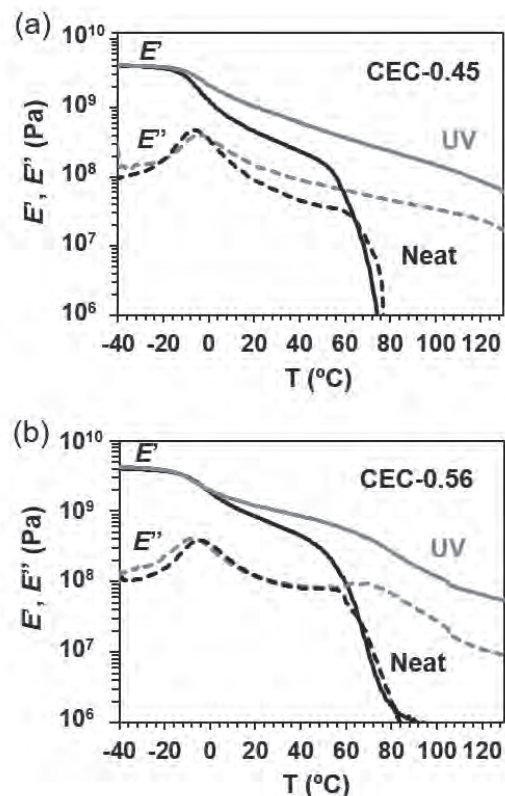


図 3 CEC-0.45 と CEC-0.56 の温度分散粘弾性測定結果。実線は貯蔵弾性率 E' 、破線は損失弾性率 E'' を表す。

3-3 ドメイン架橋と B 鎖セグメント運動の関係

ここでは、3-2 の結果を考察する。まず、シナメート基は架橋を形成する際、大きな立体障害を生じるため、架橋時に界面に存在する B 鎖の一部が界面の混合相から押し出されると想定した (図 4)。ガラス状 A 鎖と共存下にある混合相中の B 鎖は、純粋な B 鎖と比べて $T_{a,B}$ は高い。そのため、混合相から押し出された B 鎖 (B_{ext}) は混合相中の B 鎖と比較し $T_{a,B}$ は低下する。一方で、押し出されずに混合相中に残存した B 鎖 (B_{con}) は、A 鎖間の架橋により拘束されることでセグメントの運動性が低下し、 $T_{a,B}$ は上昇する。つまり、 $B_{ext} > B_{con}$ の場合には

$T_{a,B}$ は低下し、 $B_{ext} < B_{con}$ の場合には $T_{a,B}$ は上昇する。混合相中に存在する A、B 鎖のセグメント数 N_{int} ($= (N/d) \times t_{int}/2$) をそれぞれ求め、表 1 にまとめた。CEC-0.56 の方が N_{int} は両鎖共に多い結果となった。A ドメイン内で架橋が進行した際、 N_{int} が多い CEC-0.56 は $B_{ext} > B_{con}$ 、それに対し CEC-0.45 は $B_{ext} < B_{con}$ の関係となり、それが B 鎖の $T_{a,B}$ の上昇、低下の違いを生んだと考察できる。

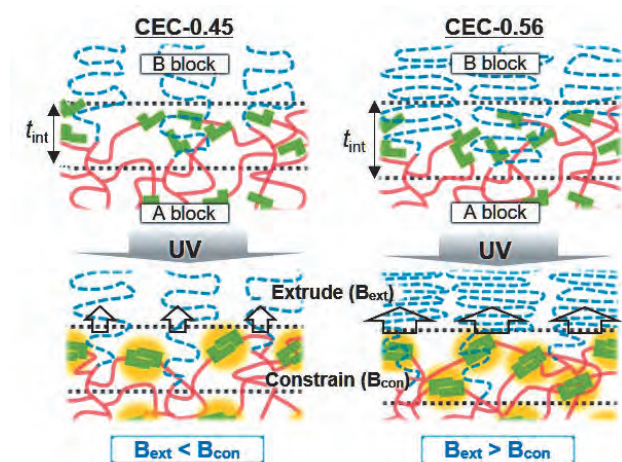


図 4 A 鎖架橋前後におけるマイクロ相分離構造のブロック界面付近の模式図。

4 まとめ

光架橋性基を A 鎖に含むトリブロック共重合体を用い、ドメイン架橋が B 鎖セグメント運動に与える影響を調査した⁴⁾。SAXS 測定では、ラメラ構造中の A 鎖の光架橋は、マイクロ相分離構造特性にほとんど影響がないことがわかり、上記 B 鎖セグメント運動に関する結果は、純粋にドメイン架橋の影響であると言える。結果として、A 鎖体積分率に応じて、ドメイン光架橋により B 鎖の a 緩和温度が、上昇する場合と低下する場合があることが新規知見としてわかった。なお、本 SAXS 測定の結果は、愛知シンクロトロン BL8S3 にて得られたものです。

参考文献

- [1] Hahn, H. et al. *Macromolecules*. 2005, 38, 1277.
- [2] Hayashi, M. et al. *Macromolecules*. 2015, 48, 421.
- [3] Kawarazaki, I. et al. *ChemistrySelect*. 2020, 5,

2842.

- [4] Kawarazaki, I. et al. *Polymer*. 2020, 192, 122343.

X線吸収分光を用いたカーボンナノチューブ成長用触媒粒子の分析
丸山隆浩, 柄澤周作, 山本大貴, 岡田拓也, 熊倉誠, Kamal Prasad Sharma,
才田隆広, 成塚重弥
名城大学

1. はじめに

単層カーボンナノチューブ (SWCNT) は、高い移動度や優れた機械的強度、高比表面積を有するため、様々な分野への応用が期待されている。特に、エレクトロニクス分野への応用ではその電子状態が重要となるが、SWCNT は、構造(カイラリティ、直径)により電子状態がユニークに決定され、また、半導体型 SWCNT の場合、直径とバンドギャップが反比例し、直径が細いほどバンドギャップが大きくなることが知られている [1]。そのため、トランジスタ応用には、直径 1 nm 程度以下の細径の SWCNT が適しているとされる。

一般に SWCNT の作製には、粒径数ナノメートルの金属粒子を高温で原料ガスと反応させる化学気相成長 (CVD) 法が広く用いられているが、触媒の粒径や化学結合状態が、生成する SWCNT の直径や構造に大きく影響を与える [2]。これまで Fe や Co が一般的な触媒として用いられているが、本研究では、新たに Ir を触媒に用いたアルコール CVD (ACCVD) 法を行い、細径の SWCNT が高密度で垂直配向して成長することを見出した [3]。さらに、Ir 触媒粒子の化学結合状態を X 線吸収分光 (XAFS) 法により分析し、細径 SWCNT の生成メカニズムについて考察した。

2. 実験

パルスアークプラズマ蒸着法を用いて、粒径 0.4~2.4 nm の Ir 触媒粒子を SiO₂/Si 基板に堆積させた。本基板を用いてエタノールを原料にした CVD 法により、SWCNT 成長を行った。作製した SWCNT を走査電子顕微鏡 (SEM)、透過電子顕微鏡 (TEM)、およびラマン分光により評価した。また、触媒粒子の粒径を TEM により、化学結合状態を X 線光電子分光 (XPS) および XAFS 測定によ

り調べた。XPS 測定には Mg Ka 線 ($h\nu=1253.6$ eV) を励起光源として用いた。XAFS 測定は、あいちシンクロトロン光センターの BL5S1 において行い、Ir の L_{III} 吸収スペクトルの測定を行った。

3. 結果

3-1 SWCNT 成長

図 1 (a) に 3 時間成長後の SWCNT の断面 SEM 像を示す。挿入図にも示すように、長さ 4.7 mm の繊維状の物質が、基板表面に対して垂直配向している様子が観察された。この物質の TEM 観察を行ったところ、図 1 (b) に示すように、生成した繊維状の物質は SWCNT であることがわかった。すなわち、Ir 触媒を用いることで、垂直配向した SWCNT を成長させることに成功した。

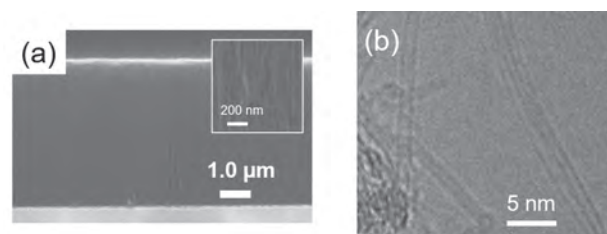


図 1 (a) Ir 触媒から基板上に垂直配向成長した SWCNT の SEM 像 (挿入図は SWCNT の拡大図)。 (b) 同じ条件で作製した SWCNT の TEM 像。

一般に、基板に担持した触媒粒子を用いて SWCNT 成長を行った場合、SWCNT の生成密度が低い場合は基板表面に横たわった状態で成長が進むが、生成密度が高くなると、SWCNT どうしがお互いに支え合いながら、基板に対して垂直方向に SWCNT が成長する (図 2)。過去に垂直配向成長が報告されている触媒は Fe と Co のみであったが、Ir を用いても垂直配向した SWCNT が成長することが明らかとなった。また、TEM により SWCNT の

観察を行ったが、ほとんどが直径 1 nm 以下であった。この結果から、Ir 触媒からは細径の SWCNT が垂直配向して成長することがわかった。

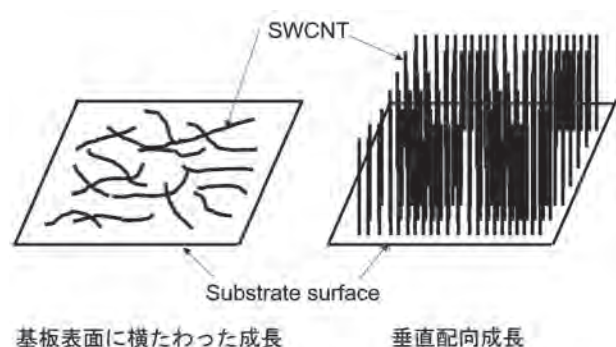


図2 SWCNT 成長の模式図。

TEM では、作製した試料のごく一部しか観察できないことから、試料の広い範囲の SWCNT の直径分布を調べるため、ラマン分光測定を行った。SWCNT のラマンスペクトルの低波数領域には CNT の直径方向に全対称振動伸縮する Radial Breathing mode (RBM) が現れる。この RBM ピークの波数 ω_{RBM} と SWCNT の直径 d の間には以下の式で示される反比例の関係が成立する [4]。

$$\omega_{RBM} [cm^{-1}] = 248/d[nm] \quad \dots (1)$$

この関係式を用いることで RBM ピークの波数から SWCNT 直径を見積もることができる。ただし、RBM ピークの強度は、励起光のエネルギーが、SWCNT の状態密度が特異的に高い Van Hove 特異点の準位間のエネルギー差に一致する場合に強くなり（共鳴条件）、それ以外の場合は、ピーク強度が激減する。そこで、4 種類の励起波長のレーザーを用いてラマン分光測定を行った。

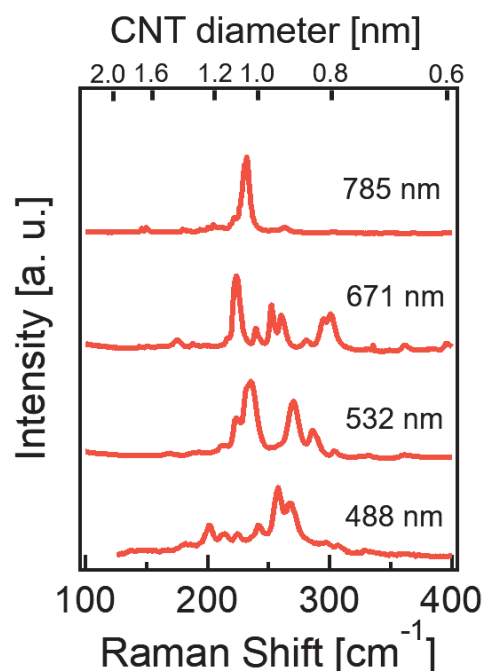


図3 Ir 触媒から成長した SWCNT のラマンスペクトル。図中に、励起光に用いた 4 種類（488、532、671 および 785 nm）のレーザー光の波長を示してある。

図3 (a) に 488、532、671、785 nm の波長のレーザーで測定した RBM 領域のラマンスペクトルを示す。4 つの励起波長から観測された RBM ピークの波数は主に 201 から 301 cm^{-1} の間に分布しているが、特に 223 から 301 cm^{-1} の間に強度の強い RBM ピークがみられた。式 (1) から見積もると、SWCNT の直径はおおむね 0.82 から 1.1 nm の間に分布していると考えられる。

3-2 触媒の化学結合状態

(1) XPS および XAFS 測定

触媒粒子からの SWCNT 生成メカニズムを明らかにするには、触媒粒子の化学結合状態を知ることが重要である。Fe や Co 触媒の場合、触媒粒子が炭化したのち、炭素が粒子表面に析出し、SWCNT が生成される様子が、環境 TEM 観察により報告されているが [5]、白金族元素を触媒に用いた場合の報告はない。そこで、SWCNT 生成中の Ir 触媒粒子の化学結合状態を XPS および XAFS 測定により調べた。Ir 触媒を SiO_2/Si 基板に堆積させた試料、この基板を水素雰囲気下で 800°C で加熱した試

料、さらに、SWCNT 成長を行った試料の3つに対し Ir 4f 準位の XPS 測定を行った結果を図 4 (a) に示す。加熱前 (蒸着のみ) の試料では、61.9 eV と 64.9 eV に $4f_{7/2}$ と $4f_{5/2}$ の準位によるピークが観測された。これらの結合エネルギーは IrO_2 のものと一致しており、蒸着後、大気中に保管している間に Ir 触媒粒子の酸化が進んでいることがわかる。水素雰囲気下で加熱後、および SWCNT 成長後の XPS スペクトルでは、各ピークは低エネルギー側にシフトし、 $4f_{7/2}$ 準位のピーク位置は 60.8~60.9 eV となった。この結果から、Ir 触媒粒子は昇温中に還元され、金属状態の触媒粒子から SWCNT 成長が生じていることが示唆された。

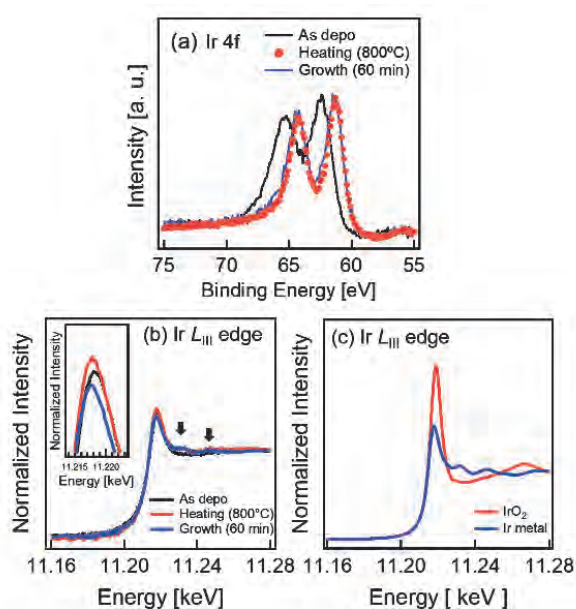


図 4 Ir 触媒粒子の (a) Ir 4f XPS スペクトルと (b) Ir LIII 端 XANES スペクトル。それぞれ、基板に蒸着後、水素雰囲気下で 800°C 加熱後、および SWCNT 成長後のスペクトルを示す。(c) IrO_2 と金属 Ir の Ir LIII 端 XANES スペクトル。

4f 準位から放出される光電子の運動エネルギーから見積もると、今回の XPS 測定の 4f 準位の検出限界深さは 1.4 nm 程度であり、粒径の大きな触媒粒子の場合、粒子内部の状態が検出できていない可能性がある。そこで、XPS 測定を行った3つの試料それぞれに対して Ir LIII 端の XAFS 測定を行った。得られた X 線吸収端近傍構造 (XANES)

スペクトルを図 4 (b) に示す。また、比較のため、 IrO_2 と金属 Ir の XANES スペクトルを図 4 (c) に示す。3つの試料とも 11.218 eV に Ir LIII 端に相当する鋭い吸収端ピークが観測された。また、水素雰囲気下で加熱後のスペクトルでは、11.232 eV と 11.246 eV に構造がみられた (図 4 (b) 中の黒矢印)。図 4 (c) に示す金属 Ir と IrO_2 のスペクトルとの比較から、XPS の結果と同様、蒸着後 (成長開始前) の Ir の粒子は酸化しているのに対し、昇温後、および SWCNT 成長後には金属的な状態となっていることがわかる。また、図 4 (b) の挿入図に示すように、吸収端のピーク位置が、蒸着後→加熱後→SWCNT 成長後、と進むにつれ、若干ではあるが低エネルギー側にシフトしていた。図 4 (c) に示すように、 IrO_2 の吸収端のエネルギー位置は、金属 Ir よりわずかに高い。したがって、吸収端のピークシフトは、蒸着後の Ir の酸化の進行に対応しており、加熱、成長と進むにつれて金属状態に近づくことを裏付けている。また、図 4 (c) では、 IrO_2 の吸収端ピークは鋭く、金属 Ir に比べて大幅に強度が強いのにに対し、図 4 (b) の蒸着後の XANES スペクトルの吸収端ピークの強度は金属 Ir のスペクトルに近い。したがって、蒸着後 (成長前) の Ir 触媒は内部まで完全に酸化されているのではなく、酸化状態と金属状態の混合状態となっている可能性が高い。蒸着後の試料を大気中で保管していたため、成長前の触媒粒子は、表面が酸化状態にあり、内部は金属状態になっていると考えている。

(2) SWCNT 生成のメカニズム

以上の XAFS と XPS 測定の結果から、SWCNT 成長時に Ir 触媒は金属的な状態になっている可能性が高いと考えられる。過去に垂直配向が報告されている Fe や Co 触媒では、SWCNT 成長時に、触媒粒子が炭化状態であることが報告されている。このように SWCNT 成長時に触媒粒子が金属状態となっていることは Ir 触媒の特徴である。Ir は融点が 2446°C と高く、SWCNT 生成中は固相状態であると考えられるが、炭素固溶度が低いため、金属的な状態になったと考えられる。

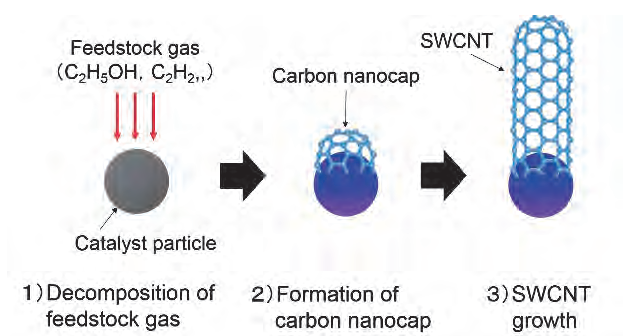


図5 触媒粒子からのSWCNTの成長過程。1) 触媒粒子表面での原料ガスの分解、2) 触媒粒子表面でのカーボンナノキャップの形成、および3) SWCNTの継続的な成長の進行。

触媒粒子からのSWCNTの生成過程は、図5に示すように、(1) 触媒粒子表面での原料ガスの分解、(2) 触媒粒子表面でのカーボンナノキャップの形成、および(3) SWCNTの継続的成長、の3段階から成る。Ir触媒が高効率でSWCNTを成長できる原因の一つに、エタノール分子の分解効率が高いことが挙げられる。Wangらのシミュレーション計算によると、Ir(111)表面でのエタノール分子の解離過程における活性化エネルギーは、最大で1.08 eVであり、Coと比較しても低い[6]。そのため、エタノールガスを高効率で分解でき、高密度のSWCNT成長が生じたと考えられる。一方、FeやCoと比較すると、Ir触媒から成長するSWCNTの直径は1.1 nm以下と非常に細い。この原因として、Ir-SWCNT間の結合力が比較的強いことが関係している可能性がある。Silvearvらが様々な遷移金属に対して行った金属-SWCNT間の結合の強さの比較から、CoやFeに比べ、Ir-SWCNT間の結合力は強いことが予想されている[7]。一般に、SWCNTの直径が細くなるほど曲率が大きくなるため、安定して成長が進行するためには、触媒粒子とSWCNT間に高い結合力が必要とされる(ただし、結合力が強すぎると、カーボンナノキャップが触媒粒子から持ち上がらないため、SWCNT成長は生じない)[8]。そのため、結合力が十分強くない場合は、直径1 nm程度以下の細径のSWCNTは生成しづらく、比較的直径の大きなSWCNTの成長となる。Irの場合、

SWCNTとの強い結合力のため、細径のSWCNT成長が生じたと考えられる。

5. まとめ

Irを触媒に用いたACCVD法により、SWCNTを垂直配向して成長させることに成功した。3時間成長後、長さ4.7 mmのSWCNTが成長していた。TEM、およびラマン分光測定の結果、SWCNTの直径は1.1 nm以下に分布しており、FeやCoを触媒に用いた場合に比べ、かなり直径の細いSWCNTが成長していることがわかった。また、FeやCoの場合、垂直配向したSWCNTを得るにはアルミナ担持層や助触媒を用いる必要があるが、Ir触媒の場合はSiO₂/Si基板上に直接垂直配向したSWCNTを成長させることができた。

次に、生成過程を調べるため、SWCNT成長前後でのIr触媒粒子の化学結合状態をXPSおよびXAFS測定により分析したところ、蒸着後、大気中で一部が酸化しているものの、SWCNT成長開始時には、ほぼ金属的な状態となっていた。金属的な状態の触媒粒子からのSWCNT成長もIr触媒の特徴である。ただし、ナノ粒子の物性はバルク状態と異なるため、SWCNT生成中の触媒粒子の状態を決定するには、成長中にリアルタイムで分析を行う“その場”分析が必須である。現在、我々のグループでは、SWCNT成長中の触媒粒子の化学結合状態を直接分析するためのその場XAFS測定を進めている。

謝辞

本研究の一部を実施するにあたり、文部科学省私立大学ブランディング事業、ナノテクノロジープラットフォーム事業、および、科研費基盤研究(B)の支援を受けた。また、TEM観察では名工大の日原岳彦教授のお世話になった。ここに記して謝意を表す。

参考文献

- [1] Y. Matsuda, et al. J. Phys. Chem. Lett. **1**, 2946-2950 (2010).
- [2] T. Maruyama, Mater. Express **1**, 267-272

(2011) .

[3] T. Maruyama et al. Appl. Surf. Sci. **509**, 145340

(2020) .

[4] A. Jorio et al. Phys. Rev. B **86**, 1118-1121

(2001) .

[5] Y. Yoshida et al. Nano Lett. **8**, 2082-2086

(2008) .

[6] J.H. Wang et al. J. Phys. Chem. C **113**, 6681-

6688 (2009) .

[7] F. Silvearv et al., J. Mater. Chem. C **3**, 3422-

3427 (2015) .

[8] J.C. Burgos, et al. J. Phys. Chem. C **114**, 6952-

6958 (2010) .

LIGA プロセスを用いた「はやぶさ2」微小サンプル分析用純銅製試料台の開発

名古屋大学

櫻井郁也、岡田育夫

1. はじめに

私たちが住む地球上に存在する岩石は、形成から現在に至るまで熱をはじめとした様々な変性を受けることで、地球誕生初期の科学的情報を失っています。一方、地球と同時期に誕生したと考えられる小惑星の中には、熱による影響をほとんど受けることなく、その岩石中に太陽系が形成された約46億年前の様々な物質科学的情報を保持していると期待される天体が存在しています。このような小惑星の岩石を研究することは、太陽系の成り立ちや進化のみならず、地球の水起源や生命に繋がる有機物の形成過程等、様々な疑問の解明に繋がるのが期待されます。

宇宙空間に存在した小惑星のサンプルを地球に持ち帰り研究するためには、地球大気等によりサンプルが汚染されない宇宙空間と同様の真空環境下で分析を行う必要があります。私たち「はやぶさ2 試料分析 Phase2 高知チーム」は、小惑星探査機はやぶさ2が、小惑星リュウグウから持ち帰った貴重な岩石サンプルを分析するため、LIGA プロセスという微細で精密な形状の金属構造体を作成可能な技術を利用して、貴重なリュウグウのサンプルを真空環境下で安全に取り扱い、多様な分析装置に取り付けて使用できる新しい微小サンプル分析用試料台の開発をあいちシンクロトロン光センター（あいちSR）のビームラインBL8S2に整備したLIGA プロセス用露光装置を利用して行いました [1]。

2. 小惑星探査機はやぶさ2と小惑星リュウグウ

2-1 小惑星探査機はやぶさ2

国立研究開発法人宇宙航空開発機構（JAXA）は、地球近傍小惑星リュウグウの岩石サンプルを持ち帰ることを目的に、小惑星探査機はやぶさ2を開発しました。2014年12月に打ち上げられたはやぶさ

2は、3年半の飛行の末、2018年6月リュウグウに到着。2019年2月と7月に小惑星表層とはやぶさ2の衝突装置により作られた人工クレータ内から岩石サンプルの採取を行い、2020年12月6日地球に帰還しました。JAXA 地球外試料キュレーションセンター（ESCuC）は、回収されたカプセル内のサンプル1粒子毎の光学観察や重量測定を中心とした初期記載を行い、2021年6月初期分析チームへサンプルを引き渡しました。現在、様々な分析チームにより、サンプルの詳細な分析が行われています。

2-2 小惑星リュウグウ

炭素質小惑星に分類されるリュウグウは、表面の可視光および近赤外線による分光科学的な観測から、その表面岩石中に有機物や水（含水鉱物）が含まれていることが知られています [2, 3, 4]。このことからリュウグウを構成する岩石サンプルは高温による熱変性を経験していないと考えられており、採取した岩石中からはリュウグウの形成から現在までの進化の歴史だけでなく、太陽系最初期の物質科学的情報が得られる可能性があります。これらの情報を詳細に調べることで太陽系形成史や地球の水の起源、地球生命に繋がる様々な研究が進むことが期待される事から、リュウグウ構成物質の直接採取とその詳細な分析が待ち望まれていました。

3. LIGA プロセスとあいちシンクロトロン光センター（あいちSR）

3-1 LIGA プロセス

LIGA プロセスは、1980年代にドイツのカーlsruheエ研究所で発明された高アスペクト比（横幅に対する縦幅が大きい構造）を有する微細な3次元構造体を作製するための複合技術です [5]。X線の高い透過力を利用したX線露光による微細パタン

の形成、電解メッキによる金属構造体の作製、そして金型による成型を組み合わせることで機械加工では実現できない精度を持つ構造体を作る事が可能です。特に、X線露光に高い輝度と平行性・透過力を有するシンクロトロン放射光を利用する事で、非常に大きなアスペクト比と高い精度を有する超精密立体構造体が作成できます。一般的なLIGAプロセスフローを図1に示します。①表面が導電性を有する基板上に厚さ数十から数百ミクロンの感光性樹脂層(PMMA樹脂等のレジスト層)を形成します。②X線を透過するパターンを刻んだマスク状のX線吸収体(X線マスク)を使用し、レジスト層へパターン形状のX線露光を行います。③露光されたレジストは、分子鎖が切断され、現像液により露光されたパターン部分のみが選択的に融解するため、マスクパターンと同じ形のレジストの構造体が残ります。あいちSRで作製したレジストパターンを図2に示します。④導電性を有する基板を電極として電解メッキによりレジストが融解した部分に金属が充填します。⑤レジストと基板を除去する事で金属の微細構造体を作製することができます。また、この金属構造体を金型として転写を行う事で、レジスト構造体と同じ形状の構造体の作製が可能になります。

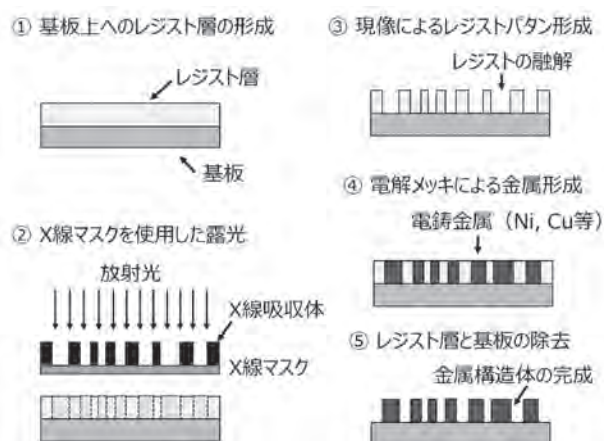


図1 LIGA プロセスフロー

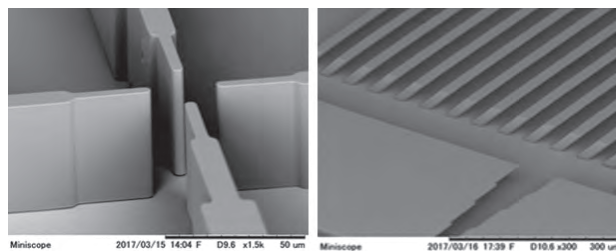


図2 あいちSR BL8S2でのレジストパターン作成例、左:十字パターン、右:傾斜パターン

3-2 あいちシンクロトロン光センター LIGA プロセス用露光装置

私たちは、2016年にあいちSR BL8S2で、LIGAプロセスに関する研究を開始しました。BL8S2は、X線の輝度が高く、広いエネルギー分布を有する光源からの白色X線(5~24 keV)と二結晶分光器を挿入して単色化した単色X線を切り替えて利用できるビームラインです[6]。LIGAプロセス用露光装置は、BL8S2の実験ハッチ内に設置されており、光源からのX線をHe環境下の露光装置内部に導入して架台上に設置した基板へ露光を行います(図3)。露光装置内のX線照射面積は、縦10 mm×横35 mmです。基板への熱負荷は大きいですが、輝度が高い白色X線を直接利用する白色X線露光と実験ハッチ内にPtコーティングされた平面ミラーを設置して白色X線から高エネルギー領域をカットした熱負荷の小さなX線(5~8 keV)を使用する単色X線露光が選択可能です(図4)。露光装置内の架台は、自動XZステージで制御され、架台に冷却水を流して基板の冷却を行う事で露光時の熱負荷を軽減しています。BL8S2では、LIGAプロセスのX線露光に、従来では考えられなかった高輝度白色X線を使用するシステムを構築することで、短時間に大量の微細パターンの形成を可能にしました。



図3 BL8S2 実験ハッチ内の露光装置
装置内に He ガスを充填して露光を行う。
露光装置のサイズは 60 cm × 60 cm × 60 cm

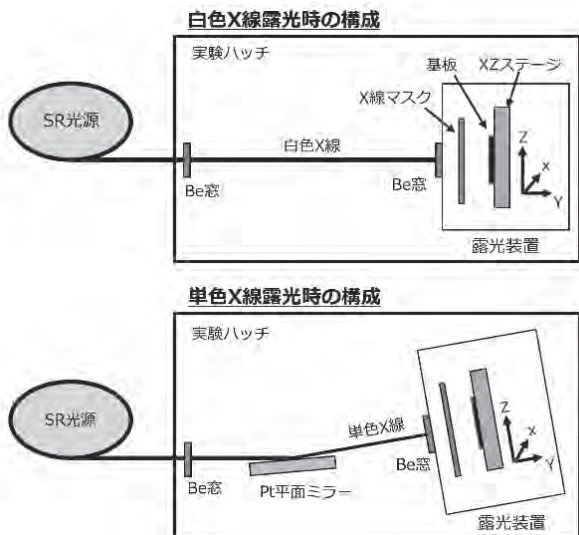


図4 BL8S2 X 線露光システム
実験ハッチ内に平面ミラーを設置する事で白色露光
と単色露光が切り替え可能

4. 微小サンプル分析用試料台

4-1 試料台の設計思想

私たちが、分析に使用するリュウグウのサンプルの大きさは、0.1 mm 以下と非常に小さいため、このような微小試料を分析装置の試料台に取り付ける作業では破損や紛失のリスクが避けられません。また、分析後にサンプルを試料台から取り外して別の分析装置の試料台に取り付ける作業も非常に困難です。そのため、同一のサンプルを使用して様々な分析を行う系統的な研究が難しい等の多くの問題点

が指摘されていました。このような問題を解決するため、私たちの試料台はサンプルを取り付けた状態で複数の分析機器に共通で使用可能な形状に設計しています。また、実際に分析を行う研究者の意見を取り入れ、試料を取り付けるピン部分は分析装置で観察しやすい薄膜形状。一方、ハンドル部分は、装置への取り付けやピンセットでの取り扱いを考慮した厚みを持つ二段構造を採用しました。また、専用の治具を使用することで、真空状態を維持したまま運搬できる分析装置・施設間輸送用真空容器にも対応しています [1] (図5)。試料台の材質は、小惑星由来の物質と区別できるように、リュウグウのような小惑星表面には存在しないと考えられている純銅で製作しています。しかし、純銅は非常に柔らかい金属で、通常の機械加工ではこのような非常に薄く微細な構造体を作る事はできません。私たちは、LIGA プロセスを利用する事で、複数の分析装置間で共有が可能で、貴重な試料を安全に取り扱い、体系的な分析を可能にする新しい微小サンプル分析用試料台の開発に成功しました [7]。

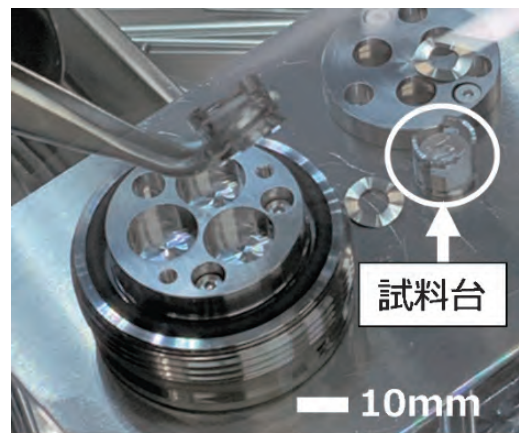


図5 分析装置・施設間輸送用真空容器
試料台を専用ホルダ(矢印)に固定する事で、真空容器に密封して輸送が可能

4-2 LIGA プロセスによる試料台の製作

4-2-1 X線マスク

試料台の製作では、薄膜形状の試料ピン部とハンドル部の露光のため、2種類のX線マスクを使用しています。図6は、露光に使用するX線マスクの写真です。高い形状精度を必要とする試料ピン部の露光には、AuのX線吸収体（5 μm 厚）とSiCメンブレンから構成されるX線マスクに電子描画システムを用いてパターン作製を行いました（図6左）。一方、高い精度を必要としないハンドル部の露光には、ワイヤカット放電でパターン作製した1mm厚のステンレス製X線マスクを使用しています（図6右）。X線マスクには複数の試料台パターンが刻まれており、一度の露光実験で基板の上に16個の試料台のレジストパターンを製作可能です。

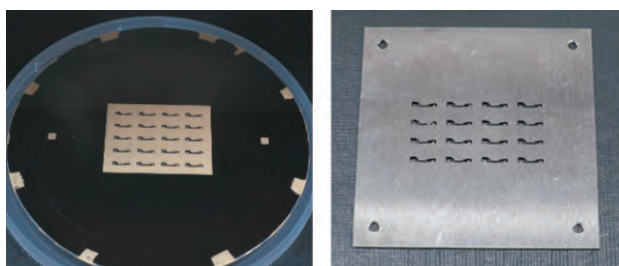


図6 試料ピン製作用X線マスク

(左) Au/SiC製 試料ピン部用X線マスク
(右) SUS製 ハンドル部用X線マスク

4-2-2 X線露光

通常のLIGAプロセスでは、X線露光に熱負荷が小さく高精度な微細パターンが作成可能な単色X線を使用します。しかし、試料台のレジストパターの形成に2時間以上の露光が必要です。私たちは、露光装置内に0.5気圧のHeガスを充填し、さらに冷却水を用いた基板の冷却機構を取り付ける事で、白色X線を用いた露光でも熱負荷を軽減してレジストのパター精度を維持できることを確認しました。今回のX線露光では、高い輝度を持つ白色X線を使用する事で試料台のレジストパターン形成に必要な露光時間を12分程度に短縮する事に成功しています。これにより短時間で大量の試料台製作が可能になりました。

4-2-3 試料台の製作

基板上へのレジスト塗布から試料台完成までの手順を、図7に示します。① 表面が導電性を持つ基板に、厚さ20 μm のレジストを塗布します。② 試料ピン用X線マスクを使用して基板の露光を行います。露光したレジストに対し、現像処理を行う事で試料ピン部のレジストパターンが形成されます。③ 電解メッキ処理で基板上に純銅製の試料ピン（20 μm 厚）を形成します。④ 試料ピン用のレジスト膜を除去した後、基板上に200 μm 厚のレジストの再塗布を行い、試料ピンと位置を合わせたハンドル部用X線マスクを使用して基板の露光を行います。⑤ レジストの現像処理を行い、電解メッキ処理によりハンドル部（200 μm ）を形成します。⑥ 基板とレジストを除去する事で、試料ピン部とハンドル部の二段構造を持つ試料台が完成します。本実験では、200 μm 厚のレジスト層の形成を実現するため、高粘度のレジストの開発を行い使用しました。

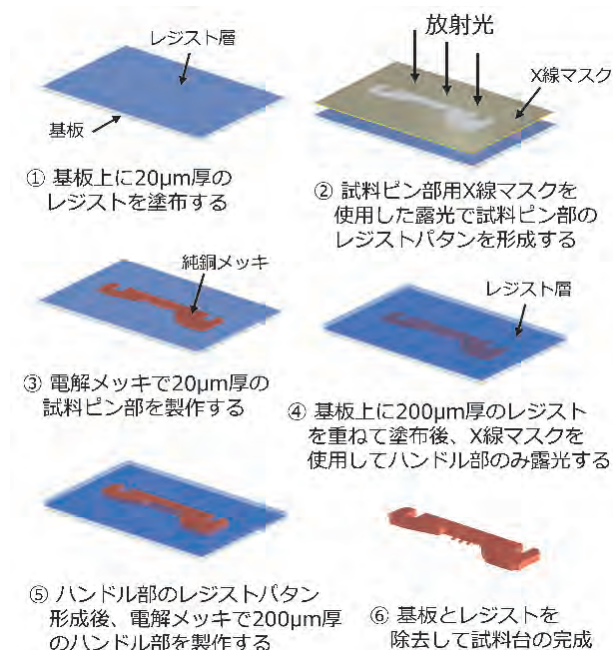


図7 試料台製作までの露光作業と
電解メッキのフロー図

4-2-4 試料台の形状

製作した試料台の写真を図8に示します。試料台は、サンプルの取り付け位置や表裏がわかるように左右非対称に作られおり、サンプル設置用ピンを3

本備えています。ハンドル部分は、ピンセットでつまめる 200 μm 厚で、切り欠き部分で分析装置に固定する事が可能です。図 9 は、サンプルを取り付けて分析を行う 3 本の試料設置用のピン部分の SEM (走査電子顕微鏡) による観察象です。試料台の表面は極めて滑らかにできており、試料ピン (図 9 右) には、分析時にサンプル観察の目印となる溝も設置しています。試料ピンの大きさは、髪の毛よりも細く、幅 100 μm \times 厚さ 20 μm \times 長さ 200 μm しかありません。それでも超微小のサンプルは試料ピンの影に隠れやすいため、サンプルを取り付けるピン側面が 30 度の傾斜を持つように製作しました。これにより取り付けたサンプルに対し、検出器からの視野を広く確保しています。

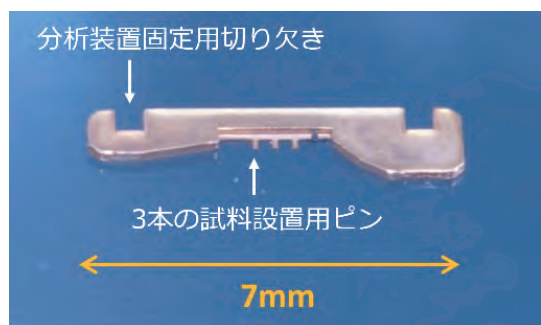


図 8 微小サンプル分析用試料台

中央にある 3 本ピン (厚さ 20 μm) にサンプルを取り付けます。ハンドル部分 (厚さ 200 μm) には、分析装置に取り付けるための切り欠きも設置しています。

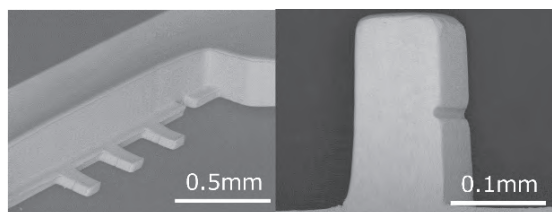


図 9 サンプル設置ピン部の SEM 画像

試料ピン近傍の構造 (左) とピン 1 本の SEM 拡大画像 (右)。ピン表面は非常に滑らかで、側面には傾斜と分析時の目印の溝も付けています。

5. まとめ

LIGA プロセスを用いて、小惑星探査機はやぶさ 2 が小惑星リュウグウから採取した岩石試料を分析するための微小サンプル分析用純銅製試料台の製作を行いました。試料台は、複数の分析機器で共通に使用できる形状を有し、これまで難しかった同一サンプルを用いた系統的な分析・研究を可能にします。本試料台は、リュウグウサンプルだけではなく、様々な微小サンプルの分析にも利用でき、多様な研究分野で活用できるものです。

これまでに製作した試料台は、海洋研究開発機構を中心とした「はやぶさ 2 試料分析 Phase2 高知チーム」で使用されており、様々な分析装置を用いた研究が進んでいます。図 10 は、分子科学研究所の X 線分光装置に取り付けた試料台の使用例です。試料台を用いた研究が進むことで、鉱物・水・有機物が共存するリュウグウでの有機物の進化、既知の始原的隕石との関連性、地球の水の起源など、宇宙科学における諸問題の解決に役立つことを期待しています。

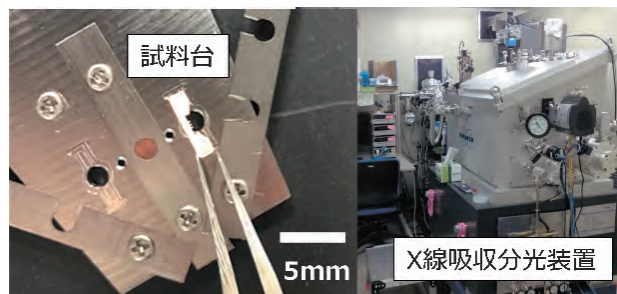


図 10 分子科学研究所 X 線吸収分光装置と試料台の取り付け例

謝辞

本研究は、あいちシンクロトロン光センター BL8S2 を利用して行いました。また、知の拠点あいち重点研究プロジェクト・名古屋大学シンクロトロン光研究センターの助成を頂き、愛知県内企業の様々な協力の基で実現しました。この場を借りて深くお礼申し上げます。

参考文献

- [1] M.Ito et al.,“The universal sample holders of microanalytical instruments of FIB, TEM, NanoSIMS, and STXM-NEXAFS for the coordinated analysis of extraterrestrial materials”Earth, Planets and Space, 72, 133 (2020)
- [2] K.Kitazato et al.,“The surface composition of asteroid 162173 Ryugu from Hayabusa2 nearinfrared spectroscopy”, Science 364, 272 (2019) 364
- [3] S.Watanabe et al.,“Hayabusa2 arrives at the carbonaceous asteroid 162173 Ryugu—A spinning top-shaped rubble pile”, Science 364, 268 (2019)
- [4] S.Sugita et al., "The geomorphology, color, and thermal properties of Ryugu: Implications for parent-body processes", Science, 364, eaaw0422 (2019)
- [5] W.Ehrfeld and H.Lehr,“Deep X-ray lithography for the production of three-dimensional microstructures from metals, polymers and ceramics”, Radiat. Phys. Chem., 45, (3), 340 (1995)
- [6] “あいちシンクロトロン光センター”,
<https://www.aichisr.jp/index.html>
- [7] 櫻井郁也、岡田育夫、“LIGA プロセスによる多種分析機器に対応する高純度微小試料台の製作—「はやぶさ2」サンプル分析に向けた新規技術開発—”, 科学技術交流財団ニュース、Vol.27 No.1 2021.07 夏季号、P4-5、(2021)

金属ガラスから誘導された環境浄化触媒の触媒特性と XAFS による解析

名古屋大学 未来材料・システム研究所 (共著者を含む)

服部将朋, 小澤正邦

1. はじめに

X線吸収微細構造 (XAFS) 解析が非常に優れた構造分析技術として認識された1970年代初頭以来、触媒研究での利用が劇的に増加した。この方法は、触媒活性種が果たす役割を定量的に理解することを目的とし、特に不均一系触媒の詳細な状態の解析に適している。通常、XAFS スペクトルは X線吸収端構造 (XANES) 領域であるエッジ領域と、X線広域微細構造 (EXAFS) 領域である吸収端から 50 eV を超えてからの領域とに分けられる。前者は、触媒活性種の電子配置や価数など、化学形態についての情報が含まれる。後者は、触媒活性種と担体 (または反応物) との間の結合に影響された金属元素近傍の構造について、X線回折や電子顕微鏡などの回折技術では得られない原子レベルでの構造についての情報を得ることができる。

不均一系触媒としては、排ガス浄化触媒が挙げられる。近年、火力発電所などの固定発生源や自動車などの移動発生源からの排ガスによる大気汚染が深刻化している。例えば、自動車の排出ガス中には一酸化炭素 (CO)、窒素酸化物 (NO_x)、炭化水素 (HC) などの有害成分が含まれる。エキゾーストパイプは一般的に熱的に安定したステンレス鋼で構成されているが、有害成分を浄化する触媒作用がないため、排気処理にはセラミック粉末などの高い耐熱性を有する触媒をコーティングする必要がある。また、排ガス中には酸性ガスが含まれ、走行条件によっては数百度となるなど過酷な環境となるため、その触媒には耐熱性に加え化学的安定性が求められる。金属/合金のコヒーレンシーは、そのような燃焼排気システムで触媒層を安定させるのに重要であり、金属/セラミック複合材料をコーティングすることが有用である。我々の最近の研究では、 Zr_2Pd 系金属ガラスの酸化によって、 ZrO_2 母材に Pd 粒子が固定化さ

れ、粒子状物質 (PM) や CO、HC、 NO_x に対し高い浄化活性を有するナノ結晶金属/セラミック複合材料を作製した^{1,2)}。

金属ガラス、つまりアモルファス合金は、原子の配列に規則性を持った結晶質金属とは異なり構造、組織が均質であるため、機械的特性に優れるなど構造由来の特異的な性質を持っており、様々な機能性材料への応用が検討されている。また、金属ガラスの電子状態の特異性から分子活性化への効果や触媒特性についても期待されている。この金属ガラスは表面積が低いといった課題があるが、一方で、様々な雰囲気下での熱処理により独特の組織が形成されることが報告されている。したがって、これを出発材料として利用し、熱処理条件や化学組成により析出粒子の酸化・結晶化や化学状態を制御すれば、他のプロセスでは得られない新奇な複合材料が作製できると考えられる。そこで、本研究では $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 金属ガラスを基に、Pt と Ce を添加した $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 金属ガラス、 $\text{Zr}_{60}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_5$ 金属ガラスから熱処理により誘導される触媒について、XAFS 解析を用いた触媒活性種の微細構造及び化学状態と、触媒特性との関係性を評価した。

2. 実験

2-1 試料作製

ジルコニウム (99.6%)、セリウム (99.6%)、パラジウム (99.99%)、および白金 (99.99%) の混合物を出発物質とし、急冷メルトスピニング法により $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{65}$ 、 $\text{Pd}_{30}\text{Zr}_{65}\text{Pt}_5$ 、及び $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{60}\text{Ce}_5$ 金属ガラスを作製し、これらを空气中 600° C 3 h で熱処理することで酸化・結晶化させ、主に Pd と ZrO_2 からなる熱的に安定な触媒を誘導した。作製した触媒について、XRD 測定により試料の結晶相の同定を行い、FE-SEM (S-4800, Hitachi) とエネルギー

ギー分散型 X 線分光法 (EDX) を用いて触媒の形態及び組織の観察を行った。触媒の BET 表面積は、Micromeritics Tristar 装置で測定された 77 K での窒素吸着等温線から算出した。室温での Pd K-edge (24.350 keV) 付近の X 線吸収スペクトルの XAFS 測定は、あいちシンクロトン光センターの BL11S2 ビームラインを利用して測定した。X 線吸収原子の周りの局所構造パラメータを決定するため、XANES スペクトルと EXAFS 振動を Athena を使用して分析した。

2-2 触媒特性評価

触媒特性評価は固定性流通式反応装置で行い、500 mg の触媒に対し化学量論の混合ガス ($\text{CO} + \text{C}_3\text{H}_6 + \text{NO} + \text{O}_2 + \text{H}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{N}_2$) を 500 ml min^{-1} で流通下、 $4^\circ \text{C min}^{-1}$ で室温から 600°C までの CO 、 C_3H_6 及び NO の浄化率を評価した。

3. 結果

3-1 結晶相と形態

図 1 は、空气中で 600°C で 3 時間熱処理した、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 触媒 及び $\text{Zr}_{50}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_{15}$ 触媒の一連の XRD パターンを示す。これらの触媒の XRD パターンは、熱処理によるアモルファス状態から粒子の混合物への構造の変化を示す。XRD パターンでは、Pd 種に起因するピークの強度が触媒間で異なっていた。これは、触媒上の Pd 種の酸化状態が、出発物質である金属ガラスの化学組成によって制御されたことを示唆している。

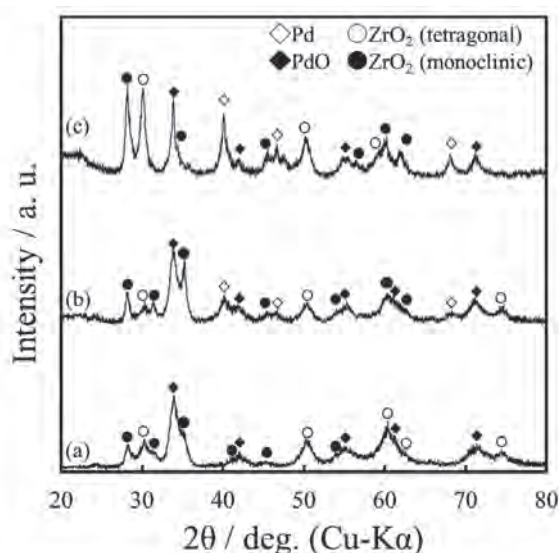


図1 空气中600 °C 3hで熱処理を行った (a) $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒、(b) $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 触媒及び(c) $\text{Zr}_{50}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_{15}$ 触媒のXRDパターン (Hattori et al., catal. tod., 375 (2021) 273)

SEM 観察では、図 2 に示すように、サブミクロンの粒子が広く観察された。EDX 分析による化学組成の評価から、粒子は Pd 粒子として識別された。触媒の表面全体に分散した化学元素マッピングから、Pd 粒子と ZrO_2 との界面に PdO が形成されたことが示唆された。また、SEM 画像における粒子径分布から求めた平均粒子径は、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 触媒 及び $\text{Zr}_{50}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_{15}$ 触媒でそれぞれ $140 \pm 5 \text{ nm}$ 、 $196 \pm 24 \text{ nm}$ 、及び $312 \pm 31 \text{ nm}$ であった。比表面積は、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒で $20 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ 、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 触媒で $15 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ 、 $\text{Zr}_{50}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_{15}$ 触媒で $1.0 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ であった。触媒間の比表面積の違いは、析出粒子の凝集の程度によるものであると考えられる。

XRD 測定の結果は、 $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒では PdO 相

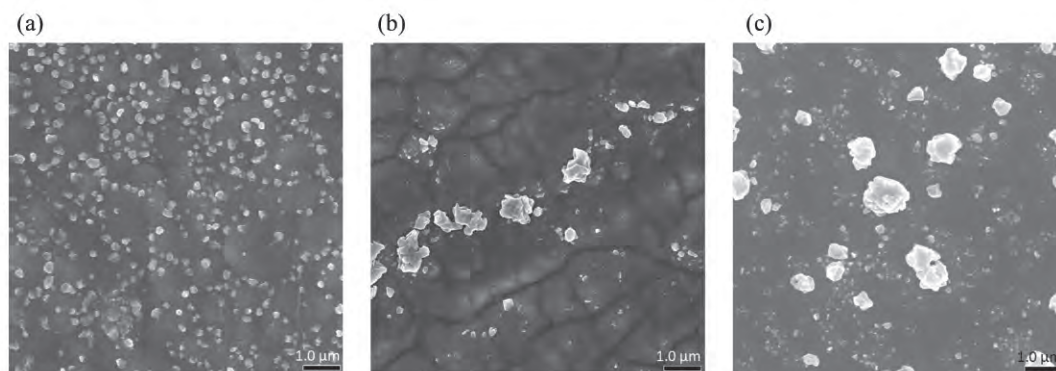


図2 空气中600 °C 3hで熱処理を行った (a) $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{35}$ 触媒、(b) $\text{Zr}_{65}\text{Pd}_{30}\text{Pt}_5$ 触媒及び(c) $\text{Zr}_{50}\text{Pd}_{35}\text{Ce}_{15}$ 触媒のSEM画像

が安定しているが、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 金属ガラスへの Pt および Ce の添加が PdO から金属 Pd への還元を引き起こしたことを示唆した (図 1 (b) および (c))。また、金属 Pd に帰属されるピークの強度と PdO に帰属されるピークの強度と比較すると、 $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒では、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒よりも強かった。これは、 $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒の金属 Pd 相が安定した状態で存在し、Pd 粒子の凝集に影響していることを示唆する³⁾。

3-2 三元触媒活性評価

$Zr_{65}Pd_{35}$ 、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 、及び $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒上での CO、 C_3H_6 、及び NO の浄化率曲線を図 3 に示す。これらの触媒は、反応物を 340° C 未満で完全に浄化した。CO 及び C_3H_6 から CO_2 への浄化率

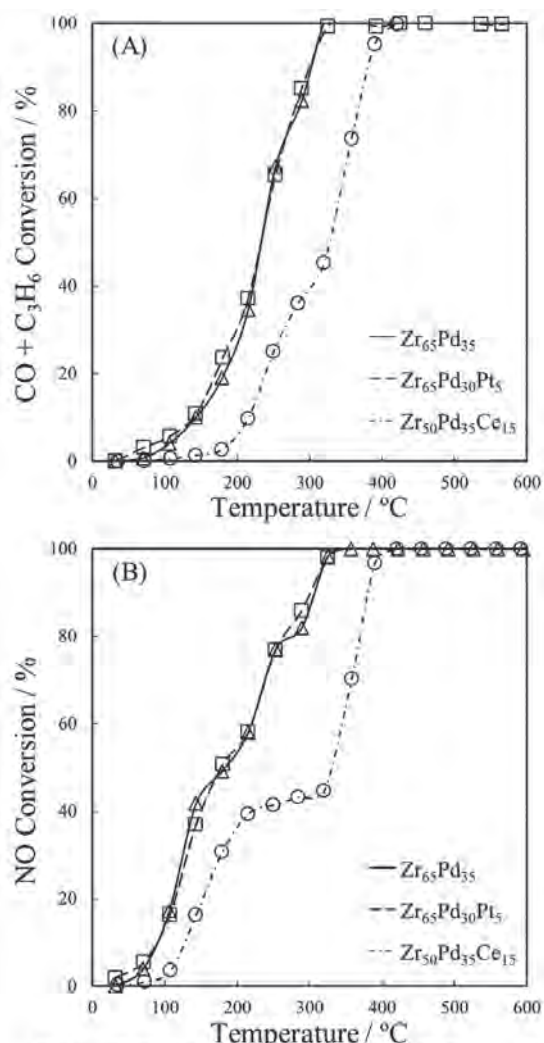


図3 空气中600 °C 3hで熱処理を行った $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒及び $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒における (A) CO + C_3H_6 、(B) NO に対する触媒活性

曲線 (図 3 (A)) において、50%の浄化を示す温度 (T_{50})は $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒及び $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒で 235° C、 $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒で 330° Cであった。SEM 観察での分析を考慮すると、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒の高い触媒活性は、Pd 粒子の高い分散性に起因すると考えられるが、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒も同等の活性を示した。また、NO に対しても、浄化活性は同様な傾向を示した (図 3 (B))。担持 Pd 触媒においては、PdO 粒子よりも金属 Pd 粒子表面の PdO_x 層が酸化反応に対して高い活性を有する⁴⁾。また、還元可能な Pd^{2+} は NO 解離と N-N の再結合に有利であると報告されており⁵⁾、さらに、 Pd^{2+} の高い還元性は吸着された酸素と還元剤との反応性を高める⁶⁾。XRD 測定により触媒活性試験前後の結晶相を比較すると、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒の Pd サイトが三元触媒活性中に Pd^{2+} 相から Pd^0 に還元されたことが示唆された (図 4 (b))。したがって、この触媒の Pd サイトの高い還元性が触媒活性に影響していると考えられる。

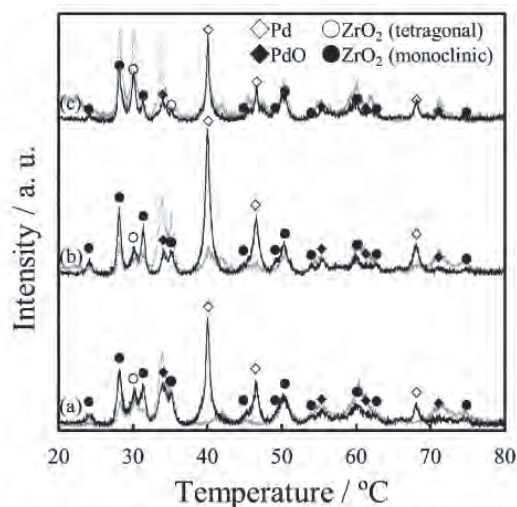


図4 三元触媒活性評価後の (a) $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒、(b) $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒及び(c) $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒のXRDパターン (Hattori et al., catal. tod., 375 (2021) 273)

3-3 Pd 種の酸化状態

図 5 (a) に、触媒活性評価後の $Zr_{65}Pd_{35}$ 、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 、および $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒の Pd の K エッジ付近の XANES スペクトルを示す。24.375 keV 付近と 24.405 keV 付近の連続ピークは PdO を表し、24.370 keV 付近の弱いピークと 24.395 keV 付近の強いピークの出現は金属 Pd に起因するスペクト

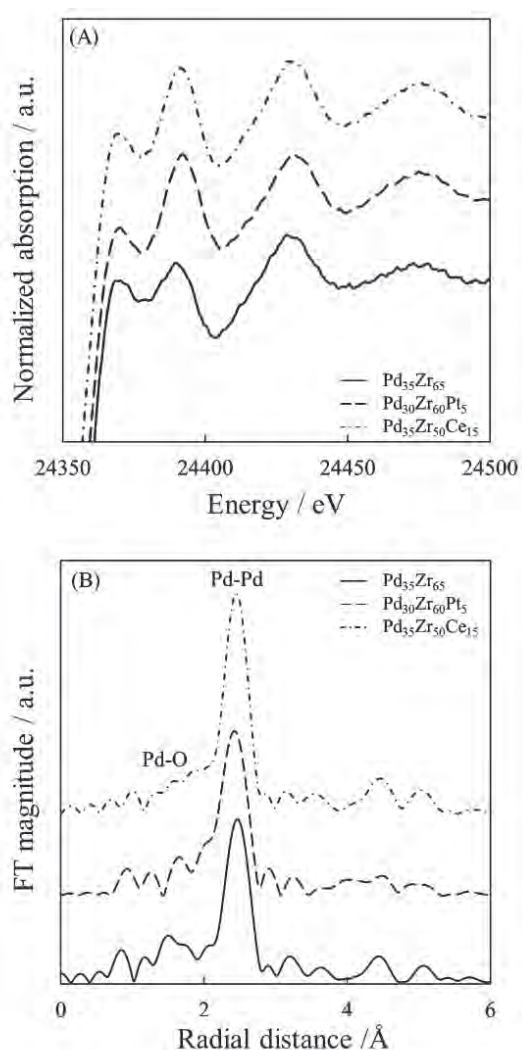


図5 三元触媒活性評価後の $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒、及び $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒の(A) Pd K-edge XANES スペクトル及び(B) EXAFS振動のフーリエ変換から求めた動径分布関数

ルを表す。 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒の XANES スペクトルにおいては、24.375 keV 付近のピークに加えて 24.395 keV 付近のピークも同時に観察されたため、部分的に還元された PdO と解釈できる。これは、酸化-還元雰囲気での処理後であっても、PdO 相が存在することを示す。一方、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒および $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒においては、主に金属 Pd に帰属されるスペクトルを示した。この結果は、Pt と Ce を添加した触媒の Pd 粒子が酸化-還元雰囲気ではほぼ還元したことを示し、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒の挙動とは異なった。

図 5 (B) に $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒、 $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒における EXAFS 振動のフーリエ変換 (FT) により求めた動径分布関数を示す。 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒と $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒では、主

に 2.5 Å に強いピークが観察された。これは Pd-Pd 結合に対応する。これらの触媒は 600°C で O_2 を含む触媒活性評価条件にさらされたが、Pd-O と酸化物の第 2 殻結合は観察されなかった。これは、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒および $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒における Pd の酸化が局所的な現象であり、この条件ではバルクとしての PdO が形成されなかったことを示唆する。一方、触媒活性評価後に分析された $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒では 2 つのピークが観察された。1.6 Å の最初のピークは Pd-O 結合に割り当てられ、2.5 Å の 2 番目のピークは Pd-Pd 結合に割り当てられる。したがって、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒の EXAFS は、Pd-O 結合と Pd-Pd 結合の存在と、PdO といくつかの金属ドメインの存在を示し、XANES の結果と一致する。これは、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒の Pd 粒子と ZrO_2 間の強い相互作用が、界面に酸化された Pd 相を形成していることを示す。この相互作用は、Pd 粒子の凝集を抑制すると考えられる。

図 6 に Zr K 吸収端 EXAFS スペクトルの FT により求めた動径分布関数を示す。FT スペクトルは、触媒間で高い類似性を示した。約 1.6 Å のピークは Zr-O 結合に割り当てられる。3.0 および 3.3 Å 付近の 2 番目のピークは Zr-Zr 結合に割り当てられる。 $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒の 3.3 Å のピークは、 $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒および $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒のピークよりも

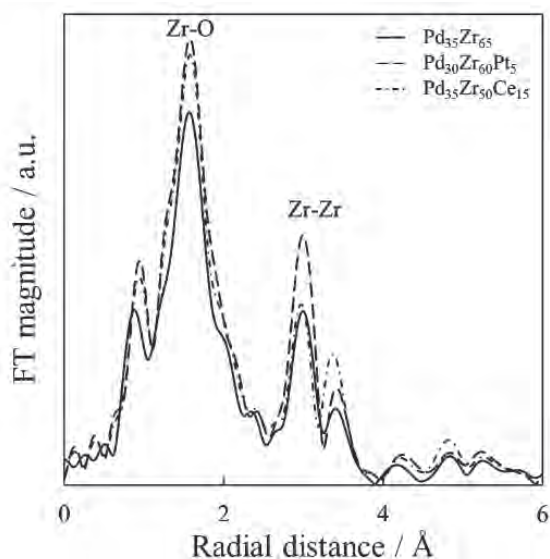


図6 三元触媒活性評価後の $Zr_{65}Pd_{35}$ 触媒、 $Zr_{65}Pd_{30}Pt_5$ 触媒、及び $Zr_{50}Pd_{35}Ce_{15}$ 触媒のZr K-edge EXAFS振動のフーリエ変換から求めた動径分布関数 (Hattori et al., catal. tod., 375 (2021) 273)

大きかった。これは、m-ZrO₂とt-ZrO₂でZr-O結合長が異なることに起因する⁷⁾。3.3 Åのピーク強度と3.0 Åのピーク強度の比は、正方晶相と単斜晶相によって変化する対称性に関係し⁸⁾、ZrO₂へのCeの添加による影響である（これは、触媒活性試験後のXRDの結果と一致する（図4））。Zr-O配位数に対応するZr₆₅Pd₃₅触媒の最初のピークの強度は、Zr₅₀Pd₃₅Ce₁₅触媒の強度よりも小さい。各触媒でほぼ同じFTスペクトルが示されたため、低い配位数はZrO₂の相に起因するものではなく、酸素原子の損失として解釈される。対照的に、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒の強度は他のものよりも高かった。これは、酸素原子が、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒のPd粒子とZrO₂の界面でZrO₂の表面に向かって偏っていることを示し、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒のPd⁰ / Pd²⁺の酸化還元電位に影響する。

参照試料を用いたXANESスペクトルとリファレンスの線形結合フィッティングから計算したPd⁰ / Pd²⁺比は、Zr₆₅Pd₃₅触媒で2.0、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒で6.0、Zr₅₀Pd₃₅Ce₁₅触媒で5.5であった。また、Pd⁰ / Pd²⁺比から計算された触媒当たりのPd⁰の比は、Zr₆₅Pd₃₅触媒で $1.5 \times 10^{22} \text{ g}_{\text{cat}}^{-1}$ 、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒で $1.5 \times 10^{22} \text{ g}_{\text{cat}}^{-1}$ 、Zr₅₀Pd₃₅Ce₁₅触媒で $1.7 \times 10^{22} \text{ g}_{\text{cat}}^{-1}$ であった。XRD分析の結果とPd粒子径を考慮すると、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒におけるPd⁰ / Pd²⁺の酸化還元電位がZr₆₅Pd₃₅触媒の酸化還元電位よりも低いことを示唆する。Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒のPdOとZrO₂の間の相互作用は、この酸化還元電位に影響を与え、酸素の逆スピルオーバーとスピルオーバーを促進する。これらの結果は、触媒活性がPd種の還元性に関連している可能性があることを示す。さらに、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒の場合のPdO相とPd / PdO混合物の部分的な存在も、それらの比較的高い触媒性能の原因である。以上から、金属ガラスから誘導されたZrO₂担持Pd触媒の三元触媒活性は、Pd粒子とZrO₂との相互作用により制御される化学的性質に大きく影響されることが示唆された。

4. まとめ

この研究では、熱処理後のPd₃₅Zr₆₅、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅、

およびZr₅₀Pd₃₅Ce₁₅金属ガラスから誘導されたPd / ZrO₂触媒の触媒特性とXAFS解析から得られる微細構造及び化学状態との関係性に焦点を当てた。

三元触媒活性の評価から、触媒活性種であるPd種も分散性が最も高いZr₆₅Pd₃₅触媒が優れた活性を示したが、粒子径が大きいZr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒も同等の活性を示した。XAFS解析において、これらの触媒のPd近傍の微細構造やPdのPd⁰/Pd²⁺比が異なることが示された。また、Zr₆₅Pd₃₀Pt₅触媒におけるPd⁰ / Pd²⁺の酸化還元電位がZr₆₅Pd₃₅触媒の酸化還元電位よりも低く、この化学的性質が触媒活性に大きく影響することが示唆された。

参考文献

- [1] M. Ozawa, N. Katsuragawa, A. Masuda, M. Hattori, S. Yamaura, Microstructure and soot-combustion catalysis of oxidized Zr60 Ce5 Pd30 Pt5 amorphous alloy, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall. 65 (2018) 191–193.
- [2] M. Hattori, N. Katsuragawa, S. Yamaura, M. Ozawa, Three-way catalytic properties and microstructures of metallic glass driven composite catalysts, Catal. Today, 375 (2021) 273–281.
- [3] G.L. Hornyak, J. Dutta, H.F. Tibbals, A.K. Rao, Introduction to Nanoscience, CRC Press, Boca Raton, 2010.
- [4] James J Spivey, Catalysis: Volume 14 (Specialist Periodical Reports), Royal Society of Chemistry, 1999
- [5] M. Shen, M. Yang, J. Wang, J. Wen, M. Zhao, and W. Wang, Pd/support interface-promoted Pd-Ce0.7 Zr0.3 O2-Al2 O3 automobile three-way catalysts: studying the dynamic oxygen storage capacity and CO, C3 H8, and NO conversion, J. Phys. Chem. C, 113 (2009) 3212–3221.
- [6] A. Barrera, M. Viniegra, P. Bosch, V. H. Lara, S. Fuentes, Pd/Al2 O3-La2 O3 catalysts prepared by sol-gel: characterization and catalytic activity in the NO reduction by H2, Appl. Catal. B: Environ., 34 (2001) 97–111.

- [7] N. Thromat, C. Noguera, M. Gautier, F. Jollet, J. P. Duraud, Electronic structure and atomic arrangement around Zr substituted for Y in Y_2O_3 , *Phys. Rev. B*, 44 (1991) 7904 – 7911.
- [8] Y. L. Soo, P. J. Chen, S. H. Huang, T. J. Shiu, T. Y. Tsai, Y. H. Chow, Y. C. Lin, S. C. Weng, S. L. Chang, G. Wang, C. L. Cheung, R. F. Sabirianov, W. N. Mei, F. Namavar, H. Haider, K. L. Garvin, J. F. Lee, H. Y. Lee, P. P. Chu, Local structures surrounding Zr in nanostructurally stabilized cubic zirconia: Structural origin of phase stability, *J. Appl. Phys.* 104 (2008) 113535 – 113535.

3. 研究開発

3.1 外部発表

(1) 論文 (2020年1月～12月)

- [1] “Solid/Liquid-interface-dependent synthesis and immobilization of copper-based particles nucleated by the X-ray-radiolysis-induced photochemical reaction”, A. Yamaguchi, I. Sakurai, I. Okada, H. Izumi, M. Ishihara, T. Fukuoka, S. Suzuki, and Y. Utsumi, *Journal of Synchrotron Radiation*, **27**, 1008-1014 (2020)
- [2] “The universal sample holders of microanalytical instruments of FIB, TEM, NanoSIMS, and STXM-NEXAFS for the coordinated analysis of extraterrestrial materials”, M. Ito, N. Tomioka, K. Uesugi, M. Uesugi, Y. Kodama, I. Sakurai, I. Okada, T. Ohigashi, H. Yuzawa, A. Yamaguchi, N. Imae, Y. Karouji, N. Shirai, T. Yada and M. Abe, *Earth Planets and Space*, **72**, Article number 133 (2020)
- [3] “放射光光化学反応による粒子合成に関する固液界面依存性”, 山口明啓, 三枝峻也, 櫻井郁也, 岡田育夫, 内海裕一, 第30回マイクロエレクトロニクスシンポジウム (MES 2020) エレクトロニクス実装学会 *Proceeding* 103-106 (2020)
- [4] “Study on solid/solid- and solid/liquid-interface-dependent material properties for an artificial multiferroic system and additive manufacturing process”, A. Yamaguchi, S. Saegusa, R. Nakamura, N. Akamatsu, A. Nakao, I. Sakurai, I. Okada, Y. Utsumi, T. Ogasawara, K. Yamada, M. Oura, T. Ohkochi, *2020 International Conference on Solid State Devices and Materials (SSDM) Proceeding C-2-04* (2020)
- [5] “Crystal structure of human V-1 in the apo form”, Takeda, S., Koike, R., Nagae, T., Fujiwara, I., Narita, A., Maéda, Y., & Ota, M., *Acta Crystallographica Section F: Structural Biology Communications*, **77**, 13-21 (2021)
- [6] “Radioluminescence by synchrotron radiation with lower energy than the Cherenkov light threshold in water”, Hirano, Y., Komori, M., Onoda, D., Nagae, T., & Yamamoto, S., *Journal of Physics Communications*, **4**, 075002 (2020)
- [7] “Structural basis of the protochromic green/red photocycle of the chromatic acclimation sensor RcaE.”, Nagae, T., Unno, M., Koizumi, T., Miyanoiri, Y., Fujisawa, T., Masui, K., & Mishima, M., *bioRxiv*, 2020.12.08.414581 (2020) (<https://doi.org/10.1101/2020.12.08.414581>)
- [8] “Mineralization induced by phosphorylated dry baker’s yeast”, Y. Ojima, M. Kihara, M. Yoshida, K. Igarashi, T. Yoshida, M. Azuma, *PLOS ONE*, **15** (9), e0239774 (2020)
- [9] “Reversible Redox Property of Co (III) in Amorphous Co-Doped SiO₂/-Al₂O₃ Layered Composites”, S. Tada, S. Saito, A. Mori, H. Mizuno, A. Shiori, T. Asaka, Y. Daiko, S. Honda, S. Bernard, Y. Iwamoto, *Materials*, **13**, 5345 (2020)
- [10] “Understanding the biogeochemical mechanisms of metal removal from acid mine drainage with a subsurface limestone bed at the Motokura Mine, Japan”, S. Fuchida, K. Suzuki, T. Kato, M. kadokura, C. Tokoro, *Scientific Reports*, **10**(1), Article number 20889 (2020)

- [11] “Quantitative Modeling for Continuous Treatment of Zinc Contained Acid Mine Drainage Using Column Filling Leaf”, T. Kato, R. Fukushima, K. Sato, S. Yamagata, C. Tokoro, *Journal of MMIJ*, **136** (12) , 151-158, December (2020)
- [12] “Effect of Metal Coordination Fashion on Oxygen Electrocatalysis of Cobalt – Manganese Oxides”, Y. Sugawara, H. Kobayashi, I. Honma, T. Yamaguchi, *ACS Omega*, **5**, 29388-29397 (2020)
- [13] “Probing local distortion around structural defects in half-Heusler thermoelectric NiZrSn alloy”, Hidetoshi Miyazaki, Osman Murat Ozkendir, Selen Gunaydin, Kosuke Watanabe, Kazuo Soda & Yoichi Nishino, *Scientific Reports*, **10**, Article number 19820 (2020)
- [14] “Effects of thermal modification on the mechanical properties of the wood cell wall of soft wood: behavior of S2 cellulose microfibrils under tensile loading”, Erina Kojima, Mariko Yamasaki , Koki Imaeda, Chang-Goo Lee, Takanori Sugimoto, and Yasutoshi Sasaki, *J. Mater. Sci.*, **55**, 5038–5047 (2020)
- [15] “Energetic investigation of aging effect on mechanical behavior in wood by means of XRD measurement”, Koki Imaeda, Mariko Yamasaki, Erina Kojima, Chang-Goo Lee, Takanori Sugimoto and Yasutoshi Sasaki, *International Journal of Architectural Heritage UARC* (2020) (<https://doi.org/10.1080/15583058.2020.1743793>)
- [16] “Extraction of intrinsic cross-linking effects of A hard domains on segmental motion of B soft block for ABA triblock copolymer-based elastomers by utilizing photo cross-linking”, Isamu Kawarazaki, Mikihiro Hayashi, Akinori Takasu, *Polymer*, **192**, 122343 (2020)
- [17] “Revisiting the identity of d-MgCl₂: Part I. Structural disorder studied by synchrotron X-ray total scattering”, Toru Wada, *Journal of Catalysis*, **385**, 76–86 (2020)
- [18] “Sulfamoyl Heteroarylcarboxylic Acids as Promising Metallo-*b* - Lactamase Inhibitors for Controlling Bacterial Carbapenem Resistance”, Wanchun Jin, Kouji Kimura, Hiromasa Kurosaki, Ayato Sato, Yoshichika Arakawa, *mBio*, **11** (2) , e03144-19 (2020)
- [19] “Synthesis of LiCoO₂ particles with tunable sizes by a urea-based-homogeneous-precipitation method”, Munekazu Motoyama, Hiroki Iwasaki, Miyuki Sakakura, Takayuki Yamamoto, and Yasutoshi Iriyama, *Intl. J. Mater. Research*, **111**(4), 347-355(2020)(<https://doi.org/10.3139/146.111892>)
- [20] “Room temperature synthesis of anti-perovskite structured Li₂OHBr”, Manoj Krishna Sugumar, Takayuki Yamamoto, Munekazu Motoyama, Yasutoshi Iriyama, *Solid State Ionics*, **349**, 115298 (2020) (<https://doi.org/10.1016/j.ssi.2020.115298>)
- [21] “Chlorine K-Edge X-Ray Absorption Near-Edge Structure Analysis of Clarithromycin Hydrochloride Metastable Crystal”, Masataka Ito, Rika Shiba, Hironori Suzuki, Shuji Noguchi, *J. Pharmaceutical Sci.*, **109**, 2095-2099 (2020) (<https://doi.org/10.1016/j.xphs.2020.03.015>)

- [22] “Chemical State Analysis of the Periostracum in the Corbicula Clam Hatched in Lake Biwa”, Kuniko Takemoto, Kei Mitsuhara, Masao Tabuchi, Yuka Segawa, Daiya Bamba, Toshiaki Ohta, *J. Water Environ. Technol.*, **18**(1), 62–69 (2020)
- [23] “Characterisation of the temperature-dependent M1 to R phase transition in W-doped VO₂ nanorod aggregates by Rietveld refinement and theoretical modelling”, Lei Miao, Ying Peng, Dianhui Wang, Jihui Liang, Chaohao Hu, Eiji Nishibori, Lixian Sun, Craig A. J. Fisher, and Sakae Tanemura, *Phys. Chem.Chem.Phys.*, **22**, 7984 (2020) (<https://doi.org/10.1039/d0cp01058h>)
- [24] “Chlorine K-Edge X-ray Absorption Near-Edge Structure Discrimination of Crystalline Solvates and Salts in Organic Molecules”, Masataka Ito, Hironori Suzuki, Shuji Noguchi, *Cryst. Growth Des.*, **20**, 4892–4897 (2020) (<https://pubs.acs.org/10.1021/acs.cgd.0c00790>)
- [25] “Stable melt formation of 2D nitrile-based coordination polymer and hierarchical crystal–glass structuring”, Chinmoy Das, Tomohiro Ogawa and Satoshi Horike, *Chem. Commun.*, **56**, 8980 (2020) (<https://doi.org/10.1039/d0cc03691a>)
- [26] “Structural Disorder of Mechanically Activated δ -MgCl₂ Studied by Synchrotron X-ray Total Scattering and Vibrational Spectroscopy”, Toru Wada, Ashutosh Thakur, Patchanee Chammingkwan, Minoru Terano, Toshiaki Taniike, Alessandro Piovano and Elena Groppo, *Catalysts*, **10**, 1089 (2020)
- [27] “Solid-solution alloy nanoclusters of the immiscible gold-rhodium system achieved by a solid ligand-assisted approach for highly efficient catalysis”, Xinchun Yang, Zhangpeng Li, Mitsunori Kitta, Nobuko Tsumori, Wenhan Guo, Zitao Zhang, Jianbo Zhang, Ruqiang Zou, and Qiang Xu, *Nano Res.*, **13**(1), 105–111(2020) (<https://doi.org/10.1007/s12274-019-2579-1>)
- [28] “Fabricating Dual-Atom Iron Catalysts for Efficient Oxygen Evolution Reaction: A Heteroatom Modulator Approach”, Yong-Sheng Wei, Liming Sun, Miao Wang, Jinhua Hong, Lianli Zou, Hongwen Liu, Yu Wang, Mei Zhang, Zheng Liu, Yinwei Li, Satoshi Horike, Kazu Suenaga, and Qiang Xu, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **59**, 16013–16022 (2020) (<https://dx.doi.org/10.1002/anie.202007221>)
- [29] “The Effect of Cation Mixing in LiNiO₂ toward the Oxygen Evolution Reaction”, Yadan Ren, Ryusei Yamaguchi, Tomoki Uchiyama, Yuki Orikasa, Toshiki Watanabe, Kentaro Yamamoto, Toshiyuki Matsunaga, Yoshinori Nishiki, Shigenori Mitsushima, and Yoshiharu Uchimoto, *ChemElectroChem*, **7**, 1–8 (2020) (<https://doi.org/10.1002/celec.202001207>)
- [30] “CO₂ distribution in CO₂-rich melanophlogite from Fortunillo, Tuscany, Italy”, Masami KANZAKI, *J. Mineralogical and Petrological Sci.*, **115**, 471–478 (2020)
- [31] “量子ビームなどの最新技術を用いた分析解析技術の現状”, 伊藤孝憲, *光アライアンス*, **2020** (10), 27-38 (2020)

- [32] “Oxygen Reduction Reaction Performance Tuning on Pt Nanoparticle/MWCNT Catalysts by Gd Species”, Satoshi Muratsugu, Hirosuke Matsui, Kotaro Higashi, Oki Sekizawa, Tomoya Uruga and Mizuki Tada, *J. Phys. Chem. C*, **124**, 26925 – 26936 (2020) (<https://dx.doi.org/10.1021/acs.jpcc.0c09308>)
- [33] “Mechanistic Understanding of the Heterogeneous, Rhodium-Cyclic (Alkyl) (Amino) Carbene-Catalyzed (Fluoro-) Arene Hydrogenation”, Mario P. Wiesenfeldt, Matthias Freitag, Satoshi Muratsugu, Satoru Ikemoto, Robert Knitsch, Jacob Schneidewind, Wolfgang Baumann, Andreas H. Schäfer, Alexander Timmer, Mizuki Tada, Michael Ryan Hansen, and Frank Glorius, *ACS Catal.*, **10**, 6309 – 6317 (2020) (<https://dx.doi.org/10.1021/acscatal.0c01074>)
- [34] “Solid-solution alloy nanoclusters of the immiscible gold-rhodium system achieved by a solid ligand-assisted approach for highly efficient catalysis”, Zhangpeng Li, Mitsunori Kitta, Nobuko Tsumori, Wenhan Guo, Zitao Zhang, Jianbo Zhang, Ruqiang Zou, and Qiang Xu, *Nano Res.*, **13** (1) , 105–111 (2020) (<https://doi.org/10.1007/s12274-019-2579-1>)
- [35] “Application of Sparse Modeling to Extended X-ray Absorption Fine Structure Spectra of Transition Metals”, Hiroyuki Setoyama, Ichiro Akai, Kazunori Iwamitsu, Yuuki Miyata, Sho Yakura, Yasuhiko Igarash, Masato Okada, Toshihiro Okajima, *J. Phys. Soc. Jpn.*, **89**, 7462 (2020) . (<https://doi.org/10.7566/JPSJ.89.074602>)
- [36] “Relative sensitivity factors for hard X-ray photoelectron spectroscopy with photon energies of 3.0, 5.9, 7.9, and 9.9 keV”, Satoshi Yasuno, Hirosaki Oji, Yoshio Watanabe, Ichiro Hirosawa, *Surf. Interf. Anal.*, **52** (12) , 869–874 (2020)
- [37] “スパース・モデリングを用いた広域 X 線吸収微細構造の解析”, 赤井一郎, 岩満一功, 五十嵐康彦, 岡田真人, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, *日本結晶学会誌*, **62**, 2 (2020)
- [38] “XAFS spectra from X-ray Fluorescence $K\beta$ line using conventional energy-discriminating detector”, Toshihiro Okajima, Hiroyuki Setoyama, Marek Brancewicz, Masahide Kawamoto, Yoshiharu Sakurai, *X-ray spectrometry*, **49**, 390 (2020)

(2) 外部発表 (2020年4月～2021年3月)

①国際会議

- [1] “Study on solid/solid- and solid/liquid-interface-dependent material properties for an artificial multiferroic system and additive manufacturing process”, A. Yamaguchi, S. Saegusa, R. Nakamura, N. Akamatsu, A. Nakao, I. Sakurai, I. Okada, Y. Utsumi, T. Ogasawara, K. Yamada, M. Oura, T. Ohkochi, *2020 International Conference on Solid State Devices and Materials (SSDM)*, September 27-30 (2020)

②総論・解説

- [1] “エピタキシャル層のX線評価—第10回(最終回)”竹田美和, *Crystal Lettes*, **74**(2020.5), 5-10 (2020)
- [2] “コロナ禍における学会講演会”竹田美和, *Crystal Lettes*, **75** (2020.9) 1(2020)
- [3] “ホール効果の測定と電気的評価—第1回—”竹田美和, *Crystal Lettes*, **75**(2020.9) 3-8(2020)
- [4] “あいちシンクロトロン光センターの概要と産業利用”竹田美和, *軽金属*, **75** (10) 483-489 (2020)
- [5] “ホール効果の測定と電気的評価—第2回—”竹田美和, *Crystal Lettes*, **76**(2021.1) 3-9(2021)
- [6] “コロナ禍における共用施設の運営”竹田美和, *Crystal Lettes*, **75** (2021.1) 56-58 (2021)
- [7] “あいちシンクロトロン光センター—新星の誕生—”竹田美和, *Series RISING STAR*, *News (科学技術交流ニュース)*, **26** (3) 4-5 (2021)

- [8] “光ビームプラットフォーム・軟X線吸収分光ラウンドロビン実験～あいちシンクロトロン光センターでの結果を中心に～”上原康, 杉山陽栄, 野本豊和, 村井崇章, 陰地宏, 柴田佳孝, 仲武昌史, 池野成裕, 須田耕平, 神岡武文, 太田俊明, 渡辺義夫, 竹田美和, *X線分析の進歩*, **52**, 113-126 (2021)

③学会・シンポジウム講演

- [1] “HAXPES標準化に向けた放射光ラウンドロビン実験”, 陰地宏, 安野聡, 崔芸涛, 池野成裕, 須田耕平, 神岡武文, 村井崇章, 柴田佳孝, 横溝臣智, 上原康, 廣沢一郎, 渡辺義夫, *第17回SPRING-8産業利用報告会* (2020年9月3日-4日, 神戸国際会議場, ハイブリッド開催)
- [2] “多重散乱効果を考慮したスパースモデリングによる銅箔の広域X線吸収微細構造解析”, 熊添博之, 五十嵐康彦, Fabio Iesari, 岩満一功, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, 赤井一郎, *日本物理学会2020年秋季大会* (2019年9月8日-11日, オンライン開催)
- [3] “透過法で計測されたFeO X線吸収端微細構造スペクトルのベイズ分光”, 藤木淑慎, 岩満一功, 熊添博之, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 赤井一郎, *日本物理学会2020年秋季大会* (2020年9月8日-11日, オンライン開催)
- [4] “EXAFS領域におけるFull-potential多重散乱計算”, 田村嘉章, 岡島敏浩, 畑田圭介, *第23回XAFS討論会* (2020年9月9日-11日, オンライン開催)
- [5] “放射光光化学反応による粒子合成に関する固液界面依存性”, 山口明啓, 三枝峻也, 櫻井郁也, 岡田育夫, 内海裕一, *第30回マイクロエレクトロニクスシンポジウム (MES 2020) エレクトロニクス実装*

学会 (2020 年 9 月 17 日)

- [6] “酸化ガリウム光触媒上に担持された銀ナノ粒子の In-situ XAFS 測定”, 北嶋乃樹, 山本宗昭, 陰地宏, 須田耕平, 塚田千恵, 柴田佳孝, 神岡武文, 永見哲夫, 田辺哲朗, 吉田朋子, 第 56 回 X 線分析討論会 (2020 年 10 月 28 日 - 29 日, オンライン開催)
- [7] “光ビームプラットフォーム・ラウンドロビン実験 - AichiSR での実施結果(3) -”, 上原康, 杉山陽栄, 野本豊和, 須田耕平, 太田俊明, 渡辺義夫, 竹田美和, 第 56 回 X 線分析討論会 (2020 年 10 月 29 日, オンライン開催)
- [8] “11 正則化による多重散乱効果を考慮した銅箔の広域 X 線吸収微細構造解析”, 熊添博之, 五十嵐康彦, Fabio Iesari, 岩満一功, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, 赤井一郎, 第 31 回光物性研究会 (2020 年 12 月 11 日 - 12 日, オンライン開催)
- [9] “MOF の分子吸着過程の in situ XAFS イメージング”, 坂本裕俊, 松井公佑, 山田笑葉, 堀彰宏, 松田亮太郎, 永見哲夫, 加藤弘泰, 東晃太郎, 宇留賀朋哉, 唯美津木, 第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム (2021 年 1 月 8 - 10 日, オンライン開催)
- [10] “国内放射光施設での硬 X 線 XAFS ラウンドロビン実験”, 瀬戸山寛之, 君島堅一, 渡辺剛, 須田耕平, 廣沢一郎, 上原康, 木村正雄, 妹尾与志木, 第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム (2021 年 1 月 10 日, オンライン開催)
- [11] “多重散乱効果を取り入れた銅箔の広域 X 線吸収微細構造に対するスパースモデリング解析” 熊添博之, 五十嵐康彦, Fabio Iesari, 岩満一功, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, 赤井一郎, 第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム (2021 年 1 月 8 日 - 11 日, オンライン開催)
- [12] “Analysis of Extended X-ray Absorption Fine Structure data using Deep Neural Networks”, Iesari Fabio, 岡島敏浩, 瀬戸山寛之, 妹尾与志木, 第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム(2021年1月8日-11日,オンライン開催)
- [13] “多重散乱効果を考慮したスパースモデリングによる Cu_2O の広域 X 線吸収微細構造解析”, 熊添博之, 五十嵐康彦, Fabio Iesari, 岩満一功, 瀬戸山寛之, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, 赤井一郎, 第 76 回日本物理学会年次大会 (2021 年 3 月 12 日 - 15 日, オンライン開催)
- [14] “補色順化を制御するシアノバクテリアオクロム光受容体 RcaE の赤色光吸収型の構造解析” 永江峰幸, 海野雅司, 小泉太貴, 宮ノ入洋平, 藤澤知績, 増井健人, 加茂尊也, 和田啓, 浴俊彦, 伊藤隆, 三島正規, 広瀬侑, 第 62 回日本植物生理学会年会 (2021 年 3 月 14 日 - 16 日, オンライン開催)
- [15] “オペランド CT-XAFS による MOF 結晶内の分子吸着過程の三次元イメージング”, 山田笑葉, 坂本裕俊, 松井公佑, 堀彰宏, 松田亮太郎, 永見哲夫, 加藤弘泰, 東晃太郎, 宇留賀朋哉, 唯美津木, 日本化学会 第 101 春季年会 2021 (2021 年 3 月 19 日 - 22 日, オンライン開催)

④その他の発表および講演

- [1] “あいちシンクロtron光センターでのX線CT測定”,
櫻井郁也, 2020年度シンクロtron光利用者研究会
(2020年11月9日)

⑤プレスリリース等

2020年11月16日 名古屋工業大学

放射光を利用することにより熱電変換性能に関係
する歪の観測に成功 — 歪を利用した新たな熱電
変換材料の開発に期待 —

(名古屋工業大学大学院工学研究科 物理工学
専攻 宮崎秀俊准教授)

2021年2月10日 中日新聞

はやぶさ2採取の試料散逸防げ 極小分析台が大役
(名古屋大学 シンクロtron光研究センター
櫻井郁也)

2021年2月24日 ラジオ FM Aichi

[DAYDREAM MAGIC]

地球の生命誕生の秘密を探る研究に愛知の技術
が役立っています (名古屋大学 シンクロtron光
研究センター 櫻井郁也)

3.2 光源加速器

I ビーム軌道の安定化

あいちSR電子蓄積リングの閉軌道歪みの補正は、毎朝の加速器の起動後、300 mA トップアップ運転に移行した直後に行っている。通常は1日の運転中でこの1回のみである。この閉軌道の変化を抑えるため、逐次的な閉軌道歪みの補正方法を検討した。図1は、逐次的な鉛直方向の閉軌道歪みの補正あり、なしでの、ビーム軌道の変化の様子を示したものである。四角で囲った数字は電子蓄積リングに設置したビームポジションモニター (BPM) の番号である。図中赤枠外の時間帯で補正を行っている。この図より、赤枠外の時間帯のほうが、赤枠で囲った時間帯に比べ、ビームの振動が抑えられていることが分かる。以上の結果、補正を行わない場合と比較して補正を実施した方が閉軌道歪みの時間変動を抑えることができることが分かった [1]。

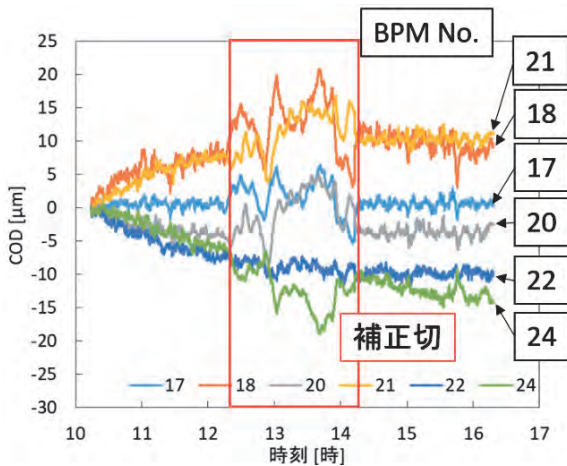


図1 逐次的な鉛直方向閉軌道歪みの補正結果

II 入射効率の向上

入射ビームの初期振動を抑えるために電子蓄積リングに設置したパルス6極電磁石を用いた入射において、入射直後の入射ビームの位相空間上での分布の測定を行った。本研究の過程で、入射ビームエネルギーが蓄積ビームのエネルギーよりも0.46%低いことが判明した。これは、エネルギーをやや低くする方が入射ビームの初期振動振幅を小さくでき、入射効率の点で有利であると考えられる。またパルス

6極電磁石の励磁タイミングで入射効率に最適な条件を見出し、入射ビームはパルス6極電磁石から極性の異なる複数回の摂動を受けたときに入射効率が高くなることを明らかにした。図2はパルス6極電磁石を用いた入射における入射ビームの位相空間分布である。位相空間上でのビームのふるまいから、二週目以降においてビームの運動方向を打ち消す向きに摂動が働く結果、ベータatron振動の振幅が効果的に小さくなるためであると考えられる [2]。

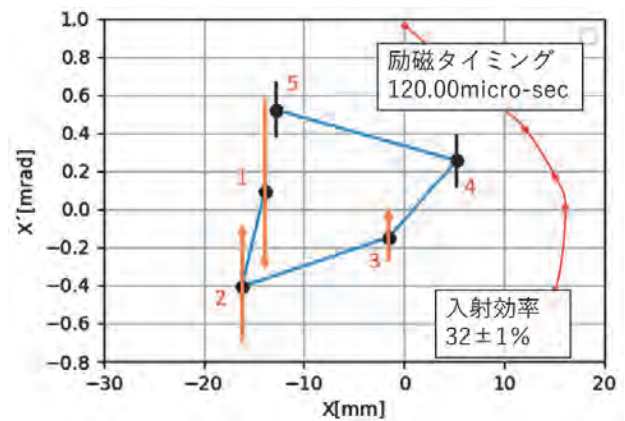


図2 パルス6極電磁石を用いた入射における入射ビームの位相空間分布。パルス6極電磁石の励磁タイミングを入射効率が最もよい条件に設定した場合の、入射後5週目までの位相空間内での分布と、1～3週目におけるパルス6極電磁石から受けるキックの方向と大きさを矢印で示す。

[1] 中尾海斗, “あいちSR電子ストレージリングにおける電子ビーム軌道の周期的フィードバックシステムの開発”, 令和2年度名古屋大学大学院工学研究科材料デザイン工学専攻修士論文

[2] 堀 遥輝, “あいちSRにおけるパルス六極電磁石入射のビーム力学的研究”, 令和2年度名古屋大学大学院工学研究科材料デザイン工学専攻修士論文

3.3 ビームライン

in-situ XAFS 測定用ガス導入セル

BL6N1 (軟X線 XAFS・光電子分光 I)

in-situ XAFS 測定用ガス導入セルを用いて、潮解性の高い塩化クロム(Ⅲ)6水和物($\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)の乾燥及び湿潤雰囲気におけるCl K吸収端 XAFS スペクトルを測定した。乾燥はHeガスそのまま、湿潤は水のバブリングを通してHeガスを供給し、雰囲気制御を行った。

図1に、部分蛍光収量法で測定した乾燥および湿潤Heガス供給時のCl K吸収端 XAFS スペクトルを示す。乾燥Heと湿潤He供給時に XAFS スペクトルに変化が見られ、湿潤時よりも乾燥時の方が2821 eV付近のピークAが大きく、2823-2834 eV付近のピークBの形状も両者で異なる様子が見られた。乾燥及び湿潤Heガスを交互に供給し、可逆的なスペクトル変化がみられたことから、ガス導入セルが順調に機能していることが確認できた。図2に、ガス導入セルを使わずに $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ を風解させたときのCl K吸収端 XAFS スペクトルを示す。風解後は乾燥He雰囲気下と同様にピークAが大きくなっている様子が見られた。これは、水和物が水分を失うことによる変化に起因していると考えられ、本ガス導入セルにおいても雰囲気制御により同様な変化を観察することができたと考えられる。

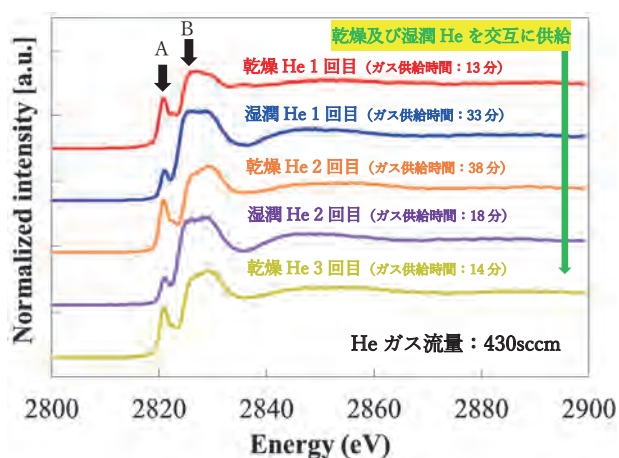


図1 乾燥及び湿潤Heガスを供給した際の $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ のCl K吸収端 XAFS スペクトル

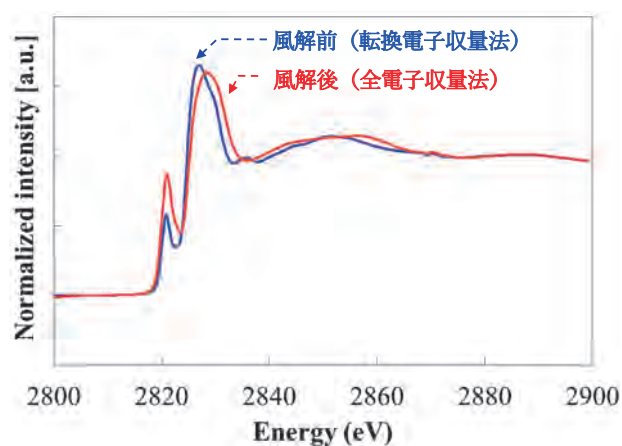


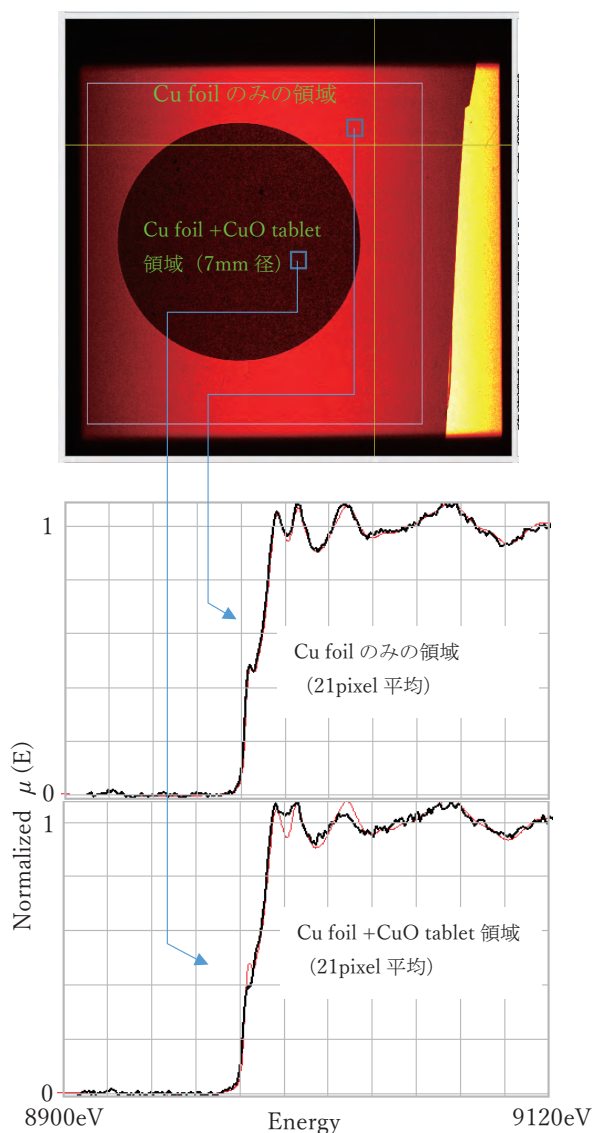
図2 風解前(青)後(赤)の $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ のCl K吸収端 XAFS スペクトル(ガス導入セル不使用)

2次元 XAFS 測定システム

BL8S2 (X線トポグラフィ・X線CT: 愛知県)

単色X線イメージング測定とCT測定システムを活用し、2次元、3次元のイメージング XAFS 測定システムの開発を行った。今回、2次元 XAFS 測定システムの検証として、銅箔と窒化ホウ素を混合して作製した直径7 mmのCuOペレットを重ねたものを使用して、横13 mm×縦12 mmの検出器視野でエネルギー範囲8900 eV~9120 eVの XAFS スペクトルの測定を行った。エネルギーステップは1 eVで、1点あたり100 msecで積算を行った。また、検出器の1 pixelあたりの大きさは $6.5\mu\text{m} \times 6.5\mu\text{m}$ となる。

図1に、 $h\nu=9100$ eVで得られた透過像を示す。また図2に各領域にて抽出した XAFS スペクトルを示す。抽出範囲については1 pixelでは非常に荒いスペクトルとなったが、21 pixelの平均をかけることによって比較的平滑なスペクトルとなった。抽出した XAFS スペクトルを確認した結果、Cu foilのみの領域のスペクトルはBL11S2で取得したCu foilのスペクトルとほぼ同等なスペクトルが得られた。また、Cu foilとCuO tabletが重なった領域ではCu foilと異なるスペクトルが得られた。



(上) 図1 $h\nu=9100$ eV で得られた試料の透過像
 (下) 図2 図1の各点から抽出した XAFS スペクトル
 (黒線)。赤線は硬 X 線 XAFS ビームラインで取得
 した Cu foil スペクトルから得られたスペクトル)

**溶液層厚み可変セル
 BL11S2 (硬 X 線 XAFS II)**

硫酸銅水溶液を用いて、試料の厚みを変えながら Cu の K 吸収端 XAFS スペクトルの測定を透過法にて行った。厚みは溶液層厚み可変セルを用いて、1 mm から 0.0125 mm の間で変化させた。

図1に各厚みで測定した Cu の K 吸収端 XAFS スペクトルを示す。いずれの厚みにおいても明瞭なスペクトルが得られており、厚みに依存してスペク

トルが変化する様子が見られる。図2に各スペクトルから求めたエッジジャンプ量と厚みから計算されたエッジジャンプ量の理論値の比較を示す。エッジジャンプ量は、おおむね理論値から逸脱しない値となったが、0.1 mm 以下あたりからエッジジャンプの変化量の線形性がやや失われている様子が見られた。これについては、厚み可変機構のネジ (1回転 1 mm 変動) を手動で動かすときの誤差の影響が大きくなったため、若しくは厚みを薄くしたとき、液圧によってカプトン窓が少し膨らんでいたためと考えられる。今後、更なる改良を検討していく。

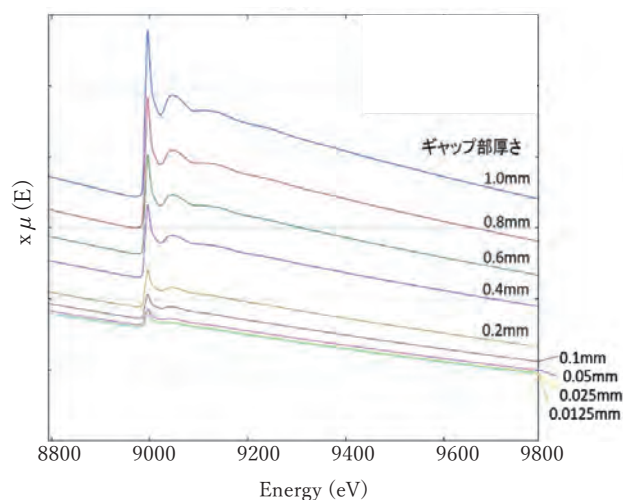


図1 硫酸銅水溶液の各厚みにおける Cu K 吸収端 XAFS スペクトル

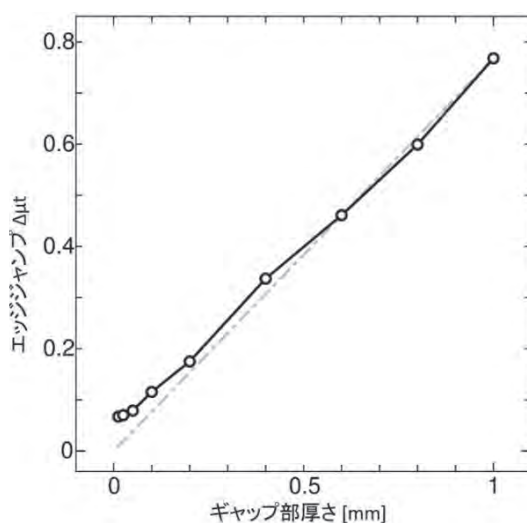


図2 各スペクトルから求めたエッジジャンプ量 (破線は厚みから計算されたエッジジャンプ量の理論値)

3.4 科研費等外部資金の獲得状況

(1) 科研費

研究種目	研究課題	研究者	交付決定額（配分額）			備考
			直接経費	間接経費	合計	
基盤研究（B）	高電圧印加に伴う高分子の階層構造変化追跡と絶縁破壊機構の解明	山元 博子 (研究分担者)	400 千円 ※1	120 千円 ※1	520 千円 ※1	研究代表者： 豊田工業大学・ 田代孝二特任教授
基盤研究（C） （一般）	ダイヤモンド結晶中の遷移金属不純物と転位のインタラクション	花田 賢志 (研究代表者)	160 千円 ※2	48 千円 ※2	208 千円 ※2	研究分担者： 名古屋大学・ 田淵雅夫教授 山梨大学・ 有元圭介准教授
若手研究	省エネルギー社会に向けた近赤外光を吸収する単分散の窒化チタンナノ粒子の開発	塚田 千恵 (研究代表者)	2,200 千円	660 千円	2,860 千円	

※1 研究代表者からの配分額

※2 研究分担者への配分額を除く

(2) その他（委託事業）

事業名	委託業務の題目	委託契約額	備考
科学技術試験研究委託事業	光ビームプラットフォーム	13,988,900 円	委託元： 高エネルギー加速器研究機構

4. 施設運営の記録

4.1 光源

2020年度における加速器の総運転時間は1919時間であり放射光ユーザーの利用時間は1360時間であった。計画されたユーザー利用運転時間に対して光源が運転できなかった時間は約18時間であり、稼働率は約98.6%であった。

図1は2020年度における当初計画されたユーザー利用運転時間に対する光源加速器の運転時間の割合（稼働率）を1日毎に示した図である。あいちSRでは、毎年4月に1ヶ月ほど加速器のメンテナンス期間を設けており、5月の連休明けからユーザー利用が行われている。また、10月下旬にも1週間ほどのメンテナンス期間を設けている。年末年始は休日及び調整運転のため2週間ほどユーザー利用が行われていない期間がある。2020年9月8日に直線加速器クライストロンヒータ電流値がインターロック下限値よりも低下し、インターロック下限値の再設定作業が終了するまで終日運転を停止した。

ブースターシンクロトロンおよび蓄積リング入射セプタム部の真空悪化が2015年頃から発生している。蓄積リング入射セプタム電磁石直下に据え付けられているDiode型500L/sイオンポンプや高エネルギービーム輸送路部分に設置している20L/sイオ

ンポンプの能力が低下している可能性を考え、2018年からこれらの交換等、真空系の改良を行っている。ブースターシンクロトロンの入・出射セプタム部や蓄積リング入射セプタム部では、積層鋼板が真空槽内に設置されており、これらからのガス放出が真空悪化の原因として考えられる。そのため、真空能力の増強とイオンポンプの劣化を抑えるため、2019年4月のメンテナンスで蓄積リング入射セプタム部に $10^5 \sim 10^7$ Pa領域で使用できる新しいゲッター材を用いたNEGポンプを増設した。また2019年10月にはブースターシンクロトロン入射セプタム部および出射セプタム部に同様のNEGポンプの増設を行った。2020年10月および2021年4月のメンテナンスにおいて、ブースターおよび蓄積リング入射セプタム部の排気能力を強化するため、イオンポンプの交換およびNEGポンプの追加を行った。2018年4月以降に行った主な真空系の改良は表1の通りである。

ブースターシンクロトロンや直線加速器においてイオンポンプの不調が生じており、イオンポンプの交換やNEGポンプの追加を行った。イオンポンプコントローラの故障も多くなってきており、更新の計画を進めている。

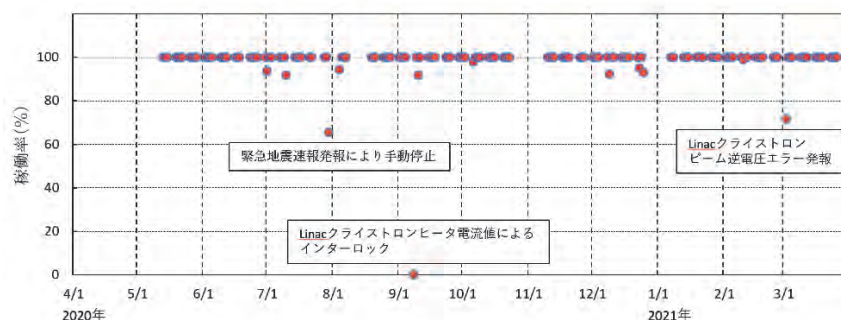


図1. 2020年度の稼働率

表1. 2018年4月以降の真空系の改良

2018年4月	蓄積リング入射セプタム部の500L/sイオンポンプ及び高エネルギービーム輸送路の2台の20L/sイオンポンプを交換。
2019年4月	蓄積リング入射セプタム部にNEGポンプを追加。
2019年5月	蓄積リング入射セプタム部及びブースター入・出セプタム部、出射キッカー部の排気ポート部の圧空弁及びターボ分子ポンプを遠隔制御化。
2019年10月	ブースター入・出射セプタム部へNEGポンプを追加。
2020年10月	ブースター入射セプタム周辺の2カ所についてそれぞれ、20L/sイオンポンプを55L/sへ交換しNEGポンプ追加及び、55L/sイオンポンプとNEGポンプ追加。

4.2 ビームラインの状況

BL1N2 (軟 X 線 XAFS・光電子分光Ⅱ)

(1) 運転状況

2020年度は、全ての利用がXAFSを中心とした分析で使われた。XAFS測定では、主に全電子収量法と部分蛍光収量法の同時測定がなされている。また、それに付随して部分蛍光収量法のためのXRF測定やエネルギー補正值に必要な金の内殻準位のXPSが行われている(図1(a))。2020年度最も測定頻度が高かった元素は酸素であった(図1(b))。これは測定試料に有機材料が多いことのほか、アルミニウムやチタンなどの軽金属、鉄やニッケルなどの遷移金属、セリウムやユーロピウムなどのランタノイドの酸化物が多いためである。材料の種類としては、有機材料30%、電池材料23%、金属材料15%の順に多かった。

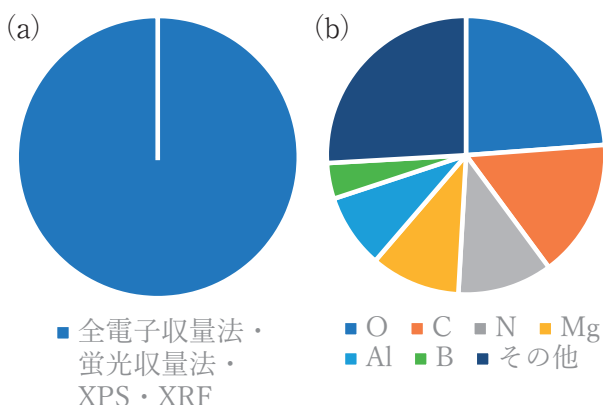


図1 BL1N2の2020年度の(a)測定手法割合及び(b)測定元素割合

(2) 改善状況

ロードロック室急速停止ターボ分子ポンプの導入

全ての測定が真空中で行われるBL1N2において、試料を装置へ導入するために費やす時間は短くない。

これまで使用してきた測定室の前室であるロードロック室のターボ分子ポンプは停止するのに30分間待つ必要があった。2020年度、ロードロック室に3台あるうちの1台を、2分で急速停止するターボ分子ポンプに置き換えた。2分で停止する1台の

みを停止させ、他の2台はゲートバルブによって真空中に切り離し停止させる事なく、窒素ガスをロードロック室に充填、短時間で大気圧に戻す事が可能となった。試料の出し入れに要する時間が短縮され、利用途中で試料の出し入れが容易となった。帯電が酷い試料の準備方法を検討し直し、再度挑戦するなど、利用者の失敗を減らす事につながっている。また、全ての利用者が測定後の片付けに要する時間を短縮でき、測定できるスペクトル数が増えるなどしている。

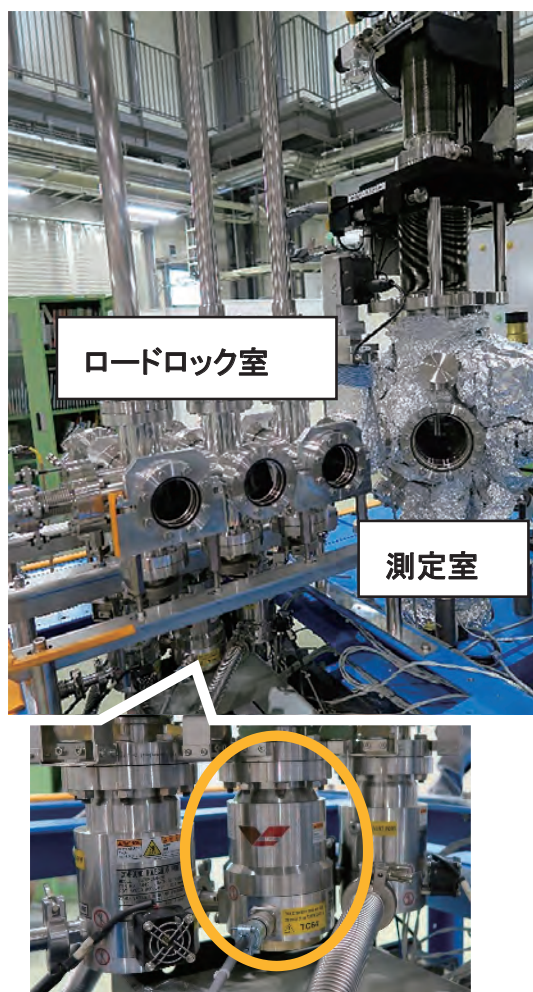


図2 BL1N2ロードロック室周辺の写真

BL2S1 (単結晶 X 線回折：名古屋大学)

(1) 運転状況

名古屋大学ビームラインBL2S1では、2020年度は大きな問題もなく順調に運用することができた。ユーザーが利用した測定方法として、単結晶

回折、粉末回折、ダイヤモンドアンビルセルを使った高圧下の回折測定の実験が行われた（図3 (a)）。BL2S1では、3種類のX線エネルギー（6.88, 11.07, 16.53 keV）が選択可能であるが、2020年度の測定では、後者の2種類だけが利用された（図3 (b)）。これは、利用の多かった生体高分子や無機材料の回折実験に適したエネルギーであることを示している。ビームラインの高度化として、データ収集法やX線ビーム調整の最適化を行い、ユーザーに高品質なX線ビームの提供を実施した。

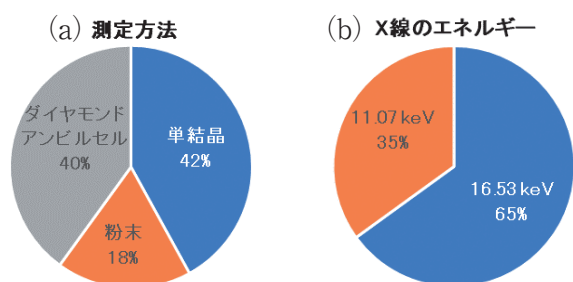


図3 BL2S1の2020年度利用された(a)測定手法と(b)X線エネルギーの割合

(2) 改善状況

BL2S1では、測定手法と試料に応じて3種類のX線エネルギーの選択が可能である。改造計画では、ユーザーの利用頻度の高い2つのエネルギーの切り替えを迅速に行えるように改造する。モノクロチャンバーには十分なスペースがあるため、2種類の非対称分光結晶設置し、機械的に切り換える機構の導入を計画している（図4）。2021年秋のコミッショニングを予定している。

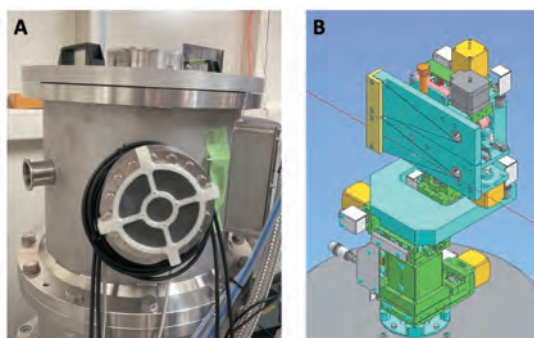


図4 BL2S1の(A)モノクロチャンバー及び(B)2種類の分光結晶の切り替え機構

BL2S3（デンソービームライン）

(1) 運転状況

BL2S3はXAFS、XRD、X線CTを切り替えて利用している。図5に2020年度のそれらの利用割合を示す。尚、それぞれ測定以外に装置整備や技術開発利用も含んでいる。装置毎に見るとXAFSでおよそ5割程度利用しており、次にX線CTで3割程度利用していた。測定元素としては、XAFSでは、Fe、Ni、Cuなどの3d遷移金属が多かった。また測定の内容としては、透過法の測定が主体であったが、各種ガスや昇温環境下での反応を見るための*in situ*測定でも多く利用した。XRDでは、本年度は安定的な利用を目指した整備利用が主体であった。X線CTでは、樹脂材料の内部構造イメージング等での利用が多かった。

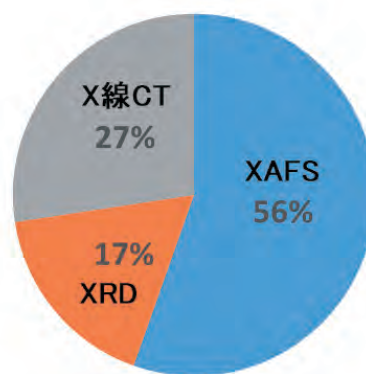


図5 BL2S3の2020年度利用された測定手法の割合

(2) 改善状況

自動プレミックガス供給装置の導入

従来、XAFS用イオンチャンバへの導入ガスは事前に混合割合を決めたプレミックガスボンベ（4種類）を購入し使用していたが、ボンベ種及びガス流量（大流量→小流量）の手動切り替えに伴うヒューマンエラーや使用頻度や使用量のバラつきにより適正に選択する事が出来ない問題があった。それらを改善するため、今回He、N₂、ArのG1グレードガスを任意の割合で混合するガス混合器（スタティックミキサ）と1/8と1/4配管を用いた折り返し構造を採用することで、安定的なプレミックガス供給が可能となった（図6）。制御システムは、ガス種と

混合割合を設定でき(図7)、流量(大流量→小流量)は自動切換え制御とした。これらは利便性や測定精度向上にもつながると考えている。

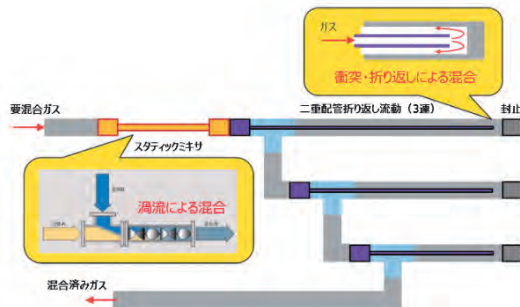


図6 プレミックスガスの供給ライン



図7 プレミックスガス供給システムのPC操作画面

BL5S1 (硬 X線 XAFS I)

(1) 運転状況

BL5S1は年間通して大きなトラブルなく運用することができた。図8に2020年度の測定手法及び測定元素の割合を示す。測定手法毎に見ると透過法、蛍光法でそれぞれ5割程度利用されており、転換電子収量法はわずかであった。測定元素としては、電子材料や鉄鋼材料でよく用いられるTi、Mn、Fe、Co、Niなどの3d遷移金属や、触媒などによく用いられるCeやPtが多かった。また測定の内容としては、単純な透過法や蛍光法の測定だけでなく、ガスや温度、電気化学的な反応を見るための*in-situ*測定や、マイクロキャピラリーを用いた微小部測定、2次元マッピングなども多く利用された。

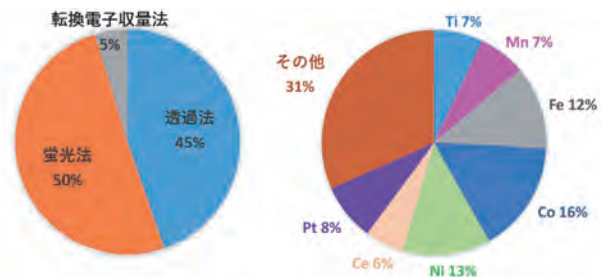


図8 BL5S1の2020年度の測定手法割合(左)及び測定元素割合(右)

(2) 改善状況

高次光除去ミラーの導入

図9に示す高次光除去ミラーがBL5S1に導入されたことにより、低エネルギー配置(5~9 keV)においても通常エネルギー配置(7~18 keV)と同様にビームサイズ0.5 mm角で利用が可能となった。ミラーコート材はAuである。新たに導入された高次光除去ミラーは視斜角7 mradで運用しており、カットオフは約12 keVである。光線強度は 4×10^{10} cps@6 keVであり、高次光除去率を向上させ、かつ従来の低エネルギー配置と同等の強度を確保できている(図10)。

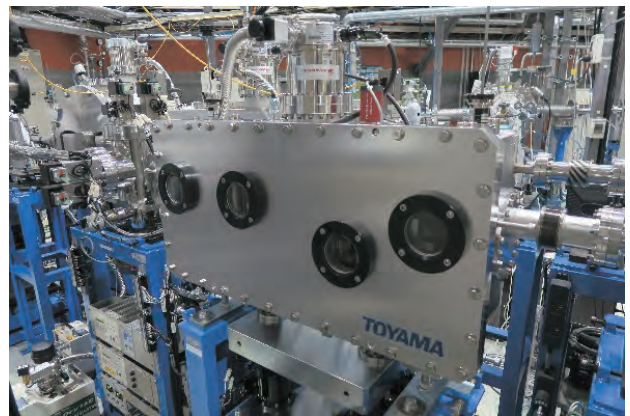


図9 BL5S1に導入された高次光除去ミラー

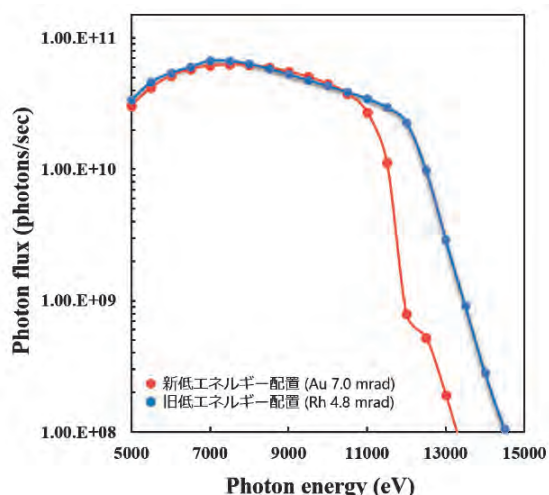


図10 高次光除去ミラー導入前後の新旧低エネルギー配置のフォトンフラックス

BL5S2 (粉末 X 線回折)

(1) 運転状況

BL5S2は年間通して大きなトラブルなく運用することができた。利用状況に関しては、社会情勢による移動制限の影響もあり、図11 (a) に示す通り測定代行の割合が例年より多く、約4分の1程度を占め、全BLの中で一番多い結果となった。試料が標準化されていることや自動化が進んでいることもその要因と思われる。

また測定手法では、図11 (b) に示す通りその多くが室温での透過測定であったが、高温、低温測定といった温度変化させながらの測定も4割程度を占め、変化の過程を素早く観察できる放射光の特徴を活かした手法も多く利用された。その他、*in situ* 測定やPDF解析、高速連続測定といった測定も行われた。

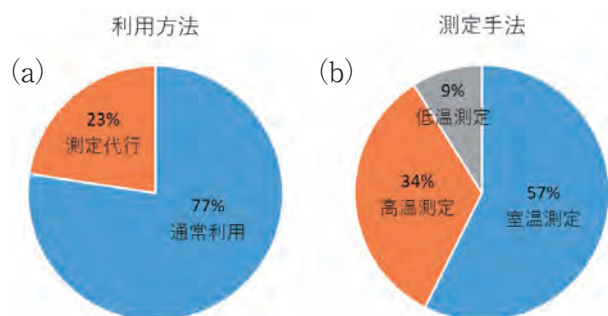


図11 BL5S2の2020年度の (a) 利用形態割合及び (b) 測定手法の割合

(2) 改善状況

BL5S2では今年度、利用効率の向上を目的とした改善を行った。その1つとして図12に示す試料を自動で交換するサンプルチェンジャーの高速化と、試料を測定位置に調整するセンタリングシステムの動作の改良を行った。今後これらの改良点を測定プログラムに導入することで、測定以外に要する試料の交換及び位置調整の時間を、従来の半分程度にまで短縮していく予定である。

その他、高温及び低温ガスの吹付に必要な窒素ガスを生成する「窒素ガス発生装置」を1台追加した。窒素ガス生成量の関係から、従来3時間程度かかっていた高温測定と低温測定の切替えが1時間以内に短縮され、同日に高温測定、低温測定を行うことが可能となった。

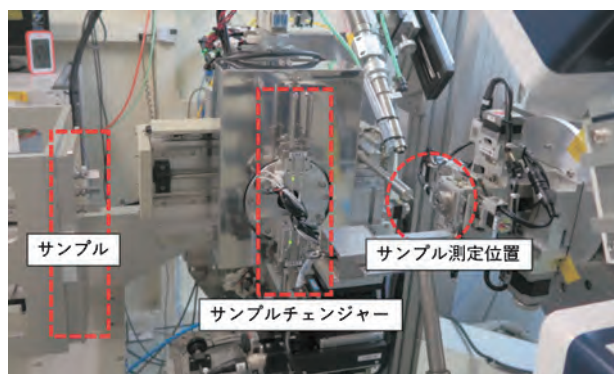


図12 BL5S2の高速化したサンプルチェンジャー

BL6N1 (軟 X 線 XAFS・光電子分光 I)

(1) 運転状況

2020年度におけるBL6N1での分析方法及び測定試料分類の利用時間割合を図13に示す。分析方法割合を見るとXAFSが8割以上を占め、そのなかでも大気圧チェンバーを使用したXAFSが7割以上を占めた。測定試料分類としては触媒が最も多く、次いで鋼材、土壌、ゴム、電池材料と続き、リピート利用ユーザーの測定する試料分類が上位を占めた。測定の内容としては通常の試料プレートを使用した測定以外に、特殊な装置を使用した測定も行われた。ビームラインで準備したガス導入セルや低温測定用

試料ホルダーを使用した測定や、ユーザー持込の特殊装置を使用した測定が2019年度よりも増加した。また、ユーザーが作製する特殊装置についての相談も多かった。

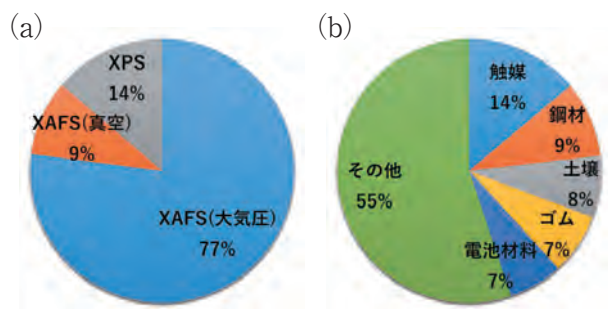


図13 BL6N1の2020年度利用された(a)測定手法割合及び(b)測定試料分類割合

(2) 改善状況

特殊測定装置の開発

2019年度に導入した大気圧チェンバーに設置可能なガス導入セル(図14)に、いくつかの改良を行った。まず、試料台の改良を行い、確実な試料固定による測定精度と測定効率の向上を図った。排ガス配管経路及びサイズの見直しにより、流量を大幅に増加させられるようになった。さらに、排気ラインの整備により可燃性ガスや支燃性ガスが発生する実験にも対応が可能となった[1-3]。

液体窒素温度でのXAFS測定への対応として、液体窒素溜めを有し、複数試料を同時に冷却可能な試料ホルダーを新たに作製した[4]。



図14 改良したBL6N1のガス導入セル

参考文献

1. 2020年度 公共等利用 成果報告書 202003001
2. 2020年度 公共等利用 成果報告書 202004041
3. 2020年度 公共等利用 成果報告書 202005042
4. 2020年度 成果公開無償利用事業 2020P0109

BL7U (真空紫外分光)

(1) 運転状況

2020年度における所属機関別のBL7Uの利用実績は、大学63% 民間企業29% 公的研究機関等7%であり、基礎研究が多い。測定手法としては、軟X線吸収分光(XAFS)、内殻光電子分光(XPS)、価電子帯角度分解光電子分光(ARPES)実験が行われている。XAFS実験はほぼ全ての測定で全電子収量(TEY)、全蛍光収量(TFY)、オージェ電子収量/部分電子収量(AEY/PEY)の同時計測を行っている。また、一部の実験ではXAFSとXPSを併用した測定が行われている。XPSには、光電子分光を利用した仕事関数の計測も含む。ARPES測定では、多くの実験で詳細なエネルギーバンド分散を得るために極低温での測定を行った。試料としては、電池材料、有機材料、土壌、単原子膜などがあるが、大学等による基礎研究が多いことからこれらに分類されない試料も多い。

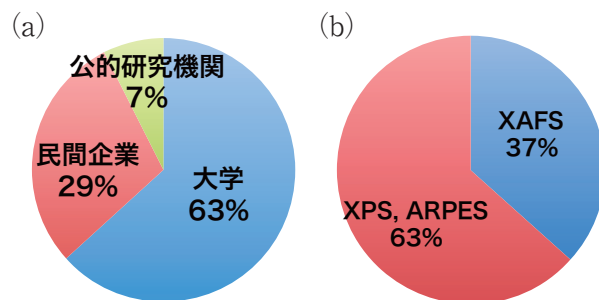


図15 BL7Uの2020年度の(a)所属別利用割合と(b)測定手法割合

(2) 改善状況

ビームライン分光器は室温変動による各コンポーネントの僅かな位置変動により分光された軟X線の

エネルギーに誤差が生じる。特にBL7Uはビームライン長が35 mを超え、上流部と下流部で室温変動が異なるため影響が大きい。そのため、軟 X 線のエネルギーを決める主要なコンポーネントである入射スリット・回折格子・出射スリット部に図 16 (a) に示すビニールブースを設置した。これによりそれらのコンポーネントの変動の揃えることができた。さらなる安定化のためにビニールブース内に局所空調機を設置することを検討している。

また、2021 年度に高分解能光電子分光・軟 X 線 XAFS 装置の更新を予定している。6 軸マニピュレータの導入により試料姿勢制御の自由度が大きく増える予定である。

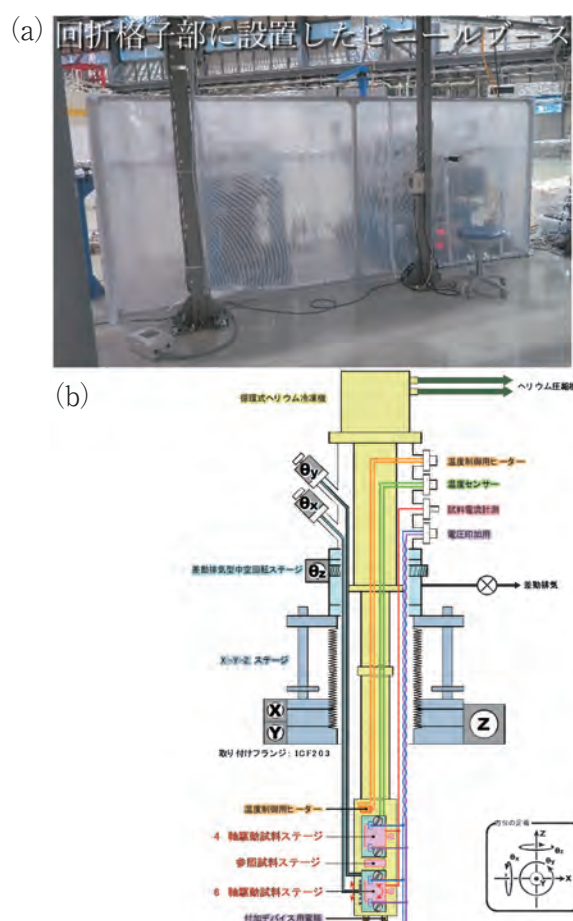


図 16 (a) BL7U に設置したビニールブースと (b) 2021 年度導入予定の極低温 6 軸マニピュレータの模式図

BL8S1 (薄膜 X 線回折)

(1) 運転状況

BL8S1 は年間通して大きなトラブルなく運用することができた。図 17 に 2020 年度の利用エネルギー (a) 及び使用検出器の割合 (b) を示す。利用エネルギーは 9.15 keV と 14.37 keV が共に 46% だった。選択の理由は、試料からの蛍光 X 線によるバックグラウンドの増加を避けるためというものが多かった。また、22.7 keV が 8% と例年に比べて増加した。22.7 keV が採用された理由は透過配置での測定と Q-range を広く取りたいというものだった。検出器は 2 次元検出器 (2D) の利用が大幅に増加し、シンチレーションカウンタ (0D) を上回った。測定手法は $\theta/2\theta$ 法、入射角固定 2θ 法、In-Plane 回折、残留応力、反射率、極点図測定などがあつた。また、上記手法にマッピング、高温、*in-situ* 測定を組み合わせさせた利用もあつた。

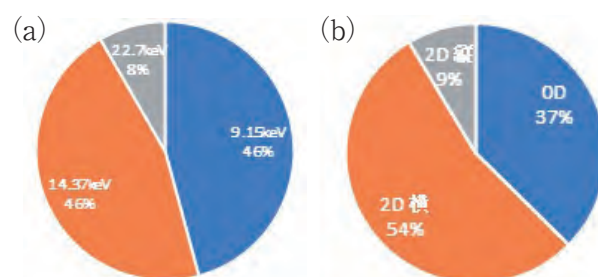


図 17 BL8S1 の 2020 年度に利用された (a) X 線エネルギー割合及び (b) 検出器割合

(2) 改善状況

小型スリットの導入

これまで BL8S1 に設置された SmartLab 回折計の 2θ 上限は 138° だったが、回折計上流の 4 象限スリットを小型の機種 (神津精機製: GHM-12) に交換したことによって、図 18 に示すようにビームの整形、平行化性能を損なうことなく、 2θ 上限を 160° まで拡張できた。なお、シンチレーションカウンタよりサイズが大きい PILATUS 検出器を使用する場合の 2θ 上限は 155° となる。

高角のピークまで測定する意義としては、格子面

間隔がより精度良く算出できる。また、温度因子や歪み、結晶子サイズの影響もより顕著になる。一方、高角のピークは強度が弱く、測定時間が長くなる傾向があるが、放射光を使用することでより短時間で測定が可能となる。

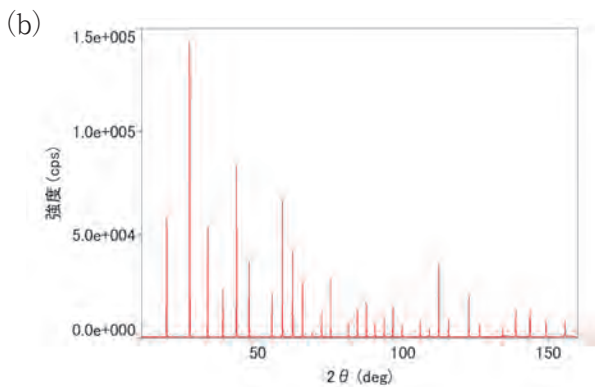
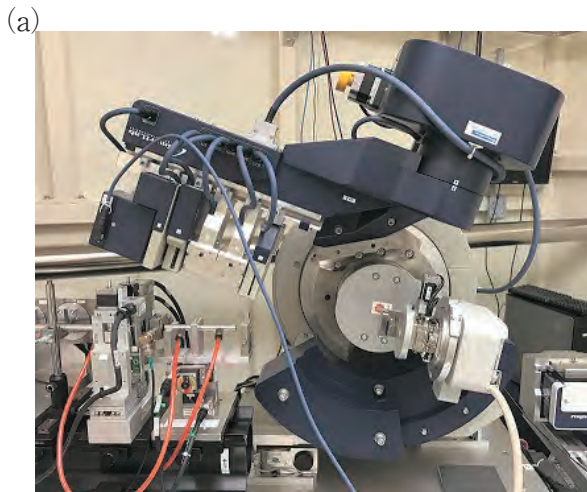


図 18 (a) 小型スリット導入後の高角度測定時の写真と (b) LaB₆ 回折データ (9.15 keV、2θ:10°～160°)

BL8S2 (X線トポグラフィ・X線CT：愛知県)

(1) 運転状況

BL8S2では、X線トポグラフィ、LIGA (X線リソグラフィ)、2次元ロッキングカーブ (2D-RC) 測定、X線照射実験、X線CT測定、2次元XAFS (2DXAFS)、CT-XAFSなど、様々な種類の実験が可能である。図19に示したように2017～2018年度は、X線トポグラフィ (2D-RCを含む) の利用が半分以上を占め、LIGAの利用が3～4割を占めて

いた。その他、X線照射実験とX線CT実験の利用が行われた。2019～2020年度は、X線CT実験の利用が増えて全利用シフトの半数以上を占め、X線トポグラフィ実験の利用が4分の1近く行われ、その他、LIGA、X線照射実験、2次元XAFSの利用も行われた。企業、大学、研究所、公施設、当財団からの利用が行われた。

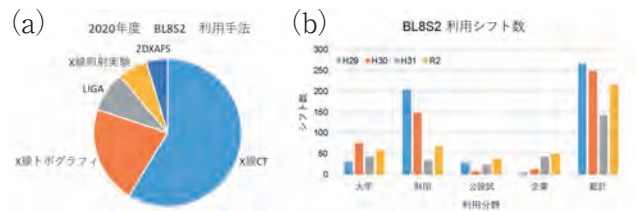


図 19 BL8S2 の (a) 2020 年度の実験手法内訳及び (b) 2017～2020 年度の利用者内訳

(2) 改善状況

位相 CT 測定システムの導入

BL8S2では、白色X線および単色X線を用いた吸収コントラストX線CT測定により、試料の断面微細構造および3次元微細構造を非破壊で観察す



図 20 導入中の位相コントラスト CT 測定システム

ることができる。しかし、生体材料、植物試料、軽元素材料など、吸収コントラスト X 線 CT では観察困難な試料がある。これらの試料の非破壊 3 次元微細構造観察を可能にするために、図 20 で示したような位相コントラスト X 線 CT 測定システムの構築を、知の拠点あいち重点研究プロジェクト III「革新的シンクロトン光 CT 技術による次世代モノづくり産業創成」のもとに行っている。現在、位相 CT の高分解能化のための測定システムの高度化を進めるとともに、ユーザー利用を可能にするために基盤整備を進めている。

BL8S3 (広角・小角 X 線散乱)

(1) 運転状況

2020 年度の BL8S3 の利用状況は、コロナ禍の影響もあり、測定代行の比率が高い利用割合となった。また、2020 年度は新規ユーザーが増加し、ユーザー利用率についても、増加した。図 21 に、測定手法および各カメラ長の利用率を示す。2020 年度の測定手法については、9 割の利用が透過法であり、斜入射小角 X 線散乱・広角 X 線回折法は、1 割程度であった。各カメラ長における利用率では、カメラ長 4 m の小角 X 線散乱法の利用が一番多く、次にカメラ長 1 m がよく利用された。材料においては、高分子のユーザーが一番多く、セラミックスと金属材料のユーザーは少なかった。静的な測定だけでなく、反応過程、温度依存性または伸長過程などの *in-situ* 実験のユーザーも増加した。

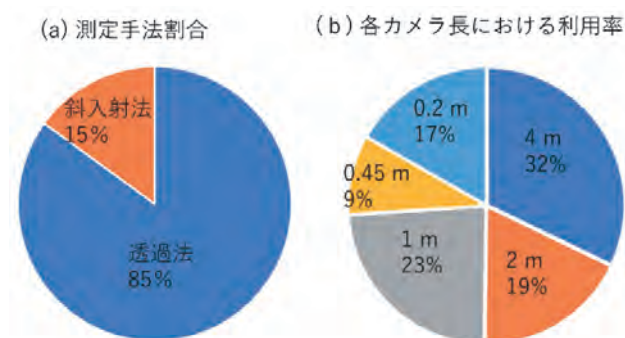


図 21 BL8S3 の 2020 年度利用された (a) 測定手法割合および (b) カメラ長の割合

(2) 改善状況

大排気量真空ポンプおよび多連サンプルチェンジャーの導入

材料の機能の発現を理解するためには、階層構造を詳細に把握することが必要不可欠である。そのため、カメラ長を切り替えて実験することは重要となる。しかし、真空パスの切り替えには、2 時間以上かかっていた。そこで、図 22 (a) (b) に示すように真空パスを引くための真空ポンプの配置の変更および排気量の異なる真空ポンプを導入した。実験ハッチ外に配置しているポンプを 600L/min から 1000L/min へと変更し、600L/min のポンプを実験ハッチ内に設置した。その結果、切り替えにかかる時間を 30 分短縮できた。また、試料変更時間を削減し、図 22 (c) に示す通り連続測定を可能にする多連サンプルチェンジャーを導入した。試料マウント数を 6 試料から 87 試料へと増加することにより、スムーズな連続測定を可能にした。その時間を利用したデータ解析が可能になった。

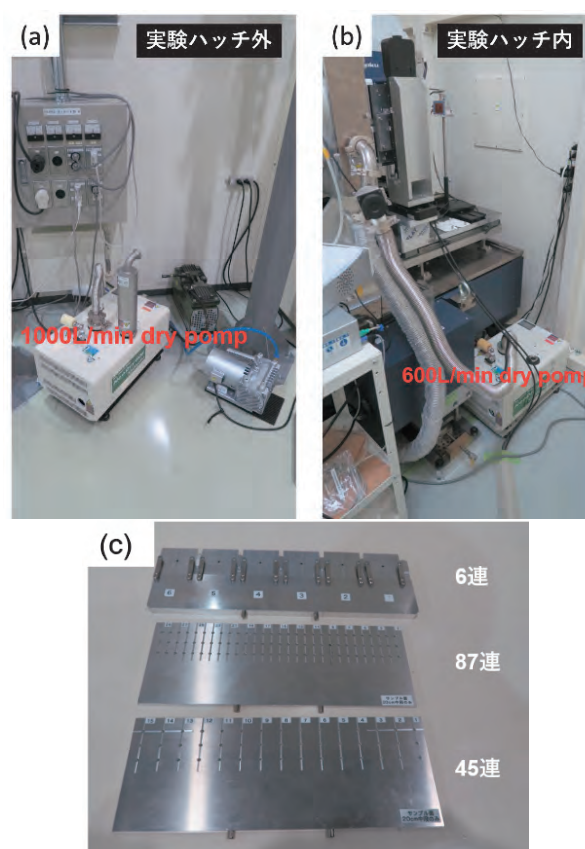


図 22 BL8S3 に導入した (a)、(b) 新規真空ポンプと (c) 多連サンプルチェンジャー

BL11S2 (硬 X 線 XAFS II)

(1) 運転状況

BL11S2は年間を通し、大きなトラブルなく運用することができた。2020年度は元素としてはMn、Fe、Co、Ni、Cu、Pd、Pt、Ceの測定が多かった。BL11S2では分光結晶をSi(111)とSi(311)の2種類から選ぶことができ、Pdのような吸収端のエネルギーが高い元素の測定では、エネルギー分解能の高いSi(311)を利用されることもあった。

測定手法としては透過法や蛍光収量法が多かった。温度とガスを制御しながらの*in-situ* XAFS測定や、マイクロキャピラリーを利用して放射光を数十 μm 程度に集光した微小領域の測定もあった。その他、測定頻度はそれほど高くはないが、11K程度まで冷却が可能なクライオスタットを利用し、試料を冷却しながらのXAFS測定も行われた。

(2) 改善状況

溶液層厚み可変セルの運用

液体試料についてのXAFS測定において、溶液の濃度が高く1mm以下の厚みを必要とする場合では溶液を適切な厚みに準備することが非常に難しくなる。ポリ袋などを使用して測定を試みる場合もあるが、場所による厚みの差が生じてしまいXAFSスペクトルの質に影響を及ぼす可能性がある。あいちSRではそのような測定において良好なスペクトルを得られるように図23に示すような液体セルを用意している。溶液の厚さはおよそ0.1～30mm程度まで連続的に精度よく制御でき、適切な厚みを簡単に実現することができる。

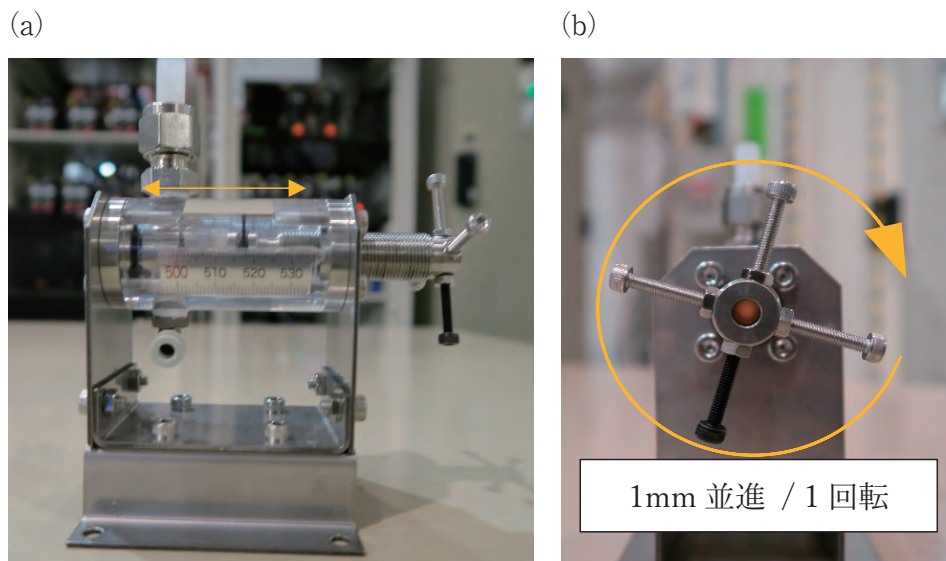


図23 BL11S2に導入した (a) 溶液層厚み可変セルの概観と (b) 厚み制御機構

4.3 利用促進

4.3.1 利用制度の概要

年6回の定期利用募集、年2回の長期利用募集に加え、測定代行および成果公開無償利用事業を実施した。なお、4月、5月は新型コロナウイルス感染症対策によるキャンセル対応等を行った。詳細を以下に示す。

<定期利用> 年6回募集

第1期 利用期間 2020年5月12日(火)～
2020年5月28日(木)
申込期間 2020年4月1日(水)8時45分～
2020年4月3日(金)12時(正午)
※4月8日(水)より
随時利用に切り替え募集を再開
新型コロナウイルス感染症対策のためキャンセル料無しのキャンセル認める。

5月7日より通所利用の当面停止の発表。第1期通常利用は所内スタッフの利用を除きすべてキャンセルとし測定代行への切替を推奨。

第2期 利用期間 2020年6月2日(火)～
2020年7月31日(金)
申込期間 2020年5月7日(木)8時45分～
2020年5月11日(月)12時(正午)
※2020年5月18日(月)より
随時利用に切り替え募集を再開

6月より新型コロナウイルス感染症対策を徹底した上で、通所利用を再開。

第3期 利用期間 2020年8月4日(火)～
2020年9月30日(水)
申込期間 2020年7月1日(水)8時45分～
2020年7月3日(金)12時(正午)
※2020年7月9日(木)より、
随時利用に切り替え募集を再開

第4期 利用期間 2020年10月1日(木)～
2020年11月27日(金)

申込期間 2020年9月1日(火)8時45分～
2020年9月3日(木)12時(正午)
※2020年9月9日(水)より、
随時利用に切り替え募集を再開

第5期 利用期間 2020年12月1日(火)～
2021年1月29日(金)
申込期間 2020年11月2日(月)8時45分～
2020年11月5日(木)12時(正午)
※2020年11月11日(水)より、
随時利用に切り替え募集を再開

第6期 利用期間 2021年2月2日(火)～
2021年3月31日(水)
申込期間 2021年1月5日(火)8時45分～
2021年1月7日(木)12時(正午)
※2021年1月14日(木)より、
随時利用に切り替え募集を再開

<長期利用> 年2回募集

前期 利用期間 2020年5月12日(火)～
2020年9月30日(水)
申込期間 2020年4月1日(水)8時45分～
2020年4月3日(金)12時正午
後期 利用期間 2020年10月1日(木)～
2021年3月31日(水)
申込期間 2020年9月1日(火)8時45分～
2020年9月3日(木)12時正午

<測定代行> 定期利用募集期間に準じて受付

<2020年度あいちシンクロトン光センター成果公開無償利用事業>

利用期間 2020年6月2日(火)～
2020年11月27日(金)まで
(新型コロナウイルス感染症の影響により、利用期間を2021年2月まで延長した。)

申込期間 2020年3月23日(月)～
4月24日(金)

4.3.2 産業利用コーディネータの活動

一年間を通して、利用相談の対応や研究会の開催などを行った。2020年度は、新型コロナウイルス感染症の影響により利用のキャンセル、測定代行への切替など利用に係る業務が増加したが、例年と比較して展示会やイベントの参加など実施数は減少した。

<利用促進に関する取組>

○利用相談、技術指導及び個別訪問の実施

産業利用コーディネータやアドバイザーによる利用相談、企業等への活用方法の提案等を実施。

- ・利用相談等（電話相談、メール等含む）：延べ6,086件 [2019年度5,556件]
- ・個別訪問7件 [2019年度4件]

○利用者研究会等の開催

未利用企業等に対し、入門講習会やXAFS等の測定手法ごとに計測体験を実施

- ・X線CT計測入門講習会（11/9）、測定実習（11/10-11）4シフト（県主催・SR共催）
 - ・実地研修 X線薄膜・表面回折散乱（9/15）、軟X線XAFS（12/17）、粉末X線回折（1/22）、応力測定（2/18）、硬X線XAFS（3/16）
（県主催・SR共催）
- 計5回、10シフト

[2019年度11回18シフト]

- ・施設横断合同研修会 軟X線XAFS（12/8）2シフト（SR主催・SPRING-8共催）
- ・XAFS入門講習会（12/21）XAFSの原理・解析ソフトの使い方（名大主催・SR、県共催）

○ユーザー向け「放射線業務従事者教育訓練」講習会の実施

新規教育（6時間）、再教育（1.5時間）の講習会を毎月定期的に無料で実施。

- ・開催回数：23回（4/22中止）・受講者：340名
[2019年度24回380名]

<普及啓発に関する取組>

○セミナー等の開催・関係学会等への参加等

シンクロトロン光活用をPRする予定であったが、新型コロナウイルス感染症の影響下、例年開催されるイベントの多くが自粛により中止またはオンライン開催となった。

- ・開催 2020年度産業利用セミナー（オンライン併用）（3/5）
- ・参加 第17回SPRING-8産業利用報告会（9/3~4）
- ・オンライン参加 第34回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム 他
[2019年度 開催及び参加22回]

○展示会への出展及び見学者の受入れ

展示会の多くがオンライン展示となり、出展を予定していた展示会が中止になったものもあった。当センターへの視察も不急の移動自粛の影響から減少した。

- （展示会）※いずれもオンライン開催
[2019年度 実出展5回]
- ・第61回高圧討論会（12/2~4）
- ・第34回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム（1/8~10）
（見学者）124名 [2019年度 1,748名]

4.3.3 利用者の要望への対応

重複も含め年間約 80 件の技術的な要望を承っており、そのうち具体的に対応した以下の 38 件について詳細を示す。

BL 名	改善内容	
BL1N2 軟 X 線 XAFS・ 光電子分光	1	測定ソフト改善（位置調整機能および信号検出機能）による XAFS 測定操作の簡略化
	2	トランスファーベッセルの内部構造見直し（サンプルバンク含む）による操作性改善および誤操作・誤動作の防止
	3	急速停止ターボ分子ポンプの導入による測定サンプル入れ替え時間の大幅な短縮
	4	ユーザー持込真空装置用ターボ分子ポンプの整備による利便性向上
BL5S1 硬 X 線 XAFS	5	イオンチャンバガスパーズラインの自動化による作業の効率化
	6	参照試料の追加（電池材料関連、Fe 系試料等）
	7	参照試料の真空封止による経年劣化の改善および試料の固定化
	8	測定用ソフト XafsM2 の改良
	9	Quick XAFS スペクトルのリアルタイム表示
	10	解析用ディスプレイの追加
BL5S2 粉末 X 線 回折	11	窒素ガス発生装置追加購入による、高温低温切り替え時間の短縮
	12	測定代行専用ケース追加購入による、増加する測定代行への対応
	13	試料搬送、試料位置調整の各プログラム見直しによる測定効率の向上
	14	試料搬送機構の改造による測定効率の向上
BL6N1 軟 X 線 XAFS・ 光電子分光	15	液体窒素温度での XAFS 測定への対応
	16	大気圧 XAFS 測定用サンプルプレート増設（2 → 7）による試料準備の効率化
	17	大気圧 XAFS 測定用ガス導入セルの試料台改良による測定効率及び精度の向上
	18	UV 透過用ビューポートの設置による UV 照射大気圧 XAFS 測定への対応
	19	真空 XAFS 測定用トランスファーベッセルの増設（1 → 2）によるユーザー利便性の向上
	20	マスフローコントローラーの設置による置換用 He ガスの流量調整の効率化
BL7U 真空紫外 分光・ 光電子分光	21	低速電子線回折観察用デジタルカメラの設置
	22	光学素子環境温度安定化のためのテント設置
	23	熱電対温度計増設による試料加熱装置の高精度化
	24	試料導入槽の不活性ガス雰囲気化
	25	試料プレートの改良による試料準備の効率化
BL8S1 薄膜 X 線 回折	26	可燃性ガス用排気ダクトの整備による安全性向上
	27	回折実験用ウエハホットチャックの導入
	28	加熱セル用温度コントローラ更新による測定の効率化
	29	結晶相データベースの更新による測定の効率化
BL8S3 広角・小角 X 線散乱	30	新規の真空窓の作成により、斜入射広角 X 線回折実験を可能にした。（カメラ長：50 cm）
	31	ステージの改良により、Linkam を利用した冷却・加熱過程における広角 X 線回折実験を可能にした。
	32	真空ポンプ配置変更により、カメラ長変更にかかる時間を短縮し、マシンタイム内での階層構造評価を可能にした。
	33	多連サンプルチェンジャーの導入により、実験ハッチの開閉回数を省略でき、測定に関わる時間を短縮した。

BL 名	改善内容	
BL11S2 硬 X 線 XAFS	34	クライオスタットの台座改良による設置位置調整の簡便化
	35	ハッチ内でのポンベスタンド固定治具の作成及び緊急遮断弁の導入による安全性の向上
	36	MCA データへの ID 付与と測定ソフトウェアでの ID チェックによるデータ信頼性の向上
	37	光路長可変溶液測定セル開発、導入による測定の質の向上
BL 共通	38	緊急開錠キー用カバーの設置による実験ハッチ扉の誤操作防止（全硬 X 線 BL）

4.3.4 放射線業務従事者教育訓練

放射線障害防止法では、放射線取扱事業者に対し、放射線業務従事者への新規教育と年1回の再教育を義務付けている。科学技術交流財団では、2012年10月より、あいちシンクロトロン光センターを利用される方を対象に同法に対応した、放射線業務従事者教育訓練講習会を定期的に開催している。

【講習内容】

新規教育は①～④、再教育は②～④を受講

- ① 放射線同位元素等及び放射線発生装置の安全取扱Ⅰ 30分

- ② 放射線の人体に与える影響 30分
 ③ 法令及び放射線予防既定 1時間
 ④ 放射線同位元素等及び放射線発生装置の安全取扱Ⅱ 1時間

【会場】

あいちシンクロトロン光センター 2階会議室

2020年度の放射線業務従事者教育訓練講習会の開催日および受講人数の一覧を以下にまとめる。新型コロナウイルス感染症拡大の影響にともない2020年4月22日は開催中止、また5月以降はオンライン受講も可能にした。

2020年度放射線業務従事者教育訓練講習会受講実績						
		新規教育		再教育		合計
		対面	オンライン	対面	オンライン	
1	2020年4月8日	5		5	－	10
2	2020年4月22日	－	－	－	－	－
3	2020年5月13日	－	4	－	11	15
4	2020年5月27日	－	8	－	1	9
5	2020年6月10日	3	5	4	7	19
6	2020年6月24日	4	1	2	11	18
7	2020年7月8日	5	5	5	6	21
8	2020年7月22日	4	9	8	2	23
9	2020年8月5日	3	8	2	4	17
10	2020年8月19日	－	5	－	8	13
11	2020年9月9日	3	8	2	4	17
12	2020年9月24日	2	6	4	4	16
13	2020年10月7日	1	7	1	6	15
14	2020年10月21日	－	－	1	6	7
15	2020年11月11日	5	11	1	3	20
16	2020年11月25日	－	－	4	7	11
17	2020年12月9日	2	10	2	7	21
18	2020年12月23日	－	－	0	8	8
19	2021年1月13日	1	17	－	2	20
20	2021年1月27日	－	－	2	1	3
21	2021年2月10日	0	5	1	0	6
22	2021年2月25日	－	－	3	9	12
23	2021年3月10日	7	12	2	5	26
24	2021年3月24日	－	－	0	13	13
	合計	45	121	49	125	340

4.3.5 見学者数

産業利用コーディネータが対応したあいちシンクロトロン光センター見学者数。

年月	人数	所属					
		一般	企業	大学	行政	シンクロ関係	その他
2020年4月	24	0	20	3	0	0	1
2020年5月	8	0	2	0	6	0	0
2020年6月	2	0	1	0	0	0	1
2020年7月	8	0	5	1	2	0	0
2020年8月	43	0	18	10	15	0	0
2020年9月	12	0	7	0	5	0	0
2020年10月	12	0	10	1	0	0	1
2020年11月	4	0	0	3	1	0	0
2020年12月	7	0	4	0	3	0	0
2021年1月	2	0	2	0	0	0	0
2021年2月	2	0	1	1	0	0	0
2021年3月	0	0	0	0	0	0	0
合計	124	0	70	19	32	0	3

5. 研究会・セミナー

5. 研究会・セミナー

シンクロトロン光活用をPRする予定であったが、新型コロナウイルス感染症の影響で、例年開催されるイベントの多くが自粛により中止またはオンライン

での開催となった。

2020年度に開催された研究会・セミナーは以下のとおり。

【講習会・研究会・セミナー】

タイトル	X線CT計測入門講習会～シンクロトロン光を用いたX線CTを体験しよう～
実施日	2020年11月9日(月) 13:00～17:00(座学) 2020年11月10日(火) 10:00～17:00(測定実習) 2020年11月11日(水) 10:00～17:00(測定実習)
会場	あいち産業科学技術総合センター1階 講習会室 あいちシンクロトロン光センター BL8S2
内容	11月9日(月) 13:00～17:00 13:00～13:05 開会挨拶 13:05～14:15 【X線CT入門1】 「X線CTの基本原理およびX線暗視野法を用いる屈折コントラストCTの近年の成果」 講師：名古屋大学 医学系研究科 准教授 砂口尚輝 14:30～15:40 【X線CT入門2】 「あいちシンクロトロン光センターでのX線CT測定～試料準備からデータ取得まで～」 講師：名古屋大学シンクロトロン光研究センター 特任准教授 櫻井郁也 15:45～17:00 ・個別相談会(※希望者のみ) ・安全教育ビデオの視聴(測定実習に参加される方で、今年度のAichiSRの安全教育を未受講の方) 11月10日(火) 10:00～17:00 測定・解析実習 11月11日(水) 10:00～17:00 測定・解析実習
参加者	座学 30名 測定実習 14名
主催	愛知県、(公財)科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター
後援	光ビームプラットフォーム

タイトル	「XAFS測定研修会 -硬X線と軟X線の使い分け-」
実施日	2020年12月8日(火) 10:00～18:30(2シフト)
会場	あいちシンクロトロン光センター 6N1
内容	一つの材料に対してSPring-8の硬X線、AichiSRの軟(テンダー)X線といった異なったエネルギー領域でのXAFS測定から、こういった情報が得られるかを体験いただく。 9:20～10:00 ユーザー手続き 本年度初来所の方はビデオ講習受講必要 10:00～12:00 装置説明、試料準備 ビームラインと装置の説明 持込み試料のホルダへの取り付け、He置換 12:00～13:00 昼食休憩 13:00～18:30 実習 参加者持込み試料を用いた測定実習 得られたデータの簡単な解析
参加者	5名
主催	(公財)科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター (公財)高輝度光科学研究センター
協賛	光ビームプラットフォーム

タイトル	XAFS 入門講習会
実施日	2020 年 12 月 21 日 (月) 10:00 ~ 17:00
会場	あいち産業科学技術総合センター 1 階 講習会室 オンラインでの併用開催
内容	<p>【XAFS 入門】 ・ XAFS の原理、データ回折法の説明 講師：名古屋大学 教授 田淵 雅夫</p> <p>【解析ソフト Athena の使い方】 ・「Main window」で行える解析内容と操作方法の説明 ・ NEXAFS または XANES のスペクトル解析における便利機能の説明 ・ 受講者各自のパソコンで実際に解析操作 講師：名古屋大学シンクロトロン光研究センター 招へい教員 塚田 千恵</p>
参加者	オンライン 32 名 現地参加 19 名
主催	名古屋大学シンクロトロン光研究センター (公財) 科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター あいち産業科学技術総合センター
協賛	光ビームプラットフォーム

タイトル	シンクロトロン光産業利用セミナー「摩擦・潤滑現象に対する放射光解析の適用」
実施日	2021 年 3 月 5 日 (金) 13:00 ~ 17:00
会場	あいち産業科学技術総合センター 1 階 講習会室オンラインでの併用開催
内容	<p>【トライボロジー現象の解明に向けた量子ビーム分析の活用事例】 講師：京都大学大学院 工学研究科 平山 朋子</p> <p>【大気中で摩擦中の金属表面を観察する X 線透過型摩擦試験機の開発】 講師：出光興産 (株) 長瀬 直樹</p> <p>【放射光を利用した金属表面に形成された潤滑膜の分析】 講師：ENEOS (株) 岩波 睦修</p> <p>【摩擦面における官能基の NEXAFS 分析】 講師：(株) 豊田中央研究所 高橋 直子</p> <p>【摩擦現象の理解に向けた SPring-8 における表面・界面状態評価例】 講師：(公財) 高輝度光科学研究センター 廣沢 一郎</p>
参加者	オンライン 71 名 現地参加 3 名
主催 (公財)	科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター
協賛	光ビームプラットフォーム

【シンクロトロン光利用者研究会【実地研修】】

あいち産業科学技術総合センターが公共等利用 地研修は、以下のとおり開催された。
 の利用区分で利用シフトを確保し、実習に供する実

参加者	人数	ビームライン	測定手法	シフト数	利用内容	実施日
大学・公設試	4	BL8S1	X線薄膜・表面回折散乱	2	有機強誘電性ポリマーの結晶配向についての測定	2020.9.15
公設試	4	BL1N2	軟X線 XAFS	2	金属積層造形向けチタン合金粉末の表面	2020.12.17
公設試	2	BL5S2	粉末X線回折	2	ナノ粒子のXRD測定におけるシンクロトロン光とラボ機の比較	2021.1.22
大学・公設試	4	BL8S1	応力測定	2	窒化処理したSUS304の残留応力と格子	2021.2.18
公設試	5	BL5S1	硬X線 XAFS	2	チタンの化学状態の測定	2021.3.16

主催：あいち産業科学技術総合センター

共催：あいちシンクロトロン光センター

協賛：光ビームプラットフォーム

【第9回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会】

2020年度成果公開無償利用事業として22課題を採択し、成果発表会を2021年5月28日オンラインで開催した。(当初の開催予定は、2021年3月であったが、新型コロナウイルス感染症の影響により、5月開催となった。)

タイトル	第9回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会		
実施日	2021年5月28日(金) 10:00～17:00		
会場	オンライン開催		
内容	<p>【午前の部】 10:00～11:55 (10:00～10:10 挨拶等)</p> <p>「絞り加工時の成形不良予測のための指標確立」 名古屋工業大学 西田 政弘</p> <p>「ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成過程の解明」 東北大学 吉年 規治</p> <p>「材料解析プラットフォーム“MaterialDX”による材料の構造解析と材料設計指針の導出」 トヨタ自動車株式会社 矢野 正雄</p> <p>「動的機能空間の高時間分解能解析 - 高速応答空間材料創製の設計を目指した AI 検出器の開発」 SyncMOF 株式会社 堀 彰宏</p> <p>「表面風化木材の表面組織におけるセルロース鎖の引張挙動解析」 名古屋大学 浅野 太智</p> <p>「加熱時間に伴うポリマーおよび酸化防止剤の化学状態の分析」 矢崎総業株式会社 北田 幸男</p> <p>「エポキシ樹脂/無機基材接着界面の解析」 住友ベークライト株式会社 首藤 靖幸</p> <p>【午後の部】 13:00～17:00</p> <p>「酸化物質材を用いた土壌の重金属類の不溶化に関する研究」 東京農工大学 橋本 洋平</p> <p>「瀬戸近郊の粘土の結晶性と粒度分析結果の相関」 瀬戸窯業試験場 長田 貢</p> <p>「古陶磁分析研究を基にした新規顔料開発 瀬戸陶磁器ブランド化への基礎力生成」 有限会社快山製陶所 塚本 満</p> <p>「シンクロトロン光照射を利用した花壇苗花きの育種」 愛知県立芸術大学 太田 公典</p> <p>「マイクロ抗体と VEGF タンパク質からなる複合体結晶の立体構造解析」 株式会社丸和栄養食品 角田 ミサ子</p> <p>「小角 X 線散乱を用いた水ガラスのゾルゲル反応機構の解明」 富士化学株式会社 笹原 茂生</p> <p>「インジウム金属スパッタ処理樹脂形成品におけるアンダーコート-インジウム薄膜界面の化学状態検出の試みおよび耐久試験後の変色原因解析」 小島プレス工業株式会社 松本 優</p> <p>「溶融めっき鋼板の微細構造解析」 株式会社淀川製鋼所 八重樫 光</p> <p>「XAFSによる BaTiO₃ 中に添加した Ca の局所構造解析」 京セラ株式会社 安川 勝正</p> <p>「Li イオン電池 insituCT 測定による電極状態の観察」 株式会社日産アーク 伊藤 孝憲</p> <p>「小角 X 線散乱を用いた白金ナノ粒子形成過程のその場観察」 株式会社豊田中央研究所 吉宗 航</p> <p>「2次元超伝導を発現する2原子層高さインジウム超薄膜相の電子状態」 東京工業大学 平山 博之</p> <p>「シンクロトロン光を用いた内容物による包材の劣化現象の把握」 あいち産業科学技術総合センター 村井 崇章</p> <p>「電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトロン光による評価」 あいち産業科学技術総合センター 杉山 信之</p>		
参加者	145名		
主催	愛知県、(公財) 科学技術交流財団		
後援	日本分析化学会 X線分析研究懇談会		

【名古屋大学シンクロトロン光研究センターシンポジウム】

2019年3月26日に逝去された渡邊信久先生を偲び、先生の主導で建設されたあいちシンクロトロン光センターの名古屋大学ビームライン（BL2S1）で研究を進めておられる方々や、先生のご経歴の中で関わりの深かった方々に御講演を頂く会を名古屋大学シンクロトロン光研究センター特別シンポジウムとして2021年3月29日に開催し、通常のシンポジウムを3月30日に開催した。

タイトル	シンクロトロン光研究センター 特別シンポジウム -渡邊信久先生を偲んで-
実施日	2021年3月29日（月）13:00～17:45
会場	オンライン開催
内容	<p>13:00 開会 開会の辞 宮崎誠一 名古屋大学 SR 研究センター センター長 挨拶 水谷法美 名古屋大学 大学院工学研究科 工学研究科長</p> <p>13:15 渡邊信久先生を偲んで (1) 「渡邊信久先生と名大 SR 研究センター」 高嶋圭史 名古屋大学 SR 研究センター</p> <p>13:45 名古屋大学ビームラインでの研究活動 (1) 「F 型アクチンの高分解能結晶構造と ATP 加水分解のメカニズム」 前田雄一郎 名古屋大学 大学院情報学研究所</p> <p>14:15 名古屋大学ビームラインでの研究活動 (2) 「あいちシンクロトロン光センター名大ビームラインと高圧力マテリアルサイエンス」 長谷川正 名古屋大学 大学院工学研究科</p> <p>14:45 名古屋大学ビームラインでの研究活動 (3) 「企業活動としての蛋白質構造解析受託の実際」 伊中浩治 (株)丸和栄養食品</p> <p>15:15 休憩</p> <p>15:30 渡邊信久先生を偲んで (2) 「放射光蛋白質結晶学の黎明期の頃」 中川敦史 大阪大学</p> <p>16:00 渡邊信久先生を偲んで (3) 「フォトンファクトリーでタンパク質結晶の動的構造解析を始めた頃」 足立伸一 高エネルギー加速器研究機構</p> <p>16:30 渡邊信久先生を偲んで (4) 「北海道大学で X 線発生装置を使った S-SAD 法に取り組んでいた頃」 北郷悠 1, 姚関 2, 田中勲 2 1 大阪大学, 2 北海道大学</p> <p>17:00 渡邊信久先生を偲んで (5) 「あいちシンクロトロン光センター-渡邊信久先生が作った個性あふれるビームライン群-」 竹田美和 あいち SR センター</p> <p>17:30 渡邊信久先生を偲んで (6) 「最後の眠りにつくまで研究者魂を失わず病状を正確に伝え続けた 研究者の鏡である渡邊信久博士」 坂部知平 高エネルギー加速器研究機構</p> <p>17:45 閉会 閉会の辞 高嶋圭史 名古屋大学 SR 研究センター 副センター長</p>
参加者	オンライン 252 名
主催	名古屋大学シンクロトロン光研究センター 名古屋大学放射光利用者懇談会
協賛	(公財) 科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター

タイトル	2020年度名古屋大学 シンクロトロン光研究センターシンポジウム		
実施日	2021年3月30日(火) 10:00～16:30		
会場	オンライン開催		
内容	10:00	開会 開会の辞 挨拶 宮崎誠一 名古屋大学 SR 研究センター センター長 佐宗章弘名古屋大学 副総長	
	10:15	Visions for an integrated structural biology & methodology L. Chavas 1,2 1 名古屋大学 SR 研究センター (3月着任予定), 2 Synchrotron SOLEIL, France	
	10:45	複雑構造合金の分光学的研究- BL1N2を利用して 曾田一雄, 名古屋大学	
	11:15	希土類金属種を併用した Pt ナノ粒子の創出-調製・構造評価と電極触媒特性 邨次智 1, 市橋健太郎 1, 松井公佑 1, 唯美津木 1,2 1 名古屋大学 大学院理学研究科, 2 名古屋大学 物質科学国際研究センター	
	11:45	休憩	
	13:00	層状 MAX 相化合物の角度分解光電子分光 伊藤孝寛 1,2, 古田貫志 2, 池本昌史 2, Damir Pinek 3, Youngsoo Kim 3, Maxime Barbier 3,4, Fabrice Wilhelm 4, 仲武昌史 5, 出田真一郎 6, 田中清尚 6, 矢治光一郎 7, Patrick Le Fevre 8, Francois Bertran 8, 辛埴 8, Thierry Ouisse 3 1 名古屋大学 SR 研究センター, 2 名古屋大学 大学院工学研究科, 3 Univ. Grenoble-Alpes, France, 4 ESRF, France, 5 あいち SR センター, 6 UVSOR/IMS, 7 ISSP, 8 SOLEIL, France	
	13:30	燃料電池触媒用に開発した十四員環 Fe 錯体の放射光解析 大山順也, 守谷誠, 河島晋, 小島綾一, 難波江裕太 熊本大学	
	14:00	BL6N1 における He-path 利用 XAFS 測定の成果と今後の活用 八木伸也 1, 池永英司 1, 小川智史 2 1 名古屋大学 未来材料・システム研究所, 2 名古屋大学 大学院工学研究科	
	14:30	休憩	
	14:45	MOF への分子吸着プロセスのその場 XAFS 計測および化学状態解析 坂本裕俊 1, 堀彰宏 2, 松田亮太郎 2, 山田笑菜 3, 松井公佑 3, 唯美津木 3 1 名古屋大学 物質科学国際研究センター, 2 名古屋大学 大学院工学研究科, 3 名古屋大学 大学院理学研究科	
	15:15	あいち SR 光源加速器の現状 郭磊 1, 高嶋圭史 1, 保坂将人 1, 真野篤志 1, 石田孝司 1, 平山英之 2, 金木公孝 2, 鈴木遥太 2, 大熊春夫 3, 加藤政博 4, 竹田美和 5 1 名古屋大学 SR 研究センター, 2 スプリングエイトサービス (株), 3 大阪大学, 4 広島大学, 5 あいち SR センター	
	15:45	休憩	
	15:50	名古屋大学放射光利用者懇談会	
	16:20	閉会 閉会の辞 高嶋圭史 名古屋大学 SR 研究センター 副センター長	
	参加者	オンライン 141 名	
	主催	名古屋大学シンクロトロン光研究センター 名古屋大学放射光利用者懇談会	
協賛	(公財) 科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター		

6. 成果報告書

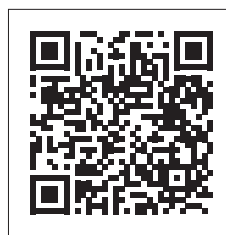
6. 成果報告書

6.1 公共等利用成果報告書

あいちシンクロトロン光センターでは、大学、公設試験研究所等の利用を対象とした公共等利用の制度を設けており、一般利用の利用料の半額での利用が可能である。ただし、成果公開を前提としており、成果報告書の提出が義務付けられている。「2020年度公共等利用」で成果報告書が提出された課題は以下のとおりである。

※なお、成果報告書の内容は、以下のあいちシンクロトロン光センターホームページ

<https://www.aichisr.jp/publication/report/2020/1.html> で公開されている。



BL1N2 (軟 X 線 XAFS・光電子分光Ⅱ)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020D1003	窒素鋼の焼戻しにおける合金窒化物析出に伴う添加元素の化学状態測定	東北大学・佐藤充孝
202002009	硫化物固体電解質の電子状態解析 (2)	京都大学・山本健太郎
202002011	硫化物正極の電子状態解析	京都大学・山本健太郎
202003081	ADAAM 吸着材中の窒素の存在状態解明	東京都市大学・松浦治明
202003093	鋼材表面に製膜した DLC 膜の評価	名古屋大学・高濱謙太郎
202004024	軟 X 線 XAFS を用いたモデル全固体薄膜電池による Li_2MnO_3 正極の電荷補償機構の解析	東京工業大学・清水啓佑
202004045	活性炭中に捕捉されたアジ化イオンの N の状態解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202004061	金属ガラス合金 Zr-(Cu,Ni)-Al の Al K 吸収端 X 線微細構造	名古屋大学・丹羽健
202005016 ※	窒化ホウ素系薄膜の X 線吸収分析	(国研) 産業技術総合研究所・且井宏和
202005040	ハライド塩の処理に関するセリウム原子価の評価の検討	東京都市大学・松浦治明
202005076	積層造形向けチタン合金粉末の表面分析	あいち産業科学技術総合センター 杉山信之【実地研修】
202005094	Mn-L, Fe-L XANES 測定	早稲田大学・山本知之
202005123 ※	窒化ホウ素系薄膜の X 線吸収分析	(国研) 産業技術総合研究所・且井宏和
2020D5017	リチウム鉄酸化物中の固体内酸素の分析	東北大学・小林弘明
2020D5028	Li 二次電池正極材料の軟 X 線 XAFS 測定	東北大学・河口智也
202006018	水素化した Mg_2Ni 合金の XRD および XAFS 解析	名古屋大学・小川智史
202006019	遷移金属と複合化した Mg ナノ粒子の局所構造分析	名古屋大学・小川智史
202006042	TEM 試料軟 X 線計測導入装置のテスト実験【重点 M3】	名古屋大学・田淵雅夫
202006043	ハライド塩の処理に関する検討	(国研) 日本原子力研究開発機構 高島谷子
202006086	XAFS 測定によるホウケイ酸ゲルおよび C-GN 混合物の構造について	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202006106 ※	窒化ホウ素系薄膜の X 線吸収分析	(国研) 産業技術総合研究所・且井宏和
202006112	バーミキュライト処理に向けた構成元素の XAFS 解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202006122	光ビームプラットフォーム XAFS ラウンドロビン実験 (2020-2)	(公財) 科学技術交流財団・上原康
2020D6027	四元系 Li 二次電池正極材料の軟 X 線 XAFS 測定	東北大学・河口智也
2020D6041 ※	窒化ホウ素系薄膜の X 線吸収分析	(国研) 産業技術総合研究所・且井宏和

BL2S1 (単結晶 X 線回折：名古屋大学)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020N2001	β -ラクタマーゼと阻害剤との相互作用解析	名古屋大学・和知野純一
2020N2002	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：新規 4 族窒化物の探査	名古屋大学・丹羽健
2020N2006	X 線構造解析による電荷移動錯体の相転移の機構解明	名古屋大学・水津理恵
2020N2007	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：遷移金属二リン化物の超高压合成と結晶構造	名古屋大学・丹羽健
2020N3001	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：新規な前期遷移金属窒化物の超高压合成	名古屋大学・丹羽健
2020N3004	高压力下における水素結合性結晶の構造変化－氷 VII 相とガスハイドレート－その 1	岐阜大学・佐々木重雄
2020N3006	筋ジストロフィーの発症に関わる糖転移酵素の X 線結晶構造解析	名古屋市立大学・加藤晃一
2020N3007	活性化方法により構造変化する、フレキシブル多孔性配位高分子の乾燥構造の解明	京都大学・大竹研一
2020N3008	プラスチック分解酵素及びキチン分解酵素の結晶評価	静岡大学・中村彰彦
2020N3010	ゲルブリンファミリータンパク質との共結晶化による F 型アクチン原子構造の解明	名古屋大学・武田修一
2020N4001	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：マグネシウムシリサイドの相関係	名古屋大学・丹羽健
2020N4003	高压力下における水素結合性結晶の構造変化－氷 VII 相とガスハイドレート－その 2	岐阜大学・佐々木重雄
2020N4004	天然及び人工高分子分解酵素の構造機能解析	静岡大学・中村彰彦
2020N4006	ゲルブリンファミリータンパク質との共結晶化による F 型アクチン原子構造の解明	名古屋大学・武田修一
2020N4007	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定	名古屋大学・丹羽健
2020N5001	ゲルブリンファミリータンパク質との共結晶化による F 型アクチン原子構造の解明	名古屋大学・武田修一
2020N5002	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：GaN-GaP 系の高压高温相関係	名古屋大学・丹羽健
2020N5003	金属有機構造体結晶の構造解析	名古屋大学・張中岳
2020N5004	高压力下における水素結合性結晶の構造変化－氷 VII 相とガスハイドレート－その 3	岐阜大学・佐々木重雄
2020N5006	微生物型ロドプシン EAT1 b の結晶構造解析	学習院学習院大学・友池史明
2020N5009 ※	新規治療薬開発を目指したタンパク質－阻害剤複合体の X 線結晶構造解析	名古屋大学・永江峰幸
2020N5010	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定	名古屋大学・丹羽健
2020N6001	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：希ガス化合物の超高压合成	名古屋大学・丹羽健
2020N6002	天然及び人工高分子分解酵素の構造機能解析	静岡大学・中村彰彦
2020N6003 2020N6006	加圧による結晶性向上と高エネルギー構造の捕捉	名古屋大学・永江峰幸
2020N6004	量体物質の低温構造解析	名古屋大学・片山尚幸
2020N6005	高压下で合成された微小試料の常圧および高压その場回折測定：新規炭化物の超高压合成	名古屋大学・丹羽健

BL5S1 (硬 X 線 XAFS I)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020D1002	窒素鋼の焼戻しにおける合金窒化物析出に伴う添加元素の化学状態測定	東北大学・佐藤充孝
2020D1029	酸化還元・発生反応用ペロブスカイト型金属酸化物の構造解析	京都大学・朝倉博行
2020D1033	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
202002004	Ga ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ 光触媒の局所構造解析	大阪市立大学・吉田朋子

202002019	摩擦試験後油中に含まれる金属摩耗粉 XAFS 測定	名古屋大学・村島基之
202002021	燃料電池用非白金触媒の電気化学測定下での in situ XAFS 分析	熊本大学・大山順也
202002027	X 線吸収分光によるアンモニア合成触媒の活性点構造解明	名古屋大学・永岡勝俊
202002055	スーパーマイクロポーラスシリカ中の金属酸化物の分析	東京都立産業技術研究センター 染川正一
202003002	Ga ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ 光触媒の局所構造解析	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202003011 ※	廃液の分解処理に用いる触媒の XAFS 特性評価	(国研) 日本原子力研究開発機構 粟飯原はるか
202003033	(重点 M3) イオン交換および熱処理による複合酸化物塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202003035	ナノサイズ化した水酸化ニッケルの構造解析	名古屋工業大学・石井陽祐
202003056	アルミナ担持金属ナノ粒子触媒の化学状態及び局所構造解析	名古屋大学・薩摩篤
202003079	NTA アミド系吸着材に吸着された希土類元素の構造解析	東京都市大学・松浦治明
202003099	金属ガラス Zr- (NiCu) -Al 合金の硬 X 線吸収スペクトル	名古屋大学・丹羽健
2020D3023	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D3049	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
202004001		大阪大阪市立大学・吉田朋子
202004017	アルミナ担持金属ナノ粒子触媒の化学状態及び局所構造解析	名古屋大学・薩摩篤
202004039 ※	エアロゾル中のセレンの酸化状態及び土壌・石炭試料中の砒素の酸化状態の測定	岐阜大学・勝田長貴
202004044	HDEHP 吸着材中の希土類錯体構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202004050 ※	モノアミド抽出剤による Ce ⁴⁺ を模擬としたウラン回収メカニズムの調査	(国研) 日本原子力研究開発機構 齋藤まどか
202004054	いぶし瓦中の鉄酸化物の挙動調査	あいち産業科学技術総合センター 今井敏博
202004060	廃水処理中に得られるマンガン沈殿の形態分析	早稲田大学・所千晴
202004062	光ビームプラットフォーム XAFS ラウンドロビン実験 (2020 a)	(公財) 科学技術交流財団・上原康
202004064	貴金属元素からなる低次元材料の局所配位構造	名城大学・才田隆広
202004069	MA/Ln 分離用吸着材中における吸着種の構造解析	東京都市大学・松浦治明
202004072	プロトン交換膜形燃料電池カソード用 Fe 錯体触媒の XAFS 測定	熊本大学・大山順也
202004075	薄層水酸化ニッケルの充放電その場 XAFS 過程の観察	名古屋工業大学・石井陽祐
202004080	「(重点 M3)」 イオン交換および熱処理による複合酸化物塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202004088	コンクリート構造材へのストロンチウム浸透挙動評価	東京都市大学・松浦治明
202004093	高圧下で合成された Eu 賦活蛍光体発光中心の局所構造解析	名古屋大学・佐々木拓也
2020D4024	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D4025	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
202005002	ハイエントロピー化した ROBiS ₂ 超伝導体の価数状態の解明	山梨大学・長尾雅則
202005006	「(重点 M3)」 イオン交換および熱処理による複合酸化物塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202005041	Ni 基ハーフホイスラー化合物の局所結晶構造の解明	名古屋工業大学・宮崎秀俊
202005043	Ga ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ 光触媒の配位構造解析	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202005047 ※	水田土壌中ヒ素の化学形態への資材施用の影響	(国研) 農業・食品産業技術総合研究機構 山口紀子
202005065 ※	XAFS 測定による含セリウム複合材料の構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202005068 ※	金属触媒の構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・徐強

202005069	加熱処理による希土類鉱石中のセリウム還元処理	早稲田大学・加藤達也
202005096	チタニア系可視光応答光触媒の水分解反応中における挙動解析	(地独) 東京都立産業技術研究センター 染川正一
202005097	亜酸化銅-酸化チタン複合体光触媒に金微粒子が及ぼす影響の調査	(地独) 東京都立産業技術研究センター 染川正一
202005101 ※	エアロゾル中セレンと湖水懸濁物マンガンの酸化状態測定	岐阜大学・勝田長貴
202005109	薄層金属水酸化物の構造解析	名古屋工業大学・石井陽祐
202005110	MA/Ln 分離用吸着材中における吸着種の構造解析	東京都市大学・松浦治明
2020D5013	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D5014	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D5029	四元系 Li 二次電池正極材料の硬 X 線 XAFS 測定	東北大学・河口智也
202006004	プロトン交換膜形燃料電池カソード用 Fe 錯体触媒の XAFS 測定	熊本大学・大山順也
202006009	坑廃水処理を目的とした MnO ₂ による Zn の吸着・共沈機構解明	早稲田大学・所千晴
202006012	積層造形向けチタン合金粉末の表面分析	あいち産業科学技術総合センター 杉山信之【実地研修】
202006016	X 線吸収分光によるアンモニア合成触媒の活性点構造解明 (II)	名古屋大学・永岡勝俊
202006020	水素化した Mg ₂ Ni 合金の XRD および XAFS 解析	名古屋大学・小川智史
202006101	ニオブドープ酸化チタンの熱処理の理解	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
202006107	「(重点 M3)」イオン交換および熱処理による複合酸化物塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202006111	フルオラス型吸着材の Ni 錯体構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
2020D6003	Identifying structural characteristics of reassembled protein nanoparticles.	Korea University・LeeJee-Won
2020D6005 ※	金属触媒の構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・山田理
2020D6008	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D6025	ナノ配位高分子の配位環境解析	徳島大学・犬飼宗弘
2020D6028	五元系 Li 二次電池正極材料の硬 X 線 XAFS 測定	東北大学・河口智也
2020D6042	亜酸化銅-金-酸化チタンの接合における電荷移動の調査	(地独) 東京都立産業技術研究センター 柳田さやか
2020D6059	酸窒化物の光触媒特性の起源解明	信州大学・簾智仁

BL5S2 (粉末 X 線回折)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020D1012 ※	Y ₂ Ti ₂ O ₇ の構造解析データの取得	(一財) ファインセラミックスセンター 松平恒昭
2020D1028	Chloroform adsorption in nanocarbons	信州大学・金子克美
2020D1032	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
202002005 ※	水電解用アノード触媒の結晶構造解析 (1)	京都大学・内山智貴
202002036	Sulfur-encapsulation in carbon nanotubes	信州大学・WangShuwen
202002076	層状 LiVO ₂ の構造的フラストレーション	名古屋大学・片山尚幸
2020D2010	マンガ酸マグネシウムスピネルナノ粒子の構造解析	東北大学・小林弘明
2020D2013	固体電解質材料の結晶構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・秋本順二
2020L2002	酸化物系全固体二次電池材料の結晶構造解析	名古屋大学・山本貴之
2020L2003	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究	名古屋大学・片山尚幸

202003009	液中における炭素鋼腐食生成物の構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 二田郁子
202003010	低溶脱コンクリートの硬化過程の時分割測定【重点M3】	名古屋大学・田淵雅夫
202003029	種々調製条件の違いが Ziegler-Natta 触媒の MgCl ₂ 担体を与える影響	北陸先端科学技術大学院大学・和田透
202003034	「(重点M3)」イオン交換および熱処理による複合酸化塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202003037	高圧下で合成された微量試料の粉末 X 線回折測定: Cr-Ge 系 Chimney-Ladder 相の結晶構造解析	名古屋大学・佐々木拓也
202003073 ※	希土類磁石化合物の結晶構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・平山悠介
202003088	層状 LiVO ₂ の構造的フラストレーション II	名古屋大学・片山尚幸
202003094	低溶脱コンクリートの硬化過程の時分割測定2【重点M3】	名古屋大学・田淵雅夫
2020D3001 ※	Yb ₂ Ti ₂ O ₇ の構造解析データの取得	(一財) ファインセラミックスセンター 松平恒
2020D3011	亜鉛マンガン複酸化物の構造解析	東北大学・小林弘明
2020D3021	高圧固体電気化学法による NaAlB ₄ からの Na 除去	北海道大学・岩崎秀
2020D3024	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020L3002	酸化物系全固体二次電池材料の結晶構造解析	名古屋大学・山本貴之
202004013	蓄電固体材料の結晶構造解析	名古屋大学・山本貴之
202004031	高圧下で合成された微量試料の粉末 X 線回折測定: 高温 XRD 測定による高圧相 Mg ₉ Si ₅ の熱的安定性の評価	名古屋大学・佐々木拓也
202004042	金属多価ホスホネート MOF の結晶構造解明	東京農工大学・前田和之
202004046	MEM-Rietveld 法による (Ag, Cu) ₂ (S, Se, Te) の非調和熱振動解析	豊田工業大学・竹内恒博
202004081	「(重点M3)」イオン交換および熱処理による複合酸化塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202004082	Cu ドーピング Ag ₂ S の格子定数変化	豊田工業大学・竹内恒博
202004089	実空間データと逆空間データの同時解析の基礎検討	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
202004090 ※	無機アルミノ珪酸塩化合物の結晶構造の評価	東京工業大学・磯部敏宏
2020D4002	P2 型層状ルテニウム酸化物の結晶構造解析	東京大学・西村真一
2020D4026	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D4031	リチウム鉄酸化物の結晶構造解析	東北大学・小林弘明
2020L4002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究 II	名古屋大学・片山尚幸
202005005	「(重点M3)」イオン交換および熱処理による複合酸化塩の価数制御	東京理科大学・藤本憲次郎
202005022	放射光 XRD を用いた誘電体ナノ結晶の精密構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・板坂浩樹
202005054	高圧下で合成された微量試料の粉末 X 線回折測定: 高圧相 アルミン酸カルシウムの相形成	名古屋大学・佐々木拓也
202005066	熱プラズマ法を用いた Sm-Fe-N ナノ粉末の合成	(国研) 産業技術総合研究所・平山悠介
202005077	サイト分布を制御した希土類添加高効率蛍光体の開発	名古屋工業大学・早川知克
202005091	無機固体表面が創る特異な貴金属粒子構造の解析	名古屋大学・織田晃
202005111	ナノ粒子の XRD 測定におけるシンクロトロン光とラボ機の比較	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀【実地研修】
202005119	ロジウムスピネルの高温構造	名古屋大学・片山尚幸
202005125	蓄電池正極材料の結晶構造解析	京都大学・山本健太郎
2020D5005	全固体電池用固体電解質材料の劣化挙動メカニズムの解明	(国研) 産業技術総合研究所・浜尾尚樹
2020D5015	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D5021 ※	フッ化鉄正極材料の構造解析	京都大学・松本一彦

2020D5038	第二元素含有バーネサイト型マンガン酸化物の構造解析	信州大学・田中秀樹
2020D5045	水和酸化モリブデン電極の結晶構造解析	東京大学・西村真一
202006011	マルチスケール・マルチモデル構造解析	高エネルギー加速器研究機構・小野寛太
202006013	全自動構造解析のためのテスト実験（重点M3）	名古屋大学・田淵雅夫
202006022	水素化した Mg ₂ Ni 合金の XRD および XAFS 解析	名古屋大学・小川智史
202006023	放射光 XRD を用いた誘電体ナノ結晶の精密構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・板坂浩樹
202006039	高圧下で合成された微量試料の粉末 X 線回折測定：高圧合成 Chimney-Ladder 相 CrGe γ の高温安定性	名古屋大学・丹羽健
202006045	蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定	名古屋大学・山本貴之
202006056	TeO ₂ -ZnO-Na ₂ O テルライトガラスの構造 modeling モデリング	名古屋工業大学・早川知克
202006078	X 線回折による非貴金属系担持型アンモニア合成触媒の構造解明	名古屋大学・永岡勝俊
202006102	金属酸化物触媒の結晶構造解析	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
2020D6009	局所～長距離構造制御に立脚したイオン交換吸着における親和性の起源解明	信州大学・簾智仁
2020D6013	リチウム鉄酸化物のレドックス過程の結晶構造変化追跡	東北大学・小林弘明
2020L6002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究 II	名古屋大学・片山尚幸

BL6N1（軟 X 線 XAFS・光電子分光 I）

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202002001 ※	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202002002 ※	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202002003	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	大阪市立大学・吉田朋子
202002010	硫化物正極の電子状態解析	京都大学・山本健太郎
202002020	硫黄含有材料の XAFS 分析	名古屋大学・八木伸也
202002034	Sulfur-encapsulation in carbon nanotubes	信州大学・WangShuwen
202002052	S K 吸収端 XAFS による含水状態の底質の化学状態分析	関西医科大学・竹本邦子
202002077	光ビームプラットフォーム X 線光電子分光ラウンドロビン実験 (2020-1)	(公財) 科学技術交流財団・上原康
202002081	ステンレス鋼材表面へのシリカ付着機構の解明	名古屋大学・高濱謙太郎
202002084 ※	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202002092	軽量合金材料の全電子収量法による局所構造解析（重点 M3）	名古屋大学・齋藤永宏
202003001	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202003036	カーボンナノチューブ電極内の各充放電段階におけるヨウ素・硫黄の電子状態の解析	名古屋工業大学・石井陽祐
202003057	CO ₂ 光還元用触媒構造解析	京都大学・朝倉博行
202003075	酸化インジウム系複合酸化物の解析	(地独) 東京都立産業技術研究センター 染川正一
202003084	硫黄含有材料の XAFS 分析 2	名古屋大学・八木伸也
202003107 ※	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202003119	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	大阪大阪市立大学・吉田朋子
2020D3050	エチドロン酸 2 ナトリウムの P-K 吸収端 XANES 測定	東邦大学・野口修治
202004002	黒リン光触媒合成メカニズムに関する化学状態解析	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202004004	Si をドーピングした GaN の化学状態分離 XAFS	(国研) 物質・材料研究機構・山下良之

202004035	S-K 吸収端 XAFS による Corbicula sp. の殻皮の化学状態分析	関西医科大学・竹本邦子
202004041	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202004063	光ビームプラットフォーム XAFS ラウンドロビン実験 (2020 b)	(公財) 科学技術交流財団・上原康
202004074	硫黄含有材料の XAFS 分析 3	名古屋大学・八木伸也
202005001 ※	土壌特性が蓄積リンの化学形態に与える影響の解明	愛知県農業総合試験場・安藤薫
202005007	硫黄含有材料の XAFS 分析 4	名古屋大学・八木伸也
202005020	金属と黒鉛の界面結合状態の分析	九州工業大学・本塚智
202005039	乾式再処理試験開発により生じた塩化物処理プロセスの検討	東京都市大学・松浦治明
202005042	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	大阪大阪市立大学・吉田朋子
202005045	施設横断合同研修会 硬 X 線 XAFS と軟 X 線 XAFS の使い分け	(公財) 科学技術交流財団・上原康
202005048	葉中に存在する元素の X 線吸収微細構造 (XAFS) 分析	宮城大学・庄子真樹
202005088	全固体電池における鉄系活物質 Na_2FeS_2 の電子状態解析	東京大学・大久保将史
202005103	S-K 吸収端 XAFS による琵琶湖底質の酸化還元状態の季節調査	関西医科大学・竹本邦子
2020D5043	Sulfur-encapsulation in activated carbon fiber	信州大学・WangShuwen
202006017	光ビームプラットフォーム X 線光電子分光ラウンドロビン実験 (2020-2)	(公財) 科学技術交流財団・上原康
202006021	in-situ Pd $L_{3\text{edge}}$ NEXAFS 分析による Pd ナノ粒子の水素吸蔵における PCI 測定	名古屋大学・小川智史
202006031	硫黄含有材料の XAFS 分析 5	名古屋大学・八木伸也
202006044	ハライド塩の処理に関する検討	(国研) 日本原子力研究開発機構 高畠容子
202006087	XAFS 測定によるホウケイ酸塩およびリン酸塩ゲルの構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202006113	パーミキュライト処理に向けた構成元素の XAFS 解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 渡部創
202006125	樹脂に固定化した Pd-Sn 触媒の XAFS 測定	名古屋大学・上野智永
202006142	土壌に含まれるリンの化学形態の分析	東京農工大学・橋本洋平
2020D6058	エチドロン酸 2 ナトリウムの P-K 吸収端 XANES 測定	東邦大学・野口修治

BL7U (真空紫外分光)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202001003	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202001011	軽量合金材料の局所構造解析 4 【重点 M3】	名古屋大学・齋藤永宏
202001039	軽量合金材料の局所構造解析 5 【重点 M3】	名古屋大学・齋藤永宏
2020L1001	$\text{La}_{(1-x)/3}\text{Li}_x\text{NbO}_3$ 単結晶の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202002007	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202002091	軽量合金材料の光電子分光法による価電子帯の評価 【重点 M3】	名古屋大学・齋藤永宏
202002097	放射線劣化した CFRP の構造変化	名古屋工業大学・西田政弘
2020L2001	$\text{La}_{(1-x)/3}\text{Li}_x\text{NbO}_3$ 単結晶の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202003008	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202003046	GaN 洗浄表面の化学結合状態分析	名古屋大学・大田晃生
202003106 ※	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太

2020L3001	La _{(1-x)/3} Li _x NbO ₃ 単結晶の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202004020	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202004026	Ce 化合物の共鳴光電子分光	豊田工業大学・松波雅治
202004034	LIB 用炭素系活物質の局所構造解析	名古屋大学・渡部孝
202004071	薄膜フォトカソード用グラフェン基板の加熱洗浄温度依存性の評価	名古屋大学・郭磊
2020L4001	二次元格子物質の創製と電子構造に関する研究	名古屋大学・柚原淳司
2020L4003	強磁性層状 RE-i-MAX 相化合物の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202005012	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202005034	薄膜フォトカソード用グラフェン基板の加熱洗浄温度依存性の評価	名古屋大学・郭磊
202005038	Ce 化合物の共鳴光電子分光Ⅱ	豊田工業大学・松波雅治
202005060	Al 上の極薄 Ge 膜の化学構造分析	名古屋大学・大田晃生
202005075	LIB 用炭素系活物質表層の局所構造解析	名古屋大学・渡部孝
202005093	ホウ化水素ナノシートの局所構造解析	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
202005099	XPS および XAS による炭素薄膜の化学状態解析	名古屋市工業研究所・宮田康史
2020L5001	二次元格子物質の創製と電子構造に関する研究	名古屋大学・柚原淳司
202005105	二次元格子物質の創製と電子構造に関する研究	名古屋大学・柚原淳司
202005122	脱硝触媒粉末に捕捉された水銀の化学種分析	名古屋大学・義家亮
2020L5003	強磁性層状 RE-i-MAX 相化合物の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202006025	エピタキシャルグラフェンの界面制御と電子状態	名古屋大学・乗松航
202006069	塩素終端 GaN 表面の電子状態分析	名古屋大学・大田晃生
202006074	腐植物質とその類縁化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202006076	薄膜フォトカソード用グラフェン基板の加熱洗浄温度依存性の評価	名古屋大学・郭磊
202006103	ホウ化水素ナノシートの局所構造解析	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
202006121 ※	燃料電池用触媒の電子構造解析 (1)	京都大学・内山智貴
202006144	固体電解質材料の X 線吸収分光と X 線光電子分光	(公財) 科学技術交流財団・岡島敏浩
2020L6003	強磁性層状 RE-i-MAX 相化合物の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛

BL8S1 (薄膜 X 線回折)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202002028	鋼材の斜入射 X 線回折	(公財) 科学技術交流財団・鷹取一雅
202002029 ※	XRD によるナノグラフェンの結晶構造解析	名古屋大学・小田修
202002033	繰返し荷重下における木材の XRD 測定法の効果	名古屋大学・山崎真理子
202002058	プラズマ窒化処理されたオーステナイト系ステンレス鋼の残留応力測定	名城大学・アブラハベトロス
202002086 ※	シンクロトロン光を用いた内容物による包材の劣化現象の把握	あいち産業科学技術総合センター 村井崇章
202002090 ※	XRD によるナノグラフェンの結晶構造解析	名古屋大学・堀勝
202002096	全固体リチウム二次電池用正極薄膜の X 線回折測定	名古屋大学・山本貴之
202003030 ※	XRD によるナノグラフェンの結晶構造解析	名古屋大学・堀勝
202003072	希土類 - 鉄ナノ粒子の磁場配向	あいち産業科学技術総合センター 村井崇章

202003123	単層酸化グラフェン基板上的 PVDF 薄膜の自己組織化	豊田工業大学【実地研修】
202004037	アルカリハライド基板に形成した金属結晶の特性評価	福井大学・清水啓史
202004043	シンクロトロン光を用いた内容物による包材の劣化現象の把握②	あいち産業科学技術総合センター 村井崇章
202004092	爆発衝撃力で接合したマグネシウム-アルミニウム接合体の 接合界面における残留応力評価	名古屋工業大学・成田麻未
202004096	Fe ドープアルミナの酸化還元による構造変化	京都大学・朝倉博行
202004098	電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトロン光による評価	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀
202004100 ※	XRD によるナノグラフェンの結晶構造解析	名古屋大学・堀勝
202005067	Sm-Fe-N ナノ粒子の磁場配向	(国研) 産業技術総合研究所・平山悠介
202005078	ナノ構造界面制御によるコア・シェルナノドットの創成と量子機能制御	名古屋大学・牧原克典
202005112	全固体リチウム二次電池用正極材料の薄膜 X 線回折測定	名古屋大学・山本貴之
202005113	爆発衝撃力で接合したマグネシウム-アルミニウム接合体の 接合界面における残留応力測定	名古屋工業大学・成田麻未
202005117 ※	シンクロトロン光を用いた内容物による包材の劣化現象の把握	あいち産業科学技術総合センター 村井崇章
202005124	酸化処理した鋼材の斜入射 X 線回折	(公財) 科学技術交流財団・鷹取一雅
202006046	蓄電固体材料の薄膜 X 線回折測定	名古屋大学・山本貴之
202006053 ※	シンクロトロン光を用いた内容物による包材の劣化現象の把握	あいち産業科学技術総合センター 村井崇章
202006105	爆発衝撃力で接合したマグネシウム-アルミニウム接合体の 接合界面における残留応力測定	名古屋工業大学・成田麻未
202006117	希土類-鉄ナノ粒子の磁場配向	(国研) 産業技術総合研究所・平山悠介
202006127	窒化処理した SUS304 の残留応力及び格子定数測定	あいち産業科学技術総合センター 杉山信之【実地研修】
202006135	白色 LED 応用を目的とした新しい酸化物および酸窒化物蛍光体の 結晶構造解析	加計学園岡山理科大学・佐藤泰史
202006147	自動車用モータコアの加工ひずみ計測	名古屋大学・笹田星児
2020D6044	水和ポリマー薄膜の X 線反射率測定	名古屋大学・伊藤伸太郎
2020D6054	窒化処理した SUS304 の格子定数測定	名城大学・アブラハペトロス
2020D6061	高分子添加潤滑油薄膜の X 線反射率測定	名古屋大学・伊藤伸太郎

BL8S2 (X 線トポグラフィ・X 線 CT: 愛知県)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020 a0001	4H-SiC ウェハのトポグラフィ実験 (1)	(一財) 電力中央研究所・鎌田功穂
2020 a0002	SiC 結晶のトポグラフィ観察と偏光顕微鏡像の比較	名古屋大学・原田俊太
2020 a0003	Al ₂ O ₃ on GaN 構造への X 線照射実験	名古屋大学・田中敦之
2020 a0004	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2020 a0005	ポリマー中の中空シリカ粒子分散状態の確認	名古屋工業大学・藤正督
2020 a0007	Defect Evaluation of high-quality SiC grown by solution method	名古屋大学・原田俊太
2020 a0008	SiO ₂ 単結晶 X 線トポグラフィ測定	名古屋大学・北口雅暁
2020 a0010	SiC 結晶のトポグラフィ観察と偏光顕微鏡像の比較	名古屋大学・原田俊太
2020 a0015	ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成 過程の解明	東北大学・吉年規治
2020 a0016	BL8S2 における CFRP の X 線 CT 測定について	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0017	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 産業創成【重点 M4】	名古屋大学・砂口尚輝

2020 a0018	Al/CFRTP 複合構造界面の X 線 CT 評価【重点 M7】	名古屋大学・鈴木飛鳥
2020 a0019	GaN 基板の X 線トポ観察実験	名古屋大学・田中敦之
2020 a0021	SiC 結晶のトポグラフィ観察と偏光顕微鏡像の比較	名古屋大学・原田俊太
2020 a0022	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2020 a0024	ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成過程の解明	東北大学・吉年規治
2020 a0025	GaN 結晶のトポグラフィ観察と PL 像の比較	名古屋大学・原田俊太
2020 a0026	BL8S2 における CFRP の X 線 CT 測定について 2	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0027	4H-SiC ウェハのトポグラフィ実験	(一財) 電力中央研究所・鎌田功穂
2020 a0028	絞り加工時の成形不良予測のための指標確立	名古屋工業大学・西田政弘
2020 a0030	リチウムイオン電池充放電状態の 2 次元 XAFS 観察【重点 I2】	名古屋大学・渡部孝
2020 a0031	BL8S2 における CFRP の X 線 CT 測定について 3	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0032 ※	秋系輪ギクの変異系統の作出	愛知県農業総合試験場・近藤敬典
2020 a0033	革新的シンクロtron光 CT 技術による次世代モノづくり産業創成【重点 M4】	名古屋大学・砂口尚輝
2020 a0034	GaN 基板の X 線トポ観察実験	名古屋大学・田中敦之
2020 a0035	内部にレーザー加工を施した GaN 基板の X 線 CT 観察	名古屋大学・田中敦之
2020 a0036	CFRP 射出成形品の内部構造の観察	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0037	X 線検出器を用いた SiC 結晶の高分解能観察	名古屋大学・原田俊太
2020 a0038	革新的シンクロtron光 CT 技術による次世代モノづくり産業創成【重点 M4】	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0040	X 線 CT 測定【重点 M1】	名古屋大学・松本昌樹
2020 a0042	ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成過程の解明	東北大学・吉年規治
2020 a0043	絞り加工時の成形不良予測のための指標確立	名古屋工業大学・西田政弘
2020 a0044 ※	キクの変異系統の作出	愛知県農業総合試験場・近藤敬典
2020 a0045	GaN 基板の X 線トポ観察実験	名古屋大学・田中敦之
2020 a0049	LIGA プロセスを用いた小惑星探査機はやぶさ試料分析用銅製試料台の開発	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0050	革新的シンクロtron光 CT 技術による次世代モノづくり産業創成【重点 M4】	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0052 ※	カーネーション切り花の茎・節の構造解析	愛知県農業総合試験場・戸田浩子
2020 a0053	X 線トポグラフィによる加工ダメージの評価 (I)	名古屋大学・原田俊太
2020 a0054	シンクロtron光計測入門講習会 測定実習	あいち産業科学技術総合センター 杉山信之
2020 a0055	炊飯米の X 線 CT 測定	宮城大学・庄子真樹
2020 a0057	LIGA プロセスを用いた小惑星探査機はやぶさ試料分析用銅製試料台の開発	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0058	2 次元蛍光 XAFS の試み	(公財) 科学技術交流財団・岡島敏浩
2020 a0059	X 線 CT 測定【重点 M1】	名古屋大学・松本昌樹
2020 a0061	BL8S2 における CFRP の X 線 CT 測定について 5	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0064	X 線 CT 測定【重点 M1】	名古屋大学・松本昌樹
2020 a0065	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2020 a0066	模擬電池内部のポリマー材料の観察	(株) SOKEN・鈴木健了
2020 a0068	リチウムイオン電池充放電状態の 2D-XAFS 観察 2	名古屋大学・渡部孝

2020 a0070	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成【重点 M4】	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0071	ポリマー中の中空シリカ粒子分散状態の確認【重点 M2】	名古屋工業大学・藤正督
2020 a0072	Al/CFRTP 接合試料内部の CT 観察	あいち産業科学技術総合センター 廣澤考司
2020 a0073	X 線検出器を用いた SiC 結晶の高分解能観察 (II)	名古屋大学・原田俊太
2020 a0074	パウダーファンデーション成型体の内部構造観察【重点 M4】	日本メナード化粧品株式会社・ 浅野浩志
2020 a0077	BL8S2 における CFRP の X 線 CT 測定について 6	あいち産業科学技術総合センター 吉田陽子
2020 a0078	‘にこにこベリー’を用いたイチゴの肉質評価法の検討	宮城大学・庄子真樹
	米麴の内部構造	宮城大学・金内誠
2020 a0079	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成【重点 M4】	名古屋大学・桜井郁也
2020 a0081	溶液成長 SiC 結晶の欠陥評価	名古屋大学・鈴木皓己
2020 a0082	高含水率食品の高倍率測定手法の検討	宮城県産業技術総合センター・ 浅野壮宏
2020 a0083 ※	パウダーファンデーション成型体の内部構造観察【重点 M4】	日本メナード化粧品株式会社・ 浅野浩志
2020 a0084	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2020 a0086	模擬電池内部のリチウム金属の観察	株式会社 SOKEN・鈴木健了
2020 a0088	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成【重点 M4】	名古屋大学・砂口尚輝
2020 a0089	模擬電池内部のリチウム金属の観察	株式会社 SOKEN・鈴木健了
2020 a0090	2 次元蛍光 XAFS の試み (2)	(公財) 科学技術交流財団・岡島敏浩

BL8S3 (広角・小角 X 線散乱)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202001016	新規ドナー-アクセプター型共役系高分子の分子配向解析	(公財) 相模中央化学研究所・ 已上幸一郎
202002008	硫化物正極内モルフォロジー変化の解析	京都大学・山本健太郎
202002031	澱粉の凝集挙動解析	岐阜大学・勝野那嘉子
202002032	ブロック共重合体が形成する新規マイクロ相分離構造	名古屋工業大学・山本勝宏
202002071 ※	糖由来カーボン多孔質材料の放射光 X 線透過小角散乱測定による構造解析—その 3	(国研) 産業技術総合研究所・久保史織
202003024	ブロック共重合体が形成する新規マイクロ相分離構造 2	名古屋工業大学・山本勝宏
202003025	小角散乱法によるゾルゲル反応のその場観察 2	名古屋工業大学・山本勝宏
202003055 ※	ブロックコポリマーエラストマーの相分離構造調査	名古屋工業大学・林幹大
202003060	電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトロン光による評価	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀
202003101	中央鎖を架橋した高靱性ブロックコポリマーエラストマーの開発	名古屋工業大学・林幹大
202004021	Free-standing films of aligned SWCNTs	信州大学・KukobatRadovan
202004022	小角散乱法によるゾルゲル反応のその場観察 3	名古屋工業大学・山本勝宏
202004023	X 線小角散乱による Mg-Zn-Gd 系合金の LPSO 構造の観察	九州大学・西堀麻衣子
202004033	小角散乱法によるゾルゲル反応のその場観察 2	名古屋工業大学・山本勝宏
202004077	液晶性ランダム共重合体の相転移挙動	滋賀県立大学・竹下宏樹
202005014	電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトロン光による評価	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀
202005027	X 線小角散乱によるアクチン結合タンパク質の溶液構造の解明	名古屋大学・武田修一
202005028	X 線小角・広角散乱法を用いるアミロイド線維の構造解析	東京理科大学・川崎平康

202005046	張力印加下、昇温過程における高分子の結晶相転移現象探求	豊田工業大学・田代孝二
202005049	広角 X 線によるアルファ化米粉の糊化度の測定	宮城大学・庄子真樹
202005051	木材細胞壁中のセルロース結晶の測定	名古屋大学・山崎真理子
202005057	リポソーム中のタンパク質の小角散乱	名古屋大学・杉本泰伸
202005071	高強度・高回復性ハイドロゲルにおける伸長結晶化ダイナミックスの解明	東京大学・眞弓皓一
202005095	液晶性-非晶性ブロック共重合体の配向構造	滋賀県立大学・竹下宏樹
2020D5026	X 線小角散乱による酵素蛋白質の 2 量体形成の解析	(国研) 日本原子力研究開発機構・中川洋
2020D5040 ※	β グルカンゲルの小角広角測定	東京大学・砂川直輝
202006010	二次元検出器の時間 / 空間分解能評価 3 【重点 M3】	名古屋大学・田渕雅夫
202006026	WAXS study of novel piperazine based nanocomposite membranes.	信州大学・竹内健司
202006034	ガラス固化体製作用ホウケイ酸ガラスのナノ構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構・元川竜平
202006041	ブロック共重合体が形成する新規マイクロ相分離構造 3	名古屋工業大学・山本勝宏
202006057	ベシクルのサイズ計測	東京大学・内山聖一
2020D6031 ※	セロデキストリンホスホリラーゼ酵素により、宇宙空間で合成されたセルロース微結晶の小角 X 線散乱解析	東京大学・砂川直輝

BL11S2 (硬 X 線 XAFS II)

※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020D1014	Nd ₂ CuO ₄ の焼成温度と Cu の化学状態の調査	北海道大学・三浦章
2020D1023 ※	金属触媒の構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・徐強
202002006 ※	水電解用アノード触媒の電子状態解析 (1)	京都大学・内山智貴
202002012 ※	窒素分子からのアンモニア合成に有効な担持金属クラスター触媒の XAFS による構造解析	(国研) 理化学研究所・上口賢
202002017	MOF synthesis on cotton surfaces	信州大学・田中秀樹
202002023	MOF-on-MOF 型 Chemiresistor の積層構造の解明	京都大学・大竹研一
202002030	MOF への分子吸着プロセスのにおける XAFS-XRD 同一測定系の構築	名古屋大学・坂本裕俊
202002038	Co 化合物の高分解能 XAFS 測定	(公財) 科学技術交流財団・岡島敏浩
202002043	多孔性分子結晶構造解析のための XAFS 研究	名古屋大学・張中岳
202002080	固定化金属触媒の XAFS 測定	名古屋大学・邨次智
202002089 ※	窒素分子からのアンモニア合成に有効な担持金属クラスター触媒の XAFS による構造解析	(国研) 理化学研究所・上口賢
2020D2038	亜鉛マンガ複酸化物の電子状態解析	東北大学・小林弘明
202003007	リガク製二次元検出器の時間 / 空間分解能評価 2 【重点 M3】	名古屋大学・田渕雅夫
202003013	新規蛍光体酸化物の実用化に向けた励起・発光特性向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202003014 202003098	単原子触媒の in situ XAFS 分析	京都大学・朝倉博行
202003020	アルミナ担持金属ナノ粒子触媒の化学状態及び局所構造解析	名古屋大学・薩摩篤
202003041	廃水中からのマンガンの選択的な回収	早稲田大学・所千晴
202003044	オープンメタルサイトをもつ MOF への分子吸着プロセスの XAFS 計測	名古屋大学・坂本裕俊
202003045	XAFS によるイネの根に生じる鉄プラークのミネラル組成および As, Cu の取り込み機構の解析	弘前大学・野田香織
202003076	光触媒反応に伴う亜酸化銅の自己酸化の挙動とその抑制	(地独) 東京都立産業技術研究センター 染川正一

202003080	高レベル放射性廃棄体中の不溶解残渣（白金族合金）の構造解析	東京都市大学・松浦治明
202003108	新規蛍光体酸化物の実用化に向けた励起・発光特性向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
2020D3014	Br 含有医薬品原薬の XAFS 測定	東邦大学・野口修治
2020D3042	Identifying structural characteristics of reassembled protein nanoparticles.	Korea University・LeeJee-Won
202004003	新規蛍光体酸化物の実用化に向けた励起・発光特性向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202004005	その場 XAFS 測定による単層カーボンナノチューブ成長用触媒粒子の分析	名城大学・丸山隆浩
202004006	XAFS を用いた Rh ナノ粒子の触媒活性制御因子の解析	名古屋大学・薩摩篤
202004009	電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトン光による評価	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀
202004012	単分子電極の局所配位構造	名城大学・才田隆広
202004028	オープンメタルサイトをもつ MOF への分子吸着プロセスの XAFS 計測	名古屋大学・坂本裕俊
202004032	超高压合成されたホウ化物におけるセリウム価数の特定	(国研) 物質・材料研究機構・遊佐齊
202004040	TeO ₂ -ZnO-Na ₂ O テルライトガラスの局所構造解析	名古屋工業大学・早川知克
202004070	高レベル放射性廃棄体中の不溶解残渣（白金族合金）の構造解析	東京都市大学・松浦治明
2020D4001 ※	金属触媒の構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・徐強
2020D4016	マンガン複酸化物のレドックス反応追跡	東北大学・小林弘明
2020D4017	リチウム鉄酸化物のレドックス反応追跡	東北大学・小林弘明
2020D4020	Br 含有医薬品原薬の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典
202005004	その場 XAFS 測定による Co 触媒からの SWCNT 成長過程の分析	名城大学・丸山隆浩
202005008	新規蛍光体酸化物の実用化に向けた励起・発光特性向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202005015	電界紡糸法による無機系ナノファイバーのシンクロトン光による評価	あいち産業科学技術総合センター 村瀬晴紀
202005017	固定化金属触媒の XAFS 測定	名古屋大学・邨次智
202005037	低温 NH ₃ -SCR を可能とする Cu イオンダイナミクスの in-situ XAFS 解析	名古屋大学・織田晃
202005050	イチゴの葉におけるカルシウムの可視化	宮城大学・庄子真樹
202005059	MOF 細孔中のオープンメタルサイトへの強い相互作用をともなうゲスト分子吸着プロセスの XAFS 計測	名古屋大学・坂本裕俊
202005070	ダイヤモンド単結晶の XAFS 測定 I	名古屋大学・田淵雅夫
202005102	遷移金属ドーブした酸化チタンナノシートの局所配位構造	名城大学・才田隆広
2020D5010	漆膜中に含まれる鉄の状態解析	(国研) 日本原子力研究開発機構 関根由莉奈
2020D5016	金属触媒の構造解析	(国研) 産業技術総合研究所・徐強
2020D5036	DUT-8 (Ni) の構造解析	信州大学・田中秀樹
202006001 ※	窒素分子からのアンモニア合成に有効な担持金属クラスター触媒の XAFS による構造解析	(国研) 理化学研究所・上口賢
202006002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究 II	名古屋大学・片山尚幸
202006003	固定化金属触媒の XAFS 測定	名古屋大学・邨次智
202006035	超高压下で合成された微小試料の局所構造解析	名古屋大学・丹羽健
202006066	ダイヤモンド単結晶の XAFS 測定 II	名古屋大学・田淵雅夫
202006081	MOF 細孔中のオープンメタルサイトへの強い相互作用をともなうゲスト分子吸着プロセスの XAFS 計測	名古屋大学・坂本裕俊
202006104	パラジウムドーブ酸化チタンの熱処理挙動の理解	(国研) 物質・材料研究機構・富中悟史
202006114	フルオラス型吸着材の Zr 錯体構造解析	(国研) 日本原子力研究開発機構・渡部創
2020D6012	リチウム鉄酸化物のレドックス過程の鉄の電子状態追跡	東北大学・小林弘明

6.2 成果公開無償利用事業成果報告書

シンクロトン光施設の新たな利用の拡大に繋げることを目的とした、成果公開無償利用事業により、2020年度に採択された22件の課題は以下のとおり。
 ※なお、成果報告書の内容は、あいちシンクロトン光センターホームページ

<https://www.aichisr.jp/publication/report/2020/2.html> で公開されている。



※は公開延期申請がされたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2020P0102	酸化物質材を用いた土壌の重金属類の不溶化に関する研究	東京農工大学 石原産業株式会社
2020P0103	ペプチド抗体と VEGF タンパク質からなる複合体結晶の立体構造解析	株式会社丸和栄養食品
2020P0104	ガスアトマイズ金属粉末粒子内部の気孔形態の直接観察と形成過程の解明	東北大学 株式会社真壁技研
2020P0105	材料解析プラットフォーム“Material DX”による材料の構造解析と材料設計指針の導出	トヨタ自動車株式会社
2020P0106	小角 X 線錯乱を用いた白金ナノ粒子形成過程のその場観察	株式会社豊田中央研究所
2020P0107	古陶磁分析研究を基にした新規顔料開発 瀬戸陶磁器ブランド化への基礎力生成	有限会社快山製陶所 旭精機工業株式会社
2020P0109	XAFS による BaTiO ₃ 中に添加した Ca の局所構造解析	京セラ株式会社
2020P0110	小角 X 線散乱を用いた水ガラスのゾルゲル反応機構の解明	富士化学株式会社
2020P0111	加熱時間に伴うポリマーおよび酸化防止剤の化学状態の分析	矢崎総業株式会社
2020P0112	インジウム金属スパッタ処理樹脂形成品におけるアンダーコート - インジウム薄膜界面の化学状態検出の試みおよび耐久試験後の変色原因解析	小島プレス工業株式会社
2020P0113※	その場 XAFS 測定によるカーボンナノチューブ成長用触媒粒子の分析	名城大学 株式会社山一ハガネ
2020P0114	シンクロトン光照射を利用した花壇苗花きの育種	株式会社つのだん IP
2020P0115	動的機能空間の高時間分解能解析 - 高速応答空間材料創製の設計を目指した AI 検出器の開発 -	SyncMOF 株式会社
2020P0116※	XANES による紅藻 <i>Galdieria sulphuraria</i> への貴金属吸着様式の解明	早稲田大学 株式会社ガルデリア
2020P0117※	2次元超伝導を発現する2原子層高きインジウム超薄膜相の電子状態	東京工業大学 NTT-AT
2020P0118※	抗ウイルス薬開発を目指した蛋白質結晶構造解析	プロテインウエーブ株式会社 京都薬科大学
2020P0119	Li イオン電池の in situ CT 測定による電極状態の観察	株式会社日産アーク
2020P0120	溶融めっき鋼板の微細構造解析	株式会社淀川製鋼所
2020P0122	瀬戸近郊の粘土の結晶性と粒度分析結果の相関性	瀬戸窯業試験場 丸石窯業原料株式会社 丸仙陶器原料株式会社
2020P0124	エポキシ樹脂 / 無機基材接着界面の解析	住友ベークライト株式会社
2020P0127	表面風化木材の表面組織におけるセルロース鎖の引張挙動解析	名古屋大学 株式会社中村建築研究所

7. 委員会

7. 委員会

あいちシンクロトロン光センターでは、外部の有識者がセンターの整備・運営についての調査審議を行う「運営委員会」をはじめ、さまざまな委員会を設置・開催している。

7.1 あいちシンクロトロン光センター運営委員会

第1回	開催日	2020年6月26日
	開催場所	あいち産業科学技術総合センター 1階 講習会室
	議題	2019年度事業報告について 2020年度の取組状況について
第2回	開催日	2021年3月8日
	開催場所	オンライン開催
	議題	センターの利用状況、 取組状況について 2021年度年間運営計画（案）について

7.2 あいちシンクロトロン光センター専用ビームライン審査委員会

開催日	2021年1月22日
開催場所	あいちシンクロトロン光センター 2階 大会議室

7.3 あいちシンクロトロン光センター成果公開無償利用事業課題審査委員会

開催日	2020年5月18日
開催場所	あいちシンクロトロン光センター 2階 大会議室

7.4 その他委員会

- (1) 業務安全管理委員会 月1回開催
- (2) 放射線安全管理委員会 年1回開催

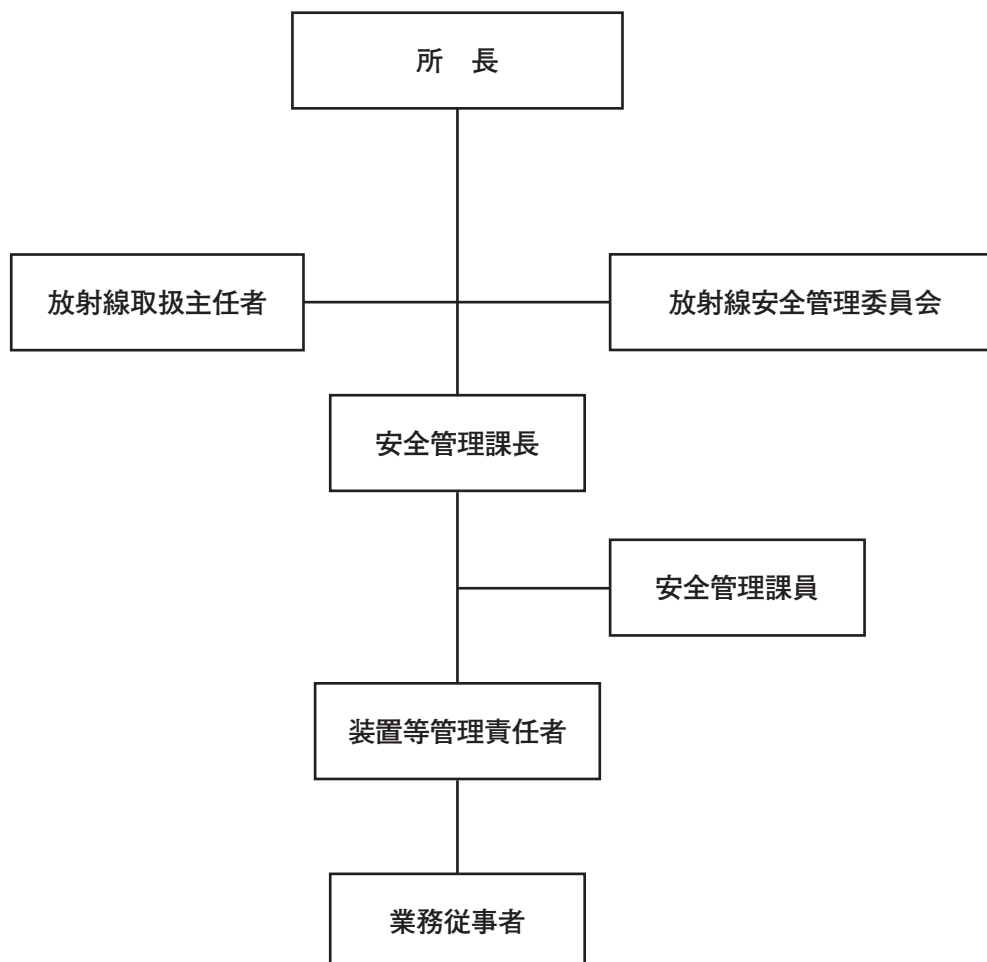
8. 安全管理

8. 安全管理

8.1 放射線管理

(1) 管理体制

あいちシンクロトロン光センターにおいて装置等の取扱いに従事する者及び安全管理に従事する者に関する組織図は以下のとおり。



あいちシンクロトロン光センター放射線障害予防規程 (2020.9)

(2) 従事者登録

2020年度あいちシンクロトロン光センター放射線業務従事者登録数 667名

(3) 職員用放射線業務従事者教育訓練講習会

職員用の講習会を下記の日程で開催。(いずれも再教育)

10月19日(月) 13:30～15:00

参加者(会場) 12名

(オンライン) 8名

11月16日(月) 13:30～15:00

参加者(会場) 8名

(オンライン) 5名

8.2 その他安全

ユーザーの持込試料や化学薬品等について、法令や所則に基づき、安全審査を実施
職員が、センターの運営に必要な資格を保有

<主なもの>

放射線取扱主任者

有機溶剤作業主任者

特定化学物質及び四アルキル鉛等作業主任者

床上操作式クレーン等

玉掛け

高圧ガス取扱主任者

危険物取扱者

9. 施設管理

9 施設管理

9.1

あいちシンクロトロン光センターでは、株式会社ホープから知の拠点の受電設備を経由して供給され、当センターにおいて6,600Vで受電した電気を、420V、210V、105Vに降圧して使用している。以下に、毎月の電気使用量（Kw・時）と使用料金（円）を示す。

2020年4月	5月	6月	7月	8月	9月
204,050	396,900	490,800	460,880	450,410	449,330
3,232,228	5,814,602	7,061,168	6,919,529	6,724,241	6,561,048

10月	11月	12月	2021年1月	2月	3月	2020年度 合計
416,530	408,990	413,650	410,930	395,000	385,450	4,882,920
5,631,563	5,268,813	5,083,185	4,638,035	4,493,580	4,532,032	65,960,024

9.2

あいちシンクロトロン光センターでは、瀬戸市から供給されている上水道水を、飲料水や加速器等の冷却水として使用している。以下に、各期の水道使用量（m³）と使用料金（円）を示す。

2020年3月～ 5月	5月～ 7月	7月～ 9月	9月～ 11月	11月～ 2021年1月	2021年 1月～3月	2020年度 合計
404	997	1,148	738	601	623	4,511
110,979	293,623	340,131	213,851	171,655	178,431	1,308,670

10. 運営

10 運営

10.1 過去5年間の予算（委託等は除く）・利用料収入の推移

（単位：千円）

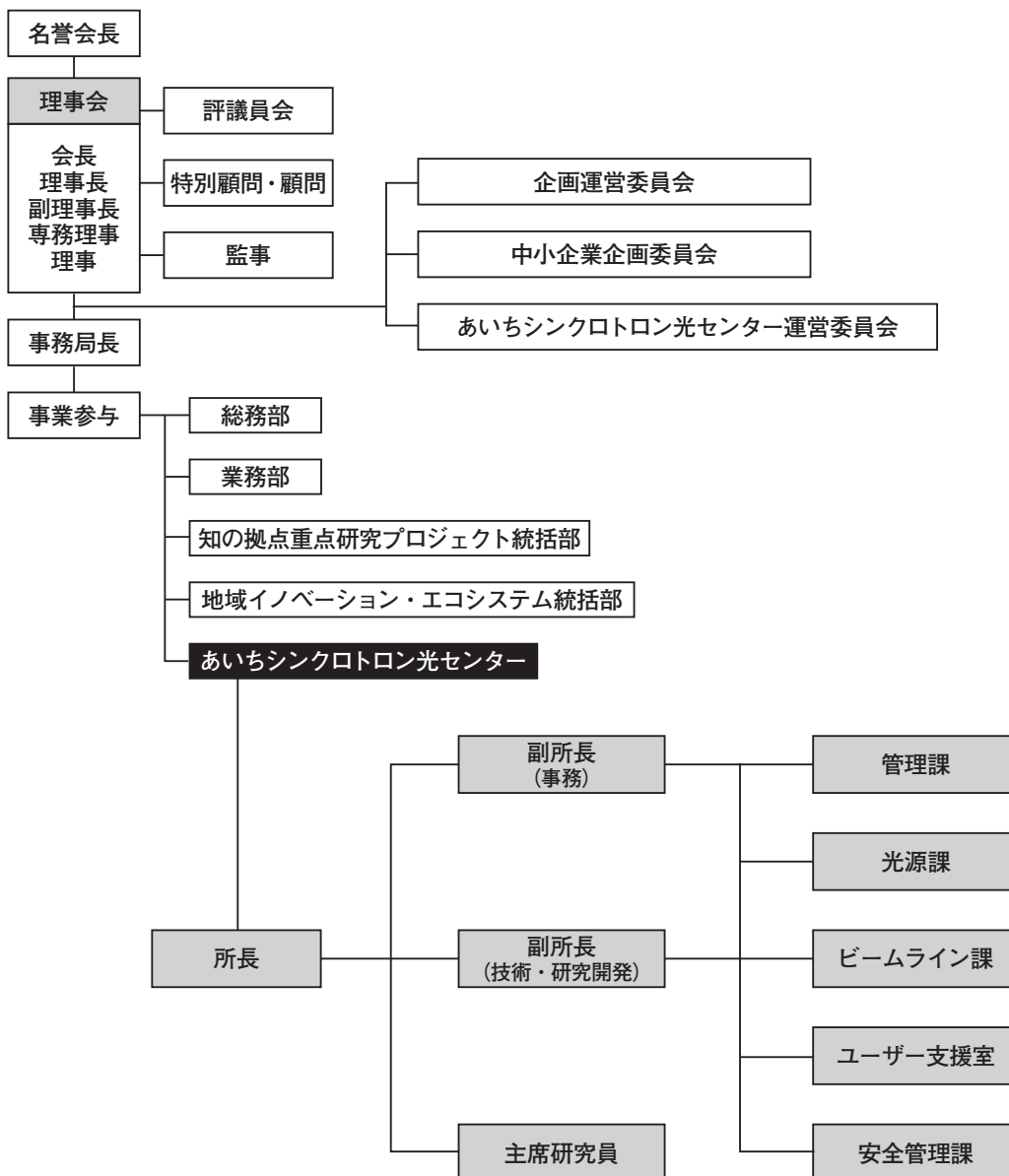
	2016年度	2017年度	2018年度	2019年度	2020年度
予算額	553,429 ※	585,793	507,851	519,566	595,614
利用料収入額（実績）	182,526	191,370	194,703	207,780	215,249

※ 2016年度については、変更交付決定（減額）後の額

10.2 運営組織、スタッフ名簿

【運営組織】

公益財団法人科学技術交流財団 組織図



【スタッフ名簿】

所長	竹田 美和	
副所長	松田 太一	
副所長	岡島 敏浩	
主席研究員	渡辺 義夫	
管理課		
課長	山内 博雅	
主事（事務専門職員）	加藤 由紀	
主事（事務専門職員）	松原 浩美	
パートナー職員	畦上 洋子	
光源課		
主幹研究員	高嶋 圭史	
主任研究員	保坂 将人	
技術研究員	石田 孝司	
研究員	郭 磊	
（スプリングエイトサービス）	平山 英之	
（スプリングエイトサービス）	金木 公孝	
（スプリングエイトサービス）	鈴木 遥太	
ビームライン課		
課長	鈴木 みどり	
担当課長兼主任技術研究員	吉村 倫拓	
係長	恩田 康佑	
パートナー職員	中上 悦子	
（ビームラインスタッフ）		
BL1N2	主任技術研究員	杉山 陽栄
	主任技術研究員	野本 豊和
BL5S1	主任技術研究員	福岡 修
	技術研究員	須田 耕平
	（スプリングエイトサービス）	廣友 稔樹
BL5S2	主任技術研究員	中西 裕紀
	（スプリングエイトサービス）	佐久間 靖博

BL6N1	技術研究員	陰地 宏
	技術研究員	柴田 佳孝
BL7U	主任技術研究員	仲武 昌史
	技術研究員	高倉 将一
BL8S1	（スプリングエイトサービス）	山本 健一郎
	外来技術員	酒井 久資
BL8S2	技術研究員	花田 賢志
BL8S3	技術研究員	神谷 和孝
	技術研究員	山元 博子
BL11S2	（スプリングエイトサービス）	福永 正則
	（スプリングエイトサービス）	加藤 弘泰
ユーザー支援室		
	室長	竹田 美和 （所長兼務）
	産業利用コーディネータ	東 博純
	産業利用コーディネータ	野崎 彰子
	産業利用コーディネータ	永見 哲夫
	産業利用コーディネータ	塚田 千恵
	科学技術コーディネータ	上原 康
	研究員	神岡 武文
	主事（事務専門職員）	塚田 幸
安全管理課		
	課長	（空席）
	産業利用アドバイザー	太田 公典
	産業利用アドバイザー	太田 俊明
	産業利用アドバイザー	砥綿 真一
	産業利用アドバイザー	八田 一郎
	光源アドバイザー	大熊 春夫
	アドバイザー	國枝 秀世
	アドバイザー	花木 博文
	アドバイザー	小田 政利

10.3 委員名簿

【あいちシンクロトロン光センター運営委員会】

氏名	所属等
井川 泰爾	株式会社豊田中央研究所 分析部組織解析研究室 室長
池口 達治	愛知県あいち産業科学技術総合センター 所長
石川 由加里	一般財団法人ファインセラミックスセンター 材料技術研究所 機能性材料グループ グループ長
伊藤 みほ	株式会社デンソー 先端技術研究所長兼マテリアル研究部長
加藤 政博	大学共同利用機関法人自然科学研究機構 特任教授
木下 圭介	トヨタ自動車株式会社 電動化・環境材料技術部 材料基盤開発室 室長
木村 辰雄	国立研究開発法人産業技術総合研究所 中部センター 極限機能材料研究部門 ナノポーラス材料グループ長
国須 正洋	株式会社東レリサーチセンター 表面科学研究部 第2研究室 主任研究員
久保 修一	イビデン株式会社 経営役員 技術開発本部長
佐宗 章弘	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学） 副総長
佐藤 航太	名古屋商工会議所 産業振興部 モノづくり・イノベーションユニット長
末吉 敏弘	経済産業省中部経済産業局 地域経済部産業技術課長
田代 孝二	学校法人トヨタ学園豊田工業大学 特任教授
田中 三郎	国立大学法人豊橋技術科学大学 副学長
永田 謙二	国立大学法人名古屋工業大学 産学官金連携機構 副機構長
藤井 則彦	愛知県 経済産業局産業部産業科学技術課長
三崎 順一	三信鋳工株式会社 代表取締役
宮崎 誠一	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学） シンクロトロン光研究センター センター長

【あいちシンクロトロン光センター専用ビームライン審査委員会】

氏名	所属等
竹田 美和	あいちシンクロトロン光センター 所長
松田 太一	あいちシンクロトロン光センター 副所長
岡島 敏浩	あいちシンクロトロン光センター 副所長
渡辺 義夫	あいちシンクロトロン光センター 主席研究員
山内 博雅	あいちシンクロトロン光センター 管理課長
高嶋 圭史	あいちシンクロトロン光センター 光源課主幹研究員
鈴木 みどり	あいちシンクロトロン光センター ビームライン課長
田淵 雅夫※	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学） シンクロトロン光研究センター 教授
砂口 尚輝※	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学） 准教授

※ 設置要綱第3条第2項に基づく委員

【あいちシンクロトロン光センター成果公開無償利用事業課題審査委員会】

氏名	所属等
竹田 美和	あいちシンクロトロン光センター 所長
岡島 敏浩	あいちシンクロトロン光センター 副所長
渡辺 義夫	あいちシンクロトロン光センター 主席研究員
八田 一郎	あいちシンクロトロン光センター 産業利用アドバイザー
砥綿 眞一	あいちシンクロトロン光センター 産業利用アドバイザー
田淵 雅夫	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学） シンクロトロン光研究センター 教授
中川 幸臣	愛知県あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部長兼試作評価室長
鹿野 剛	愛知県あいち産業科学技術総合センター 計測分析室長兼シンクロトロン光活用推進室長
杉山 信之	愛知県あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部シンクロトロン光活用推進室 主任研究員

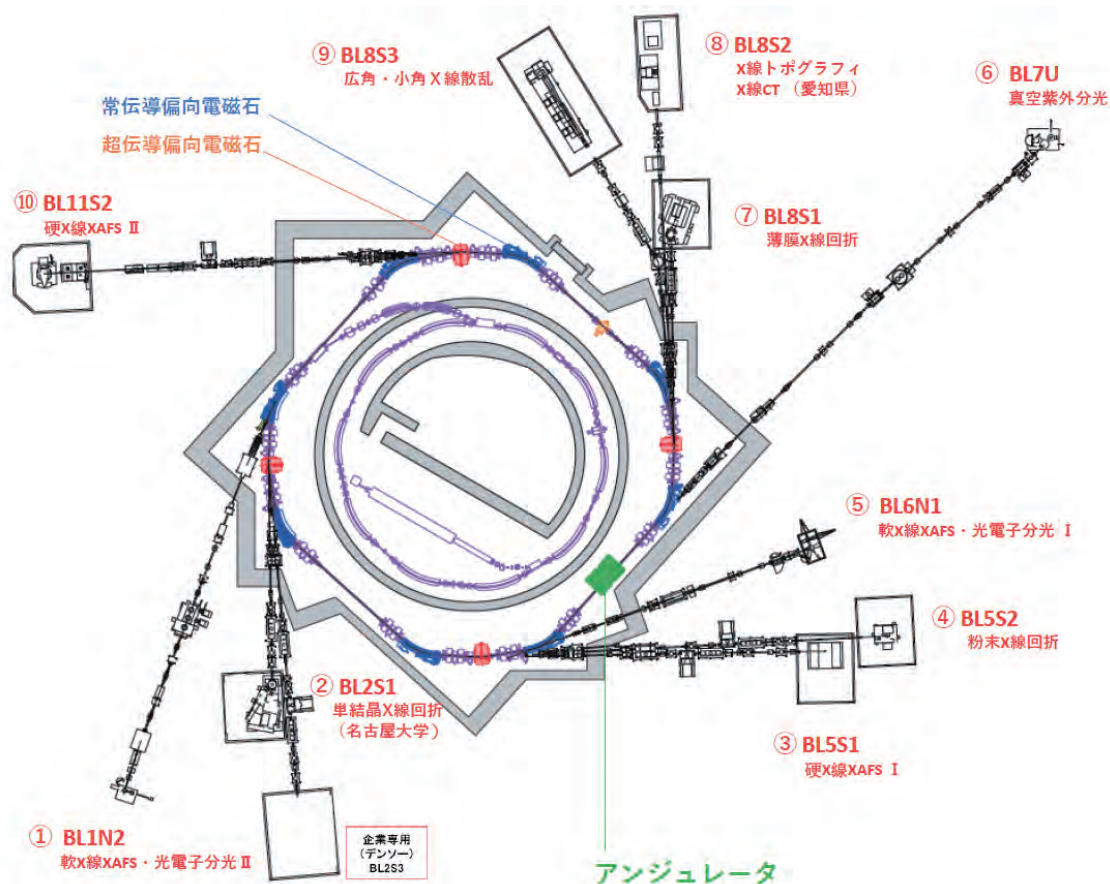
10.4 支援教員名簿

【大学連合からの支援職員に関する取決め第3に基づく支援職員（研究者）】

所属大学	職名（財団における職名）	氏名
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター教授（主幹研究員）	高嶋 圭史
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター教授（主幹研究員）	田淵 雅夫
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター教授（主幹研究員）	Lenard Michel Gabriel Chavas
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター准教授（主任研究員）	伊藤 孝寛
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター准教授（主任研究員）	杵本 泰伸
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター特任准教授（主任研究員）	保坂 将人
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター特任准教授（主任研究員）	櫻井 郁也
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター助教（研究員）	永江 峰幸
名古屋大学	シンクロトロン光研究センター助教（研究員）	郭 磊
名古屋大学	工学研究科教授（主幹研究員）	宮崎 誠一
名古屋大学	工学研究科助教（研究員）	小川 智史
名古屋工業大学	工学研究科教授（主幹研究員）	井田 隆
名古屋工業大学	工学研究科准教授（主任研究員）	山本 勝宏
豊田工業大学	工学研究科特任教授（主幹研究員）	田代 孝二
豊田工業大学	工学研究科教授（主幹研究員）	竹内 恒博
豊田工業大学	工学研究科准教授（主任研究員）	松波 雅治
豊橋技術科学大学	応用化学・生命工学系教授（主幹研究員）	水嶋 生智
豊橋技術科学大学	応用化学・生命工学系助手（研究員）	藤澤 郁英

付録

付録【共用ビームライン】



	ビームライン名		測定手法
①	BL1N2	軟 X 線 XAFS・光電子分光 II	軟 X 線 XAFS 超軟 X 線 XAFS 光電子分光
②	BL2S1	単結晶 X 線回折 (名古屋大学)	単結晶 X 線回折
③	BL5S1	硬 X 線 XAFS I	硬 X 線 XAFS 蛍光 X 線
④	BL5S2	粉末 X 線回折	粉末 X 線回折
⑤	BL6N1	軟 X 線 XAFS・光電子分光 I	軟 X 線 XAFS 光電子分光
⑥	BL7U	真空紫外分光	真空紫外分光 超軟 X 線 XAFS 光電子分光
⑦	BL8S1	薄膜 X 線回折	X 線反射率 薄膜表面回折
⑧	BL8S2	X 線トポグラフィ・X 線 CT (愛知県)	X 線トポグラフィ X 線 CT
⑨	BL8S3	広角・小角 X 線散乱	広角・小角散乱
⑩	BL11S2	硬 X 線 XAFS II	硬 X 線 XAFS 蛍光 X 線

【光源の性能】

直線加速器	電子エネルギー：50MeV
ブースターシンクロトロン	電子エネルギー：50MeV-1.2GeV、周長：48 m 自然エミッタンス：200 nm・rad
蓄積リング	蓄積電子エネルギー：1.2GeV、周長：72 m 自然エミッタンス：53 nm・rad、蓄積電流：300 mA
常伝導偏向電磁石【8台】	磁場強度：1.4T、偏向角：39°
超伝導偏向電磁石【4台】	磁場強度：5T、偏向角：12°

アクセス



鉄道

- 「名古屋」(地下鉄東山線) → 「藤が丘」(東部丘陵線リニモ) → 「陶磁資料館南」(名古屋駅から約 50 分)
- 「岡崎」「新豊田」「高蔵寺」(愛知環状鉄道) → 「八草」(東部丘陵線リニモ) → 「陶磁資料館南」

道路

- 東名高速道路・名古屋 IC より東へ約 7 km
- 東名高速道路・日進 JCT → 名古屋瀬戸道路・長久手 IC より東へ約 3 km
- 東海環状自動車道・豊田藤岡 IC → 猿投グリーンロード・八草 IC より西へ約 800 m

本年次報告に記載するあらゆる形のコンテンツの著作権は、当財団及びコンテンツ提供者に帰属しています。著作権者の事前の承諾なしに、本書のいかなる形式の複製または転載も行うことはできません。

あいちシンクロトロン光センター 2020年度 年次報告
2022年2月発行

公益財団法人科学技術交流財団
あいちシンクロトロン光センター

〒489-0965 愛知県瀬戸市南山口町250番3
tel 0561-76-8331
fax 0561-21-1652
mail : aichisr@aichisr.jp

公益財団法人 科学技術交流財団
Aichi Science & Technology Foundation



あいちシンクロトン光センター

〒489-0965 愛知県瀬戸市南山口町250番3
TEL 0561-76-8331(代表) FAX 0561-21-1652
<http://www.astf-kha.jp/synchrotron/>