



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

## 年次報告 2021



AichiSR

# 2021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

あいちシンクロトロン光センター（以下、AichiSR）の運用開始から9年目となる2021年度の活動をまとめた年報ができました。前年度に続き、新型コロナ感染の厳しい状況の中での運営となりましたが、皆様のご協力の元、来場人数制限の他、できる限りの感染対策をすることでAichiSRを用いた実験を継続することができました。施設全体ではこれまで11本のビームラインが設置されておりましたが、2021年には新たにBL11S3として2本目の企業専用ビームラインの設置が進み、2021年11月より試験運用が始まりました。これでAichiSR創設当初に目標とした12本のビームラインを達成することができました。これらの内の科学技術交流財団所有の8本と共に、愛知県所有1本と名古屋大学所有1本を加えた計10本が共用ビームラインとなっています。これら共用ビームライン、企業専用ビームラインを加えたAichiSR全体の運用実績については第1章にまとめてあります。総利用時間は年間8,637時間となり、これまで最大となりました。中でも測定代行については、感染症の拡大初期に利用が大きく拡大した後も、その利便性を認識されたこと也有って、全体の利用時間の1割ほどのレベルで定着してきました。また、総利用時間の半分以上を産業界の利用が占め、アカデミアが約3分の1の利用となっています。これらの利用による研究成果の事例は第2章に示しておりますが、その多くがアカデミアによるもの、無償利用など公表可能なものから抽出したものです。その他にも企業を中心に成果非公開の課題による成果があり、それらは地域を中心とした企業の研究開発に活かされていると思われます。これらの研究開発の手段としての光源、ビームラインについてはその機器更新、改善による高機能化の試みをAichiSRで進めており、第3章、第4章にこれらについても述べています。その他、利用促進・拡大のための様々な活動とその成果も後半にまとめてあります。

AichiSRは運用開始から9年目となり、高機能化と老朽化対策が課題となっております。2021年度では、前年度から導入を進めて来たBL11S2の平行光ミラーの試験利用が始まりました。X線CT、更には3次元XAFSを目指します。これはAichiSRがこれから目指す高機能化の中のイメージング（可視化）の方向に沿ったものです。他にもBL5S2における検出器支持構造の改良、BL8S3への大型撮像検出器の導入、BL6N1の駆動系の自動化の試みもあり、これらはもう一つの方向性、**高速化・効率化**に向けたものと言うことができます。2021年度の第5期、第6期の募集では硬X線ビームラインを中心に申請数が募集枠を50%以上越える事態となり、かなりのユーザーのご要望に応えられない事態がきました。他施設の利用停止と年度末の繁忙期が重なったことではあるものの、計測の高速化、効率化や他施設との連携などの検討を進めます。その一方で、老朽化に伴い故障する機器が出始めています。中でも光源のマイクロ波回路の一部のハンダ接合部で漏水が発生し、その部分の取り外し、工場で改修、再設置のために1週間施設全体の運用を止める事態も発生しました。他の施設の状況も鑑み、この部分を新規に製造し、同様な故障に対応することにしています。この他、既に進めている耐用年数の過ぎた機器の更新を計画的に続けていきます。

AichiSRでは、ここにまとめた2021年度およびこれまでの活動を振り返り、次の10年の研究開発の動向を見据えて将来計画を検討して行きたいと考えています。今後ともご助言、ご協力を頂きますようお願いいたします。

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 国枝 秀世



## 目次

### 所長挨拶

1. 全体の概要 .....	1
1.1 概要 .....	2
1.2 施設の運転状況.....	3
(1) 光源加速器.....	3
(2) ビームライン .....	3
1.3 利用の状況.....	4
1.4 年間の活動概要.....	6
2. 2021年度成果事例.....	7
3. 研究開発の状況.....	25
3.1 研究開発.....	26
(1) 光源加速器.....	26
(2) ビームライン .....	28
3.2 外部発表.....	33
(1) 論文.....	33
(2) 外部発表.....	45
3.3 科研費等外部資金の獲得状況.....	48
4. 施設運営の記録.....	49
4.1 光源の状況.....	50
4.2 ビームラインの状況 .....	51
(1) 財団ビームライン .....	51
(2) 愛知県ビームライン .....	57
(3) 名古屋大学ビームライン .....	58
(4) 企業専用ビームライン .....	59
4.3 利用促進.....	62
(1) 利用制度の概要.....	62
(2) 産業利用コーディネーターの活動 .....	63
(3) 利用者からの要望への対応 .....	64
(4) 放射線業務従事者教育訓練 .....	65
(5) 見学者数.....	66
5. 研究会・セミナー .....	67
5.1 講習会・研究会 .....	68
5.2 シンクロトロン光利用者研究会【実地研修】 .....	69

5.3 セミナー .....	69
5.4 第 10 回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会 .....	70
5.5 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.....	71
 6. 成果報告書 .....	73
6.1 公共等利用成果報告書.....	74
6.2 成果公開無償利用事業成果報告書.....	87
 7. 委員会.....	89
7.1 あいちシンクロトロン光センター運営委員会 .....	90
7.2 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.....	90
7.3 その他委員会 .....	90
 8. 安全管理.....	91
8.1 放射線管理.....	92
(1) 管理体制.....	92
(2) 従事者登録.....	92
(3) 職員用放射線業務従事者教育訓練講習会.....	92
8.2 その他 .....	92
 9. 施設管理.....	93
9.1 電気 .....	94
9.2 水道.....	94
 10. 運営 .....	95
10.1 過去 5 年間の予算・利用料収入の推移.....	96
10.2 運営組織 .....	96
(1) 公益財団法人科学技術交流財団 組織図.....	96
(2) スタッフ名簿 .....	97
10.3 委員名簿 .....	98
(1) あいちシンクロトロン光センター運営委員会 .....	98
(2) 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 .....	99
10.4 支援教員（研究者）名簿.....	99
 付録 .....	101
ビームライン配置図.....	102
共用ビームライン .....	102
光源の性能 .....	102
アクセス .....	103

# 1. 全体の概要



## 1 全体の概要

### 1.1 概要

AichiSR 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 月より、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運営している。2021 年度末で運営開始から 9 年が経過した。

開所当初 6 本だった財団所有ビームラインは、2015 年度及び 2016 年度に各 1 本を追加し、2021 年度末現在で 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、2021 年度は 4 年ぶりに新規ビームライン（企業専用）1 本を設置・稼働した。その結果、2021 年度末現在で、名古屋大学所有 1 本、愛知県所有 1 本、企業専用（株式会社デンソー所有）2 本を含む計 12 本が稼働している。

2021 年度も、2020 年度に引き続いて新型コロナウイルス感染症の影響はあったが、一時的に利用者の来所を制限した 2020 年度と異なり、感染対策に取り組みつつ、通所利用を制限することなく運営を続けた。年間を通じて運転に支障を来すような大きなトラブルもほとんどなく、企業専用ビームラインの新設や、測定代行の利用が引き続き高い水準であったことなどにより、全ビームライン（12 本）の利用時間数は過去最多かつ財団の利用料収入は過去 2 番目の多さとなった。

#### 【ビームライン設置の推移】

年度	BL 本数	事 項
2013	6 本	2012 年度 3 月にスタート
2015	8 本	BL1N2、BL2S1（名古屋大学）供用開始
2016	10 本	BL1S2 供用開始、BL2S3（企業専用）設置
2017	11 本	BL8S2（愛知県）供用開始
2021	12 本	BL1S3（企業専用）設置

#### 【運転計画】

- ・月曜日：光源調整・マシンスタディ  
※月曜日が祝日の場合は、翌営業日に実施
- ・火曜日～金曜日：ユーザー利用日
- ・ユーザータイム：第 1 シフト 10:00～14:00  
第 2 シフト 14:30～18:30

- ・ユーザー受入日  
例年並みの年間 160 日とし、施設の安定的な運転に必要なマシンスタディは、年間 53 日を確保
- ・メンテナンスのための長期休業期間  
4 月から 5 月前半
- ・光源系の安定運転のための保守・調整期間  
10 月後半～11 月前半に 1 週間程度

#### 【利用区分】

- ・一般利用  
通常利用及び測定代行において、主に企業が利用する区分。成果を非公開とすることが可能
- ・中小企業利用  
通常利用及び測定代行において、中小企業が利用する区分。成果を非公開とすることが可能
- ・公共等利用  
通常利用及び測定代行において、大学、公設試験研究機関等の公共的な団体が利用する区分。成果公開が前提
- ・トライアル利用  
公共等利用を除く通常利用において、ビームラインを試行的に利用する区分。利用料は半額

#### 【利用方法】

- ・通常利用：  
ユーザーが AichiSR に来所して測定する方法
  - ・測定代行  
ユーザーから預かった試料を AichiSR スタッフが代わりに測定する方法
- ※通常利用の申込方法
- ・定期利用申込  
年 6 回、各期前月の初めに申し込む方法
  - ・随時利用申込  
定期利用申込終了後に空きのあるビームラインに申し込む方法
  - ・長期利用申込  
前期（第 1～3 期）、後期（第 4～6 期）の 2 回に分けて申し込む方法

## 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 電子蓄積リングで構成されている。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から、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おり、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 1,979 時間であった。前年度と比較すると約 3.0% 増加した。このうちユーザーの利用時間は 1,235 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 389 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、企業専用ビームライン（BL2S3、BL11S3）の計 12 本のビームラインで多様な測定が行われた。利用者の利便性を高めるため 2021 年度に実施した主な改善は次のとおりである。（4.2 参照）

#### 【財団ビームライン】

BL1N2：Excel VBA を用いた簡易 XAFS スペクトル表示プログラムの開発

BL5S1：SDD 遠隔移動システムの導入

BL5S2：高速化サンプルチェンジャーの利用開始及び PDF 解析ソフトの導入

BL6N1：真空チャンバーへの SDD 導入と大気圧チャンバーマニピュレータの自動化

BL7U：エンドステーション観測装置の更新

BL8S1：3 連分光結晶の導入

BL8S3：利用可能なカメラ長の拡大及び新規検出器の導入

BL11S2：広がったシンクロトロン光を利用した 2 次元及び 3 次元 XAFS 測定

#### 【愛知県ビームライン】

BL8S2：位相 CT 測定システムの利用開始

#### 【名古屋大学ビームライン】

BL2S1：二次元ピクセル検出器の導入に向けた検証

#### 【企業専用ビームライン】

BL2S3：ビームライン機器自動監視システムの構築

※BL11S3 は 2021 年度 12 月に設置

### 1.3 利用の状況

2021 年度における全ビームライン 12 本の利用実績は 8,637.0 時間と開所以来最も多かった。また、測定代行の利用時間は 833 時間と、新型コロナウイルス感染症の影響で急増した 2020 年度より少なくなったが、

2019 年度以前と比較すると高い水準に留まった(図 1)。利用料収入は 1 億 9,500 万円と過去 2 番目に多くなった(図 2)。

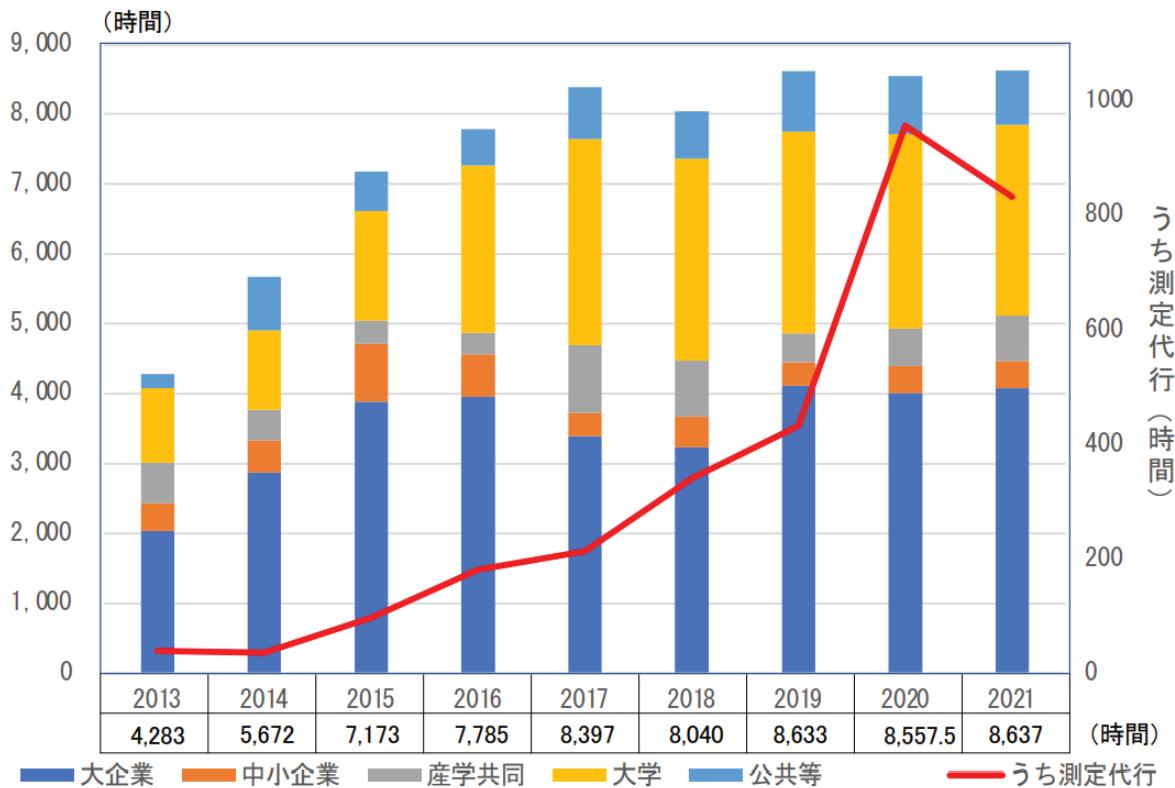


図 1 年度別 利用時間数の推移 (全 BL : 12 本)

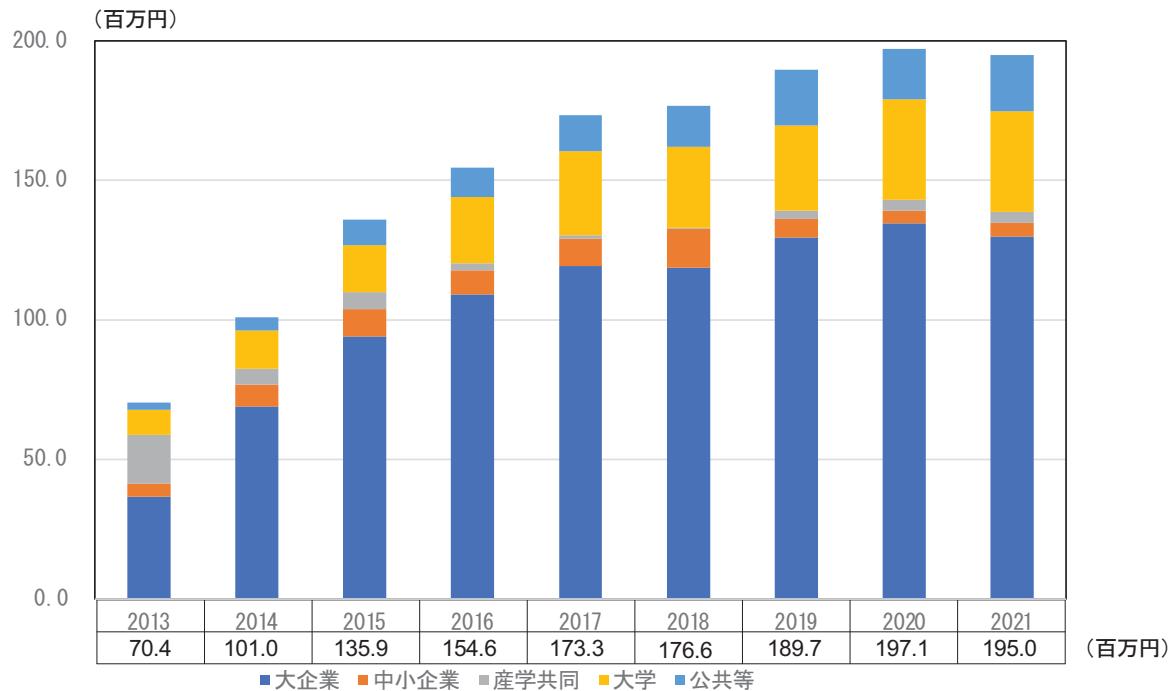


図 2 年度別 利用料収入の推移 (財団 BL : 8 本)

利用時間に占める利用者の構成は、産業利用が全体の 59.2%（大企業 47.2%、中小企業 4.5%、产学共同 7.5%）で、半数以上を占めている（図3）。前年度と比べて、それぞれの区分の割合に大きな変動はなかった。

利用時間に占める地域別利用者の構成は、これまで同様、愛知県内の利用が全体の半数以上を占めるが、その割合は前年度より 4.0 ポイント減少した。また、愛知県を含めた中部地域の利用も、前年度より 4.6 ポイント減少した。一方、近畿からの利用者は前年度より 3.4 ポイント増、関東からは 0.6 ポイント増と割合

を伸ばしており、様々な地域からの利用が見られるようになってきている（図4）。

利用時間に占める業種別の利用状況は、開所以来毎年度最も多い割合を占めている「輸送用機器」が 38.0% と前年度よりもさらに減少した。その一方で、ここ数年は「電気機器・電子部品」「化学」「調査・分析サービス」の利用が伸びており、それぞれ 10% 前後を占めている。その他、割合は小さいが、「金属・鉄鋼」や「食品・ヘルスケア」など、幅広い産業分野に活用されている（図5）。

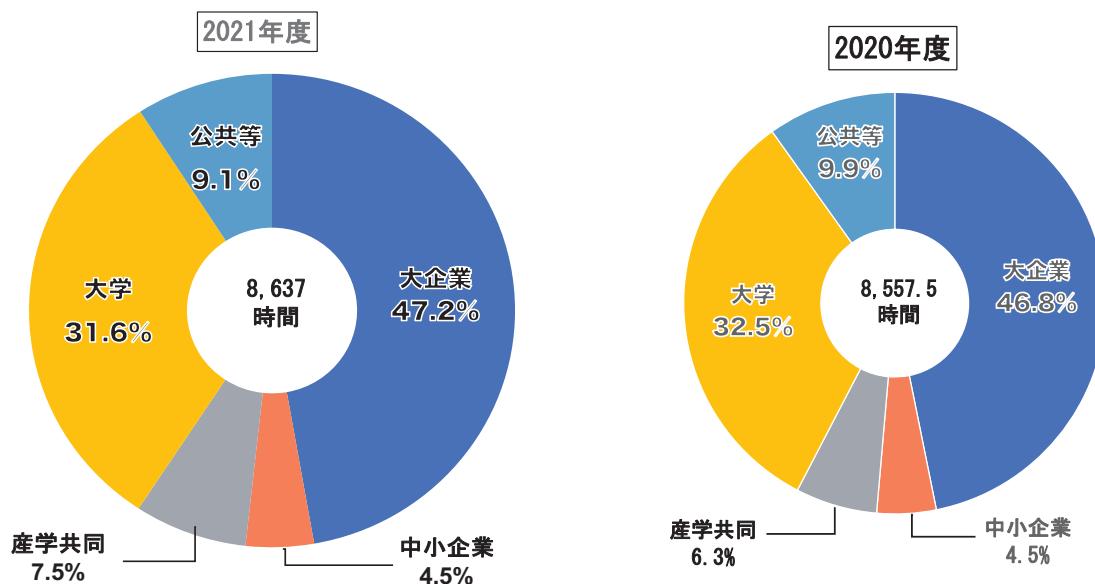


図3 総利用時間に占める利用者の構成（全BL：12本）

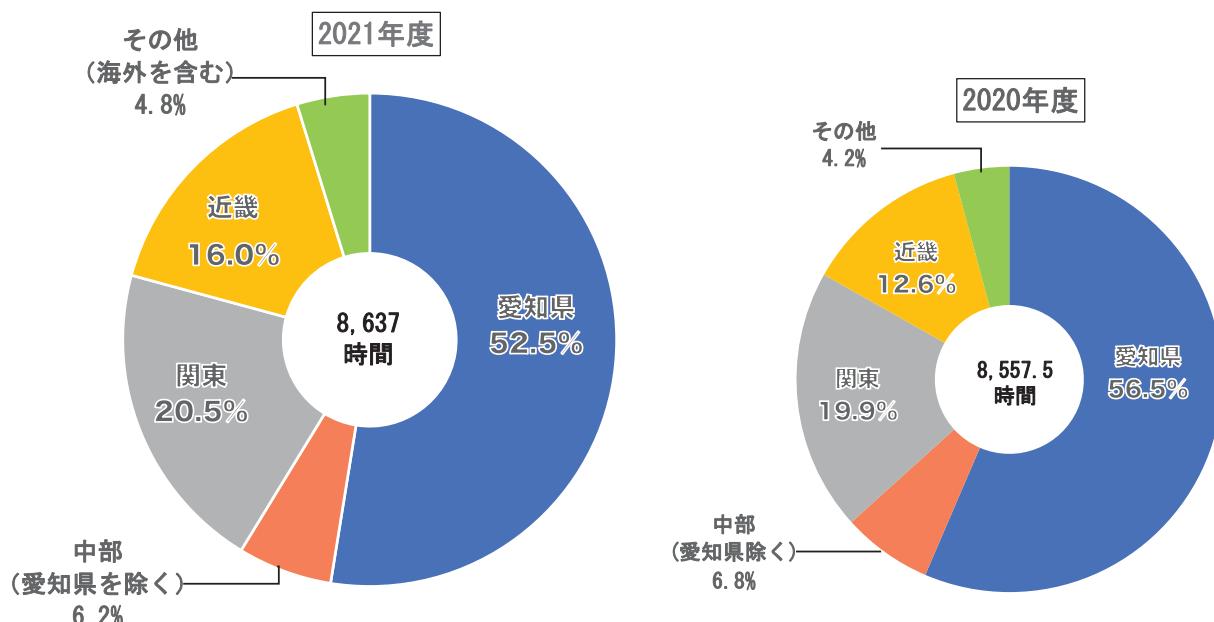


図4 総利用時間に占める地域別利用者の構成（全BL：12本）

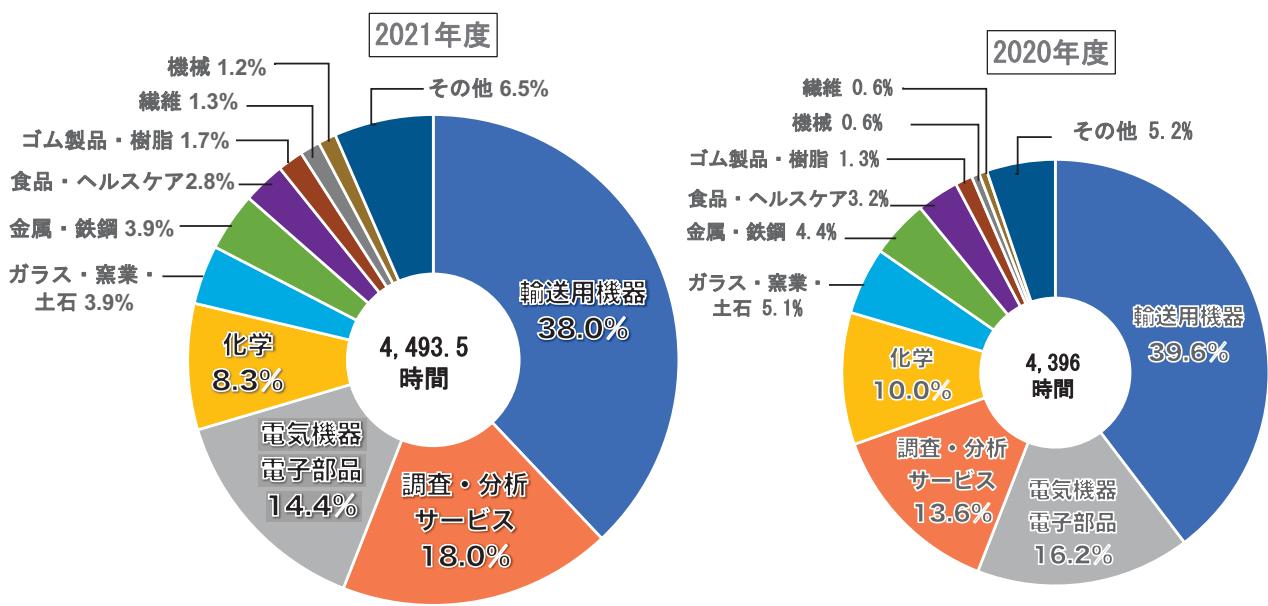


図 5 産業利用時間に占める分野別利用者の構成（全BL : 12 本）

#### 1.4 年間の活動概要

2021年度の活動として「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つの取組を行った。

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、ビームライン技術者が中心になって、ユーザーからの要望に対応した改善活動の検討を行った。その結果、2021年度は、設備機器及び施設について37項目の改善を実施した（4.3(3) 参照）。また、新型コロナウイルス感染症の広がりを契機にニーズが高まった測定代行を、継続して実施した。

利用促進に関する取組では、成果公開無償利用事業を実施した（6.2 参照）。2021年度は、16件の課題を

採択し、報告会は、2022年4月26日㈯に、会場での参加とオンラインによる参加を併用して開催し、186名の参加があった。また、産業利用コーディネーターが中心となって、利用相談、技術指導を継続的に行つた他、講習会や実地研修を開催した（4.3(2) 参照）。

普及啓発に関する取組では、新型コロナウイルス感染症の影響により、機会は多くなかったものの、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、シンクロトロン光の活用例をアピールした（4.3(2) 参照）。

## 2. 2021年度成果事例



# 魔法角ツイスト2層グラフェンにおけるフラットバンドの観察

名古屋大学

乗松航

## 1. はじめに

2層のグラフェンを、わずかに回転させて積層したものを、ツイスト2層グラフェン (TBG) と呼ぶ(図 1(a))。2007年頃から、TBGにおいて、ツイスト角に応じてエネルギー-band構造が変わることが報告された[1]。言い換えると、単独でも様々な興味深い性質を持つグラフェンの電子状態を変調させる方法として、ツイスト角が注目されはじめた。中でも 2018 年に、魔法角と呼ばれる  $1.1^\circ$  のツイスト角を持つ TBG (magic-angle TBG, MATBG) では、超伝導が発現することが報告され、再び研究が活性化した[2]。MATBG では、回転したグラフェンのバンドが干渉することにより、フェルミエネルギー附近に図 1(b)のようなフラットなバンドが出現し、それにより状態密度が極めて大きくなることが、超伝導の起源とされている。

このフラットバンドについて、角度分解光電子分光測定 (ARPES) による直接観察の結果が 2021 年に報告された[3,4]。それぞれ、魔法角に近い  $1.34^\circ$  および  $0.96^\circ$  の TBG を機械的剥離法により作製し、詳細な電子状態が調べられている。一方で、これらの報告を含め、超伝導測定の結果を報告した研究でも、グラファイト結晶からの機械的剥離により作製した試料の大きさは、大きくても数十  $\mu\text{m}$  であった。よ

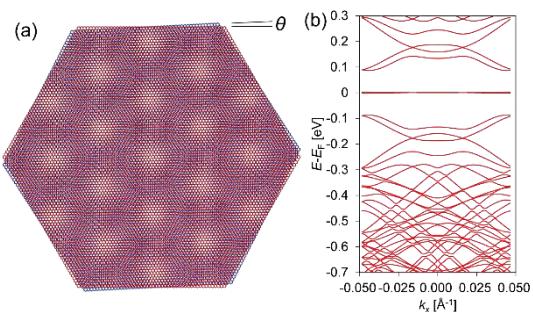


図 1(a) TBG の模式図。ここでは、ツイスト角  $3.0^\circ$  のものを示している。回転角によってモアレ周期が変化する。(b) MATBG のエネルギー-band構造。フェルミエネルギー ( $E_F$ ) 付近にフラットバンドと呼ばれる平坦なバンドが見られる。

り多角的な研究のためには、大面積の試料を作製する必要がある。それに対して我々は、SiC 熱分解法により、ミリメートルスケールの單一方位グラフェンを作製する技術を確立している。本研究の目的は、SiC 熱分解法によって得たグラフェンを用いて大面積 TBG 試料を作製し、その詳細な電子状態を ARPES 測定によって明らかにすることである。

## 2. 実験方法

2枚の 4H-SiC(0001) 単結晶基板を大気圧 Ar 中  $1700^\circ\text{C}$  で加熱することにより、大面積單一方位グラフェンを作製した。そのうち 1枚のグラフェンを引き剥がし、もう 1枚のグラフェン上に貼り付けることで、TBG 試料を作製した。グラフェン転写については、共同研究者である米国マサチューセッツ工科大学の Jeehwan Kim 准教授が開発した手法を用いた[5]。得られた試料に対して、原子間力顕微鏡観察およびラマン分光測定を行い、TBG が形成されていることを確かめた。その後、あいちシンクロトロン光センター BL7U ビームラインにて、ARPES 測定を行った。本稿では、ツイスト角  $2.9^\circ$ 、 $1.1^\circ$  (魔法角) の試料の測定結果を報告する[6]。

## 3. 実験結果

### 3-1 $2.9^\circ$ ツイスト 2 層グラフェンの電子状態

図 2 に、ツイスト角  $2.9^\circ$  の TBG 試料に対して行った ARPES 測定の結果を示す。図 2 (a) は、 $k_y = -1.70 \text{ \AA}^{-1}$ 、すなわちグラフェンのブリルアンゾーンにおける K 点付近で得られた ARPES 像である。図から、 $k_x = 0.0 \text{ \AA}^{-1}$ を中心とする強度の弱いバンドと、 $k_x = 0.09 \text{ \AA}^{-1}$ を中心とする強度の強いバンドが存在することがわかる。両者はいずれも、グラフェン特有の線形バンド分散によって特徴づけられる[7]。光電子の脱出深さを考慮すると、強度の弱いバンドが下層、強いバンドが上層のグラフェンに由来すると考えられる。また、それぞれの特徴は、線形

バンドの交点であるディラック点のエネルギー  $E_D$  が異なることである。ディラックエネルギー  $E_D$  は、下層グラフェンでは約  $-0.27$  eV、上層グラフェンでは  $-0.20$  eV であった。 $E_D$  が負であることは、グラフェンが電子ドープされていることを意味する。SiC 上に形成されたグラフェンでは、六方晶 SiC の自発分極と界面層の効果により、グラフェンは電子ドープされることが知られている [8]。上層と下層で電子ドープ量が異なるのは、基板からの距離が遠いことにより、その効果がより弱くなることによると考えられる。また、両者のディラック点が約  $0.09 \text{ \AA}^{-1}$  離れているという事実は、グラフェンが互いに約  $2.9^\circ$  回転した状態で積層していることを示している。この回転角と  $E_D$  を考慮して、ツイスト 2 層グラフェンのバンド構造をタイトバインディング法により計算した結果を実験結果に重ねたものを、図 2(b)に示している。この計算では、層間相互作用を考慮していない。実験結果は定性的にはよく再現されている。ただし、(a)において黒矢印で示すエネルギーでは、青と赤の 2 つのバンドが交差する点で、強度の弱い領域、つまりギャップが存在する。これ

は、2 層のグラフェン間の層間相互作用が強いことを示している。また、これらのバンドを 3 次元的に描いたものを(c)に、逆空間の K 点付近におけるモアレブリルアンゾーン (mBZ) を(d)に示している。(d)において、下層および上層グラフェンの K 点を、 $K_L$  および  $K_U$  と表している。層間相互作用が強いことから TBG はモアレ構造を持ち、その電子状態はモアレ周期を反映した mBZ を形成する。図(e)には、 $E - E_F = -0.2$  eV における  $k_x, k_y$  像、つまり等エネルギー面を示している。 $K_L$  および  $K_U$  が観察される。(f)および(g)にはそれぞれ、 $K_L$  に対応する  $k_x = 0 \text{ \AA}^{-1}$  および  $K_U$  に対忉する  $k_x = 0.09 \text{ \AA}^{-1}$  における  $E - k_y$  像を示している。(g)においても、強い層間相互作用を示すギャップが、黒矢印の位置に観察される。図(h)には、作製した  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  の試料の各所において測定した  $E - k_x$  像を示している。図の中央には、試料ホルダで固定した試料と、測定位置を示している。図中、青点で示す位置で測定した結果が(a)である。また、赤点で示す位置では、ギャップを持つ TBG のバンド構造が観察された。一方、黒点で示す位置では、下層グラフェンのバンドのみが観察された。こ

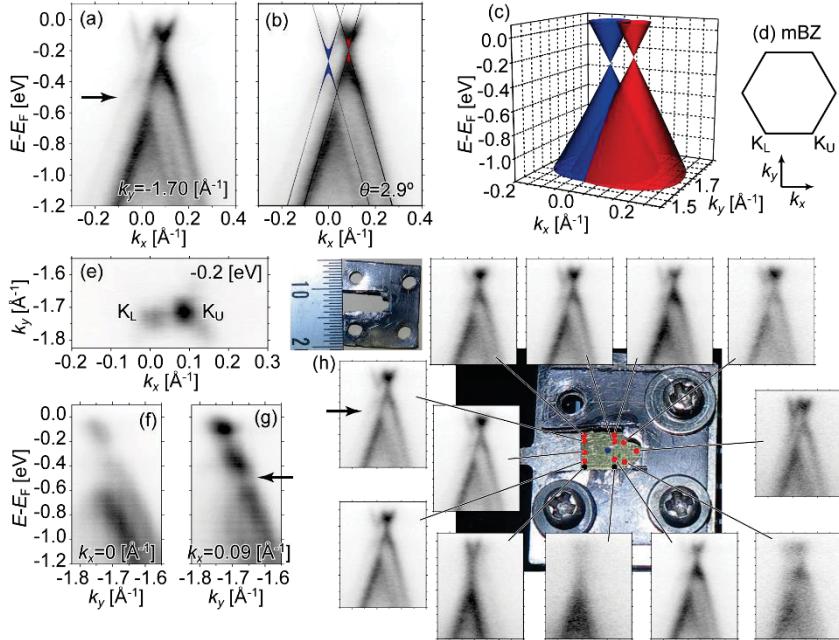


図 2  $2.9^\circ$  TBG の ARPES 測定結果。(a) K 点付近の ARPES 像。(b) (a)に、 $2.9^\circ$  TBG のバンド構造を書き加えたもの。青と赤のバンドは、それぞれ下および上のグラフェン層に由来する。(c) TBG のバンド構造の逆空間における模式図。(d) モアレブリルアンゾーン (mBZ)。(e)  $E - E_F = -0.2$  eV における  $k_x, k_y$  像。(f)  $k_x = 0 \text{ \AA}^{-1}$  における  $E - k_y$  像。(g)  $k_x = 0.09 \text{ \AA}^{-1}$  における  $E - k_y$  像。(h) 基板上の複数箇所での ARPES 像。

これらの結果は、赤点が存在する少なくとも  $3 \times 5$  mm<sup>2</sup> の範囲で、2.9°の TBG が形成されたことを示している。つまり、ミリメートルスケールの TBG 試料を得ることができた。

### 3-2 魔法角ツイスト 2 層グラフェンの電子状態

続いて、超伝導が報告された魔法角 1.1° TBG の ARPES 測定の結果を図 3 に示す。(a)には、試料の光学顕微鏡像を、コントラストを強調して示している。エッジ付近のコントラストの薄い領域では、エピタキシャル単層グラフェン (EMLG) のみが存在する。中央付近のコントラストがわずかに濃い領域にグラフェンが転写されており、2 層のグラフェンが存在する。基板のエッジと、転写したグラフェンのエッジの角度は、0.6~1.0°程度であった。図(b)は、この試料中央付近で得られた ARPES 像である。矢印で示すように、複数のバンドが見られるものの、

図 2 と比較して明瞭に分離されていない。これは、ツイスト角が小さいことを示唆している。層間相互作用のない 1.1°の TBG を想定して計算したバンド構造を実験像に重ねたものを、(e)に示す。青および赤の矢印で示す 2 本のバンドが、定性的には再現されている。また、この ARPES 像における  $k_x = 0.016$  Å<sup>-1</sup> 付近の強度プロファイルを(c)に示す。(c)の強度プロファイルには、破線で示すエネルギー -0.22 および -0.51 eV にピークが見られる。加えて興味深いことに、-0.37 eV にも、弱いながらも強度極大が見られる。図(f)は、層間相互作用を考慮して、ツイスト角 1.08°の TBG に対して計算したスペクトル関数を示している。定性的には、実験的に検出された青および赤の矢印で示すバンドは再現されている。また、-0.37 eVにおいて、平坦なバンド、いわゆるフラットバンドが明瞭に観察される。図(d)は、(f)における  $k_x = 0.016$  Å<sup>-1</sup> 付近の強度プロファイルであ

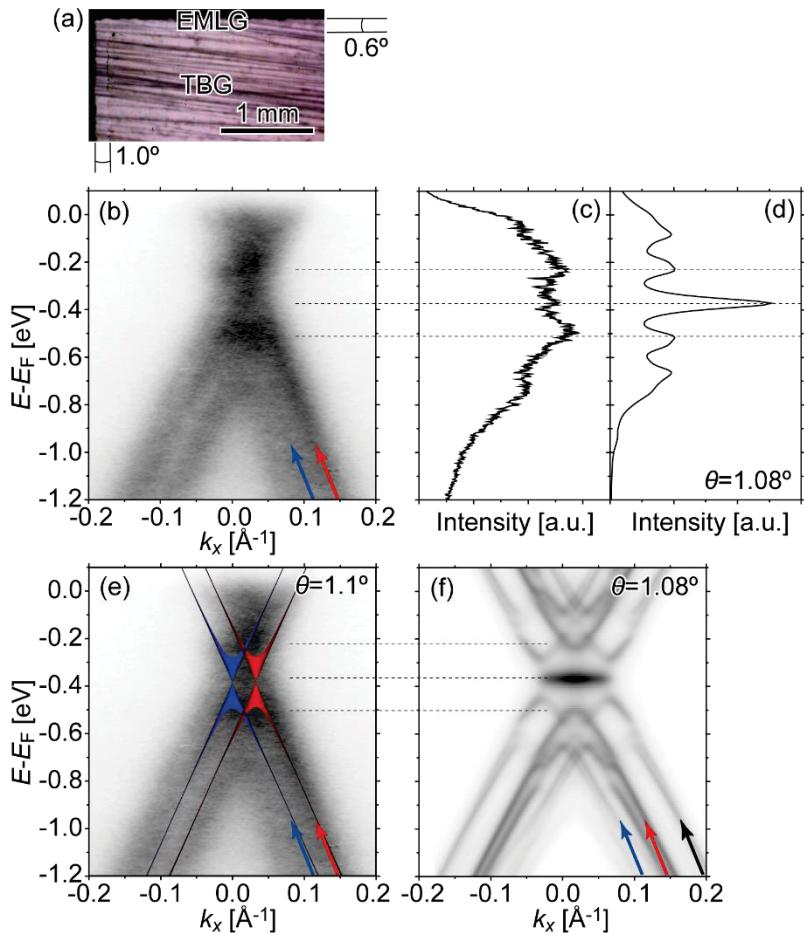


図 3 魔法角 1.1° TBG の ARPES 測定結果。(a) 試料の光学顕微鏡像。(b) K 点付近の ARPES 像。(c),(d) (b)における  $k_x = 0.016$  Å<sup>-1</sup> 付近での強度プロファイル。(e) MATBG における層間相互作用のないバンド構造を(b)に重ねたもの。(f) 層間相互作用を考慮して計算した 1.08° TBG のスペクトル関数。

る。 $-0.37\text{ eV}$ において、フラットバンドにより極めて強度の強いピークが存在する。従って、実験で得られた $-0.37\text{ eV}$ のピークは、計算と比較して強度は弱いものの、フラットバンドによるものであると考えられる。すなわち、大面積魔法角ツイスト2層グラフェンにおけるフラットバンドの直接観察に成功した。

この実験結果の特徴は、フラットバンドが $-0.37\text{ eV}$ 付近に存在することである。これは、前節で述べた基板の効果により、TBGが電子ドープされていることを意味している。「はじめに」で述べた、フラットバンドの観察に成功した既報では、フェルミエネルギーにフラットバンドが観察されている。今回の結果において、TBGが電子ドープされていることにより、フラットバンドに対して高エネルギー側の観察も可能になった。これは、基板効果がTBGの電子状態を変調する手法としても非常に重要であることを示唆している。

#### 4.まとめ

近年、2次元物質におけるツイストロニクスの研究が盛んに行われている。これは、グラフェンを含む2次元物質を積層する際に、ツイスト角を新たな自由度として利用する技術である。大面積のツイスト2層グラフェン試料の作製方法が確立され、その電子状態が明らかになったことにより、ツイストロニクスの実現に一歩近づいたと言える。

#### 謝辞

本研究は、研究実施当時名古屋大学大学院生の佐藤京樹氏（現ローム株式会社）、林直輝氏、名古屋大学シンクロトロン光研究センター伊藤孝寛准教授、ローム株式会社眞砂紀之博士、高村誠博士、森本満博士、前川拓滋博士、米国マサチューセッツ工科大学 Doyoon Lee 氏、Kuan Qiao 氏、Jeehwan Kim 准教授、関西学院大学中川原圭祐氏、若林克法教授、日比野浩樹教授との共同研究として実施された。

#### 参考文献

- [1] J. M. B. Lopes dos Santos, et al., *Phys. Rev. Lett.* **99**, 256802 (2007).
- [2] Y. Cao, et al., *Nature* **556**, 43 (2018).
- [3] S. Lisi, et al., *Nature Phys.* **17**, 189 (2021).
- [4] M. I. B. Utama, et al., *Nature Phys.* **17**, 184 (2021).
- [5] J. Kim, et al., *Science* **342**, 833 (2013).
- [6] K. Sato, et al., *Commun. Mater.* **2**, 117 (2021).
- [7] M. Kusunoki, et al., *J. Phys. Soc. Jpn.* **84**, 121014 (2015).
- [8] J. Ristein, et al., *Phys. Rev. Lett.* **108**, 246104 (2012).

# シンクロトロン光による熱処理木材の細胞壁中セルロースの力学挙動解析

森林総合研究所

小島瑛里奈

## 1. はじめに

我が国には寺社仏閣をはじめとする伝統的な木造建築群が存在している。これらは多くは建立当時の様子を現代に伝えており、世界に誇る文化的財産である。このような長期間に亘る構造的利用により、部材である木材の材質は変化(古材化)することが分かっている。これに伴う力学的な性能の変化は、構造物の安全性の観点から大きな関心事ではあるが、これに関するメカニズムは未だに不明な点が多い。これについて、木材に熱処理を施すと、古材化と似た材質の変化を示すため、古材化のメカニズムの解明を目的とした熱処理木材の材質および力学研究は数多い[1]。

ここで、木材は複雑な階層構造を有している。すなわち、木材は一年の間で成長速度の異なる細胞(早材と晩材)から成る年輪構造があり、これらの細胞は、表層に薄く形成された1次壁(P層)と、肥大生長によって形成した2次壁から成る。さらに2次壁は外層からS1層、S2層、S3層の3層で成り立っている。また、それぞれの層はセルロース、ヘミセルロース、リグニンの3つの主成分から成る。このようなミクロからマクロに至る構造の組み合わせにより、木材の力学性能は発現している。木材の経年変化に伴う力学的な変化のメカニズムを解明するためには、それぞれの組織構造を横断し、木材の巨視的な挙動と微視的な挙動の両者を結びつけ理解していく必要がある。

従来の木材の微視的な挙動、すなわち細

胞壁の力学挙動測定には、木材の有する階層的な組織構造を取り除いた、薄片試験体を対象としたX線測定が行われていた[2]。しかしながら木材の力学挙動を読み解いていくためには、すべての階層構造(年輪構造)を有した状態での内部の力学挙動を把握する必要がある。このような課題に対して、強力な光源を持つシンクロトロン光によるX線回折では分厚い試験体でも測定が可能となる。

本稿では、疑似古材化処理として熱処理を施した複数年輪を有する木材を対象に、引張荷作用下でシンクロトロン光によるXRD測定を行うことで、木材内部の微視的な挙動を測定した事例を紹介する[3]。

## 2. 実験方法

### 2-1 材料

供試材はアカマツ(*Pinus densiflora*)で、試験片の形状は木材の纖維方向を長軸とするダンベル型で、寸法は長さ(纖維方向)60mm、幅(半径方向または接線方向)10mm、厚さ(接線方向または半径方向)5mmで、中央部の断面寸法が5mm×5mmとなるようにテーパーを施した。熱処理は、古材化と同様に細胞壁内のマトリクスとセルロースの結合要素であるヘミセルロースが減少する150°Cと、ヘミセルロースに加え細胞壁内の唯一の鎖要素であるセルロースも分解する180°Cとの2種類を設定した。処理時間は重量減少率(以降、MLと称す)を基準に各3段階である。Table 1に処理条件をまとめた。

Table 1 Thermal modification condition.

Temperature (°C)	Mass loss (%)	n	Modification time (Hour)
150	0	4	0
	3	3	58
	4	4	154
180	6	4	259
	3	3	3
	4	3	6
	18	3	90

n: number of specimen

## 2-2 XRD 測定と引張試験

XRD 測定はあいちシンクロトロン光センターBL8S1 で行った。測定した Bragg 角はセルロース (004) 面 (約  $d_{004}=2.59 \text{ \AA}$ [4]) に対応する  $26.5^\circ \sim 35^\circ$  である。本稿では纖維方向とほぼ平行に配向している S2 層内のセルロースの挙動を調べるために透過法を用いた。引張負荷作用下で XRD 測定を行うために、XRD 測定装置のステージの中央に自作の負荷治具を設置した。この治具に試験片を取り付け、試験片の材軸方向（すなわち、木材の巨視的な纖維方向）と平行に引張負荷を与えた。試験片が破壊に至るまで、4~10 回の段階的な引張負荷を与えるながら、都度 XRD 測定（1 回につき 330 秒）を行った。S2 層内のセルロースに作用する荷重について、セルロースは材軸に対して若干傾斜しているため木材バルクにかかつた引張荷重の方向と一致しない。そこで、セルロースに作用する引張荷重を、材軸を基準とするセルロースの配向角への分力として求めた。次に、セルロースの引張ひずみはセルロース (004) 面の面間隔  $d_{004}$  の変化率  $\Delta d/d_0$  ( $d_0$ : 無負荷時の面間隔  $d_{004}$ ;  $\Delta d$ :  $d_0$  と負荷時の面間隔  $d_{004}$  の差異) で定義でき

る。 $d_{004}$  は Bragg の法則に基づき解析した。以上のようにして求めたセルロース荷重と、セルロースひずみ  $\Delta d/d_0$  から、セルロースの荷重－ひずみ関係を解析した。

さらに、試験片の巨視的（以降、木材バルクと称す）な力学挙動を確認するため、試験片中央にひずみゲージを貼付した。負荷治具に取り付けたロードセルからの荷重とひずみゲージの値はデータロガーを介して記録した。木材バルクの荷重－ひずみ関係はこれらのデータから解析した。

## 3. 結果と考察

引張荷重下での XRD 測定により得られた、S2 層内セルロースおよびその時の木材バルクの荷重－ひずみ曲線を Fig. 1 に示す。ここでは例として  $150^\circ\text{C}$  熱処理を施した場合の典型的な荷重－ひずみ曲線を示した。

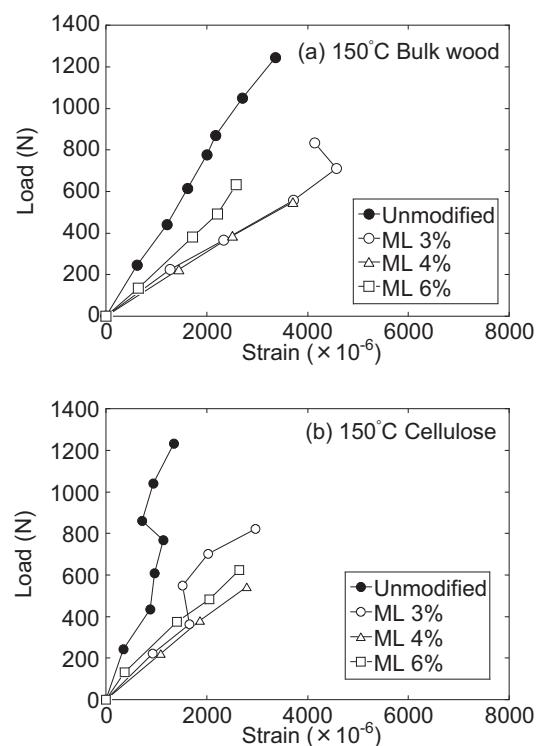


Fig. 1 荷重－ひずみ曲線 ([3]を改変)

(a) 木材バルク (b) セルロース

はじめに無処理の場合（●プロット）について、木材バルクの挙動は線形挙動を示したのに対し、セルロースは概ね線形挙動を示したもの、木材バルクの挙動とは必ずしも一致せず、セルロースのひずみの方が小さいことがわかる。150°Cの熱処理を施した場合、すべての条件で木材バルクとセルロース共に最大荷重の減少が認められた。一方、最大ひずみでは木材バルクとセルロースの傾向が異なり、セルロースでは熱処理により最大ひずみが増加し、MLによる違いは認められなかった。

ここで、熱処理が木材バルクとセルロースの力学性能に及ぼす影響を調べるために、最大荷重と最大ひずみについて、木材バルクに対するセルロースの比率を調べた。以降、最大荷重比、最大ひずみ比と称す。はじめに、最大荷重比を熱処理条件ごとに Fig.2 に示す。無処理の場合は、ほぼ 1 に近い値を示し、木材バルクの破断の直前までセルロースは引張挙動を示していたことがわかる。なお、S2 層セルロースに作用する荷重は、セルロースの配向方向 ( $MFA \approx 9.0^\circ$ )への分力として評価しているため、木材バルクとセルロースに作用した荷重の比は約 0.988 である。熱処理の ML 3%および 4%では、両温度とも無処理と同様に最大荷重比は 1 に近い値を示した。したがって、これらの条件下における熱処理が木材バルクとセルロースの最大荷重に及ぼす影響はほとんど同程度であったと考えられる。一方、150 °C 热処理 ML 6%および 180 °C 热処理 ML 18%の最大荷重比は無処理に対して明らかに低下し、それぞれ 0.87、0.17 であった。特に、180 °C 热処理 ML 18%の最大荷重比の低下が顕著である。現象としては、セ

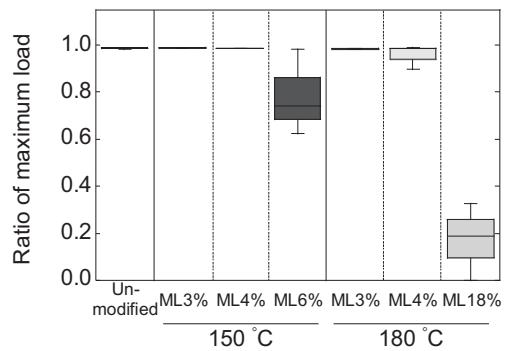


Fig. 2 最大荷重比 ([3]を改変)

ルロースの引張挙動（荷重の増加に伴いひずみが増加する）が止まった後（最大ひずみ後）も木材バルクの荷重はさらに上昇を続け、破断するまで耐えたことが考えられる。

次に、最大ひずみ比を熱処理条件ごとに Fig. 3 に示す。グラフより無処理の場合セルロースの最大ひずみは木材バルクのそれのおよそ 0.5 倍である。150 °C 热処理では無処理と比較して、ML に比例して最大ひずみ比が増加する傾向となった。特に ML 6%ではおよそ 0.9 倍となり、セルロースは木材バルクと同程度まで伸長していることがわかる。次に、180 °C 热処理材では、ML 3%および 4%の最大ひずみ比は、150°C 热処理の同じ ML と同程度であるが、ML 18%では低下し、最大ひずみ比はおよそ 0.4 倍

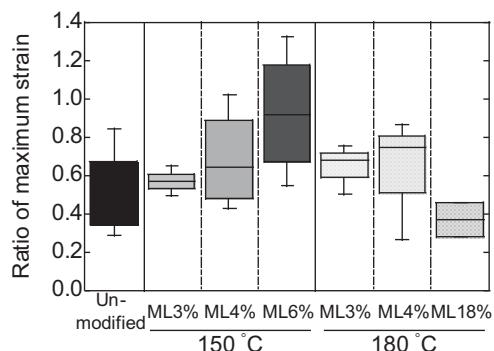


Fig. 3 最大ひずみ比 ([3]を改変)

となった。すなわち、熱処理が最大ひずみ比に及ぼす影響は温度で異なることが明らかになった。このことから、セルロース自身が分解する 180 °C 热処理だけでなく、セルロースと細胞壁のマトリクスの結合要素であるヘミセルロースの熱分解によっても、細胞壁中のセルロースの挙動は変化することが示された。

#### 4.まとめ

疑似古材化処理として熱処理(150°C および 180°C)を施した木材を対象に、引張負荷作用下で XRD 測定を行い、細胞壁 S2 層内のセルロースの挙動と木材バルクの挙動を比較した。その結果、両温度条件において熱処理による重量減少率が大きい場合には、木材バルクよりも先に内部のセルロースは引張挙動を示さなくなる場合があることがわかった。また、150°C の熱処理では最大ひずみ比は増加傾向を、180°C の熱処理では減少傾向を示した。この違いは主にセルロースとマトリクスの結合要素であるヘミセルロースが分解されたか、あるいはセルロース自身が分解されたかの違いによると推察された。特にヘミセルロースの減少は木材の古材化の中で顕著な変化の一つである。建築解体材などから供試材を得ることで、熱処理木材と古材を比較し、古材化の力学的メカニズムの解明につなげたい。

#### 謝辞

本研究の実験はあいちシンクロトロン光センターの BL8S1 で実施した。ご協力いただいた関係者の皆様には謝意を表する。

#### 参考文献

- [1] 例えれば K. Endo et al., “Effects of heating humidity on the physical properties of hydrothermally treated spruce wood”, *Wood Sci. Technol.* 50:1161–1179 (2016).
- [2] 例えれば N. Sobue et al., “On the measurement of strain distribution in wood under the axial tension force by X-ray diffraction”, *Zairyo* 20:1188-1193 (1971).
- [3] Kojima, E et al., “Effects of thermal modification on the mechanical properties of the wood cell wall of soft wood: behavior of S2 cellulose microfibrils under tensile loading”, *J. Mater. Sci.* 55: 5038–5047 (2020).
- [4] F. Tanaka et al., “Orientation distribution of cellulose crystallites in woody plants. Part I.: Pole-figures and orientation functions of cellulose crystallites in opposite wood of *Pinus densiflora*”, *Wood Res. Bull. Wood Res. Inst. Kyoto Univ.* 66:17–22 (1980).

# リチウムイオン電池正極材料 $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$ の劣化解析

<sup>a</sup>(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、

<sup>b</sup> プライムアース EV エナジー株式会社、<sup>c</sup>立命館大学S Rセンター

永見哲夫 <sup>a</sup>、野本豊和 <sup>a,†</sup>、杉山陽栄 <sup>a</sup>、立木翔治 <sup>a,†</sup>、坂本廉 <sup>b</sup>、太田俊明 <sup>a, c</sup>

(この記事は右記論文を一部修正した内容である Electrochemistry, 89(4), 363–369 (2021))

## 1. はじめに

エネルギー資源の枯渇、地球温暖化が重要な課題になってきた昨今、二次電池への需要はますます高まりつつある。二次電池は正極に  $\text{LiCoO}_2$  を用いたリチウムイオン電池 (LIB) が開発されて飛躍的な進歩を遂げ、それに伴ってLIBの高性能化に向けた研究が産官学を問わず盛んになった。高価で有毒な Co を Ni や Mn に置き換えた  $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$  が実用化されたが<sup>1</sup>、これら Li、MnあるいはNiの組成を変えたり、他の元素を導入することで、さらに高いエネルギー密度を持つ電池材料の開発が元素戦略的に進められている。

二次電池の高性能化とは、エネルギー密度が高いことはもちろんあるが、サイクル特性が良いこと、安全でしかも、廉価であることも実用電池として重要になる。長寿命で利用出来る電池開発のために、新材料の開発と並行して、電池の劣化解析の研究も数多くされている。しかし、電池材料は複雑な系であり、同じ正極材料でもその粒径や導電助剤、電解液の種類、充放電過程におけるカットオフ電圧（充電率）、充放電レート、温度など様々な要因によって劣化の仕方も異なっている<sup>2</sup>。解析の手法も様々であり、その結果として、いろいろな劣化状態が報告されている。代表的なものとしては、劣化とともに電極表面の構造が変化したり<sup>3,4</sup>、副生成物が堆積することによるもの<sup>5,6</sup>、酸素離脱が起こり、NiがLi層に不可逆的に入り込んでしまう<sup>7,8</sup>、などが挙げられる。

ここでは、最も一般的と思われる正極材料  $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$  (以下NCMと呼ぶ) を用いた系を対象にして、できるだけマイルドな条件のもとでサイクル耐久品、保存耐久品を作製し、こ

れらについて耐久に伴う化学状態変化、結晶構造変化を軟X線吸収分光(XAS)、X線粉末回折(XRD)によって調べた結果について報告する。そして、これまでの劣化解析報告との比較検討を行う。

## 2. 試料の作製と評価法

### 2-1. 耐久試験用電池試料の作製

正極活物質NCM粉末に導電助剤アセチレンブラック (以下AB)、結着剤PVDF(PolyVinylidene DiFluoride)を混合したペーストをアルミニウム箔に塗布して乾燥させたものを正極板として用いた。負極板は炭素粉末と結着剤を混合したペーストを銅板上に塗布したものであり、セパレータとしてPP(Polypropylene)/PE(Polyethylene)/PPの3層構造微多孔性有機薄膜を用い、これらを電池ケースに挿入した。これに電解液としてLiPF<sub>6</sub>/エチレンカーボネート(EC)/エチルメチルカーボネート(EMC)/ジメチルカーボネート(DMC)混合溶液を注入して密封し試験用電池とした。耐久試験用に2種類の電池を用意した。サイクル耐久品は、85 °C、充放電レート2C/2C、カットオフ電圧3.0–4.1V/セルで250、500および1000サイクル充放電を行ったものである。保存耐久品は、3.7、4.0および4.1V/セルに充電後70 °C、150日間保存したものであり、これらの充電状態(State of Charge、SOC)はそれぞれ60、90、100%に対応している。耐久試験後の電池セルを分解し、リチウムを負極とするハーフセルを作製後SOC 0%品(放電状態)、およびSOC 100%品(充電品)に調整した。これらをグローブボックス内で分解して正極部分を取り出し、EMCへの浸漬10分を2回繰り返して付着した電解液を除去した。

† 現 あいち産業科学技術総合センター

## 2-2. 評価実験

### (1) 正極の容量劣化測定

初期品（電池を作製後、コンディショニングとして数サイクルの充放電を実施、以後0 cycleとも呼ぶ）、および、耐久品について、容量劣化率を調査した。実験には、初期品または耐久品の正極を作用極、金属リチウムを対極、参照極とし、LiPF<sub>6</sub>/EC/EMC/DMCを電解液としたビーカーセルを作製した。周囲温度25 °C、充放電レート0.2C/0.2C、カットオフ電圧を3.0–4.3V/セルとして3サイクル実施し、それぞれの充放電曲線を測定した。そして、3サイクル目の容量値より容量劣化率を求めた。

### (2) 二次粒子のSEM観察

電池劣化における二次粒子の状態を観察するために、初期品、4.1V/セル充電後に150日間保存した耐久品、および、1000サイクル通電耐久品の放電時の試料について、走査型電子顕微鏡装置（日立ハイテクSU8030）を用い、加速電圧3.0 kVにて正極切断面のSEM観察を行った。

### (3) XRD測定

XRDは、あいちシンクロトロン光センターBL5S2にて行った。実験は、常温大気下で、入射エネルギー18 keV、測定範囲を3~95°にした。試料はすべて放電状態(SOC 0%)のものであり、正極からかき取った粉末を内径0.2mmのリンデンマンガラス製キャピラリィに充填し封止したものを用いた。得られた結果に対して、層状岩塩型hexagonal構造を仮定してリートベルト解析を実施し、a軸、c軸の長さ、およびその比を求めた。なお、充電状態での測定も試みたが、解析に耐えうる満足なデータは得られなかった。

### (4) 軟X線XAS測定

Mn、Co、Ni L端XAS、およびC、O、F K端XASスペクトルの測定は、あいちシンクロトロン光センターBL1N2軟X線分光ビームラインにて行った。測定対象元素の吸収端が近く、バックグラウンド評価の曖昧さを避けるため、1スペクトル中に隣り合う元素のスペクトルを複数含む測定方法を

採用した。試料は、グローブボックス内で正極試料を切り出したものを大気非暴露のまま測定チャンバーに導入した。測定には表面敏感な全電子収量(TEY)法を用い、バルク敏感な部分蛍光収量(PFY)法も併用した。

## 3. 結果と考察

### 3-1. 容量劣化

Figure 1(a)にサイクル耐久品、(b)に保存耐久品の充放電曲線を示した。また、Table 1に容量とその劣化率を示す。サイクル耐久品においては、サイクル数の増加と共に容量劣化が進行し、その変化の度合いは対数的であることが確認された。これに対して、保存耐久品の場合、変化の度合いは指数的で、保存時の電圧が4.0V/セルからわずか0.1V/セル増加すると劣化率は2倍に上昇する。カットオフ電圧が4.0V/セルを超えると急激に増加しており、4.1V/セルまで上げて保存することが劣化の大きな要因であることを示している。

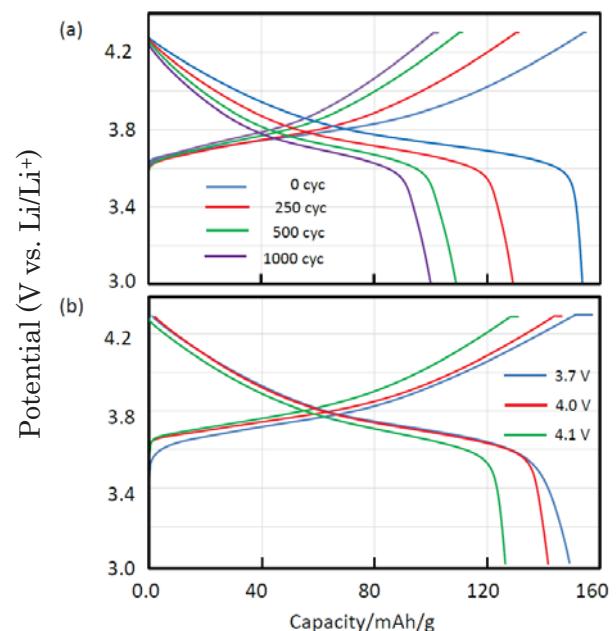


Figure 1. Charge/discharge profiles of the cells for (a) cycle test and for (b) the storage test.

**Table 1.** Capacity and deterioration rate after cycle and storage tests

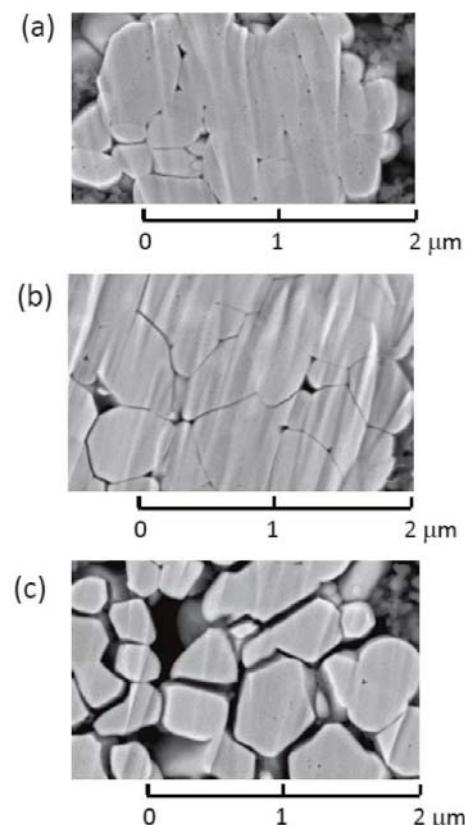
	Capacity	Deterioration rate
• Cycle test		
0 cycle	153.60 mAh/g	0 %
250	129.96	15
500	108.20	30
1000	98.58	36
• Storage test		
3.7 V	148.86 mAh/g	3 %
4.0	140.26	9
4.1	126.41	18

### 3-2. 形態変化

Figure 2にNCM二次粒子断面のSEM観察結果を示す。すべての写真に観測される縦筋は研磨傷によるものである。初期品は二次粒子が緻密に集合しており、粒界を認識し難い部位が随所に見られる。4.1V/セル充電保存耐久品の状態は初期品に近いが、粒界に間隙が生じ始めている部位が存在した。一方、1000サイクル耐久後の試料では二次粒子間に0.1μm弱のクラックが全面に発生していた。サイクル耐久品では充放電が繰り返される。NCMは充電に伴ってa軸は収縮し、c軸は伸長し、放電時には可逆的にもとに戻ることが知られている<sup>8</sup>。しかし、充放電が繰り返されるとやがて粒界に歪が生じ、クラック発生に至ったと思われ、これが容量劣化に大きく効いていると考えられる。

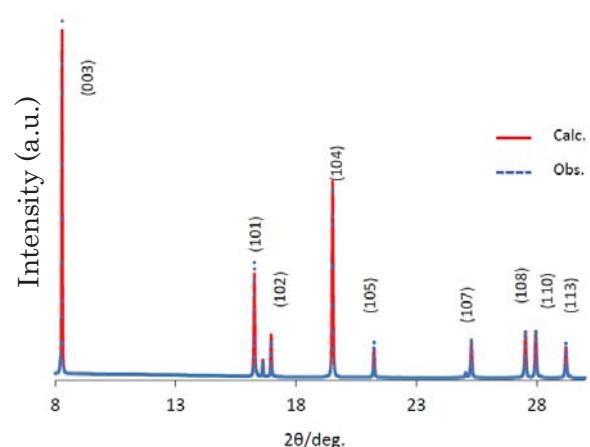
### 3-3. 結晶構造変化

NCMは層状岩塩型でhexagonal構造をしており、上述のように充放電によってa軸とc軸の長さが可逆的に変化する。ここで得られた結果は放電時のものだけであるが、1000 cycle耐久品のXRDパターンとリートベルト解析によるシミュレーションの結果をFig. 3に示した。Rwp値は初期品で5.8%、劣化が進むにつれて大きくなり1000 cycle耐久品で7.2%までになり、劣化によって構造の乱れが増えしていくことを反映している。解析の結果得られたa軸長、c軸長、およびc軸長/a軸長を容量劣化率に対してプロットしたものをFig. 4に示した。サイクル数が増加するほど、また保存時の充

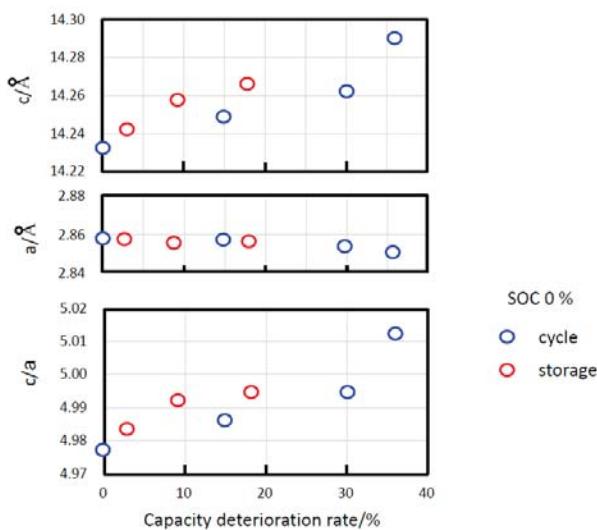


**Figure 2.** SEM images of the NCM secondary particles. (a) 0 cycle, (b) after storage for 150 days at 4.1 V/cell, and (c) after 1000 cycle test.

電度が高いほどa軸がわずかに短くなり、c軸が長くなる傾向が得られた。劣化によって正極表面がスピネル構造に相変化するという報告があるが<sup>3,4</sup>、スピネル相LiNi<sub>2</sub>O<sub>4</sub>の回折パターンはNCMとほぼ一致しているために、それを見分ることはできなかった。



**Figure 3.** Powder X-ray diffraction pattern (blue dots) and Rietveld simulation (red line) of the NCM cathode at 1000 cycle.



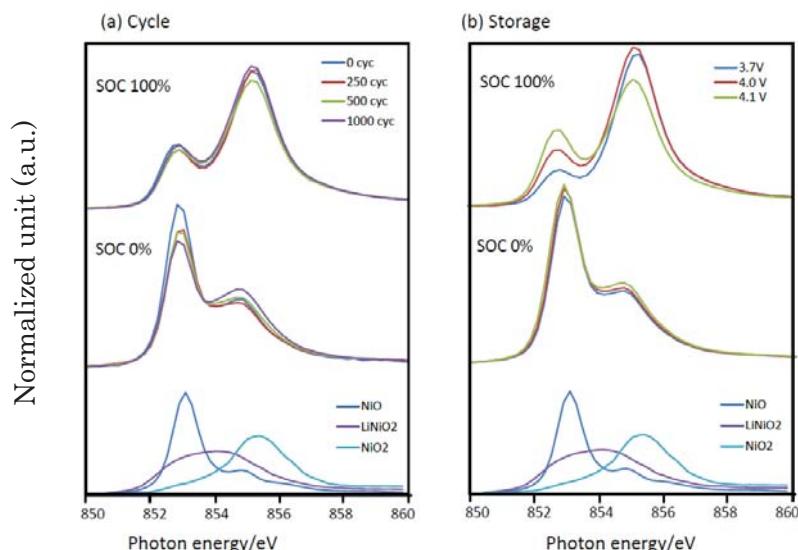
**Figure 4.** Crystal structural parameters of NCM positive electrode at discharged state (SOC 0%) plotted against capacity deterioration rate. Upper and middle plots are  $a$  and  $c$  axis lengths in Å unit, and bottom plots are the ratio of  $c$  to  $a$  axis lengths.

### 3-4. 化学状態変化

#### (1) 遷移金属 L 端 XAS

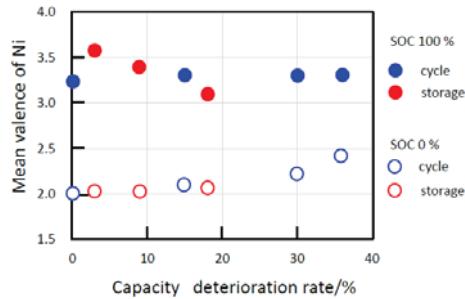
Figure 5(a)に、初期およびサイクル耐久品、(b)に保存耐久品のそれぞれSOC 0% (放電品)、100%品 (充電品) のTEYモードで測定したNi L<sub>3</sub>端XASスペクトルを示した。標準スペクトルとして、Ni<sup>2+</sup>はNiOと初期品 (0サイクル)、Ni<sup>3+</sup>、Ni<sup>4+</sup>についてはそれぞれLiNiO<sub>2</sub>、NiO<sub>2</sub>のEELSスペクトル<sup>9</sup>を併せて載せた。

初期品、SOC 0%は853 eVに主ピークを持ち、Ni<sup>2+</sup>であることを示す。これに対してSOC 100%では855 eVに主ピークが移る。この変化は充電によってNiがNi<sup>2+</sup>からNi<sup>3+</sup>、Ni<sup>4+</sup>へと酸化され電荷補償を担っていることを意味する。Kubobuchiらは理論計算とTEYスペクトルの比較から、4.3V/セル印加時のNi価数は約3.4に相当すると報告している<sup>10</sup>。サイクル数の増加とともに、充電時に大きなスペクトル変化は観測されないが、放電時に高エネルギー側の肩が増えていく傾向があり、劣化が進むにつれて、放電してもNi<sup>2+</sup>まで完全に戻らなくなることを示している。一方、保存劣化では、保存開始時の電位が4.0V/セルを超えると、充電によってNi<sup>4+</sup>まで行き切れず、サイクル劣化の場合と顕著な違いを示している。これらNi L<sub>3</sub>スペクトルを、初期品 (0サイクル)、LiNiO<sub>2</sub>、NiO<sub>2</sub>のスペクトルの重ね合わせとして線形結合解析を行った。ここで、LiNiO<sub>2</sub>、NiO<sub>2</sub>の標準スペクトルは分解能が悪くてこのままで解析できないため、ピーク位置を合わせてガウス関数でフィッティングしたスペクトルを用いた。これから各試料のNi平均価数を求め、容量劣化率に対してプロットしたものがFig. 6である。放電時の傾向は、サイクル劣化、保存劣化を問わず容量劣化率の増加と共に平



**Figure 5.** Ni L<sub>3</sub>-edge absorption spectra of NCM positive electrodes after cycle test (a) and storage test (b). Upper spectra are at charged state (SOC 100%), middle spectra are at discharged state (SOC 0%) and bottom spectra are those from references, NiO (blue), LiNiO<sub>2</sub> (purple) and NiO<sub>2</sub> (light blue). The spectra from LiNiO<sub>2</sub> and NiO<sub>2</sub> are reproduced from Fig. 6 of ref. 9, where the energy is shifted by -0.93 eV so as to fit the spectrum of NiO to ours.

均価数の増加が見られる。充電時では、サイクル劣化では殆ど価数の変化がなく、保存劣化でNi価数の減少がみられる。解析で得られた充電時の平均価数は3.39であった。なお、バルク状態を反映したPFY法によるスペクトルは、自己吸収効果のため定量的な解析は難しいものの、充電時の平均価数はTEY法に比べ高い傾向を示していた。

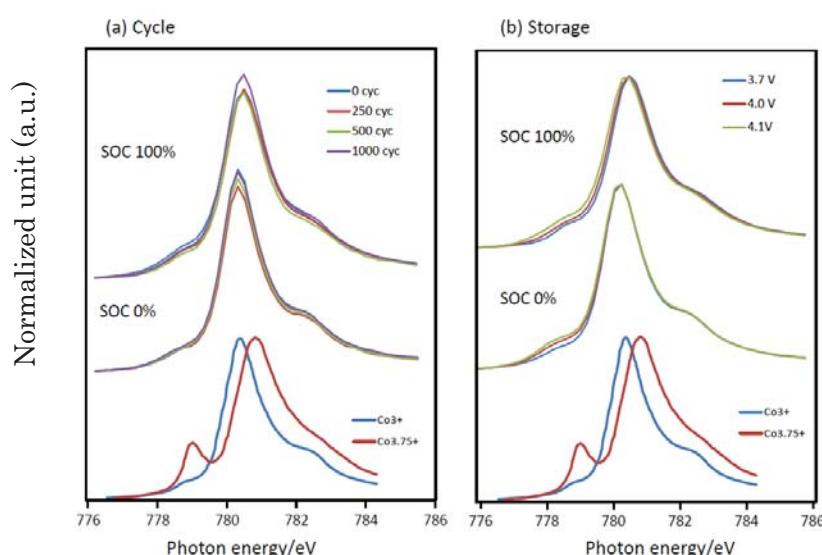


**Figure 6.** Ni mean valences at charged (SOC 100 %) and discharged (SOC 0 %) states plotted against capacity deterioration rate. Each valence was obtained by the linear combination fitting of the spectra in Fig. 5.

Coに関しては、Tsaiらがin situ Co K端XASの測定解析を行っており、3.0V/セルから4.5V/セルまでの充電によってK端エネルギーのシフトが観測されなかったことから、Coは充放電に寄与していないという結果を報告している<sup>11</sup>。Figure 7にCo L<sub>3</sub>端XASスペクトルを示した。Mizokawaら<sup>12</sup>は、LiCoO<sub>2</sub>から化学的にLiを引き抜いていった単結晶試料のCo L端スペクトルを測定し、Co<sup>3+</sup>から

Co<sup>4+</sup>へ変化するにつれて主ピークが高エネルギー側にシフトし、同時に低エネルギー側に肩が現れてくることを報告している。彼らの結果を標準スペクトルとして併せて載せた。今回得られた結果では、充電によって主ピークが0.3 eVだけ高エネルギーにシフトすることが観察された。MizokawaらによるCo<sup>3+</sup>からCo<sup>3.75+</sup>へのシフト量から本実験での充電時のCoの価数を見積もると、約3.3になった。ただ、酸化によって現れる低エネルギー側のサテライトは顕著には現れず、これは今回の試料が粉末試料であり、偏光特性が平均化されたことが原因と考えた。Coが電荷補償に寄与しているという報告は、Kobayashi<sup>13</sup>やYoon<sup>14</sup>によつてもなされている。しかし、サイクル劣化、保存劣化によって、わずかにサテライトの増加がみられるものの、顕著な変化は観測されずCoは劣化には関係ないといえる。

なお、Mn L<sub>3</sub>端XASスペクトルの図は載せていないが、充放電によってピーク位置や形状に変化は認められず、Mnは電荷補償には関与していないというこれまでの報告と一致している。また、耐久試験によってスペクトル変化は見られなかつたことから、Mnに関しては、サイクル劣化、保存劣化は起こっていないと考えられる。



**Figure 7.** Co L<sub>3</sub>-edge absorption spectra of NCM positive electrodes after cycle test (a) and storage test (b). Upper spectra are at charged state (SOC 100 %), middle spectra are at discharged state (SOC 0 %) and bottom spectra are those from LiCoO<sub>2</sub> and Li<sub>0.25</sub>CoO<sub>2</sub>, reproduced from Fig. 4 of ref. 12, where the photon energy is shifted by +1.3 eV so as to fit the spectrum of LiCoO<sub>2</sub> to ours.

## (2) O、C、F K端XAS

Figure 8(a)、(b)に保存耐久品、サイクル耐久品のTEY法、PFY法によって得られた放電時のO K端XASプリエッジ領域のスペクトルを示した。この領域に現れるのはNi<sup>2+</sup>、Co<sup>3+</sup>、Mn<sup>4+</sup>イオンがOと共有結合することによって生じるO 2pバンドの空孔状態への遷移に対応している。バルクをプローブするPFYスペクトルでは保存劣化、サイクル劣化どちらも大きな変化を示さず、その形状は初期品(0サイクル)、さらには未処理品<sup>15</sup>とも殆ど一致している。ピークAはNi<sup>2+(eg)</sup>-O、およびCo<sup>3+(eg)</sup>-O混成軌道への遷移、ピークBはMn<sup>4+(t<sub>2g</sub>)</sup>-O混成軌道への遷移に帰属される<sup>15</sup>。これに対して、表面敏感なTEYスペクトルでは、ピークBが初期品ですでに顕著に増大している。これは充放電処理によって正極表面に何らかの状態変化が起きていることを意味する。このピークBに関しては、Shikanoらが理論計算も併せて行い、立方晶スピネル構造内のNi-O軌道への遷移に帰属している<sup>16</sup>。すなわち、TEYスペクトルにおけるピークBの増加分は表面に生成した立方晶スピネル構造によることを示している。Figure 8に示したスペクトルはエッジジャンプで規格したものであるが、酸素含有付着物の多寡によってプリエッジピーク強度が変化する。そこで、TEYスペク

トルにおいてピークAに対するピークBの増加分の変化を調べることで、容量劣化によるスピネル構造の生成度合いを求めた。結果をFig. 11(a)に示したが、サイクル劣化に関しては初期品からあまり変化がないのに対して、保存劣化では約2倍のスピネル相の生成が見られ、保存開始時の電位によって増加する傾向を示している。

Figure 9には保存耐久品とサイクル耐久品との放電時のC K端XASのTEYスペクトルを示した。本電池材料の炭素成分は導電助剤であるABと接着剤であるPVDFが主と考えられ、ピークA1(285.6 eV)、A3(293 eV)はABのπ\*遷移、σ\*遷移に、ピークA2(292 eV)、A4(294.7 eV)はPVDFのC-F結合に由来するπ\*、σ\*遷移に帰属できる<sup>17</sup>。合剤電極を作製することによって新たに生じたピークB2(288.5 eV)、B3(290.4 eV)はそれぞれカルボン酸化合物<sup>18</sup>と炭酸塩<sup>19</sup>によるものと帰属できる。これらのピークは初期品でも既に現れているが、劣化によって次第に増大していく。保存劣化の試料では、これらのピークがより強く観測され、286.4 eVにも新たにカルボニル化合物<sup>18</sup>に帰属されるピークB1が肩構造として現れる。このように、電解液の分解生成物が次第に正極表面に堆積していく様子がみえるが、ピークA1に対するピークB2の強度比が劣化によってどのように変化する

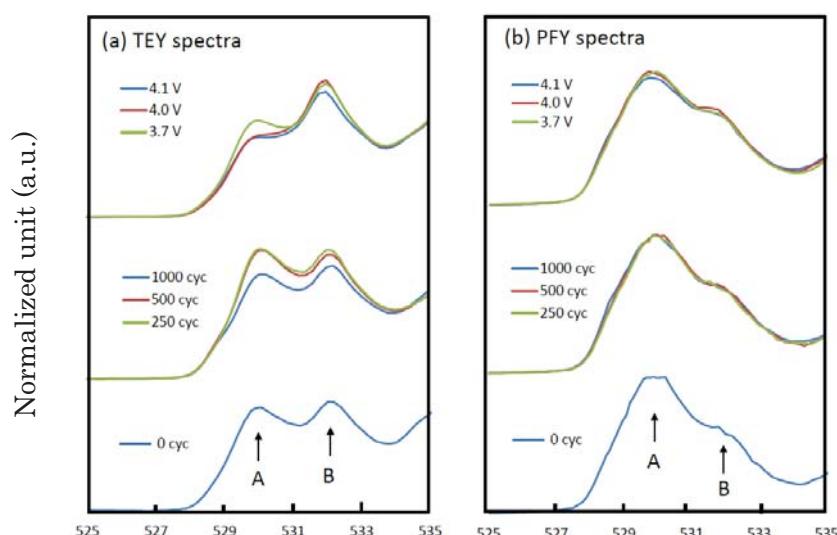


Figure 8. O K-edge absorption spectra of NCM positive electrodes at SOC 0% obtained with the TEY mode (a) and PFY mode (b). Upper and middle spectra are after storage test and cycle test, respectively. Bottom spectrum is from 0 cycle.

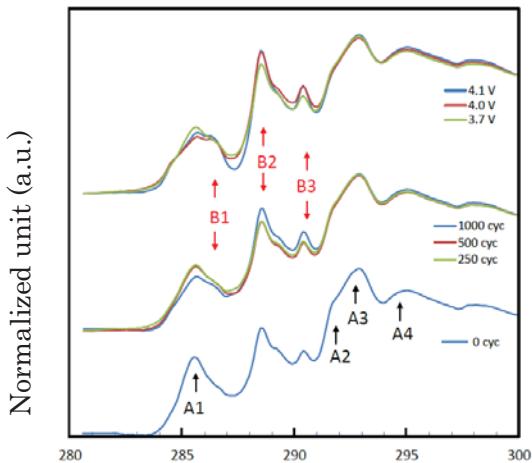
かを調べたのがFig. 11(b)である。保存劣化の方が約2倍大きく、劣化と共に増えていく傾向を示している。

Figure 10にF K端XASのTEYスペクトルの例を載せたが、これらはすべてPVDFとLiFの重ね合わせで満足に再現されることが分かった。PVDFは電池組み立て時から存在し、耐久試験によってもその量は変わらないが、LiFは電解液の分解によって生じたものと考えられる。そこで、PVDFを基準にしたLiFの存在量を求めた。容量劣化度にたいして放電時の試料の値をプロットしたものがFig. 11(c)である。大きな化学変化によってばらつきの大きい0サイクルの試料を除けば容量劣化とともにLiF量が増大する傾向を示しており、サイクル劣化、保存劣化どちらにおいてもLiFの表面への堆積増加が電池劣化と密接な関係にあることを示唆している。

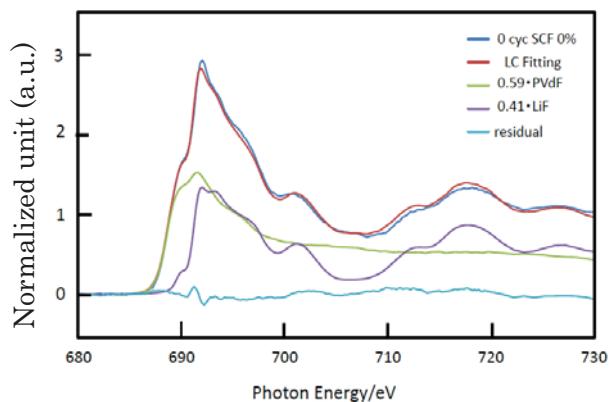
### 3-5. 劣化挙動の考察

電池材料を化学変化の立場から見ると、未処理品から最初に充放電することによって（ここでは0サイクルに対応）大きな変化が引き起こされる。そして、充放電の繰り返し、充電状態での長期保存によって次第に構造変化が起り、容量が低下していく。上述したように、容量劣化の機構は複雑であり、電池の組成など内的条件とカットオフ電圧や充放電レート、温度など様々な外的条件によって異なってくる。Ikedaらは、長期高温保存品の走査透過型電子顕微鏡観測によって、層状岩塩型構造をしたNCM活物質の表面に数nmの厚さの立方晶スピネル構造が生成することを報告しており、それによって界面抵抗が増大することが劣化の原因であるとしている<sup>4</sup>。一方、Linらは、初期数十サイクル充放電をした試料での電子顕微鏡観察から、同様に2nm厚さの立方晶スピネル構造の生成を観測している<sup>3</sup>。このことは、初期充放電段階においてもすでに表面に大きな構造変化を生じていることを示唆している。

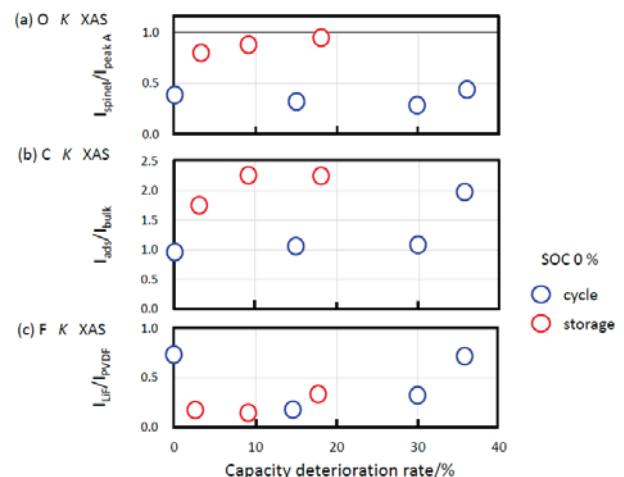
本実験では、できるだけマイルドな環境下での



**Figure 9.** C K-edge absorption spectra of NCM positive electrodes at SOC 0 %. Upper and middle spectra are after storage test and cycle test. Bottom spectrum is from 0 cycle.



**Figure 10.** Spectral analysis of the F K-edge absorption spectrum from NCM positive electrode at 0 cycle, SOC 0 %. The spectrum is well reproduced by linear combination of the spectra from 59 % of PVDF and 41 % of LiF.



**Figure 11.** Upper figure is the plots of  $I_{\text{spinel}}/I_{\text{peak A}}$  in O K XAS (a), middle is of  $I_{\text{ads}}/I_{\text{bulk}}$  in C K XAS (b) and bottom is of  $I_{\text{LiF}}/I_{\text{PVDF}}$  (c) against capacity deterioration rate.

劣化機構の解明を目指したものであり、カットオフ電圧を3.0–4.1V/セルにしたことから、充放電を

担うのはNiイオンと一部のCoイオンだけであった。ただし、常温での劣化はあまりにも長時間をしてしまうことから、保持温度を85 °C(サイクル劣化)、70 °C(保存劣化)にした。このことは、電解液の分解、堆積がより起こり易い環境下での劣化現象であることは否めない。今回の容量評価においては耐久試験後の電池を分解し、Liを負極とするハーフセルを作製してSOC調整を実施しているので、負極からのLi供給が制約されることはない。そのような条件下、Fig. 6に示した劣化の進行とNi平均価数との関係からも分かることおり、放電時のNi平均価数は、保存劣化もサイクル劣化も同じ傾向を示し、容量劣化率とほぼ比例関係にある。これは、Fig. 4に示したXRD解析によるc軸長/a軸長比と容量劣化率に対する傾向とも一致している。このことは劣化が進むにつれて、しだいに完全な放電状態にまで戻りにくくなることを意味する。換言すれば、正極側でなんらかのLiイオン伝導阻害が生じていると考えられる。Ikedaらも長期高温保存劣化の実験で同様の結果を得ている<sup>4</sup>。今回、我々は充電保存劣化とサイクル劣化の2種類の劣化実験を行い、両者とも類似した劣化の振る舞いを示したが、SEM像やO、C K端XASの結果は両者で劣化の要因が異なっていることを示唆している。

サイクル耐久品では充放電が繰り返されることになる。正極のNCMは充電に伴ってa軸は収縮し、c軸は伸長し、放電時には可逆的にもとに戻る。しかし、充放電が繰り返されるとやがて粒界に歪が生じ、クラックが発生する。Figure 2のSEM像に示したように1000サイクル後のNCM二次粒子に顕著なクラックの発生が見られる。その結果、Liイオン伝導パスが寸断され、孤立したNCM粒子が発生することが主な要因となって、放電時に負極から正極にLiイオンが戻りにくくなつたと考えられる。

これに対して、保存耐久品では充放電は行われないので二次粒子の膨張収縮がなくマイクロクラックは殆ど生じていなかった。ところが、O、C

K端XASの結果から、表面スピネル相、正極表面堆積層がサイクル耐久品より2倍以上ある。これらの正極表面の相変化や堆積層の増加が主なイオン伝導阻害の要因になっていると考えられる。

#### 4. 結論

NCMを正極とした代表的なリチウム電池について、サイクル劣化と長期充電保存劣化の振る舞いをXAS、XRD、SEMを用いて調べた。その結果、カットオフ電圧3.0~4.1V/セルで充放電を担うのはNiと一部のCoだけであり、Niだけに劣化による化学変化が見られた。サイクル劣化と保存劣化において、放電状態に関しては、どちらも容量劣化率に換算したとき、Ni平均価数、格子定数比c/aと正の比例関係にあり、容量劣化と共に放電時に充電状態がより多く残ることを示していた。この要因として、NCM粒子間のマイクロクラックが大きくなり、粒子表面にスピネル相が生成し、電解液分解生成物が次第に堆積していく、リチウム伝導パスを阻害していくことが明らかになった。特に、サイクル劣化ではマイクロクラックの生成が顕著であるのに対して、保存劣化では正極表面のスピネル相生成が顕著にみられた。

#### 参考文献

1. T. Ohzuku and Y. Makimura, Chem. Lett., 30, 642 (2001).
2. (国)科学技術振興機構低炭素社会戦略センター, 調査報告書「リチウムイオン電池の劣化挙動調査」(2020).
3. F. Lin, M. Markus, D. Nordlund, T.-S. Weng, M. D. Asta, H. L. Xin, and M. M. Doeff, Nat. Commun., 5, 3529 (2014).
4. Y. Ikeda, Y. Tao, R. Kido, M. Masuda, T. Yamafuku, S. Mori, T. Sasaki, and T. Inamasu, GS Yuasa Technical report, 13, page 1 (2016).
5. S. Hashigami, K. Yoshimi, Y. Kato, H. Yoshida, T. Inagaki, M. Tatematsu, H. Deguchi, M. Hashinokuchi, T. Doi, and M. Inaba,

- Electrochemistry, 87, 357 (2019).
6. T. Liu, A. Garsuch, F. Chesneau, and B. L. Lucht, J. Power Sources, 269, 920 (2014).
  7. Z. H. Lu and J. R. Dahn, J. Electrochem. Soc., 149, A815 (2002).
  8. N. Yabuuchi, K. Yoshii, S.-T. Myung, I. Nakai, and S. Komaba, J. Am. Chem. Soc., 133, 4404 (2011).
  9. Y. Koyama, T. Mizoguchi, H. Ikeno, and I. Tanaka, J. Phys. Chem. B, 109, 10749 (2005).
  10. K. Kubobuchi, M. Mogi, M. Matsumoto, T. Baba, C. Yogi, C. Sato, T. Yamamoto, T. Mizoguchi, and H. Imai, J. Appl. Phys., 120, 142125 (2016).
  11. Y. W. Tsai, B. J. Hwang, G. Ceder, H. S. Sheu, D. G. Liu, and J. F. Lee, Chem. Mater., 17, 3191 (2005).
  12. T. Mizokawa, Y. Wakisaka, T. Sudayama, C. Iwai, K. Miyoshi, J. Takeuchi, H. Wadati, D. G. Hawthorn, T. Z. Regier, and G. A. Sawatzky, Phys. Rev. Lett., 111, 056404 (2013).
  13. H. Kobayashi, J. Power Sources, 146, 640 (2005).
  14. W.-S. Yoon, M. Balasubramanian, K. Y. Chung, X.-Q. Yang, J. McBreen, C. P. Grey, and D. A. Fischer, J. Am. Chem. Soc., 127, 17479 (2005).
  15. M. G. Kim, H. J. Shin, J.-H. Kim, S.-H. Park, and Y.-K. Sun, J. Electrochem. Soc., 152, A1320 (2005).
  16. M. Shikano, H. Kobayashi, S. Koike, H. Sakebe, Y. Saito, H. Hori, H. Kageyama, and K. Tatsumi, J. Power Sources, 196, 6881 (2011).
  17. T. Ohta, K. Seki, T. Yokoyama, I. Morisada, and K. Edamatsu, Phys. Scr., 41, 150 (1990).
  18. O. Dhez, H. Ade, and S. G. Urquhart, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom., 128, 85 (2003).
  19. J. A. Brandes, S. Wirick, and C. Jacobsen, J. Synchrotron Radiat., 17, 676 (2010).

### 3. 研究開発の状況



### 3 研究開発の状況

#### 3.1 研究開発

##### (1) 光源加速器

###### ① ビーム損失による放射線測定系の開発

蓄積ビームの損失による放射線を加速器全体にわたって計測し、その分布を可視化できれば、より安全な放射線遮蔽はもとより、加速器運転の効率化につながる。多点計測による放射線分布の測定システムを構築するために、半導体検出器を用いた小型かつ安価なビームロス測定器の開発を行った。

検出器は荷電粒子放射線によるフォトダイオードのチャージアップを出力する Bergoz 社のビームロスモニタを使用する。検出器の信号計数は、パルスカウント機能をもち無線で計数値を出力できるマイクロコンピュータ ESP32 を用いる。図 1 に構成した計測モジュールの写真を示す。電源には電圧の安定したモバイルバッテリーを使用する。

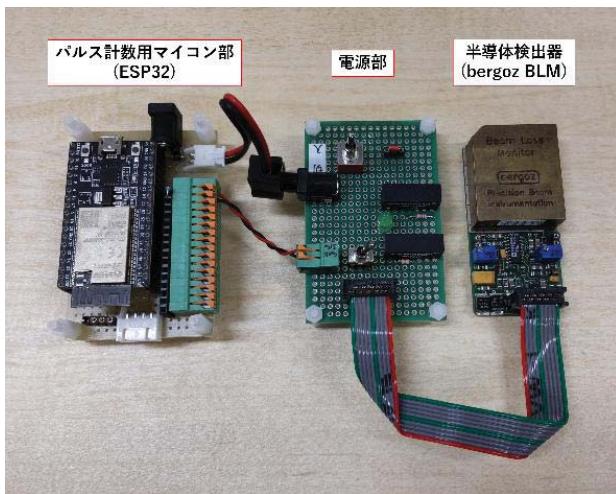


図 1 ビームロス測定器

この計測器をビーム軌道の高さで蓄積リング入射セプタムに固定し、運転開始時のビーム入射に並行して試験的な放射線計数実験を行った。図 2 は入射から蓄積モードへ移行するまでのカウンタ計数値の変化を経時で表し、対応するビーム電流値を示す。入射と蓄積時の計数値に有意な差異を確認した。

現在 AichiSR における蓄積リングへの入射効率は 50%ほどで、入射ビームの半分は蓄積できずに失わ

れしており、損失ビームによって生じた放射線を捉えていると考えられる。放射線分布の測定によってビーム損失の空間的な情報を取得できれば、入射効率のさらなる改善が期待できる。一方、加速器室での常時運用にはノイズ対策などの課題があり、引き続き実用化に向けた開発を行う[1]。

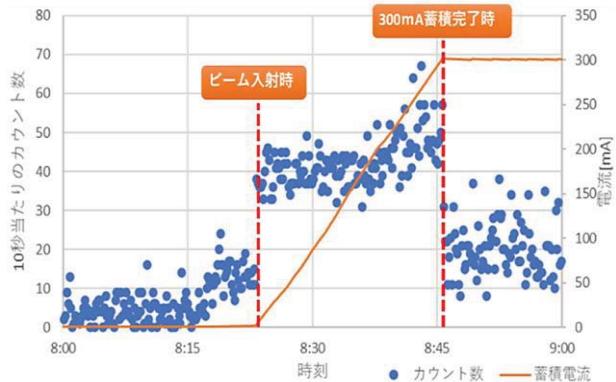


図 2 運転開始時の放射線量変化測定

###### ② 光源加速器真空系の改良

AichiSR ではブースターシンクロトロンや蓄積リングの入射および出射セプタム真空槽に積層鋼板が設置されており、これら鋼板からのガス放出が光源加速器の真空悪化の主因として考えられている。

セプタム部における真空悪化は 2015 年頃から発生しており、2018 年からイオンポンプの交換を主に真空系の改良を行っている。2019 年 4 月および 10 月のメンテナンス期間に、蓄積リングおよびブースターのセプタム部に  $10^{-5} \sim 10^{-7}$  Pa の領域で動作する新しいゲッター材を使用した NEG ポンプを増設し、排気能力の増強とイオンポンプ劣化の低減を図った。

2020 年 10 月には、ブースター入射セプタム周辺の 20L/s イオンポンプ 2 台を、より高い排気能力をもつ 55 L/s イオンポンプへ交換し、さらに NEG ポンプを増設した。また、2021 年 4 月には、蓄積リングおよびブースター入射セプタム部の 500 L/s Diode 型イオンポンプを 300L/s StarCell 型イオンポンプへ交換するとともに、NEG ポンプを高性能品

に交換した。図3に更新したセプタム部イオンポンプの一例を示す。

また、光源加速器ではイオンポンプ用コントローラとして Agilent 製 Dual を使用してきたが、近年故障が多発している。同型番品の製造は現在すでに終息しているため、Gamma Vacuum 製 SPCへの変更を進めており、2021年4月にブースター及び高エネルギー輸送路のイオンポンプを制御する計11台のコントローラを交換した。イオンポンプ用コントローラの更新作業は継続し、全数交換を行う予定である[2]。

[1] 田部圭悟ほか、”あいち SR 光源加速器周辺の放射線分布測定システムの開発”、第18回日本加速器学会年会(2021)プロシーディング

[2] 高嶋圭史ほか、”あいち SR 光源加速器の現状”、第18回日本加速器学会年会(2021)施設報報告



図3 (上)イオンポンプの更新前、(下)更新後

## (2) ビームライン

### ① 絶縁体試料の電子収量測定における光電子の挙動

#### BL7U (真空紫外分光)

内殻吸収分光法は物質にX線を照射したときに生じる吸収を観測するものであり、その吸収端のエネルギーは元素に固有の値を持ち、化学状態を反映したスペクトルを与えることから元素分析・化学状態分析のツールとして広く用いられている。AichiSRにおいても主要な実験手法の1つとなっている。計測法としては、透過法、電子収量法、蛍光収量法などがあるが、軟X線領域においては入射X線の透過能が極めて低いことから透過法は用いられない。また、蛍光収量法は自己吸収効果によりスペクトルが歪みやすく、また、軟X線領域での主要な測定対象である軽元素では蛍光収量が大変小さいため基本的には電子収量による測定となる。

電子収量法は、X線を照射したときに放出される光電子やオージェ電子を観測するものであるが、絶縁体試料の場合には電子放出により表面に生じた電荷を中和することができず帶電を生じる。これにより放出される電子は運動エネルギー( $E_k$ )の一部もしくはほとんどを失い、電子の収量は減少してしまうことから正常なスペクトルを得ることが困難である。では、実際にはどの程度エネルギーを失っているのか、どの程度の帶電であれば『正しい』といえるスペクトルが得られるのか検証することは大変有用である。これは放出された電子の $E_k$ 分布、つまり光電子スペクトルを計測することで可能である。そのため本研究では、代表的な絶縁体の一つである六方晶窒化ホウ素(h-BN)粉末試料について、吸収端近傍のX線エネルギー( $h\nu$ )において光電子分光(XPS)測定を行った。測定はAichiSRの軟X線アンジュレータビームラインBL7Uで行った。BL7Uでは吸収分光と光電子分光を同一真空槽内で計測可能であり、ビームライン分光器およびそれぞれの計測機器を連動させ、吸収分光の各測定 $h\nu$ でXPSスペクトルを自動的に取得することが可能である。

図4に励起光エネルギー $h\nu=500\text{ eV}$ で測定したXPSスペクトルを示す。(a),(b)はそれぞれ帶電対策を施していない試料、In板上に薄く塗布した試料である。(a)ではピークらしき構造は観測されず、また強度も大きく減弱している。(b)では試料中に含まれる各元素によるピークが観測されているが、すべて数eV程度低い運動エネルギーに観測されている。なお、C 1sは不純物によるものである。帶電によるエネルギーシフトが照射光量に依存するものであるかどうか調べるために、アンジュレータのギャップ値を調整することにより入射X線の光量を変化させながらXPSを測定したものが図5である。スペクトルは $E_k<165\text{ eV}$ の大きなピークとそれに続く裾がB KLL-Augerによるものであり、高 $E_k$ 側の小さなピークは価電子帯である。 $E_k=95\text{ eV}$ に見られるピークは、ビームライン分光器の高次回折による光によるものであり、アンジュレータのギャップ値により高次光比が変わるために見えたり見えなかつたりする。 $h\nu=195\text{ eV}$ (a)、 $198\text{ eV}$ (b)共に光量が増えるに従い低運動エネルギー側へシフトしている様子がわかるが、(a)に比べ(b)の方がシフト量が大きくなっている。 $h\nu=198\text{ eV}$ は吸収スペクトルにおいてピークが観測されるエネルギーである(図7(b))。

帶電量が電子放出量、つまり吸収強度に依存し、エネルギーシフト量が帶電量を反映するものであれば、吸収端近傍においてシフト量を観測すれば電子収量に相当するスペクトルを得ることができると考えることができる。そこで、B K吸収端近傍において $h\nu$ を変化させながらXPSを測定した。図6はXPSスペクトルの $h\nu$ 依存性であり、強度は最大ピーク強度で規格化している。低 $h\nu$ 側で主に観測されているのは価電子帯であり、 $h\nu=191.2\text{ eV}$ からB 1s内殻電子の励起に伴ってKLL-Augerが発現している。帶電していない試料であれば、光電子(価電子)の $E_k$ は $h\nu$ に伴って増大し、Auger電子では $h\nu$ にかかわらず一定の値を持つ。 $h\nu$ に依存して明確にエネルギーシフトが生じている様子がわかる。これをわかりやすいように強度を濃淡で表現したのが図7(a)である。横軸は $h\nu$ 、縦軸

は  $E_k$  である。比較しやすいように縦軸は上が小さく、下側が価電子帯側、上側が内殻準位側となるように作図していることに注意されたい。(b) に帶電量が十分に小さくなるように調製した試料によって測定した全電子収量(TEY)スペクトル、(c) に  $h\nu=225\text{ eV}$  における XPS スペクトルを示した。(a) の  $E_k < 150\text{ eV}$  に見られる濃い部分が  $KLL$ -Auger であり、 $h\nu$  とともに  $E_k$  が増大しているのが光電子によるピークであり、 $KLL$ -Auger よりも高  $E_k$  に見られているのは価電子帯、低  $E_k$  に薄く観測されているのは浅い内殻準位と高次光による内殻準位である。一見してわかるように、XPS のエネルギーシフト量は、TEYスペクトルを細かい構造まで大変よく再現している。同様の測定を NK 吸収端について行った結果が図 8 であり、赤、青、緑がそれぞれ XPS のエネルギーシフト、TEY、全蛍光収量(TFY)スペクトルである。こちらもよく再現している。

このように、吸収端における絶縁体試料の帶電量は XPS により観測できることが明らかになり、その  $E_k$  シフト量は吸収強度を反映することが分かった。ただし、今回の実験では入射光強度の  $h\nu$  による変動を制御していない。シフト量は入射光強度に依存することから、定量化のためには測定入射光エネルギー

範囲内で光量を一定に保つ必要がある。また、一連のデータを取得するのに 1 つの吸収端当たり約 3 時間を要している。本研究の結果は絶縁体に適用できる新たな電子収量測定法の開発に道を開くものであると考えているが、上記問題点を解決し、一般的に適用できる手法となりうるか研究を進めていく。

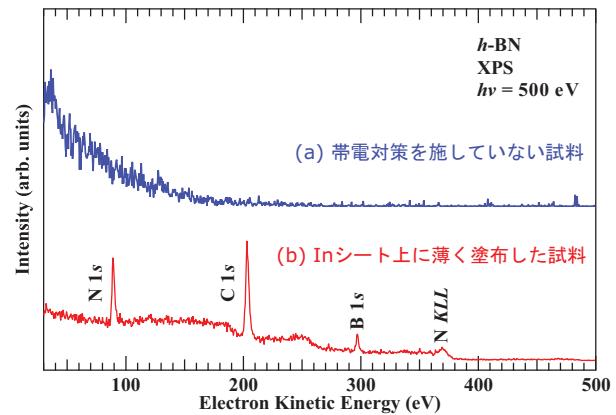


図 4 六方晶窒化ホウ素の光電子スペクトル。(a) 帯電対策を施していない粉末試料、(b) In シート上に薄く塗布した粉末試料。帯電対策を施していない試料では試料表面帶電のためピークを確認することができない。

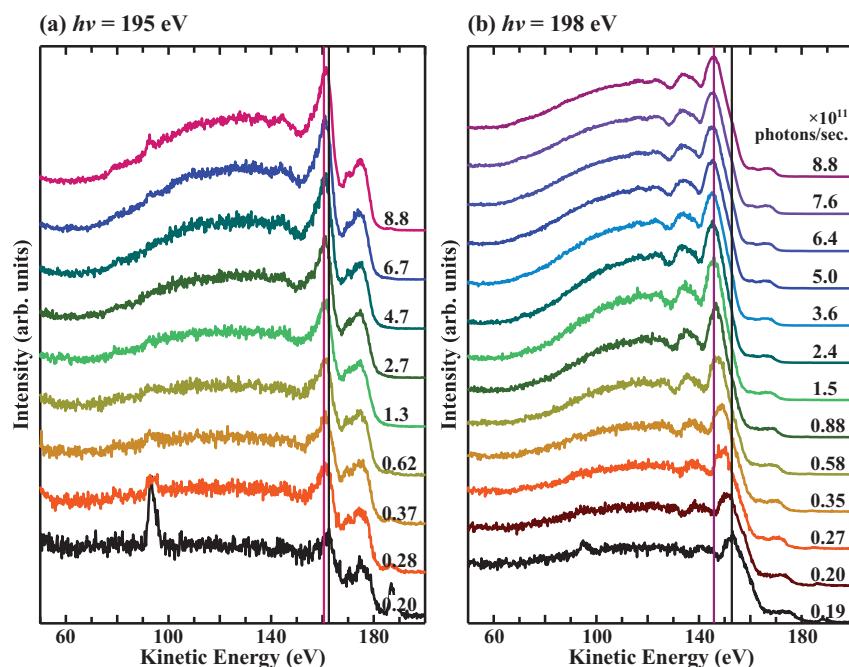


図 5 X 線エネルギー  $195, 198\text{ eV}$  で測定した光電子スペクトルの照射光量依存性。光量が増えると低運動エネルギーへシフトし、シフト幅は X 線エネルギーで異なる。

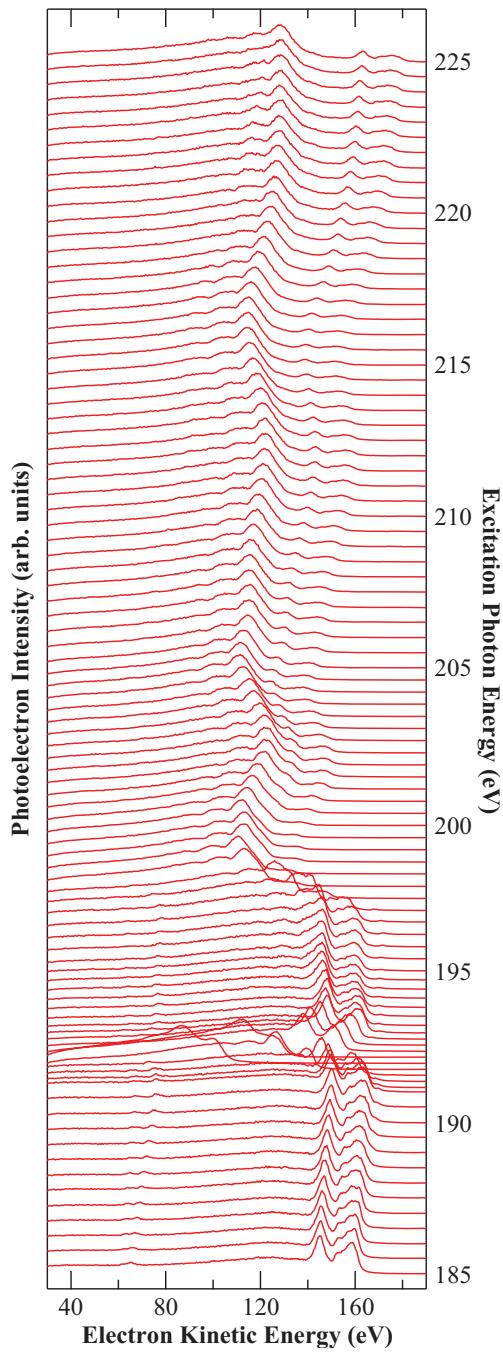


図6 B K吸収端近傍で測定した光電子スペクトルのX線エネルギー依存性。運動エネルギー一定であるAuger電子のエネルギーがX線エネルギーとともに変動している。

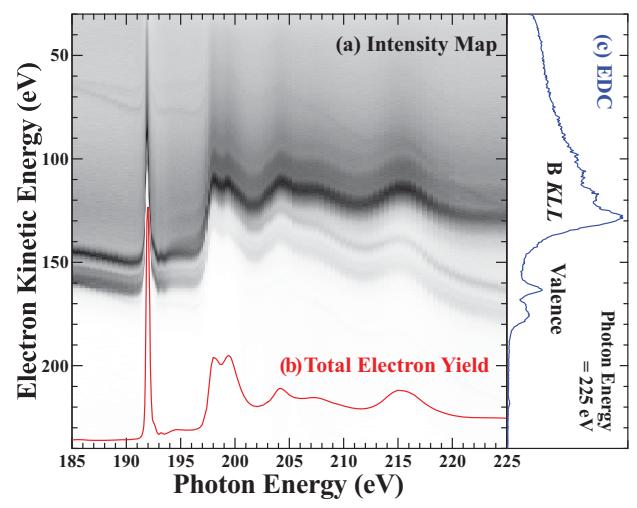


図7 X線エネルギー、電子のエネルギーに対する強度分布。強度は濃淡で表し、濃い方が強い。(b)に全電子収量スペクトル、(c)に X 線エネルギー 225eV で測定した光電子スペクトルを示した。

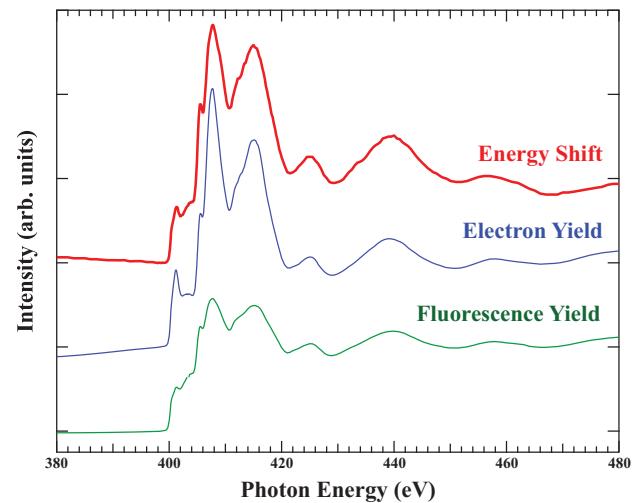


図8 NK吸収端におけるエネルギー・シフトのX線エネルギー依存性(a)。比較のため、(b)全電子収量スペクトル、(c)全蛍光収量スペクトルを示した。

## ② In-situ X線トポグラフィ測定システムの開発

BL8S2 (X線トポグラフィ・X線CT: 愛知県)

### 1. はじめに

BL8S2では、単色X線を用いたX線トポグラフィ測定により、単結晶試料の結晶欠陥観察を行うことができる。具体的には、二結晶分光器のSi結晶の $\theta$ 角度を変えることで白色X線から抽出した単色X線（エネルギー：約6~26keV、波長：約2.07~0.48Å）を、単結晶試料に照射して回折されたX線をトポグラフィ像として2次元検出器で取得することにより、結晶欠陥の観察を行う。BL8S2では特に、歪みがある単結晶試料や結晶性が良好でない単結晶試料であっても一度の測定で全面が観察できるように、単色X線の波長（エネルギー）を連続的に掃引させることでX線トポグラフィ像を取得する実験をよく行っている。

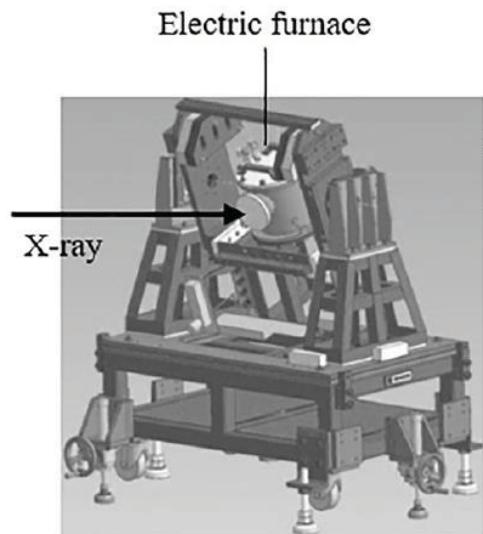
我々は、高温アニール中の結晶などのin-situ（その場）でのX線トポグラフィ測定の要望に応えるため、sCMOS X線カメラを用いて、結晶欠陥の変化を秒単位で観測することが可能なin-situ X線トポグラフィ測定システムを開発した。

### 2. in-situ X線トポグラフィ測定システムの開発

開発したin-situ X線トポグラフィ測定システムにより、X線エネルギー（波長）のスキャン範囲、露光時間、インターバル時間をパラメータとしてX線トポグラフィ測定を連続的にin-situで行えるようになった。

X線トポグラフィ測定前の条件調整は、ライブイメージ測定機能を用いて行う。ライブイメージ測定機能を用いて、トポグラフィ像を連続表示させつつ、本測定前の試料位置調整、X線エネルギー（波長）調整を行う。条件調整を終えた後に、見出した条件をもとに測定条件を入力し、トポグラフィ測定の指示を出すと測定が開始される。入射X線のエネルギー（波長）を連続的に掃引しながら、X線カメラにX線トポグラフィ回折光を露光してトポグラフィ像を取得し、取得されたデータは画面上にイメージと

(a)



(b)

Quartz

Polyimide film

X-ray

Graphite heater

Goniometer

Tilt

(c)

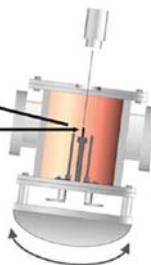


図9 in-situ X線トポグラフィ測定を用いた高温実験。(a)高温電気炉とX線回折計架台を組み合わせたX線トポグラフィ測定装置の概略図、(b)透過配置X線トポグラフィ測定実験概略図、(c)反射配置X線トポグラフィ測定実験概略図 (Fumihiro Fujie, et al., Appl. Phys. Lett. 113, 012101 (2018)から抜粋)。

して表示される。表示後、イメージデータの画像ファイル保存とX線エネルギー（波長）の測定開始位置への移動を並列で行う。この一連のプロセスを繰り返し連続的に行うことにより、in-situ X線トポグラフィ測定を実現している。

### 3. 4H-SiC単結晶の高温in-situ X線トポグラフィ測定 [1]

開発したin-situ X線トポグラフィ測定システムを用いて、藤榮ら（名古屋大）によって、透過配置および反射配置での4H-SiC単結晶内の積層欠陥の高

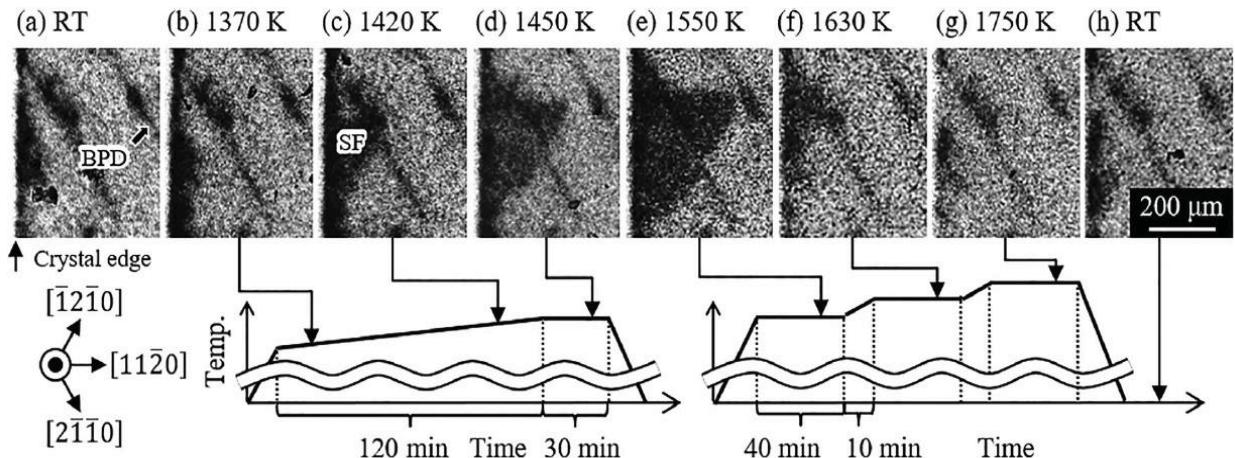


図 10 (a)はアニール前、(b)~(g)はアニール中、(h)はアニール後の、(-1100)反射のトポグラフィ像。  
(Fumihiro Fujie, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **113**, 012101 (2018)から抜粋)。

温での挙動の観察が行われた。図9は測定に用いられた実験装置の概要である。4H-SiC単結晶の昇温時に、結晶内の積層欠陥が、1370 ~ 1550 Kの範囲において拡大し、1550 K以上になると縮小することが確認された（図10）。また、降温中においては、1370 ~ 1550 Kの範囲においても積層欠陥が拡大することはなかった。これらの結果から、4H-SiC単結晶内の結晶エッジ近傍の積層欠陥を、昇温によって排出できる可能性が示唆された。

## 参考文献

- [1] Fumihiro Fujie, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **113**, 012101 (2018).

### 3.2 外部発表

(1) 論文 (2021年1月～2021年12月)

#### ① 査読付き論文

##### BL1N2

Effects of aluminum substitution in nickel-rich layered  $\text{LiNi}_x\text{Al}_{1-x}\text{O}_2$  ( $x=0.92, 0.95$ ) positive electrode materials for Li-ion batteries on high-rate cycle performance, H. Kaneda, Y. Furuichi, A. Ikezawa, H. Arai, J. Mater. Chem. A, 9, 21981-21994 (2021).

##### BL1N2

Atomic Structures and Chemical States of Active and Inactive Dopant Sites in Si-Doped GaN, J. Tang and Y. Yamashita, ACS Appl. Electron. Mater. 3, 10, 4618–4622 (2021).

##### BL1N2

リチウムイオン電池正極材料  $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$  の劣化解析, 永見 哲夫, 野本 豊和, 杉山 陽栄, 立木 翔治, 坂本 廉, 太田 俊明, Electrochemistry, 89(4) pp 363-369 (2021).

DOI:10.5796/electrochemistry.21-00031

##### BL1N2

Local atomic structure analysis around Mg atom doped in GaN by X-ray absorption spectroscopy and spectrum simulations, N. Isomura, Y. Kimoto, J. Synchrotron Radiation, Vol. 28(4) 1114-1118 (2021).

##### BL1N2, BL6N1, BL11S2

Mechanism of gold and palladium adsorption on thermoacidophilic red alga *Galdieria sulphuraria*, E. Adams, K. Maeda, T. Kato, C. Tokoro, Algal Research, Vol. 60, 102549 (2021).

##### BL2S1

Positive Charge Introduction on the Surface of Thermostabilized PET Hydrolase Facilitates PET

Binding and Degradation, A. Nakamura, N. Kobayashi, N. Koga, R. Iino, ACS Catal. 11, 14, 8550–8564 (2021).

##### BL2S1

ovel Device and Strategy for Growing Large, High-Quality Protein Crystals by Controlling Crystallization Conditions, N. Tanigawa, S. Takahashi, B. Yan, M. Kamo, N. Furabayashi, K. Kubota, K. Inaka, H. Tanaka, Crystals 11(11), 1311 (2021). DOI:10.3390/crust11111311

##### BL2S1

Structural basis of the protochromic green/red photocycle of the chromatic acclimation sensor RcaE, T. Nagae, M. Unno, T. Koizumi, Y. Miyanoiri, T. Fujisawa, K. Masui, T. Kamo, K. Wada, T. Eki, Y. Ito, Y. Hirose, M. Mishima, Biochemistry, 118 (20) e2024583118 (2021).

##### BL2S1

Structural Insights into the Regulation of Actin Capping Protein by Twinfilin C-terminal Tail, S. Takeda, R. Koike, I. Fujiwara, A. Narita, M. Miyata, M. Ota, Y. Maéda, Journal of Molecular Biology, Volume 433, Issue 9, 30 April 2021, 166891.

##### BL2S1

Elasticity of nanocrystalline kyanite at high pressure and temperature from ultrasonic and synchrotron X-ray techniques, N.A. Gaida, S. Gréaux, Y. Kono, H. Ohfuji, H. Kuwahara, N. Nishiyama, O. Beermann, T. Sasaki, K. Niwa, M. Hasegawa, Journal of the American Ceramic Society (2021).

DOI:10.1111/jace.17464

##### BL2S1

3D Supramolecular Chiral Crystal Structures of Radical Anion Salts of (-)-NDI-Δ and Possible

Magnetic Phase Diagrams, Asato Mizuno, Yoshiaki Shuku, Rie Suizu, Masahisa Tsuchiizub and Kunio Awaga, Cryst Eng Comm, 23, 5053–5059 (2021). DOI:10.1039/d1ce00628b

#### BL2S1

Crystal and Electronic Structure of U<sub>7</sub>Te<sub>12</sub>-Type Tungsten Nitride Synthesized under High Pressure, C-C. Chang, T. Sasaki, N.A. Gaida, K. Niwa, M. Hasegawa, Inorg. Chem. 60, 17, 13278–13283 (2021).

#### BL2S1

Nitriding synthesis and structural change of phosphorus nitrides at high pressures, K. Niwa, Y. Iijima, M. Ukita, R. Toda, K. Toyoura, T. Sasaki, K. Matsunaga, N.A. Gaida, M. Hasegawa, Raman Spectroscopy, Vol. 52(5), 1064-1072 (2021).

#### BL2S1

Crystal and Electronic Structures of MoSi<sub>2</sub>-Type CrGe<sub>2</sub> Synthesized under High Pressure, Takuya Sasaki, Kota Kanie, Tatsuya Yokoi, Ken Niwa, Nico Alexander Gaida, Katsuyuki Matsunaga, and Masashi Hasegawa, Inorg. Chem., 60(3) 1767–1772 (2021).

#### BL2S1, BL5S2

Structural phase transition and giant negative thermal expansion in pyrophosphate Zn<sub>2-x</sub>Mg<sub>x</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, Y. Kadowaki, R. Kasugai, Y. Yokoyama, N. Katayama, Y. Okamoto, K. Takenaka, Appl. Phys. Lett., Vol 119(17) 201906 (2021).

#### BL5S1

Fluorine solubility and superconducting properties of Sm(O,F)BiS<sub>2</sub> single crystals, K. Kinamia, Y. Hanada, M. Nagao, A. Miura, S. Hirai, Y. Maruyama, S. Watauchi, I. Tanaka, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 883, 25 November 2021, 160812.

#### BL5S1

Carbonated nanohydroxyapatite from bone waste and its potential as a super adsorbent for removal of toxic ions, Y. Sekine, T. Nankawa, T. Yamada, D. Matsumura, Y. Nemoto, M. Takeguchi, T. Sugita, I. Shimoyama, N. Kozai, S. Morooka, Journal of Environmental Chemical Engineering, Volume 9, Issue 2, April 2021, 105114.

#### BL5S1

Ferromagnetism and giant magnetoresistance in zinc-blende FeAs monolayers embedded in semiconductor structures, L.D. Anh, T. Hayakawa, Y. Nakagawa, H. Shinya, T. Fukushima, M. Kobayashi, H. Katayama-Yoshida, Y. Iwasa, M. Tanaka, Nature Communications volume 12, Article number: 4201 (2021).

#### BL5S1

Kinetic Control of the Li<sub>0.9</sub>Mn<sub>1.6</sub>Ni<sub>0.4</sub>O<sub>4</sub> Spinel Structure with Enhanced Electrochemical Performance, F.A. Vásquez, N.C. Rosero-Navarro, A. Miura, R. Jalem, Y. Goto, M. Nagao, Y. Tateyama, K. Tadanaga, J.A. Calderón, ACS Appl. Mater. Interfaces 13, 12, 14056–14067 (2021).

#### BL5S1

Oxidative decomposition of ammonium ion with ozone in the presence of cobalt and chloride ions for the treatment of radioactive liquid waste, H. Aihara, S. Watanabe, A. Shibata, L. Mahardiani, R. Otomo, Y. Kamiya, Progress in Nuclear Energy, Volume 139, September 2021, 103872.

#### BL5S1

Electron transfer in LiMn<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.5</sub>O<sub>4</sub> during charging studied with soft X-ray spectrometry, R. Okamoto, M. Terauchi, Microscopy, Volume 70, Issue 5, October 2021, Pages 450–460.

### BL5S1

Synthesis of nanometer-sized gallium oxide using graphene oxide template as a photocatalyst for carbon dioxide reduction, K. Sonoda, M. Yamamoto, T. Tanabe, T. Yoshida, Applied Surface Science, Volume 542, 15 March 2021, 148680.

### BL5S1

Flexible Photocatalytic Electrode Using Graphene, Non-noble Metal, and Organic Semiconductors for Hydrogen Evolution Reaction, K. Kondo, Y. Watanabe, J. Kuno, Y. Ishii, S. Kawasaki, M. Kato, G. Kalita, Y. Hattori, O. Mashkov, M. Sytnyk, W. Heiss, Energy Technology, Vol. 9 (8) 2100123 (2021).

### BL5S1

Effects of particle size of raw materials on phase formation and optical properties of Ce<sup>3+</sup>-doped Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> phosphors, S. Akiyama, R. Moriyama, J. Tanaka, Y. Sato, M. Kakihana, H. Kato, Optical Materials, Volume 121, November 2021, 111549.

### BL5S1

High-capacity Li-excess lithium nickel manganese oxide as a Co-free positive electrode material, M. Tabuchi, R. Kataoka, K. Yazawa, Materials Research Bulletin, Volume 137, May 2021, 111178.

### BL5S1

Cationic poly-L-amino acid-enhanced selective hydrogen production based on formate decomposition with platinum nanoparticles dispersed by polyvinylpyrrolidone, Yusuke Minami and Yutaka Amao, New J. Chem., 45, 9324-9333 (2021). DOI: 10.1039/D1NJ01181B

### BL5S1

Local Structure and L<sub>1</sub>- and L<sub>3</sub>-Edge X-ray Absorption Near Edge Structures of Middle

Lanthanoid Elements (Eu, Gd, Tb, and Dy) in Their Complex Oxides, H. Asakura, S. Hosokawa, K. Teramura, T. Tanaka, Inorg. Chem. 60, 13, 9359–9367 (2021).

### BL5S1

Removal mechanisms of arsenite by coprecipitation with ferrihydrite, Y. Takaya, M. Kadokura, T. Kato, C. Tokoro, Journal of Environmental Chemical Engineering, Volume 9, Issue 5, October 2021, 105819.

### BL5S1

Separation of cathode particles and aluminum current foil in Lithium-Ion battery by high-voltage pulsed discharge Part I: Experimental investigation C. Tokoro, S. Lim, K. Teruya, M. Kondo, K. Mochidzuki, T. Namihira, Y. Kikuchi, Waste Management, Volume 125, 15 April 2021, Pages 58-66.

### BL5S1

Understanding the active sites of boron nitride for CWPO: An experimental and computational approach, A. Quintanilla, G. Vega, J. Carabao, J.A. Casas, Y. Lei, K. Fujisawa, H. Liu, R. Cruz-Silva, M. Terronesbcd, P. Miranzo, M.I. Osendi, M. Belmonte, J.F. Sanz, Chemical Engineering Journal, Volume 406, 15 February 2021, 126846.

### BL5S1, BL5S2

A novel Eu<sup>2+</sup>-activated calcium zirconium silicate phosphor: Ca<sub>3</sub>ZrSi<sub>2</sub>O<sub>9</sub>:Eu<sup>2+</sup>, Y. Sato, R. Miyake, A. Tanigaki, S. Akiyama, K. Tomita, M. Kakihana, Journal of Luminescence, Volume 231, March 2021, 117752.

### BL5S1, BL5S2

Effect of chemical oxidation of spinel-type

$\text{LiNi}_{0.5}\text{Mn}_{1.3}\text{Ti}_{0.2}\text{O}_4$  by soaking in  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$  and  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , K. Fujimoto, Y. Kitajima, A. Aimi, Journal of Solid State Chemistry, Volume 302, October 2021, 122366.

#### BL5S1, BL6N1

Electrochemically synthesized liquid-sulfur/sulfide composite materials for high-rate magnesium battery cathodes, K. Shimokawa, T. Furuhashi, T. Kawaguchi, W.Y. Park, T. Wada, H. Matsumoto, H. Kato, T. Ichitsubo, J. Mater. Chem. A, 9, 16585–16593 (2021).

#### BL5S1, BL11S2

Electrochemical quartz crystal microbalance studies on specific adsorption of nanoparticle stabilizers on platinum surface, J. Kugai, S. Tanaka, S. Seino, T. Nakagawa, T.A. Yamamoto, H. Yamada, Journal of Electroanalytical Chemistry, Vol. 897, 15 September 2021, 115596.

#### BL5S1, BL11S2

Low temperature activation of inert hexagonal boron nitride for metal deposition and single atom catalysis, Y. Lei, S. Pakhira, K. Fujisawa, H. Liu, C. Guerrero-Bermea, T. Zhang, A. Dasgupta, L.M. Martinez, S.R. Singamaneni, K. Wang, J. Shallenberger, A.L. Elías, R. Cruz-Silva, M. Endo, J.L. Mendoza-Cortes, M. Terrones, Materials Today, Volume 51, December 2021, Pages 108–116.

#### BL5S1, BL11S2

Structural Transformation of Pt–Ni Nanowires as Oxygen Reduction Electrocatalysts to Branched Nanostructures during Potential Cycles, M. Kato, Y. Iguchi, T. Li, Y. Kato, Y. Zhuang, K. Higashi, T. Uruga, T. Saida, K. Miyabayashi, I. Yagi, ACS Catal. 12, 1, 259–264 (2022).

#### BL5S1, BL11S2

Structure–Property Relationships of Pt–Sn Nanoparticles Supported on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  for the Dehydrogenation of Methylcyclohexane, K. Murata, N. Kurimoto, Y. Yamamoto, A. Oda, J. Ohyama, A. Satsuma, ACS Appl. Nano Mater. 4, 5, 4532–4541 (2021).

#### BL5S1, BL11S2

High Durability of a 14-Membered Hexaaza Macroyclic Fe Complex for an Acidic Oxygen Reduction Reaction Revealed by In Situ XAS Analysis, J. Ohyama, M. Moriya, R. Takahama, K. Kamoi, S. Kawashima, R. Kojima, T. Hayakawa, Y. Nabae, JACS Au 1, 10, 1798–1804 (2021).

#### BL5S2

Pressure-Tunable Crystal Structure and Magnetic Transition Temperature of the Nowotny Chimney-Ladder CrGey Phase, T. Sasaki, K. Noda, N.A. Gaida, K. Niwa, M. Hasegawa, Inorg. Chem. 60, 19, 14525–14529 (2021).

#### BL5S2

Giant negative thermal expansion of polycrystalline  $\text{Ti}_2\text{O}_3$  induced by microstructural effects, Y. Kadowaki, R. Kasugai, Y. Yokoyama, N. Katayama, Y. Okamoto, and K. Takenaka, Appl. Phys. Lett., Vol 119(17) 171901 (2021).

#### BL5S2

Slow dynamics of disordered zigzag chain molecules in layered  $\text{LiVS}_2$  under electron irradiation, N. Katayama, K. Kojima, T. Yamaguchi, S. Hattori, S. Tamura, K. Ohara, S. Kobayashi, K. Sugimoto, Y. Ohta, K. Saitoh, H. Sawa, npj Quantum Materials volume 6, Article number: 16 (2021).

## BL5S2

Tailoring the Lithium-ion Conductivity of Li<sub>2</sub>OHBr by Substitution of Bromine with Other Halogens, M.K. Sugumar, T. Yamamoto, M. Motoyama, Y. Iriyama, Chem. Lett. 50, 448–451 (2021). DOI:10.1246/cl.200778

## BL5S2

Phase relations and thermoelasticity of magnesium silicide at high pressure and temperature, N. A. Gaida, K. Niwa, T. Sasaki, M. Hasegawa, J. Chem. Phys. 154, 144701 (2021). DOI:10.1063/5.0044648

## BL5S2

Novel synthesis of single-crystalline TbCu<sub>7</sub>-type Sm-Fe powder by low-temperature reduction-diffusion process using molten salt, S. Okada, K. Takagi, Journal of Rare Earths, 40 1126-1133 (2022).

DOI: 10.1016/j.jre.2021.05.017

## BL5S2

Phase Evolution of Trirutile Li<sub>0.5</sub>FeF<sub>3</sub> for Lithium-Ion Batteries, Y. Zheng, S. Tawa, J. Hwang, Y. Orikasa, K. Matsumoto, R. Hagiwara, Chem. Mater. 33, 3, 868–880 (2021).

## BL5S2

Structural and transport properties of Ni- and Ti-doped lithium manganese spinels, S. Abe, M. Takagi, S. Iwasaki, F. Munakata, Journal of Solid State Chemistry, Volume 294, February 2021, 121863.

## BL5S2

Investigation of the Difference in Charge/Discharge Resistance for Cathode Materials after Cycle Test Combined with STEM-EELS and XAFS Analysis, Y. Shimonishi, D. Mori, Y. Maeda, S. Taminato, N. Imanishi, S. Yoshida, J. Electrochem. Soc. 168 040533 (2021).

## BL5S2

Structural adsorption mechanism of chloroform in narrow micropores of pitch-based activated carbon fibres, Y. Yoshikawa, K. Teshima, R. Futamura, H. Tanaka, T. Iiyama, K. Kaneko, Carbon, Vol. 171, pp. 681-688 (2021).

## BL5S2

High-Density Frenkel Defects as Origin of N-Type Thermoelectric Performance and Low Thermal Conductivity in Mg<sub>3</sub>Sb<sub>2</sub>-Based Materials, T. Kanno, H. Tamaki, M. Yoshiya, H. Uchiyama, S. Maki, M. Takata, Y. Miyazaki, Advanced Functional Materials, Vol. 31(13) 2008469 (2021).

## BL5S2

Low-Resistance Mechanism of Nanoflake Crystalline Aromatic Dicarboxylates with Selective Defects for Safe and Fast Charging Negative Electrodes, N. Ogihara, M. Hasegawa, H. Kumagai, H. Nozaki, ACS Nano 15, 2, 2719–2729 (2021).

## BL5S2

Synthesis and ion transport properties of RE<sub>3</sub>GaO<sub>6</sub> (RE = rare earth) oxide ion conductors, S. Tajima, J. Lee, A. Suzumura, N. Ohba, Journal of the European Ceramic Society Volume 41, Issue 8, July 2021, Pages 4516-4527.

## BL5S2

Synthesis and Ion-Transport Properties of EuKGe<sub>2</sub>O<sub>6</sub><sup>-</sup>, Ca<sub>3</sub>Fe<sub>2</sub>Ge<sub>3</sub>O<sub>12</sub><sup>-</sup>, and BaCu<sub>2</sub>Ge<sub>2</sub>O<sub>7</sub>-Type Oxide-Ion Conductors, S. Tajima, N. Ohba, A. Suzumura, S. Kajita, Inorg. Chem. 60, 22, 17019–17032 (2021).

## BL5S2

Thermal Behavior of Li<sub>1+x</sub>[Li<sub>1/3</sub>Ti<sub>5/3</sub>]O<sub>4</sub> and a Proof of

Concept for Sustainable Batteries, K. Mukai, T. Uyama, T. Nonaka, ACS Appl. Mater. Interfaces 13, 36, 42791–42802 (2021).

### BL5S2, BL8S1

Room Temperature Operation and High Cycle Stability of an All-Solid-State Lithium Battery Fabricated by Cold Pressing Using Soft Li<sub>2</sub>OHBr Solid Electrolyte, K. Yoshikawa, T. Yamamoto, M. K. Sugumar, M. Motoyama, Y. Iriyama, Energy Fuels 35, 15, 12581–12587 (2021).

### BL5S2, BL8S1

Theoretical and Experimental Studies of KLi<sub>6</sub>TaO<sub>6</sub> as a Li-Ion Solid Electrolyte, N. Suzuki, J. Lee, Y. Masuoka, S. Ohta, T. Kobayashi, R. Asahi, Inorg. Chem. 60, 14, 10371–10379 (2021).

### BL5S2, BL8S1

Highly oxidation-resistant graphene-based porous carbon as a metal catalyst support, S. Wang, Y. Yoshikawa, Z. Wang, H. Tanaka, K. Kaneko, Carbon Trends, Volume 3, April 2021, 100029.

### BL5S2, BL8S1

The subtracting pore effect method for an accurate and reliable surface area determination of porous carbons, S. Wang, F.V-Burgos, A. Furuse, Y. Yoshikawa, H. Tanaka, K. Kaneko, Carbon, Volume 175, 30 April 2021, Pages 77-86.

### BL5S2, BL8S1

Anisotropic Nd-Fe ultrafine particles with stable and metastable phases prepared by induction thermal plasma, Y. Hirayama, M. Shigeta, Z. Liu, N. Yodoshi, A. Hosokawa, K. Takagi, J. Alloys and Compounds, Volume 873, 25 August 2021, 159724.

### BL5S2, BL8S3

Spontaneously formed nanostructures in double perovskite rare-earth tantalates for thermal barrier coatings, T. Ogawa, T. Matsudaira, D. Yokoe, E. Kawai, N. Kawashima, C.A.J. Fisher, Y. Habu, T. Kato, S. Kitaoka, Acta Materialia, Volume 216, 1 September 2021, 117152.

### BL5S2, BL11S2

Promoting Reversible Cathode Reactions in Magnesium Rechargeable Batteries Using Metastable Cubic MgMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Spinel Nanoparticles, H. Kobayashi, K. Samukawa, M. Nakayama, T. Mandai, I. Honma, ACS Appl. Nano Mater. 4, 8, 8328–8333 (2021).

### BL5S2, BL11S2

Quantitative Evaluation of the Activity of Low-Spin Tetravalent Nickel Ion Sites for the Oxygen Evolution Reaction, Y. Ren, T. Horiguchi, T. Uchiyama, Y. Orikasa, T. Watanabe, K. Yamamoto, T. Takami, T. Matsunaga, Y. Nishiki, S. Mitsushima, Y. Uchimoto, ACS Appl. Energy Mater. 4, 10, 10731–10738 (2021).

### BL5S2, BL11S2

The Effect of Cation Mixing in LiNiO<sub>2</sub> toward the Oxygen Evolution Reaction, Y. Ren, R. Yamaguchi, T. Uchiyama, Y. Orikasa, T. Watanabe, K. Yamamoto, T. Matsunaga, Y. Nishiki, S. Mitsushima, Y. Uchimoto, ChemElectroChem, Vol. 8(1) 70-76 (2021).

### BL5S2, BL11S2

Effect of Al substitution on structure and cathode performance of MgMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel for magnesium rechargeable battery, R. Yokozaki, H. Kobayashi, T. Mandai, I. Honma, J. Alloys and Compounds, Vol. 872(15) 159723 (2021).

### BL5S2, BL11S2

Phase Transition Behavior of  $\text{MgMn}_2\text{O}_4$  Spinel Oxide Cathode during Magnesium Ion Insertion, Failure Tuerxun, Saeko Otani, Kentaro Yamamoto, Toshiyuki Matsunaga, Hiroaki Imai, Toshihiko Mandai, Toshiki Watanabe, Tomoki Uchiyama, Kiyoshi Kanamura, and Yoshiharu Uchimoto, *Chem. Mater.* 33, 3, 1006–1012 (2021).

### BL5S2, BL11S2

$\text{CaMn}_7\text{O}_{12}$  Quadruple Perovskite Oxides Proceed by Two-Active-Site Reaction Mechanism for the Oxygen Evolution Reaction, Y. Ren, K. Kashihara, T. Uchiyama, Y. Orikasa, T. Watanabe, K. Yamamoto, T. Takami, T. Matsunaga, Y. Nishiki, S. Mitsushima, Y. Uchimoto, *Chemistry Europe*, Volume8, Issue23, Pages 4605-4611 (2021).

### BL6N1

Eutectic salt mixture-assisted sodium-vapor-induced synthesis of Pt–Ca nanoparticles, and their microstructural and electrocatalytic properties, H. Itahara, N. Takahashi, S. Kosaka, Y. Takatani, M. Inaba, Y. Kamitaka, *Chem. Commun.*, 57, 4279-4282 (2021).

### BL6N1

Design, Identification, and Evolution of a Surface Ruthenium(II/III) Single Site for CO Activation, L. Kang, B. Wang, A. Thetford, K. Wu, M. Danaie, Q. He, E.K. Gibson, L-D. Sun, H. Asakura, C.R.A. Catlow, F.R. Wang, *Angewandte Chemie*, Volume133, Issue3, January 18, 2021, Pages 1232-1239.

### BL6N1

The Role of Carbon Electrodes Pore Size Distribution on the Formation of the Cathode–Electrolyte

Interphase in Lithium–Sulfur Batteries, C. Kensy, D. Leistenschneider, S. Wang, H. Tanaka, S. Dörfler, K. Kaneko, S. Kaskel, *Batteries & Supercaps*, Volume4, Issue4, April 2021, Pages 612-622.

### BL6N1

Distribution and chemical species of phosphorus across density fractions in Andisols of contrasting mineralogy, A. Takamoto, Y. Hashimoto, M. Asano, K. Noguchi, R. Wagai, *Geoderma*, Volume 395, 1 August 2021, 115080.

### BL6N1

Microscale Heterogeneous Distribution and Speciation of Phosphorus in Soils Amended with Mineral Fertilizer and Cattle Manure Compost, N. Yamaguchi, T. Ohkura, A. Hikono, Y. Hashimoto, A. Suda, T. Yamamoto, K. Ando, M. Kasuya, P. Northrup, S-L. Wang, D. Hesterberg, *Minerals* 11(2), 121 (2021). DOI:10.3390/min11020121

### BL6N1

Preparation of Anatase Titanium Dioxide Nanoparticle Powders Submitting Reactive Oxygen Species (ROS) under Dark Conditions, T.M.P. Nguyen, P. Lemaitre, M. Kato, K. Hirota, K. Tsukagoshi, H. Yamada, A. Terabe, H. Mizutani, S. Kanehira, *Materials Sciences and Applications*, 12, 89 (2021). DOI:10.4236/msa.2021.122006

### BL6N1

Fe(III) loaded chitosan-biochar composite fibers for the removal of phosphate from water, K. N. Palansooriya, S. Kim, A. D. Igalavithana, Y. Hashimoto, Y.-E. Choi, R. Mukhopadhyay, B. Sarkar, Y.S. Ok, *Journal of Hazardous Materials*, Volume 415, 5 August 2021, 125464.

### BL6N1

Speciation of phosphorus accumulated in fertilized cropland of Aichi prefecture in Japan with different soil properties by sequential chemical extraction and P K-edge XANES, K. Ando, N. Yamaguchi, Y. Nakamura, M. Kasuya, K. Taki, Soil Science and Plant Nutrition, Volume 67, Issue 2, Pages 150-161 (2021).

### BL6N1

Structural characterization by X-ray analytical techniques of calcium aluminate cement modified with sodium polyphosphate containing cesium chloride, Y. Takahatake, S. Watanabe, K. Irisawa, H. Shiwaku, M. Watanabe, J. Nuclear Materials, Volume 556, 1 December 2021, 153170.

### BL6N1

Investigation of Physical Properties of Disodium Etidronate Tetrahydrate and Application of Phosphorus K-Edge X-Ray Absorption Near-Edge Structure Spectroscopy, N. Ito, T. Hashizuka, M. Ito, H. Suzuki, S. Noguchi, Pharmaceutical Research, Vol. 38, pp. 2147–2155 (2021).

### BL6N1

High Rate Capability from a Graphite Anode through Surface Modification with Lithium Iodide for All-Solid-State Batteries, S. Yang, K. Yamamoto, X. Mei, A. Sakuda, T. Uchiyama, T. Watanabe, T. Takami, A. Hayashi, M. Tatsumisago, Y. Uchimoto, ACS Appl. Energy Mater. 5, 1, 667–673 (2022)..

### BL6N1

Preparation of titania with double band structure derived from a quantum size effect: Drastic increase in the photocatalytic activity, S. Somekawa, H. Watanabe, Y. Ono, Y. Oaki, H. Imai, Materials Letters, Volume 304, 1 December 2021, 130609.

### BL6N1

X-ray Absorption Near-Edge Spectroscopy Analysis of Indomethacin in Crystalline Forms and in Amorphous Solid Dispersions, H. Suzuki, M. Iwata, M. Ito, S. Noguchi, Mol. Pharmaceutics, 18(9) 3475–3483 (2021).

### BL6N1

Preparation of silver-decorated Soluplus® nanoparticles and antibacterial activity towards *S. epidermidis* biofilms as characterized by STEM-CL spectroscopy, C. Takahashi, T. Yamada, S. Yagi, T. Murai, S. Muto, Materials Science and Engineering: C, Volume 121, February 2021, 111718.

### BL6N1

A practical method for determining film thickness using X-ray absorption spectroscopy in total electron yield mode, N. Isomura, K. Ohishi, N. Takahashi and S. Kosaka, J. Synchrotron Rad. 28, 1820-1824 (2021). DOI:10.1107/S1600577521009401

### BL7U

Functional nitrogen science based on plasma processing: quantum devices, photocatalysts and activation of plant defense and immune systems, T. Kaneko, H. Kato, H. Yamada, M. Yamamoto, T. Yoshida, P. Attri, K. Koga, T. Murakami, K. Kuchitsu, S. Ando, Y. Nishikawa, K. Tomita, R. Ono, T. Ito, A.M. Ito, K. Eriguchi, T. Nozaki, T. Tsutsumi, K. Ishikawa, Jpn. J. Appl. Phys. Volume 61, Number SA, SA0805 (2022).

### BL7U

Humin: No longer inactive natural organic matter, D.M. Pham, T. Kasai, M. Yamaura, A. Katayama, Chemosphere, Volume 269, April 2021, 128697.

### BL7U

Electronic Structures of Transition-Metal Pernitrides Studied Using X-ray Absorption and Photoelectron Spectroscopy, K. Soda, D. Kato, M. Komabuchi, T. Terabe, S. Takayama, T. Ibaragi, M. Kato, K. Niwa, M. Hasegawa, S. Takakura, M. Nakatake, J. Phys. Soc. Jpn. 90, 201, 044710 (2021).

### BL7U

Observation of a flat band and bandgap in millimeter-scale twisted bilayer graphene, K. Sato, N. Hayashi, T. Ito, N. Masago, M. Takamura, M. Morimoto, T. Maekawa, D. Lee, K. Qiao, J. Kim, K. Nakagahara, K. Wakabayashi, H. Hibino, W. Norimatsu, Communications Materials volume 2, Article number: 117 (2021) .

### BL7U

Single germanene phase formed by segregation through Al(111) thin films on Ge(111), J. Yuhara, H. Muto, M. Araida, M. Kobayashi, A. Ohta, S. Miyazaki, S. Takakura, M. Nakatake, G.L. Lay, 2D Materials, Volume 8, Number 4, 045039 (2021).

### BL7U

Epitaxial growth of massively parallel germanium nanoribbons by segregation through Ag(110) thin films on Ge(110), J. Yuhara, H. Shimazu, M. Kobayashi, A. Ohta, S. Miyazaki, S. Takakura, M. Nakatake, G.L. Lay, Applied Surface Science, Volume 550, 1 June 2021, 149236.

### BL7U

In-plane strain-free stanene on a Pd<sub>2</sub>Sn(111) surface alloy, J. Yuhara, T. Ogikubo, M. Araida, S.Takakura, M. Nakatake, G.L. Lay, Phys. Rev. Materials 5, 053403 (2021).

### BL8S1

Robust Polarization Stability in a Self-Assembled Ultrathin Organic Ferroelectric Nano Lamellae, P. Viswanath, K.K.H. De Silva, Y. Morikuni, M. Yoshimura, Advanced Electronic Materials (2021). DOI:10.1002/aelm.202001085

### BL8S1

XRD investigation of mechanical properties of cellulose microfibrils in S1 and S3 layers of thermally modified wood under tensile loading, E. Kojima, M. Yamasaki, K. Imaeda, C-G. Lee, T. Sugimoto, Y. Sasaki, Wood Science and Technology volume 55, pages955–969 (2021).

### BL8S1

Exchange-Coupled SmCo<sub>5</sub>/Fe Nanocomposite Magnet Prepared by Low Oxygen Powder Metallurgy Process, K. Park, Y. Hirayama, W. Yamaguchi, M. Kobashi, K. Takagi, IEEE Transactions on Magnetics, 58(2) (2022). DOI:10.1109/TMAG.2021.3080688

### BL8S1

Anisotropic Sm-Co nanopowder prepared by induction thermal plasma, K. Park, Y. Hirayama, M. Shigeta, Z. Liu, M. Kobashi, K. Takagi, Journal of Alloys and Compounds, Volume 882, 15, 160633 (2021).

### BL8S1

Preparation of flake-shaped Fe-based nanocrystalline soft magnetic alloy particles subjected to plastic deformation, Satoshi Motozuka, Hisashi Sato, Hidenori Kuwata, Mitsuo Bito, Yasuo Okazaki, Philosophical Magazine Letters, 101, 399 (2021). DOI:10.1080/09500839.2021.1953713

### BL8S1

Fabrication of L10-FeNi films with island structures by nitrogen insertion and topotactic extraction for improved coercivity, T. Nishio, H. Kura, K. Ito, K. Takanashi, H. Yanagihara, APL Materials 9, 091108 (2021). DOI:10.1063/5.0062692

### BL8S2

Mixed alkali-ion transport and storage in atomic-disordered honeycomb layered Na<sub>x</sub>Ni<sub>2</sub>TeO<sub>6</sub>, T. Masese, Y. Miyazaki, J. Rizell, G.M. Kanyolo, C-Y. Chen, H. Ubukata, K. Kubota, K. Sau, T. Ikeshoji, Z-D. Huang, K. Yoshii, T. Takahashi, M. Ito, H. Senoh, J. Hwang, A. Alshehabi, K. Matsumoto, T. Matsunaga, K. Fujii, M. Yashima, M. Shikano, C. Tassel, H. Kageyama, Y. Uchimoto, R. Hagiwara, T. Saito, Nature Communications volume 12, Article number: 4660 (2021).

### BL8S2

Non-Destructive Imaging on Synthesised Nanoparticles, K. Elphick ,A. Yamaguchi, A. Otsuki, N.L. Hayagan, A. Hirohata, Materials 14(3), 613 (2021). DOI:10.3390/ma14030613

### BL8S2

Design of automatic detection algorithm for dislocation contrasts in birefringence images of SiC wafers, A. Kawata, K. Murayama, S. Sumitani, S. Harada, Jpn. J. Appl. Phys., 60, SBBD06 (2021).

### BL8S2

Evaluation of Porosity in Gas-Atomized Powder by Synchrotron X-ray CT and Investigation of the Effect of Gas Species, N. Yodoshi, T. Endo, N. Masahashi, Materials Transactions, 62(10), 1549 (2021). DOI:10.2320/matertrans.MT-Y2021001

### BL8S2

Immobilization of partial dislocations bounding double Shockley stacking faults in 4H-SiC observed by in situ synchrotron X-ray topography, F. Fujie, S. Harada, H. Suo, B Raghorthamachar, M. Dudley, K. Hanada, H. Koizumi, T. Kato, M. Tagawa, T. Ujihara, Materialia, Volume 20, December 2021, 101246.

### BL8S2

Synchrotron X-ray topographic image contrast variation of screw-type basal plane dislocations located at different depths below the crystal surface in 4H-SiC, F. Fujie, H. Peng, T. Ailihumaer, B. Raghorthamachar, M. Dudley, S. Harada, M. Tagawa, T. Ujihara, Acta Materialia, Vol. 208(15) 116746 (2021).

### BL8S2

X-ray radiolysis-induced-photochemical reaction at interface between liquid and substrate, S. Saegusa, N. Akamatsu, I. Sakurai, I. Okada, Y. Utsumi, A. Yamaguchi, 2021 International Conference on Electronics Packaging (ICEP), 63 (2021). DOI:10.23919/ICEP51988.2021.9451970

### BL8S2

Detection and classification of dislocations in GaN by optical microscope using birefringence, A. Tanaka, S. Harada, K. Hanada, Y. Honda, T. Ujihara, H. Amano, Proceedings Vol. 11706, Light-Emitting Devices, Materials, and Applications XXV; 117060Y, 2021. DOI:10.11117/12.2577164

### BL8S3

Cold Crystallization and the Molecular Structure of Imidazolium-Based Ionic Liquid Crystals with a p-Nitroazobenzene Moiety, K. Ishino, H. Shingai, Y. Hikita, I. Yoshikawa, H. Houjou, K. Iwase, ACS

### BL8S3

国内放射光施設横断X線小角散乱ラウンドロビン実験, 杉山信之, 山元博子, 加藤裕和, 大坂恵一, 佐藤眞直, 杉本泰伸, SPring-8/SACLA利用研究成果集/9巻4号, p. 211-218 (2021).

### BL8S3

Antithrombogenic poly(2-methoxyethyl acrylate) elastomer via triblock copolymerization with poly(methyl methacrylate), N. Kurokawa, F. Endo, K. Bito, T. Maeda, A. Hotta, Polymer Volume 228, 16 July 2021, 123876.

### BL8S3

Formation of Highly Active Ziegler–Natta Catalysts Clarified by a Multifaceted Characterization Approach, A. Piovano, T. Wada, A. Amodio, G. Takasao, T. Ikeda, D. Zhu, M. Terano, P. Chammingskwan, E. Groppo, T. Taniike, ACS Catal. 11, 22, 13782–13796 (2021).

### BL8S3

Insights into the Formation Pathway of Templatized Ordered Nanostructured Carbonaceous Particles under Hydrothermal Conditions, Shiori Kubo, Langmuir, 37, 36, 10866–10874 (2021).

### BL8S3

Tunable and ordered porous carbons with folding-like nanoscale framework via interdigitation and twisting, S. Kubo, Mater. Adv., 2, 4029-4040 (2021).

### BL8S3

Importance of interfacial mixed layer to determine the middle block Tg in lamellar structures of uncross-linked and cross-linked hard-b-soft-b-hard triblock copolymers, I. Kawarazaki, M. Hayashi, Polymer,

### BL8S3

Al-1%Mn 合金の熱間加工で形成する析出物とその分散状態, 田中 宏樹, 佐々木 勝寛, 立山 真司, 軽金属, 71巻12号 p. 549-554 (2021).

### BL8S3

In Situ Small-Angle X-ray Scattering Studies on the Growth Mechanism of Anisotropic Platinum Nanoparticles, W. Yoshimune, A. Kuwaki, T. Kusano, T. Matsunaga, H. Nakamura, ACS Omega 6, 16, 10866–10874 (2021).

### BL8S3

Transparent thermoplastic composite from a refractive index-adjustable polymer blend, T. Hirai, K. Yagi, K. Nakai, K. Okamoto, T. Matsunaga, H. Okamoto, Composites Part B: Engineering, 225(15), 109258 (2021).

### BL11S2

Chromium Oxides as Structural Modulators of Rhodium Dispersion on Ceria to Generate Active Sites for NO Reduction, S. Ikemoto, S. Muratsugu, T. Koitaya, M. Tada, ACS Catal. 12, 1, 431–441 (2022).

### BL11S2

Three-way catalytic properties and microstructures of metallic glass driven composite catalysts, M. Hattori, N. Katsuragawa, S. Yamaura, M. Ozawa, Catalysis Today, Volume 375(1), 273 (2021).

### BL11S2

Quadruple perovskite oxides CaMn<sub>7</sub>O<sub>12</sub> proceed by two active-site reaction mechanism for oxygen evolution reaction, Yadan Ren, Kodai Kashihara, Tomoki Uchiyama, Yuki Oriksa, Toshiki Watanabe, Kentaro Yamamoto, Tsuyoshi Takami, Toshiyuki

Matsunaga, Yoshinori Nishiki, Shigenori  
Mitsushima, Yoshiharu Uchimoto, Chem. Electro.  
Chem., 8(23), 4605 (2021).  
DOI:10.1002/celc.202101228

#### BL11S2

Influence of Nd<sup>3+</sup> modifying on 80TeO<sub>2</sub>-xZnO-(20-x)Na<sub>2</sub>O ternary glass system, J.de Clermont-Gallerande, D. Taniguchi, M. Colas, P. Thomas, T. Hayakawa, APL Materials 9, 111111 (2021).  
DOI:10.1063/5.0061880

#### BL11S2

Soluble porous carbon cage-encapsulated highly active metal nanoparticle catalysts, H. Liu, L. Chen, C-C. Hou, Y-S. Wei, Q. Xu, J. Mater. Chem. A, 9, 13670-13677 (2021).

#### BL11S2

Ultrahigh-Pressure Preparation and Catalytic Activity of MOF-Derived Cu Nanoparticles, I. Yamane, K. Sato, R. Otomo, T. Yanase, A. Miura, T. Nagahama, Y. Kamiya, T. Shimada, Nanomaterials 11(4), 1040 (2021). DOI:10.3390/nano11041040

#### BL11S2

Reductive solvothermal synthesis of MgMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel nanoparticles for Mg-ion battery cathodes, R. Yokozaki, H. Kobayashi, I. Honma, Ceramics International, 47(7), Part B, 10236 (2021).

#### BL11S2

Relationship between photoluminescence intensity, Mn ion oxidation, and crystal structure of new phosphors Li-M-Ti-O:Mn<sup>4+</sup> (M = Nb or Ta), H. Nakano, S. Ando, Materials Research Bulletin, Volume 143, November 111445 (2021).

#### BL11S2

Applications of Smart Material of Li<sub>2</sub>O-(Nb/Ta)<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-TiO<sub>2</sub> Solid Solution Having a Unique Periodical Structure, H. Nakano, Materials Science Forum, vol. 1016, 1009-1013 (2021).

DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.1016.1009

#### BL11S2

Heterogeneously Ni-Pd nanoparticle-catalyzed base-free formal C-S bond metathesis of thiols, K. Mitamura, T. Yatabe, K. Yamamoto, T. Yabe, K. Suzuki, K. Yamaguchi, Chem. Commun., 57, 3749-3752 (2021). DOI: 10.1039/D1CC00995H

#### BL11S2

Crystal melting and vitrification behaviors of a three-dimensional nitrile-based metal-organic framework, C. Das, S. Horike, Faraday Discuss., 225, 403-413 (2021). DOI: 10.1039/D0FD00003E

#### BL11S2

蛍光 XAFS による瀬戸染付の成分分析, 太田公典, ぶんせき, 8, 387 (2021).

### 総論・解説

ホール効果による電気的特性評価—第2回—、竹田美和、Crystal Letters, 76, 3-9 (2021).

コロナ禍における共用施設の運営、竹田美和、Crystal Letters, 76, 56-58 (2021).

ホール効果による電気的特性評価—第3回—、竹田美和、Crystal Letters, 77, 3-9 (2021).

ホール効果による電気的特性評価—第4回—、竹田美和、Crystal Letters, 78, 3-7 (2021).

あいちシンクロトロン光センター～新星の誕生～、  
竹田美和、科学技術交流ニュース 26(3), 4-5 (2021).

あいちシンクロトロン光センター～新星の成長～、  
竹田美和、科学技術交流ニュース、27(1), 6-8  
(2021),

あいちシンクロトロン光センター～新星の出会い～、  
竹田美和、科学技術交流ニュース、27(2), 12-15  
(2021).

その他

Crystallization of amorphous indium-based oxide films, J. Jia, S. Iwasaki, S. Yamamoto, S. Nakamura, E. Magome, T. Okajima, Y. Shigesato, ACS Applied Materials and Interfaces, 13, 31825-31834 (2021).  
DOI:10.1021/acsami.1c05706

その他

Extracting Local Symmetry of Mono-Atomic Systems from Extended X-ray Absorption Fine Structure Using Deep Neural Networks, F. Iesari, H. Setoyama, T. Okajima, Symmetry, 13(6), 1070 (2021).  
DOI:10.3390/sym13061070

## (2) 外部発表 (2021 年 4 月～2022 年 3 月)

### ① 国際会議

Analysis of liquid metals EXAFS data using deep neural networks, F. Iesari, H. Setoyama, T. Okajima, International Conference on X-ray Absorption Fine Structure 2021(XAFS2021 virtual), July 11 - 13, 2021, Sydney, Australia

Full-potential multiple scattering calculations in EXAFS regime, Y. Tamura, K. Yoshikawa, F. Iesari, T. Okajima, K. Hatada, International Conference on

X-ray Absorption Fine Structure 2021(XAFS2021 virtual), July 11 - 13, 2021, Sydney, Australia

Extracting local symmetry of liquid metals from extended x-ray absorption fine structure using deep neural networks, F. Iesari, H. Setoyama, T. Okajima, 25th Congress of the International Union of Cystography, August 14-22, 2021, Prague, Czech Republic + on-line

Reverse Monte Carlo of EXAFS data for materials characterization (invited), F. Iesari, T. Okajima, A. Di Cicco, Materials Research Meeting 2021, December 13-17, 2021, Yokohama, Japan

### ③ 学会・シンポジウム講演

固体電解質  $\text{Li}_x\text{La}_{(1-x)/3}\text{NbO}_3$  バルク単結晶の角度分解光電子分光, 山元凌、仲武昌史、高倉将一、山田真一郎、田中清尚、藤原靖幸、森分博紀、入山恭寿、伊藤孝寛、日本物理学会 2021 年秋季大会, オンライン開催, 2021 年 9 月 20-23 日

カーボン層被覆した窒化ホウ素ナノチューブにおける化学結合状態の解析, 加藤雅清、井上泰輝、Chiew Yi Ling, 末永和知、仲武昌史、高倉将一、渡辺義夫、小林慶裕、第 69 回応用物理学会春季学術講演会、青山学院大学相模原キャンパス & オンライン、2022 年 3 月 22-26 日

薄膜フォトカソード用グラフェン膜基盤の加熱洗浄効果の評価、後藤啓太、郭磊、山口尚登、仲武昌史、高倉将一、山本将博、高嶋圭史、第 35 回日本放射光学会年会、オンライン開催、2022 年 1 月 7-9 日

半導体フォトカソード分析用真空輸送装置の開発、塩原慧介、郭磊、仲武昌史、高倉将一、真野篤志、高嶋圭史、オンライン開催、日本物理学会第 77

回年次大会、2022年03月15-19日

TPP[FePc(CN)<sub>2</sub>]<sub>2</sub> の角度分解光電子分光、保科拓海、仲武昌史、高倉将一、出田真一郎、田中清尚、Thierry Ouisse、伊藤孝寛、オンライン開催、日本物理学会第77回年次大会、2022年3月15-19日

Hex-Au(001)基板上グラフェンのスピニン分解角度分解光電子分光、松永和也、林直輝、仲武昌史、出田真一郎、田中清尚、田中慎一郎、乗松航、保田諭、浅岡秀人、寺澤知潮、伊藤孝寛、オンライン開催、日本物理学会第77回年次大会、2022年3月15-19日

反強磁性 i-MAX 相化合物(Mo2/3Dy1/3)2ALC の3次元角度分解光電子分光、杉本卓史、古田貫志、Damir Pinek、仲武昌史、出田真一郎、田中清尚、Thierry Quisse、伊藤孝寛、オンライン開催、日本物理学会第77回年次大会、2022年3月15-19日

硬X線 XAFS ビームラインにおける支援内容について、須田耕平、加藤弘泰、福永正則、田渕雅夫、渡辺義夫、國枝秀世、第1回東海国立大学機構技術発表会、P1、オンライン開催、2022年3月7日

二酸化炭素還元反応場における銀担持酸化ガリウム光触媒の状態分析、山本宗昭、北嶋乃樹、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57回X線分析討論会、O2-3、オンライン開催、2021年11月6日

XAFS の電子収量法と転換電子収量法における分析深さについて、陰地宏、2021年度実用表面分析講演会 (Symposium on Practical Surface Analysis 2021 (PSA-21))、2021年11月18日～19日、オンライン会議、口頭発表  
<http://www.sasj.jp/PSA/PSA21/program.html>

Analysis of mono-atomic EXAFS data using deep

neural networks, Iesari Fabio,瀬戸山寛之、岡島敏浩、第24回XAFS討論会、2021年9月1日～3日、オンライン開催

広域X線吸収微細構造のスペースモデリングによるイットリウム酸水素化物薄膜の近接構造の決定、熊添博之、五十嵐康彦、Iesari Fabio、清水亮太、小松遊矢、一杉太郎、松村大樹、齋藤寛之、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2021秋季大会、2021年9月20日～23日、オンライン開催

イットリウム酸水素化物薄膜で計測された広域X線吸収微細構造のスペースモデリング、熊添博之、五十嵐康彦、Fabio Iesari、清水亮太、小松遊矢、一杉太郎、松村大樹、齋藤寛之、岩満一功、岡島敏浩、妹尾与志木、岡田真人、赤井一郎、第6回計測インフォマティクス研究会、2021年11月26日、オンライン開催

空気曝露された Li<sub>5</sub>La<sub>3</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>12</sub>において蛍光収量法で計測された軟X線吸収端近傍構造のベイズ分光、田村祐樹、藤木淑慎、小川宇宙、山上遼、山崎大雅、岩満一功、熊添博之、岡島敏浩、赤井一郎、第32回光物性研究会、2021年12月10日～11日、オンライン開催

空気曝露された Li<sub>5</sub>La<sub>3</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>12</sub>において全電子収量法で計測された軟X線吸収端近傍構造のベイズ分光、藤木淑慎、田村祐樹、小川宇宙、山上遼、山崎大雅、岩満一功、熊添博之、岡島敏浩、赤井一郎、第32回光物性研究会、2021年12月10日～11日、オンライン開催

L1正則化による多重散乱効果を考慮した Cu<sub>2</sub>O 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32回光物性研究会、2021年12月10日～11日、オンライン開催

広域X線吸収微細構造のスペースモデリングを用

いたイットリウム酸水素化物薄膜の近距離構造解析, 熊添博之, 五十嵐康彦, Iesari Fabio, 清水亮太, 小松遊矢, 一杉太郎, 松村大樹, 斎藤寛之, 岩満一功, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, 赤井一郎, 第 35 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 2022 年 1 月 7 日～9 日, 東京大学本郷キャンパスオンライン開催

CREST 「情報計測」(1)「ベイズ統計スペクトル分解」(招待講演), 赤井一郎, 岡島敏浩, 水牧仁一朗, 青西亨, 山崎裕一, 2021 年度・第 5 回元素戦略シンポジウム, 2022 年 2 月 4 日, オンライン開催

EXAFS の Bayesian sparse modeling (招待講演), 赤井一郎, 熊添博之, 五十嵐康彦, Fabio Iesari, 清水亮太, 小松遊矢, 一杉太郎, 松村大樹, 斎藤寛之, 岩満一功, 岡島敏浩, 妹尾与志木, 岡田真人, SPRUC X 線スペクトルスコピー利用研究会, 2022 年 3 月 11 日, オンライン開催

ベイズ分光法を用いた  $\text{Li}_5\text{La}_3\text{Ta}_2\text{O}_{12}$  の軟 X 線吸収端近傍構造の仮想計測解析, 小川宇宙, 山上遼, 岩満一功, 熊添博之, 岡島敏浩, 赤井一郎, 日本物理学会第 77 回年次大会, 2022 年 3 月 15 日～19 日, オンライン開催

空気曝露前の  $\text{Li}_5\text{La}_3\text{Ta}_2\text{O}_{12}$  の軟 X 線吸収端近傍構造のベイズ分光, 山上遼, 小川宇宙, 岩満一功, 熊添博之, 岡島敏浩, 赤井一郎, 日本物理学会第 77 回年次大会, 2022 年 3 月 15 日～19 日, オンライン開催

XANES スペクトルのベイズ的スペクトル分解, 柏村周平, 片上舜, 岩満一功, 熊添博之, 永田賢二, 岡島敏浩, 赤井一郎, 岡田真人, 日本物理学会第 77 回年次大会, 2022 年 3 月 15 日～19 日, オンライン開催

X 線吸収微細構造 (EXAFS) データに対するスペースモデリングによる物理情報抽出, 五十嵐康彦, 熊添博之, Iesari Fabio, 岩満一功, 岡島敏浩, 妹尾与志木,

赤井一郎, 岡田真人, 応用物理学会春季学術講演会, 2022 年 3 月 22 日～26 日, 青山学院大相模原キャンパスオンライン開催

EXAFS のスペースモデリング, 赤井一郎, 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, 日本化学会第 102 春季大会 (2022 年 3 月 23 日～26 日、オンライン開催), シンポジウム「化学者のための放射光ことはじめ—XAFS の基礎と先端応用」2022 年 3 月 25 日

### ③ プレスリリース等

2021 年 6 月 3 日 中日新聞

「この人」あいちシンクロトロン光センター所長就任インタビュー, 國枝秀世

2021 年 9 月 7 日

あいちシンクロトロン光センターHP

「下記論文が 2021 年 7・8 月 Electrochemistry 誌ダウンロード数 3 位となり電気化学会より Certificate を頂きました」リチウムイオン電池正極材料  $\text{Li}(\text{Ni}_{1/3}\text{Co}_{1/3}\text{Mn}_{1/3})\text{O}_2$  の劣化解析, 永見 哲夫, 野本 豊和, 杉山 陽栄, 立木 翔治, 坂本 廉, 太田 俊明, Electrochemistry, 89(4) pp 363-369 (2021).

2021 年 12 月 19 日

坂田・早川メダル受賞 第 18 回記念レクチャーナゴヤ市科学館, 「スペース天文学 X 線観測の歩みと学んだこと」, 國枝 秀世, <https://www.phys.nagoya-u.ac.jp/SakataHayakawa18/index.html>

### 3.3 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)	250千円 ※1	75千円 ※1	325千円 ※1	
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	田代 孝二 (研究代表者)	3,250千円 ※2	975千円 ※2	4,225千円 ※2	
基盤研究 (C)	AI 制御で作製されたシルクナノファイバー 3D 構造体による iPS 細胞培養	田代 孝二 (研究分担者)	100千円 ※1	30千円 ※1	130千円 ※1	研究代表者： 福井大学・ 山下 義裕教授
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)	340千円 ※2	102千円 ※2	442千円 ※2	研究分担者： 名古屋大学・ 田渕雅夫教授 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	塙田 千恵 (研究代表者)	400千円	120千円	520千円	
基盤研究 (A) (一般)	ナノ電子プローブ実・逆空間走査による統合データ駆動型材料物性解析	岡島 敏浩 (研究分担者)	2,000千円 ※1	600千円 ※1	2,600千円 ※1	研究代表者： 名古屋大学・ 武藤 俊介教授

※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	研究課題	研究者	委託契約額	備考
戦略的創造研究推進事業 (CREST)	データ稼動科学による高次元X線吸収計測の革新	岡島 敏浩 (主たる共同研究者)	12,480,000円	委託元：国立研究開発法人科学技術推進機構

## 4. 施設運営の記録



## 4 施設運営の記録

### 4.1 光源の状況

2021 年度における加速器の総運転時間は 1,979 時間であり、放射光ユーザーの利用時間は 1,235 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 39 時間であり、稼働率は約 97.0% であった。

図 1 に、2021 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 日毎に示す。AichiSR では、毎年 4 月に 1 ヶ月ほどの加速器メンテナンス期間があり、5 月の連休明けからユーザー利用が行われている。そのほか、10 月下旬にメンテナンス期間として 1 週間、年末年始には休日および調整運転のため 2 週間ほどユーザー利用運転を休止している。

2021 年 7 月 5 日に、500 MHz クライストロンから蓄積リングへの RF 伝送路途にある RF サーキュレータで冷却水が漏水する重故障が発生し、週末まで運転停止を余儀なくされた。サーキュレータを取り外し、メーカーにて分解調査を行ったところ、サーキュレータ内部を冷却する銅ブロックに埋め込まれた冷却水路のハンダ接合部にピンホールが発生し、ここから漏水していたことがわかった。このため、穴埋め補修を行い、その後現在まで正常に稼働している。2022 年度に、再発防止と予備の保有を目的として、冷却水路の工法を見直した改良型の RF サーキュレータを新造する。

また、10 月のメンテナンス中調整運転時には、超伝導偏向電磁石電源電流を監視する 225 A の DC ブレーカーに故障が見つかった。同型番品の流通が止まっていたため、急きょプラケットを介して同定格ブレーカーに交換した。メンテナンス期間中であったため、ユーザー運転への影響はなかった。

2018 年度より進めている、光源加速器の真空維持および向上を目的としたイオンポンプ系の更新作業を、2021 年度も継続して行った。AichiSR は 2022 年でファーストライトから 10 年目を迎えるが、長期シャットダウンとともに大きなトラブルは今まで発生していない。一方、サーキュレータ漏水といった老朽化による故障が目立ちはじめており、また折しも半導体部品の世界的な供給不足が光源加速器の保守計画や更新作業へ影響を与えつつある。これら諸問題に柔軟に対応しながら、今後も安定したユーザー利用運転の継続を目指す。

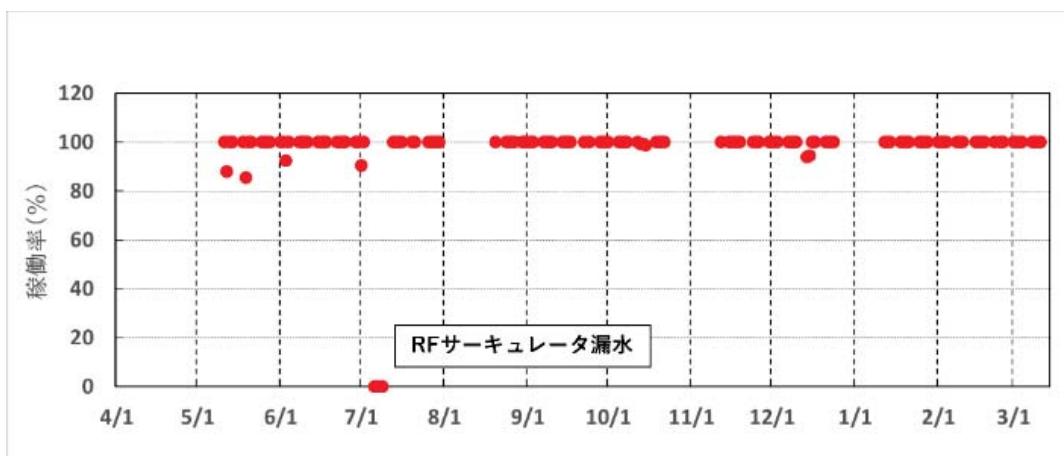


図 1 2021 年度の稼働率

## 4.2 ビームラインの状況

### (1) 財団ビームライン

#### BL1N2（軟 X 線 XAFS・光電子分光 II）

##### ① 運転状況

2021 年度は、全ての利用において XAFS 測定で使われ、全電子収量法と部分蛍光収量法の同時測定および部分蛍光収量法のための XRF 測定、並びに、エネルギー補正值を測定するための金の内殻準位の XPS が行われた。2021 年度よりオージェ電子収量法も供用を開始したが、アンジュレータ光源ではないため光量が少なく測定時間が長大なため、利用は 2 件しかなかった。

多くの利用で複数元素が分析された。分析対象元素は、酸素、炭素、アルミニウム、窒素の順に多く、この 4 元素で半数を超えた。酸素・炭素が多いのは、どの材料系でも分析されるからである。分析される試料は、有機化学材料と電池材料が同率首位で 21%、金属材料 13% の順に多かった（図 2）。

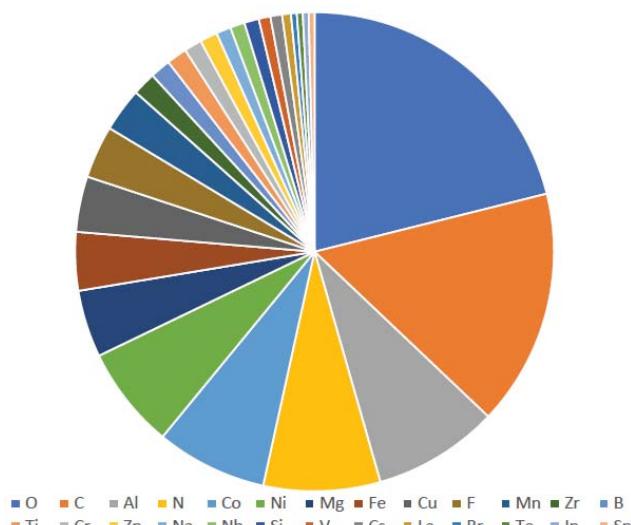


図 2 BL1N2 における 2021 年度の利用元素内訳

##### ② 改善状況

#### Excel VBA を用いた簡易 XAFS スペクトル表示プログラムの開発

測定した XAFS スペクトルを表示する際には、硬 X 線 XAFS ではフリーソフトウェアの Athena、軟 X 線 XAFS では市販のグラフ表示ソフトウェアもしくは Athena が主に使用されている。しかし、近年の企業におけるセキュリティー意識の

高まりから、フリーソフトウェアの禁止や、市販のソフトウェアでも審査が必要となり、測定データを持ち帰った後の迅速なデータ解析の障害となる事例が見られる。そのため、BL1N2 の測定データ専用の、Excel VBA を用いた簡易 XAFS スペクトル表示プログラムを開発した。このプログラムは Excel 上で使用でき、GUI を備え、スペクトルのノーマライズ、表示範囲指定、複数スペクトル表示等が可能である（図 3）。企業所属のユーザーにも安心して使用できるプログラムとなっている。また、専用ソフトウェアの習熟も不要である。現在は BL1N2 を利用したユーザーに、無償で配布している。

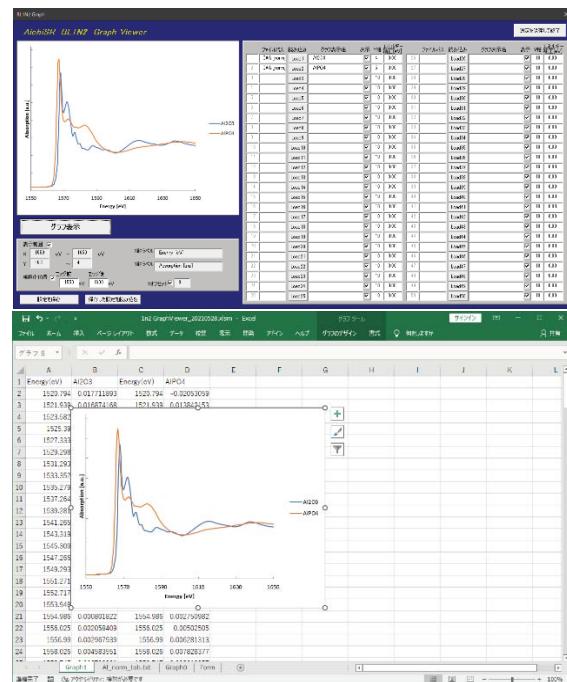


図 3 簡易 XAFS スペクトル表示プログラム

## 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 4 に 2021 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 4 割弱、蛍光法が 6 割弱利用されており、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、V、Mn、Fe、Co、Ni、Cu の 3d遷移金

属、触媒によく用いられる Pt、環境分析の対象となりやすい As が多い結果となった。また測定内容としては、単純な透過法や蛍光法だけでなく、ガスや温度、電気化学的な反応をさせながらの In-situ 測定やマイクロキャビ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。

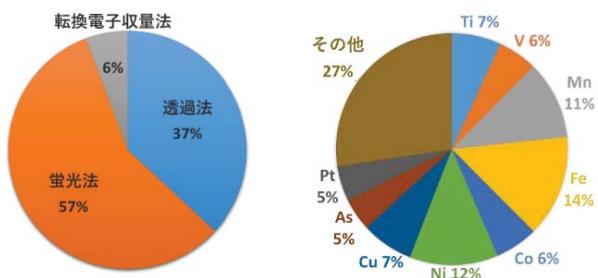


図 2 BL5S1において 2021 年度に利用された(左)測定手法割合、(右)測定元素割合

## ② 改善状況

### SDD 遠隔移動システムの導入

BL5S1 では蛍光法で使用する SDD を自動ステージ上に設置し、測定ソフトウェアである XafsM2 上で遠隔制御することが可能となった。従来は SDD のカウント調整を行うために、ハッチの入退室を繰り返すことで SDD と試料間の距離調整を行っていたが、遠隔制御システムの導入によって XafsM2 上でリアルタイムでのカウント調整が可能となり、大幅な調整時間の短縮を達成した(図 5,6)。

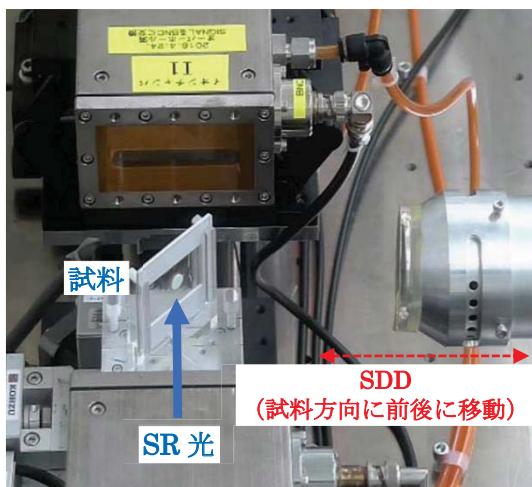


図 3 SDD を遠隔で移動させている様子 (ライブカメラ像)

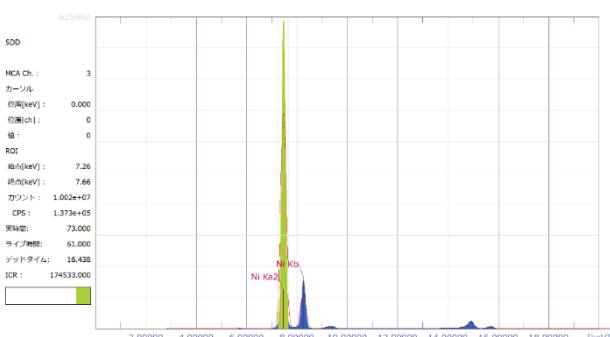


図 4 XafsM2 上の蛍光 X 線スペクトル

## 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、測定代行の割合が例年より多く、約 4 分の 1 を占め、全 BL の中で一番多い結果となった(図 7(左))。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。

測定手法では室温測定が半分以上を占め、次いで高温測定、低温測定の順であった(図 7(右))。その他、ガス in situ 測定や PDF 解析といった特殊な測定手法も年々増加の傾向にある。

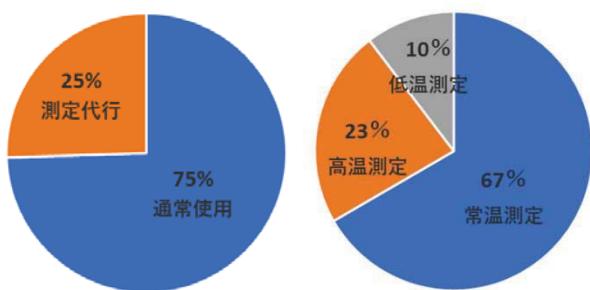


図 5 BL5S2 において 2021 年度に利用された(左)利用状況割合、(右)測定手法割合

## ② 改善状況

### 利用効率の向上

BL5S2 では昨年度導入した高速化サンプルチェンジャーの利用を開始した。位置調整プログラムも改良することで、測定以外に要する時間、

試料交換や位置調整の時間を従来の半分程度まで短縮することができた(図8,9,10)。

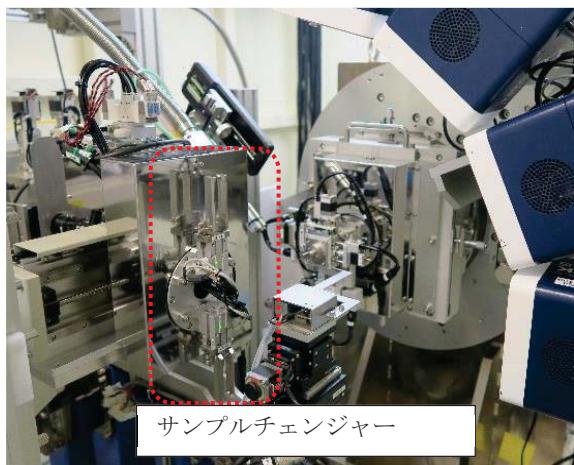


図6 高速化サンプルチェンジャー

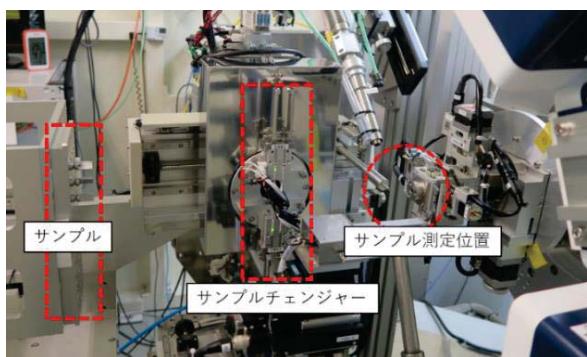


図7 高速化したサンプルチェンジャー

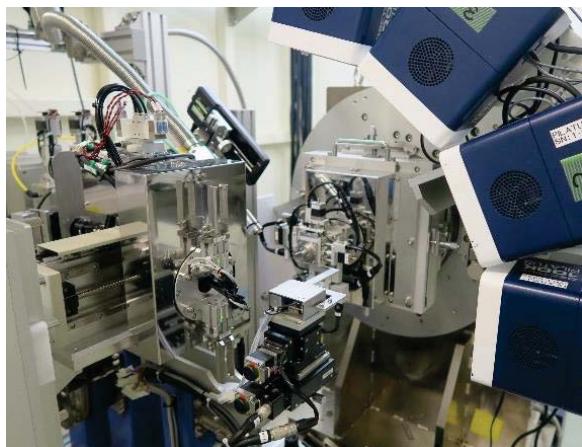


図8 高速化したサンプルチェンジャー

測定に関して BL5S2 で最近多く利用される測定の一つに PDF 解析がある。この測定法は非晶質系では短距離構造の解析、結晶質系では局所構造の乱れ解析に応用される方法である。解析になじみの無いユーザーにも利用しやすいよう今年度 PDF 解析ソフトを購入した。

PDF 解析で高い空間分解能で短範囲構造を正確に理解するためには、広角度領域まで測定することが望ましい。一時  $2\theta$  回折計の不調により、その範囲は限られていたが、 $2\theta$  回折計の更新を行い、現在  $132^\circ$  ( $Q$  値 : 18.5)までの測定が可能となっている。

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り替えが、装置を追加することで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。

#### BL6N1 (軟X線 XAFS・光電子分光 I)

##### ① 運転状況

2021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11に示す。分析方法では昨年度と同様にXAFSが9割近くを占めたが、今年度は真空チャンバーを使用したXAFSが昨年度の9%から21%に、測定試料分類では電池材料が昨年度の7%から32%に、それぞれ大幅に増加した。2021年度に真空チャンバーにシリコンドリフト検出器が導入され、以前より電池材料ユーザーなどから要望のあった真空中での部分蛍光収量XAFSが可能となったことが、この一因と考えられる。測定元素の割合は、S K (34%), P K (28%), Si K (15%), Ag L<sub>3</sub>(7%), Cl K(4%), K K (2%), その他の元素(9%)であった。

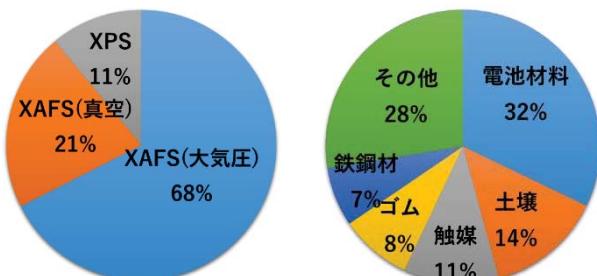


図9 BL6N1において2021年度に利用された(左)分析方法割合、(右)測定試料分類割合

## ② 改善状況

### 真空チャンバーへの SDD 導入と大気圧チャンバーマニピュレータの自動化

2021年度に実施した主な改善点は次の2点である。一つ目は、真空チャンバーに1素子シリコンドリフト検出器（テクノAP製XSDD50-01Be）を導入し、これまで真空チャンバーでは未対応であった部分蛍光収量法XAFS測定に対応した。これにより同チャンバーで、全電子収量、部分蛍光収量法及びオージェ電子収量法の三つの方式によるXAFS測定が可能となった。

二つ目は、これまで手動式であった大気圧チャンバーの試料マニピュレータとSDDステージを自動化し、試料とSDDの位置をPCから調整可能とした。サンプルプレートは下部導入口からトランスマーケットで引き上げ、マニピュレータに接続し、試料電流計測用の電気的接続もこの時行われる。この機構により、これまで未対応であった大気圧用トランスマーケットベッセル利用時の転換電子収量XAFS測定が可能となった（図12）。

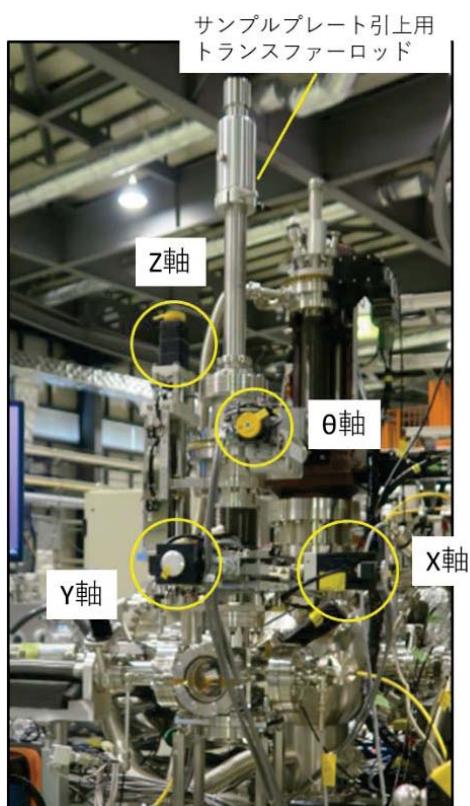


図 10 自動化した試料マニピュレータ

## BL7U（真空紫外分光）

### ① 運転状況

BL7Uはエンドステーション観測装置の更新を行ったため、2021年10月下旬からのユーザー利用開始となった。測定手法としては軟X線吸収分光（XAS）と光電子分光（PES）が行われており、4分の1はこれらを併用した実験となっている。PESでは内殻光電子分光と価電子帯角度分解光電子分光がほとんどであり、僅かであるが光電子回折や仕事関数の測定も行われた（図13）。

測定元素としては、C, O, N, Siなどの軽元素が中心となっている。測定対象としては炭素系材料や電池系材料が多い。BL7Uでは学術利用が7割を占めており、グラフェンや関連物質も多く測定された。近年、民間企業の利用でも角度分解光電子分光を利用した基礎的研究もおこなわれるようになってきた（図14）。

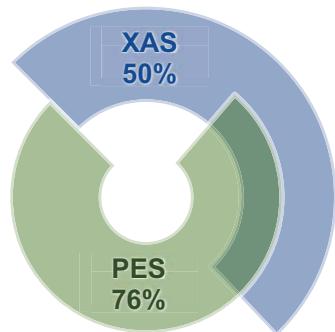


図 11 全利用シフト数に対する測定手法の割合。  
4分の1がXASとXPSの併用となっている。

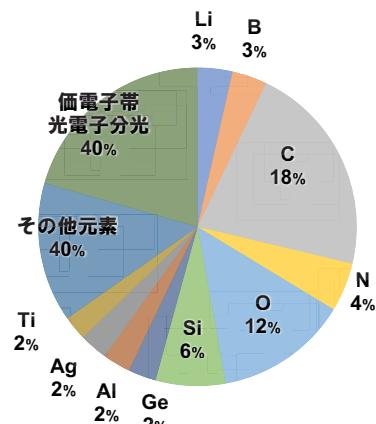


図 12 BL7Uにおいて2021年度に利用された測定対象元素の割合。価電子帯の測定はほとんど角度分解光電子分光である。

## ② 改善状況

### エンドステーション観測装置の更新

BL7U では、光電子分光・吸収分光測定装置が設置されているが、経年劣化による動作不良の解消とより高度な測定を可能にするため観測装置の更新を行った。新しい装置では試料位置を制御するマニピュレータをこれまで 4 軸制御であったものを 6 軸（上下・前後・左右・極角・仰角・面内角）化し、測定配置の自由度が大きく向上した（図 15）。これにより、例えばこれまで入射光エネルギーを高くしないと測定できなかったグラファイトの K 点付近の角度分解光電子分光が分解能の高い低エネルギー側でも観測可能になり、また、試料を取り出すことなく方位を変更できるようになった。

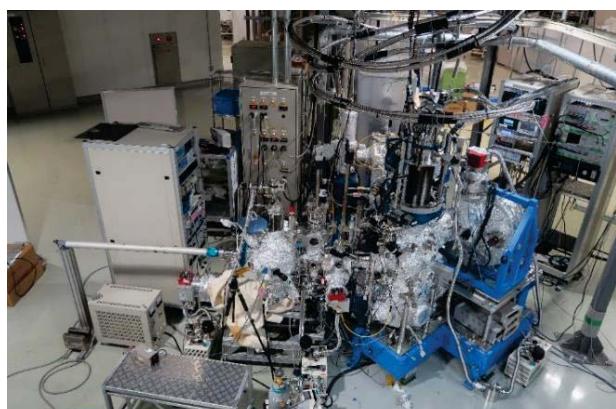


図 13 (上)試料マニピュレータの試料ステージ、(下)更新したエンドステーション観測装置の全景。試料ステージは 2 段あり、上段 4 軸、下段 6 軸駆動

### 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供用可能であった。図 16 は 2021 年度の利用における使用エネルギー及び使用検出器の割合を示したものである。利用エネルギーは 9.15keV と 14.37keV の利用が全体の 96% を占めており、残りは 22.7keV である。試料含有元素に起因する蛍光 X 線を低減する目的でエネルギーが選ばれるケースが多いが、22.7keV については透過配置での測定や高 Q-range までの測定を目的として選択されている。検出器は前年度に引き続きシンチレーションカウンタよりも PILATUS-100K 検出器が多く利用されている。測定手法では  $\theta / 2\theta$ 、入射角固定  $2\theta$  に加え、In-Plane 回折、残留応力、反射率、極点図も利用された。また、上記手法にマッピング、加熱実験を組み合わせた利用もあった。

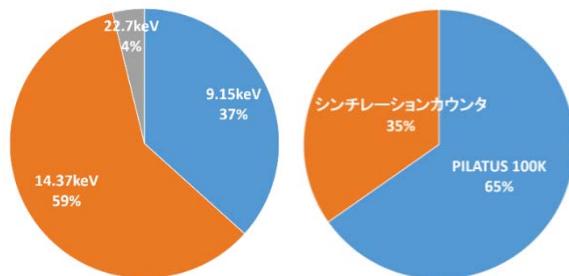


図 14 BL8S1 において 2021 年度に利用された (左) 使用エネルギー、(右) 使用検出器

## ② 改善状況

### 3 連分光結晶の導入

BL8S1 では、結晶を切り替えることでエネルギーの変更を行っている。3 連分光結晶（図 17）が BL8S1 に導入されたことにより、分光器チャンバーを開放することなく三つのエネルギー（9.15keV、14.4keV、22.7keV）の切り替えが可能となった。これにより、エネルギー切り替えに伴う調整時間が短縮され、供用可能なシフトが増加した。各エネルギーで測定した CeO<sub>2</sub> 粉末の回折プロファイルを図 18 に示す。



図 15 3連分光結晶

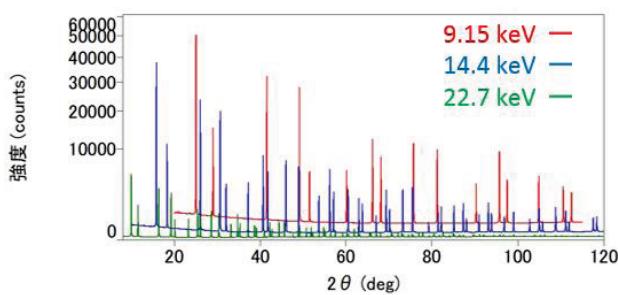


図 16 CeO<sub>2</sub>粉末回折プロファイル

#### BL8S3（広角・小角X線散乱）

##### ① 運転状況

2021年度のBL8S3の利用状況は、2020年度と同様に、測定代行の比率が高かった。また、新規ユーザーも増加した。図19に、測定手法及び各カメラ長の利用率を示す。2021年度は、斜入射小角X線散乱・広角X線回折法の利用が9シフト程度と前年度よりさらに減少した。各カメラ長における利用率では、カメラ長4mの小角X線散乱法の利用が一番多く、次にカメラ長0.2mがよく利用されていた。各種材料においては、高分子のユーザーが一番多く、金属材料のユーザーが増加していた。また、SAXS・WAXD同時測定を行う実験のユーザーも増加した。

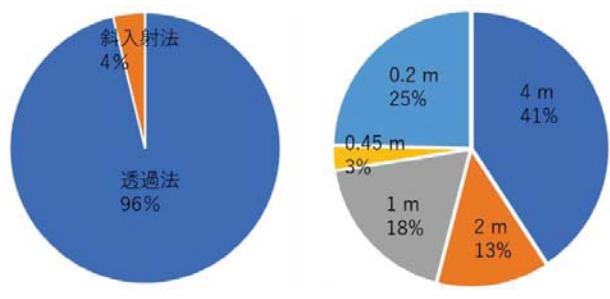


図 17 BL8S3において2021年度に利用された(左)測定手法割合、(右)各カメラ長の利用率

##### ② 改善状況

#### 利用可能なカメラ長の拡大及び新規検出器の導入

2020年度に、試料変更にかかる時間を削減し、多くの測定を可能にするために、多連サンプルチェンジャーを導入したが、Zステージの移動に時間がかかっており、PILATUSを利用した実験には適応できていなかった。そこで、移動速度が速いZステージを導入し、実験ハッチの開閉回数を減らし、さらなるスムーズな測定を可能にした。

BL8S3では、150 nm以下の構造解析が可能であったが、材料の機能の発現を理解するために、さらなる大きな領域での階層構造の解析が、ユーザーからの要望としてあった。そのため、実験ハッチを最大限利用し、最大カメラ長を6.5mまで拡大することにより、250 nm以下の構造解析を可能にした。また、大面積のPILATUS 2Mを導入した。大面積 PILSTUSの導入は、高q領域におけるSNの向上および配向構造の評価を可能にする。2022年度から、カメラ長6.5mおよびPILATUS 2Mの運用を開始する(図20,21)。

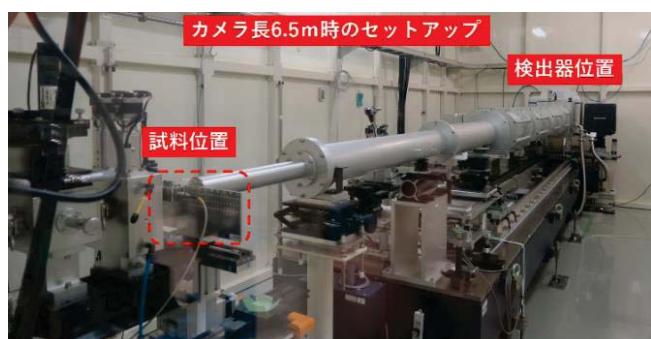


図 18 導入した6.5mカメラ長



図 19 PILATUS 2M 検出器

### BL11S2（硬 X 線 XAFS II）

#### ① 運転状況

BL11S2 は年間を通して大きなトラブルなく運用することができた。図 22 は、2021 年度に BL11S2 で測定された元素の割合である。Cu を始めとした 3d 遷移金属の測定が多かった。測定手法は透過法と蛍光収量法の ex-situ 測定が多かったが、ビームラインのガス設備を用いた in-situ 測定や、クライオスタットを用いて試料を冷却しながらの測定等も実施された。

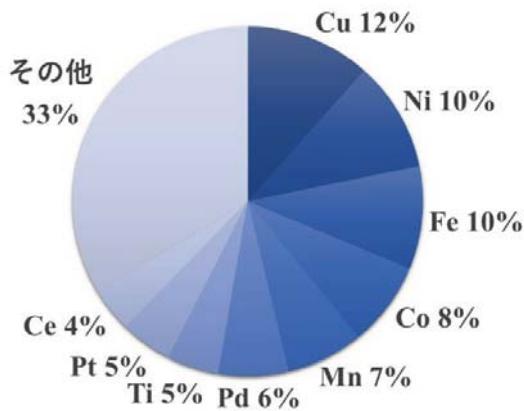


図 20 BL11S2において 2021 年度に測定された元素の割合

#### ② 改善状況

##### 広がったシンクロトロン光を利用した 2 次元及び 3 次元 XAFS 測定

後置ミラーとして、従来のベンドシリンドリカルミラーに加えて、プレーンミラーを追加した。これにより、集光したシンクロトロン光だけでなく、広がったシンクロトロン光も利用可

能になった。図 23 のように 2 次元検出器を組み合わせることにより、2 次元および 3 次元 XAFS 測定が可能である。図 24 は、 $\text{Cu}_2\text{O}$ 、 $\text{CuO}$ 、BN の混合ペレットの 2 次元 XAFS 測定結果である。サンプル各点での XAFS スペクトルを短時間で分析することができる。

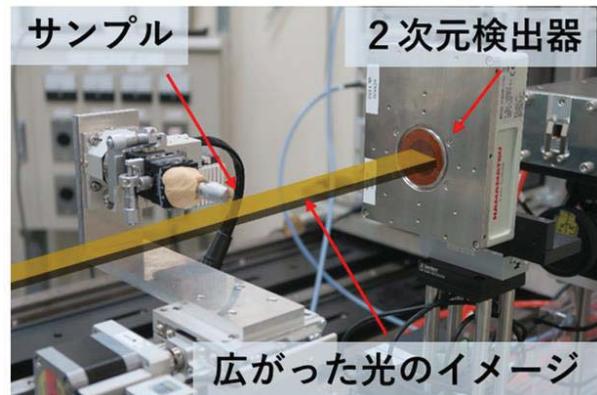


図 21 2 次元および 3 次元 XAFS 測定時の構成

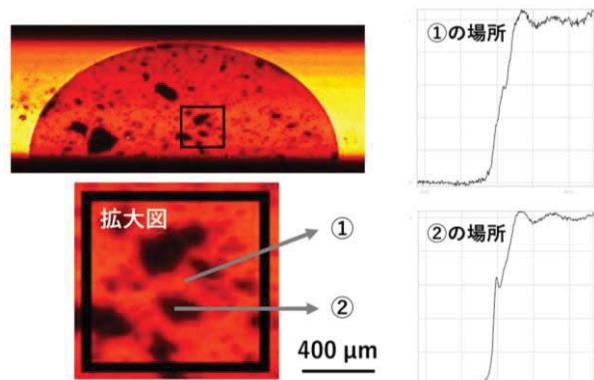


図 22 混合ペレットの 2 次元 XAFS 測定結果

#### (2) 愛知県ビームライン

##### 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測定（2D-RC）、X 線照射実験、X 線 CT 測定、2 次元 XAFS（2D-XAFS）、CT-XAFS など、様々な種類の実験が可能である。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ていたが、2019～2020 年度は X 線 CT 実験の利用が増加し全利用シフトの半数以上を占めた。2021 年度は、X 線 CT 実験の利用が

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の利用が行われた（図25）。企業、大学、研究所、公設施設、当財団から利用された（図26）。

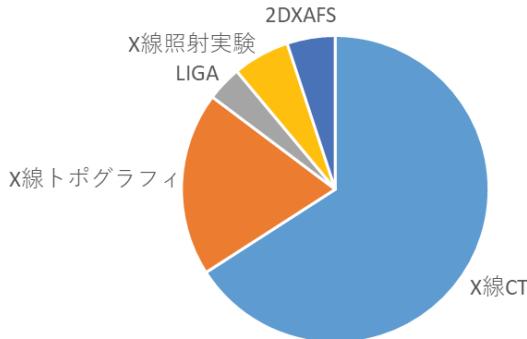


図23 BL8S2において2021年度に利用された実験手法内訳

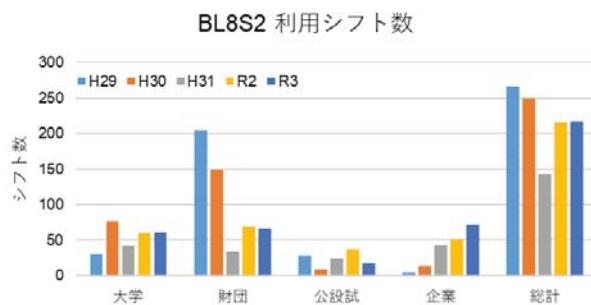


図24 BL8S2における2017～2021年度の利用者内訳

## ② 改善状況

### 位相CT測定システム

BL8S2では、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測定では観察困難な試料の非破壊3次元微細構造観察を可能にするために、位相コントラストX線CT（位相CT）測定システムの構築を行った（図27）。

位相CT測定は、X線平行化のためにプラグ結晶でX線を回折させ、試料のX線透過像からX線位相像を取り出すためにラウエ結晶でX線を回折させるが、2度のX線回折によりX線強度が大幅に低下するため測定に時間がかかるという難点がある。X線強度低下を抑制して測定時間を短縮するために、プラグ結晶不使用の位相CT測定の整備を行い測定時間短縮が可能となった。

その反面、X線の平行性が低下し位相像のコントラストと空間分解能が低下する。

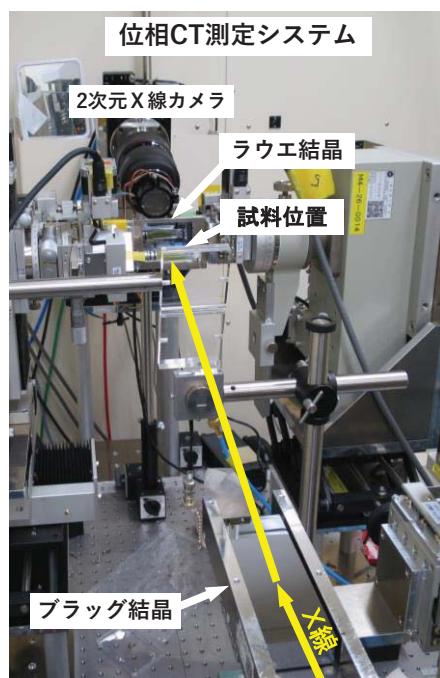


図25 位相CT測定システム

## (3) 名古屋大学ビームライン

### BL2S1（単結晶X線回折：名古屋大学）

#### ① 運転状況

BL2S1は老朽化した機器の故障が相次いで発生し、2021年度の運用に影響が発生した。また、二つの分光結晶を装填可能な分光器の導入に向けたビームラインスタディを実施したため、ユーザーに提供したシフト数が前年度より減少した（図28）。BL2S1ではダイアモンドアンピルセルを用いた高圧測定が4割程度利用されている。また高エネルギーのX線の利用が6割に達している（図29）。測定モード変更やX線のエネルギー変更に伴うビームライン運用手順の高速化や、サンプル損傷の少ない高エネルギーX線（16.53keV）の品質改善を実施し、提供シフト数の減少を補った。上記の対応により、ビームライン利用者の研究成果の量は維持していると見込まれる。

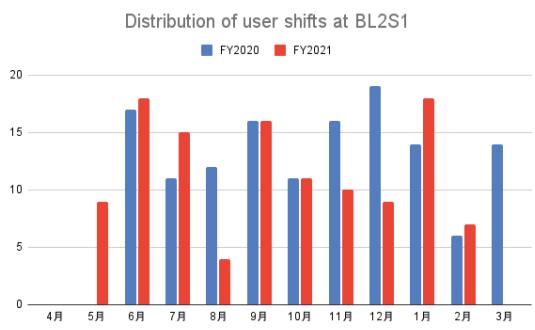


図 26 過去 2 年における提供シフト数の推移

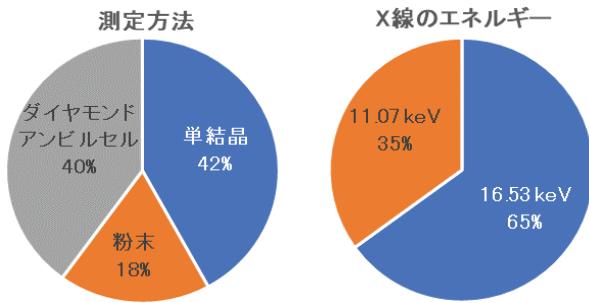


図 27 BL2S1 において 2021 年度に利用された  
(左)測定方法の分布、(右)X 線エネルギーの分布

## ② 改善状況

### 二次元ピクセル検出器の導入に向けて

ビームラインが正式に稼働した 2015 年度から、大面積の二次元 CCD 検出器で硬 X 線回折測定を提供してきた。約 10 年間の運用に伴い、高エネルギーの X 線を最小のノイズで高速測定できる高感度の検出器へ切り替える方針を決定した。DECTRIS と RIGAKU の検出器の検証や、PILATUS 1M の稼働に向けて、古い ADSC Q315r 検出器をビームラインから搬出した（図 30）。現在は ADSC Q270 を運用し、PILATUS 1M を稼働させるためにソフトウェアを更新しているところである。



図 28 (上)BL2S1 から搬出した Q315r 検出器 (ADSC)、(下)BL2S1 で検証したピクセル検出器 (DECTRIS)

## (4) 企業専用ビームライン

### BL2S3 (デンソー)

#### 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 31 に 2021 年度のそれらの利用割合を示す。なお、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 X 線 CT で 5 割程度利用しており、次に XRD 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。また測定内容としては、透過法

の測定が主体であったが、開発した XAFS イメージングを利用した測定でも多く利用した。XRD では、昨年度に引き続き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、実材料の内部構造イメージングに加え、高分解能化を目指した技術開発での利用が増えた。

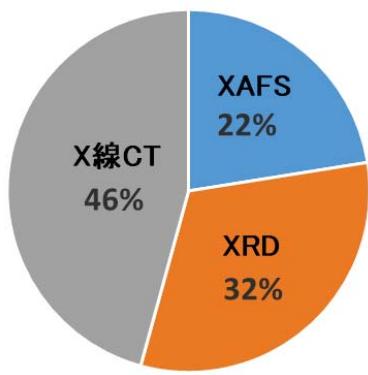


図 29 BL2S3 における 2021 年度の各装置利用割合

## ② 改善状況

### ビームライン機器自動監視システムの構築

ビームライン管理では使用の前後、管理項目に対して日常点検を実施している。

今回、ビームライン管理項目の一部である真空度維持等に関わる重要な機器を自動監視できるシステムを構築した（図 32）。

本システムは主に真空度、IP 電流、冷却水流量・温度、ポンプ・TMP 電力、Be 窓酸素濃度・流量、エア圧力を管理者が任意に設定した間隔で（図 33）データ取得が可能となり、管理規格を外れると通知する機能も付加した。

これにより、日常点検の簡素化に加え、設備状態のトレンドを捉え予防保全に繋がる環境も備わった。

冷却水		真空度	
W-Max流量 (l/min)	0.104	M0流量 (l/min)	0.764
W-ABS流量 (l/min)	0.091	M0流量 (l/min)	25.0
W-Del流量 (l/min)	3.316	M0绝对圧 (Pa)	0.19
WAVGS流量 (l/min)	1.514	DINA流量 (l/min)	0.869
WDCM流量 (l/min)	1.751	DINA水温 (°C)	25.0
		DINA绝对圧 (Pa)	0.40
		DINA水温 (Pa)	4.1e-7

三相200V電力 (DP開閉)		単相200V電力 (IP, TMP開閉)	
三相電圧 (V)	206.0	単相電圧 (V)	207.2
3-OP1電流 (A)	1.416	6-DRV1電流 (A)	1.410
4-DRV1電流 (A)	1.467	7-DRV1電流 (A)	1.522
4-OP1電流 (A)	1.399	7-DRV2電流 (A)	1.404
5-DRV1電流 (A)	1.41		

クライオ-			
OutAir (°C)	-105.00	T_cooler (°C)	39.00
Power (W)	100.66	T_head (°C)	38.40

その他			
DeO2濃度 (%)	0.005	エア圧力 (kPa)	0.700
Be窓酸素流量 (SCCM)	5.768	SP電流 (mA)	2.4

図 30 自動収集データ一覧

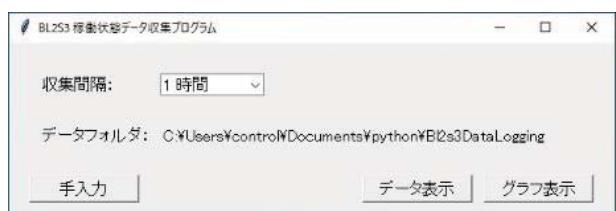


図 31 収集間隔 設定画面

## BL11S3（デンソー）

### ① 運転状況

BL11S3 は 2021 年度、光源の長期停止期間を利用して工事を進め、およそ 1 年かけて 2022 年 4 月に計画通り立ち上げ工事全てを完了している。2021 年 4 月に実験ハッチ及びケーブルラダーの建設、8 月にビームライン機器の設置、11 月に CT 装置の設置とインターロックの構築、漏洩チェックを完了し、12 月末よりダイレクト光の利用を開始した。また、2022 年 4 月には、残されていた M0、M1 ミラーのインストール工事を完了し、全ての工事を完了した。

図 34、35 に BL11S3 実験ハッチの外観写真とハッチ内の実験装置の写真をそれぞれ示す。

BL11S3 は X 線 CT 専用のビームラインとして構成されており、ハッチ内装置架台上には、CT 用の回転試料ステージ、検出器ステージ等が備えられている。ラミノグラフィ測定にも対応しており、試料ステージに傾斜機構が備えられている。ビームラインの光学素子としては、フラッ

クス向上を狙った平行化ミラー（M0）や、高エネルギーカットを目的としたM1ミラーを設置しており、これらの使い分けにより多様な材質のCT測定に対応したビームラインとなっている。

2022年度はミラーの調整を完了させ、フルスペックでの稼働を目指し整備を進める。



図32 BL11S3 実験ハッチ外観



図33 実験装置

## 4.3 利用促進

### (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。詳細を以下に示す。

#### 【定期利用】 年6回募集

##### 第1期

利用期間 2021年5月11日(火)  
～2021年5月28日(金)  
申込期間 2021年4月1日(木)8時45分  
～2021年4月5日(月)正午  
※2021年4月14日(水)より、随時利用に切り替えて募集を再開

##### 第2期

利用期間 2021年6月1日(火)  
～2021年7月30日(金)  
申込期間 2021年5月6日(木)8時45分  
～2021年5月10日(月)正午  
※2021年5月14日(金)より、随時利用に切り替えて募集を再開

##### 第3期

利用期間 2021年8月18日(水)  
～2021年9月30日(木)  
申込期間 2021年7月1日(木)8時45分  
～2021年7月5日(月)正午  
※2021年7月16日(金)より、随時利用に切り替えて募集を再開

##### 第4期

利用期間 2021年10月1日(金)  
～2021年11月30日(火)  
申込期間 2021年9月1日(水)8時45分  
～2021年9月3日(金)正午  
※2021年9月10日(金)より、随時利用に切り替えて募集を再開

##### 第5期

利用期間 2021年12月1日(水)  
～2022年1月28日(金)  
申込期間 2021年11月1日(月)8時45分  
～2021年11月4日(木)正午  
※2021年11月12日(金)より、随時利用に切り替えて募集を再開

##### 第6期

利用期間 2022年2月1日(火)  
～2022年3月31日(木)  
申込期間 2022年1月6日(木)10時  
～2022年1月7日(金)17時  
※2022年1月18日(火)より、随時利用に切り替えて募集を再開

#### 【長期利用】 年2回募集

前期  
利用期間 2021年5月11日(火)  
～2021年9月30日(木)  
申込期間 2021年4月1日(木)8時45分  
～2021年4月5日(月)正午

##### 後期

利用期間 2021年10月1日(金)  
～2022年3月31日(木)  
申込期間 2021年9月1日(水)8時45分  
～2021年9月3日(金)正午

#### 【測定代行】

定期利用募集期間に準じて受付

#### 【2021年度 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】

利用期間 2021年6月1日(火)  
～2021年11月30日(火)  
申込期間 2021年3月22日(月)  
～2021年4月27日(火)

## (2) 産業利用コーディネータの活動

1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。新型コロナウイルス感染症の影響により、AichiSRでの会議はオンライン、セミナーなどのイベントもオンライン併用開催が一般化しつつある。

### 【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）

#### ○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線回折、X線散乱入門講習会（11/15）、測定実習（11/16）（県主催、AichiSR 共催）
- ・EXAFS 解析講習会（9/3）  
解析ソフトを用いた EXAFS の解析方法の紹介（名大主催、AichiSR・県共催）
- ・実地研修  
X線薄膜・表面回折散乱（11/25, 2/25）、軟 X 線 XAFS（7/28）、硬 X 線 XAFS（7/26, 9/1, 9/14, 10/21）  
粉末 X 線回折（12/7, 12/14, 3/3）、広角・小角散乱（3/17）  
(県主催、AichiSR 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（3 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：24 回
- ・受講者：397 名

[2020 年度 24 回 326 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

新型コロナウイルス感染症の影響により、機会は多くなかったが、可能な範囲で活動を行った。

- ・2021 年度第 1 回 AichiSR シンクロトロン光産業利用セミナー（オンライン併用）（2/28）を開催

#### ○展示会への出展及び見学者の受入れ

（展示会）

- ・メッセナゴヤ 2021（オンライン併用）（11/1～13）
- ・第 35 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム（オンラインのみ）（1/7～9）  
(見学者) 126 名 [2020 年度 147 名]

### (3) 利用者からの要望への対応

年間を通じて技術的な要望を承っており、具体的に対応した 37 件について以下に詳細を示す。

BL 名	改善内容 (2021)	
BL1N2	1	オージェ電子収量法 XAFS 測定システムの開発による、新測定手法の実装
	2	専用グラフ表示ソフトウェアの開発による、ユーザーの XAFS 解析の容易化と利便性向上
	3	サンプル位置確認用システムの開発による、測定位置の可視化と精度向上
	4	器具・試料移送用ツールワゴンの整備による、BL・準備室間の連携性の向上
BL5S1	1	測定用ソフト XafsM2 の改良
	2	参照試料の追加 (Fe、Ni、Cu 系試料)
	3	高次光除去ミラー導入による低エネルギー領域測定の高度化
	4	7chSDD の試料間距離の遠隔操作システム導入による距離調整の簡易化
	5	機器通信経路の改良によるハッチ内の作業性向上
	6	DXM 用チラーの増設による冷却水流量の安定化
BL5S2	1	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
	2	PDF 解析ソフト購入による解析効率の向上
	3	検出器サーバー改善による測定の安定化
	4	Huber 回折計改善による測定の安定化
	5	試料ステージの 1 軸追加による測定効率の向上
	6	試料回転ステージ高速化による測定効率の向上
BL6N1	1	真空測定チェンバーへの半導体検出器導入による真空下での部分蛍光収量 XAFS への対応
	2	試料位置調整機構のモーター駆動化による大気圧 XAFS 測定の遠隔制御化及び測定効率並びに精度の向上
	3	試料導入機構の改良による大気圧 XAFS 測定時の試料交換待ち時間の短縮化 (30 分 → 15 分)
	4	新規電流取出機構の導入による大気圧下での大気非暴露転換電子収量 XAFS への対応
	5	防振ダンパ導入による光量モニタ用メッシュと常設標準試料の試料電流計測時に混入する振動ノイズの低減
BL7U	1	6 軸回転試料ステージ導入による測定配置の拡大
	2	試料冷却クライオスタート更新による冷却速度の改善
	3	試料マニピュータ更新による試料位置の安定化・低振動化
	4	試料ステージ 2 段化による測定効率の改善
	5	ビームライン光学アライメント再調整によるビームスポットサイズの改善
BL8S1	1	回折角上限を 138° から 160° へ拡張
	2	試料観察カメラの振動対策
	3	解析サポートのための結晶相データベースの更新
BL8S3	1	PILATUS を利用した連続測定を可能にするため、新規 Z ステージを導入
	2	高 $q$ 領域の広角 X 線回折測定を可能にするため、新規の真空窓を作成
	3	安定した測定を可能にするため、HUB のアップデートによりデータ転送を高速化
	4	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するため、新規真空ポンプを真空ラインへ追加
	5	バックグランドの低減した測定を可能にするため、フォトダイオード入りビームストッパーを改造
BL11S2	1	プレーンミラー導入による 2 次元 XAFS および CT XAFS への対応
	2	冷却加熱ステージ Linkam 導入による温調手段の多様化
	3	転換電子収量測定セルの改良による測定の効率化

#### (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月から、AichiSR利用者を対象に、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。

2021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は下表のとおり。

講習内容：新規教育は①～③、再教育は③のみ

- ① 放射線障害の防止に関する法令及び放射線障害予防規程（60分）
- ② 放射線の人体に与える影響（30分）
- ③ 放射線同位元素等又は放射線発生装置の安全取扱い（新規・90分）

または

放射線同位元素等又は放射線発生装置の安全取扱い・法令・放射線の人体に与える影響（再教育・90分）

会場：あいちシンクロトロン光センター

2階会議室（オンライン併用）

（単位：名）

	実施日	新規教育		再教育		合計
		対面	オンライン	対面	オンライン	
1	2021年 4月 14日	2	14	4	3	23
2	4月 28日	8	6	2	10	26
3	5月 12日	6	2	3	16	27
4	5月 26日	3	7	3	8	21
5	6月 9日	4	4	2	9	19
6	6月 23日	4	8	4	8	24
7	7月 7日	3	2	1	12	18
8	7月 21日	2	10	2	6	20
9	8月 4日	2	6	0	6	14
10	8月 18日	0	6	2	8	16
11	9月 8日	4	11	1	6	22
12	9月 22日	0	6	0	9	15
13	10月 13日	1	13	1	6	21
14	10月 27日	0	7	1	2	10
15	11月 10日	0	10	0	3	13
16	11月 25日	0	4	1	2	7
17	12月 8日	0	6	1	4	11
18	12月 22日	0	5	0	7	12
19	2022年 1月 12日	0	3	1	3	7
20	1月 26日	0	2	0	3	5
21	2月 9日	0	3	1	6	10
22	2月 22日	0	4	1	9	14
23	3月 9日	0	4	2	15	21
24	3月 23日	0	7	1	13	21
	合計	39	150	34	174	397

## (5) 見学者数

2021年度のAichiSR見学者数は下表のとおり。

(単位:名)

	人数	所属内訳					
		一般	企業	大学	行政	シクロ 関係	その他
2021年 4月	2	2	0	0	0	0	0
5月	10	1	1	1	7	0	0
6月	19	0	19	0	0	0	0
7月	8	0	5	0	3	0	0
8月	22	8	1	3	8	2	0
9月	10	0	7	3	0	0	0
10月	13	0	6	2	5	0	0
11月	14	0	4	0	10	0	0
2022年 12月	4	0	2	0	2	0	0
1月	5	0	1	1	3	0	0
2月	6	0	3	3	0	0	0
3月	13	0	0	10	3	0	0
合計	126	11	49	23	41	2	0

## 5. 研究会・セミナー



## 5 研究会・セミナー

新型コロナウイルス感染症の影響により機会は多くなかったが、可能な範囲で活動を行った。2021 年度に開催された研究会・セミナーは以下のとおり。

### 5.1 講習会・研究会

タ イ ド ル	シンクロトロン光利用者研究会 シンクロトロン光計測入門講習会
実 施 日	2021 年 11 月 15 日(月) 13:30～16:00 : 講義 2021 年 11 月 16 日(火) 10:00～17:00 : 実地研修
会 場	オンライン開催
内 容	<p>11 月 15 日(月)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ X 線回折入門 【X 線回折の基礎と粉末 X 線構造解析】 講師：豊田工業大学スマートエネルギー技術研究センター 教授 竹内 恒博</li> <li>・ X 線散乱入門 【小角 X 線散乱測定による構造解析】 講師：豊田工業大学 名誉教授 田代 孝二</li> <li>・ AichiSR 回折・散乱ビームラインの最新情報</li> </ul> <p>11 月 16 日(火)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ ビームラインの見学と紹介</li> <li>・ 測定・解析</li> </ul> <p>参加者の持込試料又はデモ試料を用いて、X 線回折又は X 線小角散乱測定を実施 測定したデータを用いて解析を行い、データの見方等の説明</p>
参 加 者	145 名

タ イ ド ル	2021 年度 EXAFS 解析講習会
実 施 日	2021 年 9 月 13 日(月) 10:00 ~ 17:30
会 場	オンライン開催
内 容	<p>【EXAFS 入門】</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ EXAFS の原理から解析方法の考え方 講師：名古屋大学シンクロトロン光研究センター 教授 田渕雅夫</li> </ul> <p>【解析ソフト Athena と Artemis を用いた EXAFS の解析方法の紹介】</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ Athena を用いた EXAFS 解析の前準備（バックグラウンドの決定等）の方法</li> <li>・ Artemis を用いた EXAFS スペクトルの解析方法</li> </ul>
参 加 者	34 名

## 5.2 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と共に、実習形式の実地研修を開催した。

	実施日	内 容	参加者数
主 催	第1回 7月 26日	硬X線 XAFS（透過法以外）(BL5S1)	2名
	第2回 7月 28日	軟X線 XAFS (BL6N1)	4名
	第3回 9月 1日	硬X線 XAFS（透過法）(BL5S1)	2名
	第4回 9月 14日	硬X線 XAFS（透過法）(BL11S2)	1名
	第5回 10月 21日	硬X線 XAFS（透過法）(BL5S1)	1名
	第6回 11月 25日	X線薄膜・表面回析散乱 (BL8S1)	1名
	第7回 12月 7日	粉末X線回析 (BL5S2)	3名
	第8回 12月 14日	粉末X線回析 (BL5S2)	1名
	第9回 2月 25日	X線薄膜・表面回析散乱 (BL8S1)	1名
	第10回 3月 3日	粉末X線回析 (BL5S2)	1名
	第11回 3月 17日	広角・小角散乱 (BL8S3)	2名
参加者合計			19名
主 催	あいち産業科学技術総合センター、あいちシンクロトロン光センター		

## 5.3 セミナー

タ イ ド ル	2021年度第1回 AichiSR シンクロトロン光産業利用セミナー
実 施 日	2022年2月28日(月)
会 場	ウインクあいち、オンライン併用
内 容	<p>【講演】</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ XAFS利用の幅を広げる 2D/3D XAFS測定技術のAichiSRでの展開</li> <li>・ SPring-8におけるX線イメージング技術</li> <li>・ 硬X線光電子分光法(HAXPES)測定技術の特徴と活用事例の紹介</li> <li>・ 電子材料用熱硬化性樹脂材料／金属界面の解析</li> <li>・ SPring-8利用の利用方法 等</li> </ul>
参 加 者 数	145名（オンライン含む）
主 催	(公財)科学技術交流財団、(公財)高輝度光科学研究センター

## 5.4 第10回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会

2021年度成果公開無償利用事業として採択した16課題の成果発表会を開催した。当初の開催予定は2022年3月であったが、新型コロナウィルス感染症の社会的状況を鑑み、2022年4月に開催した。

タイトル	第10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	2022年4月26日(火) 10:30~16:40
会場	あいち産業科学技術総合センター 講習会室、オンライン併用
内容	<p>【午前の部】10:30~11:55 (10:30~10:40挨拶等)</p> <p>「単分子検出を可能とする多層グラフェンバイオセンサーの開発」 東洋大学 根岸 良太</p> <p>「絶縁性有機材料のNEXAFS測定を可能にする金属蒸着条件の検討」 J S R株式会社 豊田 由衣</p> <p>「X線回折による超高精細スクリーン印刷用のステンレスメッシュの研究開発」 アサダメッシュ株式会社 青木 真理</p> <p>「全固体電池のXAFS解析」 株式会社日産アーク 伊藤 孝憲</p> <p>「SiO<sub>2</sub>/SiのGI-PDF(grazing-incidence pair distribution functions)による局所構造解析」 株式会社日産アーク 宋 哲昊</p> <p>【午後の部】13:30~16:40</p> <p>「冷間鍛造の潤滑被膜形成プロセスにおけるウェットブラストによる素材前処理の効果検証」 マコ一株式会社 橋 和寿</p> <p>「X線源を相補利用した電子分光測定による高分子材料の表面化学構造に関する深さ依存性評価」 株式会社メニコン 伊藤 恵利</p> <p>「軟X線XAFSスペクトルからの物性予測」 株式会社デンソー 森口 七瀬</p> <p>「X線イメージングによる口腔内崩壊錠(OD錠)の導水過程及び崩壊挙動観察」 株式会社ダイセル 高尾 直樹</p> <p>「軟X線XAFS並びに光電子分光法によるALPS沈殿系廃棄物のリン酸塩固化体構成元素の電子状態解析」 東京工業大学 中瀬 正彦</p> <p>「蛍光XAFS測定における時間空間分解能の向上手法の開発」 株式会社SOKEN 高井 智明</p> <p>「結晶構造解析によるプロスタグラジンD2合成酵素阻害剤のスクリーニング」 株式会社丸和栄養食品 伊中 浩治</p> <p>「粉末冶金法により作製したFeAl基ODS焼結体のシンクロトロン光XRD解析」 豊臣熱処理工業株式会社 橋井 光弥</p> <p>「粉体Materials Genomeプロセスによる全固体電池用固体電解質の探索」 東京理科大学 藤本 憲次郎</p> <p>【あいち産業科学技術総合センター成果発表】</p> <p>「粉末粒子径がXAFSスペクトルの定量性に及ぼす影響」 あいち産業科学技術総合センター 野本 豊和</p> <p>「あいちSRにおけるCT技術の開発(知の拠点重点研究プロジェクトⅢ期成果)」 あいち産業科学技術総合センター 杉山 信之</p>

参 加 者	186名（オンライン含む）
主 催	愛知県、(公財)科学技術交流財団
協 賛	名古屋大学シンクロトロン光研究センター

## 5.5 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

タ イ ル	第10回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	2022年1月17日(月) 13:00~18:00
会 場	オンライン開催
内 容	<p>BL2S1：名大ビームラインにおける高圧タンパク質結晶構造解析  永江 峰幸　名古屋大学シンクロトロン光研究センター</p> <p>BL5S2：超高压下における新物質合成と放射光X線構造解析  佐々木 拓也,丹羽 健,長谷川 正　名古屋大学大学院工学研究科</p> <p>BL8S1：高分子境界膜の潤滑メカニズム解明に向けたシンクロトロン光計測の応用  伊藤 伸太郎　名古屋大学大学院工学研究科, JST さきがけ研究員</p> <p>BL8S2：BL8S2に構築したX線暗視野法に基づく屈折コントラストCT撮影システムと  ソフトマテリアルへの応用  砂口 尚輝　名古屋大学大学院医学系研究科</p> <p>BL8S3：X線小角散乱および単結晶解析で探るアクチン繊維切断タンパク質フラグミンの  作用機序  武田 修一 1, 小田 俊郎 2, 杉本 泰伸 3  1.岡山大学異分野基礎科学研究所 2.東海学院大学 3.名古屋大学  あいちシンクロトロン光センター 光源加速器の現状  高嶋 圭史　名古屋大学シンクロトロン光研究センター</p> <p>講演　竹田 美和　あいちシンクロトロン光センター</p>
参 加 者	124名
主 催	名古屋大学シンクロトロン光研究センター
協 賛	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

AichiSR では、大学、公設試験研究機関等の公共的な団体による利用を対象とした、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利用できる。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。「2021 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、AichiSR ホームページで公開されている。

#### 【掲載ページ URL】

<https://www.aichisr.jp/publication/report/2021/1.html>

#### 【QR コード】



#### BL1N2 (軟X線 XAFS・光電子分光 II)

※は公開延期の申請があったもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202101001	GaN の非専有状態電子状態測定	(国研)物質・材料研究機構・山下良之
202101029	水電解触媒の軟 X 線吸収分光解析	立命館大学・折笠有基
202102015	レーザー加工金属の表面状態観察	宮城県産業技術総合センター・斎藤雅則
202102100 ※	X 線吸収分光によるリチウム硫黄電池用正極のイオン伝導パス形成および新規蓄電メカニズムの解明	関西大学・計賢
2021D2028	水電解触媒の軟 X 線吸収分光解析	立命館大学・折笠有基
202103004	Mg をドープした GaN の非専有状態電子状態測定	(国研)物質・材料研究機構・山下良之
202103016	X 線吸収分光によるリチウム硫黄電池用正極のイオン伝導パス形成および新規蓄電メカニズムの解明	関西大学・計賢
202103048	蓄電材料の酸素の電子状態分析	東北大学・小林弘明
202103053	水電解触媒の軟 X 線吸収分光解析 3	立命館大学・折笠有基
202103067	チタニア系可視光応答光触媒に含有する窒素成分の測定	(地独)東京都立産業技術研究センター・染川正一
202104092	ジアミドアミン系吸着材の吸着前後の窒素周りに着目した構造解析	東京都市大学・松浦治明
202104093	溶融塩蒸留残留物を対象としたセリウムの原子価評価	東京都市大学・松浦治明
202104100	ゼオライト触媒の活性点の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
2021L4003	水電解触媒の軟 X 線吸収分光解析 4	立命館大学・折笠有基
202105001	石炭・石炭灰 (フライアッシュ・クリンカ灰) に含まれるホウ素の化学形態分析	東京都市大学・松浦治明
202105002	ADAAM 吸着材における XANES 構造比較～希土類単元系と共生系～	東京都市大学・松浦治明
202105007	スピネル構造中の Mg サイトの局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202105050	溶融塩蒸留残留物のセリウム周りに着目した構造解析	(国研)日本原子力研究開発機構・高畠容子
2021L5003	水電解触媒の軟 X 線吸収分光解析 4	立命館大学・折笠有基
202106035	4H-SiC(0001)中ドーパントの非専有状態電子状態測定	(国研)物質・材料研究機構・山下良之
202106041	ゼオライト骨格中ヘテロ原子の局所構造解析	東北大学・西堀麻衣子
202106045	エポキシモデル樹脂の XAFS 測定	(一財)ファインセラミックスセンター・吉田要
202106060	酸化物電極触媒の化学状態分析	千葉工業大学・高橋伊久磨

202106106	リン酸鉄リチウム酸化物材料の酸素の電子状態分析	東北大学・小林弘明
2021IL6003	水電解触媒の軟X線吸収分光解析4	立命館大学・折笠有基

### BL2S1 (単結晶X線回折:名古屋大学)

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2021N1001	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:超高压下における新規遷移金属炭化物の合成	名古屋大学・丹羽健
2021N1002	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
2021N2001	高圧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4	岐阜大学・佐々木重雄
2021N2002	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:新規Mn-Sn系化合物の超高压合成の試み	名古屋大学・丹羽健
2021N2003	光エネルギー変換の機構解明に向けた光合成蛋白質の結晶構造解析	名古屋大学・梅名泰史
2021N2004	Toward automated and optimized operations of hard x-ray diffraction experiments	名古屋大学・ChavasLeonard
2021N2005	緑内障原因タンパク質の結晶のソーキングによる影響評価	学習院大学・友池史明
2021N2006	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
2021N2008	多剤耐性に関わる細菌タンパク質の結晶学的研究	名古屋市立大学・加藤晃一
2021N2009	Toward automated and optimized operations of hard X-ray diffraction experiments	名古屋大学・ChavasLeonard
2021N2010	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
2021N2011	ゲルに包埋されたタンパク質結晶を用いた構造解析	名古屋大学・友池史明
2021N3001	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:Co-N系試料の熱膨張挙動の調査	名古屋大学・丹羽健
2021N3002	Lys48型ユビキチン鎖変異体のX線結晶構造解析	名古屋市立大学・加藤晃一
2021N3004	光エネルギー変換の機構解明に向けた光合成蛋白質の結晶構造解析	名古屋大学・梅名泰史
2021N3005	自己組織化超分子の放射光X線回折による構造解析	東京大学・佐藤宗太
2021N4001	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:希ガス化合物の超高压合成	名古屋大学・丹羽健
2021N4002	ゲルに包埋されたタンパク質結晶の構造解析	学習院大学・友池史明
2021N4003	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:Ta-N系試料の熱膨張挙動の調査	名古屋大学・丹羽健
2021N4004	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:超高压下における遷移金属炭窒化物の合成の試み	名古屋大学・丹羽健
2021N4005	金属有機構造体結晶の構造解析	名古屋大学・張中岳
2021N4006	高圧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5	岐阜大学・佐々木重雄
2021N5001	基質同一部位多段階酸化型シトクロムP450酵素RosCの結晶構造解析	東邦大学・鈴木浩典
2021N5002	高压下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定:新規W-Sn系化合物の超高压合成の試み	名古屋大学・丹羽健

2021N5004	ゲルで保護されたタンパク質結晶の検証	学習院大学・友池史明
2021N5006	高圧下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定：新規 Fe-Si 系化合物の超高压合成の試み	名古屋大学・丹羽健
2021N5007	高圧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 6	岐阜大学・佐々木重雄
2021N6001	高圧下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定：超高压下における Kr-N <sub>2</sub> 系化合物の合成	名古屋大学・丹羽健
2021N6003	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

### BL5S1 (硬X線 XAFS I )

※は公開延期の申請があつたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202102003	Co 触媒からの単層カーボンナノチューブ成長過程のその場 XAFS 測定	名城大学・丸山隆浩
202102019	酸化グラフェンをテンプレートとした酸化ガリウム光触媒作製の試み	名古屋大学・吉田朋子
202102040	MOF-on-MOF 型 Chemiresistor の積層薄膜構造の解明	京都大学・大竹研一
202102047	焼成雰囲気を変えて焼成した青磁釉の釉色調、鉄価数及び釉構造の関係調査	茨城大学【愛知県実地研修】
202102055	複合酸化物触媒の XAFS 測定	名古屋大学・邸次智
202102061	高圧下で合成されたバナジウム窒化物のマイクロ XAFS 測定	名古屋大学・丹羽健
202102081 ※	銅鉱石中の砒素と銅の化学種分析	岐阜大学・勝田長貴
202102095	固体電解質材料の X 線吸収分光	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202102101	炭酸カルシウムの X 線吸収分光	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
2021D2001	Ir ならびに Mn を含む酸化物における価数と金属—酸素間の距離の決定	北見工業大学・平井慈人
2021D2007	燃料電池カソード用の熱処理型 Fe 触媒の XAFS による構造解析	熊本大学・大山順也
2021D2026	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・簗智仁
2021D2045	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・簗智仁
202103019	金属担持触媒の XAFS 測定	株式会社三五【愛知県実地研修】
202103025	2021 年度 XAFS 夏の学校測定実習①	名古屋大学・小川智史
202103034	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202103056	Pt 原子触媒の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202103060	定量精度向上を目指した XAFS 測定時の LCF 解析手法の高度化(1)	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202103066	チタニア系可視光応答光触媒のエタノール水溶液中での光触媒反応中ににおける CuO の挙動解析	(地独)東京都立産業技術研究センター・染川正一
202103071	ガス暴露時における酸化物半導体ガスセンサの価数変化	東京理科大学・藤本憲次郎
202103074	シンクロトロン光を用いた釉薬の外観変化の調査	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202103083	有害元素除去に用いる Fe-Mg 系新規マテリアルの物性把握	早稲田大学・所千晴

2021D3023	酸素電極材料用酸化マンガンの解析	(地独)東京都立産業技術研究センター・染川正一
202104001	酸化物ナノ粒子の Eu 周りの構造評価	九州工業大学・本塚智
2021D5024		
202104002	Zn 含有ポリマーにおける Zn の化学状態評価	愛知工業大学・福森健三
202104003	酸化グラフェンをテンプレートとした酸化ガリウム光触媒作製の試み	名古屋大学・吉田朋子
202104005	マンガン希土類窒化物の化学状態調査	北海道大学・三浦章
202104007	ガス暴露時における酸化物半導体ガスセンサの値数変化	東京理科大学・藤本憲次郎
202104017	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202104023	鉱物に含まれる鉄とリンの化学形態	東京農工大学・橋本洋平
202104025	XAFS 法によるシリカ粒子内に取り込まれた TiO <sub>2</sub> の構造解析	(一財)総合科学技術研究機構・阿久津和宏
202104027	有機質資材の施用による湛水土壤ヒ素形態の変化	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構・須田碧海
202104054	シンクロトロン光を用いた種薬の外観変化の調査	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202104055	【実地研修】種薬表面薄膜の剥離要因の調査	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202104056	炭酸カルシウムの X 線吸収分光 (2)	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202104130	環境試料のセレン、ヒ素とマンガンの化学種分析	岐阜大学・勝田長貴
2021D4004	Br 含有医薬品原薬結晶多形の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典
202105005	エポキシ塗料へのセシウム及びヨウ素の浸透挙動	東京都市大学・松浦治明
202105008	卑金属ナノ粒子あるいは酸化物の表面に固定された貴金属単原子サイトの局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202105019	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202105021	ガス暴露時における酸化物半導体ガスセンサの値数変化	東京理科大学・藤本憲次郎
202105043	全固体電池用塩化物電極中の鉄の状態解析	名古屋工業大学・谷端直人
202105056	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・簗智仁
202105060	Sr と Ba の水溶液中および沈殿・樹脂中での化学構造	大阪大学・笠松良崇
202105162	水酸化ニッケルナノシート複合体の構造解析	名古屋工業大学・川崎晋司
2021D5002	XAFS によるカーボン担持 Fe 錯体触媒の構造解析	熊本大学・大山順也
2021D5032	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・簗智仁
202106003	ルチル TiO <sub>2</sub> 表面上で創り出される貴金属原子触媒の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202106010	金属酸化物触媒中の活性種構造解析	名古屋大学・吉田朋子
202106017	湖沼試料のセレン、ヒ素とマンガンの化学種分析	岐阜大学・勝田長貴
202106030	光触媒による六価クロムの還元反応と生成物の調査	(地独)東京都立産業技術研究センター・柳田さやか
202106038	水田土壤中ヒ素の化学形態に対する資材施用効果の持続性	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構・山口紀子
202106042	定量精度向上を目指した XAFS 測定時の LCF 解析手法の高度化	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和

	(2)	
202106043	Peroxymonosulfate を活性化し 1 重項酸素を高収率で生成する 窒化炭素上高担持鉄単原子触媒における鉄の局所構造解析	名古屋大学・田渕雅夫
202106058	石炭・石炭灰（フライアッシュ・クリンカ灰）に含まれる微量重 元素の化学形態分析	東京都市大学・松浦治明
202106059	青色レーザによる銅ナノ粒子低温焼結体の XAFS 分析	大阪大学・安田清和
202106067	亜鉛電解液の局所構造解析	東京大学・西村真一
202106109	有害元素除去に用いる Fe Mn 系新規マテリアルの物性把握	早稲田大学・所千晴
2021D6027	酸化被膜の状態解析	(国研)日本原子力研究開発機構・中原将海
2021D6036	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・簗智仁

### BL5S2 (粉末 X 線回折)

※は公開延期の申請があったもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2021L1002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究III	名古屋大学・片山尚幸
202102021	蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定	名古屋大学・石垣範和
202102054	高圧下で合成された微量試料の放射光粉末 X 線回折測定：チム ニー・ラダー相 CrGe $\gamma$ における組成の合成圧力依存性	名古屋大学・佐々木拓也
202102074	低アルカリ性セメントにおける混和材最適化の探索 I (重点 M3)	名古屋大学・田渕雅夫
202102085	柔軟性ナノポーラス金属錯体の in situ ガス吸着・構造解析	名古屋大学・日下心平
202102102 ※	湿式合成を利用した FeNi ナノ粒子の構造評価	(国研)産業技術総合研究所・松本章宏
202102105	全自動構造解析のためのテスト実験 2 (重点M3)	大阪大学・小野寛太
202102107	低アルカリ性セメントにおける混和材最適化の探索 II(重点 M3)	名古屋大学・田渕雅夫
202102108	水吸着に伴う酸化グラフェン層間距離の変化	信州大学・大塚隼人
2021D2008 ※	フッ化鉄正極材料の構造解析 2	京都大学・松本一彦
2021D2027	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・簗智仁
2021L2002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究III	名古屋大学・片山尚幸
202103024	蓄電固体材料の粉末 X 線回折測定	名古屋大学・石垣範和
202103033	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物 機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202103052	高圧下で合成された微量試料の放射光粉末 X 線回折測定：高压 相アルミニン酸カルシウムの相分離	名古屋大学・佐々木拓也
202103069	ハイドロクロミズムを示す多孔質分子結晶の構造解析	筑波大学・山岸洋
202103089	硫化銀の粉末に対する X 線回折パターンの解析	豊田工業大学・竹内恒博
202103092	スピネル酸化物の昇温過程での構造変化追跡	東北大学・小林弘明
202103093	全自動構造解析のためのテスト実験 3 (重点M3)	大阪大学・小野寛太
202103094	低アルカリ性セメントにおける混和材最適化の探索 (重点 M3)	名古屋大学・田渕雅夫
2021D3011	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・簗智仁
2021D3031	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> およびドープ Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の精密構造解析	岐阜大学・大矢豊
2021D3036	Investigation of Cooperative Metal Sites within Metal-Organic Framework	(国研)産業技術総合研究所・山田理

2021L3002	短距離秩序を持つ量体化クラスターの平均構造研究Ⅲ	名古屋大学・片山尚幸
202104018	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202104061	【シンクロトロン光計測入門講習会】測定・解析実習 BL5S2	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202104075	蓄電固体材料の粉末X線回折測定	名古屋大学・石垣範和
202104109	熱プラズマ法によるNd-Fe合金ナノ粉末の合成	(国研)産業技術総合研究所・平山悠介
202104111	量体化物質の放射光X線構造解析	名古屋大学・片山尚幸
202104114	全自動構造解析のためのテスト実験3 (重点M3)	大阪大学・小野寛太
202104115	高圧下で合成された微量試料の放射光粉末X線回折測定:チムニー・ラダー相CrGe $\gamma$ への元素置換	名古屋大学・佐々木拓也
2021D4022	リチウム鉄酸化物のドーピングによる結晶構造変化追跡	東北大学・小林弘明
2021D4023	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・簗智仁
202105018	【重点M3】湿式ハイスループットプロセスによる多元系酸化物機能材の探索	東京理科大学・藤本憲次郎
202105057	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・簗智仁
202105062	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
202105089	アルミナ中に含まれる副成分の同定【実地研修】	あいち産業科学技術総合センター・杉山信之
202105094	瀬戸近郊の木節粘土の結晶性と可塑性試験	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202105108	低アルカリ性セメントにおける混和材最適化の探索(重点M3)	名古屋大学・田渕雅夫
202105110	Sm-Fe-N永久磁石粉末のX線回折	名古屋大学・水口将輝
202105132	X線回折法による多価カチオンドープNaIの結晶構造解析	名古屋工業大学・宮崎怜雄奈
202105150	高圧下で合成された微量試料の放射光粉末X線回折測定:六方晶Cr <sub>5</sub> Ge <sub>3</sub> の高圧合成と結晶構造	名古屋大学・丹羽健
202105155	蓄電固体材料の粉末X線回折測定	名古屋大学・石垣範和
202105159	湿式合成により作製したFeNiナノ粒子の構造評価	(国研)産業技術総合研究所・松本章宏
202105160	Li酸素電池放電生成物のX線回折測定	大阪大学・長谷陽子
202105170	高温で短距離秩序が現れる量体化物質の放射光X線構造解析	名古屋大学・片山尚幸
202106026	[実地研修]マイカパウダー中の結晶性シリカの評価	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202106066	回折法による量体化物質の局所構造解析	名古屋大学・片山尚幸
202106085	水吸着に伴う酸化グラフェン層間距離の変化	信州大学・大塚隼人
202106099	TeO <sub>2</sub> -Ag <sub>2</sub> O-Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub> テルタイトガラスの構造モデリング	名古屋工業大学・早川知克
202106137	X線回折測定による重元素置換したホイスラー化合物の精密構造解析	名古屋工業大学・宮崎秀俊
202106144	Li酸素電池放電生成物のX線回折測定	大阪大学・長谷陽子
202106147	高圧下で合成された微量試料の放射光粉末X線回折測定	名古屋大学・佐々木拓也
202106168	多孔性金属錯体の光反応における構造変化の解明	名古屋大学・日下心平
202106179	銅系光触媒用材料の分析	(地独)東京都立産業技術研究センター・染川正一
2021D6025	リン酸鉄リチウム酸化物材料の結晶構造解	東北大学・小林弘明
2021D6029	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・簗智仁

2021D6037	硫酸鉄ナトリウムの結晶構造解析	東京大学・西村真一
-----------	-----------------	-----------

### BL6N1 (軟X線 XAFS・光電子分光 I)

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202101026	硫黄含有材料の XAFS 分析 1	名古屋大学・八木伸也
2021L1001	Cl, S または P 含有医薬品原薬結晶多形の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典
202102010	土壤のリンの分光分析	東京農工大学・橋本洋平
202102013	全固体電池における黒鉛負極/固体電解質界面の電子状態解析	京都大学・山本健太郎
202102017	硫黄含有材料の XAFS 分析 2	名古屋大学・八木伸也
202102018	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	名古屋大学・吉田朋子
202102023	S-K 吸收端 XAFS による琵琶湖底質の季節調査	関西医大・竹本邦子
202102024	腐植物質とその類縁化合物の生成と消失における構造解明	名古屋大学・片山新太
202102036	X 線吸収微細構造法によるナノシリコンの局所構造解析	名古屋工業大学・宮崎秀俊
202102039	無機固体表面上に創出される原子状活性点の状態解析	名古屋大学・織田晃
202102041	アルミニウム電池材料の軟X線吸収分光解析	立命館立命館大学・折笠有基
2021D2047		
202102050	AlSiO/GaN(0001)構造の化学構造分析	名古屋大学・大田晃生
202102088	無機リン酸複塩中に担持させた銀化学状態の分析	富士ケミカル株式会社【愛知県実地研修】
202103006	有機物含有量の高い土壤におけるリンの形態分析	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構・山口紀子
202103008	硫黄含有材料の XAFS 分析 3	名古屋大学・八木伸也
202103013	S-K 吸收端 XAFS による琵琶湖の夏季に採取した底質の分析	関西医大・竹本邦子
202103015	X 線吸収分光によるリチウム硫黄電池用正極のイオン伝導パス形成および新規蓄電メカニズムの解明	関西大学・計賢
202103022	愛知県の水田土壤におけるリンの化学形態	愛知県農業総合試験場・安藤薰
202103054	アルミニウム電池材料の軟X線吸収分光解析	立命館大学・折笠有基
202103090	鉱物に含まれるリンの化学形態	東京農工大学・橋本洋平
202103104	X 線吸収微細構造法によるアルカリヨウ化物中のヨウ素の酸化状態の解析	名古屋工業大学・宮崎秀俊
2021L3001	Cl, S または P 含有医薬品原薬結晶多形の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典
202104004	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	名古屋大学・吉田朋子
202104014	全固体電池における黒鉛負極/固体電解質界面の電子状態解析 2	京都大学・山本健太郎
202104024	鉱物に含まれる鉄とリンの化学形態	東京農工大学・橋本洋平
202104028	Li <sub>6</sub> PS <sub>5</sub> Cl の溶解再析出による P の化学状態解析	北海道大学・三浦章
202104040	硫黄含有材料の XAFS 分析 4	名古屋大学・八木伸也
202104042	腐植物質とその類縁モデル化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202105013	腐植物質とその類縁モデル化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太
202105040	Si-K XAFS 測定による時効に伴う低炭素鋼中固溶 Si の化学状態変化の追跡	九州大学・西堀麻衣子
202105048	ハイドロ熱処理に関する検討(5)	(国研)日本原子力研究開発機構・高畠容子
202105049	溶融塩蒸留試験にて得られた物質における Cl の形態	(国研)日本原子力研究開発機構・渡部創
202105055	BaO-SiO <sub>2</sub> 結晶化ガラスへの Li <sub>2</sub> O 添加がネットワーク構造に与える影響の解明	九州大学・波多聰

2021D5027	ステンレス鋼上に析出したシリカの化学状態解析 (Si K 吸収端 XANES)	名古屋大学・高濱謙太朗
2021L5002	アルミニウム電池材料の軟X線吸収分光解析3	立命館大学・折笠有基
2021L5005	Cl, S またはI 含有医薬品原薬結晶多形の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典
202106011	ガス分子吸着特性に関わる銀ナノ粒子の化学状態	名古屋大学・吉田朋子
202106021	愛知県の水田土壤におけるリンの化学形態	愛知県農業総合試験場・安藤薰
202106034	TEM 試料軟X線計測導入装置のテスト実験2 (重点M3)	名古屋大学・田渕雅夫
202106044	樹脂表面に直接固定化された金属ナノ粒子の化学状態の解析	大阪大学・清野智史
202106046	水と硫化物固体電解質の反応機構解析	京都大学・山本健太郎
202106050	Peroxymonosulfate を活性化し 1 重項酸素を高収率で生成する 窒化炭素上高担持鉄単原子触媒における添加硫黄の局所構造解析	名古屋大学・田渕雅夫
202106064	S-K 吸収端 XAFS による琵琶湖の流入河川で採取した底質の分析	関西医科大学・竹本邦子
202106069	ハライド塩の処理に関する検討(6)	(国研)日本原子力研究開発機構・高畠容子
202106076	鉱物に含まれるリンの化学形態	東京農工大学・橋本洋平
2021L6002	アルミニウム電池材料の軟X線吸収分光解析3	立命館大学・折笠有基
2021L6005	Cl, S またはI 含有医薬品原薬結晶多形の XAFS 測定	東邦大学・鈴木浩典

### BL7U (真空紫外分光)

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2021L4001	軸配位型フタロシアニン分子系伝導体 TPP[(FePc)(CN) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> 単結晶の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
2021L4004	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
202104026	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
202105044	カーボン層被覆した窒化ホウ素ナノチューブにおける化学結合状態の解析	大阪大学・小林慶裕
202105068	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
202105120	薄膜フォトカソード用メッシュ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
202105142	Al/Si(111)上に表面偏析した極薄 Si 層の光電子分光分析	名古屋大学・大田晃生
202105143	Nb ドープ酸化チタン薄膜の光電子回折計測	静岡大学・下村勝
202105165	全固体電池電解質の組成評価	名古屋市工業研究所・宮田康史
2021L5001	軸配位型フタロシアニン分子系伝導体 TPP[(FePc)(CN) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> 単結晶の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
2021L5004	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
202106015	層状 MAX 相化合物 Zr <sub>3</sub> SnC <sub>2</sub> の角度分解光電子分光	名古屋大学・伊藤孝寛
202106063	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
202106091	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
202106116	高温超伝導候補物質イリジウム酸化物の XAFS 測定	岡山大学・堀江理恵
202106180	チタニア系光触媒用材料の分析	(地独)東京都立産業技術研究センター・染川正一
202106184	腐植物質とその類縁モデル化合物の構造解明	名古屋大学・片山新太

2021L6001	軸配位型フタロシアニン分子系伝導体 TPP[FePc)(CN) <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> 単結晶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)

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202102053	高分子境界膜の X 線反射率計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202102068	AZ31 マグネシウム合金 A6005C アルミニウム合金爆着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
202102082	X 線・中性子反射率法によるシリカ薄膜の相補的構造解析	(一財)総合科学技術総合センター・阿久津和宏
2021L2003	二酸化炭素中でのガス分離用高分子薄膜の構造評価	九州大学・高原淳
202103023	愛知県の水田土壤におけるリンの化学形態	愛知県農業総合試験場・安藤薰
202103062	高分子境界膜の X 線反射率計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202103068	熱酸化ハフニウムの結晶構造評価	名古屋大学・大田晃生
202103082	マグネシウム合金/アルミニウム合金爆発圧着材の残留応力に及ぼす温間圧延の影響調査	名古屋工業大学・成田麻未
202104062	【シンクロトロン光計測入門講習会】測定・解析実習 BL8S1	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202104076	蓄電固体材料の薄膜 X 線回折測定	名古屋大学・石垣範和
202104110	高分子境界膜の X 線反射率計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202104116	金属材料の表面窒化物層の解析	あいち産業科学技術総合センター・加藤正樹
202104121	窒化サンプルの化合物層の評価 【実地研修】	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202104122	熱プラズマ法による Nd-Fe 合金ナノ粉末の合成	(国研)産業技術総合研究所・平山悠介
202104128	マグネシウム合金/アルミニウム合金爆発圧着材における残留応力の測定方向依存性調査	名古屋工業大学・成田麻未
202105115	X 線反射率法によるシリカハイブリッド膜の構造解析	(一財)総合科学技術総合センター・阿久津和宏
202105134	バイオマスを利用した固形燃料の XRD 分析	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202105176	金属ナノ粒子の構造解析	(国研)産業技術総合研究所・平山悠介
202105178	全固体電池電解質の組成評価	名古屋市工業研究所・宮田康史
202105180	グラフェン包接ゼオライト膜の構造	信州大学・大塚隼人
202105181	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(II)	名古屋大学・永岡勝俊
202106024	ソフト化学手法により作製した酸化物超薄膜の構造観察	東京理科大学・藤本憲次郎
202106152	高分子境界膜の X 線反射率計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202106176	マグネシウム合金/アルミニウム合金爆発圧着材における残留応力の測定方向依存性調査	名古屋工業大学・成田麻未
202106185	白色 LED 応用を目的とした新規酸化物および酸窒化物蛍光体の結晶構造解析	加賀学園岡山理科大学・佐藤泰史
202106191	【実地研修】セラミック表面の結晶状態の調査	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章

### BL8S2 (X 線トポグラフィ・X 線 CT : 愛知県)

実験番号	実験名	所属・実施責任者
2021a0001	高分解能 X 線 CT によるアトマイズ金属粉末の内部気孔観察とその低減化技術開発	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0003	キラー欠陥自動検査システム構築に向けたパワーデバイス半導	名古屋大学・原田俊太

	体結晶のX線トポグラフィ法による欠陥評価	
2021a0004	アモノサーマル・HVPE 基板GaN 結晶の欠陥評価	名古屋大学・原田俊太
2021a0010	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2021a0011	BL8S2におけるCFRTCPのX線CT測定について7	あいち産業科学技術総合センター・吉田陽子
2021a0012	放射光トポグラフィによるGaN 結晶の評価	名古屋大学・兼近将一
2021a0013	キラー欠陥自動検査システム構築に向けたパワーデバイス半導体結晶のX線トポグラフィ法による欠陥評価2	名古屋大学・原田俊太
2021a0014	GaN 基板のX線トボ観察実験	名古屋大学・田中敦之
2021a0016	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【重点プロジェクト】
2021a0017	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作成	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0018	AichiSR BL8S2 ビームラインへのX線暗視野 CT 装置によるサンプル撮像実験2	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0019	AichiSR BL8S2 ビームラインへのX線暗視野 CT 装置によるサンプル撮像実験3	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0021	X線CTによる樹脂複合材料内部の観察	名古屋大学・松本昌樹
2021a0025	リチウムイオン電池充放電状態の2次元 XAFS 観察3(重点I 2)	名古屋大学・渡部孝
2021a0026	XAFS-X線CT法による医薬品錠剤の構造解析	東邦大学・野口修治
2021a0031	GaN 基板のX線トボ観察実験	名古屋大学・田中敦之
2021a0032	高分解能 X 線 CT によるアトマイズ金属粉末の内部気孔観察とその低減化技術開発	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0034	CNT シリカ多孔体断熱材の三次元構造観察	名古屋大学・上野智永
2021a0035	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
2021a0036	原子核乾板によるX線画像撮影条件の検討	名古屋大学・原田俊太
2021a0037	AichiSR BL8S2 ビームラインに構築したX線暗視野法に基づく屈折コントラスト CT による酒米の撮影	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0040	X線CTによるコンクリート内部の組織観察	金城学院大学・朴相俊
2021a0041	Y系溶射膜の内部空隙観察	宮城県産業技術総合センター・内海宏和
2021a0045	リチウムイオン電池充放電状態の2次元 XAFS 観察4(重点I 2)	名古屋大学・渡部孝
2021a0046	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[M4]	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0047	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2021a0048	パウダーファンデーション成型体の内部構造観察 [M4]	日本メナード化粧品株式会社・浅野浩志【重点プロジェクト】
2021a0049	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[M4]	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0051	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[M4]	名古屋大学・砂口尚輝
2021a0052	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[M4]	名古屋大学・砂口尚輝

2021a0053	原子核乾板によるX線画像撮影条件の検討II	名古屋大学・原田俊太
2021a0054	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	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0062	ペンデル干渉による単結晶評価	名古屋大学・北口雅曉
2021a0065	X線CT測定	名古屋大学・松本昌樹
2021a0066	BL8S2におけるCFRTTPのX線CT測定について9	あいち産業科学技術総合センター・吉田陽子
2021a0068	触媒内細孔の観察	名古屋大学・山田博史
2021a0070	食品原料の加工による構造変化に関する観察・解析	宮城県産業技術総合センター・羽生幸弘
2021a0074	LIGAプロセスによる超微細構造体作製技術の開発	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0075	高分解能X線CTによるアトマイズ金属粉末の内部気孔観察とその低減化技術開発	名古屋大学・櫻井郁也
2021a0077	X線CT測定	名古屋大学・松本昌樹
2021a0081	ダイヤモンドの転位および歪み測定	名古屋大学・田渕雅夫
2021a0082	LIGAプロセスによる超微細構造体作製技術の開発	名古屋大学・櫻井郁也

### BL8S3 (広角・小角X線散乱)

※は公開延期の申請があったもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202102037	小角散乱法による分散微粒子の構造解析	名古屋工業大学・山本勝宏
202102059	モモ果実の軟化に関与するExpansinの成熟過程における細胞壁構造変化的直接観察	近畿大学・石丸恵
202102104	高分子境界膜のX線反射率計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
2021D2041	疎水性相互作用を有するデュアルネットワークゲルの構造解析	北海道大学・中島祐
202103018	Microstructure study of carbon nanotubes nanocomposites with aromatic polyamides	信州大学・竹内健司
202103061	ATP加水分解過程でのミオシンの構造ダイナミクス	名古屋大学・杉本泰伸
202103077	繰り返し伸長下における環動ゲルの伸長誘起結晶化観察	東京大学・眞弓皓一
202103084	ジレコニウム酸化物固相の溶解機構の解明のための表面分析	京都大学・小林大志
202103091※	シリカ含有ポリマーの相構造調査	名古屋工業大学・林幹大
202103096	アルミニウム合金のX線小角散乱	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202103098	SAXSによるポリマーのメソスケール構造の測定と解析	金沢大学・瀧健太郎
202104063	【シンクロトロン光計測入門講習会】測定・解析実習 BL8S3	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和
202104097	エレクトロスピニング法によって得られるナノファイバー膜の構造解析	名古屋大学・高橋倫太郎
202104099	熱可塑性エラストマーのポリマーアロイ構造の分析	福井大学・山下義裕
202104119	有機修飾金属酸化物ナノ粒子の溶液中での分散・凝集挙動追跡	東北大学・西堀麻衣子
202104120	結晶性成分を含む三元共重合体エラストマーの高次構造と力学物性	滋賀県立大学・竹下宏樹
202104124	広角X線による炊飯米および米粉の結晶化度の測定	宮城大学・庄子真樹
202104127	Zn含有ナノ粒子分散ポリマーブレンドの構造解析	愛知工業大学・福森健三
202105087	小角散乱によるRTa <sub>3</sub> O <sub>9</sub> の構造解析	(一財)ファインセラミックスセンター・松平恒昭
202105101	小角散乱法による溶媒分散微粒子の構造解析	名古屋工業大学・山本勝宏
202105135	バイオマスを利用した固形燃料のX線小角散乱測定	あいち産業科学技術総合センター・野本豊和

202105149	フルオロエラストマーとイオン液体からなるイオングルの構造解析	名古屋大学・高橋倫太郎
202105154	高分子潤滑油の小角 X 線散乱計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202105157	広角 X 線による豚筋肉細胞水溶性成分の結晶評価	宮城大学・須田義人
202105163	ガンマ線照射によるポリオレフィンの結晶ラメラ構造変化	滋賀県立大学・竹下宏樹
202105164	米の内部構造が食味に及ぼす影響の解明	愛知県農業総合試験場・谷俊男
202105167	Al 合金の X 線小角散乱（2）	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202105175	木材の物性予測モデル構築に向けたミクロフィブリル傾角計測	京都大学・小林加代子
2021D5037	小角 X 線による豚筋肉細胞水溶性成分の結晶評価	宮城大学・須田義人
202106126	セルロースナノファイバーの凝集構造解析	宮城県産業技術総合センター・遠藤崇正
202106131	ブロック共重合体が形成する新規ミクロ相分離構造4	名古屋工業大学・山本勝宏
202106151	熱可塑性エラストマーのポリマーアロイ構造の分析	福井大学・山下義裕
202106153	高分子潤滑油の小角 X 線散乱計測	名古屋大学・伊藤伸太郎
202106163	ATP 加水分解過程でのミオシンの構造ダイナミクス	名古屋大学・杉本泰伸
202106170	有機修飾金属酸化物ナノ粒子コンポジットの凝集状態評価	東北大学・西堀麻衣子
202106171	有機修飾金属酸化物ナノ粒子の溶液中での分散・凝集挙動追跡	東北大学・西堀麻衣子
202106172	ベシクルのサイズ計測	東京大学・内山聖一
202106173	有機配位子共存下におけるジルコニウムコロイドの分析	京都大学・小林大志
202106181	Pt ナノ粒子の粒子径・粒子間距離の測定	株式会社アヤボ【愛知県実地研修】
202106186	鉄鋼材料の X 線小角散乱	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202106188	トリプロック共重合体 2 様ブレンドから形成される準周期性、あるいは近似結晶性ミクロ相分離構造の精密構造解析	名古屋大学・高野敦志
202106189	SAXS によるポリマーのメソスケール構造の測定と解析	金沢大学・瀧健太郎

### BL11S2 (硬 X 線 XAFS II )

※は公開延期の申請があつたもの

実験番号	実験名	所属・実施責任者
202102001	複合酸化物触媒の XAFS 測定	名古屋大学・畠次智
202102002	新規蛍光体材料における発光中心イオンの配位環境及び価数制御と発光強度向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202102007	新2連ミラーの試験利用（重点M3）	名古屋大学・田渕雅夫
202102022 ※	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
202102049	オープンメタルサイトをもつ MOF の XAFS スペクトルの蒸気導入圧および結晶形態依存性の解明	名古屋大学・坂本裕俊
202102060	環境触媒の XAFS 測定	名古屋大学・小澤正邦
202102078	ナノ粒子触媒の XAFS 測定	名古屋大学・小澤正邦
202103001	新2連ミラーの試験利用（重点M3）	名古屋大学・田渕雅夫
202103010	Fe 触媒からの単層カーボンナノチューブ成長過程のその場 XAFS 測定	名城大学・丸山隆浩
202103026	2021 年度 XAFS 夏の学校測定実習②	名古屋大学・小川智史
202103047	蓄電材料の電子状態分析	東北大学・小林弘明
202103049	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
202103050	NTA アミド系吸着材に吸着されたパラジウム元素の構造解析	東京都市大学・松浦治明

202103051	ナノ粒子触媒の XAFS 測定	名古屋大学・小澤正邦
202103072	Cu 系試料の XAFS スペクトル測定【実地研修】	JX 金属株式会社【愛知県実地研修】
202104011	ArO <sub>2</sub> キャリアガスを用いたときの Co 触媒からの単層カーボン ナノチューブ成長過程のその場 XAFS 測定	名城大学・丸山隆浩
202104019	新2連ミラーの試験利用（重点M3）	名古屋大学・田渕雅夫
202104021	新規蛍光体材料における発光中心イオンの配位環境及び価数制御と発光強度向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202104048	重元素を用いた電池材料の XAFS 解析	立命館大学・折笠有基
202104057	Mn 固溶 TiO <sub>2</sub> 上に担持された RuO <sub>x</sub> の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202104059	MOF-on-MOF 型複合多孔性材料の積層薄膜構造の解明	京都大学・大竹研一
202105003	NTA アミド系吸着材に吸着されたパラジウム元素の構造解析	東京都市大学・松浦治明
202105004	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
202105006	酸化物固定化金属錯体の XAFS 測定	名古屋大学・畠次智
202105009	單原子触媒の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202105010	Ir 触媒からの単層カーボンナノチューブ成長過程のその場 XAFS 測定	名城大学・丸山隆浩
202105016	生理障害を発生したイチゴの葉の無機元素マッピング	宮城大学・菊地郁
202105052	複合型 MOF の吸着状態制御下での XAFS スペクトル計測	名古屋大学・坂本裕俊
202105059	Ce <sub>2</sub> Pt <sub>6</sub> X <sub>15</sub> 系の X 線吸収分光	(公財)科学技術交流財団・岡島敏浩
202106004	貴金属単原子含有卑金属酸化物表面触媒の局所構造解析	名古屋大学・織田晃
202106006	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(III)	名古屋大学・永岡勝俊
202106007	イネ種子の無機分析	宮城大学・鳥羽大陽
202106008	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
202106019	酸化物固定化金属錯体・金属ナノ粒子の XAFS 測定	名古屋大学・畠次智
202106022	Ni-Au ナノ粒子の合金相における局所構造の EXAFS 解析	名古屋大学・小川智史
202106023	シンクロトロン光を用いた紺葉の外観変化の調査	あいち産業科学技術総合センター・村井崇章
202106065	バナジウム系量体化物質の局所構造解析	名古屋大学・片山尚幸
202106070	環状ネットワーク侵入型発光中心の価数評価	山形大学・北浦守
202106098	赤外反射率の高い黒色顔料の構造と電子状態分析	名古屋工業大学・早川知克
202106103	Li-Ta-Ti-OMn 蛍光体の MgO 添加による価数制御と発光特性向上の取り組み	豊橋技術科学大学・中野裕美
202106107	酸化物蓄電材料の電子状態分析	東北大大学・小林弘明
202106110	硫化態金属の濃度測定	早稲田大学・所千晴
2021D6007	NTA アミド吸着材及び溶媒の Pd 錯体構造解析	(国研)日本原子力研究開発機構・渡部創

## 6.2 成果公開無償利用事業成果報告

AichiSR 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、2021 年度に採択された課題は以下のとおり。

なお、成果報告書の内容は、AichiSR ホームページで公開されている。

【掲載ページ URL】

<https://www.aichisr.jp/publication/report/2021/2.html>

【QR コード】



実験番号	実験課題名	実施企業等
2021P0101	冷間鍛造の潤滑皮膜形成プロセスにおけるウェットblastによる素材前処理の効果検証	マコー株式会社
2021P0103	軟 X 線 XAFS スペクトルからの物性予測	株式会社デンソー
2021P0104	ボーンチャイナ用結晶釉薬の発色・発現機構の解明とその安定化に向けた応用技術の開発	鳴海製陶株式会社
2021P0105	$\alpha\text{-SiO}_2/\text{Si}$ の GI-PDF(grazing-incidence Pair distribution functions)による局所構造解析	株式会社 日産アーク
2021P0106	MA-VHP で in-situ 合成した FeAl 基 ODS 焼結体のシンクロトロン光による XRD 解析	豊臣熱処理工業株式会社
2021P0107	X 線イメージングによる口腔内崩壊錠 (OD 錠) の導水過程および崩壊挙動観察	株式会社ダイセル
2021P0108	結晶構造解析によるプロスタグラジン D2 合成酵素阻害剤のスクリーニング	株式会社丸和栄養食品
2021P0109	単分子検出を可能とする多層グラフェンバイオセンサーの開発 ※	学校法人東洋大学 株式会社三和
2021P0110	粉体 Materials Genome プロセスによる全固体電池用固体電解質の探索 ※	東京理科大学 株式会社デンソー
2021P0112	絶縁性有機材料の NEXAFS 測定を可能にする金属・カーボン薄膜蒸着条件の確立	JSR 株式会社
2021P0113	XAFS を用いた Pt/Nb-SnO <sub>2</sub> ナノ粒子の微細構造解析 ※	広島大学 株式会社キャタラー
2021P0114	軟X線 XAFS 並びに光電子分光法による ALPS 沈殿系廃棄物のリノ酸塩固化体構成元素の電子状態解	東京工業大学 日立 GE ニュークリア・エナジ一株式会社
2021P0115	全固体電池の XAFS 解析	株式会社 日産アーク
2021P0117	X 線回折による超高精細スクリーン印刷用ステンレスメッシュの研究開発	アサダメッシュ株式会社
2021P0119	Tender-X線を用いた分光測定による高分子材料の深さ依存性評価法の確立	株式会社メニコン
2021P0120	蛍光 XAFS 測定における空間分解能の向上手法の開発	株式会社 SOKEN



## 7. 委員会



## 7 委員会

AichiSR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	2021年6月7日(月)
	開催場所	オンライン開催
	議題	2020年度事業報告について
第2回	開催日	2022年3月2日(水)
	開催場所	オンライン開催
	議題	2022年度年間運営計画（案）について 設備・機器の整備・高度化計画について

### 7.2 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：2021年5月13日（木）

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 その他委員会

- (1) 業務安全管理委員会 毎月1回開催（10月、2月を除く）
- (2) 放射線安全管理委員会 2回（6月、3月）開催

## 8. 安全管理

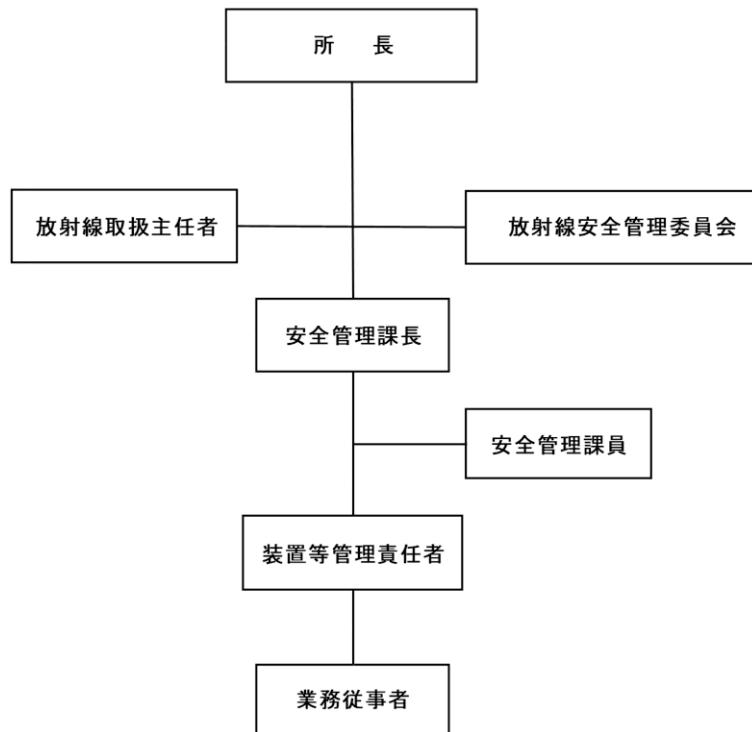


## 8 安全管理

### 8.1 放射線管理

#### (1) 管理体制

AichiSR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）抜粋

#### (2) 従事者登録

2021年度 AichiSR 放射線業務従事者登録数 694名

#### (3) 職員用放射線業務従事者教育訓練講習会

職員用の講習会を次の日程で開催した。（いずれも再教育）

11月29日（月）13:30～15:00 参加者：（会場）8名、（オンライン）13名

12月20日（月）13:30～15:00 参加者：（会場）4名、（オンライン）6名

## 8.2 その他

ユーザーが持ち込む試料や化学薬品等について、法令や所則に基づき、安全審査を実施している。センターの運営に必要な資格で、職員が保有している主なものは以下のとおり。

- ・ 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
- ・ 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 電気

AichiSR の電気は、2021 年 4 月から 12 月まで株式会社ホープ、2022 年 1 月から 3 月まで中部電力株式会社から知の拠点の受電設備を経由して供給された。6,600V で受電した電気を、当センターで 420V、210V、105V に降圧して使用している。

(上段) 月別電気使用量 (単位 : kwh) ／ (下段) 月別電気使用料金 (単位 : 円)

2021 年 4 月	5 月	6 月	7 月	8 月	9 月
292,500	396,350	425,660	437,110	355,380	408,980
3,715,730	5,240,462	5,675,848	6,282,673	5,163,111	6,062,117

10 月	11 月	12 月	2022 年 1 月	2 月	3 月	2021 年度 合計
357,520	404,930	418,950	437,100	395,130	410,390	4,740,000
5,194,742	6,011,127	6,398,706	8,497,839	8,399,902	9,072,361	75,714,618

### 9.2 水道

AichiSR 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。

(上段) 水道使用量 (単位 : m<sup>3</sup>) ／ (下段) 水道使用料金(単位 : 円)

2021 年 3~5 月	5~7 月	7~9 月	9~11 月	11 月～ 2022 年 1 月	2022 年 1~3 月	2021 年度 合計
661	782	835	604	774	660	4,316
190,135	227,403	243,727	172,579	224,939	189,827	1,248,610

## 10. 運営



## 10 運営

### 10.1 過去 5 年間の予算・利用料収入の推移

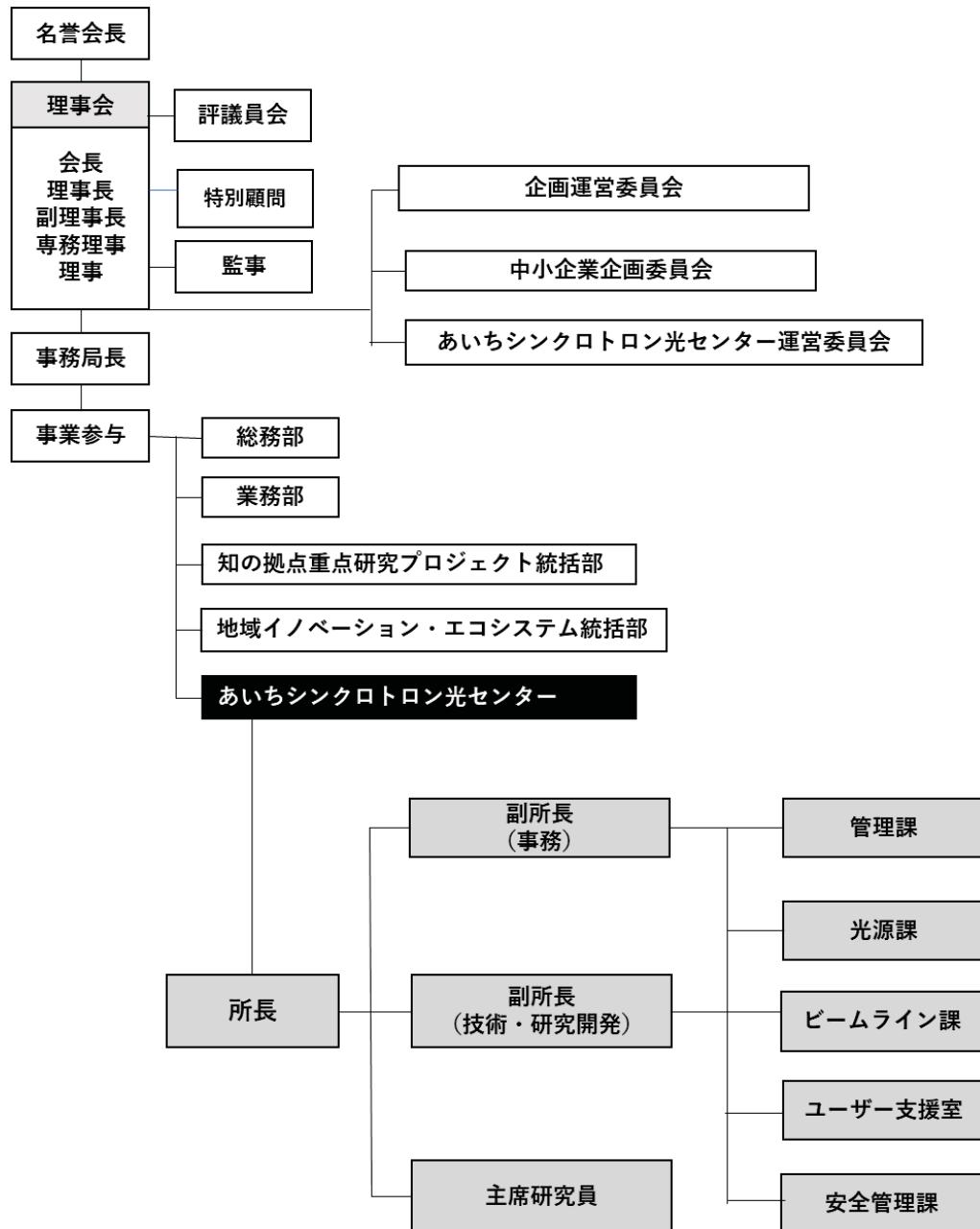
(単位：千円)

	2017 年度	2018 年度	2019 年度	2020 年度	2021 年度
予算額	585,793	507,851	519,566	595,614	561,849
利用料収入額（実績）	191,370	194,703	207,780	215,249	219,696

※予算額は、外部資金及び委託費を除く。

### 10.2 運営組織

#### (1) 公益財団法人科学技術交流財団 組織図



(2) スタッフ名簿

(2022年3月末時点)

所長	國枝 秀世	
副所長	澤田 篤	
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	
光源課		
主幹研究員	高嶋 圭史	
主任技術研究員	石田 孝司	
研究員	藤本 將輝	
研究員	郭 磊	
SES	金木 公孝	
SES	森里 邦彦	
SES	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 優拓	
係長	恩田 康佑	
ビームラインスタッフ		
BL1N2	主任技術研究員	杉山 陽栄
	技術研究員	村瀬 晴紀
BL5S1	主任技術研究員	福岡 修
	SES	廣友 稔樹
BL5S2	主任技術研究員	中西 裕紀
	SES	佐久間 靖博
BL6 N1	主任技術研究員	陰地 宏
	主任技術研究員	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	SES	山本 健一郎
	外來技術員	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
BL8S3, BL11S2	SES	福永 正則
	SES	加藤 弘泰
BL11S2	技術研究員	須田 耕平
ユーザー支援室		
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	
研究員	Iesari Fabio	
主事(事務専門職員)	塚田 幸	
パートナー職員	中上 悅子	
安全管理課		
副所長ほか 16名兼務		
特別フェロー(名誉所長)	竹田 美和	
産業利用アドバイザー	田代 孝二	
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	東 博純	
光源アドバイザー	大熊 春夫	
アドバイザー	花木 博文	

SES=スプリングエイトサービス

### 10.3 委員名簿

#### (1) 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
池口 達治	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
磯村 典武	株式会社豊田中央研究所 エマージング研究部門 分析研究領域 リーディングリサーチャー
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 分子科学研究所 極端紫外光研究施設 特任教授特任教授
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
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
佐宗 章弘	国立大学法人東海国立大学機構（名古屋大学）機構長補佐（副総長）
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
鈴木 貞彦	丸ス釉薬合资会社 代表社員
竹内 恒博	学校法人トヨタ学園豊田工業大学 教授
田中 三郎	国立大学法人豊橋技術科学大学 副学長
富田 衷子	国立研究開発法人産業技術総合研究所 中部センター 材料・化学領域 極限機能材料研究部門 ナノポーラス材料グループ 主任研究員
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
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
村上 涼	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

(2) 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
國枝 秀世	あいちシンクロトロン光センター 所長
竹田 美和	あいちシンクロトロン光センター 特別フェロー
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
砥綿 真一	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
田渕 雅夫	名古屋大学シンクロトロン光研究センター 教授
加藤 久也	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
小久保 弘樹	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	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 支援職員（研究者）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)	田渕 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)	梅名 泰史
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)	枚本 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)	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	シンクロトロン光研究センター特任助教	(研究員)	藤本 將輝
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

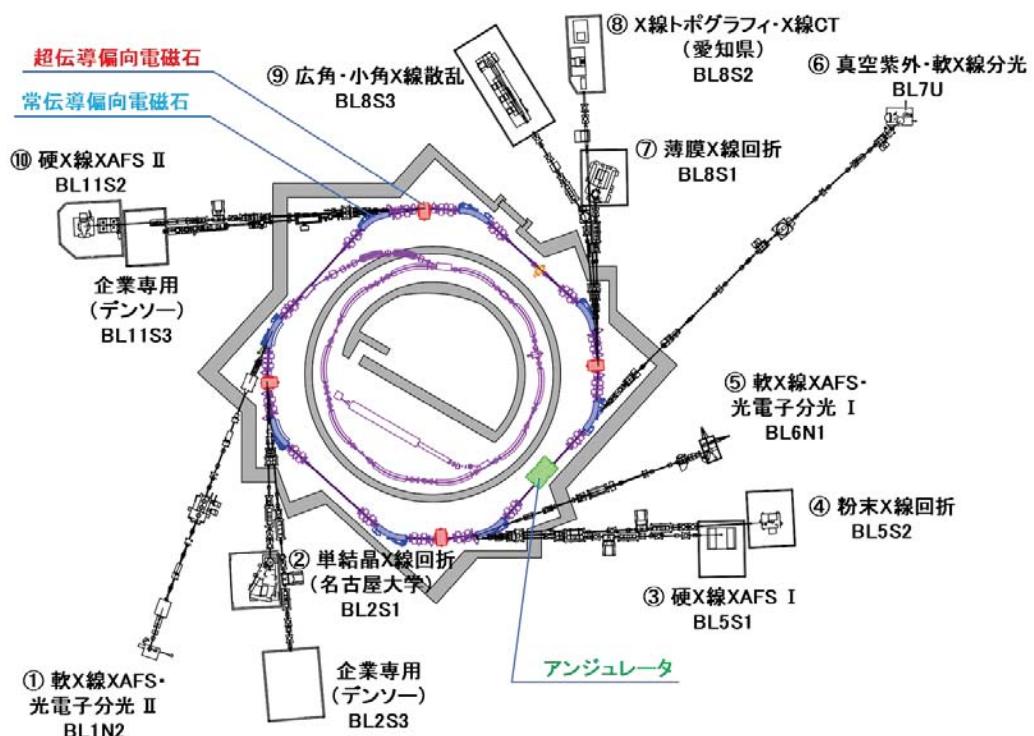


## 付録



AichiSR

## ビームライン配置図



## 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【S-band】	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 : 48m 自然エミッタنس : 200nm·rad
蓄積リング	蓄積電子エネルギー : 1.2GeV、周長 : 72m 自然エミッタنس : 53nm·rad、蓄積電流 : 300mA
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」「高藏寺」（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 7km
- 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 3km
- 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 800m

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 2021年度 年次報告  
2022年11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



あいちシンクロtron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  
<https://www.aichistr.jp/>