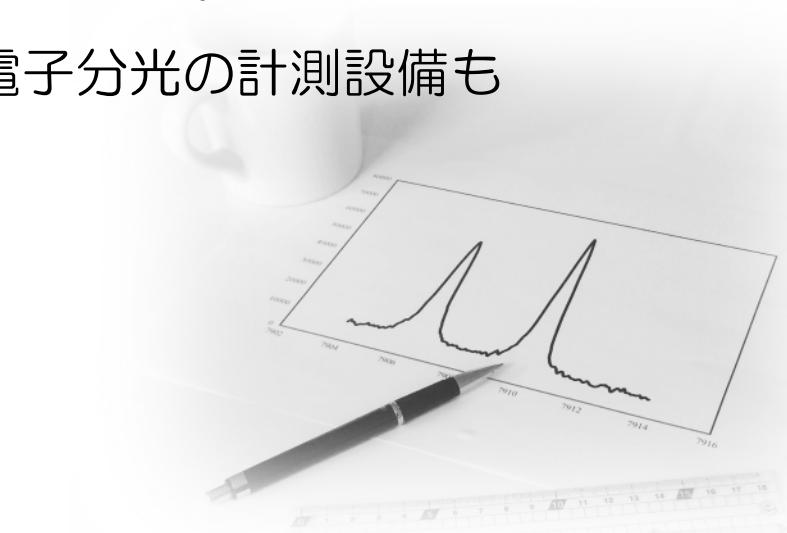


兵庫県が提供する放射光の産業利用設備

SPring-8 兵庫県ビームライン BL08B2、BL24XUは
産業が利用する実験施設である。XAFS、小角X線散乱、
X線回折、光電子分光、イメージング・CT、マイクロ
ビーム応用など様々な分析機能を備えている。

今期より、ラボ線源による硬X線光電子分光の計測設備も
供用を開始する。

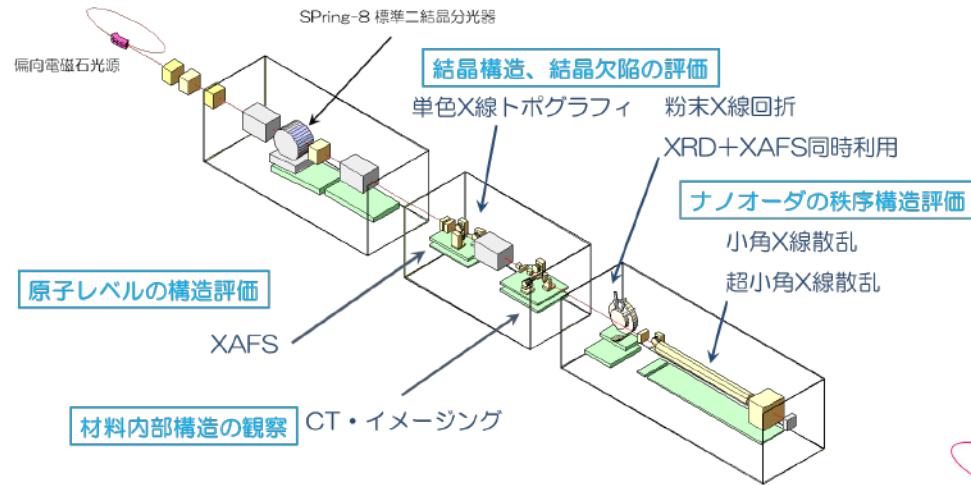
最先端の放射光利用技術を通じて、
産業界のものづくりを支援していく。



目次

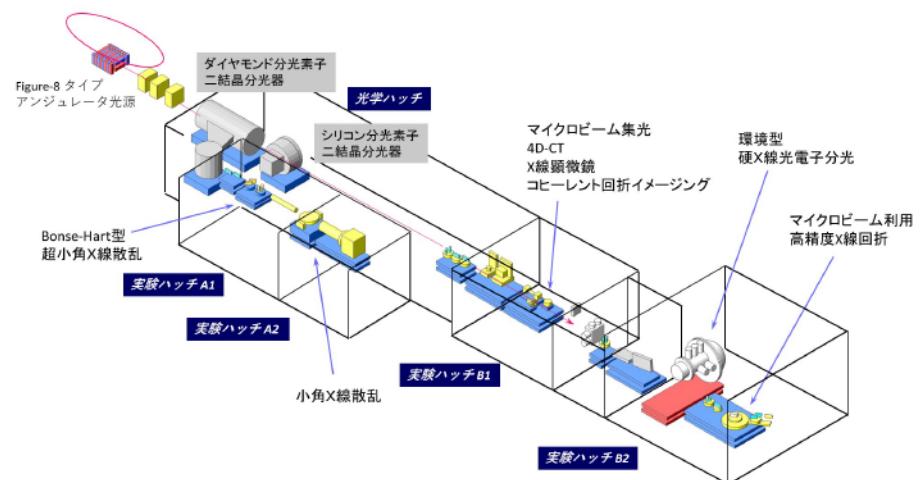
• 兵庫県ビームライン利用・料金体系	4
• BL08B2&BL24XU 小角X線散乱	7
• BL08B2&BL24XU CT・イメージングステーション	14
• BL08B2 X線吸収微細構造(XAFS)	19
• BL24XU 微小領域高精度回折・明視野トポグラフィ	22
• BL24XU X線マイクロビームX線回折+蛍光分析	25
• BL24XU コヒーレント回折イメージング	28
• 放射光研究センター ラボ硬X線光電子分光	31
• 放射光+データサイエンスの取り組み	35
• 兵庫県ビームラインに関するお問い合わせ	37

兵庫県ビームライン SPring-8 BL08B2 & BL24XU

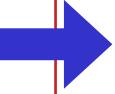


偏向電磁石光源

アンジュレータ光源



兵庫県ビームライン利用について

利用区分	利用手続き	
	兵庫県BL	JASRI
一般利用	<ul style="list-style-type: none">①課題申請書申請②課題審査③課題番号連絡④利用契約締結⑤スケジュール登録⑥ビームタイム決定	<ul style="list-style-type: none">①SPring-8ユーザー登録②外来放射線作業者登録申請③利用計画書申請④安全審査⑤利用申込書、試料および薬品等持ち込み申請 
共同研究利用	<ul style="list-style-type: none">・兵庫県と共同研究契約締結・利用手続きは一般利用と同じ	
測定代行	<ul style="list-style-type: none">・放射光研究センタースタッフが測定を代行・利用手続きはすべて放射光研究センターにて実施・受託研究申込書を実施の10日前までに事務局へ提出・事前に測定方法、結果報告の形態について取り決める	
アカデミア利用	<ul style="list-style-type: none">・課題申請者・実験責任者はアカデミアに限定・BL08B2利用のみとし、原則XAFS利用に限る・課題申請は隨時受付	



兵庫県ビームライン料金体系

区分	利用料 (税込)	成果専有料 (税込)	備考
一般利用	12時間：330,000 円 24時間：605,000 円	39,000 円／時間	12時間を超える利用 は24時間利用とする
アカデミア利用	8時間（1シフト）： 99,000 円 12時間（1ハーフ）： 148,500 円	—	別途消耗品代 10,720 円が必要
測定代行	実験手法ごとに別に 定める	利用料に含める	—
中小企業利用	県内企業： 22,000 円／時間 県外企業： 27,500 円／時間	39,000 円／時間	1企業あたり月1回、 2時間の利用を限度 とし、これを超える 利用については一般 利用と同じ



HAXPES-Lab(硬X線光電子分光装置)ご利用について

要目	概要
装置の概要	真空中で硬X線を試料に照射し、光と物質の相互作用によって発生する光電子のエネルギーを検出。非破壊的に、表面から数十ナノメートルまでの深さ領域にある元素の同定、定量分析、化学結合状態分布を得ることができます。
装置利用料	<ul style="list-style-type: none">● 装置利用（利用者自身で測定） 12,000円/時間（税込み）● 測定代行（測定資料を郵送） 30,000円/時間（税込み）<ul style="list-style-type: none">・ 初回利用時は利用者講習の受講が必要。ご利用時間の枠内で実施。・ 利用者講習では、装置説明、使用方法の説明、測定実習をご説明。 ユーザーの試料を用いた実習も可能。
利用方法	<p>WEB予約システムにて申込可能。</p> <ul style="list-style-type: none">● 事前に測定試料、測定数、等の情報必要。● 測定代行のご利用についてはご相談を。 <p>※ユーザーからご提供いただきます情報に関しては、当方の事前準備の対応のみに利用させていただきます。この範囲を超えて情報を利用させていただく必要が生じました場合、その目的と利用範囲をご相談させていただき、ご同意を得るものとします。</p>
問合せ先	公益財団法人ひょうご科学技術協会 放射光研究センター TEL : 0791-58-1452 FAX : 0791-58-1457 office@hyogo-bl.jp

BL08B2 & BL24XU

小角X線散乱

材料中のナノスケール構造の評価

マイクロビームSAXS

動的SAXSや他手法との同時SAXS測定

担当 ひょうご科学技術協会 放射光研究センター

桑本

0791-58-0803-3620

kuwamoto@hyogo-bl.jp

BL08B2小角X線散乱ステーション

数ナノメートル～数ミクロンの秩序構造分析
分解能の幅広い選択性と様々な測定手法を提供

幅広いエネルギーと測定レンジ

エネルギー 6 ~ 37 keV

カメラ長 0.5~6 m, 10 m, 16 m



様々な測定手法・各種同時測定

小角/広角散乱同時測定 (SAXS/WAXS)

斜入射小角散乱測定 (GI-SAXS)

極小角X線散乱測定 (Ultra-SAXS)

せん断流下SAXS測定 (Rheo-SAXS)

Quick-XAFS/SAXS同時測定

SAXS・XAFS用
多試料自動測定装置
• 80試料搭載
• SAXS/WAXS対応

利用可能なユーティリティ

加熱ステージ (-190~600 °C、室温~1500 °C)

せん断セル、多試料自動測定装置等多数

多検体測定、測定・データ解析自動化
→データサイエンスへの応用強化中

BL08B2+BL24XU SAXS

Energy : 8~10 keVの場合

カメラ長→

d (nm) 0.1

BL24XU BH-USAXS

6,000 nm

BL08B2 Ultra-SAXS 16 m

1,000 nm

BL08B2 Normal-SAXS 0.5 ~ 6 m

350 nm

1

10

100

1,000

10,000

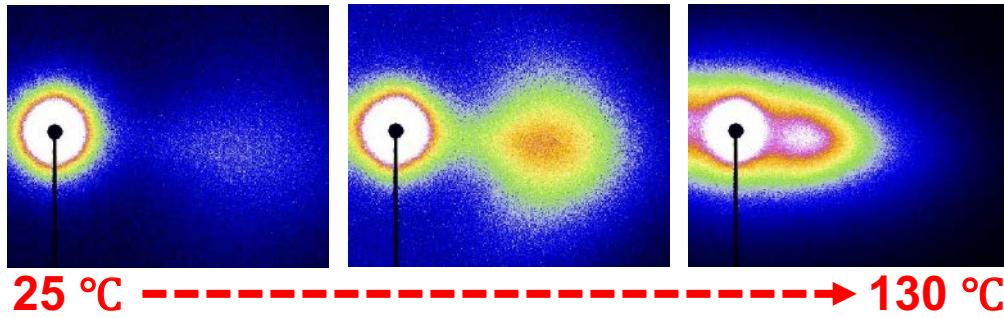
その場観察機能・高エネルギー計測向け整備

加熱過程のその場観察



冷却加熱ステージ
温度範囲 -190~600 °C

配向性PEフィルムの加熱測定 兵庫県ビームライン年報・成果集vol.6より

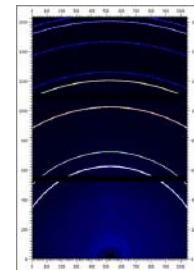
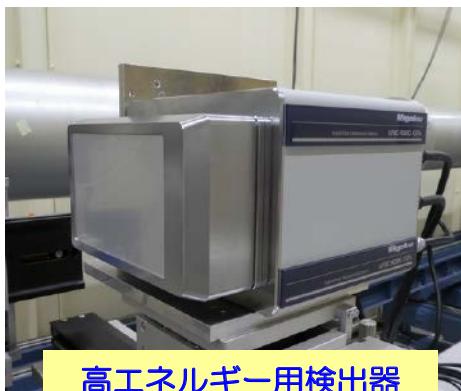


ユーティリティ機器の加熱炉を利用
その場観察で構造変化を捉えた

高エネルギーSAXS測定整備

~37keVの高エネルギーSAXS測定が可能

- ・金属材料中のナノ構造の統計・定量的評価
- ・高濃度・低透過率試料の測定
- ・試料交換口ボットによる自動測定可能
- ・大面積CdTeセンサー半導体検出器を整備

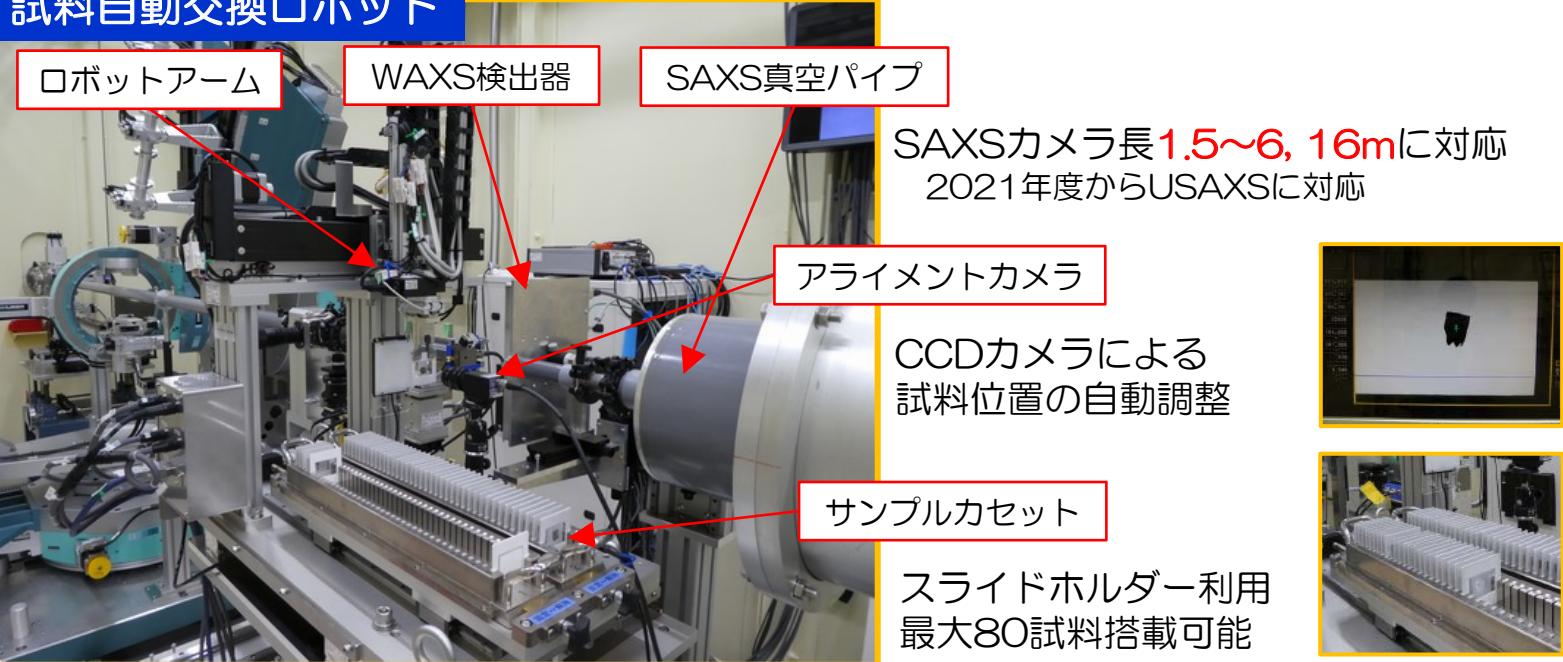


高エネルギー用検出器
Rigaku UFXC-9000 CdTe

ピクセルサイズ
: 75μm/pixel
検出面積(pixels)
: 1041x1634

試料交換ロボットによる自動SAXS測定機能

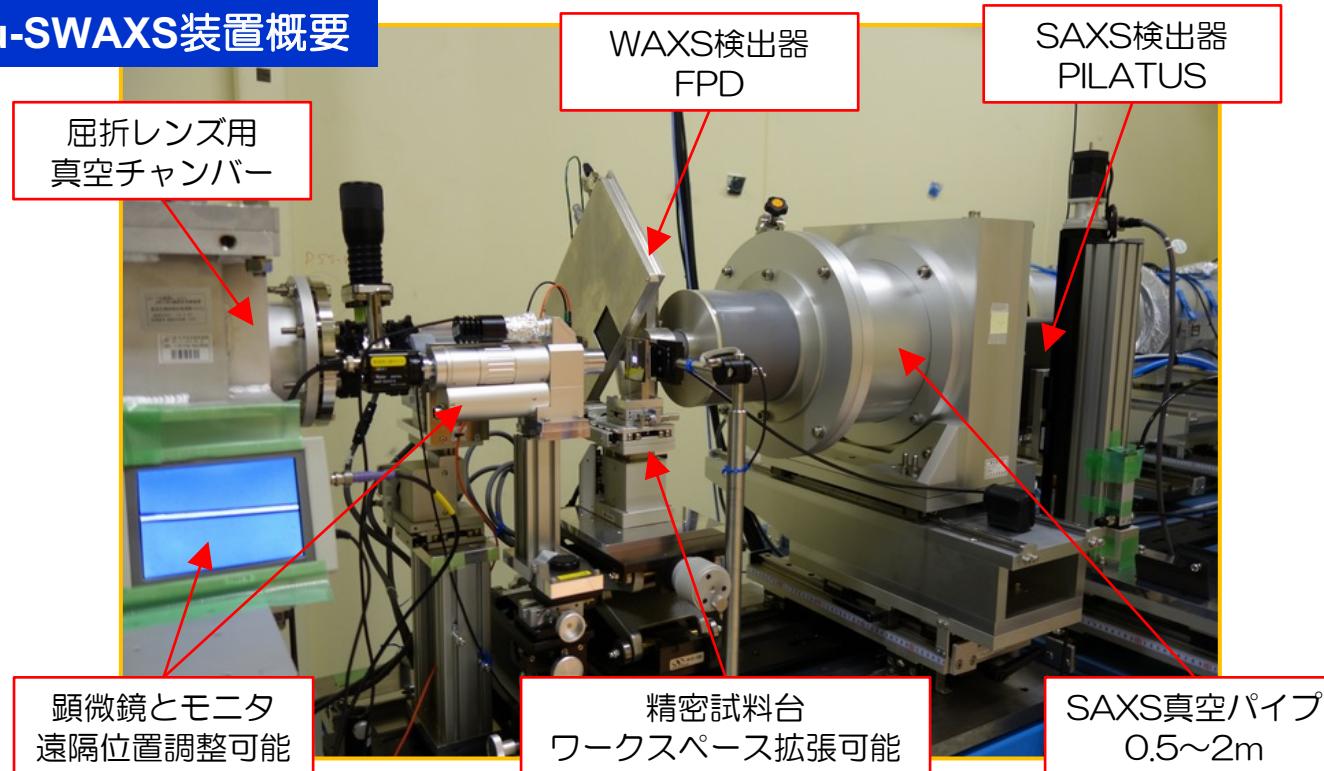
試料自動交換ロボット



- 利用可能手法 SAXS、SAXS/WAXS、XAFS
- 搭載可能試料数 80試料（スライドホルダ利用）
- 試料形状 ペレット、フィルム、小片、キャピラリーに対応
- アライメント CCDカメラによる画像認識
- 装置調整時間 約90分 一般利用中の載せ替えに対応
(例えば日中その場観察測定し夜中自動測定)
- 受託研究での利用推奨

BL24XU マイクロビーム-SWAXS

μ -SWAXS装置概要



屈折レンズによる高強度集光ビーム

エネルギー : 10 keV

照射サイズ : **2.5 x 3.0 or 5 x 5 μm^2**

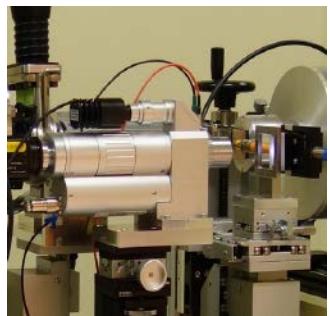
フォトン数 : **4 ~ 5 x 10⁹ photons/sec.**

カメラ長 : 0.5 ~ 2 m (真空パイプ)

- SAXS/WAXS同時測定
- 加熱炉、引張機等のユーティリティ利用可
- 顕微鏡を利用したピンポイント測定
- 自動ステージによる2Dスキャン測定

マイクロビームSAXS 応用例

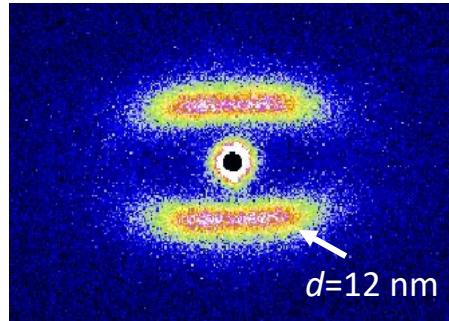
細纖維の構造評価



ズーム顕微鏡

ポリエチレン纖維 $\phi 40 \mu\text{m}$

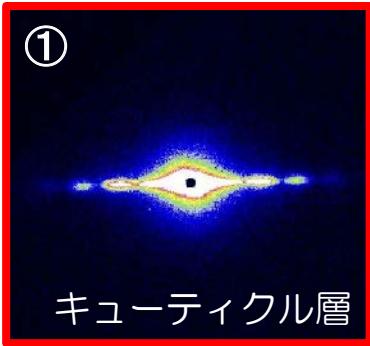
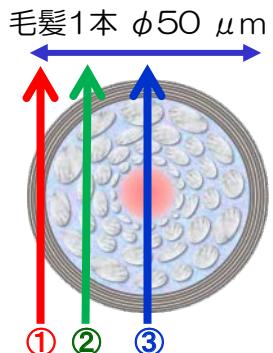
測定

マイクロフィブリル内微結晶ドメイン構造
細纖維1本で
解析可能な散乱像を取得可能

顕微鏡を利用した試料位置調整機構により
細纖維でも容易にビーム照射位置を調整可能

毛髪1本の構造評価

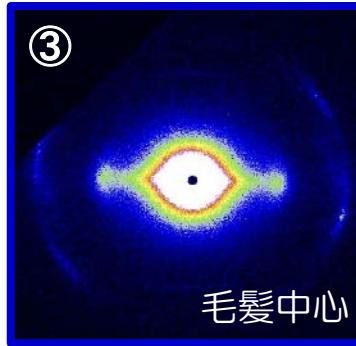
各照射位置5~10秒で高速スキャニング測定



キューティクル層



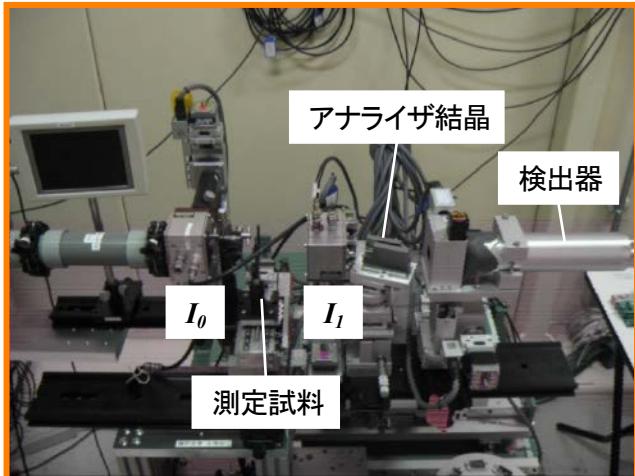
コルテックス領域



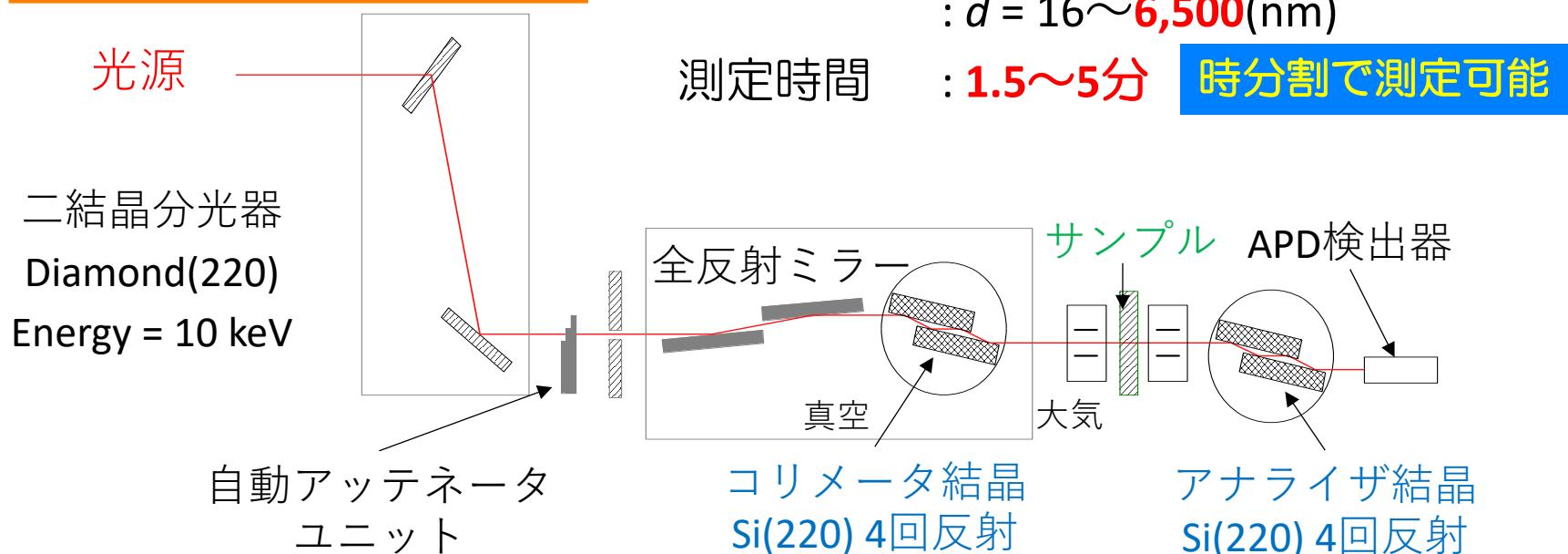
毛髪中心

毛髪1本の中で領域ごとに区別して構造評価を実行した

BL24XU Bonse-Hart型USAXS



数十ナノから数ミクロンの長周期構造・凝集体構造が評価できる



エネルギー : 10.0 keV

角度分解能 : 0.0000111 deg/step

測定領域 : $q = \textcolor{red}{0.0094} \sim 0.4(\text{nm}^{-1})$
 $: d = 16 \sim \textcolor{red}{6,500}(\text{nm})$

測定時間 : **1.5～5分** 時分割で測定可能

BL08B2 & BL24XU CT・イメージングステーション



材料内部のサブミクロン～ミクロン構造の可視化

高速3次元イメージング

担当 ひょうご科学技術協会 放射光研究センター

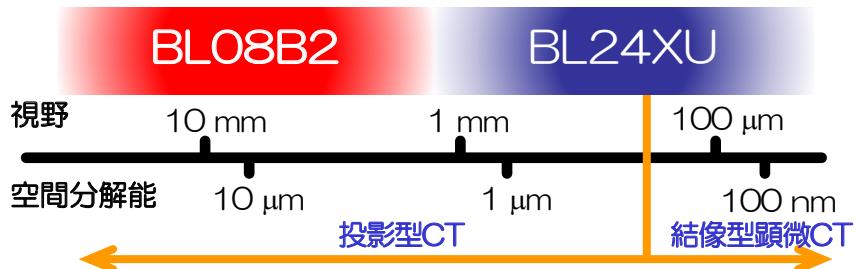
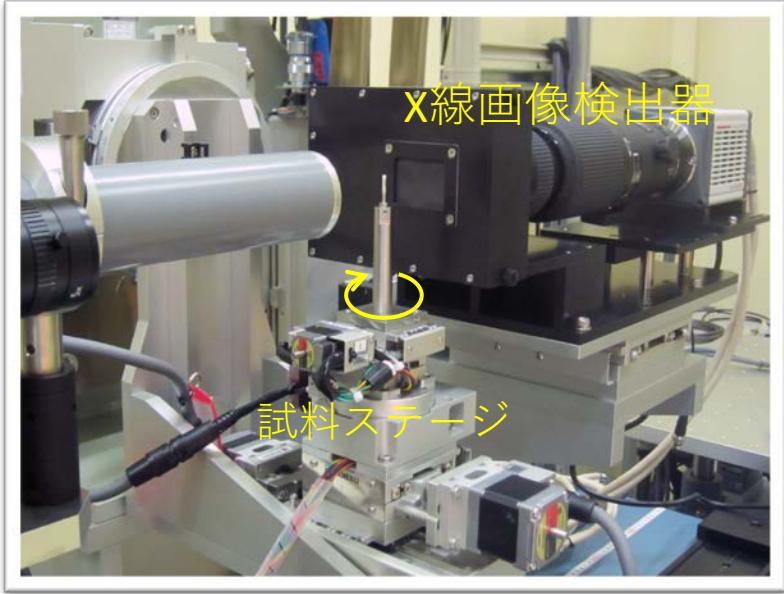
漆原

0791-58-0803-3621

urushihara@hyogo-bl.jp

CT・イメージング

材料の内部構造をサブミクロン～数ミクロンで可視化



測定条件

- 光子エネルギー： 5 ~ 37 keV
- 空間分解能： 0.325 ~ 6.5 $\mu\text{m}/\text{pixel}$
- 観察視野： 0.66 ~ 13 mm四角

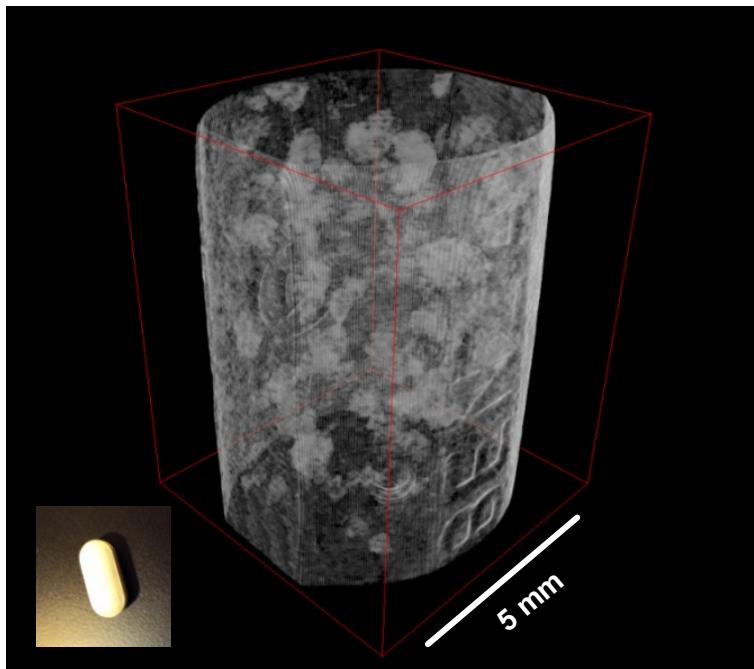
測定手法

- ラミノグラフィ： 平板試料に対応
- 時分割測定： ~ 100 frame/s
⇒ 1CT当たり数秒
2Dイメージなら0.1秒以下の変化を追跡可能
- 結像型X線顕微鏡：
光子エネルギー： 7 ~ 10 keV
空間分解能： 0.060 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ ~
観察視野： 0.1 mmH x 0.15 mmW

投影型CT (BL08B2 & BL24XU)

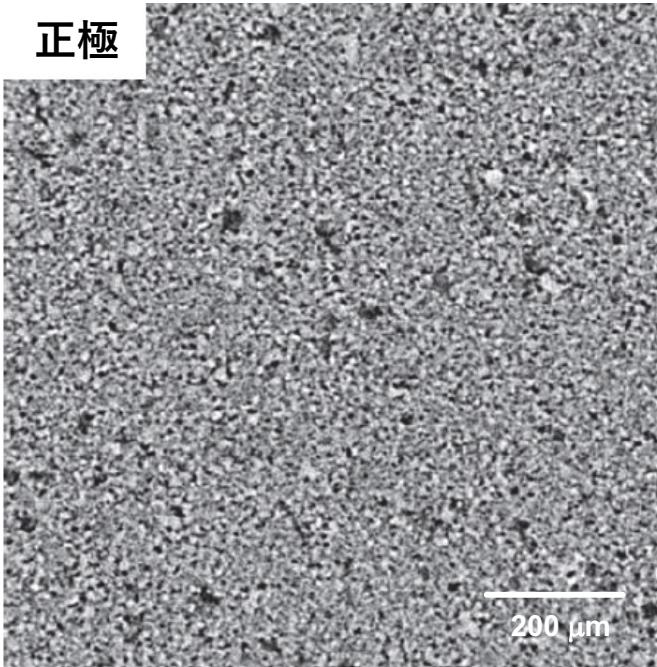
測定例)

標準CT



市販薬

ラミノグラフィ



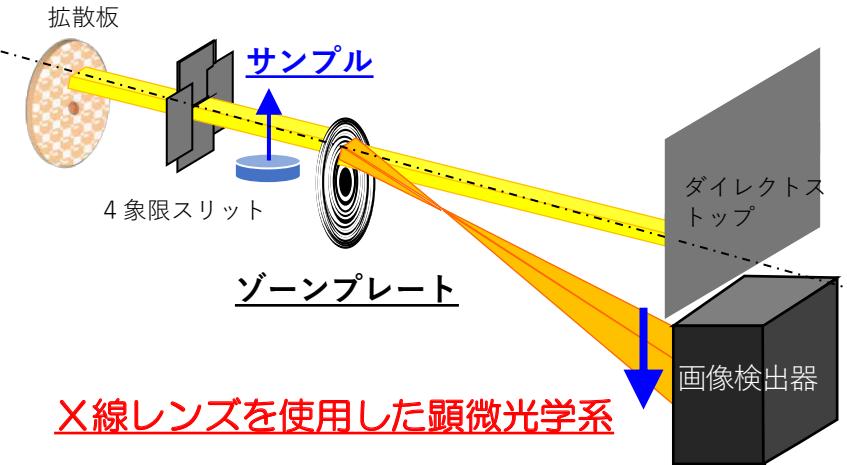
リチウムイオン電池
(電極厚み：約100 μm)

結像型顕微X線CT (BL24XU)

装置外観

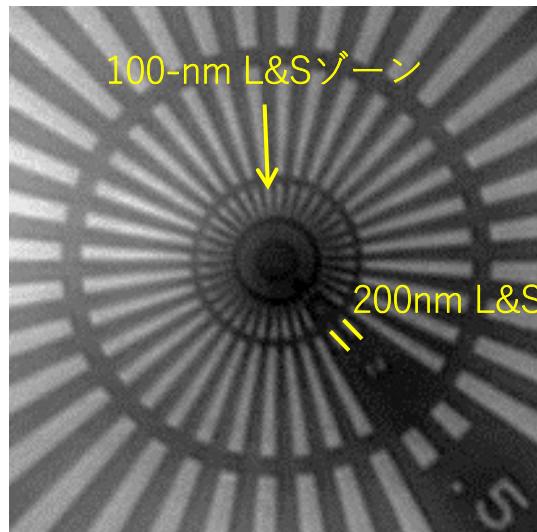
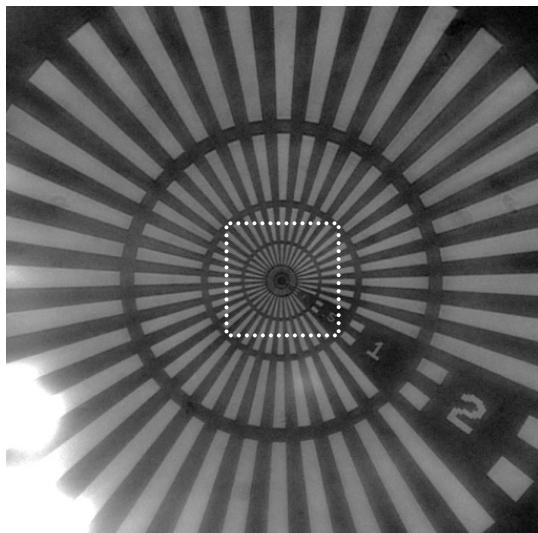


測定光学系



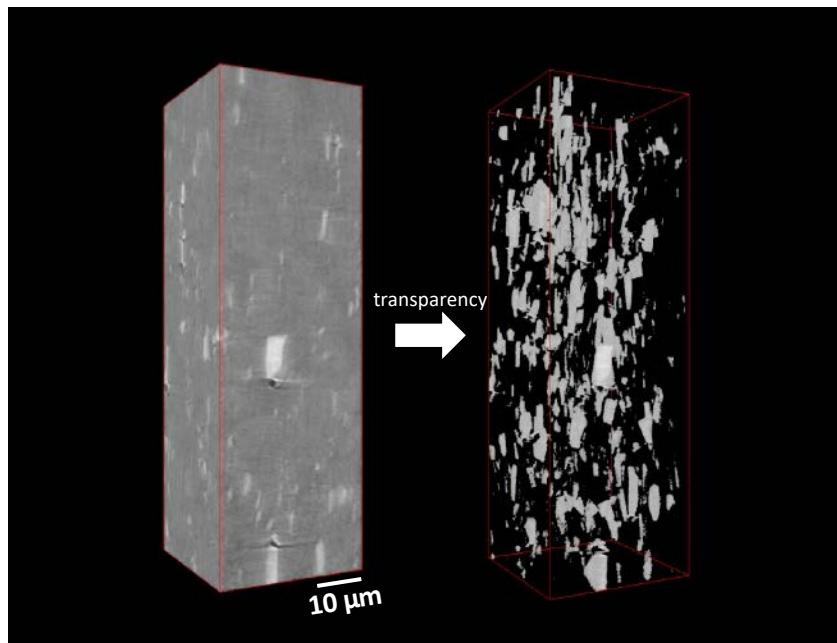
X線レンズを使用した顕微光学系

空間分解能： Siemensパターン (8keV, 70nm/pixel)

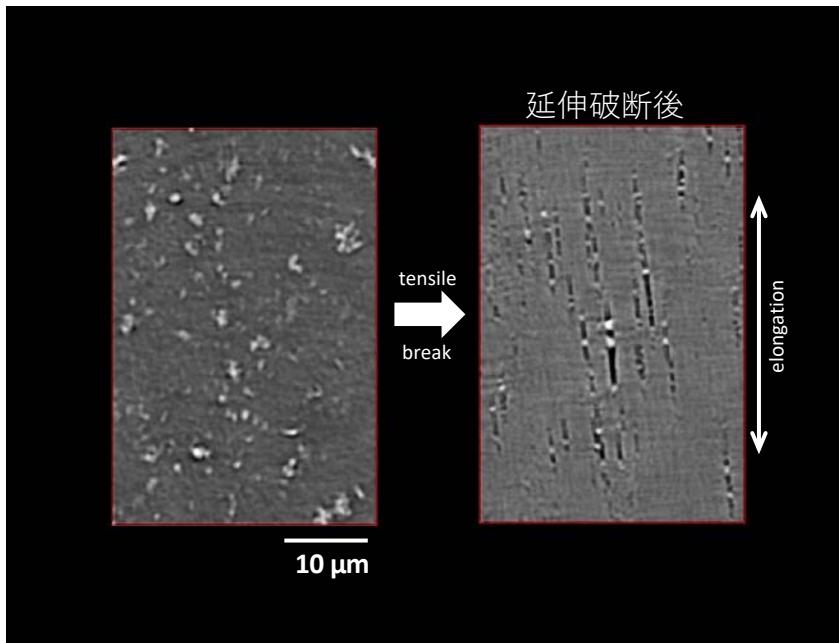


結像型顕微X線CT (BL24XU)

測定例)



アルミニウムロッド



ナノダイヤ分散高分子樹脂

BL08B2 X線吸収微細構造(XAFS)

材料構造と電子状態を
in-situ/operando で観察・評価

担当 ひょうご科学技術協会 放射光研究センター

繩田

0791-58-1452

office@hyogo-bl.jp

BL08B2 XAFS実験ステーション



利用可能エネルギー領域

4.5 ~ 37 keV (通常モード)
9 ~ 63 keV (アドバンスモード)

測定対象となる元素

K端 Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Zr,
Mo, Ru, Rh, Pd, Ag, Sn, Cs, Ce
L端 La, Ce, Dy, Er, Pt, Au, Pb

汎用測定手法

- ★ 透過法XAFS
- ★ 蛍光法XAFS
- ★ 転換電子収量 (CEY)
- ★ クイックXAFS

特殊測定機能

- ★ マイクロビームXAFS
- ★ イメージングXAFS
- ★ XAFS/SAXS/WAXS
同時測定

各種ユーティリティー

- ★ 反応性ガス利用
- ★ 高温・低温の試料環境
- ★ 試料チェンジャーによる
多検体対応

XAFS実験ステーション

アルミナ担持Pd試料の酸化過程の観察
反応性ガス設備の利用

供給



H₂、CO、NOなど

混合



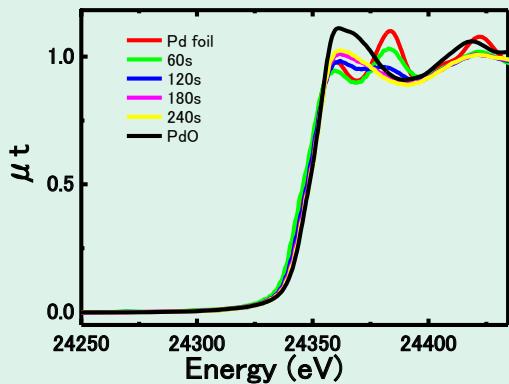
4ライン
200 SCCM

反応器



反応セル
～700 °C

Pd試料XANESスペクトルの変化



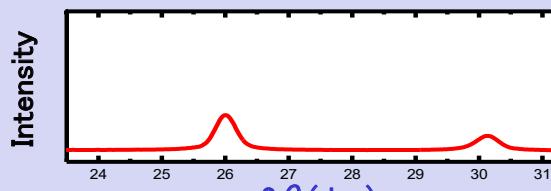
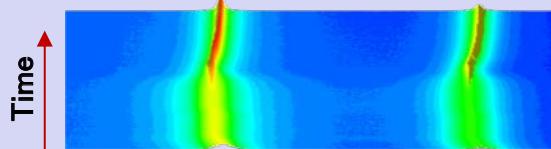
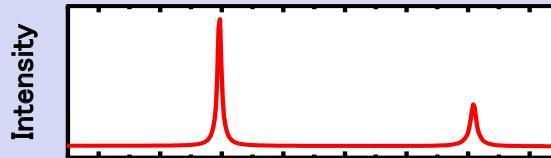
ガス分析



測定質量数:
1～200 amu

金ナノ粒子ペーストの加熱過程の評価
XAFS+XRDの同時利用

加熱過程の粉末回折測定結果



加熱条件 :

室温から420 °Cまで

QXAES測定範囲 :

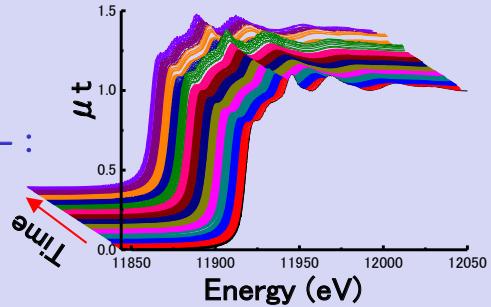
11.64～12.93 KeV

X線回折測定エネルギー :

11.64 KeV

周期時間 : 60 s

加熱過程のQXAES測定結果



BL24XU 微小領域高精度回折・明視野トポグラフィ

**結晶性の精密評価・格子欠陥を
ビジュアルに精密解析**

担当 兵庫県立大学 エックス線光学講座

津坂

0791-58-0803-3603

tsusaka@sci.u-hyogo.ac.jp

微小領域高精度回折・明視野トポグラフィ



• 微小領域高精度回折

	高位置分解能	高角度分解能 (一次元集光)	高角度分解能
鉛直方向 サイズ	0.4 μm	0.4 μm	30 μm
水平方向サイズ	1.0 μm	40 μm	30 μm
発散角 (水平面内)	10.0"	0.7"	0.7"

• 明視野トポグラフィ

転位密度 $10^5/\text{cm}^2$ 程度まで転位線の観察が可能

×線エネルギー : 10 または 15 keV

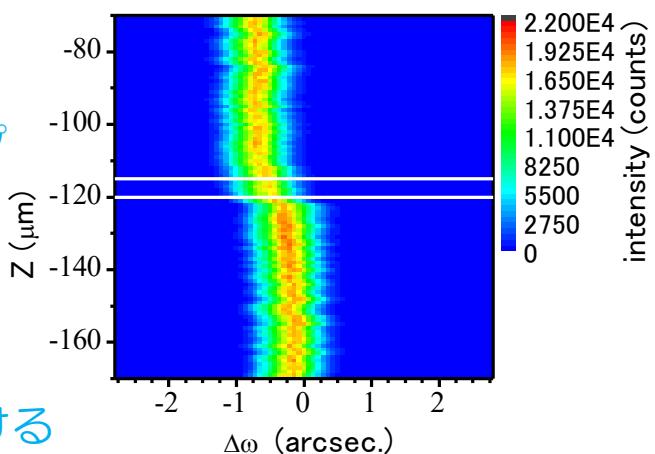
位置分解能 : 1 μm

• 対象とする情報

結晶の歪み分布(微小領域)、転位密度、個々の転位の詳細

・微小領域高精度回折計

シリコンエピタキシャル膜の
ロッキングカーブマップ



ドーパント濃度

P : $1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$

P : $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$

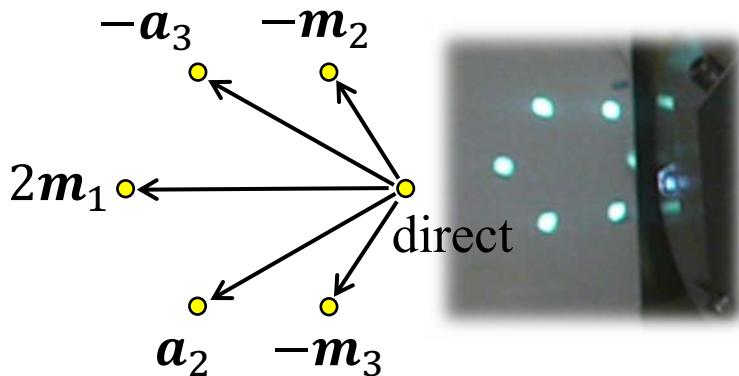
N-epi

P⁺基板

・明視野トポグラフィ

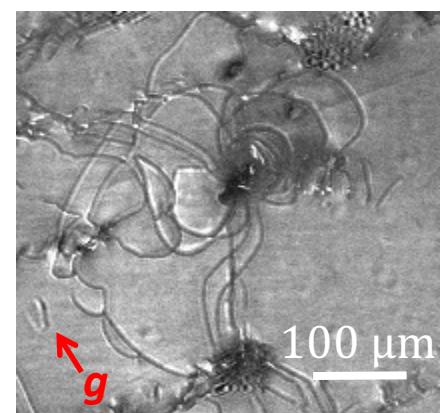
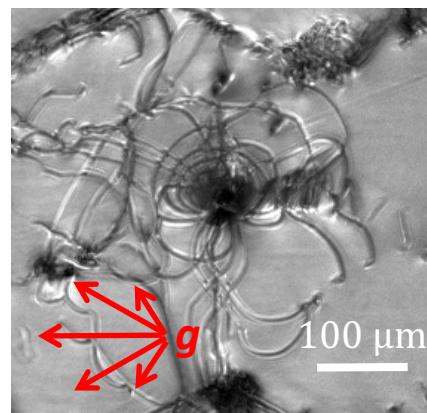
GaN結晶：単結晶材料における
多波回折を利用したトポグラフィ観察法

6波励起条件から反射指数を連続的に選択
各反射を撮像 → 転位の精密解析に応用



6波励起条件を満たす時
(ダイレクトビームを撮像)

特定の回折(- m_2 励起)
(ダイレクトビームを撮像)



転位（バーガースベクトル）と回折ベクトルの関係に
依存して一部コントラストが減衰・消滅する

色々な回折ベクトルでのトポグラフィをスピーディ・鮮明に撮像
転位の詳細な解析が可能

BL24XU X線マイクロビームX線回折+蛍光分析

多成分材料の同時評価・相關把握 結晶相と元素分布の同時分析

担当 兵庫県立大学 エックス線光学講座

高山

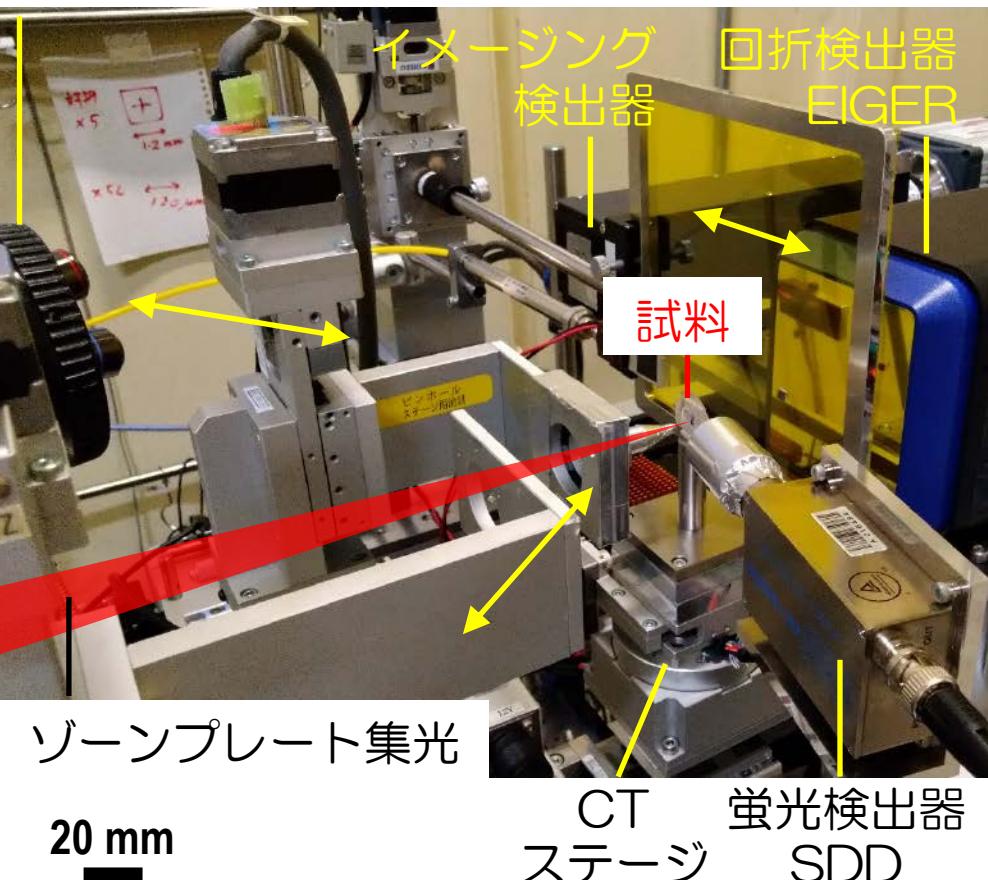
0791-58-0803-3605

大学 : 0791-58-0233

takayama@sci.u-hyogo.ac.jp

BL24XU マイクロビームX線回析+蛍光分析 同時マッピング

試料位置決め用
光学顕微鏡



マイクロビーム条件
(測定内容に応じて調整可能)

光子エネルギー: 10、15 keVなど

強度: $10^8 \sim 10^{10}$ 光子/s

集光サイズ(強度半値全幅):

$0.15(V) \times 0.3(H) \mu\text{m}$ (発散角 $500''$)
 $\sim 1.5(V) \times 9(H) \mu\text{m}$ (発散角 $25''$)

測定内容

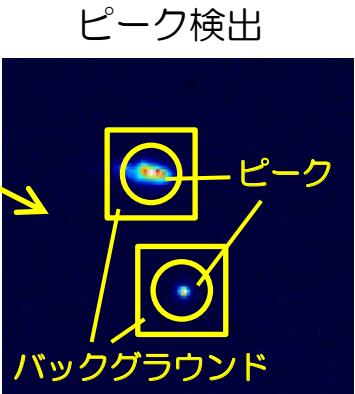
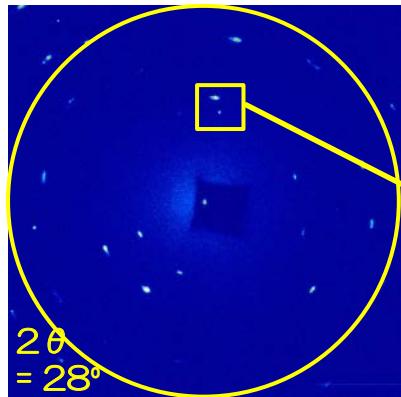
- 点分析、マッピング測定
- 蛍光X線分析(XRF): Na以降の元素分布
広角回折(WAXD): カメラ長70 mm~

BL24XU マイクロビームX線回析+蛍光分析 応用例

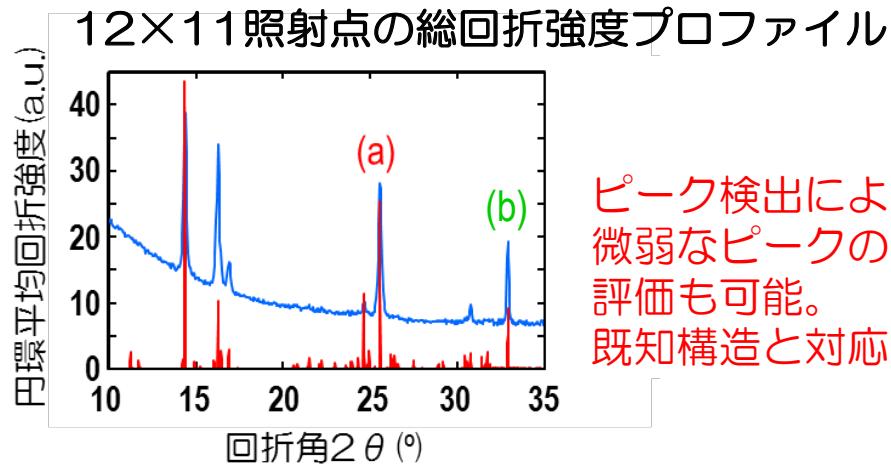
ランタンセラミックス粉碎粒子(燃料電池向け固体電解質)

15 keV, 0.9×0.4 μmビーム
1 μmステップスキャン

ある照射点での回折パターン(露光時間3秒)

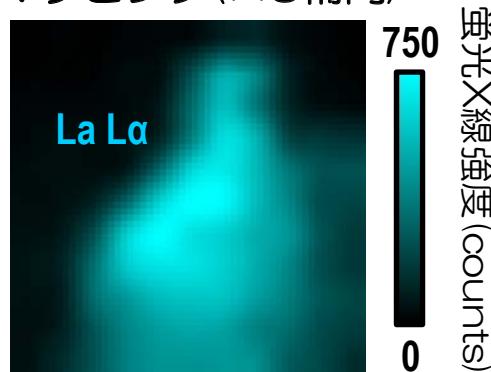
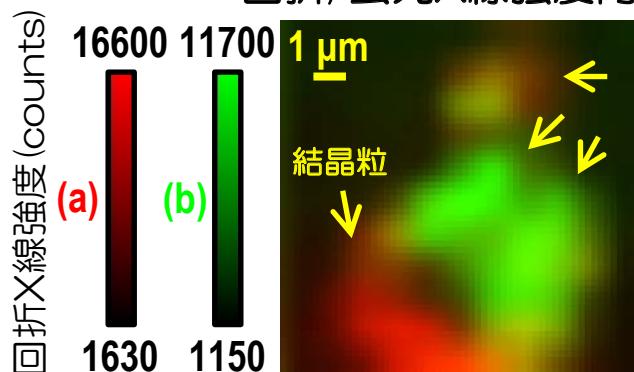


※フラットパネル検出器



ピーク検出により
微弱なピークの
評価も可能。
既知構造と対応。

回折/蛍光X線強度同時マッピング(×5補間)



兵庫県立大学大学院
工学研究科
嶺重 温 准教授ご提供

粒界制御による固体電解質の特性向上に貢献

BL24XU コヒーレント回折イメージング

試料内部の構造評価を非侵襲ナノイメージングで

担当 兵庫県立大学 エックス線光学講座

高山

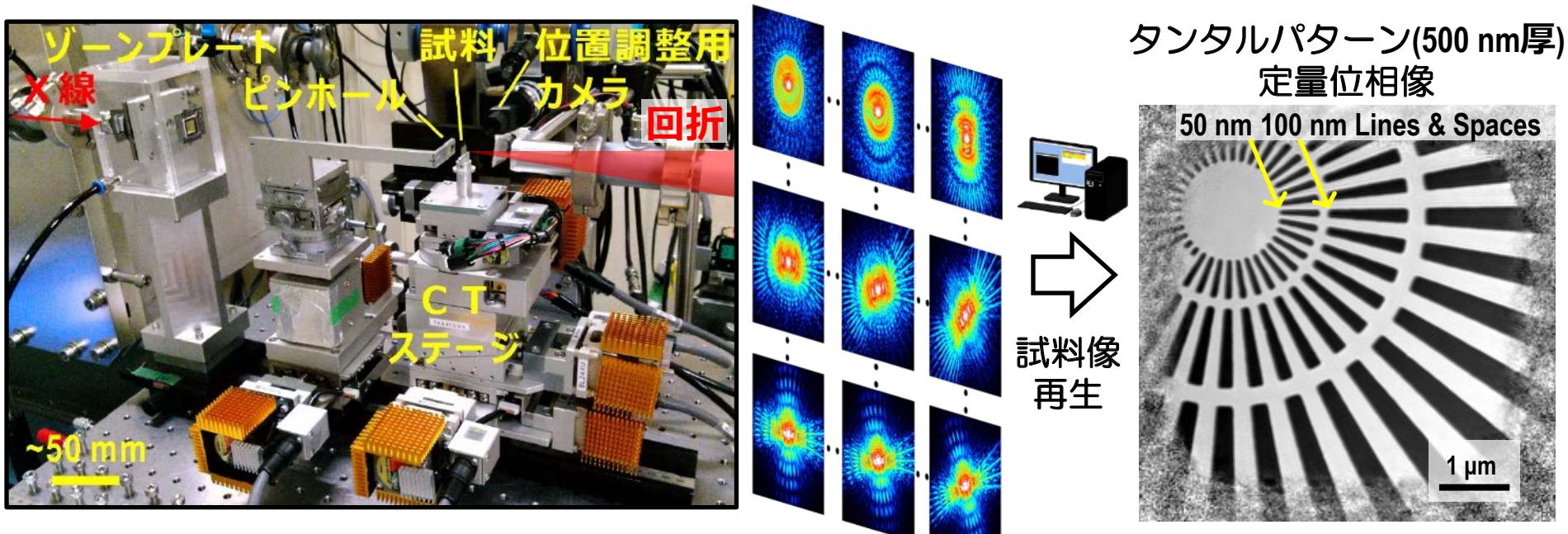
0791-58-0803-3605

大学 : 0791-58-0233

takayama@sci.u-hyogo.ac.jp

BL24XU コヒーレント回折イメージング / タイコグラフィー

電子顕微鏡では難しいミクロン厚試料の内部を大気環境で
100~20 nm分解能・高コントラスト・非破壊イメージング



微細粒子の観察(コヒーレント回折)

試料サイズ : 1.5 μm~500 nm
利用ビーム : 8 keV, 2×10^{10} 光子/s,
16 μmΦ (強度半値全幅)

非粒子試料の観察(タイコグラフィー)

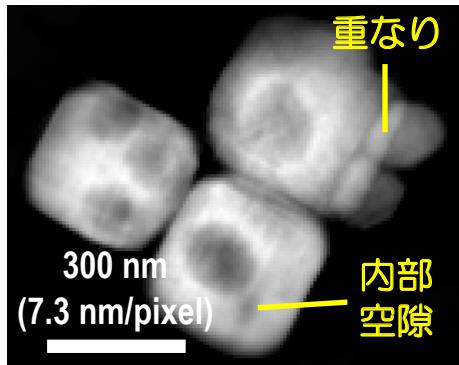
視野 : 4 μm以上
利用ビーム : 8 keV, 1×10^8 光子/s,
2 μmΦ, 4 μmΦ

コヒーレント回折イメージング / タイコグラフィー 元素選択・環境制御イメージング応相談

機能性材料のナノ構造形成・環境応答のメカニズムへの応用

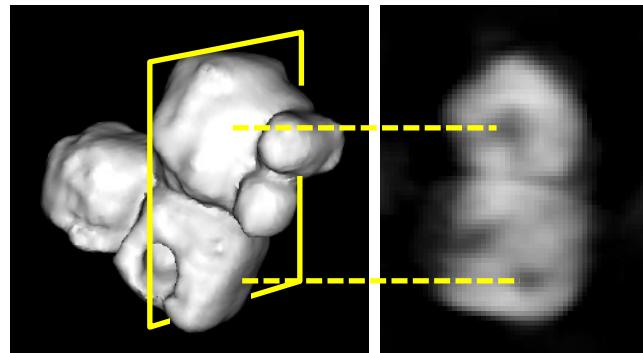
金コロイド粒子

電子線が透過しない
高密度微粒子



高空間分解能投影像
分解能: 29.1 nm
露光時間: 1 時間

三次元レンダリング(トモグラフィー)
投影像: 135°/33枚, 30~50 nm分解能
測定時間: 7時間

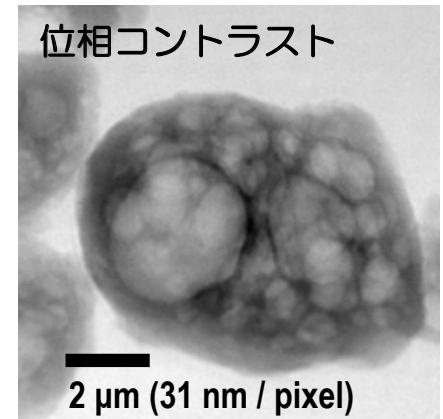
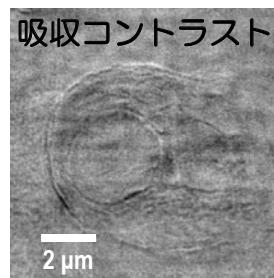


内部空隙の
三次元評価

複合樹脂材料の位相コントラスト観察

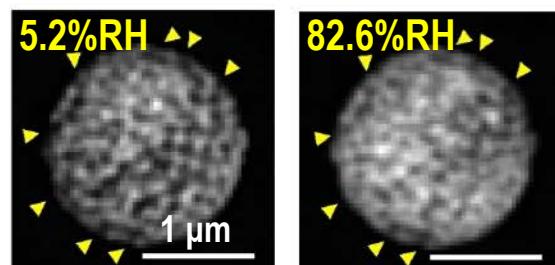
従来のX線顕微鏡(吸収)では実現が難しい
高いコントラスト・空間分解能

走査点数: 21×21
測定時間: 9分



シリカゲル粒子への水蒸気吸着その場観察

大気環境を
活かした
ガス雰囲気中
その場観察



放射光研究センター

ラボ硬X線光電子分光

ラボ光源を用いた硬X線光電子分光法

担当 ひょうご科学技術協会 放射光研究センター

吉村

0791-58-0803-3606

yoshimura@hyogo-bl.jp

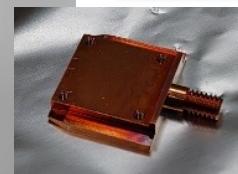
放射光研究センター 硬X線光電子分光

表面から数十nmの深さを観測
界面の化学状態を計測

- 2つのX線源：
Ga K_α (9.25 keV)
Al K_α (1.48 keV)
- Arガスクラスタースパッタ装置
クラスター サイズ：10 ~ 3000
- 嫌気性試料搬送機構
(シエンタオミクロン社製
トランスファーベッセル)
- 多サンプル用サンプルホルダー
100試料を自動測定
(試料サイズが 10 mm×10 mmの場合)
- 試料加熱機構、中和銃

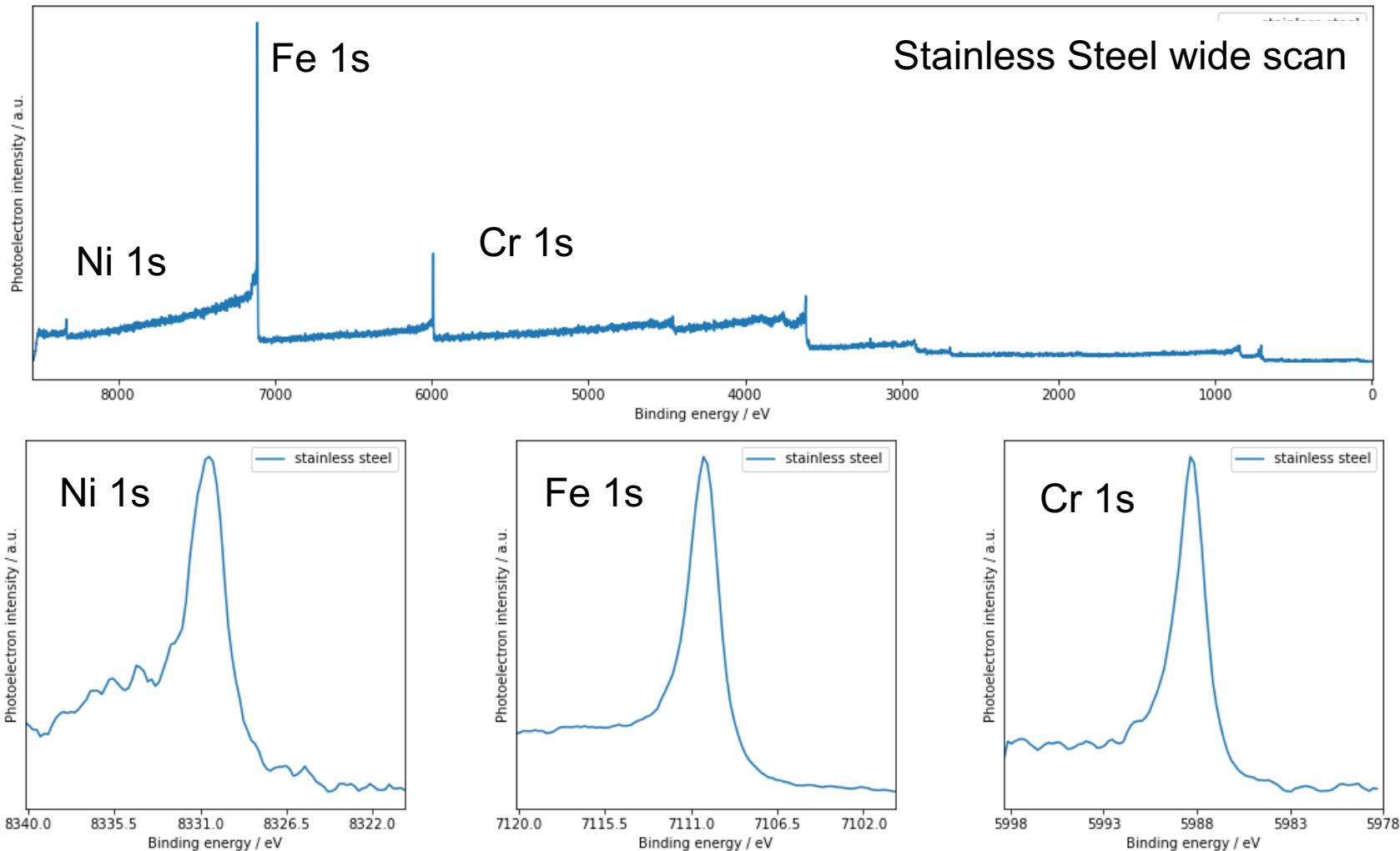


サンプルホルダーと
トランスファーベッセル

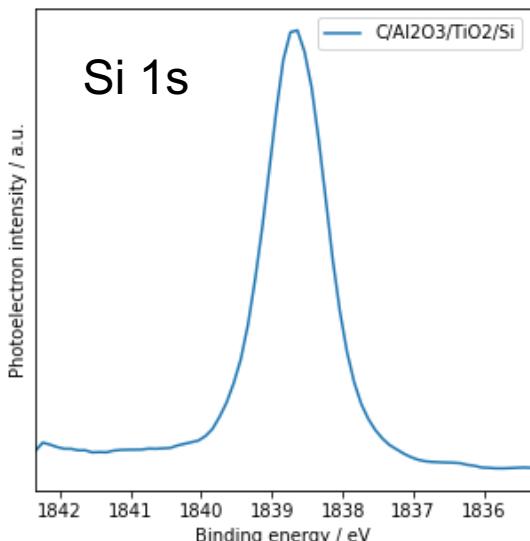
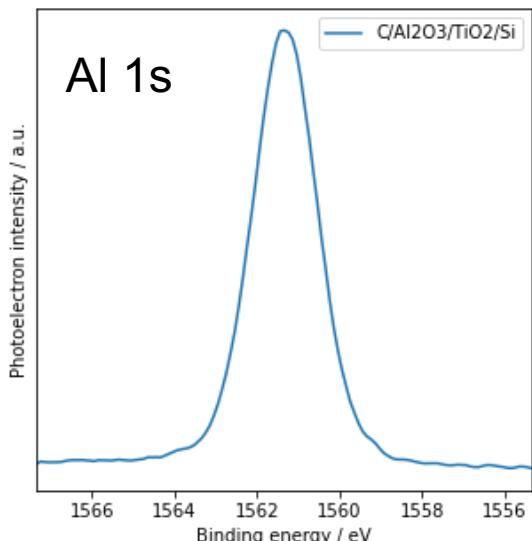
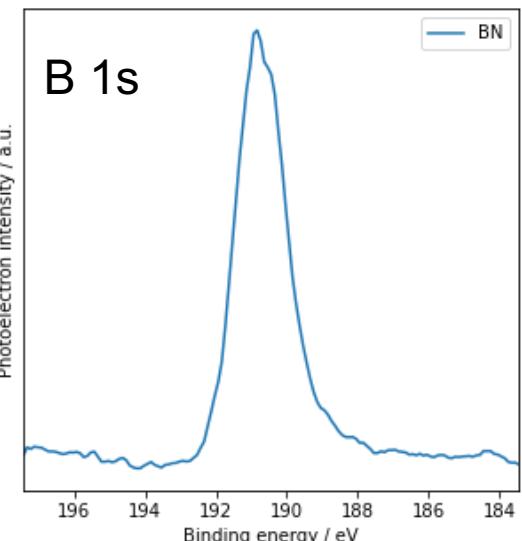
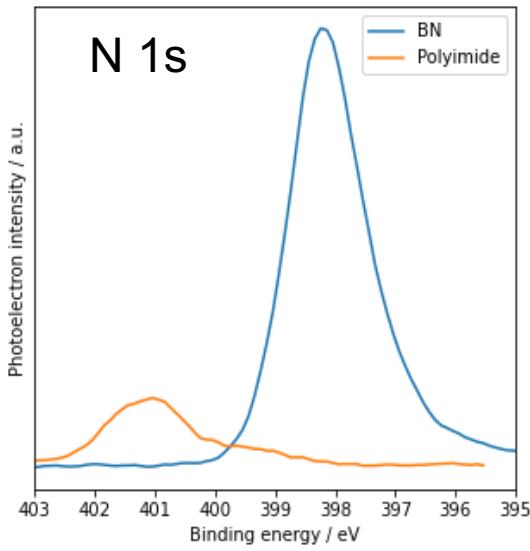
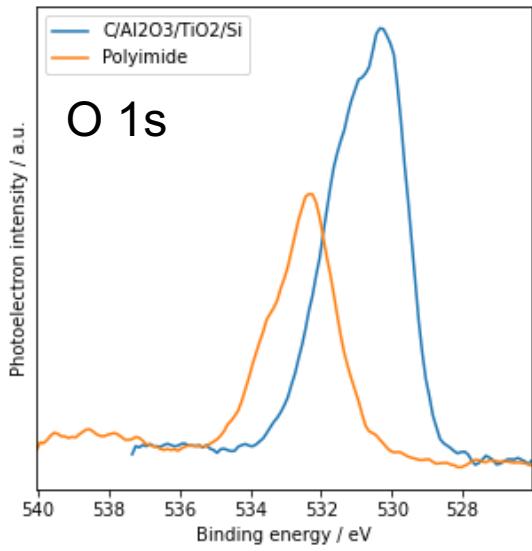
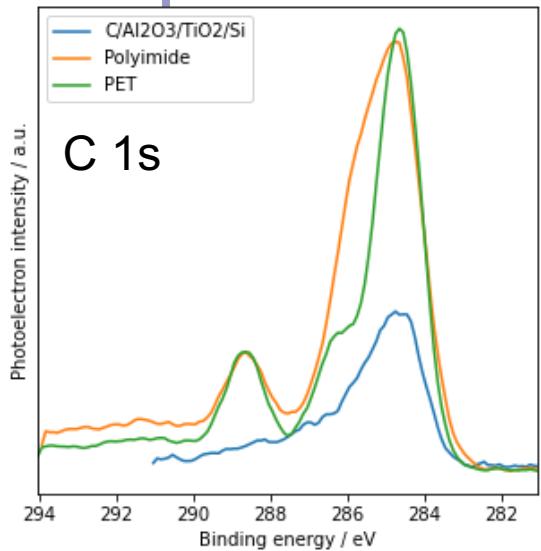


100試料搭載十角柱形
サンプルホルダー

高結合エネルギー準位の測定例



軽元素の測定例



放射光を利用するものづくりソリューション

マテリアルズ・インフォマティクスの利用支援



担当 ひょうご科学技術協会 放射光研究センター
0791-58-1452
office@hyogo-bl.jp

○蓄電池材料への応用

放射光計測データの利活用

国立研究開発法人物質・材料研究機構

情報統合型物質・材料開発イニシアティブ、
兵庫県、企業との連携協力による成果例

イメージング、CT、トポグラフィ等の
画像処理やスペクトル解析などの計測
インフォマティクスに取り組みながら
ユーザーへの技術供用を進める。

二次電池材料におけるin situ XAFS / XRD同時計測システムの開発と取得データへのインフォマティクスの適用



森 拓弥¹、世木 隆¹、稲葉 雅之¹、坪田 隆之¹

李 雷²、横山 和司²、福山 直樹³

1株式会社 コベルコ科研

株式会社コベルコ科研

2兵庫県立大学産学連携・研究推進機構 放射光ナノテクセンター

3兵庫県企画県民部 科学情報局

兵庫県における取り組み

取り組み内容

- ①兵庫県マテリアルズ・インフォマティクス研究会の発足
- ②国プロジェクトとの連携
- ③兵庫県ビームラインの高度化
- ④産官連携コンソーシアム構築

材料開発向けビッグデータ収集システムの検討

兵庫県ビームラインで得られた知見を、グループ間で共有し、材料開発の加速化を目指す

実用材料の評価課題～例：二次電池材料～

二次電池材料における反応解析

⇒ 電池動作下、電池までの測定が望ましい
従来の解析フロー = 解体分析
解体分析と変わらない？新たな知見が得られる？
簡単に行き渡り難い？

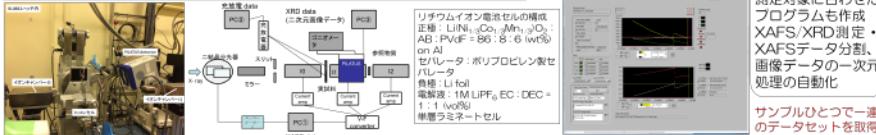
データサイエンスの適用
⇒ データを定量的に可視化し議論したい！

本報告

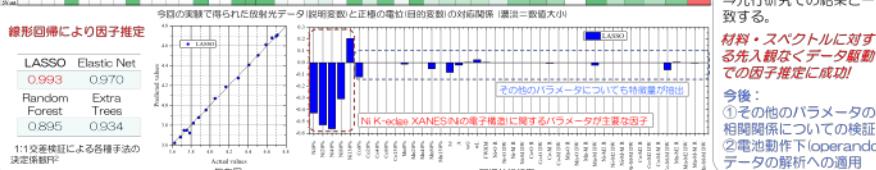
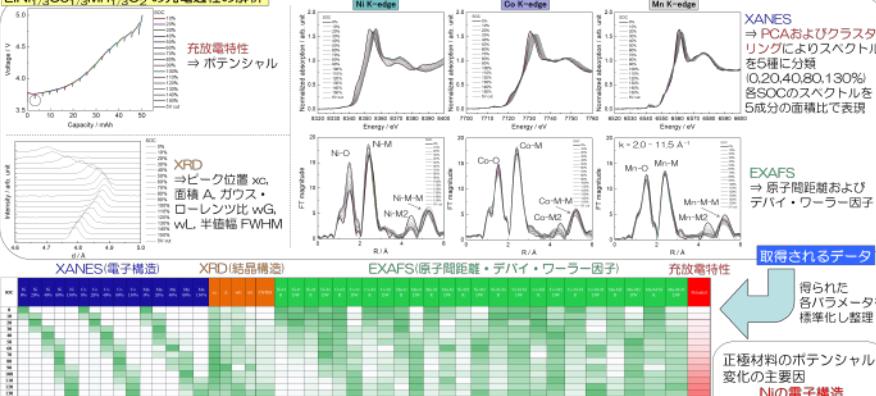
- ▶ 兵庫県BLでの二次電池その場環境XAFS/XRD同時計測システムの開発
- ▶ それにより得られた多量データ分析による新規反応解析手法の検討

in situ XAFS/XRD同時計測とインフォマティクス適用によるLiNi_{1/3}Co_{1/3}Mn_{1/3}O₂充電過程のレドックス因子推定

兵庫県ビームライン BL08B2での二次電池in situ XAFS/XRD同時計測システム



LiNi_{1/3}Co_{1/3}Mn_{1/3}O₂の充電過程の解析



兵庫県ビームラインに関するお問い合わせ

放射光研究センターがお伺いします



技術的相談

実験技術や実験ステーションの
詳細をお問合せください。



利用手続き

課題申請や利用に関する手続き
をお問合せください。



見学申し込み

兵庫県ビームラインの見学を
お申込みください。



お問合せ先

0791-58-1452
office@hyogo-bl.jp