

# 年 報



## 兵庫県ビームライン BL08B2

### 1. はじめに

放射光の産業利用支援を目的として兵庫県が運営している BL08B2 は、BL24XU と相補的な機能を備えておりさまざまな産業分野において活用されてきた。

ビームラインが有する測定機能としては小角 X 線散乱 (SAXS)、X 線吸収微細構造 (XAFS)、イメージング、CT、単色 X 線トポグラフィ、粉末 X 線回折を基本として、産業界のニーズを反映させた高機能化を図りながら利用提供している。多機能性の特徴を有することで、これまでに多くの利用課題が実行されてきた。特に近年では、エネルギーデバイスや触媒といったクリーンエネルギー分野における利用が増えており、その中で高温加熱や充放電の試料環境を装置上に持ち込むことで構造変化の動的観察など、実プロセスに相当する条件下でのダイナミクス研究も実行されている。このような状況に対して、ユーザーが求める実験を可能とする整備活動として、とりわけ高位置分解能化や多手法同時測定、時分割測定といった特殊機能の充実に取り組んできた。新たに整備した機能については、スタッフによるスタディ、あるいはユーザーのトライアル的利用を経て供用を開始している。

以下において、各実験ステーションにおける 2012 年度の取り組みを述べる。



図 1. BL08B2

### 2. 実験ステーションの現状

いずれも産業利用をメインとした利用課題の実行とともに、高機能化のための整備開発に取り組んでいる。

#### 2.1 小角 X 線散乱 (SAXS)

SAXS ステーションでは、ソフトマテリアルや金属材料、ナノ粒子コンポジット材料等の長周期構造の評価を目的とし、各分野における産業利用の支援活動を展開してきた。

BL08B2 が提供する SAXS 測定系システムでは、SAXS カメラ長の幅広い選択性を有することが特徴として挙げられる。カメラ長は、300 ~ 6,000 mm、15,600 mm の範囲から選択的に利用可能である。また様々な工夫を積み重ね、カメラ長の切り替え操作も迅速に実行可能となっている。

利用課題で求められる測定法としては、これまで提供してきた SAXS と WAXS の同時測定に加えて Quick XAFS も含めた機能整備を完了し、ユーザーへの利用提供を開始した。微小角入射小角 X 線散乱測定 (GI-SAXS) 測定、SAXS とずり応力との同時測定 (Rheo-SAXS) の測定ニーズにも対応してきた。

2012 年度における利用課題としては、高分子材料を中心に、ゴム材料、塗料、半導体材料の開発に関するものが多くあった。また、金属材料に関する利用課題としては、多元系材料におけるナノレベルの複雑な構造変化を捉えようとするニーズがあり、Anomalous-SAXS を適用した。異常分散効果を利用することで、特定の金属元素に関する構造情報に注目した観察が可能となる。BL08B2 では、偏向電磁石光源の特徴を活かして、幅広い範囲内 (6 ~ 25.5 keV) において光子エネルギーが選択可能であるため、光子エネルギーを積極的に利用した SAXS 測定については今後も利用が増えるものと予想している。

以上のような特殊測定モードでは、標準的な測定に比べて長い調整時間や測定準備時間が必要となる。限られた実験時間の中でユーザーが多くの測定データを取得できるよう、今後は測定の自動化や操作の簡易化を意識したソフトウェアの整備を行う予定である。

また、BL24XU において整備した SAXS ステーションと併せた利用についても今後期待される。



図 2. SAXS 実験ステーション

## 2. 2 XAFS

2012年度は、エネルギーデバイスや触媒の研究テーマが多く実行された。基本的な XAFS 測定機能に加えて、動的観察を目的として Quick scan 測定などによる時分割測定が活用された。充放電過程や気相固相接触反応の観察などでは、構造の変化をその場で捉えようとする試みがなされている。

原子レベルでの局所構造の評価を、材料上の微小領域において、あるいは位置を区別して評価を行いたいとするニーズもあり、新たな機能整備も取り組んだ。その例としてキャピラリ集光素子を利用したマイクロ XAFS では、偏向電磁石光源である BL08B2 においても高い位置分解能で実用的な強度を有するプローブビームでの測定を実現するよう、ガラスキャピラリ型の集光素子を実験ハッチ内の XAFS 装置上に追加配置した。ユーザーが主に利用する光子エネルギー領域として 6 keV~15 keV の範囲をターゲットとして、この領域をカバーする素子の設計を行った。設計条件をもとに、代表的メーカーである X-ray Optics 社に製作を依頼した。

マシンスタディでは、集光性能や光軸安定性などの基本性能に関する評価を実行している。光子エネルギー 6 keV の条件の場合、試料位置におけるサイズは鉛直方向および水平方向においてそれぞれ 20  $\mu\text{m}$  および 23  $\mu\text{m}$  (半値全幅)であったが、これはほぼ設計値通りの性能である。素子におけるスループット性能は、この光子エネルギー条件において 40%以上であった。光子エネルギーを走査する間の光軸安定性および集光性能もほぼ安定していることを確認している。

引き続きその他の光子エネルギー領域においても実証実験を行い、ユーザーへの供用を開始する予定である。材料評価への応用としては、リチウムイオン二次電池や燃料電池などの構成材料上において、部位を区別した局所構造歪みの評価、化学状態分布の評価などが期待できる。Quick XAFS と組み合わせた利用なども今後取り組みたいと考えている。

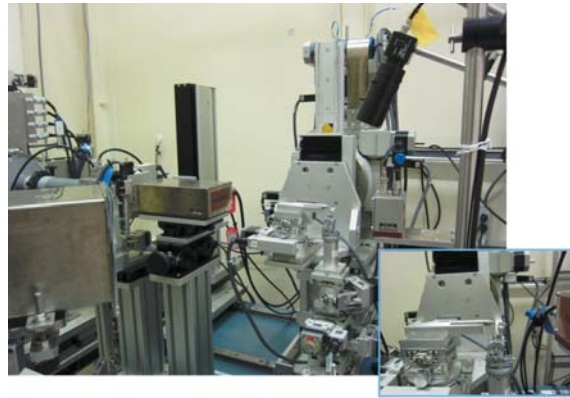


図 3. マイクロ XAFS 実験配置

## 2. 3 イメージング

イメージングおよび CT による非破壊観察機能については、高位置分解能や高速度 CT を備える BL24XU に対し、BL08B2 では広視野の特徴を備えている。ユーザーの目的に応じて、両ビームラインを使い分けた利用を提案している。

高分子材料への応用では、応力印加の条件下で観察する利用課題が実行され、実環境条件における材料内部構造変化の挙動を把握する取り組みがなされた。

イメージングを応用した新たな測定モードの整備も行った。リチウムイオン二次電池正極材を構成する遷移金属元素の局所構造情報をイメージング的に取得する目的でイメージング XAFS の手法を整備した。吸収端近傍での光子エネルギー走査を組み合わせた撮像法により、電極上の異なる部位における局所構造情報を、高い位置分解能で一度に取得可能となる。

試料を透過する強度分布を捉えるための二次元 X 線検出器には、イメージング、CT 測定でも使用する CCD カメラ素子とビームモニタとを組み合わせたシステムを採用している。ビームモニタ部には、可視光変換用の蛍光体として P43 ( $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S} : \text{Tb}$ ) と YAG ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ) を用意し、感度あるいは分解能の条件に応じて使い分けている。視野範囲は数百  $\mu\text{m}$  から mm

オーダを有する。自動制御部は、光子エネルギー走査のための分光器、試料用の精密駆動ステージ、CCDカメラコントローラを操作対象とする。透過強度が示すコントラストイメージから吸収度のコントラストイメージに変換処理を行うための規格化用データも、光子エネルギーごとに取得可能としている。

本機能については2013年度からユーザーに対する本格的な供用を開始する予定である。リチウムイオン二次電池を充放電させながらの、動的な構造観察への応用が期待される。

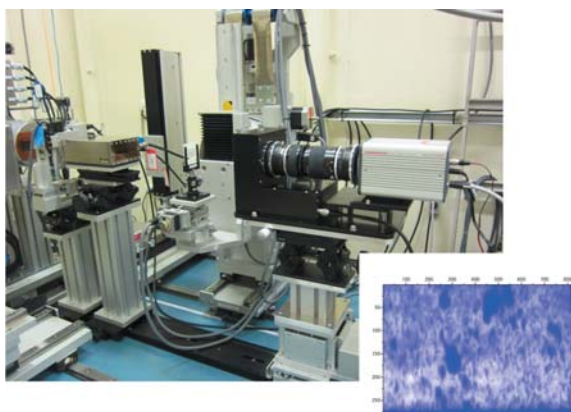


図 4. イメージング XAFS 実験配置

## 2. 4 単色 X 線トポグラフィ

XAFS 実験装置上にある試料全反射配置用の精密駆動ゴニオメータを共有する形で単色 X 線トポグラフィ機能を提供している。トポグラフィの測定手段としては工業用 X 線フィルム、原子核乾板である。試料アラメントを効率よく行うために、フラットパネルセンサも利用可能としている。

2012 年度も引き続き、パワーデバイス SiC の高品質化の利用課題などが実行された。半導体単結晶中の格子欠陥、とりわけ転位は、電子デバイスの特性、例えばダイオードにおける逆方向耐圧の低下、発光素子における閾値の上昇や強度劣化、画像素子におけるキズなどに多大な影響を持つ。このため、転位の分布ならびにその特質を評価することは重要な課題となっている。この転位を観察することを主な目的とする本実験ステーションでは、光学系の調整等の取り組みでデータの品質化を進めてきた。

これに対して、高密度に存在する結晶欠陥の観察を行う上では、従来撮像媒体として利用してきた工業用フィルムや原子核乾板では、X 線トポグラフィ像上の

解像度においてせいぜい  $1 \mu\text{m}$  であるという限界があった。X 線トポグラフィ自体の解像度はさらに高いものであるはずであり、この従来の撮像媒体が示す解像度限界を凌駕するための新たなアイデアを検討している。その手段として、X 線によるフォトリソグラフィ微細加工技術に注目し、新たな X 線像媒体としてフォトレジストに注目している。

8 keV~15 keV 領域における感度特性から実用的なレジスト材の選定を行い、微細パターンや GaAs などの実材料観察をトライする予定である。

## 2. 5 粉末 X 線回折

2012 年度は触媒材料の利用課題や接着材料評価に向けた予備的実験が実行された。

主には、加熱セルを用いた結晶構造の動的観察であり、昨年度までに大型回折装置をベースとして整備した PILATUS 100K による二次元粉末 X 線回折の機能が有効に活用された。温度条件に対する試料位置補正の機能や、データ処理機能の充実を図り、ユーザーにとって利用し易いシステムとなった。

粉末 X 線回折に関しては今後、エネルギーデバイス分野における応用が増えるものと予想している。特にダイナミクス研究への応用として、充放電過程でのイオン移動に伴う結晶構造の歪み、結晶相の変化を動的に観察する実験や、XAFS との同時測定といったニーズも予想される。

また粘着剤、接着剤の開発分野については接着薄膜層を対象とし、温度条件に対する配向性の変化を観察したいとするニーズがある。斜入射配置による接着層の表面・界面測定が実行された。X 線照射によるダメージが課題となっており対策を検討する。

## 3. 産業利用の状況に関して

2012 年における BL08B2 の利用状況としては、ほぼ産業界の利用課題が占めた。大学による利用課題についても、産業界と連携した内容であった。ユーザーが利用したマシンタイムの総計は 56 日間であり、これは SPring-8 で設定された年間マシンタイムのうちの約 30% である。この利用率は例年通りであるが、残りのマシンタイムについては利用課題ごとに行う装置調整や、ユーザーが求める機能の整備を目的としたスタディとして放射光ナノテク研究所が利用したものである。特に実験ステーションの切り替えは光学系から

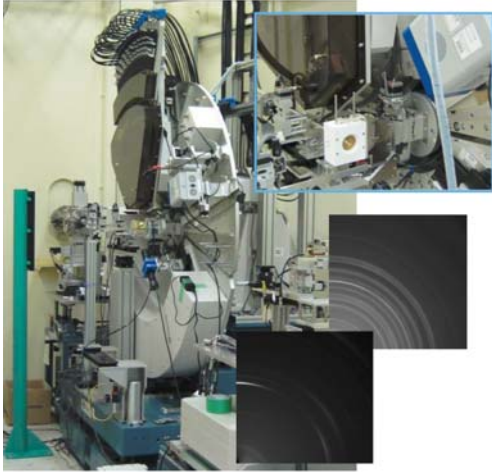


図 5. 二次元粉末 X 線回折実験

エンドステーションに至るマシン調整の作業が必要であり、更なる効率化は今後の課題である。

手法ごとにみた利用実績としては、ユーザー利用のうち小角 X 線散乱：27%、XAFS：34%、イメージング：4%、トポグラフィ：12%、粉末 X 線回折：6%であった。

また成果公開での利用はユーザー利用の約 80%を占めている。残りの成果占有利用に関しては、その約半分が測定代行サービスである。

これまで同様に産業界による利用が盛況であったのは、放射光ナノテク研究所独自の運営方針に依るところが大きいと考えられる。特に、

(1) 産業界ユーザーが希望するテーマに関して随時、事前相談や課題募集および審査を行っており、製品開発や課題解決に対してタイムリーな放射光利用が可能である。

(2) ユーザーにおける実験準備の段階からビームラインのスタッフが最大限のサポート支援を行っている。利用課題に応じて異なる実験装置の整備についても、可能な限り応じている。

(3) マシンタイムの配分については、各サイクルの直前に策定している。特に各ユーザーが希望するタイミングを極力反映させた日程調整を行っている。

以上のようなユーザサイドに立った運営を特徴としていることが、産業界での利用のしやすさにつながっているものと思われる。

#### 4. 今後の計画

引き続き、産業界における放射光利用を支援する活動を継続する。各実験ステーションにおいてユーザーニーズを先取りした高機能化を取り組み、放射光施設の利用企業の拡大を図る。

各企業の研究開発支援に向けた新たな取り組みとしては、放射光による構造解析と計算シミュレーションによる構造予想とを組み合わせた材料研究のスタイルを検討する。兵庫県ビームラインで得られたデータを利用し、効率よく材料設計を行う上で、FOCUS 等のスーパーコンピューターがどのように活用できるか、ユーザーの協力を得ながら検討していくとともに利用事例の蓄積に取り組みたい。

兵庫県立大学産学連携機構放射光ナノテクセンター  
横山和司, 李 雷, 桑本滋生, 漆原良昌, 籠島 靖,  
松井純爾

## 兵庫県ビームライン BL24XU

兵庫県では、平成8年10月にSPring-8における共用ビームラインからの放射光供用が開始された直後の平成9年度に、最初の専用ビームラインである「兵庫県ビームライン (BL24XU)」を建設した。8の字型アンジュレータとダイヤモンド結晶によるトロイカ方式を採用することにより、異なった3種の実験を3つの実験ハッチにおいて同時並行で実施できるシステムを構築することで、産業界ユーザーを中心に多くの研究課題実験が実施された。

高輝度放射光利用研究の産業界への普及を活動目的の主眼に据えた第1期計画は平成18年度をもって終了し、平成19年度からは、BL08B2との相互利用により社会的にインパクトの高い成果を創出するため、参画者数を適正規模に抑え、テーマを特化した先端的研究の推進に軸足を移した第2期計画を始動した。これに伴い、マイクロビームを用いた微小部分分析技術の一層の高度化と、小角・極小角散乱測定への対応に重点的に取り組むことを目的に、3ハッチ構成を終了し、AブランチとBブランチの2つのタンデムハッチ構成に変更するビームライン改造を平成19年度末に行った(図1)。Aブランチにおいては $\mu$ -SAXS等により薄膜材料中のナノ粒子の分布、粒径、ナノポア、配向性等の評価を展開することとし、Bブランチにおい

ては実用レベルのナノビームシステムを構築し、さまざまな材料についてサブ100 nm領域の結晶性評価、応力解析、微量元素分析等を展開することとした。すなわち、同時に放射光供給を可能としている各ブランチには、それぞれ2つの実験ハッチがタンデムに配置されており(実験ハッチA1-A2, 光学ハッチB2-実験ハッチB1)、微小領域分析に重点を置いたエンドステーションを運用している。BL24XUの特長を最大限に生かし、産業界の多様な材料評価の要請に対応できるX線ビームを提供することにより、産業界のニーズに迅速・柔軟に対応できる仕組みを確立し、放射光の産業利用促進を目指し尽力してきた。

2012年度では、Aブランチにおける斜入射回折光学系およびBonse-Hart型極小角散乱光学系の高度化が進められ、Bブランチのマイクロビーム利用XAFS光学系、分析光学系のほか、マイクロイメージング光学系の高度化が進められた。

### 1. ビームライン・実験装置の概要

#### 1.1 Aブランチ

Aブランチの分光器はダイヤモンド2結晶分光器であり、水平方向に2 m オフセットされている。分光

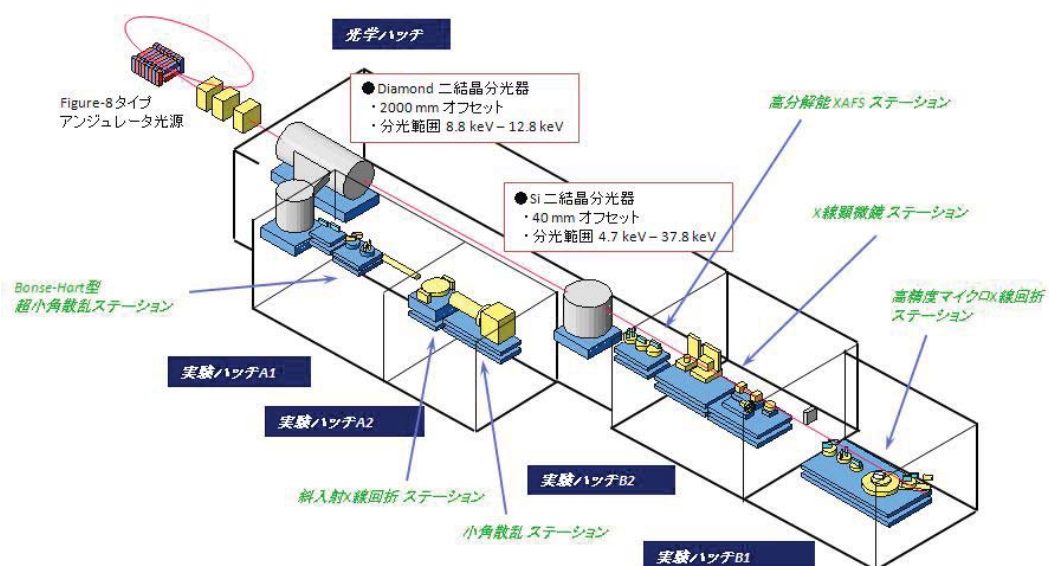


図 1. BL24XU ハッチ構成

された X 線ビームの強度は  $2.5 \times 10^{11}$  光子/秒程度である。結晶ホルダの改良によってビームの安定性が向上され、1日あたりの変動量は、位置、強度ともに数%以内に収まっている。A ブランチの実験ハッチは伝搬長の長いタンデムハッチを構成しており、実験ハッチ A は段階的に太くした真空輸送パイプで接続されている。この特徴を利用し、実験ハッチ A1 では極小角散乱装置の運用を行っている。Bonse-Hart 型光学系を利用した極小角散乱装置では、約  $0.2 \mu\text{m}^{-1}$  の分解能が得られている。また、実験ハッチ A2 では、主に斜入射 X 線回折計を用いた表面・界面の回折測定を行っており、産業界のユーザーに広く利用されている。

2012 年度には、ハッチ A2 に設置されている斜入射 X 線回折計の高度化を行った。従来は 0 次元検出器であるシンチレーションカウンタを用いたカウンタ法による測定を行っていたが、これに加えて 2 次元検出器も利用可能にした (図 2)。これにより、測定に要する時間が約 5 分の 1 に短縮された。図 3 に標準試料として用いている  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉末の 2 次元回折画像 (X 線エネルギー 10 keV)、図 4 に図 3 を 1 次元化した回折チャートを示す。図 3 に示す回折チャートのピークの半値幅から、本斜入射 X 線回折計の角度分解能は約 1.3 mrad であると見積もられた。本斜入射 X 線回折計は加熱炉を搭載可能であり、材料の反応過程の観察が主な利用目的である。測定時間の短縮により、より高い時間分解能での測定が可能になった。さらに、カウンタ法では 1 次元データのみしか得ることができなかったが、2 次元検出器を用いて 2 次元画像データを得ることにより、試料の配向性など、より詳細な観察が可能になった。

現在のところ、水平方向、鉛直方向ともに約  $30^\circ$  までの範囲が測定可能である。また、現在ハッチ A1 に設置されている超小角 X 線散乱装置の分解能向上に向けた入射 X 線ビームの安定化対策と、ハッチ A2 においてマイクロ小角 X 線散乱装置の設置計画が進行中である。これは、同じ実験ハッチに設置されていた従来のマイクロ小角 X 線散乱装置より、さらに高度化された装置となる予定である。

## 1. 2 B ブランチ

B ブランチの分光器は水平オフセットのシリコン 2 結晶分光器であり、通常は 10 keV~30 keV の間でア

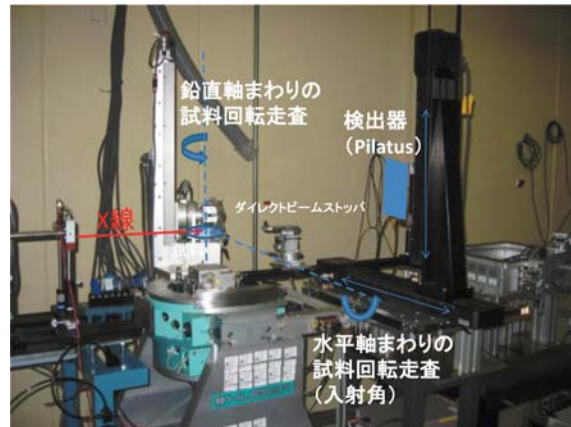


図 2. 斜入射 X 線回折計の写真

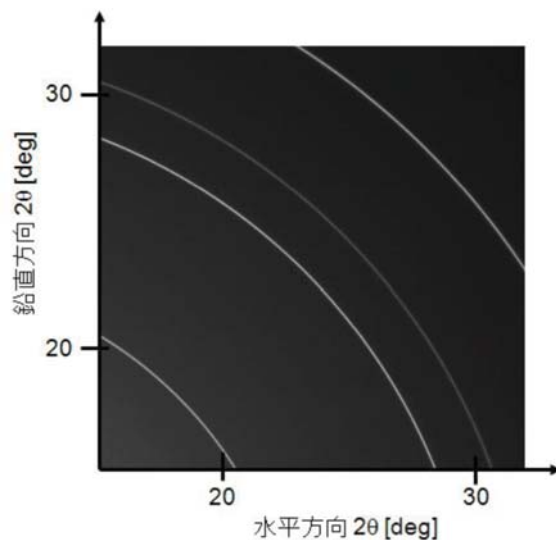


図 3. 2 次元検出器で測定した  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉末の回折画像

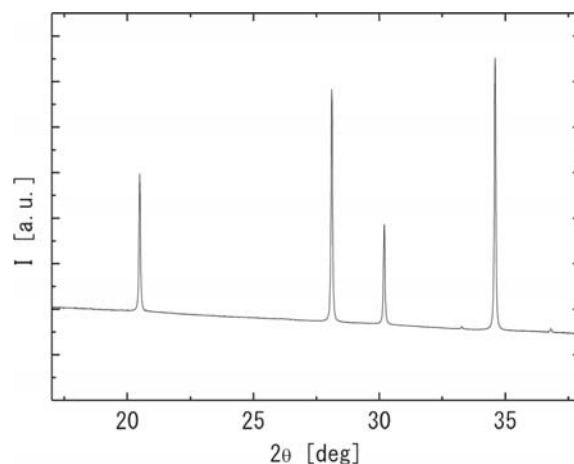


図 4. X 線回折画像を 1 次元化したデータ



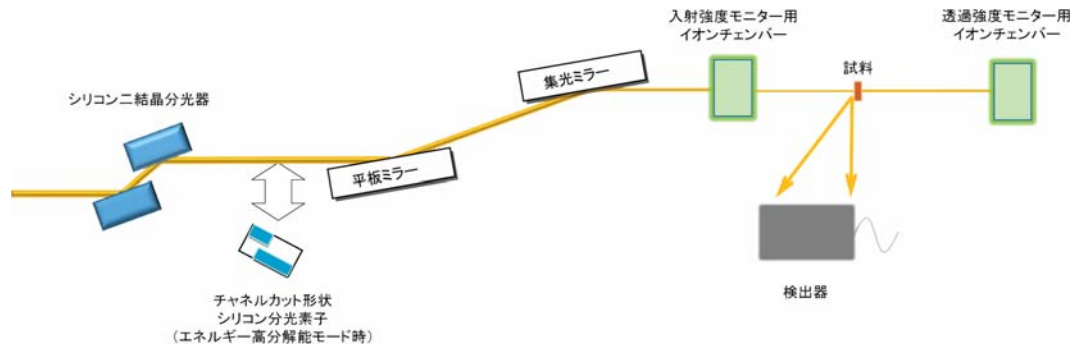


図 5. BL24XU XAFS ステーションの構成

ンジュレータの高調波を 5 keV 毎でエネルギーを選択して運用している（1 次光が 10 keV）。

実験ハッチは 2 つのタンデム配置で構成されており、上流側の光学ハッチ B2 では、高空間分解能、高時間分解能に特化した利用の他、最上流に設置した XAFS ステーションの運用を行っている。下流側の実験ハッチ B1 では、高角度分解能に特化したマイクロビーム利用を可能としている。

管理は主に兵庫県立大学 X 線光学講座が担当しており、ユーザー利用だけでなく、講座による学術研究も行なわれている。

### 1) 光学ハッチ B2 XAFS ステーション

リチウムイオン二次電池や燃料電池の研究開発に取り組むクリーンエネルギー分野において、第 1 遷移金属を含んで構成される正極材やイオン電導体などの材料の高性能化や長寿命化を実現するための研究開発が盛んに行われている。効率よい材料設計や、物性発現の要因を把握する目的で、原子レベルの構造情報が重要視されている。特に各種材料のミクロン～サブミクロン領域を対象とする分析手法は、より詳細な情報を得るために有効なツールとなり得る。この背景のもとで、BL24XU の高輝度放射光光源を活用し、マイクロ XAFS の整備を進めてきた。有効性を実証する目的で、リチウムイオン二次電池の正極材や固体燃料電池のイオン電導体への応用を試みている。

測定システムに関しては、基本的な機能の整備をほぼ完了している（図 5）。光学系の主要要素としては、光子エネルギー走査を可能とするために輸送部に備えるシリコン二結晶分光器を使用する。分光光学系としては、実験ハッチ内にチャンネルカット形状のシリコン分光素子も備えている。シリコン二結晶分光器と組み

あわせて (+, -, -, +) 分光配置が可能であり、プローブビームが有するエネルギー分解能性能を高めることも可能である。XAFS 測定時には、シリコン二結晶分光器とチャンネルカット形状のシリコン分光素子とを連動走査させる。光学系下流には平行配置とする X 線ミラーを備えている。分光器からの高次反射成分を抑制するとともに、試料位置においてマイクロビームを形成するために使用する。第 1 ミラーは平板形状、第 2 ミラーはシリンダリカル形状である。第 2 ミラーは湾曲装置に搭載し、2 次元集光が可能である。以上の光学系構成により、試料位置におけるビームサイズが 1~3  $\mu\text{m}$ 、ビーム強度が  $10^9 \sim 10^{10}$  光子/秒の X 線マイクロビームが利用可能である。

試料は、精密位置決めを可能とするステージ上に搭載する。透過 XANES および蛍光 XANES の測定手法を提供しているが、EXAFS についても利用可能である。蛍光 XAFS に関しては、単素子 SDD、19 素子 SSD (Ge 素子) および Lytle 検出器（発光点から検出面までのワーク距離 90 mm）を備えている。

2012 年度は、企業ユーザーに対する供用を開始した。マイクロ XAFS のリチウムイオン二次電池への応用については企業ユーザー 2 社の利用があった。いずれも本格的な利用を検討するための性能評価を目的とした。今後の活用が期待される。エネルギー高分解能モードに関しては、釉薬研究への応用が今年度も取り組まれた。新しいテーマとして、固体酸化物型燃料電池 (SOFC) への応用を試みた（図 6）。兵庫県立大学大学院工学研究科の嶺重先生に協力頂き実行したものである。SOFC を構成するイオン電導体において、微量成分（数百 ppm 程度）である鉄元素の構造評価を試みた。

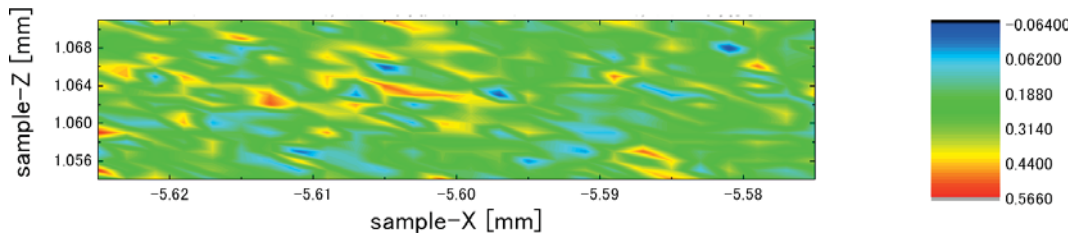


図 6. SOFC イオン電導体の蛍光 X 線マッピング

鉄の K 吸収端前後の光子エネルギーで得られた鉄の  $K\alpha$  線蛍光 X 線強度分布を用いて差分処理を行ったマッピング像

BL08B2 とともに BL24XU が有する高分解能 XAFS が産業界ユーザーによって活用されることを期待する。今後は実験ステーションの供用とともに、第一原理計算（密度汎関数法）に注目する。計算シミュレーションによる電子状態の予想や構造予想の技術習得を図り、応用事例の蓄積を行いつつ、産業界への利用促進を図りたい。

## 2) 光学ハッチ B2 マイクロビーム・マイクロイメージングステーション

マイクロビーム・マイクロイメージングステーションでは、上流側に多目的光学ベンチ、下流側に汎用型マイクロビーム分析装置を配している。多目的光学ベンチでは、高分解能計算機トモグラフィ (CT) や、高速イメージング等、マイクロイメージングのユーザー利用展開をしているだけでなく、学術研究のための光学系開発・評価や、光学素子の評価等も行っている。汎用型マイクロビーム分析装置では、フレネルゾーンプレートで集光した X 線マイクロビームを利用し、蛍

光分析、広角 X 線回折を組み合わせたエンドステーションを展開している。

2012 年度における、ステーションの整備、高度化について報告する。まず、マイクロビーム利用光学系では、微分位相顕微鏡を利用した位相 CT 光学系についての本格整備を行なった。これにより、軽元素試料の非破壊断面計測を  $0.2 \mu\text{m}$  程度の空間分解能で行うことが可能となった。また、WAXD 測定においては、IP リーダーを実験ハッチ前に移設することで、ユーザー利便性を向上させ、IP、FPD 併用による測定システムの強化を行った。さらに、FPD 測定においては回折差分量マッピング、 $2\theta$  マッピングを解析に導入し、結晶粒や粒界イメージングへの応用展開を始めている。次に、CT 光学系では、投影型高分解能 CT 光学系において、可視光変換型 X 線画像検出器に高効率高分解能リレー光学系と CWO シンチレーターを導入し、従来に比べて高速、高空間分解の測定を可能とした。

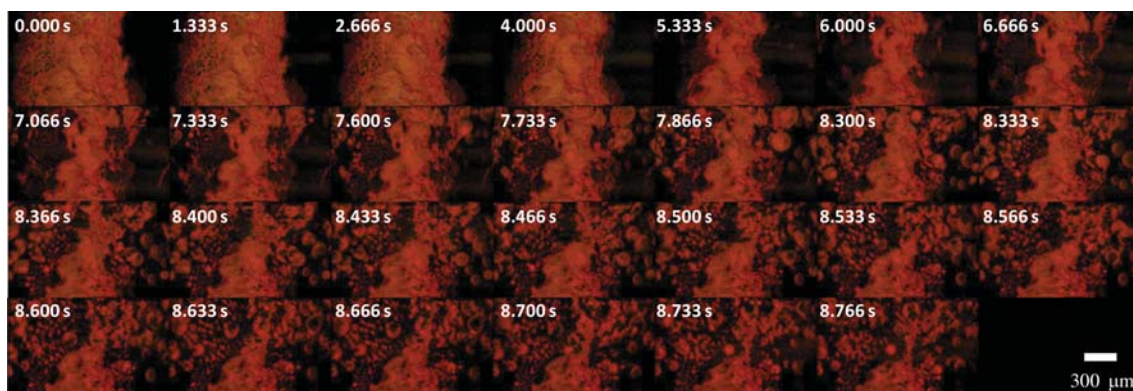


図 7. パラフィン加熱溶解過程の 4 次元 CT 観察像

固体間の空隙や液体内の気泡を視認するため、コントラストを反転してレンダリングしている。

これにより、測定時間は標準で25分(0.65  $\mu\text{m}$ /画素, 1000 投影)となり、CT再構成においても、GPUを利用した並列計算の導入により40分程度( $10^9$  ボクセル/CT)の計算時間となり、ほぼ連続での測定が可能なシステムとなっている。また、ユーザーとの協力での開発を進めてきた4次元CT光学系においては、ビデオレート(30 フレーム/秒)のリアルタイムCT動画像(2.5  $\mu\text{m}$ /画素, 333 投影)の取得を達成した。図7にパラフィン加熱溶解過程の4次元CT像を示す。

### 3) 実験ハッチ B1 準平行マイクロビームステーション

主に半導体結晶の微小領域高感度歪み計測を目的に、準平行X線マイクロビーム回折実験を行っている。マイクロビームは、(+, -, -, +)配置の2つのチャンネルカット結晶とベントシリンドリカルミラーを組み合わせて形成している。ユーザーはシリンドリ

カルミラーの交換や退避で、以下の3種のビームから選択して実験できる。光学系1は、ビームサイズ0.8  $\mu\text{m} \times 1.7 \mu\text{m}$ , 発散角25 rad, 光学系2は、ビームサイズ0.4  $\mu\text{m} \times 1.0 \mu\text{m}$ , 発散角50 rad, 光学系3は、ビームサイズ35  $\mu\text{m} \times 35 \mu\text{m}$ , 発散角3.5 radである。焦点には高精度 $\theta-2\theta$ 回折計が設置され、ロッキングカーブや逆格子空間マッピングの位置依存性を測定できる。フラックスはすべて $10^7$  光子/秒程度である。

兵庫県立大学

大学院物質理学研究科<sup>1</sup>, 産学連携機構放射光ナノテクセンター<sup>2</sup>

高野秀和<sup>1,2</sup>, 津坂佳幸<sup>1,2</sup>, 籠島 靖<sup>1,2</sup>, 横山和司<sup>2</sup>, 李 雷<sup>2</sup>, 桑本滋生<sup>2</sup>, 漆原良昌<sup>2</sup>, 竹田晋吾<sup>2</sup>, 松井純爾<sup>2</sup>

## 施設運用および利用状況

兵庫県ビームラインは、SPring-8の誘致を行ってきた兵庫県として、放射光研究における産業利用の促進を図るべく、SPring-8の供用開始とともに整備を始め、1本目の県専用ビームラインとして、1998年度にBL24XUの供用を開始した。マイクロビームを使った各種イメージング、回折装置等を活用して、半導体材料、生体材料、高分子材料等幅広い材料分野での局所分析に対応し、具体的な研究成果を挙げてきた。

その後、産業界においては、より製品化に直結する技術開発段階での材料分析ニーズが増加、また材料利用技術の高度化に伴って、新しい機能を有する材料の開発等が盛んになってきたことなどから、BL24XUが有する手法に加え、小角X線散乱(SAXS)、X線吸収微細構造解析(XAFS)、高精度粉末X線回折、単色X線トポグラフィ等の手法についても対応すべく、2本目の県専用ビームラインであるBL08B2を建設し、2005年度より供用を開始した。

2008年1月には、SPring-8の利用企業等を支援し、産業界の課題解決の地域拠点として、兵庫県放射光ナノテク研究所の供用を開始した。

当研究所は、2本の兵庫県ビームラインの産業利用推進の拠点となり、多くの産業界で実施されている新材料開発上必要な分析評価に放射光を積極的に適用することを目的に、各種X線回折装置、電界放出型走査

電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、共焦点レーザーラマン顕微鏡などの分析装置や試料準備室を備えている。

また、大学や企業との共同研究を行うための共同研究室、会議室なども備えた多機能施設であり、コーディネーターや研究員が配置され、利用企業等からのさまざまな相談・要請に対応するとともに、兵庫県ビームラインの利用企業等に対し、各種申請、実験準備、分析アドバイス等を行っており、放射光利用が未経験である企業に対しても、研修・技術相談・トライアル的な利用機会の提供を通じて技術的支援を行っている。

特に、産業界における放射光の利用が進み、また世界トップレベルのスーパーコンピュータ「京」や産業利用専用のスーパーコンピュータである「FOCUS」が兵庫県内に設置され、放射光とシミュレーション技術を組み合わせた材料開発のニーズが高まってきていることを考慮し、今年度はスパコンを活用した解析ソフトの技術調査や研修会を実施したところである。次年度以降も継続していきたいと考えている。

なお、兵庫県ビームラインおよび兵庫県放射光ナノテク研究所の管理・運営については、これまで公益財団法人ひょうご科学技術協会が兵庫県からの委託を受けて実施してきたが、平成25年度から、本学(公立大

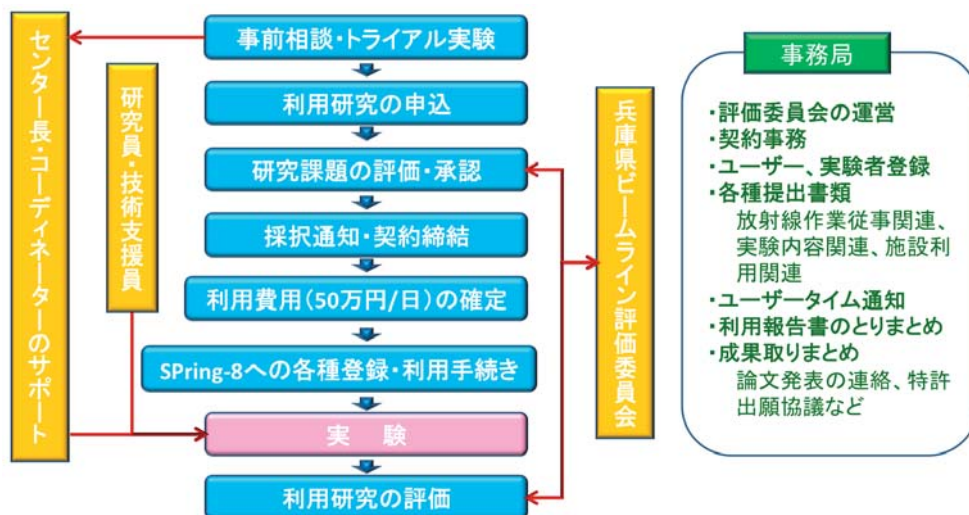


図 1. 兵庫県ビームラインの利用体制

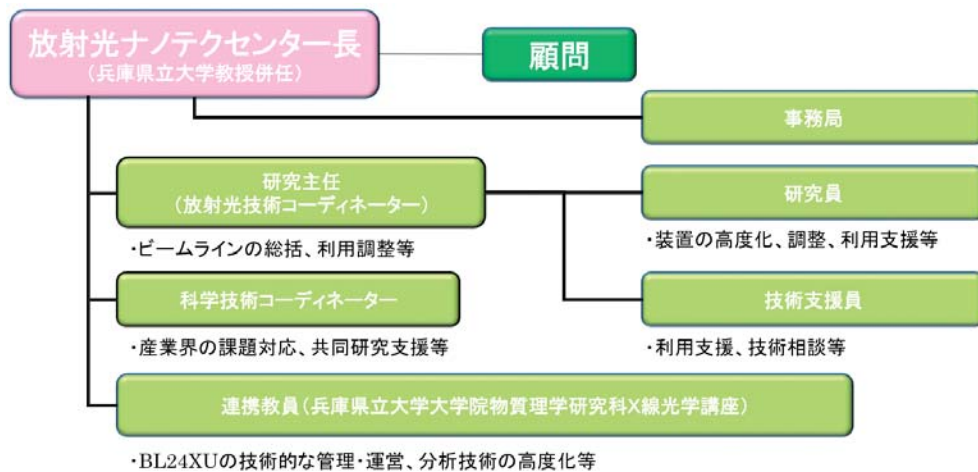


図 2. 兵庫県ビームラインの運営体制

学法人兵庫県立大学) に委託先が移管され、学内に産学連携機構放射光ナノテクセンターを組織し、管理・運営を始めたところである。

これは、産業界における放射光の利用が進み、SPring-8 サイト内に設置されている放射光施設ニュースバルを有する本学の機能を連携、活用し、産学共同研究に対する体制・設備を強化することにより、これまで以上に新技術・製品開発の促進が期待されるからである。

今後も、利用企業等にとって使い勝手の良い環境を整え、産業分野における放射光の利用が円滑に進むよう努めるとともに、各種研修会・技術相談・受託研究制度等の実施を通じて、県内に立地する特長ある多数の中堅・中小企業や地場産業への放射光利用が進むよう、放射光利用の裾野の拡大にも取り組んでいく。

また、関西地域に止まらず、全国の先端的技術開発を進める企業にも兵庫県ビームラインを積極的に提供し、新材料の評価・開発等に多くの知見を蓄積することで、利用企業等のニーズに応じた高度な技術的課題に対応できるよう努めていく。

### 利用体制

兵庫県ビームラインの利用に至る過程を図 1 に示す。

### 運営体制

兵庫県ビームラインの利用に関わる運営体制を図 2 に示す。

### 受託研究 (分析サービス)

兵庫県ビームラインが備える汎用的な分析ツールを活用し、産業界が放射光を利用しやすいシステムを提供するとともに、産業界における潜在的ニーズの開拓を進めるため、2009 年度より、企業等からの委託を受けて本センターの研究員が、試料の測定・解析を行う受託研究を実施している。

分析の内容としては、当初、XAFS と小角 X 線散乱の両測定法を対象としてスタートしたが、産業界の要望を踏まえ、X 線イメージング、トモグラフィなど、順次分析サービスの測定法を充実させている。

### 維持管理・経費負担

兵庫県ビームラインおよび兵庫県放射光ナノテク研究所の維持管理・機器更新、ユーザーサポートについては、本センターが実験ハッチ内の機器と一元的な管理を行っている。なお、BL24XU の技術的な管理・運営部分に関しては、本学大学院物質理学研究科 X 線光学講座の教員が、本センターの連携教員 (兼務) となり担っている。

兵庫県ビームラインの維持管理にかかる費用については、設置者である兵庫県が負担しているが、兵庫県の負担で賄う設備以外のうち、実験に必要な主要機器等の整備費、人件費、研究費については利用企業等から負担いただいております。この費用については、ユーザータイムの配分に応じた金額 (50 万円/日) を、各利用企業等が公立大学法人兵庫県立大学に支払っている。

利用状況

兵庫県ビームラインの利用に当たって、利用申請は随時受付けており、利用時期についても、毎月実施しているスケジュール会議において、兵庫県ビームラインの効率的な運用を考慮しつつ、企業の意向をなるべく尊重する形で日程調整を行っており、SPring-8の全ビームタイムに対する兵庫県ビームラインの稼働率は、ほぼ100%となっている。

兵庫県ビームラインにおける、最近4カ年の装置別利用割合を図3に示すが、マイクロビームを用いた局所分析や小角X線散乱(SAXS)、X線吸収微細構造(XAFS)の利用が高い割合で推移している。

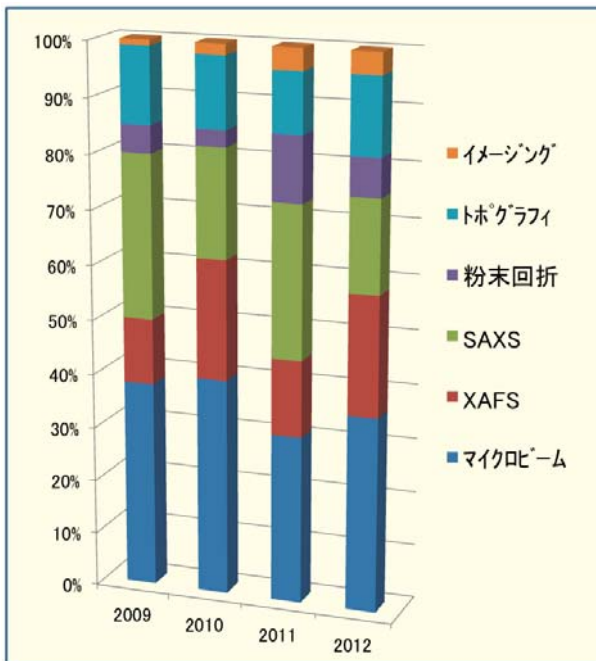


図3. 兵庫県ビームラインの装置別利用割合

また、利用分野については図4のとおりであり、兵庫県の主たる産業である鉄鋼や金属関係の利用割合はごく僅かで、「関西イノベーション国際戦略総合特区」において、次世代エネルギー関連材料の開発を最重点課題として取り組んでいることも関係していると思われるが、県内及び関西企業のニーズが高い電池や半導体といった省エネ、次世代エネルギー関連材料の利用が多い。

兵庫県立大学産学連携機構放射光ナノテクセンター  
 [事務局社会貢献部課長(放射光ナノテク担当)]  
 永井健一

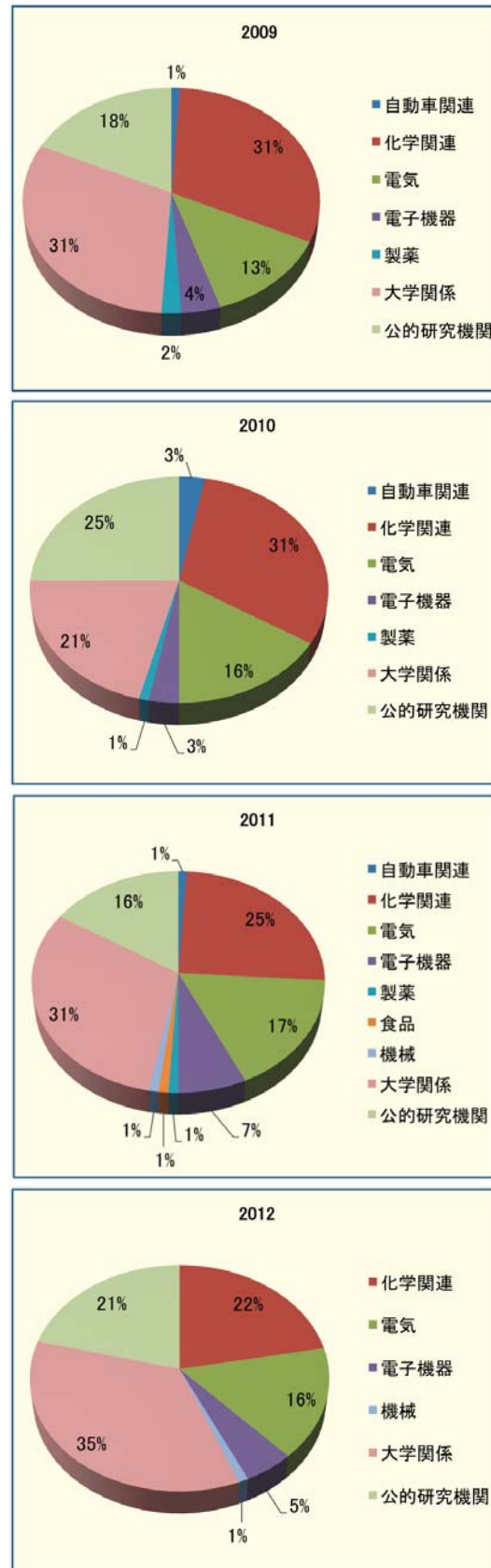


図4. 兵庫県ビームラインの分野別利用割合