

# 年 報



## 兵庫県ビームライン BL08B2

### 1. はじめに

兵庫県立大学放射光ナノテクセンターは、様々な産業分野における放射光技術の活用を目的としてアンジュレータ光源を備える BL24XU とともに偏向電磁石光源のビームラインである BL08B2 を運営している。特に BL08B2 が提供している分析手法は産業界の材料研究開発においてニーズの高いものを揃えている。BL08B2 が備える基本的な実験ステーションは、小角 X 線散乱 (SAXS)、X 線吸収微細構造 (XAFS)、イメージング、単色 X 線トポグラフィ、粉末 X 線回折である。各実験ステーションでは、企業側が求める実プロセス条件下での構造観察のニーズにも対応すべく、時分割測定等の機能を整備している。また同一試料において様々な角度から構造評価を行いたいとするニーズにも対応すべく、放射光分析手法を複合化させた実験も実行可能である。

以上のような取り組みにおいて、2014 年度における各実験ステーションの現状を以下に紹介する。

### 2. 実験ステーションの現状

2014 年度における各実験ステーションの状況、高機能化の取り組みを以下に紹介する。各実験ステーションは専任のテクニカルスタッフにより運転される。産業界ユーザーとの関わり方としては、課題相談、実験計画の策定、兵庫県ビームラインへの課題申請時の技術的相談、マシンタイム時における光学系および実験装置のセットアップ、実験時のサポート、データ解析時のアドバイスとフルに対応している。産業界ユーザーが使い易いビームライン運営に努めている。

### 2. 1 小角 X 線散乱 (SAXS)

SAXS ステーションは、高分子材料・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、産業界ユーザーを中心に利用展開している。BL08B2 では、SAXS 分解能が幅広い選択性を有することを特徴のひとつとしている。標準的な SAXS カメラ配置の場合、カメラ長は 0.5~6 m の範囲で選択可能としている。また超小角 X 線散乱モードにおいては、カメラ長は 15 m の長尺配置が可能である。X 線エネルギーは 6~25.5 keV の範囲で選択可能である。SAXS/WAXS 同時測定や、GI-SWAXS、Rheo-SAXS、ASAXS、Quick-XAFS/SAXS/WAXS 同時測定といった特殊な複合分析モードも提供を始めており、これにより産業界の様々な材料構造評価ニーズに対応している。

2014 年度はこれまで同様、高分子材料を中心として幅広い産業分野での材料開発へ利用された。その中でも構造の動的変化を観察するニーズが多くあった。引張機、透過型または反射型配置の加熱炉、せん断セル等の特殊試料台を利用した試料の状態変化の動的測定がユーザー利用の大半を占めている。多検体の連続評価に対応する試料チェンジャーを用いた自動測定の利用機会も増えている。自動測定化に関しては、2014 年度においてユーザーの要望に従い、試料チェンジャーを利用した XAFS/SAXS/WAXS 同時測定の整備を行った。この同時測定のセットアップでは、試料周辺に多数の機器や検出器（試料観察カメラ、WAXS 用検出器、入射強度および試料透過強度モニター用のイオンチェンバー、蛍光測定用 Lytle 検出器等）を配置する必要があり、試料の周りのワークスペースは狭

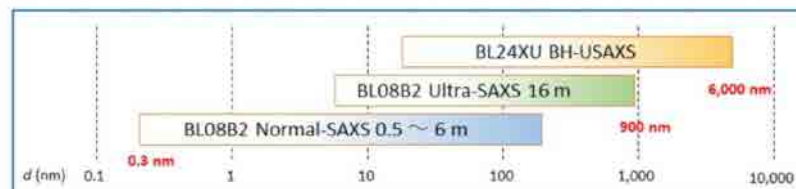


図 1. BL08B2 の SAXS 測定レンジ。

表 1. BL08B2 の SAXS 仕様.

Photon energy	6~25.5 keV
Photon flux	12.4 keV の場合： $1.0 \times 10^{10}$ photons/sec.
Beam size	検出器位置において 鉛直方向：0.15 mm, 水平方向：0.25 mm
SAXS camera length	標準的 SAXS：0.5~6 m Ultra-SAXS：16 m
SAXS detectors	Imaging plate(R-AXIS4++), PILATUS-100K, XRII-CCD, Flat panel sensor

く制限されてしまう。このため大型仕様の試料チェンジャーを試料位置に設置することが物理的に不可能であり、小型、軽量かつ設置や調整も容易である試料 21 連装の専用チェンジャーを試作した。ユーザーの測定作業の負荷を減らすよう、さらに多くの試料数の連続測定にも対応する専用チェンジャーを 2015 年度に試作予定である。

ユーザーの利用状況に目を向けると、限られたビームタイムの中で測定手法、カメラ長、X 線の光子エネルギー、試料台等の実験条件の変更を求める声が多くあった。頻繁に行うセットアップ変更の時間を抑え、実験時間を十分確保したいとの要望がある。また同じ材料であっても、SAXS の観察レンジを変えながら実験を行う要望は特に強い。これに対応するために、SAXS カメラの調整時間を短縮するための装置整備をこれまで行ってきた。既にカメラ長変更の時間短縮や、8~15 keV の光子エネルギー範囲内におけるエネルギー変更、調整の自動化は整備を完了している。

輸送部の運転条件が大幅に変わる高エネルギー領域 15~25.5 keV の条件設定に関しても、時間のロスを抑えた切り替えを実現するための工夫を要した。透過率の小さい試料や、Zr, Mo, Rh, Pd, Ag といった重元素分析に対する異常分散利用の小角 X 線散乱 (ASAXS) や XAFS/SAXS/WAXS 同時測定では高エネルギー領域が必須である。X 線ミラーの反射条件が大きく変わるため、光軸位置の変位に伴う機器調整の自動化が必要となるが、光源から実験ハッチの間にあるビーム輸送部の真空パイプの高さ位置調整には長い操作時間をこれまで必要としていた。このため 2015 年度には、この高エネルギー領域への切り替えも自動化とする整備に取り組む予定である。

限られたビームタイム中で、ユーザーがより多くの測定データを取得できるよう、今後も調整時間の短縮化を含む高機能化の整備を進める

## 2. 2 XAFS

2014 年度においてもリチウムイオン二次電池などの蓄電池材料や、自動車用などの触媒材料に対する利用があった。BL08B2 では、標準的な透過法、蛍光法、転換電子収量法を産業界に対して利用提供している。さらに蓄電池材料の充放電過程における表面上の不均一な反応分布や、正極材や触媒を構成する活物質粒子の微細化に伴い、高位置分解能での微小領域評価のニーズも出てきた。このため、これまで BL24XU において提供してきたマイクロ XAFS の分析機能に加えて、BL08B2 においても高位置分解能を有する測定機能として、ポリキャピラリ集光素子の利用や二次元イメージング XAFS による透過法の機能整備を進めてきた。

2014 年度は新たな測定機能の整備を着手した。活物質の表面層の構造評価等を目的として、蛍光法と転換電子収量法の両方を同時に適用可能とする装置を検討した。蛍光法の場合、吸収端近傍の光子エネルギーで励起するプローブ X 線の侵入深さと、吸収端よりも低い光子エネルギーである蛍光 X 線の脱出深さとに依存して、表面から数ミクロンの深さ領域が評価対象となる。一方で転換電子収量法では電子信号の脱出深さで決まる極表面付近の、ナノメートルオーダの深さ領域が評価対象である。このため、蛍光法と転換電子収量法の同時測定で得られる情報は互いに異なり、例えば活物質等の極表面と内部も含めた構造情報とを区別し、かつ相補的な評価が行える可能性がある。

2014 年度において BL08B2 で整備した装置は、転換電子収量法の検出システムを改造した試作版である。側面側あるいは上部方向に蛍光 X 線を捉えるための検出器を配置可能とし、同時測定を実現した。転換電子収量法の検出システムに対して Lytle 検出器を上

方に配置した場合の装置構成を図2に示す。この装置を利用したスタディとして、白金粉末の標準試料を使用して装置調整を試みた結果を図3に示す。スペクトルは明瞭に捉えることができています。2015年度からは同時測定ソフトウェア整備や装置の本格的整備を進めながら、実試料等への応用を試みる予定である。

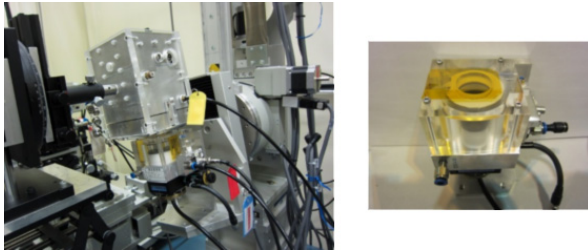


図2. 転換電子収量法用の検出器と Lytle 検出器とを組み合わせた試料周りの様子。

### 2.3 イメージング

BL08B2では、イメージング機能とともにX線CT法を産業界に利用提供している。X線CT法は物質内部の構造を非破壊で三次元的に計測できる強力なツールであるが、BL08B2では偏向電磁石光源により得られるワイドサイズのビームを利用した広視野X線CTを特徴としている。さらに平板型試料を観察対象としたX線ラミノグラフィを整備し利用提供している。

放射光と二次元検出器で実現される高分解能イメージングやCT法は、産業界でもニーズは高い。温度変化や応力印加など、材料の実使用環境相当の条件を与え、その中で材料の内部構造がどのように変化するかを動的に捉えたいとする観察ニーズも産業界には多くある。これに対応することを目的として、2014年度は時分割測定を可能とすべくCT法の高速度測定のためのハードおよびソフトウェアの整備を進めた。

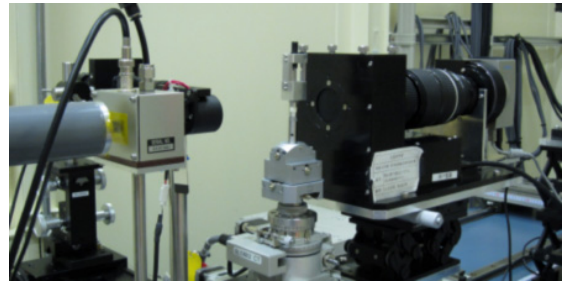


図4. 圧縮変形過程の動的CT観察配置。

動的な4次元CT法のハード構成としては、試料を連続回転させることが可能な高精度スピナーと、秒間100フレーム以上撮影できる高感度カメラを組合せた構成である。ひとつのCT画像を再構成するために要する画像データ一式が、僅か10秒程度で取得可能である。ワイドビームと高感度カメラで得られる視野範囲は13mm四方であり、広視野の動的観察も可能である。また測定用ソフトウェアを独自に製作し、撮像の時間間隔も自由に設定可能とした。時分割測定では、膨大な画像データが発生する。このため得られたデータから個々のCT画像再構成の作業を効率よく行う環境も重要となる。この目的でCT画像再構成用のデータ処理プログラムをバッチ処理として実行可能とするソフトウェアも整備した。

イメージング実験ステーションにおいても、今後もユーザーの要望を捉えながら、使い易い測定環境を整備していく。

### 2.4 単色X線トポグラフィ

単色X線トポグラフィは、エネルギーデバイス向けとする化合物半導体材料の高品質化を目指した利用が行われてきた。特に耐高温性や低損失性の特性を有し、

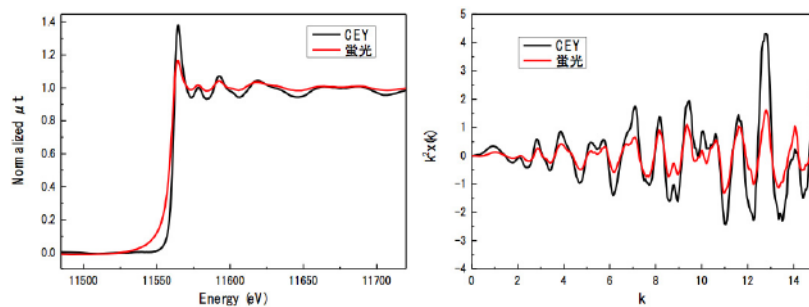


図3. 白金粉末への応用：左図がXANESスペクトル、右図がXAFS振動データ。

パワーデバイスの材料として注目されているシリコンカーバイド (SiC) が注目されており、この材料の結晶欠陥評価のテーマが2014年度においても実行されている。SiCの化合物半導体材料は理論的には優れた物性を示すが、エピタキシャル膜内の結晶欠陥や、成膜用とする基板側において存在する結晶欠陥により、デバイスの大面積化において歩留りが低下することが問題となっている。このような問題を引き起こす結晶欠陥を非破壊評価する手法としてX線トポグラフィが利用されている。2014年度の利用テーマでは、SiC膜中に存在するらせん転位、刃状転位、基底面内転位などの分布や挙動が詳しく調べられた。特にSiCエピタキシャル膜の特定指数に対する反射トポグラフィ像で得られたコントラストから、エピタキシャル膜中に含まれる貫通らせん転位と貫通刃状転位を詳細に解析したことが報告されている。さらにバーガスベクトルの方向の違いによって生じる転位のトポグラフィイメージの違いなどを利用することで、転位の位置情報と種類や分布なども詳細に調べることができた。

その他の化合物半導体として、高輝度青色発光ダイオード用として開発される窒化ガリウム (GaN) の研究テーマでもX線トポグラフィが応用された。サファイア基板上に成長させたGaNエピタキシャル膜には、現状で大量の転位が存在する。低歪低転位であるGaN基板の実現において新たな成長法であるNaフラックス法が期待されている。この成膜プロセスで作製したGaN結晶についてトポグラフィ観察を行った結果では、顕著な面内傾斜は観測されなかったものの、一部のトポグラフィ像において膜成長時の温度や溶液密度の揺らぎを反映したものと考えられる縞状のコントラストを観測することができた。そのほか、転位線周りの原子配列の不一致の向きを示すバーガスベクトルを決定できる鱗状の転位も観測することができた。

## 2. 5 粉末 X 線回折

粉末X線回折においても、結晶構造の動的観察の利用ニーズがある。2014年度はリチウムイオン二次電池のその場観察を目的とするテーマが実施された。広い回折角度範囲を捉える目的で二次元ピクセル検出器 (PILATUS 100K) が利用された。1ショット取得する角度領域と分解能とを考慮しX線エネルギーは16 keVが選択されている。

回折装置上で充電過程を再現させたその場観察では、正極材 (NC:Li(Ni<sub>0.8</sub>Co<sub>0.15</sub>Al<sub>0.05</sub>)O<sub>2</sub>)、負極材

(天然黒鉛) の両方において、結晶のc軸方向の格子面間隔の情報を与える回折ピークを捉えることができた。さらにこの回折ピークの変化を観察することにより、リチウムイオンの挿入脱離に伴う層方向の結晶構造変化についての情報を得ることができた。特に正極材については充放電レートに依り、異なる変化を示す結果が得られた。負極材については近接するLiC<sub>6</sub>、LiC<sub>12</sub>に帰属される回折ピークを捉えることができた。高レート充電に伴うそれぞれの回折ピークの挙動を解析した結果、活物質の一部が優先的に反応することを解明した。

高温環境下における充放電過程も再現され、電極活物質の構造変化が観察された。高温 (80°C) における充電時の測定結果は、室温時のデータと比較すると充電容量の増加、充放電曲線の変化とともに、正極活物質の回折ピークの変化が観測された。特に充放電曲線の変化と正極材の結晶構造の挙動変化が解析され、相関性が示唆された。

今後、詳細な実験を継続し、温度条件による結晶構造の変化の違いからリチウムイオン授受の状況等の観察が予定されている。

## 3. 産業利用の状況

2014年度におけるユーザー利用の殆どを産業界の利用課題が占めた。大学の利用課題も、産業界との連携や共同研究として実行されたものである。ビームラインの方針である産業利用を主とした利用状況に沿うものであった。

ユーザーが利用したBL08B2のマシントイムは、SPring-8施設全体で与えられた170日間に対して73日間であり、ユーザー利用の稼働率は43%である。これはBL08B2が複数の分析機能を備えているため、光学系や装置の切り替えが頻繁に求められるためである。逆に実験条件を柔軟に調整する利用体制を敷いていることで、ユーザーの評価は高い。ユーザーが求める高機能化のスタディもマシントイムを利用している事情もある。マシントイムの稼働率に関しては、光学系機器や実験装置の自動操作化の工夫を最大限図ることで高めていきたい。この第一弾として2015年度は、BL08B2光学系の主要コンポーネントである傾斜昇降架台の自動操作化に向けた制御系改造と、各実験ステーションでの試料チェンジャーの改良等を、限られた予算内で進める予定である。

ユーザーが利用した2014年度マシンタイムの内訳としては、小角X線散乱の利用が多く46%、XAFSが32%、イメージングが3%、単色X線トポグラフィが15%、粉末X線回折が4%であった。

ユーザー課題の成果公開、非公開の比率に関しては、成果公開がほとんどの課題であり90%を占めている。成果非公開を基本とする測定代行サービスの利用状況は、ユーザー利用のうちの19%であった。

企業ユーザー数は17社であり、年間を通じて計画的な利用が行われた。また新規の企業ユーザーも4社であった。

産業界の利用に関しては、年度が切り替わる4月～5月の期間が少なく、それ以降に集中する傾向がある。これは企業における研究スケジュールに依るものであるが、マシンタイムを最大限有効活用するために利用希望が比較的少ない時期においては産業界利用に拘らず学内研究室等での、産業分野と繋がったテーマ利用を導入する制度等を検討したい。

#### 4. 2015年度の計画

2015年度の大きな整備として実験装置の自動制御化を目標として挙げている。ビームラインに割り当てられたマシンタイムの稼働率を高め、成果がよい多く得られるよう工夫したい。またユーザーニーズをキャッチしながら取り組む実験システムの高機能化は今後も継続していく。装置を整備するための資金は現状の予算だけでは厳しい。このためユーザーと協力した資金導入なども積極的に検討したい。

BL08B2は供用開始より10年目を迎えた。これを機に新たな産業界支援体制を目指しつつある。兵庫県立大学の特徴を活かし、軟X線実験施設であるNew-SUBARUとの連携利用や、計算科学との併用による材料構造の研究の取り組み、学内にある材料工学の知の活用など、産学連携機能の強化を図ることを意識した取り組みを開始したい。これについてはJST資金を活用して実施した2014年度の調査研究において、産業界側からの要望として把握した情報に基づく。硬X線、軟X線の両放射光施設、材料工学、シミュレーション研究体制を有する兵庫県立大学は、産学連携により企業側が抱える課題解決を実行する組織となりうる。

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

横山和司, 桑本滋生, 漆原良昌, 李 雷, 野瀬惣一, 竹田晋吾, 津坂佳幸, 松井純爾, 籠島 靖

## 兵庫県ビームライン BL24XU

BL24XU は、放射光の産業利用推進を目的として兵庫県が設置した、SPring-8 初の専用ビームラインである。平成 10 年 6 月の供用開始時より、高輝度アンジュレーター光源の特性を活かすべくマイクロビーム光学系やマイクロイメージング光学系に特化した測定ステーションを配備し、継続的に高度化を進めてきている。特にマイクロビーム利用に関しては、兵庫県立大学大学院物質理学研究科 X 線光学分野による専門的な運用を行っており、高度な技術をユーザー利用光学系として提供している。

ビームラインの概略を図 1 に示す。2 本のブランチ（ブランチ A, B）で構成されており、ダイヤモンド薄板結晶を利用した長オフセット 2 結晶分岐分光器により、モノクロ光をブランチ A、透過光をブランチ B へ同時に供給する。各ブランチにはそれぞれ 2 つの実験ハッチをタンデムに配置（実験ハッチ A1, A2；光学ハッチ B2, 実験ハッチ B1）している。光源には 8 の字アンジュレーターを採用しており、大強度と低負荷を両立するだけでなく、半整数次の高調波を利用することで垂直、水平偏光の選択を可能としている。

### 1. 各実験ステーションの状況

#### 1. 1 ブランチ A

ブランチ A ではダイヤモンド結晶分光器による 10 keV の単色光が利用できる。実験ハッチ A1 では Bonse-Hart 型極小角散乱ステーション、実験ハッチ A2 では

斜入射回折ステーションの運用を行っている。Bonse-Hart 型極小角散乱ステーションでは図 2 に示すように、単結晶を用いた角度分解光学系を利用するため、一次元方向のみの測定に限られるが通常の小角散乱光学系では測定が困難な数ミクロンから数 100 ナノメートルの周期構造の観察が可能である。

斜入射回折ステーションでは 4 軸表面回折計を設置しており、斜入射条件で試料の回折測定を行なっている。表面、界面の結晶構造、薄膜構造の評価や、カウンタ法を用いた粉末回折測定、さらには、2 次元検出器を利用した半導体試料等における反応過程のその場観察（加熱炉が搭載可能）への応用が行われている。

#### 1. 2 ブランチ B

ブランチ B は水平オフセットのシリコン 2 結晶分光器を採用しており、5 keV~30 keV の単色光を利用することができる。タンデムハッチの上流側（光学ハッチ B2）は光学ハッチ仕様であり、分光器 B の第一結晶を退避することによりアンジュレーター白色光の利用が可能である。光学ハッチ B2 には、マイクロビーム XAFS に特化した XAFS ステーション、空間分解能に特化したマイクロビーム利用光学系や高分解能イメージング光学系を利用できる X 線顕微鏡ステーションを設置しており、各種材料評価に利用されている。下流側の実験ハッチ B1 では高平行度マイクロビーム

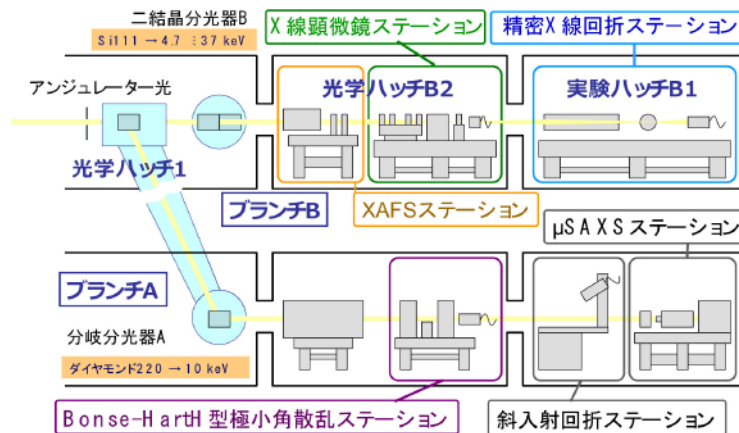


図 1. BL24XU ハッチ構成概略。



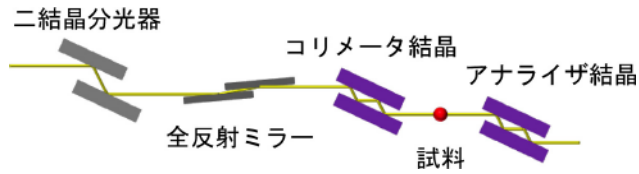


図 2. Bonse-Hart 型極小角散乱測定光学系.

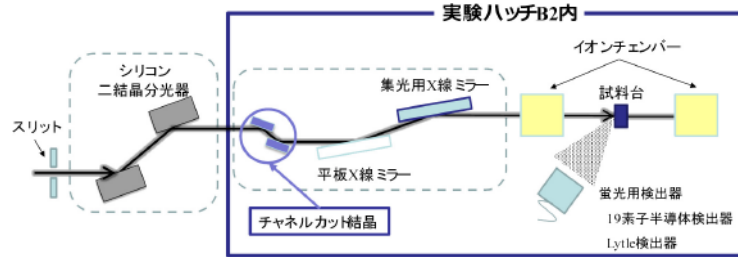


図 3. 高エネルギー分解マイクロ XAFS 光学系.

光学系を用いた精密 X 線回折ステーションを運用しており、主に次世代半導体基板や電子デバイス評価に活用されている。

1) XAFS ステーション

XAFS ステーションは図 3 に示す光学系構成をしており、全反射集光ミラーにより 1~2 ミクロンサイズに整形した X 線ビームを利用した微小領域における構造評価法として提供している。チャンネルカット結晶を集光光学系に採用し、高エネルギー分解化での測定も可能となっている。本光学系は、主に第一遷移金属の化学状態を調べ、酸素の配位構造を探るために利用されており、リチウムイオン二次電池、固体燃料電池、陶磁器釉薬の構造評価等に活用されている。

さらに、同一ステーション上で局所構造および結晶構造の両評価を実現する目的で、Pilatus 100K を利用

した二次元粉末 X 線回折機能も追加搭載する予定である。今後、NewSUBARU における軟 X 線吸収分光法、スペクトルの理論計算法と併せて、統合構造評価ステーションのひとつとしての活用の可能性を探る。

2) X 線顕微鏡ステーション

X 線顕微鏡ステーションでは、X 線集光ビーム、X 線イメージング光学系を利用した、サブミクロン～ミクロンの空間分解能と高い時間分解能を有する測定のユーザー利用を展開している。また、兵庫県立大学 X 線光学分野の学術研究として、次世代 X 線集光素子である多層膜ゾーンプレート、全反射ゾーンプレート等の開発評価や、新規 X 線イメージング法の開発、高度化も行われており、ユーザー利用光学系へフィードバックされている。測定光学系や測定条件は、技術

表 1. 代表的なマイクロビーム性能.

Energy (keV)	焦点距離 (mm)	集光サイズ (縦 × 横 μm)	発散角 (arcsec)	強度 (光子/s)	応用測定系
10	72	0.15×0.3	500	4×10 <sup>8</sup>	XRF, Imaging
	286	0.3×0.7	290	3×10 <sup>9</sup>	XRF, WAXD
	800	0.6×1.7	50	2×10 <sup>9</sup>	XRF, WAXD
	2000	1.5×9	25	4×10 <sup>10</sup>	WAXD
15	108	0.2×0.4	333	3×10 <sup>8</sup>	XRF, Imaging
	108	0.2×4	10	5×10 <sup>6</sup>	精密回折
	3000	2.5×8.5	13	5×10 <sup>9</sup>	WAXD, SAXS

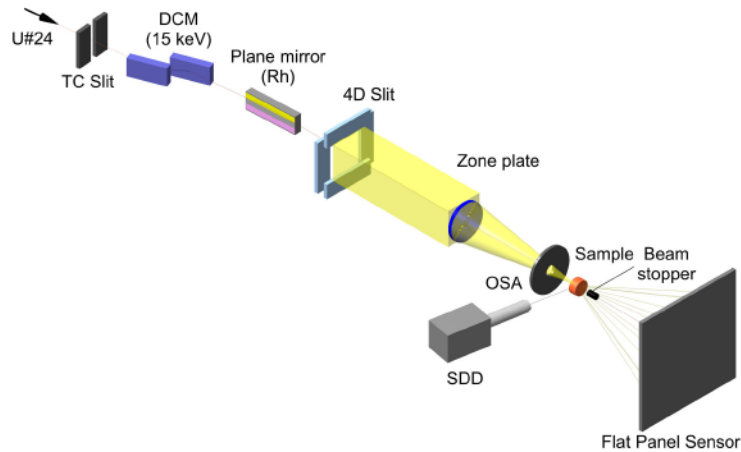


図 4.  $\mu$ -XRF と  $\mu$ -WAXD の同時測定システム。

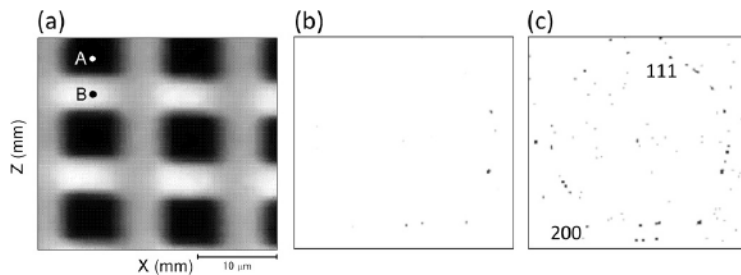


図 5. 銅#2000 メッシュの (a) 蛍光マッピング (Cu-K $\alpha$ ) , (b)A 点と (c)B 点における WAXD パターン。

相談内容によりオーダーメイド的に設定可能で、測定光学系の準備調整、実験サポート、解析アドバイスまで一貫して行っている。

集光ビームは、基本的にフレネルゾーンプレート (FZP) を用いて形成する。表 1 に代表的なマイクロビームの性能及びその応用測定系について示す。蛍光 X 線マッピング ( $\mu$ -XRF)、2次元検出器を用いた広角回折 ( $\mu$ -WAXD)、等倍位相コントラストイメージング (CT も可能)、X 線結像光学系を利用した高空間分解能 CT の利用が可能である。図 4 に  $\mu$ -XRF と  $\mu$ -WAXD の同時測定システムを示す。2次元検出器にはフラットパネル検出器 (FPS) を用いている。図 5 にモデル試料である銅の#2000 メッシュの (a) 蛍光マッピング (銅 K $\alpha$ )、図中 (b)A 点と (c)B 点における WAXD パターンを示す。B 点において金属銅結晶の 111 および 200 反射が確認できる。X 線結像光学系を利用した高空間分解能 CT では、最大視野 250  $\mu$ m において 200 nm の Line & Space を解像できる光学系の利用が可能となっている。

### 3) 精密 X 線回折ステーション

昨年度までは主に半導体結晶の微小領域高感度歪み計測を目的に、高平行度マイクロビーム光学系を用いた微小領域精密回折実験を行ってきたが、今年度新たに前方透過型多波回折トポグラフ法を開発・導入した。その光学系を図 6 に示す。これまでトポグラフの撮像には主に X 線フィルムや原子核乾板などが用いられてきたが、これを CMOS センサーに置き換えることで、検出器の線形性が高くなり、結果として位置分解能を改善することができる。また、通常は回折したビームのイメージから格子欠陥像を得るが、前方に透過したビームのイメージを撮像することで、変形のない格子欠陥像が得られる。ただしこの場合、コントラストは通常のトポグラフの反転像となる。

前方透過型トポグラフ実験を同時回折条件 (多波近似条件) 近傍で行えば、回折ベクトルの変更を容易に行うことができる。図 7(a) は表面が c 面のサファイア結晶で、4 -2 -2 0 反射 (A) が起きるときに、3 -3 0 0 反射 (B)、3 0 -3 0 反射 (C)、1 -2 1 0 反射 (D)、1 1

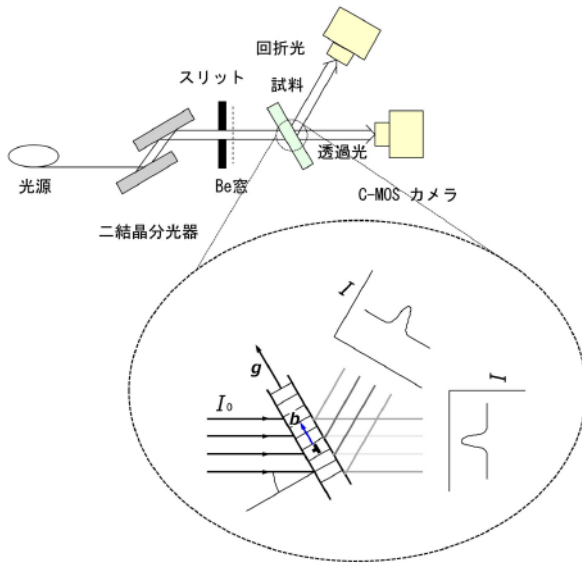


図 6. 前方透過型トポグラフの光学系.

-20 反射 (E) も同時に起きている様子を蛍光板上で記録した写真である。図 7(b) は図 7(a) の状態から結晶を OB 軸まわりに約 0.1 度回転したときの回折スポットであり、それぞれ動力的回折理論の 6 波近似と 2 波近似の場合に対応している。図 8(a), (b) は、図 7(a), (b) に対応して撮られたトポグラフ、図 8(c) は通常の回折ビームのイメージを X 線フィルムで取得したものであり、(a), (b) の位置分解能が格段に向上していることが分かる。また、図 8(b) では  $[1 -1 0 0]$  方向の転位線がみられないことから、透過像でも  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  ( $\mathbf{g}$  は回折ベクトル,  $\mathbf{b}$  はバーガースベクトル) による転位像の消失ルールが成立していることが分かる。この多波回折トポグラフィは、Si 結晶, SiC 結晶, GaN 結晶などの結晶でも適用可能である。

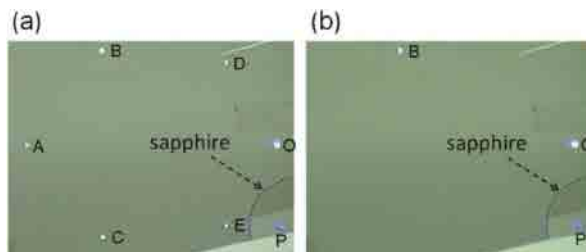


図 7. 同時回折の回折スポット写真. (a) 6 波近似, (b) 2 波近似.

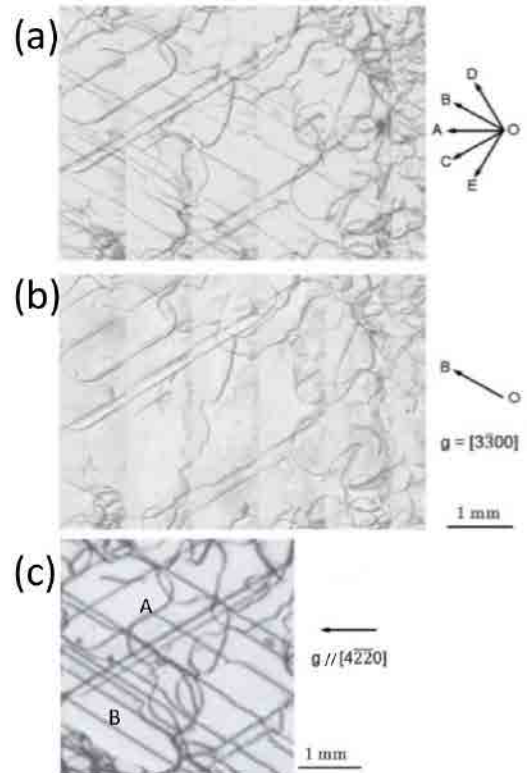


図 8. サファイア結晶のトポグラフ像. (a) 6 波近似条件での前方透過トポグラフ像. (b) 2 波近似条件での前方透過トポグラフ像. (c) 実験室のラングカメラで得られたトポグラフ像. X 線フィルムで撮影.

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

竹田晋吾, 横山和司, 漆原良昌, 桑本滋生, 高野秀和\*, 津坂佳幸, 籠島 靖

\*現所属：東北大学多元物質科学研究所

## 施設運用および利用状況

SPring-8 兵庫県ビームラインは平成 25 年度から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が兵庫県から委託を受け管理・運営を行っている。それまでは（公財）ひょうご科学技術協会放射光ナノテク研究所が管理・運営を行ってきたが、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兵庫県立大学の機能を連携、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・製品開発の促進することを目的とした移管である。こうした使命を果たすため放射光ナノテクセンターでは、放射光の産業利用の促進のためあらゆる角度から産業界の利用支援を行っている。

兵庫県ビームラインは、アンジュレタ光源の BL24XU と偏向電磁石光源の BL08B2 の 2 本である。1 本目の BL24XU は SPring-8 の供用開始とともに整備を始め、1998 年度に供用を開始、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。

2 本目の BL08B2 は 2005 年度より供用を開始した。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）、広域 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している。

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設置した。当研究所には、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、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。

一方、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、放射光の解析とスーパーコンピュータによるシミュレーション技術を組み合わせた革新的な材料開発のニーズが高まってきていることか

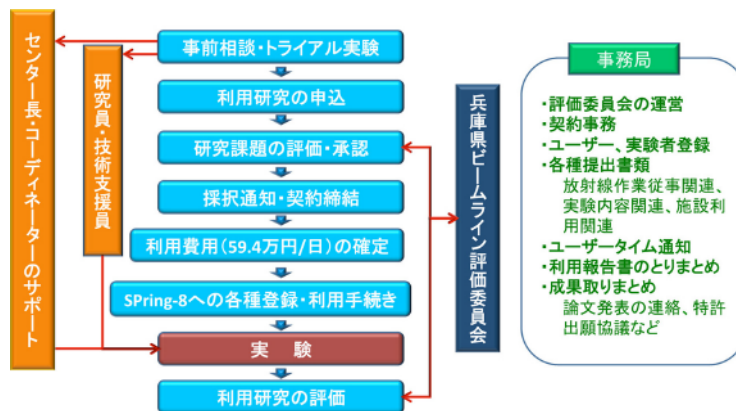


図 1. 兵庫県ビームラインの利用体制

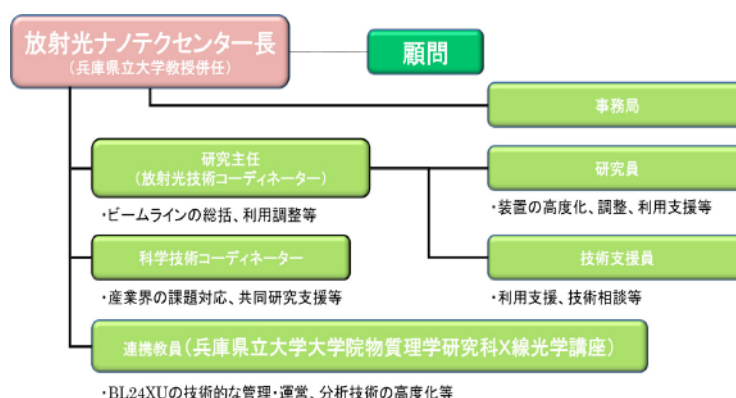


図 2. 兵庫県ビームラインの運営体制

ら、兵庫県立大学の機能の連携・活用がより一層図られることが期待される。

こうしたことから、放射光ナノテクセンターでは、放射光施設及びスーパーコンピュータの相互利用を促進するため、企業の技術者等に材料シュミレーション技術の習得支援を行ってきたところであり、今後も継続して支援していきたいと考えている。

これまで以上に、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兵庫県放射光ナノテク研究所の研究員が、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、公立大学法人兵庫県立大学産学連携機構放射光ナノテク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、同大学大学院物質理学研究科X線光学講座の教員が、放射光ナノテクセンターとともに担っている。

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（59.4万円/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。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。

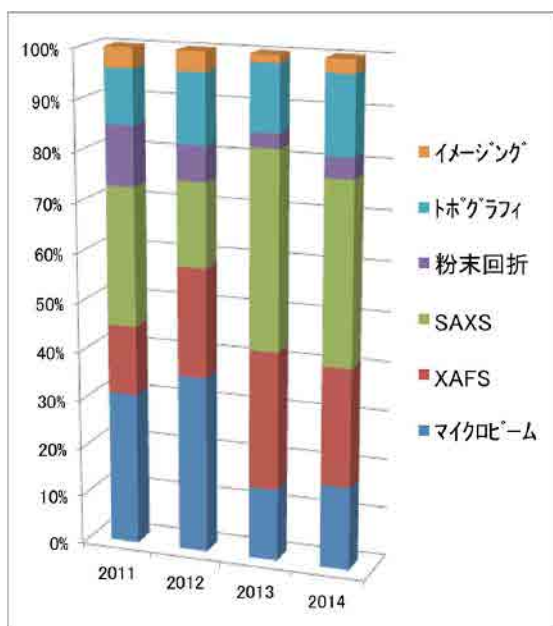


図3. 兵庫県ビームラインの装置別利用割合

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

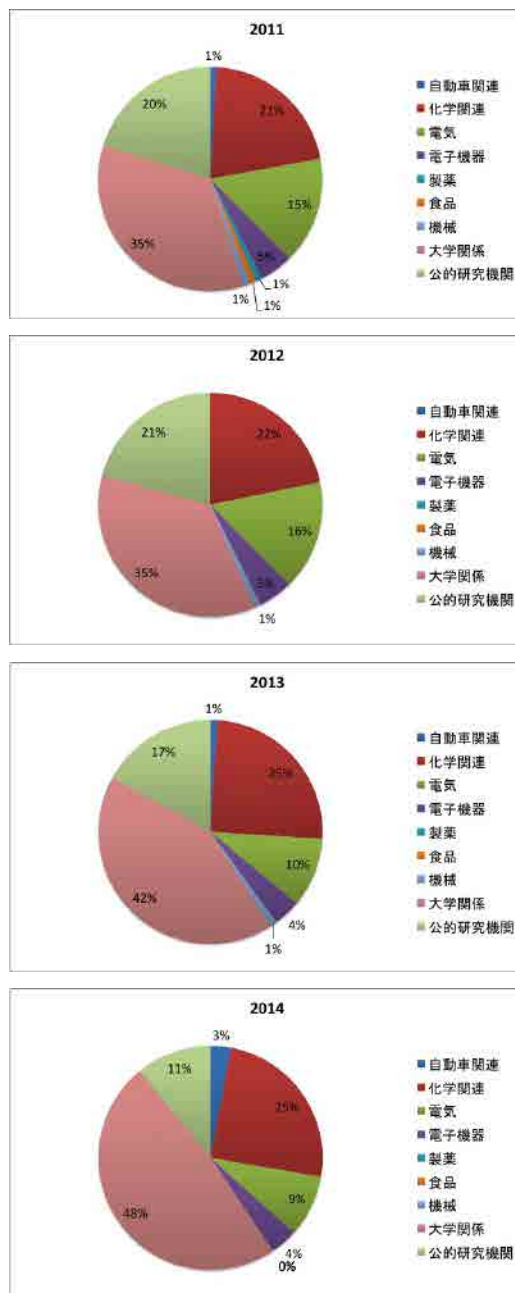


図4. 兵庫県ビームラインの分野別利用割合

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・研究推進機構放射光ナノテクセンター

[事務局社会貢献部主幹 (放射光ナノテク担当)]  
堅田 誉