

光ビームプラットフォーム シンポジウム2018

主催: 光ビームプラットフォーム 協賛: 日本放射光学会、日本化学会

日時: 2018年2月26日(月) 13:00 ~ 17:30 会場: 秋葉原UDXカンファレンス 4階 Gallery (東京都千代田区外神田4丁目14-1)















SAGA-LS

JASRI/SPring-8 兵庫県立大

兵庫県立大 阪大レーザー研 ニュースバル 立命館大SR

AichiSR

東京理科大 FEL-TUS KEK-PF

プログラム

口頭発表: 会場 UDX カンファレンス 4 階 Gallery

- 13:00~ 開会 ご挨拶 文部科学省 科学技術・学術政策局 研究開発基盤課 課長補佐 田村嘉章 代表機関による事業概要の説明 高エネルギー加速器研究機構 野村昌治
- 13:20~14:05 基調講演 『研究施設の共用の取組み、光ビームプラットフォームへの期待』
- ナノテクノロジープラットフォーム センター長 田沼繁夫 14:05~14:50 『放射光は企業における研究開発や生産技術をどう変えるか~日産アークのアプローチ~』
- (株)日産アーク 部長 今井英人
- 14:50~15:35 『次世代バッテリーの材料研究』

東京理科大学 教授 駒場慎一

15:35~16:20 『デンソーの技術開発における放射光活用事例の紹介』

(株)デンソー 部長 伊藤みほ

- 16:20~16:30 休憩
- 16:30~17:30 ポスター発表 技術相談会
- 17:30~19:30 交流会(会場:UDX カンファレンス 4 階 Next-3) 会費制、参加費 4,000 円

<u>ポスター発表: 会場 UDX カンファレンス 4 階 Gallery</u>

【技術発表、ラウンドロビン検討状況報告】

- P01 『硬 X 線を用いた XAFS ラウンドロビン実験の実施状況』 渡辺剛¹、瀬戸山寛之²、池野成裕³、高 濱謙太朗³、君島堅一⁴ (¹JASRI、²SAGA-LS、³AichiSR、⁴KEK-PF)
- P02
 『HAXPES ラウンドロビン検討状況』
 池野成裕¹、安野聡²、陰地宏^{1,3}、廣沢一郎²、渡辺義

 夫¹(¹AichiSR,²JASRI、³名大)
- P03 『軟 X 線 XAFS ラウンドロビン実験の状況』吉村真史¹、山中恵介¹、太田俊明¹、池野成裕²、村井 崇章²、瀬戸山寛之³、吉村大介³、長谷川孝行⁴、上村雅治⁴、伴弘司⁵(¹立命館大 SR、²AichiSR、
 ³SAGA-LS、⁴SALLC、⁵KEK)

- P04 『SAGA Light Source での X 線イメージング』 石地耕太朗、米山明男 (SAGA-LS)
- P05 『SPring-8 実験データリポジトリシステムを口いた BL14B2 XAFS 標準試料データベースの構築』
 大渕博宣¹、平山明香¹、谷口陽介²、内山智貴³、中田謙吾¹、高垣昌史¹、本間徹生¹、大端通¹、横田滋¹、松下智裕¹(¹JASRI、²スプリングエイトサービス、³京都大学)
- P06
 『硬 X 線光電子分光法における相対感度係数データベースの構築』安野聡¹、池野成裕²、廣沢一郎¹、渡辺義夫²(¹JASRI、²AichiSR)
- P07 『新規 X 線加エプロセスと実用展開』 山口明啓、内海裕一 (兵庫県立大 NewSUBARU)
- P08 『EUV 光を用いた産業利用支援』 渡邊健夫、原田哲男 (兵庫県立大 NewSUBARU)
- P09 『レーザーを用いた時間分解分光計測』 清水俊彦(阪大レーザー研)
- P10 『軟 X 線溶液 XAFS 測定法の開発と応用』 家路豊成 (立命館大 SR)
- P11 『施設横断 SAXS 標準試料測定結果』 杉山信之¹、山元博子¹、太田昇²、大坂恵一²、清水信隆³、 高木秀彰³(¹AichiSR、²JASRI、³KEK-PF)
- P12 『レジスト用高分子のアブレーション』 鳥海実 ^{1,2}、川崎平康²、荒木光典²、今井貴之²、築山光一² (¹境界科技研、²東京理科大 FEL-TUS)
- P13 『水素添加反応下での Pd 担持触媒の *in situ* XAFS 評価』 国須正洋¹、八尋惇平¹、森本直樹²、
 仁科勇太²(東レリサーチセンター¹、岡山大学²)
- P14 『SIP 国プロ「革新的構造材料」を活用した産官学連携』 木村正雄^{1,2}、武市泰男^{1,2}、丹羽尉博¹、君 島堅一¹、和田健^{1,2}、兵頭俊夫^{1,2}、石井友弘¹、平野馨一^{1,2}、兵藤一行^{1,2}(¹KEK-PF、²総研大)

【施設報告】

- P15 『SAGA Light Source の現状』 岡島敏浩 (SAGA-LS)
- P16 『放射光施設横断産業利用課題と利用技術』 廣沢一郎 他 (JASRI)
- P17 『ニュースバル放射光施設分析ビームライン』 神田一浩¹、新部正人¹、春山雄一¹、原田哲男¹、 福島整²、長谷川孝行²、上村雅治²、深田昇²(¹兵庫県立大 NewSUBARU、²シンクロトロンアナリシ ス LLC)
- P18 『阪大レーザー研施設報告』 南佑輝 (阪大レーザー研)
- P19 『SR センターにおける成果公開研究』 太田俊明 (立命館大 SR)
- P20 『あいちシンクロトロン光センターの現状と施設連携促進に向けた施設横断的技術情報の提供』 小田 政利、池野成裕、渡辺義夫、竹田美和 (AichiSR)
- P21 『東京理科大学赤外自由電子レーザー研究センター』 川崎平康 (東京理科大 FEL-TUS)
- P22 『フォトンファクトリー(PF)における産業利用』君島堅一、高木秀彰、伴弘司、木村正雄(KEK-PF)

講演1(基調講演)

























利用者アンケート調査:利用満足度













BIOtech、BioJapan等異分野の学会・展示会でもPRした。 ブース出展は、5年間で大小合わせて、約50回に達した。 これらの活動に拠り、約4500人(平成28年度の例)へ直接紹介した。

18

-3 -

広報活動:プレスリリース「秀でた利用成果」 NOTE: REPORTANT (RINE) XENTERS (RINE) STATES (RINES) NanotechJapan 2. 202040 (STARAD) 4050500 800277-17-4-80 (SUBTO 800277-17-4.80 (1997) 716-7 200 8328110 Gab / 17 4-8-25 (2018) 8010 (1000) 10000000 (2018) 8010 (1000) 平成 29 年度「秀でた利用成果」の発表について 11、米川北で丸けするみにボイ ニッパ、トレングMIR構造を計 、低力ポイストレン型AGEの実施 文祥永学者ナノアクノロジープラットフ 認立研究開発法人助賞・村井建売機構 HULL BOARD COMPANY 文算料学者ナノアナノロジーブラットフォームは、特定度の約3回6巻の表明課題の中かい イノバーションに繋がることが差許できるなど知に差迭な差を差定、平成30年度「清ゴ 特別成更」も考え方としたし、最差有当には、大点ハリアー可希知として期待される数化 リッム差キのと効果とないたが、実施した第一回が添けました。 規規制を整約したた。 成品をでは、急化メージーンので参加に決めって大力な基準が期待できらんの、急な実界・大学ーム の時間になけれなな技術が得るなため、急アンアンパルジーブラットショーンの装飾・工程がおきた なたたくため、たいているの基準時時にや空間で変更した。 238 年度(学った利用規制)・可能が加え、正当14 日ビアシーションのから、加加し など、美くなり、モージーン、豊富人の作用、生活が発見、メーションの、した、2010年で、 248 年度(一)の一)の意味の作用で、生活が発見、一人の通うのに、 など、美くなり、一切、一 ひくいーンルの書 かな地帯が得られた。 19





匠の技認定:職能名称付与 PF全体の一体的な取組により技術支援人材の育成、キャリアパス構築を推進 技術スタッフへの職能名称付与 Tana a 技術レベルに応じた職能名称(3段階)を (H29年度:12/25運営責任者会議にて決定) ⇒技術支援人材のステータス向上、キャリアアップ ⇒実施機関における優れた人材の長期的・安定的確保へ く職能名称付与の流れ、 PF毎にスキルレベルのガイド <H27~29年度:職能名称付与人数(延べ)> 171 高度 専門技術者 計 技術領域 設定 エキスパート 微細構造解析 26 21 58 11 PF毎に候補者の推薦・審査 教細加工 24 40 8 8 分子·物質合成 27 49 職能名称付り委員会における確認 6 16 8† 25 77 45 147 運営責任者会議にて付り決定 22

匠の技:技術スタッフ表彰

技術スタッフ表彰,技術スタッフの見える化

- H26~28年度:延べ9名受賞(H26:技術支援者賞1名、H27:優秀技術賞1名、技術 支援貢献賞2名、若手技術奨励賞2名、H28:優秀技術賞1名、技術支援貢献賞1 名、若手技術奨励賞1名)
- H29年度:nano tech 2018展示会場にて発表、表彰予定
 Nanotech Japanウェブサイトにて紹介(見える化)



3. 今後の課題と対応

("光ビームプラットフォームへの期待"に代えて)

ナノテクノロジープラットフォームの中間評価検討会(H29) による評価結果(概要)

- 利用件数及び利用料収入が年々増加し、利用が定着・拡大しており、関連する論文数及 び特許出願数も年々増加している。各ブラットフオーム(以下 PF)の代表機関及び実施 機関との連携体制がよく機能しており、利便性の向上が図られている。
- 大学等の研究力向上への貢献として、<u>本事業の支援による研究論文の被引用数が落実</u>
 <u>に増加</u>しており、被引用件数トップ1%及びトップ10%論文も含まれることから、質の高い 研究を支援している。
- ◆本事業を契機に設備の共用化及び課国の研究開発予算の効果的活用、研究効率の向 上に貢献金制度の導入が進むなど、大学における共用システムの改革に貢献している。 し、ナノテクノロジー・材料科学技術に関する経験や知識の蓄積、継承を可能とした。
- 本事業で雇用している技術支援者のスキル向上のための研修や、モチベーション向上の ための職能名称付与制震、技術支援者表彰を行うなど人材育成に取り組んでいる。

24

今後の事業の方向性:中間評価を受けて
ケノケクロジー・材料料学技術に加いては、物質を成っなエー計算数単の角字的 運用が必要であり、そのための表形システムは進めて変更であ り、今後とも本事業は豊美する必要がある。また、パイオテクノロジーやらTAC 展通のケノエレクトロニウスな ど、急速な科学技術の進展に急軟に 対応するためには、信々な 分割の切除者の意識やな思慮を考えれ、活用するプラウトアメームとして、医学家における先期増加やモノブジ()を支援 する本事業が必要である。さらでやさん中国をお見た時にの主要が支援に定義してい、くためには、外期環境の変化に応急に対応できる意味でなぜ最か を供給する必要が多り、以下の項目を発起することが重要である。
(1)対応領域の強化 loT, バイオ等変化する利用ニーズへの対応を強化
(2)機器・人材の強化拡充 スタッフのキャリア形成・機器ラインナップ見直し
(3)戦略立案 「先端共用施設・技術プラットフォーム展望調査WG」から
(4)利用料金 必要となる費用執行額、提供価値を念頭にした仮の市場価格から算出
(5)国際化 人的交流、海外からの利用、共同イベント等の国際化を推進
(6)説明責任 本事業の活動意義・成果を広く伝え、理解を得る活動を実施
(7)改革への貢献 制度の改革を推し進める範となるべく活動
(8) データPF との連携 NIMSの情報統合型物質・材料研究拠点と連携
(9) 実施体制 科学的な卓越性、イノベーションの促進、地域への貢献の3 つの
観点に留意
(10) 外部共用の促進 機器の外部共用率をより一層高めるための取組



利用料金に関して各PFに共通する基本的な考え方

【公募要領における記載】 5.6. 利用料の徴収

実施機関は、利用者から利用料を徴収することとする。徴収した利用料は本事素の維持費(例え は、光熱水費や消耗品費)や設備共用化に必要な経費(調整会費、共用設備の高度化・修整費等) の一部として、委託費を充当する経費以外の経費に充てる。利用料金の設定に当たっては、光 熱水費、消耗品費、共用設備の高度(経費を念頭に、適切な額とする。なお、国等のプロジェク トによって購入した設備を用いて本事業を実施し、利用料を徴収する場合は、当該プロジェクト によって購入した設備を用いて本事業を実施し、利用料を徴収する場合は、当該プロジェクト によって課とした設備を用いて本事業を実施し、利用料を徴収する場合は、当該プロジェクト によって課とした設備を用いて本事業を実施し、利用料を徴収する場合は、当該プロジェクト によって課した設備の条件の範囲内で利用料の設定等を行うことが必要である。 * 利用者金の具体的な設定 -- TFで検討中

 「自立とは?」 学術的な意義・価値と産 (ベストは割合は?) 技術支援,技術開発の書 他の共用事業と連携のあ	業支援, イノベーション創出 合は? り方
 その他の項目 装置の更新 人材育成 課金・徴収	: データ・試作品の市場価値 : スピード, 標準化, トレーサビリティー : 技術支援 ストックとフロー

27

放射光は企業における研究開発や生産技術をどう変えるか?

~日産アークのアプローチ~

株式会社日産アーク・今井英人

企業における放射光利用の意義が大きく変化しようとしている。放射光解析技術は、その進展 により、物質科学研究に用いられる高度な材料解析ツールの一つという枠を超え、高度な定量的 解析や非破壊計測など、製品レベルのデバイスの解析ができるレベルに変貌しつつあるからであ る。同時に、各放射光利用施設のユーザー支援体制も格段に手厚くなっていることも、このよう な放射光の産業利用適用範囲拡大を後押している。標準的な測定方法の提示、自動光学調整、自 動測定、解析指導に加え、随時募集制度、測定代行システムの運用など、産業界にとって幅広い シーンで利用しやすい環境が整ってきている。

おおよそ 20 年前 SPring-8 の供用が開始されたころは、「最先端の光がどのようなことに使え るのか?」といった科学的な興味に駆動されて産業界の利用も開始された。桁違いに明るい光と エネルギーを自由に変えられる放射 X 線の利用で、ラボ X 線装置とは異なる情報量の多い構造解 析が可能になり、材料の構造設計に新たな方向性を与えてくれた。

高輝度放射光の透過能力と時間分解特性を活かすことで「オペランド解析」が可能であること が示されると、シンプルな構造・電子状態解析を越えて、実際にデバイスが動作する環境におい て、どのように材料の構造や物性が変化し、機能が発現しているのか、というメカニズムの本質 解明に迫ることができるようになった。直接、動作条件での構造・機能変化を読み取ることで、 製品の性能と構造変化を直接結び付けることが出来るようになり、どのようにすれば、製品とし ての性能を高めることが出来るのか、材料の機能設計にフィードバックすることが容易になった。

更に、大型計算機による材料の構造・電子状態シミュレーション、あるいは、計測スペクトル のシミュレーションを併用することにより、放射光計測で得られた構造情報、その変化量の定量 化が可能になり、デバイス・製品の設計、評価にも活用できるようになった。現在では、さらに、 透過イメージングあるいは、CT やコヒーレント X 線散乱イメージングと構造・電子構造マンッ ピングが可能になりつつあり、より現実に近い本質的な不均一を含む状態の解析へ進化している。

このような放射光計測および解析技術の進歩・高度化を、製造業における研究開発プロセスに 投影してみると、物質・材料レベルの研究フェーズから、材料をインテグレートし、デバイスと して機能させる先行開発、定量的な試作評価による生産プロセス開発、不具合の原因を追究する 量産技術開発、非破壊での状態判断が必要な品質管理といった、川上から川下工程への適用が可 能になっているということに対応している。産業界にとっては、放射光の利用の範囲を研究フェ ーズのみならず、あらゆる開発フェーズへ拡大することを検討する段階に来ていると言えるだろ う。

日産アークの取り組みを例に、具体事例を紹介する。日産アークは、日産自動車の総合研究所 材料分析センターからスピンアウトした分析会社で、現在では、日産グループ以外からも広く受 託分析・研究を請け負っている。自動車は3万点にも及ぶ多種多様な材料・部品から構成されて おり、その性能向上、生産・量産プロセス開発、品質管理には、材料やデバイスの深い知識とと もに、分析・解析の活用が欠かせない。こうした自動車に関わる分析技術のノウハウを強みとし ながら、最近では、電動化技術のキーコンポーネントであるリチウムイオン二次電池の解析にも 力を入れている。

世界中で EV シフトが鮮明になり、自動車業界は 100 年に一度といわれる大転換期に差し掛か っている。こうした状況において、競争力のある EV・電動化技術の開発には、高性能車載電池の 開発と適用が欠かせない。EV の心臓部ともいえるリチウムイオン二次電池の性能・劣化および品 質の解析においては、電池内で起こる複雑な(不均一な)電気化学反応をブラックボックスとし て扱うことはできず、オペランド計測による電気化学反応の定量的把握が必要である。研究開発 の現場のみならず、生産技術開発、品質管理のあらゆる局面において、放射光を活用した評価解 析への期待が高まっている。

高性能(高容量、高出力、長寿命)な電池を、低コストでしかも信頼性・安全性を担保しながら 実現するために、材料開発に加えて、材料のパフォーマンスを最大化する電極構造デザイン、そ れを実現(制御)するプロセスなど、新たな観点からも研究開発が進められている。特に、材料 そのものがもつ構造、物性の把握はもちろんであるが、電極、あるいは、電池を構成したうえで、 電池動作時にどのような機能、性能を発現しているか正確に把握することが重要である。このた め、イメージング、マルチスケール大規模シミュレーションによる定量化など、先端計測・解析 技術の開発とその統合的活用が求められている。

日産アークでは、これまで、放射光を活用し、基盤分析、大規模第一原理計算と融合させなが ら、リチウムイオン電池の正極材料の定量的反応解析[1]、アモルファス負極材料の定量構造解析 [2]、電極被膜の非破壊定量解析技術[3]、実用電池の完全非破壊反応解析などを開発してきた。こ れらの多くは、研究開発のみならず、製造プロセス、量産プロセス、市場品質管理などの現場で 幅広く活用されている。

参考文献

[1] K. Kubobuchi, et. al, J. Appl. Phys, 120, 142125 (2016)

[2] A. Hirata, et. al, Nat. Commun, 7, 11591, (2016)

[3] M. Matsumoto, et. al, ECS Trans. 69, 13 (2015)

関連 web

http://www.spring8.or.jp/ja/news_publications/press_release/2016/160513/ http://www.spring8.or.jp/ja/news_publications/publications/news/no_76/#topic

次世代バッテリーの材料研究

(東京理科大学・京都大学 ESICB) 久保田 圭、駒場 慎一

電気エネルギーの有効利用を目指し、従来型蓄電池に対して優位性を発揮できる次世代型蓄電 池の開発が世界中で活発化している. 我々の研究グループは、リチウムイオン蓄電池の特徴を生 かしたまま、希少金属フリーを図る元素戦略電池として、高性能ナトリウムイオン蓄電池および カリウムイオン蓄電池の開発に注力している. これらの電池は我々の研究室が世界に先駆けて全 電池作動を実証した.本発表では、それらの研究開発の背景と最新動向、さらに放射光 X 線及び 中性子分析を基に解明した充放電反応機構についても紹介する.

蓄電池の元素戦略

電気エネルギーを化学エネルギーとして蓄える蓄電池は、我々の生活に浸透し不可欠な存在と なっている.スマートフォンや小型ゲーム機などの携帯電子機器の電源としてだけでなく、交通 輸送用の大型電源として電気自動車に実用化されている.さらに今後は太陽光や風力発電技術と 組み合わせた超大型蓄電設備や、住宅用の定置型電源として、蓄電池の用途の拡大が確実な状況 である.実用蓄電池の中で、リチウムイオン蓄電池は最高のエネルギー密度を有している.その ため携帯機器の電源に最適である一方で、リチウムそのものや電池の構成部材に必要なコバルト は希少金属であり、高コストにつながる.また、必須元素であるリチウム資源の全量を我が国は 輸入に頼っており、地政学的リスクを抱えている.鉛蓄電池やニッケルカドミウム蓄電池、ニッ ケル水素蓄電池も、毒性元素やレアアースが必要である.従って、希少元素や毒性元素を全く必 要としない高性能な新型蓄電池の開発が切望されている.

このような背景から,我々はナトリウムイオン蓄電池およびカリウムイオン蓄電池に注目して いる.これら電池の基本的な作動原理はリチウムイオン電池と同じである.つまり,図1に示す

ように正極・負極での電気化学的な酸化還元におい て,電荷中和のためにLi⁺イオンが脱挿入するインサ ーション材料が電極活物質に用いられる.充電時, 正極材料からLi⁺イオンが脱離し,電解液を介して負 極へ挿入される.それと同時に正負極で電子の受け 渡しが起こり,外部回路に電流が流れる.放電時に はこの逆反応が起こり,可逆的に充放電可能な電池 である.活物質の母構造を維持したまま充放電反応 が進むため,反応可逆性が高く寿命も長い.しかも, 4ボルトの高い起電力が得られるため,エネルギー 密度を高めることができるが,水を溶媒に使うと電 気分解が生じて電池作動できないため,炭酸エステ ル系の極性有機溶媒が広く使われている.表1には, 蓄電池での利用を念頭にアルカリ金属の性質を比較 した.ファラデー則からは,軽い原子量であれば電



表 1 Li, Na, K の物性比較

	F - B	イオン半径	地殼存在量	標準電極電位		
	原子重	/ Å	/ ppm	E°(A⁺ _{ang} /A) /Vvs.SHE	E° (A* _{₽C} /A) /V vs. Li* _{₽C} /Li	
3Lî	6.9	0.76	20	-3.04	0	
11 Na 50560	23	1.02	23,600	-2.714	0.23	
19 K	39	1.38	20,900	-2.936	-0.09	

PC は炭酸プロピレン溶媒を示し,表の右段は PC 溶媒を用い時の標準電極電位を示している.

池の軽量化に結びつくため、リチウムが最適解となる.しかし、リチウムは地殻中濃度が圧倒的 に低いため、近年でもリチウム価格が大きく変動している.また、標準電極電位を比べると、化 学の教科書にもあるとおりリチウムがもっとも卑な金属であるが、これは水溶液系での理論値で あって、非水溶液系で実測すると、リチウムとカリウムの電位は逆転する.例えば、非水溶媒(有 機溶媒)で代表的な炭酸プロピレン中では、カリウムの電極電位はリチウムよりも約0.1V低い. すなわち、仮に正極の作動電位が同じ場合、カリウム電池の方がリチウム電池よりも電圧が0.1V 高く、蓄エネルギー量が多くなることを示している.また、Li⁺、Na⁺、K⁺の順にルイス酸性が弱く なるために、溶媒和イオンのサイズ(ストークス半径)が小さくなる.その結果、ストークス半 径が最小のK⁺イオンが最も速く拡散できるためにイオン伝導性の高い電解質溶液を与える.従っ て、電池の内部抵抗が低下し、充放電速度の向上が期待できる.これらの背景から、Li⁺イオンの 脱挿入反応を模倣して、Na⁺やK⁺イオンを使った新奇な電池反応系への着想は必然ともいえるが、 これらの電池系では全く異なる材料群が電極として機能することが近年見出されており、研究開 発競争は国際的に激化している[1].

材料開発と放射光・中性子分析

リチウムイオン蓄電池の正極材料としてα-NaFeO2型(O3型)層状 LiCoO2が有名だが,ナトリ ウムイオン蓄電池では,O3型 NaCoO2は作動電位が低く,さらに多段階相転移による電位変動が 多いために短寿命電池となる.そこで我々はO3型 NaCoO2にO3型 NaFeO2を固溶させ,作動電 位の向上と充放電曲線の平滑化,さらには出力特性の向上に成功した.しかし,正極材料の更な る改善にはこの特性向上メカニズムの解明が求められる.そこで,実験室系 X線回折装置を用い た operando X線回折と放射光,さらには中性子を相補利用して,O3型 NaFe1/2Co1/2O2の充放電中 の結晶構造および電子状態の変化を明らかにした[2].X線では Fe と Co による散乱強度の違いが 小さいため Fe と Co を区別できないが,中性子では散乱強度が異なるため Fe と Co を区別した構 造解析が可能となる.中性子回折の Rietveld 解析から(図 2(a)), Fe と Co は不規則に分布しており, Na 層と Fe1/2Co1/2O2 層が交互に積層していることが分かった.この異種元素の不均一化が充放電

曲線の平滑化に寄与している.また,数 mg の電極試料 でも高分解能かつ高強度で計測可能な放射光X線を利用 し,充電途中の Na 量 1/2 の状態では図 2(b)のように Na が規則配列して超格子構造を有することが分かった.さ らに, operando X線回折によって相転移挙動が分かり, O3型から P3型へ,さらには P3-O3 固溶体へと相転移す ることを明らかにした.また,Na が拡散しやすい P3型 相の容量領域が NaFeO2や NaCoO2よりも広範囲であり, これが出力特性向上へと繋がったと予想される.当日は, 負極材料の研究開発も放射光X線分析事例とともに紹介 する.

参考文献

[1] K. Kubota, S. Komaba, et al., Chem. Rec. (2018) in press.

[2] K. Kubota, S. Komaba, et al., Adv. Funct. Mater., 26, 6047 (2016).



図 2(a) 中性子回折図形と Rietveld 解析結果、結晶 構造、(b) Na_{1/2}Fe_{1/2}Co_{1/2}O₂の結晶構造

デンソーの技術開発における放射光活用事例の紹介

株式会社デンソー 先端技術研究所 先端研究1部 伊藤みほ

1. はじめに

地球に、社会に、すべての人に、笑顔広がる未来を届けたい。デンソーは、持続可能な社会の 実現を目指し、CO₂ 排出量削減をはじめとしたクルマを取り巻く環境課題の解決に向け、「エネル ギーを活かしきる」、「大気をきれいにする」、「意のままに操る」の3つの信条で、様々な技術開 発を続けている。

これらの新技術、新製品の開発を加速させるために、デンソーでは、放射光を利用した材料の 分子構造、結合状態、化学反応などの詳細な解析を通じ、材料に関する様々な現象の本質的な理 解にも取り組んでいる。これまで、SPring-8 を中心に放射光の活用を進めてきたが、2013 年に、 あいちシンクロトロン光センター(Aichi SR)が設置されたのを機に、地理的要因、マシンタイ ム確保、成果非公開での利用費用など、様々な点で利便性が大幅に向上し、産業利用を重視する 施設側の強力な技術支援もあって、放射光活用が一気に本格化した。

実際、Aichi SR の共用ビームライン(BL)を活用す ることで、様々な材料において興味深い知見を得る ことができ、競争力のある技術開発が加速する大き な要因となった。そこで、更なる放射光活用の拠点 として、Aichi SR に専用 BL (図 1)を新たに設置し、 2016 年 10 月より本格的な運用を開始した[1]。

本発表では、デンソーの技術開発の概要を簡単に 紹介した後に、Aichi SR に設置した専用 BL の概要 と、放射光を活用した材料の構造解析事例(磁性材 料、電池材料)について紹介する。



図 1. Aichi SR デンソー専用ビームライン外観

2. 放射光を活用した材料の構造解析事例

(1) *L*10型 FeNi 規則合金の合成プロセス解析

近年、クルマの電動化が急激に加速する中において、電動化 の鍵を握る要素部品である高性能モーターの実現が欠かせな い状況にある。モーターに使用される高性能永久磁石の代表格 はネオジム磁石であるが、資源面や性能面で課題があり、ポス トネオジウム磁石の創製が期待されている。



図 2. FeNi 合金の結晶構造

デンソーでは、ネオジム磁石に代わるレアアースフリーな高性能永久磁石「*L*1₀型 FeNi 規則合金(*L*1₀-FeNi)」(図 2)[2]の人工合成に世界で初めて成功し、現在、応用に向けた研究開発を進めている[3]。*L*1₀-FeNi はネオジム磁石と同等以上の理論性能を有しており、次世代の永久磁石として期待される材料である。

*L*1₀-FeNi の実用化に向けた課題は保磁力を理論性能に近づけることであり、*L*1₀-FeNi の規則度 を高めることで、保磁力が理論性能に近づくと考えている。しかしながら、*L*1₀-FeNi の規則度を 決定づける合成プロセスが未解明であったため、規則度向上の明確な指針を打ち出せていなかっ た。

そこで、規則度向上の指針獲得を目的として、Aichi SR の in-situ SR-XAFS および in-situ SR-XRD 測定を用い、 $L1_0$ -FeNi の合成プロセスを放射光分析環境下で再現し、水素雰囲気加熱下での脱窒化挙動を解析した。脱窒化反応は、300℃から急激に進行し、300℃での脱窒化反応は 100min でほぼ終了し、徐々に規則度が向上することを示唆された。

これらの結果から、*L*1₀-FeNi の合成プロセスにおける規則度低下の支配的要因は、脱窒化反応 の初期段階における窒素の急激な脱離であることを明らかにし、規則度向上に向けた指針として、 反応初期段階の反応速度制御が有効であることを提案した。

(2) リチウムイオン電池用正極の電子構造解析

近年の環境規制の強化により自動車における電動化が加速しており、車載用の電池パックの小型化や長寿命化が望まれている。車載用を想定した際、LiNi_{0.5}Mn_{1.5}04 系正極(LNMO)は、高い安全性、電圧特性、出力特性の観点から、次世代の正極候補として注目されており、多くの先行研究例が報告されている[4-5]。

デンソーでは、放射光を活用し、正極材料の電子構造と電池性能の関係などに関して研究している[6]。本発表では、放射光分析により、層状型-LNM0とスピネル型-LNM0の電子構造の違いを明らかにし、作動電圧や耐電圧特性の違いが電池性能に及ぼす影響について考察する。

3. まとめ

本発表では、デンソーの放射光活用事例として、電動化の本格普及の鍵を握る磁性材料、電池 材料の事例について紹介するが、本発表の先端材料に限らず、生産工程のリアルタイム評価やイ メージングなど、社内では生産現場に近い放射光活用用途も多い。今後もニーズに即して専用 BL を適宜拡張し、目的に応じて SPring-8、Aichi SR (共用 BL)などを使い分け、人とクルマと環境が 調和した持続可能な社会の創造に向けた技術開発に取り組んでいく。

【謝辞】

これらの成果の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託 事業未来開拓研究プログラム「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得 られたものです。

[Reference]

[1] 加藤久弥、第 30 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2017

- [2] J. F. Petersen et al., *Phys. Lett.* **62A**, 192 (1977)
- [3] S. Goto et al, Sci. Rep. 7, 13216 (2017)
- [4] L. Wang et al, Solid State Ionics, 193, 32 (2011)
- [5] E.Lee et al, *Chemistry of Materials*, **25**, 2885 (2013)
- [6] Y. Satou, et al, LIBD2015 (Archashon) Abstract



硬X線を用いたXAFSラウンドロビン実験の実施状況

<u>渡辺 剛</u>¹、瀬戸山 寛之²、池野 成裕³、高濱 謙太朗³、君島 堅一⁴、 (<u>JASRI/SPring-8</u>¹、SAGA-LS²、AichiSR³、KEK/PhotonFactory⁴) e-mail: t5511001@spring8.or.jp

我々は、光ビームプラットフォーム事業の一環として、硬X線XAFS測定のラウンドロビン(RR)実験を行っている。2016-17年度前 期では①各放射光施設に所属する職員同士の人的交流と、②参加ビームライン(BL)におけるXAFS測定技術の現状把握を 目的に、標準的な試料を用いたXAFS RR実験を実施した。本発表では、その実施状況について報告する。





HAXPESラウンドロビン検討状況

1あいちシンクロトロン光センター,2高輝度光科学研究センター,3名古屋大学







軟X線XAFSラウンドロビン実験の状況

立命館大学 SRセンター・吉村真史、山中恵介、太田俊明 あいちシンクロトロン光センター・池野成裕、村井崇章

九州シンクロトロン光研究センター・瀬戸山寛之、吉村大介

シンクロトロンアナリシスLLC・長谷川孝行、上村雅治

高エネルギー加速器研究機構・伴弘司



実施結果と今後の展開

Ca-K

Ca(OH) -

 ●ラウンドロビン実験により各施設での測定手順や調整方法について相互理解を行うことができた
 ●同一試料の測定により、施設間での測定データの違いについて認識することができた
 ●今後は測定データの違いについてその原因を検討し、施設間の相互協力によって測定データの改善を進め、 各施設の測定構度向上を目指す。

785 790 795 800 805 810 Energy / eV

3520 Enersy / eV



光ビームプラットフォームシンポジウム 2018 (2018/2/26)

SAGA Light SourceでのX線イメージング

X-ray imaging at SAGA-LS

はじめに

X線イメージングは透過力の強いX線を利用して物質内の構造を可視化 する技術。X線トポグラフィー、X線トモグラフィー(XCT)、X線位相コ ントラストなどがある。本発表では、SAGA-LSで需要の高いX線トポグ ラフィーと位相イメージングとX線顕微鏡の実例を紹介する。

照射・結晶構造ビームライン BLO9

SAGA-LSのBL09でX線トポグラフィーが行われる。回折現象を応用 し、微細な欠陥構造を観察できる。Si, SiC, ダイアモンドなどの単結晶が 対象。

- 白色光と単色光の利用が可能。必要に応じて切り替え可能[1]。
- 有効エネルギー領域は5~20 keV、ビーム幅は140 mm。
- フラットパネル検出器, 高解像CCD検出器, 高解像X線フィルムを装備。
- 通常のX線トポグラフィーに加え、セクショントポグラフィー、高温 下でのX線トポグラフィーも可能。

ダイアモンド結晶のX線トポグラフィー

ダイアモンド結晶は半導体材料として非常 に優れており、将来デバイス化が期待。デバ イス化にあたり、結晶欠陥(転位)の評価は欠 かせず、X線トポグラフィーで評価[2]。



ダイアモンド結晶(高温高圧法)

実験条件

■ 透過配置: g = 2-20, 220, -220, -2-20 ■ $E = 11.7 \text{ keV}, 2\theta = 50^{\circ}, \omega = 24.4^{\circ}$

結果

4つの回折ベクトルを観察。転位のバーガースベクトルbとgの内積が0の

図1

の写真と方位

とき転位が消える性質を利用し、A~E内の各転位のbを決定。



図2 高温高圧ダイアモンド結晶の透過X線トポグラフ。(a)2-20, (b)220, (c)-220, (d)-2-20 のgで観察。A~E枠内の転位のbを評価。



九州シンクロトロン光研究センター 石地耕太朗、米山明男

位相イメージング法

位相X線イメージング法は、サンプル透過した際に生じた位相の変化 (位相シフト)を画像化する方法で、従来の吸収法に比べて軽元素に対 して1000倍以上高感度である(図3)。このため、主に軽元素で構成さ れた生体の軟部組織や、有機材料を無造影・高精細に観察することがで きる。図4には、同法の一手法である屈折コントラスト法(DEI)を用いて アスパラガス茎と発泡ポリーを観察した結果を示す。内部の詳細な茎構 造や柱状構造を高精細に描出できている。



図3 位相イメージング法の原理(左)と従来法との感度比較(右)。軽元素に対し て1000倍以上の高感度である。



図4 屈折コントラスト法(DEI)によ る観察結果(左:アスパラガス茎、 右:発泡ボリマー)。軽元素を主成 分とする試料でも高精細に観察でき

顕微X線CT

顕微X線CTは、放射光の単色・平行・大強度を利用して非破壊で試料 内部の構造をミクロンオーダーで三次元的に可視化する手法である。 図5 に撮像系の模式図[3]を、図6にエネルギー10 keVのX線を利用して微 化石を観察した結果を示す。内部の詳細な構造を描出できており、エッ ジ部分のラインプロファイルから空間分解能を評価した結果、3ミクロン (画素サイズは1.3ミクロン)であった。なお、測定時間は約4時間であ న.



図5 顕微X線CTの模式図。蛍光体により可視光 図6 微化石の観察結果。空間分解能は3ミクロン に変換した後に検出している。

佐賀大学の嘉数先生と桝谷様からダイアモンド結晶のX線トポグラフィーに関する資料を提供いた だきました。深く感謝いたします。

[1] K. Ishiji, S. Kawado, and Y. Hirai, Phys. Stat. Solidi A 208, 2516 (2011).

[2] M. Kasu, R. Murakami, S. Masuya, K. Harada, and H. Sumiya, Appl. Phys. Exp. 7, 125501 (2014). [3] A. Yoneyama, et. al., AIP Conf. Proc. 1696, 020007 (2016)



硬x線光電子分光法における相対感度係数データベースの構築





超高アスペクト比加工:深さ>50 寸法精度<1 μm

X-ray irradiation with heating at 200°C

2

5

(8)

20mm

(b) 100°C

(f) 300°C

1

4

Ī

(e) 250°

1200

Raman shift (cm⁻¹)

SPring-8

Accelerator

NewSUBARU Synchrotron Radiation

Beam line for

LIGA Process

thickness

Stoichiometric composition is not c

800

Linear

Problem of microfabrication in large area

3

6

9

Pyrochemical etching phenomena

厚さ 1 mmのPTFE基板に、150 A s/mmのX線を常温で照射。 加熱温度を以下の設定にして、SEM観察した結果を示す。

(c) 150°0

(g) 350°C

Pyrochemical, anisotropic

10 mm

30

0

100 200 30 Heating temp. (°C)

Heat expansion increases with

increasing temperature

Pattern distortion inevitably

occurs in the process X-ray irradiation with heating.

(d) 200°(

(h) 400°C

高エネルギーシンクロトロン光を用いることにより、 フッ素系樹脂の超高アスペクト比微細加工が初めて可

Beam Line 2 at NewSUBARU in University of Hyogo

Photon number transmitted through PTFE substrate

Appl. Phys. Lett. **108**, 051610 (2016) & J. Photopolymer Science and Technology, 29 (No.3) 403 (2016)

0 μm 50 μm 100 μm 200 μm 400 μm 800 μm

X-ray

800 µm

Photon energy $(x10^3 \text{ eV})$

(i)

18 19 20 (deg.) (B) (

Angle 20 (deg.)

Dose 70 Dose 100

Dose 150

10

Peak height decreases

PTFE

20

36 39 42 45 Angle 20 (deg.) (E) (F) (G)

(F) (G) (Juit

(arb.

10

/0.1%/BW

Shot

(x10[']

Photon

Intensity (10⁶ counts)

10 20 30 40 50 60

10.2

15

平滑化现象

T C C A Strain(%)

0

300

Fluid filter for Enzyme-Linked ImmunoSorbent Assay (ELIZA) was obtained by PTFE microetching using X-ray irradiation with heating.

例2 マイクロ波・ミリ波用デバイス

Etching Rate of PTFE

Dose Dose Dose Dose

E

Heating temperature (degree C)

100 200 300 400

スの開発に成功した

製に成功した

1000 (a)

500

Etching depth (µm)

PTFEの熱化学的選択エッチング

temperature (K)

Melting t-

600 (b)

500

400

300

200

100

Air feed port

Filter structure (square dot arrays, 50 µm on a side)

放射光光励起反応による粒子生成やPTFEの微細加工新規加工プロセ

PTFEの直接X線加工によるマイクロ化学システムやミリ波デバイスの創

Ejecti

Melting temperature

 $\overline{T_m}$ $\overline{T_0}$

 $T_0 = 327^{\circ}$ C

1 10 100 Number average degree of polymer

P. J. Flory, J. Chem. Phys. 17, 223 (1949).

2R $\overline{\Delta H_m x_n}$

||-----

Low

↓ Higl

1000

- 🔘 NewSUBARU 🎎 📖

P08

平成29年度光ビームプラットフォーム合同シンポジウム (2018/2/26)



<u>今後の展開</u>

EUVL技術開発に必要な新たな分析技術開発にも取り組んでいます。ナノメートルをさらに超えたピコメートル領域の計 測技術開発が求められています。また、有機材料の種類は無限にあると言っても過言ではない。この中で、これら種類と機 能が豊富な材料開発に繋がる計測技術開発にも取り組んでいます。今後軟X線に需要が益々増加している状況です。 ご興味のある方は、以下にコンタクト先を明記していますので、適宜連絡をお待ちしています。

連絡先:

<u>Email: takeo@lasti.u-hyogo.ac.jp__TEL_0791-58-2546 極端紫外線リソグラフィ研究開発センター長 渡邊健夫</u>



P10

軟X線溶液XAFS測定法の開発と応用

立命館大学SRセンター・家路豊成



◆ 電気化学専用セルを用いたマグネシウム電解液のMg K吸収端の軟X線オペランドXAFS測定を試みた結果、電解液・電極界面でのMg金属の析出、溶解過程を 観察することができた。 P11 AichiSR SPring-8 **KEK-PF**

SPring-8

SPring-8

KEK-PF

施設橫断SAXS標準試料測定結果

¹⁾あいちシンクロトロン光センター、²⁾JASRI、³⁾KEK-PF 〇杉山信之1,山元博子1,太田昇2,大坂恵一2,清水伸降3,高木秀彰3,

1. はじめに

X線小角散乱 (Small Angle X-ray Scattering: SAXS) は、 nm領域の構造に対して平均的な解を与える手法として広く-一般 的に用いられている。SAXSでは、ダイレクトビーム近傍の散乱 X線を観察するために試料-検出器間の距離を長くする必要がある こと、指数関数的に強度が落ちる散乱をより広い範囲でとるため に強度が強い光源が必要があること、などの理由により、放射光 を用いた測定に利点があり、国内にある主要な放射光施設で測定 できるように整備されている。しかしながら、各施設によってや れること、得意なことなどに大きな差があり、その差はWebサイ ト等を参照にしても見えてこないのが実情である。

今回の技術報告は、各施設のSAXS測定でどういった差が生じ るかに焦点を当てた。 具体的には、同じ標準試料を各施設で SAXS測定し、得られるデータにどのような差があるかを検証し 利用した施設はSPring-8のBL19B2及びBL40B2、KEK-PFのBL-10C、あいちSRのBL8S3である。測定条件をそろえ ることができなかったため、あいちSRのBL8S3を基準として各 施設との違いを個別に議論する方法を採用した。

3.標準試料及び測定手法

スチレン-エチレン/プロピレン ブロック共重合体 (SEP) スチレンとエチレン/プロピレンのジブロック共重合体で、ポリ スチレンの含量が28%である。標準試料として用いたのは白色 粉末物質で、ワッシャーに詰めてカプトンやスペリオUT Fフィ ルムで封入したものを測定に供した

なお、検出器のピクセルサイズや量子効率を特に考慮せずに一 次元化して比較しているため、PILATUSとR-AXISではピクセ ルサイズが面積比で約3倍異なる。





各施設の概要



AichiSR

BL8S3



SFPの構造

バックグラウンド処理を行うことができなかった。 また、BL40B2の測定結果は、アテネータを入れて およそ1/3の強度にしている。





5. まとめ

SAXS測定を行うことができる4施設の比較を行った。 ただし、比較のための条件が少しずつ異なるため、すべての施設を同じグラフ・表で比較することができなかっ 明確に違う点は、ビームストッパーサイズが RLBS3のみ大きく、そのために小角部分で差が出ていることである。各施設の強度については、試料測定時の エネルギーが異なるために単純な比較はできないが、 BL8S3は放射光施設の規模が小さいためにBL40B2や BL-10Cと比較すると一桁程度強度が落ちる結果となっ た。BL19B2は高エネルギーのX線を用いたことが

今回の試料には不利に働き、BL8S3と同程度という結 果となった

今回は特に強度に焦点を置いて比較検討を行ったが、 SAXSではほかにも空間分解能、小角分解能、Qレンジ、 取れるエネルギー範囲・値なども重要であり、さらには 数値化しにくいものの、使いやすさも各施設で異なる。 しかしながら、これらの点は今回の結果だけでは十分に 比較できたとはいいがたい。より詳細に比較するために は、比較に適した試料をいくつか用意し、さらに綿密な 実験計画を立てて、測定を行う必要があると思われる。

標準試料のSEPは花王株式会社の久米 卓志氏からご提供いただきました。また、 SPring-8で測定を行う際には阪本薬品工 業株式会社の山田武氏および羽深朱里氏 1-ご協力いただきました。今回の発表に あたり、加藤一徳氏、八田一郎氏にご協 カいただきました。以上の方々に深く感 謝いたします。

レジスト用高分子のアブレーション

鳥海 実^{1,2}、川崎平康²、荒木光典²、今井貴之²、築山光一²

1境界科技研、2東京理科大学赤外自由電子レーザー研究センター



水素添加反応下での Pd 担持触媒の in situ XAFS 評価

(株)東レリサーチセンター 国須 正洋, 八尋 惇平 岡山大学 森本 直樹, 仁科 勇太

有機溶媒中における有機化合物の水素添加反応は、アルケンやカルボニルなどの2重結合に水 素を付加する反応であり、有機化合物合成の鍵となる重要な反応である。本反応の促進のため金 属元素を含む触媒が広く利用されており、反応特性は触媒の種類や合成条件により異なるが、そ の理由については、推測や経験で議論され十分な説明がなされていないことが多い。これらが明 らかになれば、溶媒下での均一系触媒反応の収率や選択性に関する有用な因子が得られると考え られる。本研究では、カルボニル化合物の水素添加反応が高い収率で進行し、また、担体の酸化 度により生成物の種類が選択可能であることが見出されている酸化グラフェン担体触媒の系をモ デルケースとし、金属触媒の化学状態や担体との相互作用に着目した *in situ* XAFS 評価により、 触媒の反応メカニズムや反応特性の差異に関する知見を得ることを目的とした。

酸化グラフェンを触媒担体として、ヒドラジンを用いた還元によりグラフェンの酸化度を 50% と 10%とした 2種類の試料を用いた。パラジウムの担持には酢酸パラジウムを用い、溶媒には THF (テトラヒドロフラン)を用いて、1wt%担持になるよう調製した。水素添加反応時の溶媒として、 エタノール:水=1:1の混合溶液を用いた。容器中に溶媒と触媒を混合し、室温でガスを流通 させながら測定を行う *in situ* XAFS 測定を実施した。ガスは、水素(100%)および酸素(20%(窒 素バランス))を、窒素パージを挟んで交互に流通させ、パラジウムの化学状態変動を確認した。 XAFS 測定は SPring-8 BL14B2 および高エネ研 PF-AR NW10A にて Pd K端の評価を行った。

図1に、Pd K端 XANES から算出した Pd 価数の時間依存性を示す。実験の結果、グラフェン酸化度が 50%の試料は、初期の水素流通で Pd が金属状態へ還元された後、酸素を流通しても、Pd の化学状態は金属成分が主成分のまま、顕著な変化は認められなかった。一方で、グラフェン酸化度が 10%の試料は、初期の水素流通で Pd が金属状態へ還元された後、酸素流通後、Pd の化学状態は初期状態同様に酸化され、水素を再度流通させると、再度還元状態へ変化した。以上より、酸化度 10%の触媒試料は、流通ガス種に応じて Pd の化学状態が変動する傾向が認められた。

これより、グラフェン酸化度が 50%の試料では、水 素還元により生成した Pd 金属が、その後の雰囲気に かかわらず安定に存在するのに対し、グラフェン酸化 度が 10%の試料ではガス種に依存し、Pd の酸化還元 が確認された。これらの結果は、別途実施した、粉末 触媒試料における溶媒なしでのガス流通実験と同様 の傾向であった。以上から、グラフェンの酸化度は触 媒活性種である Pd の酸化還元挙動を制御していると 考えられ、これらが、溶媒下での水素添加反応の生成 物の選択性を制御している要因となっていると考え られた。





SIP 国プロ「革新的構造材料」を活用した産官学連携

<u>木村正雄</u>^{1,2},武市泰男^{1,2},丹羽尉博¹,君島堅一¹,和田健^{1,2},兵頭俊夫^{1,2}, 石井友弘¹,平野馨一^{1,2},兵藤一行^{1,2}

¹高エネルギー加速器研究機構(KEK)-物質構造科学研究所,²総研大-高エネ加速器科学研究科

量子ビームの新たな領域での新たなユーザ開拓を行うことの有効な方策の一つとして、量子ビ ームの活用を含む国プロ等の大型プロジェクトを活用した研究を展開し、量子ビーム活用の有用 性を広く周知してもらうことが挙げられる。

そうした観点の取り組みのひとつとして、KEKの物質構造科学研究所は、2014年10月よりSIP(戦略的イノベーション創造プログラム)「革新的構造材料」プロジェクト[2,3]に参画している。同 プロジェクトへの参画は、つくばの5機関(産総研,NIMS,筑波大,KEK,東大)の連携(TIA: Tsukuba Innovation Arena [1])を活用し、これらの機関が保有する独自の先端計測技術を航空機用の構 造材料に活用して新たな拠点形成を目指したものである。同プロジェクトでは、(a)繊維強化複 合材料(CFRP)、(b)耐環境性セラミックスコーティング(EBC)、(c)耐熱合金、の3つの航空機用 構造材料系と、(d)マテリアルズインテグレーション(MI)の四領域で、研究が進められている。KEK の物質構造科学研究所はMI領域の研究拠点のひとつとして、放射光、陽電子等を活用した研究分 担で研究を進めている。

具体的には、CFRP及びEBCについて、ボイド生成→亀裂発生・進展→破壊にいたる現象の解明と その制御への展開を目的として、空間および時間の両方でのマルチスケールでの階層構造を解明 する観察法での研究を進めている。現在、それぞれの観察技術をCFRP及びEBC材へ適用するための 観察技術の最適化とモデル試料の観察に取り組んでおり、以下の結果を得ている。

- (1) 酸化物中の金属元素の化学状態マッピング(PF BL-15A1)[4]
- (2) レーザによる金属の衝撃破壊の動的観察(AR NW2A)[5]
- (3) SiC/SiC, EBC材のX-CTイメージング (PF BL-14B,C) [6]
- (4) 陽電子ビーム高強度化のためのパルスストレッチング(陽電子)[7]
- (5) 高温でのXAFS-XRDの同視野観察による酸化物中の状態観察 [8]
- (6) XAFS-CTによる酸化物中の三次元化学状態マッピング [4][9]

その結果、化学状態の不均一がミクロ亀裂の生成と 関係することが明らかになっている。例えば、鉄酸化 物(焼結鉱)の還元反応に伴う鉄の化学状態のマクロ およびミクロの観察(図1)により、(a)不均一に進行 する還元反応の反応サイトの可視化、(b)そのサイト と亀裂発生との相関、が定量的に明らかになりつつあ る。



図1 焼結鉱中の鉄の化学状態の(a)マクロ 2D、(b)ミクロ3Dイメージング観察の例 さらに、同プロジェクトの計測拠点の目玉として、放射光 XRM 顕微鏡(XAFS-CT)を、2016 年度 に導入し、現在立ち上げ研究をすすめている(図2)。同装置では、PF-AR 放射光施設の、ビーム ライン NW2A のアンジュレーターからの放射光をガラスキャピラリーで集光し試料に照射する。 試料を透過した X 線を Zone Plate で拡大した後、scintillator により光に変換し光学レンズ系で 拡大した後 CCD にて計測する。この光学系により、数 10µm の視野、50nm 程度の分解能での 測定が可能となった[9]。同顕微鏡の特徴は、放射光を利用して、組織や化学状態を高空間分解能 で非破壊かつ3次元イメージング(X-CT)観察が可能である点である。(放射光 X 線は、高輝度、 平行光、様々なエネルギーの X 線が利用可、という特徴を有している。)

現在、本 XAFS-CT 装置を用いて、CFRP(Carbon Fiber Reinforced Polymer)の亀裂の *in situ* 観察を実施している(図 3)。行うためのナノ機械試験装置を Fig.2 に示す。CFRP はポリマーと炭 素繊維の密度差が小さいため、通常の X-CT ではその界面を観察することが困難であり、界面で 僅かに X 線が屈折する特徴を利用して界面を強調して観察可能な"位相コントラスト法"を用い て CFRP の観察を行っている。さらに放射光のエネルギー可変性を活かして、熱サイクルの前後 でのセラミックスコーティングの化学状態の変化を、三次元非破壊観察することを試みている。



Pin X-ray Specimen 20 mm 5 mm

図3応力印加 in situ 観察用のセル

現在、開発や整備を進めているこれらの先端計測は、航空機用構造材料の製造・開発を行う多 くの企業の研究者を含む産官学連携の中ですすめている。その結果、材料側のニーズに対応もし くは先んじた観点からの計測手法を開発することができた。当然、開発技術に対するニーズは大 きく、現在は同プロジェクトの参画企業との共同研究を中心に活用を進めており、同プロジェク トへの参画を通じて、放射光の利用分野として航空機用構造材料という新たな領域を開拓できつ つあると考えている[10]。

謝辞

本研究の一部は内閣府の総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム(SIP)「革新的構造材料」(ユニットD66)(管理法人:JST)の支援により実施しました。

参考文献

- [1] https://www.tia-nano.jp/
- [2] (プロジェクト全体のページ) http://www.jst.go.jp/sip/k03/sm4i/index.html
- [3] (KEKのGrのページ) http://sip-sm4i.kek.jp/
- [4] M. Kimura et al. J. Phys.: Conf. Ser. 712, 012077(2016).
- [5] Y. Niwa et al., High Press. Res., **36(3)**, 471 (2016).
- [6] K. Hirano et al., J. Syn. Rad., in print (2016).
- [7] K. Wada et al., : J. Jpn, App. Phys., submitted (2018).
- [8] 君島堅一ら, 特願2017-219102.
- [9] M. Kimura et al., J. Phys.: Conf. Ser. 849, 012015 (2017).
- [10] M. Kimura, Synchrotron Radiation News 30, 23-28.

SAGA Light Source 九州シンクロトロン光研究センター

光ビームプラットフォームシンポジウム 2018 (2018/2/26)

SAGA Light Sourceの現状





● ビームラインの概要

P15

ビ - ムライン 光源 ^{a)} 単色器 光子エネルギー 実 BLO6 BM 2結晶分光器 2.1keV-23keV XX	実験手法 (AFS, SAXS	設置者
BL06 BM 2結晶分光器 2.1keV-23keV X4	(AFS, SAXS	
		九州大学
BLO7 W 2結晶分光器 5keV-35keV XF	(RD, XAFS, Imaging	佐賀県
- 白色 (ピーク : 5keV) BL09 BM C.C.M ^{ID} 5keV- 20keV LK	IGA process, Topo	佐賀県
BL10 U VLS-PGM ^{el} 30 eV - 1200 eV PE	PEEM, ARUPS	佐賀県
- BL11 BM 2結晶分光器 1.75 keV - 23 keV XA	(AFS, SAXS	佐賀県
BL12 BM VLS- PGM a 40 eV - 1500 eV XF	(PS, XAFS, etc.	佐賀県
BL13 U VLS- PGM ◎ 15 eV -800 eV Af	ARPES, etc.	佐賀大学
	(AFS, XRD, Topo	佐賀県
BL16 W 2結晶分光器 1.8keV-35keV XF	(RD, XAFS, etc.	住友電工
BL17 BM VLS-PGM ° 40 eV - 2000 eV XF	KPS, XAFS, etc.	住友電工

a) BM:偏向電磁石、U:アンジュレータ、W:ウィグラー b) CCM、チャンネルカット型モノクロメーター c) VLS-PGM:不等気線開講平面回折格子分光器(Varied-line-spacing plane grating monochromator)

In-situ XRD計測(BL15)



In-Ga-O(In:Ga=2:1)薄膜のIn-situ測定

5分毎に30秒間露光で

(IIII)

size

allite

Š

IGOの回折像



In-Stru ATU2時との様子 In-Ga-OliGOJ系アモルファス薄板の加熱による結晶化過程の測定において、 従来のXPO測定では、加齢的後の測定のみであった。PILATUS 100K(Dectris製 とDHS 900(Anton paar製)を用いることで、結晶化過程のIn-situ測定に成功した。

In-Ga-O(In:Ga=9:1)薄膜の結晶化



●多チャンネル記録による蛍光XAFS測定(BL07, BL11, BL15)

多成分系試料の蛍光XAFS測定では、観測される蛍光スペクトルのビーク帰属と目的元素ビークのウィンドウィングが 必要である。蛍光検出器の信号処理系をXAFS計測アプリから同時的に制御することで、「入射X線エネルギー×蛍光ス ペクトル」を2次元データとして記録するシステムと、その2次元データから目的元素ビークのウィンドウィングを 「事後」的におこなう処理リフトウェアを開発した。





蛍光検出器信号処理系制御アプリ:XAFS計測アプリ らは「検出器の1つ」として取り扱われる。

2次元データ処理アプリ:「入射X線エネルギー×蛍光スペクトル」 2次元データからROIを確認・設定し「9809」形式で出力する。



BL操作、計測ソフトウェアの共通化 (BL07, BL11, BL15)

SAGA-LSが県有として持つ3本の硬X線BL(BL07, BL11, BL15)は、多機能BLとして設計されており、実施 GRAAT-LOS # 目として#うろキの版入版にしてしていった。」 からしている。 タ価酸もとしてくないです。 の能な計測手法が互いに重複している。ユーザーはエネルギー特性や検出認および付帯強化応じて、複数のBLを使 い分けている。われわれは、このようなユーザーの利便性向上のため、BL操作および計測ソフトウェアの共通化を進 めている。





共通XAFS計測アプリ:BLごとの機器の差異はアプリ側で吸収し フェイスを提供する

● 可搬型イオンポンプ付き試料搬送導入装置 (BL12)

軟X線を用いた表面分析において、触媒や電極など反応性の高い表面を有する材料は測定前の調整過程で大気暴露 による表面汚染や酸化などの問題がある。この様な問題を回避するため、真空中に試料を封じ込め、装置間を移送す るための電池駆動可能な小型の超高真空イオンポンプ搭載した可搬型超高真空試料搬送導入装置を開発した。

試料搬送導入装置



従来のイオンポンプを搭載していない装置の到達圧力 は~10-4 Paであったことから、本装置の到達圧力は従

来のものよりも二桁向上している。

(sdc 光電子強度 : 単三乾雪池16本 ·動作可能時間:30時間以上 ・到達圧力: P~10-6 Pa台



(a) コバルト板試料を測定室に導入し、スパッタ直後に測定した O 1s光電子スペクトル

(b) 試料搬送導入装置で約10時間保管した後のスペクトル (c) 大気に約1時間曝した際のスペクトル

イオンポンプを搭載した試料搬送導入装置で保管した 場合、(b)のスペクトルがスパッタ直後に測定した(a)の 場合、60のスペクトルがスパッタ運貨に測定した60の スペクトルと比べあまり変化がないことから試料表面の 酸化がほとんど起こっていないことがわかる。60の大気 に輝した際のスペクトルはOH基由来の成分が主になっ ている。スペクトルの解析からイオンボンブを搭載した 試料搬送導入装置を用いることでコバルト板表面の酸化 を1/20以下に抑制できることがわかる。

放射光施設横断産業利用課題と利用技術

高輝度光科学研究センター 産業利用推進室・廣沢一郎 他

放射光施設横断産業利用課題 (2018年度より)

測定目的に適した複数の放射光施設での実験の組み合わせによる成果の深化・拡大 測定目的に最適な放射光施設利用の促進・拡大

> 想定例) 重元素 (Ag-Iなど) 化合物のXAFS K吸収端のEXAFS測定から対象元素の局所構造を知る (SPring-8) L吸収端のXANES測定から対象元素の化学状態を調べる (SPring-8以外)

制度の概要

全募集ビームタイムの20%を上限とし、優先的に採択 BL19B2、BL14B2、BL46XU での実験を対象に半期3回、年6回募集 産業界(民間企業もしくはそれに準ずる機関)所属者が含まれている研究組織が対象 SPring-8以外の国内放射光施設で実施済み、及び実施が確定している実験課題を有する研究組織が対象 実施後3年以内に利用成果を公開(学術誌、もしくはSPring-8利用研究成果集での論文掲載)

主な利用技術

KAFS測定を写









2018年2月26日 光ビームプラットフォームシンポジウム2018

PHOTON BEAM PLATFORM 阪大レーザー研 施設報告



大阪大学レーザー科学研究所・南 佑輝

光ビームプラットフォームにおける主な活動

放射光・レーザー分野の人材育成

放射光とレーザー分野の融合領域は今後大きく発展す ると期待されます。阪大レーザー研では異なる二つの分 野を繋ぐ人材を育成する事を目的とし、以下の取り組み を行っています。

・「放射光とレーザーの連携シンポジウム」の開催 (参加者25名: 2017年8月1日@京都キャンパスプラザ)

・阪大基礎セミナー「放射光とレーザー」新規開設 (単位所得者9名)

・あいちシンクロトロン光 センターでの実地研修

その他勉強会の開催



国際会議「LSC2018」の運営

放射光とレーザー融合領域の交流拡大を目的とし、来 年度に開催される「OPIC2018(OPTICS & PHOTONICS International Congress 2018)」の専門会議の一つとし て「LSC2018(Conference on Laser and Synchrotron Radiation Combination Experiment 2018)」を、阪 大・KEK共催で運営しています。

場所:パシフィコ横浜 日時:2018年4月25日(水)~27日(金) 講演者:35名(2018年1月現在)

PIC

OPTICS & PHOTONICS International Congress 2018

https://opicon.jp/ja/

③ 光学材料の標準スペクトルの測定・公開

ユーザーの皆様がレーザー研ご利用を検討する際に助 けとなる実際の測定例として、標準的な光学材料の光学 スペクトル(発光・吸収・透過スペクトル等)をレ-ザー研HPに公開しています。

Cont-Dist, Bit Cont-State State Stat	
NH*LOAR NH*LOAR OUTLAYO ADDRESSING SUBJECT/OPLOADERSING S	
21 M ²⁺ cut ² y V. Hourt et., Opt. Rate. 58, (2010) 5-8 22 M ²⁺ cut ² y V. Hourt et., Opt. Rate. 58, (2010) 5-8 23 M ²⁺ cut ² y V. Hourt et., Opt. Rate. 58, (2010) 5-8 24 M ²⁺ cut ² y V. Hourt et., Opt. Rate. 58, (2010) 5-8 25 260 Sol 25 260 Sol 27 M ²⁺ cut ² y V. Hourt et., Opt. Rate. 50 ²⁺ cut ² y 26 Sol Sol 27 AP Sol 28 AP Sol	単存性 単外分元器、クライオスタットを用い ムラインにで測定
32 M ² n/s/s/s M ² 3. M ² M ² 3.00 M ² M ² 3.00 M ² M ² 3.00 M ² M ²	
L Ma ² (LLC) ² L	1
4. b ¹² scaws 100 K 31. 20 200 K 4. b ¹² scaws 00 K 32. 20 00 K 4. bits bits bits 00 K 5. AU (dm (b ² same b ¹² same)) 00 K	
51 20 52 20 6 65 53 20 6 65 6 65 7 600 8 05 8 0 8 0 8 0 8 0 8 0 8 0 8 0 8 0	
52 26 6 Bayler (0(n)) 7. AV (dm (00 ² dams) D ²⁺ dams)	
6. Stapher (0(1)) 7. AV glus (1x ²⁺ damg, 1x ²⁺ damg) 7. AV glus (1x ²⁺ damg, 1x ²⁺ damg)	1
7. AVU glass (Mo ²⁺ -doping, (r ²⁺ -doping)	
a. Arth gass (cerr-apping) 0 monotone ()	
9. AIU glass (In-3 -doping) 165 170 175 180 185 190 195 200 Wavelength (nm)	90

http://www.ile.osaka-u.ac.jp/jp/ipartner/b-data.html

http://www.ile.osaka-u.ac.jp/ お問合せ先:ご相談窓口 ipartner@ile.osaka-u.ac.jp

施設概要と産業応用の実例

施設概要

_____ 真空紫外から中赤外域、フェムト秒からマイクロ秒、シン グルショットから高繰り返しまでの様々なレーザー光源だ けでなく、計測面でも、本研究所オリジナルの真空紫外ス トリークカメラを始め、イメージング測定系や低温クライ オスタットも備えており、これらも利用可能です。

【主な利用可能設備】

- ・Ti:Sapphireレーザー
- (~1mJ, ~200fs, 1kHz, 800~870nm, 2ω以上も対応可能) ・YAGレーザー
- (nsレーザー: 1064nm, 2ω以上も対応可能
- ps再生増幅器:10Hz~,10ns·~500mJ,100ps·~50mJ) F₂レーザー
- (~1mJ (大出力~50mJ), ~200fs, 1kHz, 800~870nm) ・ストリークカメラ
- (可視:最小計測レンジ200ps, VUV:最小計測レンジ5ns) 、 ・その他光源、赤外~VUVオプティクス・分光器など

「高速中性子ディテクター」 浜松ホトニクス株式会社

【概要】

高速応答かつ高感度な⁶Liドープ 中性子シンチレーター素材の開発 に成功した。阪大レーザー研の激 光XII号レーザー実験において特性 評価を行い、有用性が確認され商 談につながった。この研究は7編 の学術論文と2件の特許に加え、3 名の研究者を輩出した。



APLFガラスアレイ

【経済効果と社会的インパクト】

将来のエネルギー問題を解決しう るレーザー核融合の内部過程を従来 材料以上に高速に高感度に観測可能 である。このシンチレータは基礎研 究向けだけでなく、放射線検出や核 反応を利用した医学など幅広い分野 に利用できる。



APLFシンチレータを用いた 中性子計測器

「ZnO透過オプティクスによる中赤外領域センシング」 株式会社福田結晶技術研究所

【概要】

中赤外領域イメージング研究とし てスタートしたが、紫外光から軟X 線においても高速応答・高空間分解 測定が可能なZnO結晶の育成法・量 産法の開発に成功した。この研究は 17編の学術論文、2件の特許、研究 成果最適展開プログラムA-STEPへ の発展に加えて結晶販売と2名の研 究者輩出につながった。

【経済効果と社会的インパクト】 ステッパの光学系検査やEUV顕微 鏡の撮影面の計測を従来材料より精 密に計測できる。この技術はサファ イア結晶を用いたLED基盤やスマー トフォンのパネル開発にも発展した。パターン撮影





軟X線レーザーのビーム



図5. 出力例

あいちシンクロトロン光センターの現状と 施設連携促進に向けた施設横断的技術情報の提供

(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 小田政利、池野成裕、渡辺義夫、竹田美和

あいちシンクロトロン光センターの現状

あいちシンクロトロン光センターは、2013年3月にユーザー利用を開始して5年が経過した。その間、ビームラインの増強を繰り返しながら利用の拡大を図ってきた。光源加速器は、50 Mev直線加 速器、1.2 Gevブースターシンクロトロン、1.2 Gev蓄積リングから成る。蓄積電流300 mAのトップアップ運転を行っており、運転中の電流値の変化は約0.1%を維持している。共用ビームラインは開設 当初の6本から8本に増設され、名古屋大学の単結晶X線回折ビームライン、愛知県のX線トボグラフィビームラインを合わせると10本となっている。2ヶ月ごとの定期利用募集、それに続く随時利用 募集、測定代行を行うとともに、利用相談、実地研修、セミナー・研究会等を実施し、新規ユーザーの獲得に努めてきた。利用は年度ごとに増大しており、2016年度は256の企業・大学等から1642シ Ph(1シフト4時間)の利用があった。ビームライン全体の平均利用率は88.5%と高水準を維持している。また、文部科学省の光ビームブットフォーム事業における地域発課題連携推進のグループ リーダーの役割を担っており、各施設の技術情報や成果情報検索サイトの構築等、複数施設利用による高度な利用支援の取組を実施している。また、XAFS、光電子分光の測定技術の標準化活動 にも積極的に参加している。



施設横断的技術情報の提供

光ビーププラットフォーム傘下の放射光施設と大型レーザー施設のビームライン情報と公開事例を検索するサイトを構築し運用している。ビームラインについては放射光6施設のビームラインの 測定手法、対象エネルギー、特徴等を、公開事例については全8施設の公開成果報告書の課題名、キーワード等をリスト化し検索できるようにした。各施設のホームページにリンクを張り、詳細情 報も入手できるようになっている。この検索サイトは昨年2月にオープンし、当初ビームラインは108本、公開事例は2013~2015年度中心の1124件であったが、本年1月に2016年度の公開事例約 550件を追加するとともに検索機能も充実させた。本年1月末までの1年間で約2400件のアクセス数を得ている。 ビームライン検索編集



図4. 検索サイト

2013~2015年度の公開事例を分析した結果を示す。表2は公開事例の報告数が12件以上の企業10社についてその報告数と利用施設を示したが、いずれも複数施設を利用している。5件以上 報告している企業は40社あり、その中で約60%の企業が複数施設を利用している。利用頻度の高い企業ほど複数施設を利用する傾向が強いが、また40%程度は1施設の利用にとどまっている。 図6は測定方法とそれが利用された頻度を示した。最も多く利用されているのはXAFS(X線吸収微細構造)で、事例数の42%を占めている。このXAFS事例で、どのような元素が測定されているか を調べ、事例数との関係を図1に示した。低エネルギーのX線を特徴とする立命館大学SRセンターでは軽い元素の事例が多い。あいちシンクロトロン光セン ターは広いエネルギー範囲の測定が可能なことから、軽い元素から重い元素まで報告されている。施設の特徴が表れた例といえる。

キーワードに「土」を入れて検索すると、表3に示すように26件の事例が検索された。様々な分野からの報告があり、放射光を用いた分析が幅広く利用されていることがわかる。





フォトンファクトリー(PF)における産業利用



高エイルキー加速器研究機構 物質構造科学研究所 政制元科学研究施設 1)産業利用促進グループ,2物質化学グループ,3構造生物グループ





高エネルギー加速器研究機構(KEK)には、PF (2.5GeV)およびと PF-AR (6.5 GeV)の2つの放射光リングがあり、45を超える実験 ステーションは基本的に民間企業ユーザーにも開放されている。

KEKは大学共同利用機関であり、放射光施設(PF)の主たる利用者は 大学・国研等の研究者・大学院生である一方で、運転開始初期から 様々な利用制度を設けて産業界の利用を進めてきている。現状で は、(1)「共同研究」制度、(2)一般施設利用(有償・成果専有)、(3) 優先施設利用、(4)共同利用制度、での利用が可能で、民間企業研 究者の様々な利用形態に対応している。

国际和学校中学生学校的发生力发展中的发展中的新闻和学校生产产生的发展中的新闻和新闻的新作业的新闻学校的新闻学校的发展的生产的新闻学校中的一种,他们的新闻和新闻学校的新闻和新闻学校中的新闻

産業利用の動向





- ✓ 各制度の総計で年間40社前後の利用 で推移
- ✓ タンパク結晶構造解析、XAFS、イ メージング、X線小角散乱、STXM等 の分野/手法を中心に活用
- ✓特に創薬分野では国プロや産学官の共同研究等によって、測定のハイスルー プット化や自動化などのビームライン 高度化、利用支援の整備を進め、産業利用だけでなく大学共同利用もふくむ 創薬ビームライン(群)全体へ波及する 好循環を生み出す。

利用制度

企業ユーザーが利用できる制度(2018年1月現在)

制度	利用料	課題有効期間	募集/年	成果の取扱	備考(利用料金等)	
一般施設利用	方凒		防中	非公開	標準性能BL: 27,300円/時 高性能BL: 53,550円/時	
(試行利用制度)	行隕	—	随时	(成果専有)	利用料金の低減。BLスタッフに よる支援	 ※1: 科研費を申請 できる機関で、学術 日的の実験課題であ
共同研究	有償	半年~複数年	随時	公開	有償	ること ること ※2: 国又は国が所 管する機関のプロ ジェクトで採択され た研究課題であるこ と。
共同利用	無償	2年(基本)	20	公開	応募資格に制限有り*1	
優先施設利用	有償	年度内	随時	公開	応募資格に制限有り ^{※2} 標準性能BL: 12,600円/時 高性能BL: 25,200円/時	

利用者の多様な要望に柔軟に対応するため、利用制度の改革を進めている。

(1) 研究支援制度:

実験・測定解析補助・指導及びコンサルティング等の支援を有償で行う制度。一昨年新設され、2017 年度から実稼働しており、既にいくつかの利用実績あり。

(2) 試行利用制度

:初めてPFで実験を行なう際の利用料を低減する制度。初利用のハードルを下げるのが狙いで、既に 数社が利用し、一般施設利用への移行実績あり。

(3) 産業振興運転(仮称):

施設利用料収入を活用してPFの運転時間を追加延長する試み。2018-I期末に制度立上げのための実証 実験を行ない、同制度の実効性や整備に必要な情報を得る。

- 35 -



佐賀県地域産業支援センター 九州シンクロトロン光研究センター http://www.saga-ls.jp ご利用相談窓口: riyou@saga-ls.jp
高輝度光科学研究センター(JASRI) SPring-8 http://www.spring8.or.jp ご利用相談窓口: support@spring8.or.jp
兵庫県立大学 NewSUBARU放射光研究施設 http://www.lasti.u-hyogo.ac.jp ご利用相談窓口: kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp
大阪大学 レーザー科学研究所 http://www.ile.osaka-u.ac.jp/jp/ ご利用相談窓口: ipartner@ile.osaka-u.ac.jp
立命館大学 SRセンター http://www.ritsumei.ac.jp/acd/re/src/ ご利用相談窓口: sr1@sr.ritsumei.ac.jp
科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター http://www.astf-kha.jp/synchrotron/ ご利用相談窓口: aichisr@astf.or.jp
東京理科大学 赤外自由電子レーザー研究センター http://www.rs.noda.tus.ac.jp/fel-tus/ ご利用相談窓口: liaison@rs.noda.ac.jp
高エネルギー加速器研究機構(KEK) フォトンファクトリー https://www2.kek.jp/imss/pf/ ご利用相談窓口: pfexconsult@pfiqst.kek.jp