

# 光ビームプラットフォーム REPORT

ユーザーの皆様への共用サービスの向上に  
施設の連携を通して取り組んでいます



佐賀県地域産業支援センター/SAGA-LS  
<http://www.saga-ls.jp>



JASRI/SPring-8  
<http://www.spring8.or.jp>



兵庫県立大学/NewSUBARU  
<http://www.lasti.u-hyogo.ac.jp/NS/>



大阪大学/レーザー科学研究所  
<http://www.ile.osaka-u.ac.jp>



立命館大学/SRセンター  
<http://www.ritsumei.ac.jp/acd/re/src/>



科学技術交流財団/AichiSR  
<http://www.astf-kha.jp/synchrotron/>



東京理科大学/FEL-TUS  
<https://www.rs.noda.tus.ac.jp/fel-tus/>



KEK/Photon Factory  
<https://www2.kek.jp/imss/pf/>

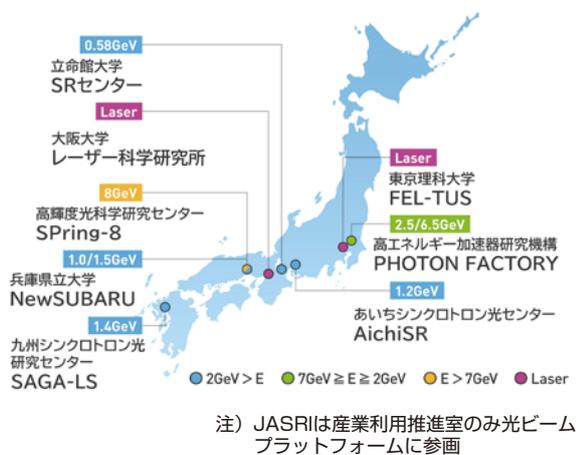


<https://photonbeam.jp>

## 概要

光ビームプラットフォームは文部科学省・先端研究基盤共用促進事業によって形成された、大型研究施設の共用の促進を目的とする放射光施設（6機関）と大型レーザー施設（2機関）のネットワークです。我が国の産学官の研究開発に貢献するため、ユーザーの皆様により良く使って頂けるように、以下の取組を行っています。

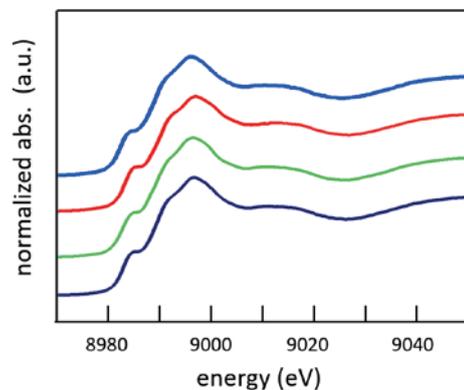
- ① 標準化
- ② 施設連携（複数施設の活用）の推進
- ③ 人材育成
- ④ 一元的な情報提供・広報



の原因を究明して、実験条件の見直し・改善を行っています。これにより、ユーザーの皆様が安心して利用できる実験環境を作るとともに、各施設での技術力強化や特徴化を図る足掛かりとして活かそうとしています。具体的には硬X線XAFS、硬X線光電子分光、軟X線XAFS、小角散乱の4手法に取り組んでいます。各施設では成果をデータベースや報告書などの形で公開を始めています。

### 【硬X線XAFS、事例】

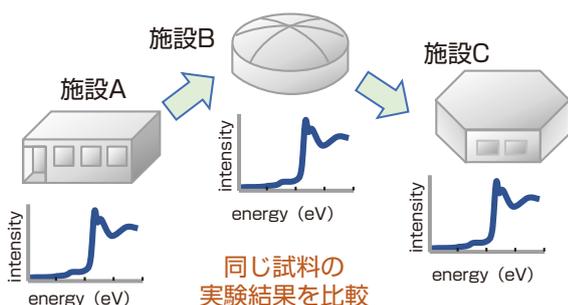
典型的な金属箔や金属酸化物などを対象として、標準的濃度の試料の透過法実験、1000～10ppmの低濃度試料の蛍光法実験、産業利用の観点からユーザーの関心が高いと考えられる参照触媒の評価などに取り組んでいます。得られたデータを利用支援に活用するほか、実験条件や実験ノウハウの共有を通して、施設の技術力強化やセーフティネットに役立てています。また、2018年にはXAFS2018国際会議で国際ラウンドロビンを提案し、海外の放射光施設との実験データの比較検証の先鞭をつけました。



硬X線XAFSラウンドロビンの実験結果例。異なるビームラインで得られたCuOのCu-K端スペクトル。試料濃度=1000ppm、蛍光法。

## 標準化の取組

放射光施設はそれぞれ独自に設計され、光源性能や分析装置等が異なります。そのため各施設で得られた実験データの互換性を担保する事は利用支援の基盤として重要と考え、ラウンドロビンに取り組んでいます。ラウンドロビンは同一試料の実験データを相互に比較検証するものですが、実験データに差が見られた場合にはそ



ラウンドロビンの進め方

### 【硬X線光電子分光、事例】

硬X線（5～14keV）を励起光として用いる硬X線光電子分光（HAXPES）は、実験室系のX線光電子分光に比べて検出される光電子の検出深さ大きいことから、試料深部の電子状態を非破壊で調べることが可能となり、さまざまな分野で利用されています。我が国で開発が進められたHAXPESの利用は学術利用のみならず幅広い産業利用分野

## 施設連携の取組

施設連携は、ユーザーの利用目的を理解して、課題解決（ソリューション）のために他施設の併用が有用と考えられる場合には、施設の組合せや最適な手法を積極的に斡旋紹介する、一種のコンシェルジュサービスです。

例えば

- ・異なる波長域の実験の組合せ
- ・運転時期、実験機会の組合せ
- ・予備実験と本実験の計画支援

などのような場合、各施設のスタッフにご相談頂ければ、他施設の担当者のご紹介やアドバイスなどをさせていただきます。

複数の施設を活用されているユーザーはすでにかなり多くいらっしゃいます。ご要望に応じて対応させていただきますので、ご興味があれば各機関のスタッフにご相談下さい。

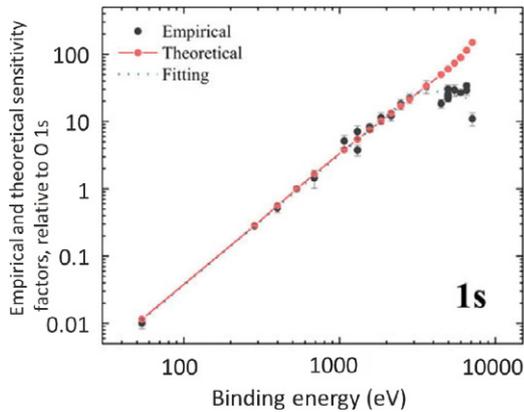


なお、初めての施設は敷居が高い、と感じられる場合もあるかもしれません。そのため、光ビームプラットフォームでは、スタッフとユーザーが合同で参加する施設横断合同研修会を年2、3回ほど実施しています。ラウンドロビンも一部はユーザーに公開を始めます。併せてご検討下さい。

スタッフとユーザーと一緒に参加して他施設で研修する、施設横断合同研修会を行っています。

ラウンドロビンの一部は2019年度からユーザーに公開を始めます。

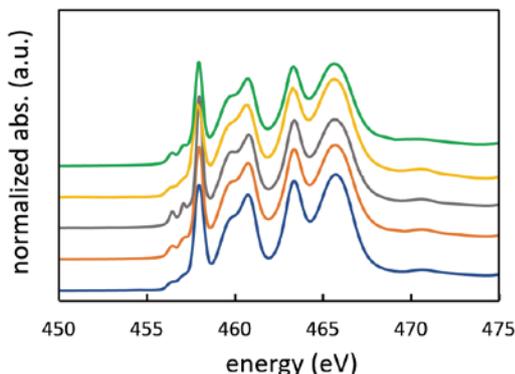
に普及していますが、その一方で、定量分析に向けた検討や分析深さの見積りなど基礎的データの整備が不十分であることから、光ビームプラットフォーム事業の一環として、これら基礎データの整備、特に、相対感度係数の実験的な決定と、組成定量分析実現のための相対感度係数推定法の確立を目指して実施しています。



1s軌道の相対感度係数の実測値と計算値の比較結果

### 【軟X線XAFS、事例】

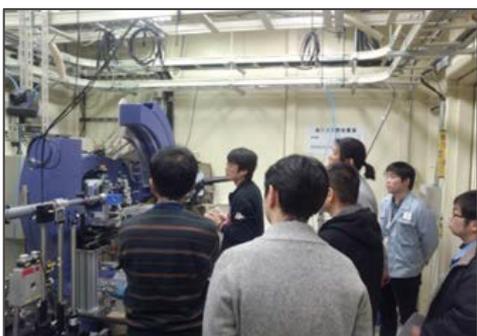
50～5000 eVのエネルギー領域にX線吸収端を持つ元素を対象としてHOPG、NiO、LiCoO<sub>2</sub>、LiF等の物質を選定して施設間で実験結果の比較検討を行っています。軟X線XAFSのデータを施設間で比較する場合、チャージアップ、光学系の汚れによるゴースト、高次光や迷光の影響、エネルギーの校正、エネルギー分解能、などの様々な点に注意が必要になります。参画する各施設がそれらの理解を深め、ユーザー支援に活用することを目標にしてラウンドロビンを実施しており、各施設で実験データの公開が進みつつあります。



軟X線XAFSラウンドロビンの実験結果例。異なるビームラインで得られたTiO<sub>2</sub>のTi-L端スペクトル。全電子収量法。

## 人材育成の取組

スタッフがお互いの施設の知見を深めるとともに、共用サービスをユーザーに提供する上で個々のスキルを高めることが大切と考え、ラウンドロビン実験をプラットフォーム内で公開として、研鑽や人的交流の場として活用しています。他施設における実験を体感することで、自機関で実験が難しい場合にはユーザーに的確にアドバイスしたり、ご要望に応じて他施設や技術担当者の斡旋紹介ができるようになることを期待しています。



ラウンドロビン実験を活用したスタッフの交流、他施設の知見の習得

レーザーと放射光の分野融合領域に対しては大阪大学が中核となってセミナーやシンポジウムを継続的に開催しており、東京理科大学と共に領域開拓や若手人材の育成に取り組んでいます。



国際シンポジウム LSC2018（横浜開催）

注) LSC : Conference on Laser and Synchrotron Radiation Combination Experiment

## Websiteによる情報提供

各機関のwebsiteで公開されている運転日程や課題申請、利用報告DB等の情報を一覧的に俯瞰できることを目標として光ビームプラットフォーム

のwebsiteでは講習会等のイベント開催予定、各施設の運転日程、課題申請方法、ラウンドロビン実験報告書等の一元的な情報提供を行っています。また、各放射光施設における利用事例やビームラインの詳細情報をデータベース化した「施設横断検索」を公開して、実験計画策定に便利な情報提供を行っています。

<https://photonbeam.jp>



<http://search.astf-kha.jp/Search1.php>

## 広報活動

施設関係者とユーザーが集い、議論し交流を深める場としてシンポジウムを開催しています。また、分析機器や科学機器関連ではアジア最大規模を誇るJASIS展示会に、共用プラットフォームとして毎年出展しています。



光ビームプラットフォームシンポジウム  
（例年3月頃開催）

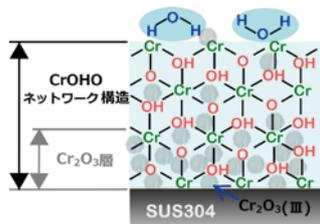
お問合せ・ご相談は  
[contact@photonbeam.jp](mailto:contact@photonbeam.jp)  
あるいは  
各施設の利用相談窓口にご連絡下さい。

# 複数施設の連携活用の事例

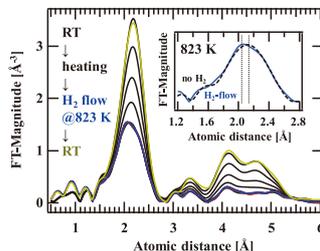
## ステンレス鋼の表面状態およびその機能性に関する研究

連携活用

- ステンレス鋼の最大の特徴である高耐食性の起源を明らかにするため、クロム(Cr)が主成分である不動態被膜の詳細な構造を調べた。ラボ装置と放射光を組み合わせたことにより、被膜最表面から母材との界面に至るまでの全体に、Cr-O-H-Oのネットワーク構造が存在することを初めて明らかにした。(AichiSRで実施)
- 水素貯蔵・燃料電池流路材料としてステンレス鋼が注目されている。ステンレス鋼の水素吸蔵特性について、水素フロー環境における構成元素の構造変化を、質量分析と組み合わせて観測した。鉄(Fe)原子周りでは、水素吸蔵に伴い一定した格子圧縮が生じるのに対し、ニッケル(Ni)原子周りの格子伸縮は不定周期で且つFe周りの変化の1/10の速度で生じることが分かった。(SPring-8で実施)



分析結果から推定したSUS304不動態被膜の構造モデル



水素フロー雰囲気下でのSUS304中Fe原子周りの動径構造関数

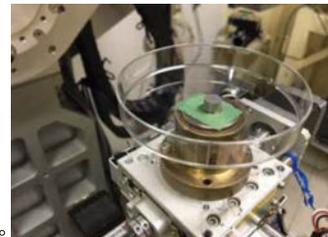
【実験施設: AichiSR / SPring-8】

研究実施者: (株)デンソー

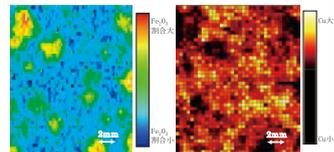
## 焼結材料における防錆油の挙動観察と腐食過程のin-situ観察

連携活用

- 自動車の軽量化や低コスト化等に対応して使用量が増大している焼結材料は、複雑な形状の部品を容易に作る事ができる一方、焼結材料には多くの気孔があり、化学組成も不均一であるため錆易いことから、防錆油が塗布される。Baを含む防錆油を用いることでX線CT法によって材料気孔の内部に防錆油が浸透したコントラストを得ることに成功した。(X線CT実験はSPring-8で実施)
- 焼結材料は、溶製材料に比べて腐食し易いが、その腐食メカニズムが明確になっておらず、錆を防止するために塗布する防錆油も適正な選定ができていないのが現状である。防錆油の塗布等の適正な防食対策に結び付けるため、水と酸素に曝された焼結材料の腐食過程のin-situ観察を行った。XAFS法を用いることで、焼結など複数の腐食反応が組み合わさって進行する材料に対して、in-situで把握できる結果が得られた。(硬X線XAFS実験はAichiSRで実施)



X線CT実験の試料配置



Cuでのマッピング結果  
蛍光X線から求めたFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の割合

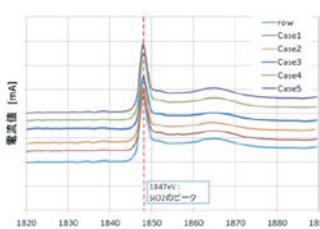
【実験施設: AichiSR / SPring-8】

研究実施者: 出光興産(株)

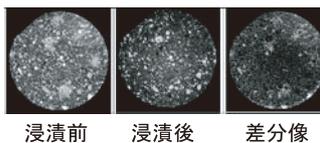
## セメント材料の品質確保および硬化体の劣化挙動解析への取り組み

連携活用

- セメントの一部を産業副産物で置換する混合セメントの開発の一環で、石炭火力発電所から発生するフライアッシュを置換材とする改質方法の開発のため、アルカリ溶液浸漬前後におけるフライアッシュ主成分(ケイ素、アルミニウム)の結合状態をX線吸収分光(XANES)により解析した。浸漬前後でXANESに有意差は見られず浸漬品の圧縮強度も低かったことから、改質方法の再考を進めた。(軟X線XAFS実験はAichiSRで実施)
- コンクリート構造物の化学作用による劣化を非破壊に可視化し且つ化学的に捉える方法として、X線CT-XRD連成法が開発された。セメント硬化体のX線透過率は低いが、1mmレベルの試料について、安定性評価法確立のため、アルカリ金属を除去する還元性溶液への浸漬前後で観察・解析することで、試料外周から粗化し水酸化カルシウムが浸漬後に失われるという結果を得た。(X線CT-XRD連成実験はSPring-8で実施)



フライアッシュ・アルカリ浸漬品のシリコン K吸収端スペクトル



セメント硬化体のX線CT断層像

【実験施設: AichiSR / SPring-8】

研究実施者: (株)大林組

## 強誘電体に微量添加したSnの価数状態

連携活用

— 高温用コンデンサ材料開発 —

- 民間企業との共同研究で実施している200°C以上で動作可能な高容量コンデンサ材料開発において、環境負荷が小さいSn添加したニオブ酸ストロンチウムバリウム $Sr_{1-x}Ba_xNb_2O_6$ に注目し、Snの添加量やSnの価数状態が誘電率に与える影響を検討した。
- 添加したSnの添加量と価数状態はSn K端のXANESより導出した(図1)。
- Snの添加量とともに誘電率が上昇。1%までは添加したSnの約70%がSn<sup>4+</sup>、それ以上ではSn<sup>2+</sup>の割合が高くなり、誘電率も上昇しない(図2)結果となった。

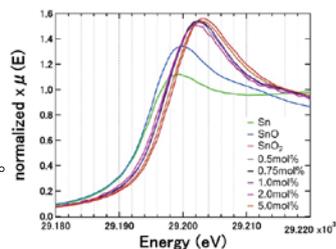


図1 Sn K端のXANESスペクトル

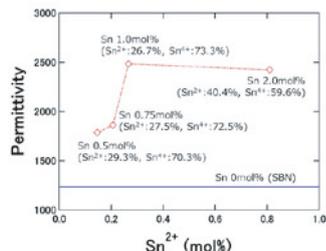


図2 Sn<sup>2+</sup>濃度と誘電率の関係

SPring-8放射光施設横断産業利用課題 2018B1812 (岡山大学)  
Sr L端のXAFS測定は立命館大学SRセンターBL13で実施

【実験施設: SPring-8 BL14B2/ 立命館大学SRセンター】

# 複数施設の連携活用の事例

## 赤外自由電子レーザーによる アミロイドβ線維の分解と放射 光赤外顕微鏡による構造観察

連携活用

— レーザーと放射光の連携研究 —

【中心研究者】川崎(東京理科大学)、中村(群馬大学)

【研究協力者】築山(東京理科大学)、家路(立命館大学)

【概要】

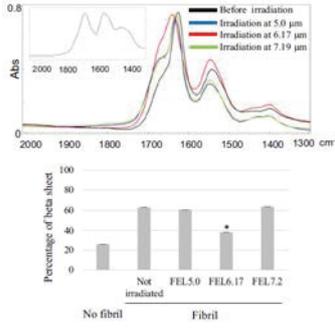
アルツハイマーの病原とされるアミロイドβの凝集を分解する目的で、アミロイドβ特有の赤外吸収帯(6.17 μm)でのFEL照射を行い(東京理科大学FEL)、結果を赤外顕微鏡で調べた(立命館大学SRセンター)。他の波長での照射よりも大きくスペクトル変化が起こり、アミロイドβシートの減少が確認され、FEL照射が有効に働いていることを確認した。

【学術・産業への貢献】

アルツハイマー病の治療法としての可能性を示唆。

T. Kawasaki, T. Yaji, T. Ohta, K. Tsukiyama, and K. Nakamura, *Cell. Mol. Neurobiol.* **38**: 1039-1049 (2018)

【実験施設: 東京理科大学FEL/ 立命館大学SRセンター】



(上図)照射前後のamide Iの赤外吸収帯のスペクトル変化  
(下図)照射前後のβシートの割合



## 赤外自由電子レーザーによる メラニン色素の分解

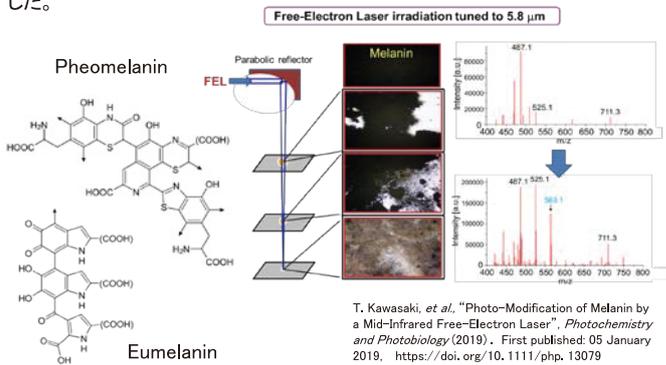
連携活用

— 京都大学エネルギー理工学研究所FEL(KU-FEL)を利用したFEL施設間連携研究 —

【概要】

皮膚の色素成分であるメラニンは、ヘテロ環を含む強固な立体構造を形成し、痣やしみなどメラノーマを誘起し、メラニンをFELによって選択的に分解し、メラノーマに対する新規なレーザー治療技術の開発を目指した。

波長5.8 μmのFELによってメラニンの構造の一部が解離することがMALDI-TOFMSや13C-NMR測定の結果から示された。



T. Kawasaki, et al., "Photo-Modification of Melanin by a Mid-Infrared Free-Electron Laser", *Photochemistry and Photobiology* (2019). First published: 05 January 2019. <https://doi.org/10.1111/php.13079>

【実験施設: 東京理科大学FEL/ 京都大学FEL】

## 琵琶湖シジミの殻皮の化学 状態解析(2017年~2018年)

連携活用

【中心研究者】竹本邦子(関西医科大学)

【研究協力者】馬場(東レテクノ)、田淵(名古屋大学)、光原、太田(立命館大学)他

【概要】

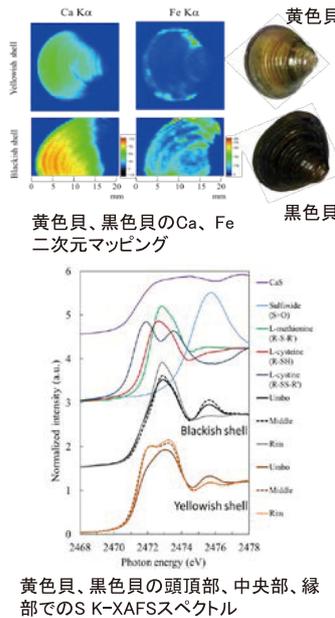
貝の表面を覆う殻皮は成長の過程で分泌される物質からできており、貝の成長過程を記録している。琵琶湖シジミは黄色と黒色の貝が知られているが、それらの貝表面の殻皮に注目し、蛍光X線元素マッピング、Fe、Mn、K-XAFS(AichiSR)、S K-XAFS(立命館大学SRセンター)の測定を行った。その結果、Feは成長線上に分布するFeOOHであること、Sはメチオニン、システインのような有機硫黄が主成分であることを明らかにした。

【学術・産業への貢献】

貝の生態研究に放射光が有効に働くことを検証。

K. Takemoto et al, *J. Water and Environment Tech.* (2019) に発表。

【実験施設: 立命館大学SRセンター/ AichiSR】



黄色貝、黒色貝の頭頂部、中央部、縁部でのS K-XAFSスペクトル

## X線小角散乱を用いた保湿剤 の皮膚作用機構の解明

連携活用

皮膚保湿剤の保湿作用をナノスケールで理解するために、皮膚角質の構造(図1)と、保湿剤の有無での水分乾燥に伴う角質の構造変化を小角散乱で調べた(図2)。SPring-8とAichiSRの双方で同等の結果が得られることを確認しつつ、両施設を有効に使い分けて研究遂行した。

【結果】

- ① 水浸漬により角質中短周期ラメラ構造の面間隔が拡大
- ② 乾燥に伴い保湿剤がない場合には短周期ラメラ構造の面間隔が小さくなるのに対し、グリセリン保湿した角質では面間隔が殆ど変化しない(図3)

保湿効果の優れた保湿剤、化粧品の開発に有効な知見が得られた。

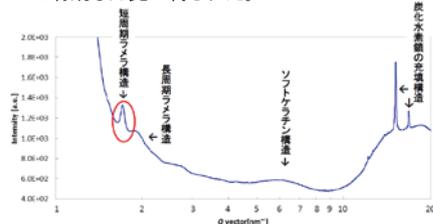


図2 角質の小角X線散乱プロファイル

【実験施設: AichiSR / SPring-8】

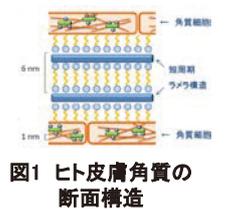


図1 ヒト皮膚角質の断面構造

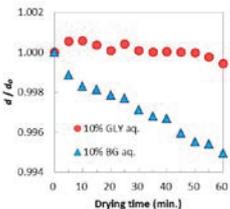


図3 面間隔の乾燥に伴う経時変化

研究実施者: 阪本薬品工業(株)

# 施設の共用の事例

## Naイオンを用いた高容量ポストリチウム電池の開発 (2016~2017年)

共用

【中心研究者】 藪内直明(東京電機大学)

【研究協力者】 佐藤(東京電機大学)、駒場(東京理科大学)、吉村、山中(立命館大学)など

### 【概要】

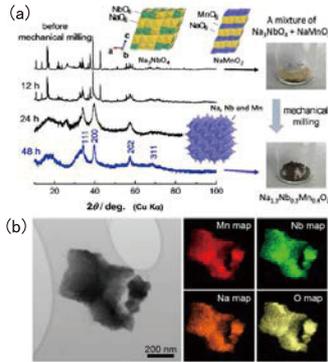
ポストリチウム電池の候補としてNaイオンを用いる電池が知られているが、今回Na過剰 $\text{Na}_{1.3}\text{Nb}_{0.3}\text{Mn}_{0.4}\text{O}_2$ を合成し、正極として有効に働くことを実証した。そして、その構造がカチオンに乱れのある岩塩型構造であることを明らかにし、充放電過程におけるMn、Nb、O、Naの化学変化をXAFSを用いて調べた。

### 【学術・産業への貢献】

次世代蓄電池としてNa電池の有用性を示し、これからの電池産業に一石を投じた。

K. Sato et al., *Chemistry Materials* Vol.29 (2017) (IF 9.40)に発表した。

【実験施設: 立命館大学SRセンター】



(a) 正極材料のmechanical milling 時間の効果 (XRD回折パターン)  
(b) TEMイメージと元素分布

## $\text{Li}_{1.2}\text{Ti}_{0.4}\text{Mn}_{0.4}\text{O}_2$ 系高容量リチウム電池の開発とその評価 (2016年)

共用

【中心研究者】 藪内直明(東京電機大学)

【研究協力者】 駒場(東京理科大学)、中山(名古屋工業大学)、山中、光原、太田(立命館大学)

### 【概要】

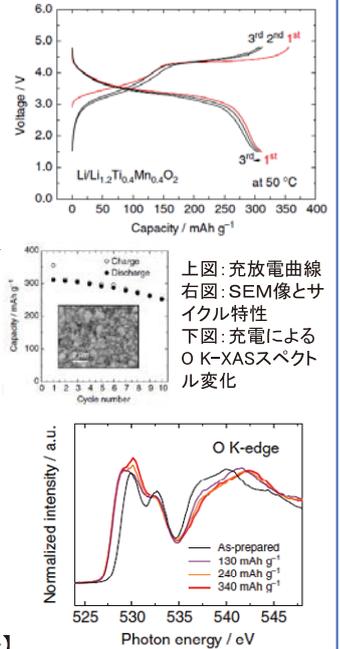
安価な電池材料であるTi、Mnを導入しても高いサイクル特性と高容量を実現できることを実証した。そして、この電池系について放射光を用いたXAFS、XRD、更にDFT計算を行い、この高容量の起源を突き止めた。立命館大学SRセンターでは、O K-XAFS測定と解析を行ったが、特に、酸素の充放電への寄与が大きいことが分かった。

### 【学術・産業への貢献】

安価な材料での蓄電池の開発であり、エネルギー産業に大きな貢献

> N.Yabuuchi et al., *Nature Comm.* (2016) (IF 9.8)に掲載 および、プレス発表

【実験施設: 立命館大学SRセンター】



上図: 充放電曲線  
右図: SEM像とサイクル特性  
下図: 充電によるO K-XAFSスペクトル変化

## Ni-MH電池 充放電挙動変化のメカニズム解析

共用

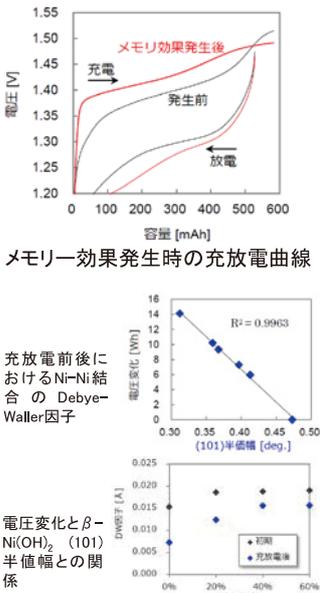
### 【概要】

- 低SOC\*領域 (0~40%)で発生するNi-MH電池のメモリー効果の原因を明らかにするため、XRDとXAFSにより、充放電前後での電池正極の結晶性並びに積層不整を評価。(\*State of Charge: 充放電)
- XRD解析で、充放電後に正極活物質  $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$  の結晶性が変化すると共に、初期に対して積層不整が少なくなることを解明。
- XAFS解析で、充放電後試料ではDebye-Waller因子の減少を確認、結晶欠陥が少なくなることを示唆する結果が得られた。

### 【インパクト、波及効果等】

正極活物質における積層不整の減少により電気伝導性が低下し充放電電圧が変化する、といった、Ni-MH電池のメモリー効果発現メカニズムを明らかにすることができ、改善指針の検討進展が期待される。

【実験施設: AichiSR】 研究実施者: プライムアースEVエナジー(株)



メモリー効果発生時の充放電曲線

充放電前後におけるNi-Ni結合のDebye-Waller因子

電圧変化と $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$  (101)半値幅との関係

## X線散乱を用いた皮膚真皮構造の評価

共用

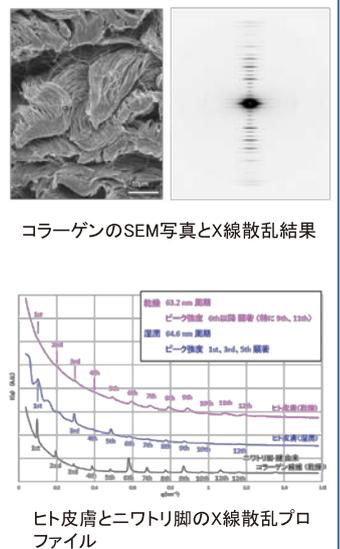
### 【概要】

- コラーゲンは、ヒト真皮乾燥重量の70%を占める重要なタンパク質である。コラーゲン線維の量や生体組織での局在は、生化学や分子生物学的手法を利用して評価されているが、構造評価はあまり進んでいない。ヒト皮膚組織に含まれるコラーゲン線維の構造を、X線散乱測定で調べた。
- X線散乱プロファイルから、ヒト皮膚組織のコラーゲン線維は、湿润状態から乾燥させると散乱周期長が短くなり、一部の散乱ピークが消失することがわかった。生体真皮は水和(湿润)状態にあり、湿润を維持して評価解析を行う重要性を明らかにした。

### 【インパクト、波及効果等】

皮膚組織におけるコラーゲン線維の構造評価や三次元培養皮膚など評価法としての貢献が期待される。

【実験施設: AichiSR】 研究実施者: 日本メナード化粧品(株)



コラーゲンのSEM写真とX線散乱結果

ヒト皮膚とニワトリ脚のX線散乱プロファイル

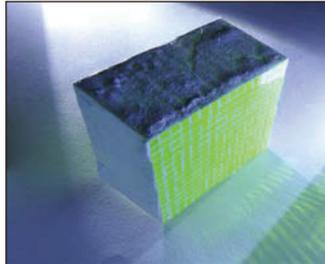
# 施設の共用の事例

## 高速時間応答シンチレータの開発

共用

### 【概要】

放射線計測用のシンチレータ開発において、セキュリティ応用や医療応用が期待されている「低エネルギー中性子」に対して発光効率の良いシンチレータ素材(<sup>6</sup>Li添加シンチレータ等)の開発が行われ、大阪大学レーザー科学研究所の光学材料データベースレーザーを用いた光学特性評価実験によって素材の有用性が実施された。



### 【インパクト、波及効果等】

低エネルギーの中性子に特化したこのシンチレータ素材は、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療(BNCT等)などにおいて精密な線量測定、エネルギー測定が可能になる。

<sup>6</sup>Liを添加したガラスシンチレータのピクセルアレイ

【実験施設: 大阪大学レーザー研】

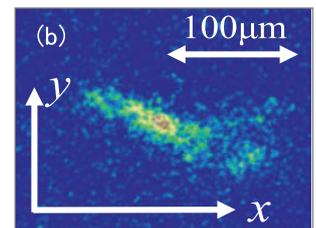
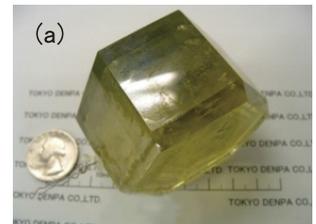
研究実施者: 民間企業

## 酸化亜鉛(ZnO)オプティクスによる軟X線～中赤外領域におけるセンシングデバイスの開発

共用

### 【概要】

軟X線、紫外から中赤外までの幅広い波長領域で優れた時間・空間分解測定が可能で酸化亜鉛(ZnO)結晶の育成法・量産法の開発が行われた。試作された結晶の光学特性評価(発光効率、発光寿命の測定等)に大阪大学レーザー科学研究所の光学材料データベースレーザーが用いられた。



### 【インパクト、波及効果等】

ステップの光学系検査や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。現在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ている。

(a)ZnO結晶

(b)ZnO結晶を蛍光パネルに用いた軟X線レーザーのビームパターン撮影の例

【実験施設: 大阪大学レーザー研】

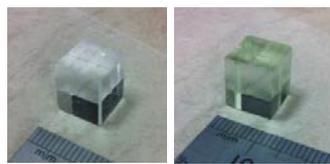
研究実施者: 民間企業

## 希土類添加フッ化物結晶の真空紫外発光測定

共用

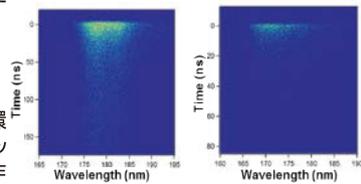
### 【概要】

紫外線の中でも特に短波長領域(波長200nm以下)の真空紫外領域で動作する光源や光検出器用の光学材料として、希土類添加フッ化物結晶の特性評価が行われた。フッ化物には、一般的な酸化物や窒化物よりも大きなバンドギャップを有する材料が数多く存在し、真空紫外領域での優れた光学特性を持つことが示された。



Nd<sup>3+</sup>:LuLiF<sub>4</sub>

Nd<sup>3+</sup>:LaF<sub>3</sub>



希土類の添加有り無し光学結晶(上段)とその発光波長・時間特性(下段)

### 【インパクト、波及効果等】

紫外線の応用範囲は、計測、環境、医療など多岐にわたる。フッ化物結晶は真空紫外領域で動作する発光素子として、紫外光領域のモニタリングや有害物質検出センサなどへの応用が期待される。

【実験施設: 大阪大学レーザー研】

研究実施者: 民間企業

## 時分割X線回折によるマーガリン製造工程中の油脂結晶相の観察

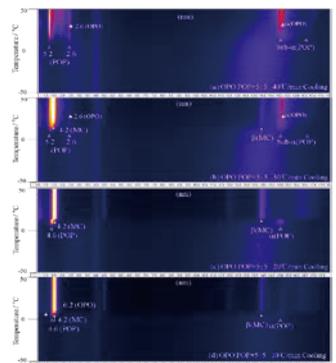
共用

— トランス脂肪酸の少ないマーガリンの開発 —

### 【概要】

- マーガリンの製造には食用油脂の混合物の冷却による固化が必要。トランス脂肪酸が少ないと融点が低く溶けやすい。混合油脂の分子間化合物の結晶相形成により融点を高める。
- 分子間脂肪酸結晶の生成は油脂の混合比率と冷却速度により変化するため、時分割X線回折により分子間脂肪酸結晶の生成条件を検討
- 右図は、POP(パーム油)とOPO(豚脂)の1:1混合物の検討結果である。冷却速度が30°C/minより遅いと分子間結晶(MC 図中矢印)が生成するが、40°C/minより早いと生成しない。

冷却速度と生成する油脂結晶相



縦軸: 試料温度 横軸: 波数

【実験施設: SPring-8 BL19B2】

研究実施者: ミヨシ油脂(株)  
(2017A1707)

# 施設の共用の事例

## 1-Dナノ構造化した $\text{Li}_2\text{O}_2$ を用いた $\text{Li-O}_2$ 電池の高性能化 (2017~2018年)

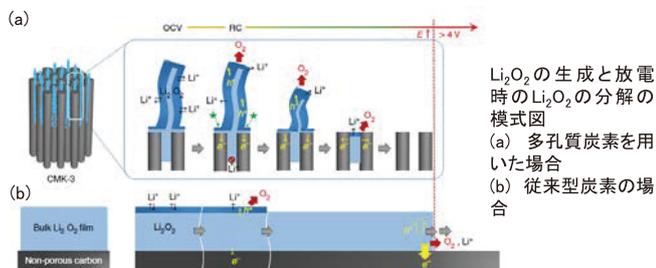
共用

【中心研究者】 H. R. Byon, A. Dutta (KAIST, Korea)  
 【研究協力者】 山中、太田 (立命館大学)

【概要】  
 ポストリチウム電池として有望な $\text{Li-O}_2$ 電池のサイクル特性を大幅に向上させる目的で、多孔質炭素を用いて、 $\text{Li}_2\text{O}_2$ の形態を1次元状に制御した。その結果 $\text{Li}_2\text{O}_2$ の分解

速度が大きくなり、サイクル特性を著しく向上させることができた。変化の様子をTEM、XRD、XAFS、理論計算で調べた。立命館大学SRセンターでは軟X線XAFSで充放電時の $\text{Li}_2\text{O}_2$ を評価した。

【学術・産業への貢献】  
 次世代蓄電池の実現を速める大きな進展  
 A. Dutta et al., *Nature Comm.* 9 (2018) (IF 9.8)に発表



【実験施設: 立命館大学SRセンター】

## $a\text{-TiS}_x$ 正極を用いた高容量電池の充放電機構の解明 (2016年~2017年)

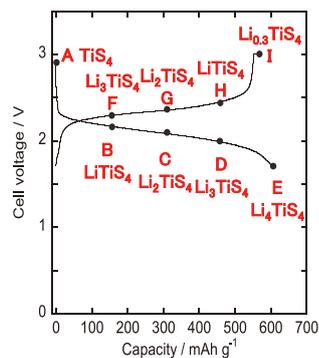
共用

【中心研究者】 作田 敦 (関西産総研)  
 【研究協力者】 松原 (京都大学)、太田 (立命館大学) など

【概要】  
 非晶質遷移金属の多硫化物を正極とする電池は高容量を示すことが知られているが、ここでは、 $a\text{-TiS}_x$ 正極での充放電機構に伴う構造変化をpdf解析、Ti、S K-XAS、理論シミュレーションで調べ、従来と異なる特異な構造変化を示すことが分かった。立命館大学SRセンターではS K-XASを測定した。その結果、転換型と挿入型の二つの組み合わせが高容量の原因であることを明らかにした。

【学術・産業への貢献】  
 特異な充放電機構を明らかにしたことで、新規高容量電池開発に道筋をつけた。

A. Sakuta et al., *J. Am. Chem. Soc.* Vol. 129 (2017) (IF 14.36)へ発表



$a\text{-TiS}_x$ を正極にしたリチウム電池の充放電曲線と、それぞれの過程における化学組成

【実験施設: 立命館大学SRセンター】

## シアノバクテリアの軟X線顕微鏡観察 (2015年~2017年)

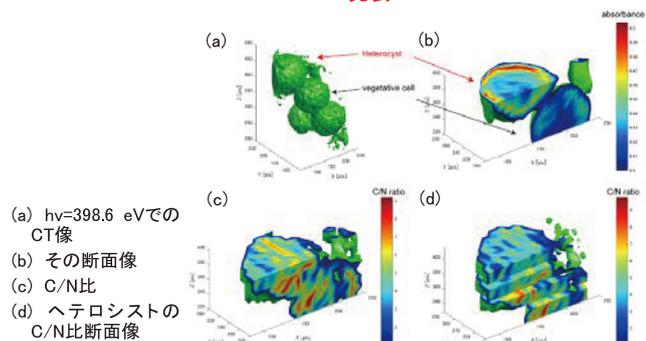
共用

【中心研究者】 寺本高啓 (立命館大学)  
 【研究協力者】 浅井、吉村、太田 (立命館大学)

【概要】  
 光合成細菌シアノバクテリアは光合成を行う栄養細胞とそれが窒素飢餓状態に分化して生成するヘテロシスト(窒素固定に特化)からなる。今回、軟X線顕微鏡を用いてシアノバクテリアのCT像だけでなく、C/N分布の3次元可視化することに成功した。

【学術・産業への貢献】  
 シアノバクテリアの光合成機構の解明に道。

T. Teramoto et al., *Plant Physiology* 177(2018) (IF=6.46)に発表



【実験施設: 立命館大学SRセンター】

## 金属酸化物触媒を用いた $\text{Li-O}_2$ 電池のXAFS解析 (2016年)

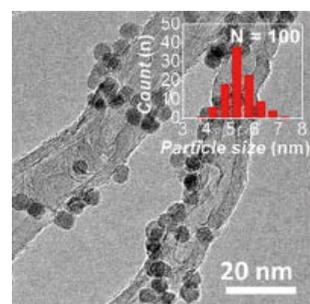
共用

【中心研究者】 C. Yang, H. Byon (理研)  
 【研究協力者】 太田、与儀、山中 (立命館大学)

【概要】  
 $\text{Li-O}_2$ 空気電池の負極として良く用いられる多層カーボンナノチューブ (CNT) に $\text{CeO}_2$ ナノ粒子触媒を分散させることによって、 $\text{Li}_2\text{O}_2$ の表面核形成を促進させ、可逆性の向上、急速放電を可能にすることを発見。その機構をLi、O K-XAFS、XPS、TEMなどを用いて評価した。立命館大学SRセンターではLi、O K-XAFSの測定解析を行った。

【学術・産業への貢献】  
 新規蓄電池の開発。エネルギー産業に大きな貢献

C. Yang et al., *Nano Letters* (2016) (IF 13.8)に発表



上図: 反応モデル図  
 下図: CNTに $\text{CeO}_2$ 微粒子分散したTEM像

【実験施設: 立命館大学SRセンター】

# 施設の共用の事例

## 電池充放電におけるイオン伝導、電子伝導の可視化(2016年)

共用

【中心研究者】折笠有基(立命館大学)

【研究協力者】内本(京都大学)、稲田、片山(立命館大学)

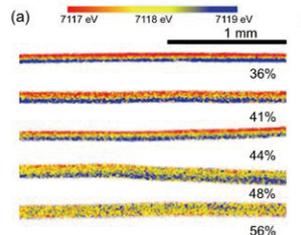
### 【概要】

電池充放電時のイオン伝導、電子伝導がどのように進行しているかを、 $\text{LiFeO}_4$ 正極の空孔度を変えた試料について、そのスライスした断面でのイオン伝導の様子をFe K-XAFSのイメージングで調べること成功し、空孔度とイオン伝導、電子伝導の相関を明らかにした。

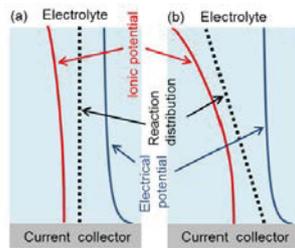
### 【学術・産業への貢献】

➢ 蓄電池の充放電に関する重要な基礎研究であり、今後の電池開発の指針となる。

➢ Y. Orikasa et al., *Sci. Rep.* (2016) (IF 5.1) に掲載



空孔度の違いによる充電分布の違い



実験を解釈するためのモデル図  
(a)空孔度が小さい場合  
(b)空孔度が大きい場合

【実験施設:立命館大学SRセンター】

## フッ化物材料の軟X線吸収分光測定

共用

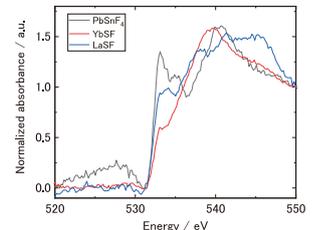
【中心研究者】折笠有基(立命館大学)

### 【概要】

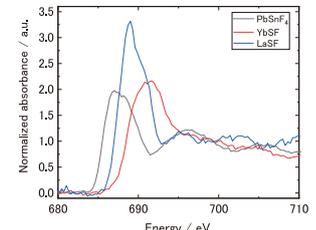
単一アニオン化合物( $\text{PbSnF}_4$ )と、複数アニオン化合物( $\text{YbSF}$ )の表面の化学状態をO K-edgeおよびF K-edge X線吸収分光で分析を行った。 $\text{YbSF}$ では明確なO K-edgeが検出され、表面に酸素種が存在することが明らかになった。F K-edgeで観測された690 eV近傍のピークはF 1s→2pの遷移に対応し、混成するPb、Snや希土類の影響を受けている。これらの化合物では、F K-edgeのピーク位置やスペクトル形状が大きく異なることが明らかになった。

### 【インパクト、波及効果】

フッ化合物の合成には雰囲気制御と合成後の取り扱いが大切であり、混生する金属や希土類元素の影響を把握する必要がある。



PbSnF<sub>4</sub>, LaFS, YbFSのO K-edge X線吸収スペクトル



PbSnF<sub>4</sub>, LaFS, YbFSのF K-edge X線吸収スペクトル

【実験施設:兵庫県立大学ニュースバル】

## 放射光光化学反応による造形プロセスの研究開発

共用

【中心研究者】山口明啓、内海裕一(兵庫県立大学)

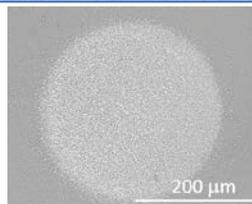
【研究協力者】桜井郁也、岡田育夫(名古屋大学・あいちSR)

### 【概要】

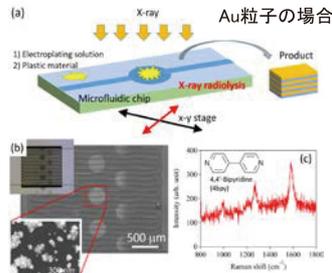
複合材料による3次元造形を目指し、放射光光化学反応によって直接、金属・酸化物微粒子の生成手法の研究を行った。これまでに金ナノ粒子や銅・銅酸化物粒子の生成に成功し、金ナノ粒子では表面増強ラマン散乱による分子センシングへの適用に成功した。

### 【インパクト、波及効果】

複合材料と形状操作による機能性材料創製の可能性があきらかとなり、放射光による液相・固相・気相における化学反応系の究明や新奇反応の創出に資する結果を得た。



金ナノ粒子の生成:照射後のSEM観察結果



液相中の反応を用いた3次元プリンタあるいはadditive manufacturing processへの展開

応用展開イメージ

【実験施設:兵庫県立大学ニュースバル】

## コンクリートの破壊メカニズムの解明

共用

【中心研究者】(株)大林組 技術研究所

【研究協力者】KEK物構研

### 【概要】

コンクリートが破壊されるメカニズムの解明のために、放射光を用いた高分解能X線CTにより、ミクロなひび割れを可視化した。

### 【学術・産業への貢献】

現代のほとんどの建設材料を構成するコンクリートについて非破壊で3次元イメージングを行うこ

とにより、破壊のメカニ

ズムを調べた。本研究は、

セメントの機能向上に資

する研究であり、コンク

リートの性能向上による

社会の安全・安心への直

接・間接コストを低減する

ことができる」と期待され

る。

(左) 普通ポルトランドセ

メントで作製した供試体

(右) 低アルカリセメントで

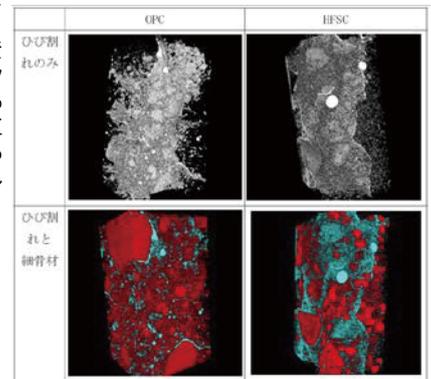
作製した供試体のCT再構成

像

ひび割れをX線CTで精密に

可視化した。

【実験施設:KEK・Photon Factory】



# 施設の共用の事例

## 炭素繊維強化プラスチック(CFRP)のき裂発生観察

共用

～航空機用の主要構造材料の開発に貢献～

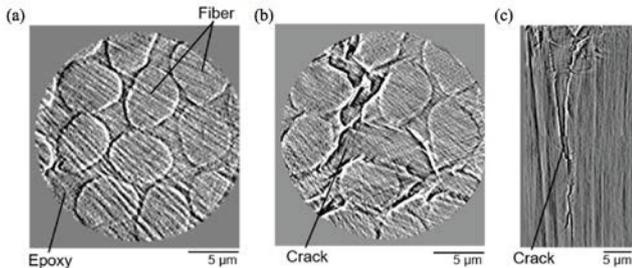
【中心研究者】 KEK物構研  
【研究協力者】 三菱重工(株), 東レ(株)

### 【概要】

SIP国プロ「革新的構造材料」にて導入したX線顕微鏡を用いて、応力印加下での亀裂の進展を高空間分解能( $<50\text{nm}$ )で観察する技術を開発。従来法(超音波探査, 電子顕微鏡)では不可能だった非破壊観察と高空間分解能を初めて両立CFRPのき裂進展メカニズムを明らかにした。

### 【学術・産業への貢献】

国内の航空関連の生産規模は、1.8兆円(2015年)から3兆円(2030年)に増加することが見込まれている。主要な構造材料のひとつであるCFRPの高信頼のためには、ナノ～マクロでのき裂マルチスケール評価が必要であり、本技術の展開が期待できる。



CFRP内のき裂の観察  
(a) 応力印加前の横断面, (b) 応力印加後の横断面, (c) 縦断面

【実験施設: KEK・Photon Factory】

## 量子ビーム実験の計測効率を向上させる手法を開拓

共用

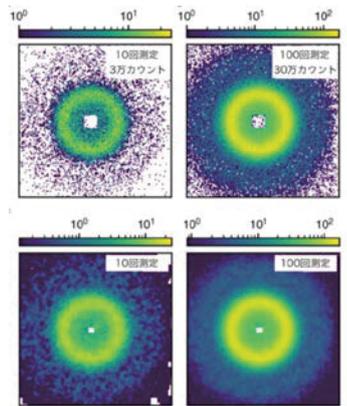
【中心研究者】 小野寛太(KEK物構研)、日立製作所など  
【研究協力者】 トヨタ自動車(株)

### 【概要】

電動車のモーター向け新材料の研究開発に有用な量子ビーム実験の一つである、小角散乱実験(Small Angle Scattering/以下、SAS)で得られた、ナノスケールの構造情報を示す二次元強度分布データのばらつきを、AI・機械学習にも用いられる統計手法であるカーネル密度推定法を適用して抑制する手法を開発した。

### 【学術・産業への貢献】

KEKは、電動車向け新材料の研究加速に向け、大型実験施設での量子ビーム実験の高精度化・高効率化に貢献するほか、日立は、AIやデータ解析技術を活用し、新材料開発を支援する「材料開発ソリューション」をさらに強化する。



カーネル密度推定による分散抑制効果

【実験施設: KEK・Photon Factory】

## GaNの結晶欠陥を大面積で検出・分類する方法を開発

共用

【中心研究者】 姚 永昭  
(一財)ファインセラミックスセンターなど  
【研究協力者】 平野馨一(KEK物構研)など

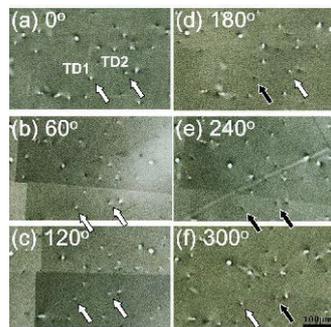
### 【概要】

次世代のパワーデバイス用材料の有力な候補である窒化ガリウム(GaN)結晶の欠陥を低減するために、欠陥を非破壊で検出、分類することを可能とするX線トポグラフィ観察法を確立した。本研究の成果を利用することにより、結晶成長条件と各種欠陥の発生の関連を高精度で調べることができ、成長条件最適化の所要時間が大幅に短縮される。また、加工プロセスにより導入された欠陥も可視化できるので、GaN結晶製造工程全般の品質管理に役立つ。

### 【学術・産業への貢献】

SiCやGaNなどの次世代パワー半導体の市場規模は、2030年には現在の約10倍(3500億円規模)になると予測されている。

【実験施設: KEK・Photon Factory】



6つの等価な{11-26}回折面によるX線トポグラフィ像

## 鉄鋼プロセスの原料(焼結鉱)の還元反応中の劣化(き裂発生)を予測

共用

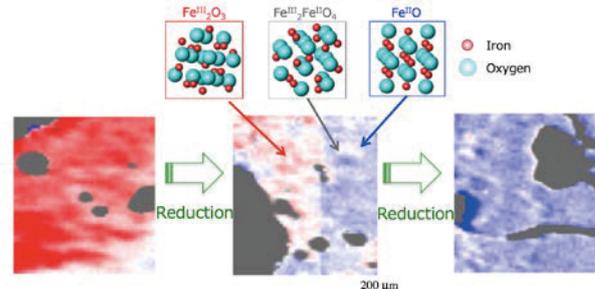
【中心研究者】 KEK物構研  
【研究協力者】 日本製鉄(株), 東北大学

### 【概要】

還元プロセスでの焼結鉱(多孔質の複合金属酸化物( $\text{Fe}-\text{Ca}-\text{O}$ 系))の化学状態が不均一に変化していく様子を、放射光X線顕微法を用いて可視化し、応用数学(パーシステントホモロジー)を用いて“かたち”を数値化し、機械学習により処理することにより、マクロ特性を劣化させる起点(“trigger site”)を特定することに成功した。

### 【学術・産業への貢献】

国内の鉄鋼業界の市場規模は 16.7兆円(2018年)であり、その製造プロセスの基幹である焼結鉱の還元プロセスの最適化のための基本的知見として活用が期待できる。さらに顕微法等の big dataの解析アプローチの一つとして、様々な系への展開が期待できる。



還元に伴う鉄の化学状態の変化( $\text{Fe}^{\text{III}}$ (赤),  $\text{Fe}^{\text{II}}$ (青))

【実験施設: KEK・Photon Factory】

# 施設の共用の事例

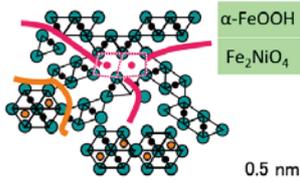
## 鉄鋼橋梁の腐食メカニズムの解明と知見を活かした耐食性向上

共用

【中心研究者】 日本製鉄(株)鉄鋼研究所、先端技術研究所  
【研究協力者】 KEK物構研

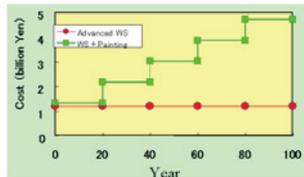
### 【概要】

無塗装で、大気環境下で長期間使用可能な鋼材の耐食メカニズムを放射光のその場観察法(XAFS,XRD)を用いて解明した。微量の元素添加により耐食性を向上させる“良いさび”が形成することを発見。



ニッケルの微量添加により 大気下自然に“良いさび”が形成される(放射光その場観察で解明)

**Ni高耐食性鋼**：表層の“良いさび”が、塩化物イオンを近づけないので、さびが広がらない。



橋梁のメンテナンスコスト

### 【学術・産業への貢献】

腐食による社会・経済への効果は、老朽化対策等による直接コストとしてGNPの約3~4% (18-24兆円)にのぼるのみならず、インフラの機能停止、効率低下、安全性・信頼性の低下などの間接コストとしての影響も大きい。本研究で鉄鋼の耐食性を向上させる仕組みが解明されたことにより、鉄鋼のさびによる社会の安全・安心への直接・間接コストを低減することができると期待される。

【実験施設: KEK・Photon Factory】

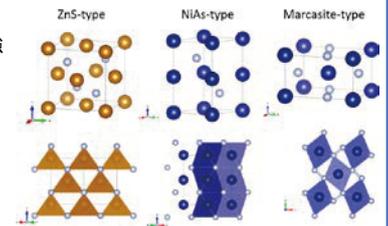
## 新しい二元系の強磁性窒化鉄と強磁性窒化コバルトの発見に成功(2017年度)

共用

【中心研究者】 長谷川正(名古屋大学)  
【研究協力者】 丹羽健, 曾田一雄(名古屋大学)

### 【概要】

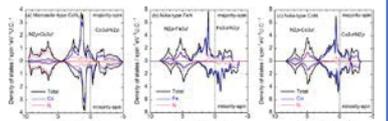
・独自に開発した高压合成手法と放射光X線構造解析および第一原理電子構造計算を用いて、新しい二元系の強磁性窒化鉄と強磁性窒化コバルトを世界で初めて発見。  
・鉄とコバルトを高压高温超臨界窒素流体と反応させ、窒素を多量に含んだ新しい二元系の窒化鉄と窒化コバルトを形成した。XRD (BL5S2)による結晶構造解析と第一原理計算による電子構造解析の結果、窒化鉄と窒化コバルトが強磁性を示すことを見出した。



合成された金属窒化物の結晶構造とその特徴

### 【学術・産業への貢献】

・新しい強磁性材料の開発と新しい遷移金属窒化物の創製につながり、基礎・応用両面で新しい展開が期待される。  
・「Inorganic Chemistry (2017.5.16)電子版」に掲載  
・2017.5.26に名古屋大学からプレスリリース



第一原理計算によって得られた電子構造

【実験施設: AichiSR】

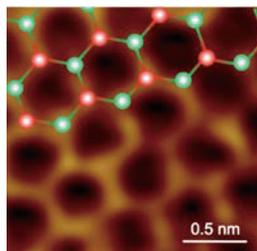
## グラフェンの従兄弟(スタネン)の創製に世界で初めて成功(2017年度)

共用

【中心研究者】 柚原淳司(名古屋大学)  
【研究協力者】 仲武昌史(科学技術交流財団), Guy Le Lay(エクス・マルセイユ大学(仏)), Lede Xian(バスク大学(西)), Angel Rubio(マックスプランク研究所(独))

### 【概要】

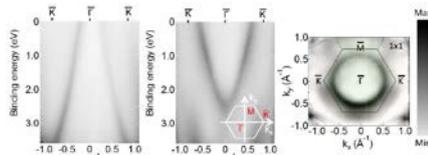
グラフェンの結晶構造であるハニカム格子を維持したままで、構成元素を炭素から、より重い元素(シリコン、ゲルマニウム、スズ)に置き換えたシリセン、ゲルマネン、スタネンなどがある。原子スケールで界面反応性と界面歪みを制御し、数百ナノメートルの広域にわたり結晶性の高いスタネンの創製に成功。



スタネンの高分解能トンネル顕微鏡像と原子配置モデル

### 【学術・産業への貢献】

・スピン軌道相互作用が強く、室温での2次元量子スピンホール効果やトポロジカルな超伝導体など様々な応用が期待。  
・「2D Materials(2018.1.5)電子版」に掲載。  
・英国物理学会出版局が運営するNano-tech-webのLatest Technology Update に記事が掲載  
・2018.1.5に名古屋大学からプレスリリース



スタネンの電子構造測定結果(BL7U)

【実験施設: AichiSR】

## 電気刺激で電子伝導性と白色発光を同時に示す物質を発見(2017年)

共用

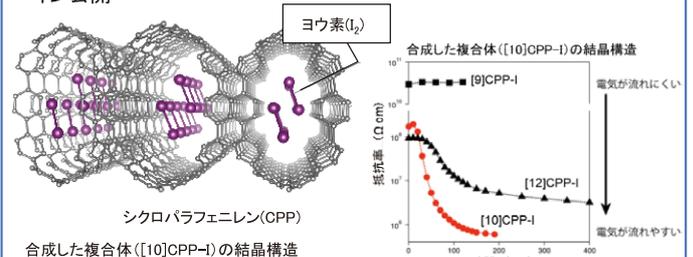
【中心研究者】 伊丹健一郎(名古屋大学)  
【研究協力者】 藤森利彦(信州大学)など

### 【概要】

ベンゼン環を環状につなげた化合物であるカーボンナノリング分子[n]シクロパラフェニレン([n]CPP)の空間内にヨウ素を閉じ込めた複合体を合成し、この複合体に電気刺激を加えることで、電子伝導性および白色発光という、2つの機能を同時に発現させることに成功。

### 【学術・産業への貢献】

・電気刺激のみならず、光や熱、pHなど他の刺激に応答する材料を合成することも可能であり、さらに多様な刺激応答性機能材料の発見につながると期待される。  
・「Angewandte Chemie International Edition (2017.6.7)」にオンライン公開



[n]CPP-Iの電気刺激に対する抵抗変化導電性の発現起源は鎖状構造の変化(BL5S1, 5S2)

【実験施設: AichiSR】