SUNBEAM Annual Report with Research Results Vol.14 2024

サンビーム年報・成果集

SUNBEAM Annual Report with Research Results

Vol.14 2024

サンビーム共同体
SUNBEAM Consortium

サンビーム年報・成果集

SUNBEAM Annual Report with Research Results

Vol.14　2024

SUNBEAM

Table of Contents

巻 頭 言

サンビーム共同体　運営委員長　　砂野　耕三

Part 1　サンビーム活動報告

1. 1　サンビーム共同体　活動トピックス ……3

1. 2　BL16XU（理研　分析化学Ⅰ）サンビーム共同体 ……7

1. 3　BL16B2（理研　分析化学Ⅱ）サンビーム共同体…… 11

Part 2　サンビーム成果集

2. 1　焼却主灰削減に関わる Pb 化合物形態の分析（2） …… 19
尾角　英毅　他　　川崎重工業株式会社

＜以下、掲載論文を引用＞ …… 23

Part 3　第 24 回サンビーム研究発表会

3. 1　サンビーム新体制による活動状況 …… 32
サンビーム共同体　三輪　靖雄　　川崎重工業株式会社
(Abstract & Poster)

3. 2　CO_2 還元触媒の高温反応ガス雰囲気中での in-situ XAFS 分析 …… 34
清瀧　元　他　川崎重工業株式会社、（共同研究：川重テクノロジー株式会社）
(Abstract & Poster)

3. 3　放射光 X 線 CT を用いた硫化物系固体電解質の特性評価 …… 36
林　和志　他　　株式会社神戸製鋼所
(Abstract & Poster)

3. 4　引張その場 XRD マッピングによる銅の局所変形挙動可視化…… 38
徳田　一弥　他　　住友電気工業株式会社
(Abstract & Poster)

3. 5　化合物半導体デバイス開発への HAXPES の活用 …… 40
井崎　学　他　　住友電気工業株式会社
(Abstract & Poster)

3. 6　CO_2 電解セルのオペランド X 線ラジオグラフィ観察…… 42
沖 充浩　他　　株式会社東芝
(Abstract & Poster)

3. 7　サンビームの HAXPES 装置 …… 44
吉木 昌彦　　株式会社東芝
(Abstract & Poster)

3. 8　放射光を用いた反射 X 線トポグラフィによる GaN 基板の評価 …… 46
兼近 将一　他　名古屋大学、　（共同研究：株式会社豊田中央研究所）
(Abstract & Poster)

3. 9　月面有人与圧ローバトランスミッション開発における放射光利用
…… 48
高橋 直子　他、株式会社豊田中央研究所、
（共同研究：トヨタ自動車株式会社、宇宙航空研究開発機構、ENEOS 株式会社）
(Abstract & Poster)

Part 4　サンビーム成果発表一覧 …… 55

編集後記

巻頭言

サンビーム共同体

代表　運営委員長　砂野　耕三

（川崎重工業株式会社）

サンビーム共同体を代表して、サンビーム年報・成果集 Vol.14 の刊行にあたり、概要をご説明いたします。

サンビーム共同体は、高輝度光科学研究センターと SPring-8 利用推進協議会の呼びかけに応じ、放射光施設の産業利用を目的として、12 社・1 グループで 1996 年に発足し、1999 年より専用ビームラインの利用が始まりました。その後、四半世紀の時を経て、2023 年度に第三期計画が終了し、2024 年度からは理研ビームライン（外部利用）として、新たに 5 社（2024 年 5 月より 1 社加入し 6 社）体制となって活動をしております。これほどの長期にわたって活動を続けられておりますのは、ひとえに文部科学省、理化学研究所、および、高輝度光科学研究センターなどの関係諸機関の皆様のご指導、ご支援により成し得たものであり、深く感謝いたします。

SPring-8 での成果を広く情報発信する手段の一つとして、2001 年より「サンビーム研究発表会」を毎年開催し、2004 年からは、SPring-8 の産業利用を推進する 4 団体にて毎年開催する「SPring-8 産業利用報告会」の 1 つのセッションとして継続しております。また 2011 年度からは、毎年継続して本誌「サンビーム年報・成果集」を発刊し、2024 年度からは、世の中の電子化の流れに沿って、これまで紙媒体として発刊していた本誌を WEB 掲載に変更いたしました。

本誌は、サンビーム共同体の活動報告(Part1)、論文形式の各社成果報告(Part2)、2024 年度開催の第 24 回サンビーム研究発表会の抄録(Part3)、2023 年度下期～2024 年度上期の成果発表一覧(Part4)にて構成されています。Part2 は、1 年間の活動と成果を分かり易くまとめた成果非専有課題の公開技術報告書として認定されており、公開サイト［1］からも閲覧できるようになっております。

大きく変化する現代の社会情勢において、カーボンニュートラルやサーキュラーエコノミーなどの課題に対して、我々は、長年にわたり蓄積してきた高輝度放射光の産業利用に関する知見と技術を最大限に活用し、先端技術を駆使した製品開発・研究開発に取り組んでいく所存です。また 2024 年は、ナノテラス（東北）の稼働開始や、SPring-8-II へのアップグレードに向けた動きが加速するなど、放射光利用環境が大きく変化する年となりました。サンビーム共同体では新たな体制にて、これらの変化への準備も進めてまいります。

本誌をご一読いただき、我々の活動を知っていただくとともに、産業界での放射光利用拡大の一助となれば幸いです。今後とも、サンビーム共同体へのご指導ご鞭撻をよろしくお願い申し上げます。

[1]　サンビーム共同体　公開サイト　https://sunbeam.spring8.or.jp/

Part 1　サンビーム活動報告

2023 年度下期～2024 年度上期

サンビーム共同体　活動トピックス

1. はじめに

産業用専用ビームライン建設利用共同体は、SPring-8 の高輝度放射光を産業界で活用するため、12 社・1 グループにより、1996 年 12 月に発足し、1998 年に BL16XU（サンビーム ID）と BL16B2（サンビーム BM）の 2 本の専用ビームライン設置契約を締結し、1999 年 10 月より各社の利用を開始している。

第一期契約期間（1998 年 8 月～2008 年 8 月）、第二期契約期間（2008 年 8 月～2018 年 3 月）、第三期契約期間（2018 年 4 月～2024 年 3 月）を経て、2024 年 4 月 1 日より理研ビームライン（外部利用）として、5 社による新体制にて新たに活動を開始した。同年 5 月には新規に 1 社が加入して 6 社体制となり、7 月 1 日には団体名称を、長年にわたり愛称として用いてきた「サンビーム共同体[1]」へ正式に名称変更するなど、2024 年度はさまざまな変革の年となっている。

本稿では、2023 年度後半から 2024 年度前半にかけて実施した主な活動内容、および各ビームラインの利用状況や研究事例について報告する。

2. 第三期最終審査

2023 年度末における、サンビーム BM・ID ビームライン（BL16B2・16XU）契約期間満了に伴い、2023 年 12 月 21 日に事後評価が行われた。

第二期終了時の次期計画の評価（2017 年 10 月 24 日評価会開催）において、「利用成果の公開が必ずしも十分とは言えず、提案された次期計画では利用成果創出の実現に懸念がある」「産業利用を標榜するビームラインとして成果専有課題、成果非専有課題を適切に判断したうえで実施することが必要である」等の強い意見が出されていたことに対し、今回の事後評価報告書はこれらを念頭に置いた活動結果を報告した結果、評価委員会より「産業界の利用者として十分妥当な成果をあげることができたと結論づける」との高い評価をいただいた。[2]

3. ビームライン運営の理研への移管

サンビーム共同体では、2023 年度末にて専用ビームラインを移管し、2024 年度より、理研ビームライン（外部利用）へ変更した。

保有する分析装置については、8 軸回折計を理化学研究所へ寄付するとともに、その他全ての分析装置をリースバック契約（第三者に所有資産を売却すると同時に賃借する取引方法）とするなど、大幅な改革を行った。

また、専用ビームラインを撤去・移管するため、BL16XU、BL16B2、および、周辺エリアの整理整頓を行った。ハッチ等は理化学研究所に譲渡、リース契約の分析装置は移動の必要がないためそのまま配置、そして、その他不要となった機器や書類等は廃棄した。具体的な作業は、装置 SG 主査を主要メンバーとするタスクフォースを組織して準備を進め、2023 年度のビームタイム終了後、12 社・1 グループでの最後の共同作業として、各社参加で 3 日間をかけて行った。

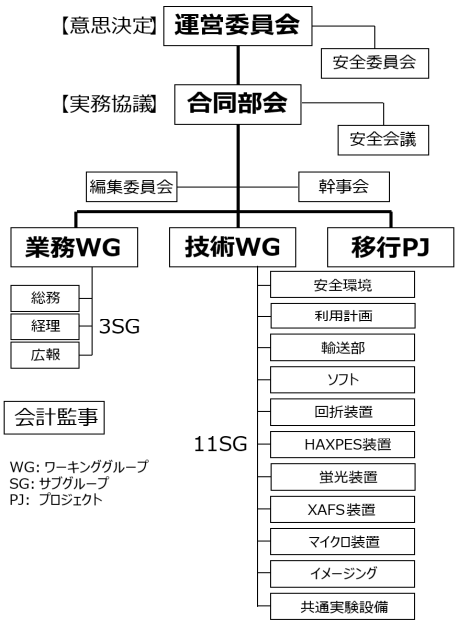
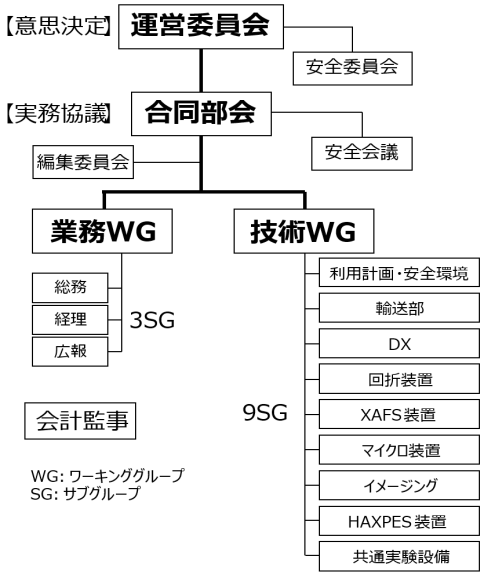
4. 2024 年度の運営体制と活動内容

2024 年 4 月 1 日からは、川崎重工業株式会社、株式会社神戸製鋼所、住友電気工業株式会社、株式会社 東芝、株式会社豊田中央研究所の 5 社（五十音順）にて、新たなサンビーム共同体（2024 年 7 月 1 日改称）の活動を開始し、同年 5 月にはパナソニック エナジー株式会社が新規加入し、現在 6 社体制にて運営を行っている。参加社数が減少したことから、昨年度までの基本的な運営体制を維持しつつも、組織の簡略化を進めた。（Table 1）

一方、新体制での大幅な変更に伴い、共同体組織の骨格となる協定書、規約、ルールの改訂や、理研ビームライン（外部利用）として放射光分析を行うために必要な手続きの整備などを行った。

注：川崎重工業（株）、（株）神戸製鋼所、住友電気工業（株）、（株）東芝、（株）豊田中央研究所、パナソニック エナジー（株）　　五十音順

Table 1.　新旧体制比較表

	（旧）～2023年度	（新）2024年度～
名称	**産業用専用ビームライン建設利用共同体**	**サンビーム共同体**（2024/7/1改称）
参加社	・川崎重工業（株） ・（株）神戸製鋼所 ・住友電気工業（株） ・ソニーグループ（株）、 ・電力グループ ［関西電力（株）、（一財）電力中央研究所］ ・（株）東芝 ・（株）豊田中央研究所 ・日亜化学工業（株） ・日産自動車（株） ・パナソニック ホールディングス（株） ・（株）日立製作所 ・富士通（株） ・三菱電機（株）	・川崎重工業（株） ・（株）神戸製鋼所 ・住友電気工業（株） ・（株）東芝 ・（株）豊田中央研究所 ・パナソニック エナジー（株）※ ※ 2024年5月より新規加入
利用形態	専用ビームライン	理研ビームライン（外部利用）
活動場所	BL16XU, BL16B2（付属4室含む）	BL16XU, BL16B2, および, 周辺2室
利用日数	ユーザータイムすべて	全ユーザータイムから理研利用（共用含む）を除いた期間
主な使用設備	・8軸回折計 ・6軸回折計 ・HAXPES ・蛍光X線分析装置 ・マイクロビーム形成評価装置 ・XAFS計測システム(25SSD) ・イメージング測定システム ・その場測定用ガス設備	【理研設備】 ・8軸回折計 【リース設備】 ・HAXPES ・マイクロビーム形成評価装置 ・XAFS計測システム(25SSD) ・イメージング測定システム ・その場測定用ガス設備
年報発行	冊子	web
組織図		

5. 安全衛生活動

サンビーム共同体では、安全を最優先としてビームラインの利用を行っている。日常の整理整頓等の活動に加え、以下の活動を毎年実施している。

年に一度「安全総点検」と称する巡視・点検を実施している。安全総点検では、日ごろ実験で施設に立ち入るメンバーではない、各社の安全担当者などを招いて、ビームライン及び避難場所等の周辺の安全衛生面での指摘を頂いている。

安全総点検でなされた指摘事項は、その後の安全維持活動において、対策を実施している。なお、共同体だけでは対応できない案件については、理化学研究所や高輝度光科学研究センター（JASRI）に、その対応を依頼している。

2024 年度も 2023 年度に引き続き、9 月 20 日に現地参加 20 名で実施し（Fig. 1）、64 件（重複含む）の指摘があった。安全総点検での指摘事項に対する一回目の安全維持活動は 2024 年 12 月に実施し、指摘事項への対応を行う。なお新体制となり、巡視エリア・参加メンバー共に例年と比べて減少したが、不具合点と好事例の活発な指摘が行われた。

サンビーム共同体はその発足以来、無事故無災害を継続しており、今後も諸活動を通じてハード面での安全な環境の維持・向上とともに、利用者の意識の啓発を行い、無事故無災害を継続していく。

Fig. 1. 2024 年度安全総点検の参加者（2024 年 9 月 20 日　撮影）

6. 成果の創出と広報

サンビームの各社利用で得られた成果は、各社の責任の下、論文投稿や学会発表等で公表している。今期（2023 年度後半から 2024 年度前半）の各社成果を本誌 Part 4 に一覧として掲載する。

また各社成果とは別に、サンビーム共同体としての成果もアピールしている。今期、サンビーム共同体として実施した対外発表は、以下のとおりである。

(1) サンビーム年報・成果集（本誌）

「サンビーム年報・成果集」は 2011 年に Vol. 1 が刊行された。例年、公開技術報告書として、20 編程度の報告を掲載するとともに、サンビーム共同体の 1 年間の活動の報告、サンビーム研究発表会の抄録、公開成果の一覧を、サンビーム共同体の Website [1] に掲載している。本誌完成後は、共同体関係者に通知するとともに、SPring-8 産業利用報告会や施設一般公開等の場で、広く一般の方へ紹介している。

2024 年 3 月には、17 件の公開技術報告書（うち 7 件は SPring-8/SACLA 利用研究成果集からの転載）を含む Vol.13 を発刊した。

(2) 利用推進協議会総会

例年開催の利用推進協議会総会にて、サンビームおよびその活動の紹介を行っている。今年度は 2024 年 4 月 12 日に川崎重工業株式会社クリスタルホール 3 階にて開催された総会において、活動報告を行った。

(3) サンビーム研究発表会

サンビームの成果の報告と外部との交流を目的として、2001 年から毎年開催しており、2004 年の第 4 回からは、JASRI、兵庫県、豊田ビームラインとの共催である SPring-8 産業利用報告会内で継続している。

2024 年度の第 24 回サンビーム研究発表会は、2024 年 9 月 10 日～9 月 11 日に科学技術館（東京）にて開催された第 21 回 SPring-8 産業利用報告会内で実施し、口頭 3 件、ポスター9 件の報告を行った。

(4) SPring-8/SACLA 年報 2023

毎年発刊される SPring-8/SACLA 年報において、2023 年度の BL16XU および BL16B2 の活動内容を報告した。

参考文献

[1] サンビーム共同体ホームページ
https://sunbeam.spring8.or.jp/
[2] SPring-8 / SACLA COMMUNICATIONS
https://user.spring8.or.jp/sp8info/?p=42746

サンビーム共同体 2024 年度 合同部会長
川崎重工業株式会社　三輪　靖雄

BL16XU
（理研　分析化学Ｉ）
サンビーム共同体

1. はじめに

BL16XU（理研　分析化学Ｉ）は、2024 年度にサンビーム共同体から理化学研究所に移管した 2 本のビームラインの一つである。光源には、挿入光源である真空封止アンジュデータを採用し、その高輝度の特徴を活かして各社の測定ニーズに対応するべく、サンビーム共同体が硬 X 線光電子分光（HAXPES）装置およびマイクロビーム形成装置、理化学研究所が X 線回折装置を整備している。

2. ビームラインの概要

BL16XUの基本仕様をTable 1に、機器配置を Fig. 1に示す。

光源には真空封止型水平直線偏光X線アンジュレータを用いており、磁石周期長はSPring-8標準の32 mmより長い40 mmとしている。これにより、産業界で重要な元素の一つであるTiのK吸収端を用いた吸収分光の計測が可能な低エネルギーX線が利用できる。

分光器には、液体窒素循環間接冷却方式の二結晶分光器を備えている。本分光器は2024年度夏季に理化学研究所が更新した。分光結晶は対称反射のSi(111)およびSi(311)の二組の二結晶分光器であり、Si(111)とSi(311)を並進で切り替えて利用できる。2024年夏季までのSi(111)のみの二結晶分光器のエネルギー範囲4.5 keV～40 keVに比べて、高エネルギー側の利用可能なエネルギー範囲が拡大した。

分光器下流に入射X線のmm程度の集光と高次光低減のためにRhコートされたベンドシリンドリカルミラー（集光鏡）を備えている。縦跳ね配置であり、光軸から退避も可能である。これを用いることで、測定試料位置で1 mm角以下のビームサイズで高いフラックスと安定性を得ている。

Table 1. BL16XUの基本仕様

光源	真空封止アンジュレータ 周期長 40mm / 周期数 112
エネルギー	4.5 keV ～ 72 keV
単色器	液体窒素循環間接冷却方式二結晶 Si(111), Si(311)
光子数・ビームサイズ	～10^{12} photons/s・1.0 mm角以下 マイクロビーム ～10^{10} photons/s・0.5 μm角以下
実験装置	・硬X線光電子分光装置(HAXPES) ・8軸X線回折装置【理研】 ・マイクロビーム形成装置 走査型：X線回折/蛍光X線/XAFS/XMCD 結像型：XAFS/CT ・その場測定用ガス設備 ・大気非暴露実験装置

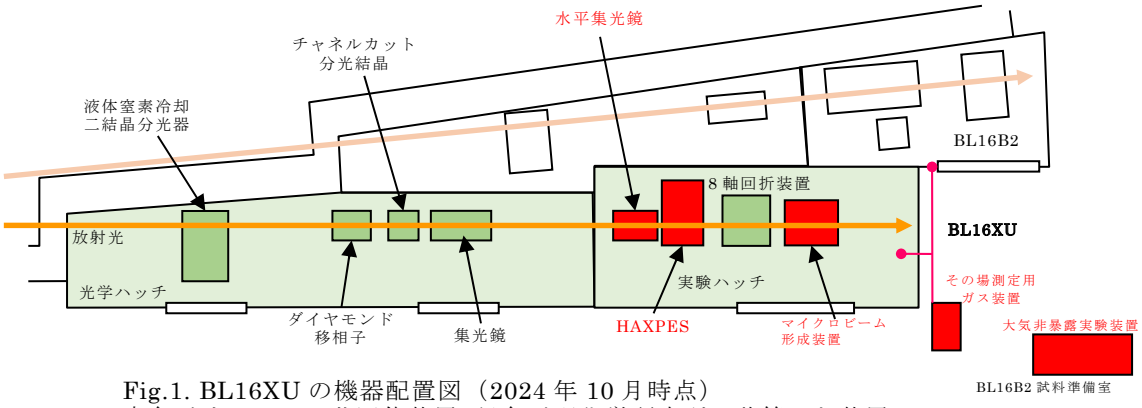


Fig.1. BL16XU の機器配置図（2024 年 10 月時点）
赤色がサンビーム共同体装置、緑色が理化学研究所に移管した装置

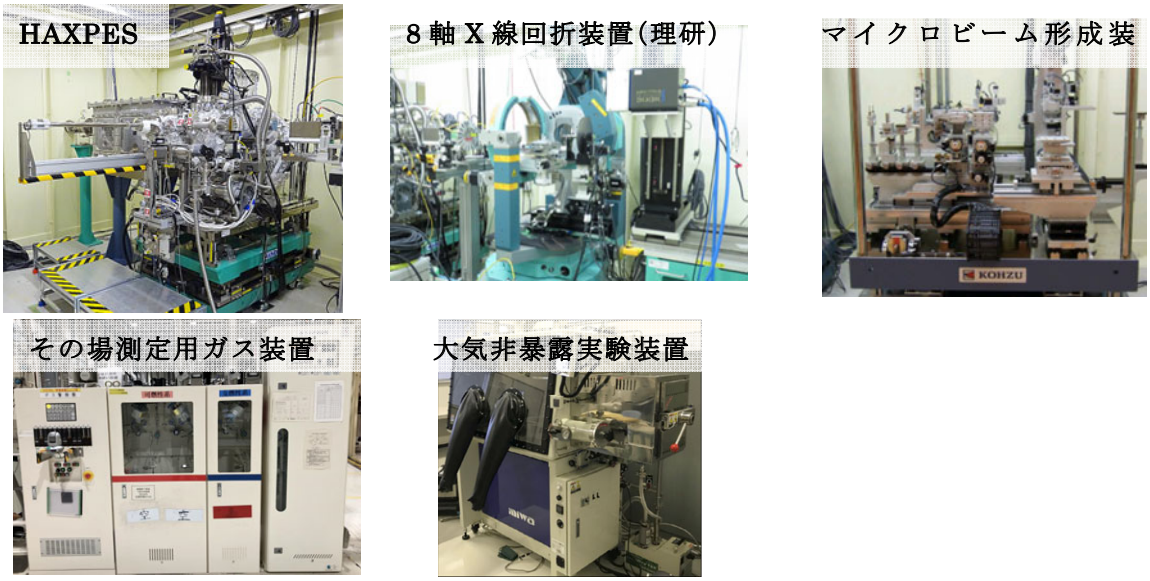


Fig.2. 実験ハッチ内の装置および付帯共通設備

光学ハッチ内にはその他に、X線磁気円二色性(XMCD)測定のためのダイヤモンド移相子、HAXPES測定時に入射X線のエネルギー分解能を上げるためのチャネルカット結晶分光器が備えられている。なお、光学ハッチおよび光学ハッチ内の輸送部機器は理化学研究所に移管している。

実験ハッチ最上流には、マイクロビーム形成装置利用時に仮想光源として用いるピンホール・スリット、HAXPES利用時に水平方向に対して試料位置にX線を集光する球面ミラーやアッテネータ、X線シャッターがHeチャンバ内に設置されている。

測定装置の写真をFig.2に示す。上流から、HAXPES装置、8軸X線回折装置（理研）、マイクロビーム形成装置を備えており、各装置の切り替え時間が短時間で実施できるようになっている。また、サンビーム共同体の共通設備として、その場測定用ガス取扱設備と大気非暴露実験装置を備えている。その場測定用ガス取扱設備は、反応性や毒性を持つガスの供給排気を安全に取扱うための設備であり、様々な雰囲気下でのその場計測を可能としている。大気非暴露実験装置は、大気に晒されると変質してしまう試料を大気非暴露で計測するための試料準備が可能にするグローブボックスであり、BL16B2試料準備室に備えている。ビームライン近くに備えることで、試料準備を計測直前に行うことができ、変質のリスクを低減することができる。

3. 利用状況

BL16XU で実施された各社利用研究課題について、適用分野および測定手法の過去 16 年間の推移を Fig. 2 および Fig. 3 に示す。縦軸は各年の各社に配分された利用時間の合計に対する割合であり、調整時間やスタディの時間は含まれていない。

適応分野では、過去数年間の状況に大きな変化はなく、半導体、電池、素材の 3 分野が主要な適用分野である。2024 年度からはサンビーム構成社は 13 社から 6 社となり、変化があると推察する。

測定手法で見ると、HAXPES の需要が高いことが分かる。2014 年に導入以降、HXPES はサンビーム共同体には不可欠な測定手法となった。X 線回折およびマイクロビームの利用も堅調である。蛍光 X 線装置は、需要の低下および装置の陳腐化のため 2023 年度に廃却した。

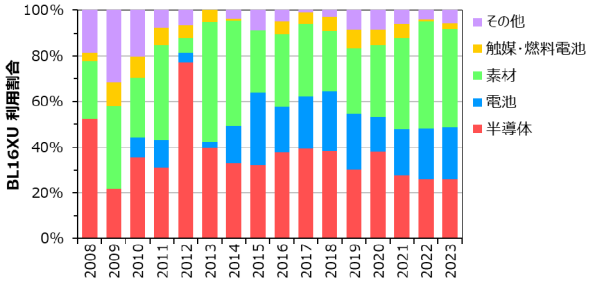


Fig.3. BL16XU での適用分野別推移

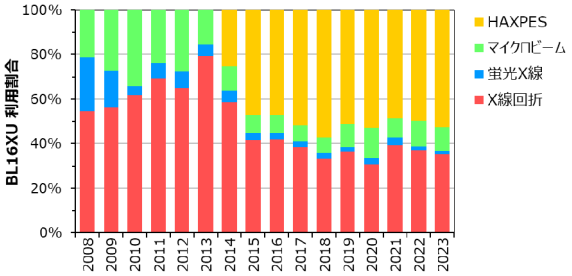


Fig.4. BL16XU での測定手法別推移

4. 現有実験装置

サンビーム共同体は第Ⅲ期までは専用ビームラインとして運用してきた。2024 年度からの第Ⅳ期サンビーム共同体は、理研外部協力型の形態で利用することとなり、BL16XU は理研ビームラインとなった。現在、サンビーム共同体が管理している実験装置は、HAXPES とマイクロビーム形成装置である。それぞれの現状を示す。

4-1. HAXPES

今年で稼動 10 年目を迎えた BL16XU の HAXPES 装置は、産業利用で必要となる様々な機能を有する。例えば、共同体各社でニーズの高い電池材料の分析に対しては、搬送ベッセルによる大気非曝露導入を可能とし[1]、電極の測定でしばしば問題となるチャージアップへの対策として、電子とイオンを併用した高性能帯電中和システムやアッテネータ（Fig. 5）、これらに加えて、X 線シャッターを設置することにより[2]、幅広い試料で帯電を緩和できる。

また、半導体材料などで必要となる微小領域の分析に対しては、25 μm の集光 X 線による斜入射配置および全反射測定による高感度分析や、全反射/非全反射を利用した深さ方向分析が可能である。5 端子の電圧印加用試料ホルダーとスロットにより、4 端子法を用いた高精度な電圧印加測定にも対応可能である[3]。

さらに、製品開発における材料探索や性能確認では、多くの試料の分析が必要となるが、長さ 58 mm と大型の試料ホルダーによる自動測定が可能である。超高真空の測定チャンバに併設された予備排気室も排気能力を高めることで、大型試料の導入と短時間の予備排気を同時に実現させた。

このようにサンビームの HAXPES 装置はこれまでに制御・検出系の更新などを進め、高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。

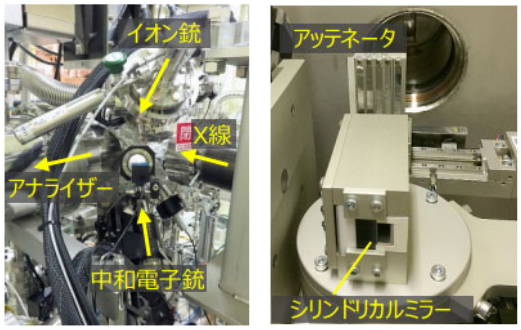


Fig. 5. 帯電中和システム（左）と
アッテネータ（右）の写真

4-2. マイクロビーム形成装置

BL16XU のマイクロビーム形成実験装置は、実験ハッチ最上流のピンホールを仮想光源とし、KB 配置の楕円筒面反射鏡により集光するシステムである。Fig. 6 に集光までの機器配置を示す。ビームは輸送部の HAXPES と共用しているベンドシリンドリカルミラーで縦横集光を行い、仮想ピンホールで点光源を作成する。更に KB ミラーによって縦横それぞれ集光を行うことでマイクロビームを実現している。10 keV における最小ビームサイズは 0.2 μm × 0.23 μm となっており、XZ ピエゾ

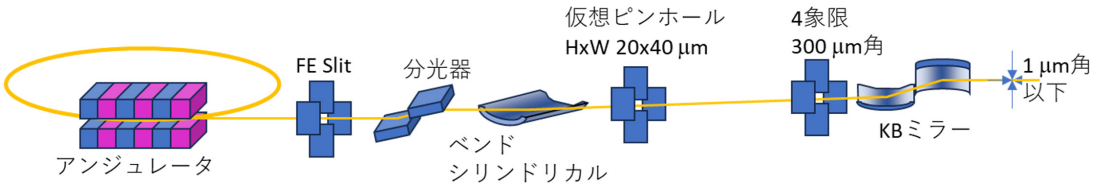


Fig. 6. マイクロビーム形成実験装置

ステージに設置したサンプルを走査することで、マッピングを行う。検出器は Amptek の軽元素対応 SDD、CdTe 検出器、Pilatus 100K、透過配置の IC などが利用可能となっており、LabVIEW を用いて作成したプログラムにより各機器を連動した連続測定を可能としている [4]。これにより、マイクロ X-ray fluorescence(μ -XRF)、マイクロ X-ray diffraction(μ -XRD)といった測定が同時に利用可能である。また、FZP による集光光学系も利用可能[5]であり、利用希望社があれば、立ち上げを行う準備がある。

4-3. その他

BL16XU の 8 軸回折計は 2024 年に理化学研究所に移管した。8 軸回折計に合わせ、PILATUS 100K, PILATUS 300K-CdTe、XRD 計測用試料加熱炉(Anton Paar 社製)、スパイラルスリットを移管した。今後の再整備および高度化を理化学研究所が進めていく。

参考文献

[1] M. Yoshiki et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 69 (2023).
[2] R. Arai, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **12**, 13 (2022).
[3] K. Fujii et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **8**, 55 (2018).
[4] A. Yoneyama, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **6**, 17 (2016).
[5] A. Sakaki, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **9**, 17 (2019).

サンビーム共同体 2024 年度技術 WG 主査
山口　聡（株式会社豊田中央研究所）

BL16B2
（理研　分析化学Ⅱ）
サンビーム共同体

1. はじめに

BL16B2（理研　分析化学Ⅱ）は、2024 年度にサンビーム共同体から理化学研究所に移管した 2 本のビームラインの一つである。光源に偏向電磁石を用いたビームラインであり、各社の測定ニーズに対応するべく、サンビーム共同体が XAFS、X 線トポグラフィ、X 線イメージングを整備している。理化学研究所は、2024 年度からデジタル X 線トポグラフィ装置を整備予定である。

2. ビームラインの概要

BL16B2の基本仕様をTable 1に、機器配置をFig. 1に示す。

光源は偏向電磁石であり、分光器は可変傾斜型分光器である。分光結晶としては、表面がSi(111)、Si(311)の2種類を備えており、基本的にSi(111)結晶の対称反射配置で用いて幅の広いビームが得られる。Si(111)では得られない37 keV以上の高エネルギーX線で幅の広いビームが必要な場合は、Si(311)結晶へ交換することで実現できる。Si(111)結晶の場合は傾斜によってSi(311)反射、Si(311)結晶の場合は傾斜によってSi(111)およびSi(511)反射を合わせて得ることができ、4.5 keV～113 keVの広帯域エネルギーのX線が得られる仕様となっている。光学ハッチ内には、高次光低減およびサブミリ程度に集光のためにRhコートのベンドシリンドリカルミラー（集光鏡）を備えており、XAFS測定時に高次光低減とフラックス増加に役立っている。一方、イメージング利用で幅広ビームが必要な場合は、集光鏡は退避可能である。ミラー退避時のビームサイズは最大で5 mm(H)×50 mm(W)程度が得られる。

Table 1. BL16B2の基本仕様

光源	偏向電磁石
エネルギー	4.5 keV ～ 113 keV
単色器	可変傾斜型二結晶 Si(111)結晶, Si(311)結晶 回折面はSi(111), Si(311), Si(511)
光子数・ビームサイズ	～10^{10} photons/s 5 mm(H) ×50 mm(W)：集光鏡なし 0.1 mm (H)×0.1 mm(W)：集光鏡あり
実験装置	・大型実験架台 XAFS X線イメージング X線トポグラフィ ・25素子Ge検出器 ・デジタルトポグラフィ装置（整備中、理研） ・その場測定用ガス装置 ・大気非暴露実験装置

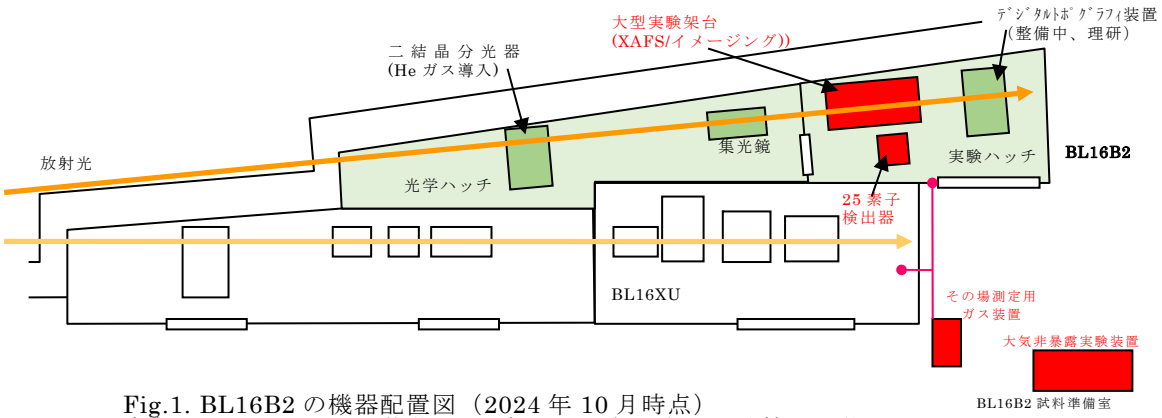


Fig.1. BL16B2 の機器配置図（2024 年 10 月時点）
赤色がサンビーム共同体装置、緑色が理化学研究所に移管した装置

Fig.2. 実験ハッチ内の装置および付帯共通設備

実験装置は、実験ハッチ上流の大型実験架台に種々の機器を配置し、XAFS測定、イメージング測定、トポグラフィ測定を実施している。また微量元素の蛍光XAFS計測に有用である25素子Ge検出器を備えている。

また、サンビーム共同体の共通設備として、その場測定用ガス取扱設備と大気非暴露実験装置を備えている。その場測定用ガス取扱設備は、反応性や毒性を持つガスの供給排気を安全に取扱うための設備であり、様々な雰囲気下でのその場計測を可能としている。大気非暴露実験装置は、大気に晒されると変質してしまう試料を大気非暴露で計測するための試料準備が可能にするグローブボックスであり、BL16B2試料準備室に備えている。ビームライン近くに備えることで、試料準備を計測直前に行うことができ、変質のリスクを低減することができる。

3. 利用状況

BL16B2 で実施された各社利用研究課題について、適用分野および測定手法の過去 16 年間の推移を Fig. 3 および Fig. 4 に示す。縦軸は各年の各社に配分された利用時間の合計に対する割合であり、調整時間やスタディの時間は含まれていない。

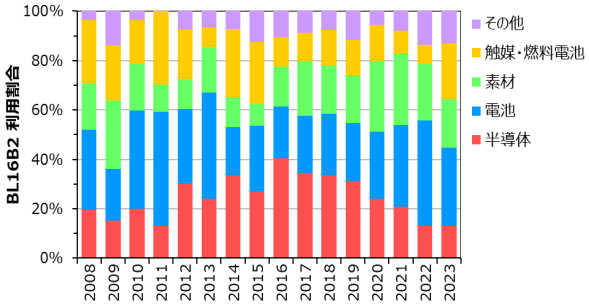


Fig.3. BL16B2 での適用分野別推移

適応分野では、年によりばらつきが大きいが全体の傾向としては、半導体が 8 年前に比べると 1/4 程度に減少している。一方で、電池と触媒・燃料電池分野の利用が増加している。

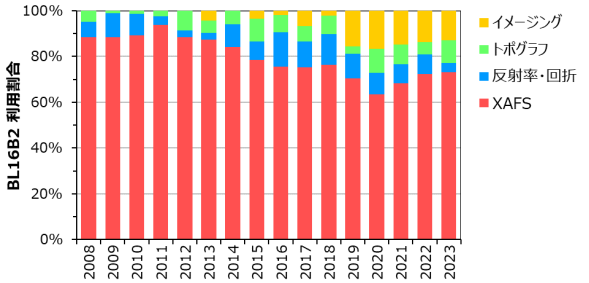


Fig.4. BL16B2 での測定手法別推移

測定手法で見ると、ほぼ毎年 XAFS の利用が 70%以上を占めており、幅広い分野で活用されていることが分かる。一方、イメージング、トポグラフィの利用も 2020 年以降は 20%以上で増加傾向にある。これは、2018 年度のノイズフリーX 線イメージングシステムの導入および長年の輸送部 SG の取り組みにより、イメージングに適した入射 X 線を供給できる

ようになり、サンビーム共同体内での活用が高まったためと考えられる。

4. 現有実験装置

サンビーム共同体は第Ⅲ期までは専用ビームラインとして運用してきた。2024 年度からの第Ⅳ期サンビーム共同体は、理研外部協力型の形態で利用することとなり、BL16B2 は理研ビームラインとなった。サンビーム共同体としては、大型実験架台上で、主に XAFS 計測、CT やラミノグラフィなどのイメージング計測、トポグラフィ計測を可能にしている。

4-1. XAFS 測定

BL16B2 においては、XAFS 測定用の検出器としてイオンチャンバー、ライトル検出器、転換電子収量検出器、および 25 素子 Ge 半導体検出器を備えている。25 素子 Ge 半導体検出器は蛍光収量法 XAFS において、非常に有用な検出器であり、サンビームにおいても、微量元素や薄膜試料、あるいは表面敏感計測のために広く活用されている。

実験架台に関しては、自由な実験配置を実現するために、エアパッド浮上式ステージを採用した大型定盤を設置しており、その上に $\theta/2\theta$ 型ゴニオメータ備えた試料ステージが設置されている。

サンビームでは電池材料や触媒材料など広範囲の視野での評価が重要なサンプルにも対応できるように、10 cm 角程度の大面積の反応分布を短時間で観察する 2 次元 XAFS 測定ソフトを独自に開発している[1]。

また、BL16B2 では、MOSTAB 搭載の単色器により、高速走査 X 線吸収測定（クイックスキャン XAFS）も可能となっている。近年は透過法 XAFS とエネルギー走査 X 線回折を組み合わせオペランド解析などの利用も行われている。

産業利用で重要なその場解析を実現するためには雰囲気制御が一つの重要な環境である。それを安全に行えるように、その場計測用ガス装置を備えている。

4-2. CT およびラミノグラフィ計測

BL16B2 は最大で 5 mm(H) ×50 mm(W)の大きな面積の単色 X 線を得ることができる。そのX線を利用してイメージング実験を行うことが可能である。Table 2 にサンビーム共同体が保有している二次元検出器を示す。高分解能が得られる順番に並べた。また、これらのX線カメラおよび高精度の回転ステージを用い、マイクロ X 線 CT 計測やラミノグラフィ計測が可能である[2]。回転ステージの偏芯精度は 1 μm 程度である。Step scan および On-the-fly のいずれの計測も可能なソフトウエアを備えてある。これらを用いることで、数 μm の空間分解能を得ることができる。

Table 2　サンビーム共同体が保有する
イメージング向け二次元検出器
（高分解能が得られる順番）

機器名	仕様
Xsight Micron LC	レンズカップリング型 ・5 倍レンズ 1 ピクセル=1.3 μm, 視野 2.6 mm 角 ・10 倍レンズ 1 ピクセル=0.65 μm, 視野 1.3 mm 角
ORCA-Flash 2.8 + イメージングユニット	レンズカップリング型 ・等倍レンズ 1 ピクセル=3.63 μm 視野 6.97 mm×5.23 mm ・2.1 倍レンズ 1 ピクセル=1.73 μm 視野 3.32 mm×2.49 mm
Zyla5.5	ファイバーカップリング型 1 ピクセル=9.75 μm 視野 25×21 mm
フラットパネル検出器	1 ピクセル=50 μm 視野 50 mm×50 mm

一方で、大きな計測対象の観察のために非対称結晶を用いて 20 mm(H)×50 mm(W)の入射X線を実現する非対称結晶を保有している。

Si(111)のオフ角 2.5 度、5.5 度、Si(311)のオフ角 2.0 度と 4.5 度であり、狙いの X 線エネルギーはそれぞれ 25 keV、15 keV、54 keV、33 keV である。このサイズの X 線に対しては Zyla5.5 を用いて 20 mm 角以上の観察が可能であり、大面積のマイクロ X 線 CT 計測が可能である[3]。また非対称結晶及び対称結晶を用いた屈折コントラスト型位相イメージングも可能である[3]。

また、より高品質なイメージング計測を行うためには、入射 X 線の面内の強度均質性が重要となる。これまでサンビーム共同体はそれを実現するために、分光結晶や Be 窓起因の画質低下を抑制する取り組みを行っている。[4-6]。分光結晶のカーボン汚れの低減対策および定期的な評価、Be 窓の汚れ低減対策を行い、より高品質なイメージング実験を行えるような管理を共同で行っている。

4-3. X 線トポグラフィ

BL16B2 で得られる入射 X 線サイズは最大で 5 mm(H)×50 mm(W)であり、これを用いてφ2 インチの単結晶基板の X 線トポグラフィ計測が可能である[7,8]。X 線トポグラフィ計測では、通常、入射角制御に数秒の精度が必要であり、大型実験架台上の θ /2 θ ゴニオが利用できる。その入射角制御の調整にフラットパネル検出器を用いることができ、極めて効率的な調整が可能である。また Si 等の完全結晶の評価のための高精度タンジェンシャルバー式の一連ゴニオおよび二連ゴニオも備えている。

転位の観察にはサブミクロンの空間分解能が必要であり、その際はより空間分解能が必要となる。サンビーム共同体は高分解能の X 線カメラもしくはX線フィルムを用いた観察が可能である。X 線フィルムを現像処理するための簡易暗室をサンビーム共同体は試料準備室に備えている。

4-4. その他

BL16B2 最下流の 6 軸回折計は理化学研究所に譲渡し、2024 年度から超多ピクセルX線カメラを搭載したデジタルトポグラフィ装置を理化学研究所が整備する計画である。

参考文献

[1] M. Oki, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **9**, 15 (2020).
[2] N. Takao, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **7**, 16 (2018).
[3] D. Takamatsu, *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 19 (2023).
[4] T. Kawamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **6**, 13 (2016).
[5] T. Kawamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **10**, 11 (2021).
[6] T. Kawamura et al., *SPring-8/SACLA Research Report* **9**, 567 (2021).
[7] S. Yamaguchi et al., Jpn. J. Appl. Phys. 58, 06901 (2019).
[8] Y. Nakamura et al., *SUNBEAM Annual Report with Research Results* **13**, 34 (2023).

サンビーム共同体 2024 年度技術 WG 主査
山口　聡（株式会社豊田中央研究所）

Part 2　サンビーム成果集

～2024 年度上期

2021A5311, 2021B5311
2022A5311, 2022B5311
BL16B2

焼却主灰削減に関わる Pb 化合物形態の分析（2）
Analysis of Pb Compound Form concerned with Incineration Bottom Ash Reduction (2)

尾角 英毅[1]，柁山 航介[1]，福本 康二[1]，潰田 明信[2]
Hideki Okado[1], Kosuke Kajiyama[1], Koji Fukumoto[1], Akinobu Tsueda[2]

[1]川崎重工業株式会社，[2]川重テクノロジー株式会社，
[1]Kawasaki Heavy Industries, Ltd., [2]Kawasaki Technology Co. Ltd.

廃棄物焼却施設で乾式回収された灰について、比重選別等で金属回収する検討を実施している。このとき、金属分が低減している残りの灰（金属低減灰）について、有害金属である鉛（Pb）の化合物形態を把握するため、大型放射光施設 SPring-8 の BL16B2 を使って XAFS（X-ray Absorption Fine Structure）測定を行った。具体的には、既存の焼却施設から排出された灰を処理し、Pb 溶出率の低下した試料について、蛍光法で測定した XANES（X-ray Absorption Near Edge Structure）データを解析し、残留 Pb の化合物形態の分析を試みた。

キーワード：焼却主灰，XANES，鉛（Pb），希薄試料、エージング

背景と研究目的

現在、一般廃棄物は排出量の 8 割以上が焼却処理されている。そこで生成する灰は水を使って急冷され（湿式）、水分を含んだ焼却灰となって最終処分場で埋め立て処理されているが、受け入れ量には限りがあると共に処分重量に応じた費用が必要になる。

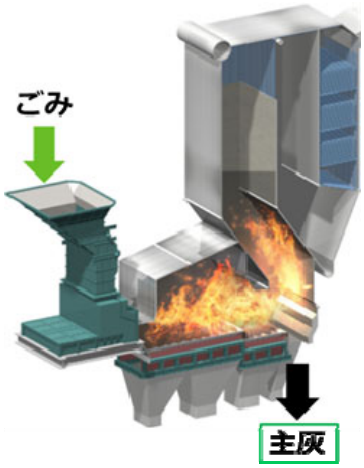


Fig. 1. Municipal Waste Treatments.

発生する灰の一つに主灰（焼却炉の底部にたまる灰で、飛灰より量が多い）があり、例えば欧州では、物理選別による焼却主灰からの有価金属回収が既に実施され、売却益が得られている。

Fig. 2. Incineration bottom ash.

処理費削減の方法としては、湿式ではなく乾式を選択することも一案である。さらに「主灰中有害金属（Pb）除去」を行う方法を採用し、残りの金属分が低減した灰をガラス材料、アルカリ肥料、セメント混和材、等に有効利用することが考えられる。

ただし、これら利用先に有効利用するためには、Pbを土壌環境基準に適合させる必要がある（土壌環境基準：含有基準150 ppm以下、溶出基準0.01 ppm以下）。土壌環境基準については、比重選別などの手法を用いて有害物の濃度を下げることが可能で、さらにハードル

の高い溶出基準を満たすためには、希薄化した灰中に含まれるPbの形態が不溶性のものになる条件を確定する必要がある。

そこで、処理した灰のPb溶出特性を評価するとともにPbの形態を分析した。焼却灰中のPbの形態を把握する手法としてはXAFS分析の適用を試みた例が複数あり[1-3]、ここではそれらを参考にした。

焼却主灰活用のための処理

灰からの有価金属回収には、振動と空気の流れを利用する比重選別の手法を検討した。焼却灰を篩によって粒度を揃えた後に比重選別した結果、< 1 mm、1 - 4.75 mm画分共に、風速を高めるほど金属濃縮灰のCu濃縮率が高くなり、< 1 mm画分は58,000 ppm、1 - 4.75 mm画分は680,000 ppmまで濃縮できた。一方、金属低減灰Pb濃度も風速を高めるほどPb濃度が高くなり、< 1 mm画分は金属濃縮灰・金属低減灰の目標値を両立する条件（Cu : > 51,224 ppm（落じん灰相当）、Pb : < 150 ppm）を見出すことができなかった（Fig. 3）。

Table 1. Test ash (Sampling from operating facilities).

	原料	<1mm画分	1-4.75mm画分
主灰			
Cu濃度	2,069	3,600	4,500
Pb濃度	231	205	979

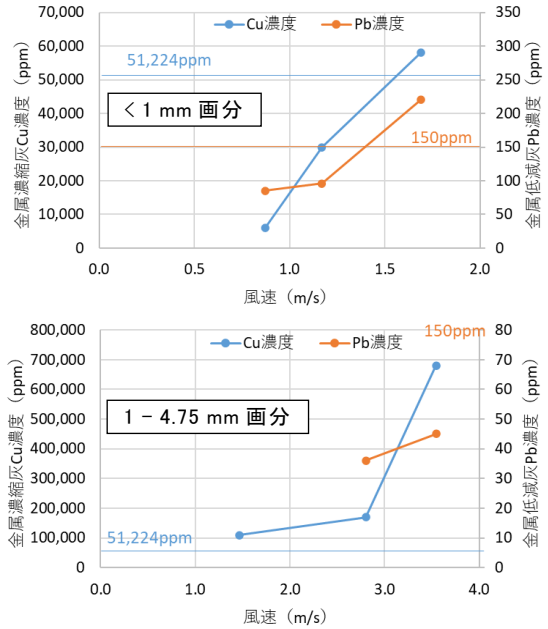


Fig. 3. Result of specific gravity sorting.

そこで、比重選別の手法に加え静電分離の機構を追加した装置を開発した。静電分離のしくみは次のようになる。上部に負極、下部に正極を設置し、電圧をかけて静電界を形成すると、灰分と比較して金属分は電気伝導度が高く誘導帯電しやすいことから＋に帯電する。その金属分がクーロン力により”く”の字状に設置した上部の負極側へ引き付けられ、比重選別の分離性能をアシストする（Fig. 4）。

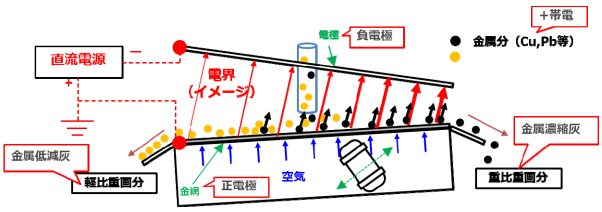


Fig. 4. Schematic diagram of specific gravity sorting + electrostatic separator.

<1 mm画分をこの装置で処理することにより、金属濃縮灰中の有価金属（Cu等の貴金属）濃度を実際に回収・リサイクルされている落じん灰並みに濃縮すると同時に、金属低減灰中の有害金属（Pb）濃度は150 ppm（土壌環境基準Pb含有濃度）以下を達成した（Fig. 5）。

Table 2. Test ash (from another facilities).

	原料	<1mm画分
主灰		
Cu濃度	5,153	3,633
Pb濃度	110	208

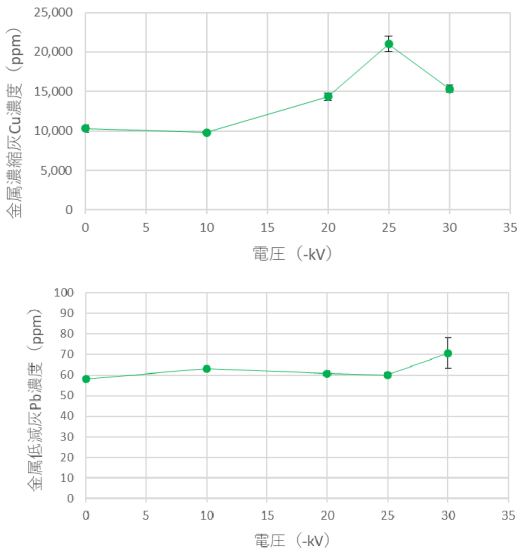


Fig. 5. Relationship between applied voltage and Cu, Pb concentration.

続いて、金属回収プロセスの金属低減灰について、溶出基準（Pb 0.01 ppm以下）クリアに向けた対応が必要となる。溶出濃度低減にはPb自体の不溶化を図ることが一案で、方法としては薬品の使用やエージング処理などがある。

エージングプロセスの評価に関して、Fig. 6に示すような雰囲気条件を調節可能な曝露装置を用意した。

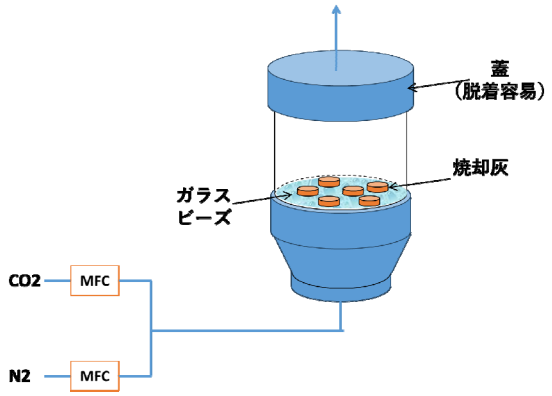


Fig. 6. Exposure apparatus.

エージング処理の効果を確認するため、Pbの溶出濃度を測定した結果をFig.7に示す。暴露条件を適正化することが求められるが、条件によっては土壌環境基準の0.01 ppm以下をクリアしたものが認められた。

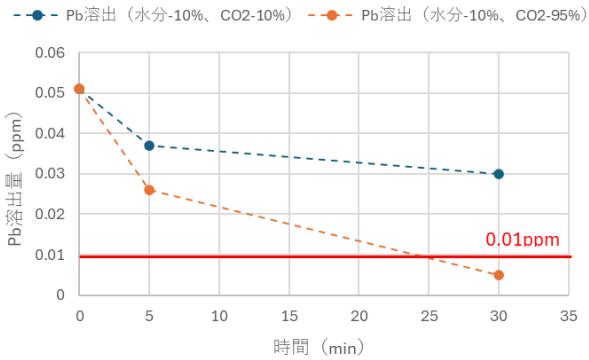


Fig. 7. Relationship between exposure time and Pb elution amount.

実験

ここで処理後の微量Pbの化合物形態の確認を試みた。

XANES測定はBL16B2のXAFS計測システムを利用して行った。希薄試料のため蛍光法で測定し、25素子SSD（Solid State Detector）検出器を使用した。サンプルはポリエチレン袋に入れたままである。蛍光法での測定は、放射光を約45°で入射するよう試料を配置し、水平方向で蛍光を検出する構成で行った。実験レイアウトをFig.8に示す。

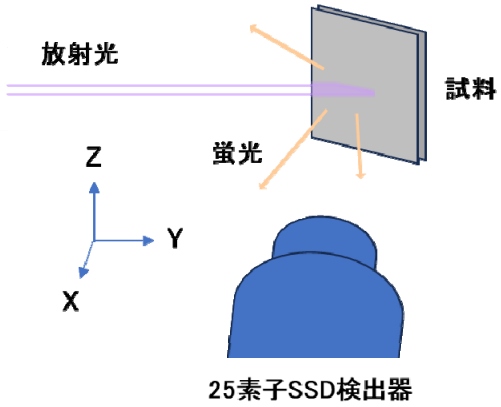


Fig. 8. Schematic diagram of sample assembly.

Pb-L_{III}吸収端のXANESスペクトルを計測するため、エネルギーの掃引範囲は、バックグランドの線を引くための分も含めて12.876～13.600 keVとした。モノクロ結晶はSi(111)を使い、サンプルへの入射ビームサイズは1×4 mmを基準とした。

得られたスペクトルは、XAFS解析ソフトAthena[4]で解析し、バックグラウンド補正及び規格化を行った。また、標準試料の透過測定データを用いて線形結合フィッティングを行い、各サンプル中のPbの形態ごとの比率把握を試みた。

結果および考察

極希薄な試料への対応は第一報[5]での検討結果を踏まえた形で取り組んだ。ここでは、計測時間を稼ぐため小刻みに短時間測定 30回余り（計 4 時間以上）の計測を行った上で、極端にカウントの大きなデータなどを省いて規格化したものを積算した（Fig.9）。

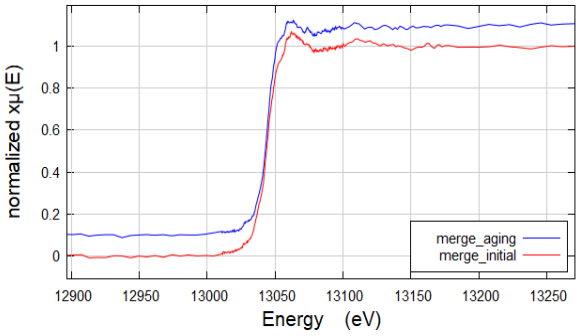


Fig. 9. Merged data.
(before and after processing).

また、焼却灰の主な形態が PbO、$PbSiO_3$、$PbCO_3$ であるという知見をもとに[1]、標準試料のデータ（Fig.10）で灰サンプルの XANES スペクトルの線形結合フィッティングを試みた（Fig.11, Fig.12）。

廃棄物の焼却灰という、サンプリングにばらつきを避けられない試料ということもあり厳密なことは言えないが、定性的には最初灰中の Pb は $PbSiO_3$ と PbO の形で存在していたものが、エージング処理後は $PbSiO_3$ と $PbCO_3$ の構成に変化していると見ることができる。

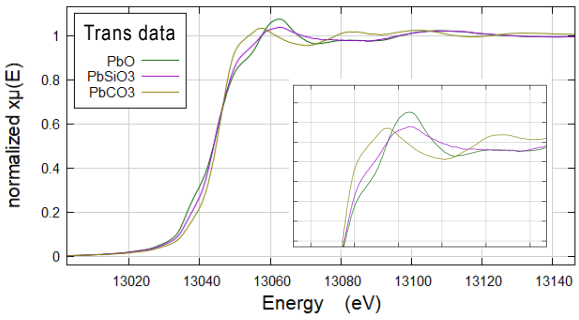


Fig. 10. XANES spectra for standard samples.

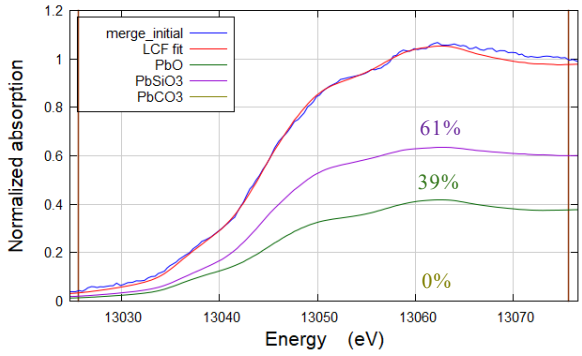


Fig. 11. Result of the linear combination fitting
(ash before processing).

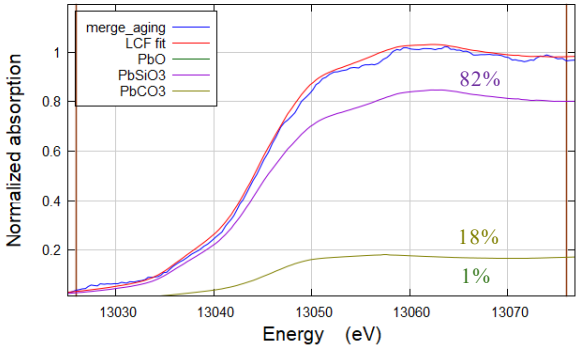


Fig. 12. Result of the linear combination fitting
(ash after processing).

すなわち、エージングの過程で可溶性の PbO が不溶性の $PBCO_3$ に変化すると認められる結果が得られた。

今後の取組み

今回、廃棄物焼却施設で回収された灰を処理し、比重選別と暴露処理で希薄化および溶出率の低下した Pb の形態を、XAFS 測定で分析した。その結果、エージングの効果が推定される結果が得られた。

今後も、微量でも環境に影響するような物質の分析に放射光の活用を検討し、環境を害しない製品開発に取り組んでいく。

参考文献

[1] 井澤琢磨，高岡昌輝，大下和徹，松本忠生，武田信生：第 17 回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 819 (2006).

[2] 山本浩，名越正泰，横山隆，高岡昌輝，武田信生: 環境工学研究論文集. **43**, 271 (2006).

[3] 山本浩，名越正泰，横山隆，高岡昌輝，武田信生: 廃棄物学会論文誌, vol.18, No.1, 67 (2007).

[4] B. Ravel, M. Newville: J. Synchrotron Rad. 12, 537 (2005).

[5] 尾角英毅，柁山航介，福本康二，潰田明信：サンビーム年報・成果集, vol 13, 106 (2024).

サンビーム成果集

＜掲載論文の引用リスト＞

＜１＞
****
著者：Masahiro Negami, Yoko Yamabe-Mitarai
タイトル：The Oxidation Behaviors of NiCoCrAlY Coatings After Pre-Oxidation Treatment During High-Temperature Oxidation at 800 ℃ and 900 ℃
掲載誌：High Temperature Corrosion of Materials, 101 (3), 511 (2024)
DOI：　https://doi.org/10.1007/s11085-024-10221-6
URL：　https://link.springer.com/article/10.1007/s11085-024-10221-6
課題番号：2022A5012, 2022B5012
ビームライン：BL16XU
機関：川崎重工業
****

＜２＞
****
著者：渡邊 健太郎, 水間 秀一, 根上 将大
タイトル：Ti-6Al-4V 製レーザ肉盛部のＸ線回折による残留応力評価
掲載誌：SPring-8/SACLA 利用研究成果集, 12 (4), 246 (2024)
DOI：　https://doi.org/10.18957/rr.12.4.246
URL：　https://www.jstage.jst.go.jp/article/springresrep/12/4/12_246/_pdf/-char/ja
課題番号：2021A5010, 2021B5010, 2022A5010, 2023A5010
ビームライン：BL16XU
機関：川崎重工業
****

＜３＞
****
著者：根上 将大
タイトル：産業用ガスタービンエンジンに適用される遮熱コーティングの耐久性向上に関する研究
掲載誌：東京大学　博士論文
DOI：　(未発表)
URL：　(未発表)
課題番号：2022A5012, 2022B5012, 2023A5012, 2023B5012
ビームライン：BL16XU
機関：川崎重工業
****

＜４＞
****
著者：北原 周, 黒松 博之, 山田 周吾
タイトル：サンビームにおける共焦点Ｘ線回折用スパイラルスリットの性能評価 (2)
掲載誌：SPring-8/SACLA 利用研究成果集 vol.11(6), 419(2023).
DOI：https://doi.org/10.18957/rr.11.6.419
URL：https://www.jstage.jst.go.jp/article/springresrep/11/6/11_419/_article/-char/ja
課題番号： 2021A5500
ビームライン： BL16XU
機関：神戸製鋼所／コベルコ科研、川重テクノロジー、パナソニック ホールディングス
****

＜５＞
****
著者：福田 一徳, 後藤 和宏, 藤井 景子, 中村 勇, 野口 真一
タイトル：市販のアルミニウム合金の引張その場Ｘ線 CT による局所ひずみ評価
掲載誌：SPring-8/SACLA 利用研究成果集 vol.11(5), 372(2023).
DOI：https://doi.org/10.18957/rr.11.5.372
URL：https://www.jstage.jst.go.jp/article/springresrep/11/5/11_372/_article/-char/ja
課題番号： 2021A5510
ビームライン： BL16B2
機関：神戸製鋼所／コベルコ科研、住友電気工業、東芝、三菱電機、電力中央研究所
****

＜６＞
****
著者：徳田 一弥, 後藤 和宏
タイトル：高エネルギー対応二次元検出器を用いた銅板の変形挙動解析 2
掲載誌：SPring-8/SACLA 利用研究成果集 vol.11(1), 68(2023).
DOI：https://doi.org/10.18957/rr.11.1.68
URL：https://www.jstage.jst.go.jp/article/springresrep/12/4/12_239/_article/-char/ja/
課題番号： 2019B5031
ビームライン： BL16XU
機関：住友電工
****

＜７＞
****
著者：沖 充浩
タイトル：「サンビームにおける硬Ｘ線 XAFS ラウンドロビンテスト結果」
掲載誌：SPring-8/SACLA 利用研究成果集 vol.12(4), 239(2024).
DOI：https://doi.org/10.18957/rr.12.4.239
URL：https://www.jstage.jst.go.jp/article/springresrep/12/4/12_239/_article/-char/ja/
課題番号：2020A5440
ビームライン：BL16B2
機関：東芝
****

＜８＞
****
著者：Hiroshi Itahara
タイトル：Facile synthesis of electrocatalytically active Cu/graphite using the negative electrode of spent Li-ion batteries
掲載誌：Green Chemistry
DOI：https://doi.org/10.1039/D3GC04472F
URL：https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2024/gc/d3gc04472f
課題番号：2022B5070, 2022A5371, 2022B5371, 2023A5070, 2023A5371
ビームライン：BL16XU、BL16B2
機関：豊田中央研究所
****

＜９＞
****
著者：Masanori Inaba
タイトル：Synthesis of a Mesoporous SnO2 Catalyst Support and the Effect of Its Pore Size on the Performance of Polymer Electrolyte Fuel Cells
掲載誌：ACS Applied Materials & Interfaces.
DOI：https://doi.org/10.1021/acsami.4c01794
URL：https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/acsami.4c01794
課題番号：2022B5070, 2022B5371, 2023A5070, 2023A5371
ビームライン：BL16XU、BL16B2
機関：豊田中央研究所
****

Part 3　2024 年度活動報告

第 24 回サンビーム研究発表会

（第 21 回　SPring-8 産業利用報告会）

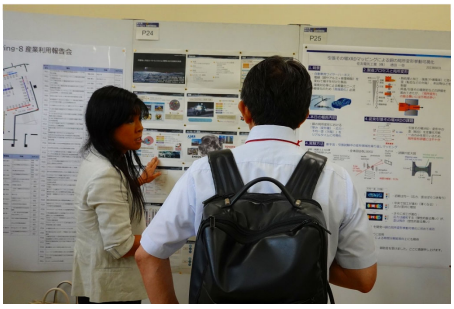
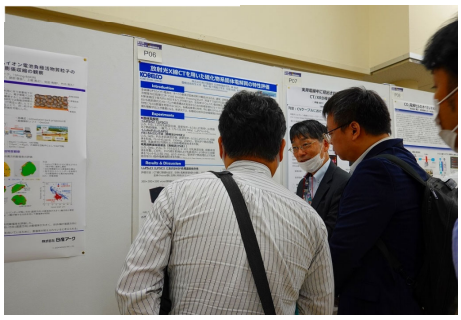
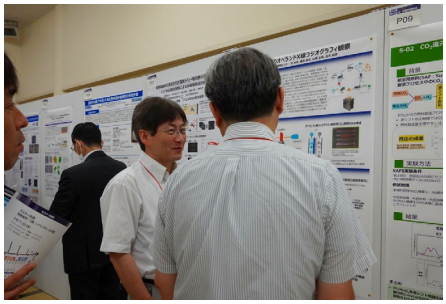
場　所　　東京都・千代田区
　　科学技術館

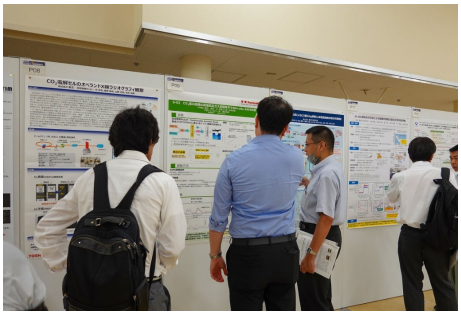
開催日　　**2024 / 9 / 10 – 9 / 11**

企画公演

口頭発表

ポスター発表



技術交流会

S-01/SO-01

BL16XU、BL16B2

サンビーム新体制による活動状況

サンビーム共同体　三輪　靖雄（川崎重工業株式会社）

はじめに：　サンビーム共同体では、将来、SPring-8-II による分析スピード・分析精度向上に、各工程（試験・データ処理など）の速度向上を積み重ねることで、開発期間が大幅に短縮できることを想定しつつ、今年度より新体制に移行し、SPring-8 の産業利用を進めている。

サンビーム新体制：　昨年度まで使用してきた団体正式名称「産業用専用ビームライン建設利用共同体」から、今年度、新たに「サンビーム共同体」へと名称を変更し、サンビーム新体制が 2024 年 4 月 1 日に発足した。新体制は、川崎重工業（株）、（株）神戸製鋼所、住友電気工業（株）、（株）東芝、（株）豊田中央研究所（五十音順）の 5 社でスタートし、5 月には新たにパナソニック エナジー（株）が加入して、現在、6 社にて活動している。

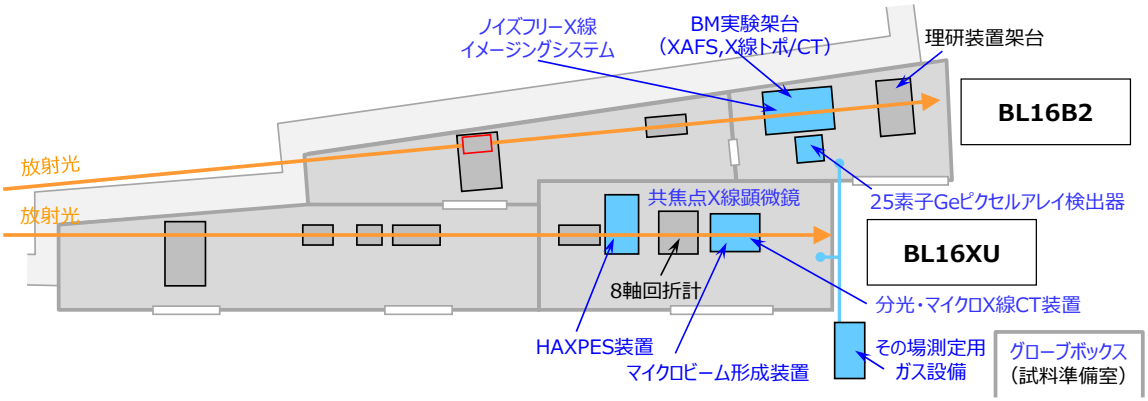
サンビームは、全体方針を決定する運営委員会、具体的方針を決定する合同部会を軸とし、それらの機関で決定した方針に基づき、利用計画・安全環境・各装置を管理する SG（サブグループ）から成る技術 WG、総務・経理・広報」に関する業務を行う業務 WG、運営費用を管理する会計監事などから構成され、円滑な運営を行っている。

活動状況：　サンビームの理念は、旧体制の理念を引継ぎ、「SPring-8 を利用して、環境・エネルギー問題や様々な社会問題の解決を図り、ゆとりある豊かな社会の実現を目指す」ことを掲げている。その活動の中で、産業界では協調と競争を行いつつ、学校・官公庁とは共同研究や研究会を通じて、連携と人財育成を進めている。

この理念を実現するために、理研ビームラインである「BL16XU」「BL16B2」の放射光を利用し、BL16XU では「HAXPES」「8 軸回折計（理研設備）」「マイクロビーム形成装置」、BL16B2 では「XAFS」「イメージング」などの分析を行っている。

産業利用の促進に向けて：　年間を通じて継続的に SPring-8 を利用するニーズのある企業であれば、サンビームへの加入は非常に大きなメリットが得られる。また参加社が増えることで運営に係る費用や役務の分担割合などのデメリットが減るため、現在、サンビームの理念に賛同し、新規加入いただける企業を募集している。

今後は、産業利用～社外発表～設備更新～新規加入のサイクルを回していくことで、サンビームに参加する各社の成長と、SPring-8 の発展を同時に実現させながら、サンビームの理念を実現させていく。



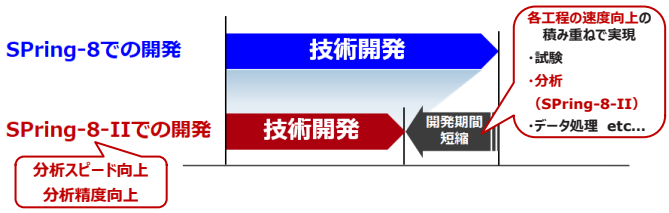
研究分野：（産業利用）その他　　技術分野：その他

S-01　サンビーム新体制による活動状況

サンビーム共同体　三輪靖雄（川崎重工業株式会社）

はじめに

サンビーム共同体では、将来、SPring-8-IIによる分析スピード・分析精度向上に、各工程（試験・データ処理など）の速度向上を積み重ねることで、開発期間が大幅に短縮できることを想定しつつ、今年度より新体制に移行し、SPring-8の産業利用を進めている。



サンビーム新体制

昨年度まで使用してきた団体正式名称「産業用専用ビームライン建設利用共同体」から、今年度、新たに「サンビーム共同体」へと名称を変更し、サンビーム新体制が2024年4月1日に発足した。新体制は、川崎重工業（株）、（株）神戸製鋼所、住友電気工業（株）、（株）東芝、（株）豊田中央研究所（五十音順）の5社でスタートし、5月には新たにパナソニック エナジー（株）が加入して、現在、6社にて活動している。

サンビームは、全体方針を決定する運営委員会、具体的方針を決定する合同部会を軸とし、それらの機関で決定した方針に基づき、利用計画・安全環境・各装置を管理するSG（サブグループ）から成る技術WG、総務・経理・広報に関する業務を行う業務WG、運営費用を管理する会計監事などから構成され、円滑な運営を行っている。

活動状況

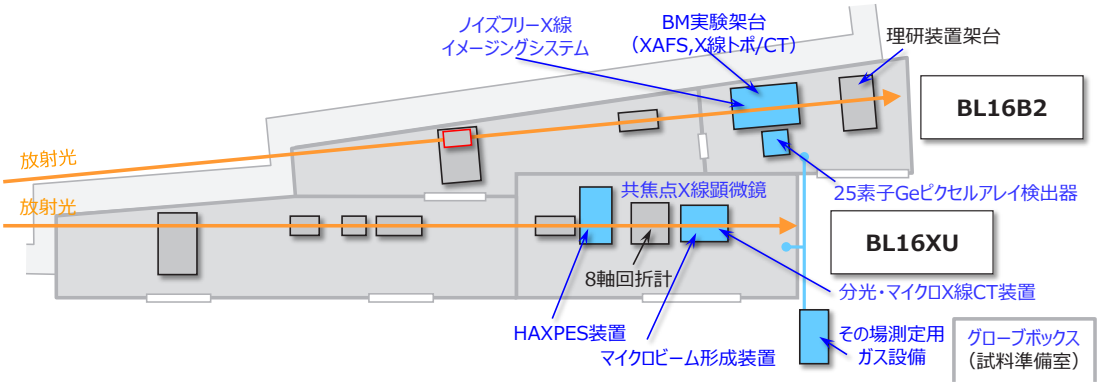
サンビームの理念は、旧体制の理念を引継ぎ、「SPring-8を利用して、環境・エネルギー問題や様々な社会問題の解決を図り、ゆとりある豊かな社会の実現を目指す」ことを掲げている。その活動の中で、産業界では協調と競争を行いつつ、学校・官公庁とは共同研究や研究会を通じて、連携と人財育成を進めている。

この理念を実現するために、理研ビームラインである「BL16XU」「BL16B2」の放射光を利用し、BL16XUでは「HAXPES」「8軸回折計（理研設備）」「マイクロビーム形成装置」、BL16B2では「XAFS」「イメージング」などの分析を行っている。

産業利用の促進に向けて

年間を通じて継続的にSPring-8を利用するニーズのある企業であれば、サンビームへの加入は非常に大きなメリットが得られる。また参加社が増えることで運営に係る費用や役務の分担割合などのデメリットが減るため、現在、サンビームの理念に賛同し、新規加入いただける企業を募集している。

今後は、産業利用～社外発表～設備更新～新規加入のサイクルを回していくことで、サンビームに参加する各社の成長と、SPring-8の発展を同時に実現させながら、サンビームの理念を実現させていく。



S-02

2023A5310
BL16B2

CO_2 還元触媒の高温反応ガス雰囲気中での in-situ XAFS 分析

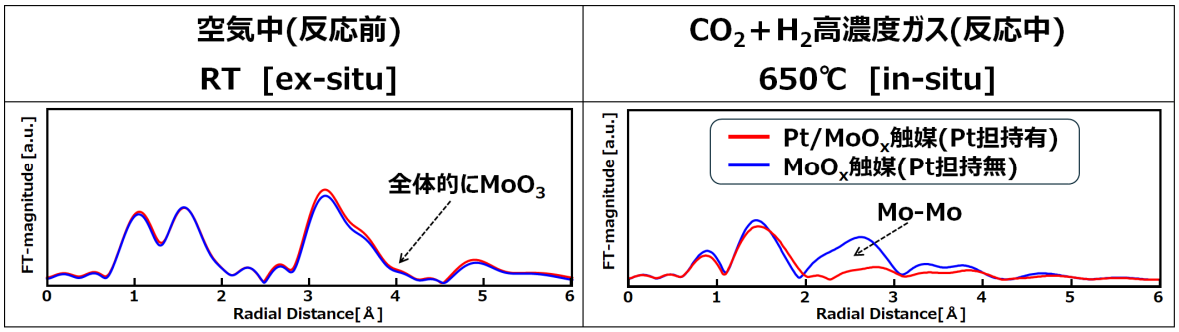
川崎重工業株式会社　清瀧　元、馬場広太郎、尾角英毅
川重テクノロジー株式会社　潰田明信

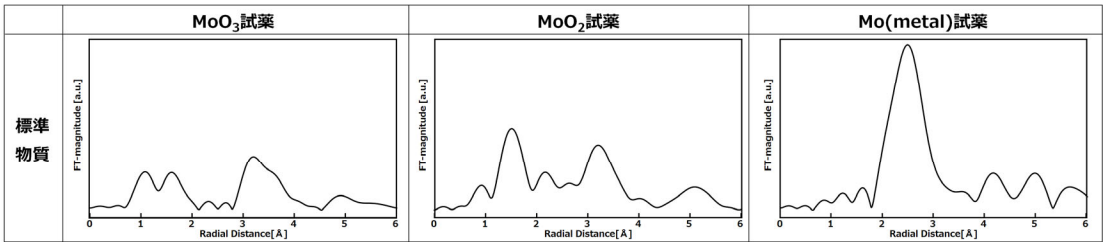
はじめに：本研究では CO_2 を原料に、合成燃料の中でも SAF(Sustainable Aviation Fuel)を製造するプロセスを開発し、国内外のカーボンニュートラル達成に貢献することを目的としている。CO_2 と水素から合成燃料を製造するには『逆シフト反応』($CO_2+H_2 \rightarrow CO+H_2O$)により、$CO_2$ を CO に還元した後、FT(Fischer-Tropsch)合成により燃料を得る方法がある。逆シフト反応は吸熱反応であり、反応平衡上、高温ほど転化率が高いことが知られている。一方、高温域では、触媒担体として用いている酸化物の細孔の熱崩壊による表面積低下や、metal 化の懸念がある。最終製品である液体燃料の収率向上には、高温耐久性の高い新たな触媒が求められる。そのうち新規 Pt/MoO_x 触媒は、650℃で 100H 耐久後も、性能低下は数%以下であることが既に報告されている[1), 2)]。本検討においては、その反応メカニズム解明のため、650℃での高温反応ガス中での in-situ XAFS 実験を行い、FT 後の EXAFS スペクトルを求め、主として酸化物担体である Mo 周りの化学結合の挙動を追跡した。

実験 ： In-situ XAFS 実験は BL16B2(サンビーム共同体)にて実施し、ガスは CO_2+H_2 高濃度反応ガスを用いた。650℃条件下・反応ガス雰囲気中の触媒の Mo-K 吸収端の XAFS 実験を行った。触媒は、Pt を Mo 酸化物に担持したものを Pt 担持有、Pt を担持しないものを Pt 担持無として 2 種類、供試した。

結果 ： 反応前は Pt 担持有・Pt 担持無触媒共に、全体的に MoO_3 となっていた。高温 650℃・反応ガス(高濃度)雰囲気中では、R=2～3 Å の Mo-Mo 結合ピークが、Pt 担持無触媒で増加した一方、Pt 担持有触媒はそれほど増加しなかった。

これらの結果より、Pt/MoO_x 系逆シフト触媒の Mo 酸化物担体は、高温 650℃で部分的に metal 化が生じ始めるものの、Pt 担持により metal 化が抑制された結果、触媒性能維持に貢献した可能性がある。





謝辞：本研究は大阪大学大学院工学研究科との共同研究により実施しています。情報を提供頂いた桑原泰隆准教授に御礼申し上げます。

1) Y. Kuwahara, H. Yamashita et al., Chem. Sci., 12, 9902 (2021).　2) 中元ら, 化学工学会 第 89 回年会, J223 (2024).

研究分野：触媒化学　　技術分野：X 線・軟X線吸収分光

Kawasaki
Powering your potential

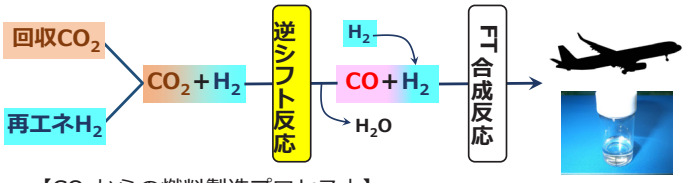
S-02　CO_2還元触媒の高温反応ガス雰囲気中でのin-situ XAFS分析

川崎重工業㈱　清瀧　元, 馬場広太郎, 尾角英毅
川重テクノロジー㈱　濱田明信

課題番号：　2023A5310

背景

航空用燃料(SAF：Sustainable Aviation Fuel)製造プロセス中のCO_2還元(逆シフト)触媒の性能向上

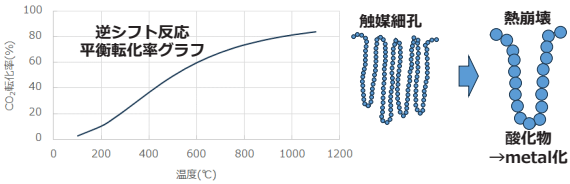


【CO_2からの燃料製造プロセス上】
- 逆シフト反応触媒ではCO_2→中間体COに還元
- 燃料製造量を増やすには、CO割合を増やした方が有利

課題

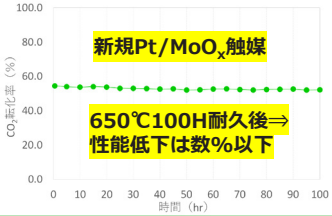
逆シフト反応は吸熱反応であり、反応平衡上、高温ほど転化率が高い

高温雰囲気で触媒の酸化物細孔の熱崩壊による表面積低下や、metal化の懸念あり



既往の成果

Ref) 中元ら, 化学工学会第89回年会, J223 (2024)



本研究の目的ー触媒反応メカニズムの解明

650℃高温反応ガス中でのin-situ XAFS実験を行い、Pt/MoO_x系逆シフト触媒の酸化物担体であるMo周りの化学結合の挙動を追跡した

実験方法

XAFS実験条件

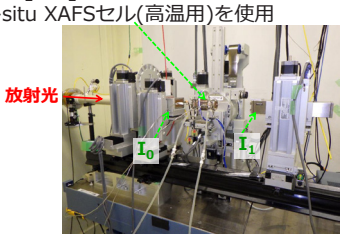
- BL16B2　透過法XAFS用にセッティング
- Mo-K吸収端(E＝20.0033keV)

供試触媒

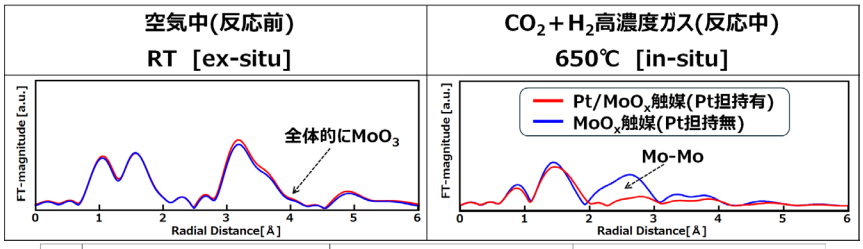
- 新規Pt担持MoO_x触媒は、Mo酸化物にPtを担持※
  ※触媒調製方法は特許化済
- Pt担持有無：Pt担持有・Pt担持無(MoO_xのみ)の2種類
- Pt/MoO_x触媒をXAFS実験に最適な所定割合で、BN希釈材と混合してペレット化

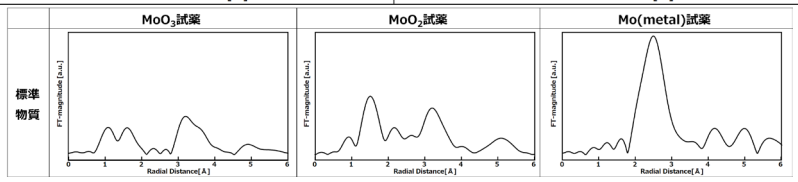
in-situ高温反応ガス雰囲気条件

- 使用ガス：CO_2+H_2高濃度反応ガス
- 反応温度：650℃
- 実験順序：CO_2+H_2高濃度反応ガス雰囲気中→XAFS測定
- 透過法用in-situ XAFSセル(高温用)を使用



結果





実験結果

Mo-Moピークが増大しmetal化し始めるが、Pt担持でそれが抑制される傾向

まとめ

- **Pt/MoO_x系逆シフト触媒のMo酸化物担体は、高温650℃で部分的にmetal化が生じ始めるものの、Pt担持によりそれが抑制された結果、触媒性能維持に貢献した可能性あり**

今後の課題

- **650℃高濃度ガス中の、反応メカニズムの更なる解明**
- **反応メカニズムの把握により、新規な逆シフト触媒開発**

本研究は大阪大学大学院工学研究科との共同研究により実施しています。
情報を提供頂いた桑原泰隆准教授に御礼申し上げます。

川崎重工業株式会社

S-03

2023A5320、2023B5320
BL16B2

放射光 X 線 CT を用いた硫化物系固体電解質の特性評価

株式会社神戸製鋼所　応用物理研究所　林　和志
豊橋技術科学大学　電気・電子情報工学系　引間 和浩、松田　厚範

はじめに:

全固体リチウムイオン電池は、高い安全性を有し、かつ高いエネルギー密度と出力密度が期待できることから電気自動車への適用が検討されている。全固体リチウムイオン電池では、すべてが固体材料で構成されるため、通常、活物質/電解質間の界面形成のために加圧処理がなされる。冷間等方圧処理(CIP: Cold Isostatic Pressing)あるいは温水間等方圧処理(WIP : Warm Isostatic Pressing)は、材料を高圧で等方圧的に加圧することが可能であり、全固体リチウムイオン電池製造プロセスに適用されている。現在のところ、CIP や WIP 時における高密度化のメカニズムや最適構造を実現するための指導原理などは十分に明らかにとなっていない。合材電極への WIP 処理が電気化学的特性に与える影響を明らかにするにあたり、各構成要素の WIP 後の特性、特に最もイオン伝導に影響を与える固体電解質の WIP による特性変化を把握することが必要である。このため本研究では、各種固体電解質の WIP 後のイオン伝導度などの諸特性について詳細な調査を行った。

実験手順

Li_6PS_5Cl (LPSCl)電解質(粉末:1.5g)を用いて、一軸プレスでペレットを作製した。プレス圧は 300 MPa とした。作製後、ペレットをアルミラミネートにより真空で封止した。WIP 処理には、ピストン直圧式縦型高圧処理装置(神戸製鋼所製)を用いた。処理条件は、300、600、980 MPa の 3 条件とし、処理時間は1分とした。処理温度は室温、100、190 ℃である。WIP 後、Ar 雰囲気下のグローブボックス内で試料をガラスキャピラリへ密閉した。X 線 CT 測定は、SPring-8 BL16B2 で行った。入射 X 線のエネルギーは 30 keV である。X 線透過像の取得には Xsight Micron LC (Rigaku Innovative Technologies Europe 社製)を用いた。X 線透過像の実効ピクセルサイズ、および X 線 CT データのボクセルサイズは 0.65μm である。

実験結果

LPSCl の WIP 前後の X 線 CT 像を比較して図 1 に示す。WIP 条件は 600 MPa、190℃である。図 1(a)は WIP 前、図 1(b)は WIP 後であり、それぞれ左は再構成像、右はボイド部分を抜き出して表示している。WIP 前では、内部にボイドと考えられる黒い点が散見される。そのような点は、WIP 後に大部分が消滅していることが確認された。我々は, 解析範囲のボクセル総数に対する各構成要素のボクセル数の割合を評価指標として提案している。WIP 前では、全体の 5.0%のボクセルがボイドと判断されたが、WIP 後では 3.1%に減少し、WIP 処理によりボイドがつぶされ高密度化していると考えられた。なお、サンプルには高輝度な点(白い輝点)が観測されているが、これは LPSClのメカニカルミリング合成中に容器やボールから混入した ZrO_2であると考えらえる。

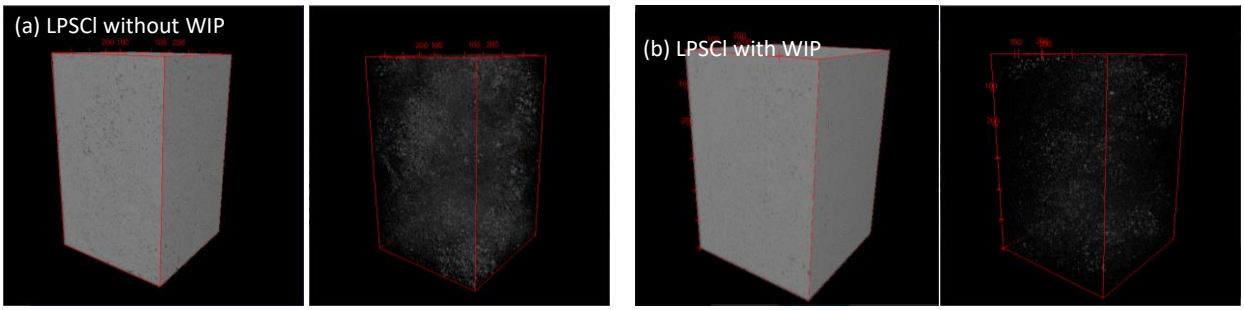


図1　Li_6PS_5Cl 電解質の再構成像(左)、ボイド部分(右)。(a)WIP 前、(b)WIP 後

放射光X線CTを用いた硫化物系固体電解質の特性評価

KOBELCO
KOBE STEEL GROUP

株式会社神戸製鋼所 応用物理研究所　林 和志
豊橋技術科学大学　電気・電子情報工学系　引間 和浩、松田　厚範
hayashi.kazushi@kobelco.com

国立大学法人豊橋技術科学大学
松田・武藤・河村研究室

課題番号：2023A5320, 2023B5320
BL：BL16B2

Introduction

全固体リチウムイオン電池は、すべての要素が固体材料で構成されるため、通常、活物質/電解質間の良好な界面形成に加圧処理が必要となる。冷間等方圧処理(CIP: Cold Isostatic Pressing)および、昇温下で加圧する温水間等方圧処理（WIP：Warm Isostatic Pressing）は、材料を高圧で等方的に加圧することが可能であり、全固体リチウムイオン電池製造プロセスへの適用が期待されている。現在のところ、CIPやWIP時における高密度化のメカニズムや最適構造を実現するための指導原理などは十分に明らかにはなっていないが、合材電極へのWIP処理が電気化学的特性に与える影響を考察するにあたり、各構成要素の特性、特に最もリチウムイオン伝導に影響を与える固体電解質の特性にWIP処理が与える影響を理解することが重要となる。本研究では、各種硫化物系固体電解質のWIP後の構造変化について放射光X線CTにより調査を行った。

Experiments

■固体電解質

・Li_6PS_5Cl（LPSCl）

Li_2S、P_2S_5、LiClを乳鉢混合後、遊星型ボールミルにより粉砕、Ar雰囲気で熱処理後、一軸プレス（プレス圧300 MPa）によりペレット化。

・$Li_{10}GeP_2S_{12}$(LGPS)

K. Hikima, et al., RSC Adv., 10, 22304-22310 (2020).

メカニカルミリング法（固相法(MM法)）

Li_2S、GeS_2、P_2S_5を乳鉢混合後、遊星型ボールミルによりミリングし前駆体を形成。ペレット化(φ10, 150mg, 20kN)し、管状炉で熱処理後、再度、乳鉢混合(均質化)して固体電解質粉末を作製。

硫黄過剰添加溶液法（液相法(ES法)）

Li_2S、GeS_2、P_2S_5、S（モル比5:1:1:10）を乳鉢混合後、前駆体溶液を作製。130℃, 1hの減圧乾燥および乳鉢混合により得られた前駆体をペレット化(150 mg, φ10 mm)し、管状炉で熱処理および乳鉢混合を行い固体電解質粉末を作製。K. Hikima, et al., Chem. Commun., 59, 6564-6567 (2023).

■WIP処理

ピストン直圧式縦型高圧処理装置
（神戸製鋼所製）
処理圧力：600 MPa
処理温度：室温、100、190°C
処理時間：１分

WIP装置外観

■X線CT測定

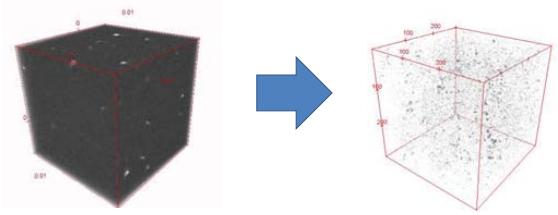
入射X線エネルギー：30 keV（単色）
検出器：Xsight Micron LC
試料回転範囲：180°
（0.1°毎にX線透過像を取得）
露光時間：4 sec.
実効ピクセルサイズ：0.65 μm

Results & Discussion

Li_6PS_5Cl（LPSCl）におけるWIP処理温度依存性

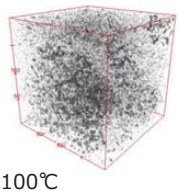
評価方法：CT値に閾値を設定、空隙と電解質領域を分類し、空隙のみを可視化
全体のvoxel数と空隙と判断されたvoxel数の比をvoid ratioとして比較

300×300×300 voxel領域を切り出したLPSClペレットのCT像の一例

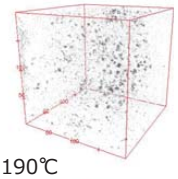


（左図、高輝度の輝点は、ミリング中に混入したZrO_2に起因すると推測されるが、これについては今回は分類から除外している。）

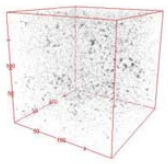
処理前



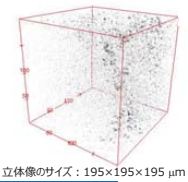
RT



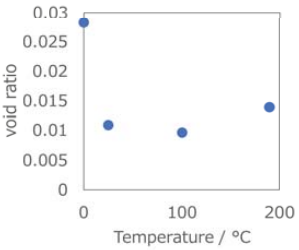
100℃



190℃



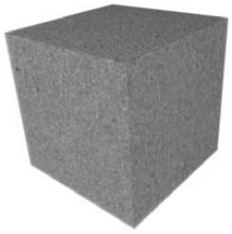
立体像のサイズ：195×195×195 μm



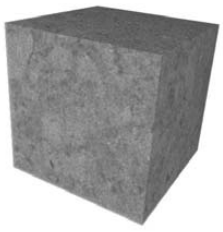
・IP処理により、ペレットの空隙が大きく減少した。
・処理温度は100℃で空隙値が最小を示した。
・190℃での処理では、固体電解質が流動化し、局所的に空隙の大きい領域が存在する可能性がある。

$Li_{10}GeP_2S_{12}$(LGPS)の製法違い

MM法

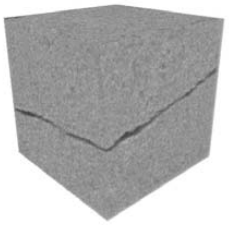


ES法



立体像のサイズ：195×195×195 μm

MM法 クラック発生個所



各ペレットのWIP前後の空隙とその変化量
空隙率の求め方はLPSClと同様
(WIP条件：600 MPa, 100℃, 1min.)

	pristine	WIP	変化量
MM	0.0253	0.0213	0.0040
ES	0.0424	0.0363	0.0061

・結果はどちらもWIP後のペレットを示した。
・MM法でのペレットの方が粒間の隙間が見えずらい傾向にある。ES法でのペレットは輝度にむらがあり、また、空隙率は大きく見積もられた。一方で、MM法でのペレットは内部で大きなクラック発生個所も認められた。
・空隙率は、どちらもWIP処理後に減少する傾向が見られているが、変化量は小さく、構造はあまり変化をしていない。LGPSは硬質であり、WIP処理によって有効に圧縮できない（さらなる高温処理が必要）可能性がある。

Conclusions

✓アルジロダイト型固体電解質Li_6PS_5Cl（LPSCl）、およびガーネット型固体電解質$Li_{10}GeP_2S_{12}$(LGPS) のWIP後の構造変化について放射光X線CTにより評価した。
✓LPSClは、WIP後空隙率が小さくなった。処理温度が100℃で空隙率は最少を示したが、190℃では、空隙の増加傾向が確認された。
✓LGPSは、100℃のWIP前後で明瞭な空隙率の変化は観測されなかった。この傾向はLGPSの製造法によらず共通であり、LGPSの機械的特性が影響していることが示唆された。さらなる高温WIP処理が必要と思われる。
✓今後は、WIP前後のリチウムイオン伝導度の評価を行い、全固体電池作製時の高圧処理に起因する固体電解質の特性変化の影響について明らかにしていく。

S－04

2023B5031
BL16XU

引張その場 XRD マッピングによる銅の局所変形挙動可視化

住友電気工業(株)　徳田 一弥 後藤 和宏 飯原 順次

はじめに

当社では電線用の導体や端子材として、電気特性と強度特性のバランスが優れた銅及び銅合金の高強度化に向けた開発を進めている。さらなる高強度化のためには、製品の製造環境や使用環境における、強度と原子配列の関係の理解が重要であり、引張変形における強度を、原子配列の動的な変化から考察可能な「引張その場 XRD」の活用が進められてきた。しかし、従来型の引張その場 XRD では、変形後期に生じる「局所変形」の評価が難しいという課題があった。一般的に、引張試験では試験片が一様に伸びる均一変形に続いて、特定の部分が細くなる局所変形が生じる。局所変形箇所では、応力が集中してさらに変形が進むため、試験片内で変形量の空間的な分布が生じる。従来型の引張その場 XRD では、試料中の限られた面積を測定しているために分布に関する情報が得られず、局所変形の評価は困難であった。しかし多くの実用製品の変形は不均一に生じるため、局所変形における応力や歪の空間的・時間的な発展の理解は製品開発上非常に重要である。そこで当社では、局所変形を「点」ではなく「面」で捉える引張その場 XRD マッピング法を新たに開発したので報告する。

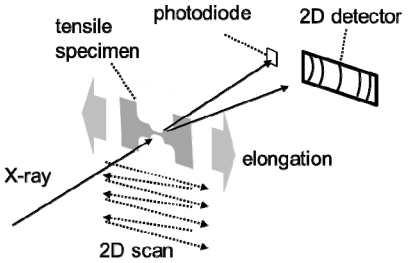


図 1. 引張その場 XRD マッピングの概略図

実験方法

実験の概略を図 1 に示す。BL16XU を用いて、 Si 111 二結晶分光器で 37 keV に単色化した放射光を、Rh コートミラーで高次光を除去し、引張試験機上の試料に照射した（入射スリットサイズ:0.1 mm□）。試料は 0.3 mm 厚の純銅(C1100)板を用いた。試験片は、中央に 1 mm 幅、1 mm 長さの平行部を持つダンベル状に、長手方向が圧延方向と垂直になるようにレーザー加工したものを用いた。回折用の検出器は PILATUS 300K CdTe (Dectris 製)を用い、3 モジュールの内 1 モジュールを測定に使用した。検出器は試料から 445 mm に設置した。また、フォトダイオードで、透過 X 線の強度も同時に測定した。引張試験機は Linkam 製 10073B を用いた。この引張試験機を、2 軸の稼働域を持つ自動ステージ上に搭載し、引張を行いながら、平行部周辺を繰り返しマッピング測定した。1 回のマッピング時間は 513 s であった。

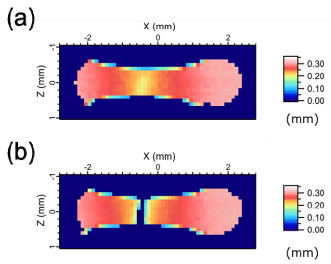


図 2. (a)破断前及び(b)破断後の厚みマップ（単位は mm）

結果

図 2(a)と(b)には X 線透過率から換算した、破断直前と直後の銅の厚みマップを、図 3(a)と(b)にはピーク位置変化から算出した引張方向の応力マップを示す。試験片厚みと幅が変化している局所変形領域において、破断前には応力が集中し、破断後に開放されていることが明瞭に捉えられた。当日は、不均一歪も含めて、得られたパラメータの相関について議論する予定である。

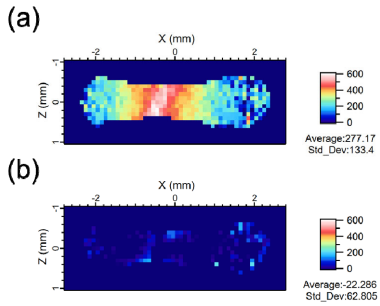


図 3. (a)破断前及び(b)破断後の応力マップ（単位は MPa）

謝辞

本研究の解析及び結果解釈に関して、兵庫県立大学工学研究科 足立大樹教授の御指導・御助言を受けました。ここに感謝申し上げます。

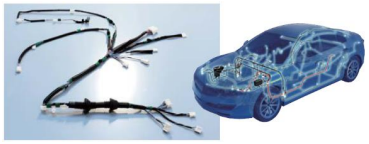
研究分野： 金属・構造材料　　技術分野： X 線回折

引張その場XRDマッピングによる銅の局所変形挙動可視化

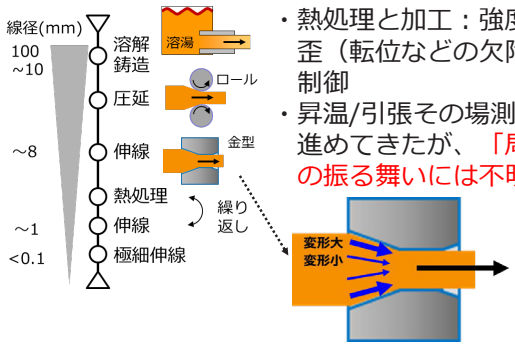
住友電気工業（株）　徳田 一弥　2023B5031

1.背景

・自動車用ワイヤーハーネス：
電線（銅やアルミ＋被覆樹脂）を束ねて端子を付けた製品
・環境対応等による軽量化ニーズ
⇒細径化のため「高強度化」必須



2.製造プロセスと局所変形

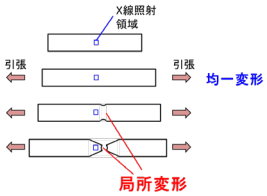


・熱処理と加工：強度(や導電率）に効く歪（転位などの欠陥）、析出物などを制御
・昇温/引張その場測定などの評価を進めてきたが、「局所変形」の振る舞いには不明点多い

3.本日の報告内容

・銅の局所変形における「厚み（変形量）・応力・不均一歪（欠陥）」をリアルタイムに可視化

4.従来引張その場XRDの課題



・引張その場XRD：変形中の歪（転位）を定量化可能
・一点のみを見ているため、局所変形評価には不十分

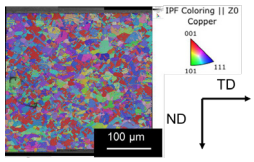
4.実験方法

新手法：引張試験中の変形領域を繰り返しマッピング

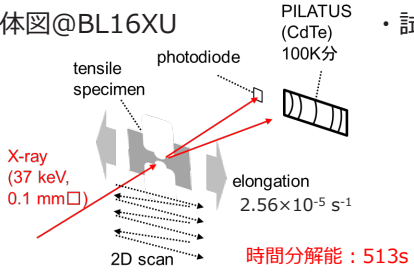
・試料：純銅 0.3 mm厚
平均粒径9.9 μm

EBSD
IPFマップ

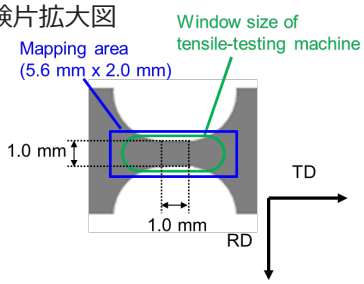
Oxford Symmetry/
ZEISS Gemini 450
Step:0.05μm



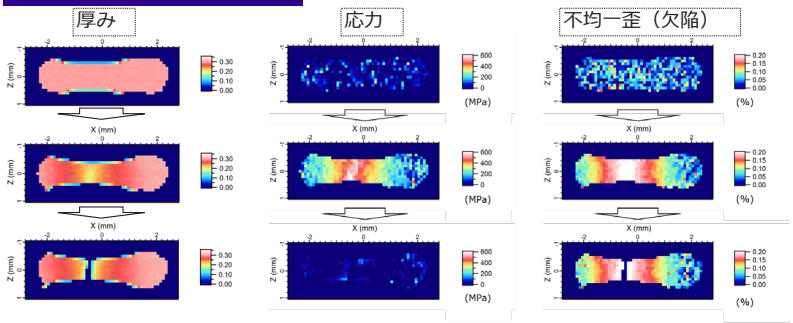
・全体図@BL16XU



・試験片拡大図



5.実験結果（抜粋）



・初期は均一（応力、歪はばらつき有り）
・中央で加工が進む（薄くなる）：応力/歪共に増加
・さらに加工が進む：応力は緩和する（弾性的振る舞い）が、歪は残存（塑性的振る舞い）

6.まとめ

新規手法「引張その場XRDマッピング」を開発⇒銅の局所変形挙動可視化に初めて成功

7.今後

・今後、最適組成・加工プロセスの選定などに活用
・ビームライン/SPring-8-IIアップグレードによる時間分解能等向上にも期待

8.謝辞

本研究の解析及び結果解釈に関して、
兵庫県立大学工学研究科 足立大樹教授の御指導・御助言を受けました。ここに感謝申し上げます。

住友電工
Connect with Innovation

S－05

2022B1990、2023A1837、2023B1966、2024A1685、2024A2304
BL16XU、BL09XU

化合物半導体デバイス開発への HAXPES の活用

住友電気工業(株)　井崎 学、斎藤 吉広

はじめに

GaN 系高電子移動度トランジスタ(GaN High Electron Mobility Transistor, GaN-HEMT)は、5G 基地局用などで需要が拡大している。ポスト 5G では更なる高出力化と高速化が要求され、当社では、これらを両立できるデバイスの開発を進めている[1]。ここでキーとなるのが、ゲート電極直下の絶縁膜/半導体界面のバンド相対関係であり、その評価にはX線光電子分光が有用である[2]。本研究では、硬 X 線光電子分光(HAXPES)などを活用し、窒化ケイ素(SiNx)絶縁膜で被覆された GaN 半導体界面のバンド相対関係の評価を行った。

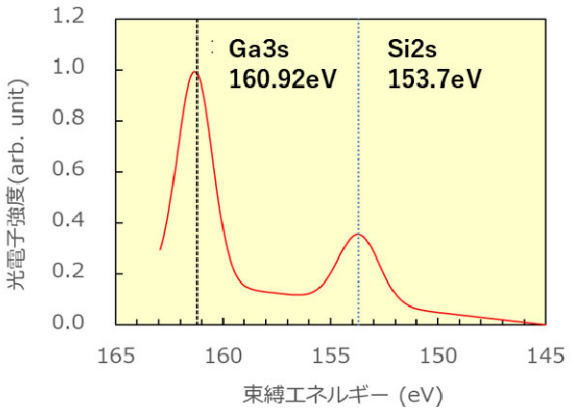


図 1.HAXPES による Ga3s と Si2s のピーク位置

実験方法

界面分析の試料として、n 型 GaN エピを SiN 膜で被覆したものを用意した(cf. 基板は半絶縁性 SiC, GaN エピ層のキャリア濃度＝5E16/cm^3, SiN 膜厚＝10 nm)。HAXPES 測定には、SPring-8 の BL09XU 及び BL16XU を用いた。バンド構造を精密に評価するには、帯電シフト抑制が重要となる。実験では SiN 上にカーボン 7 nm を蒸着、Ag ペーストにより試料台との導通処理を施すことで、帯電シフトを抑制した。

バンド構造は界面の SiN の Si2s、GaN の Ga3s を HAXPES にて測定し、これを基準に絶縁膜、半導体の Ev、Ec を構築した。SiNx の情報は SAGA-LS の BL17(住友電エビームライン)にて、軟 X 線(XPS、XAFS)による評価を行い、GaN に関しては文献 2 の値を使用した。

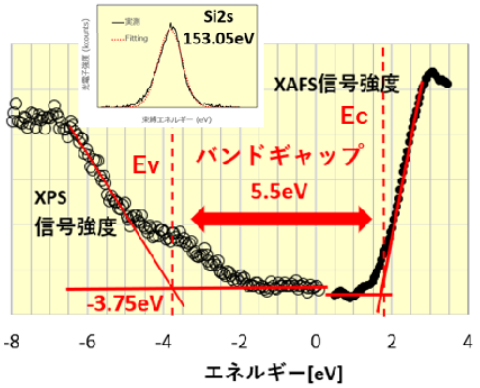


図 2.軟 X 線による絶縁膜の評価結果

結果

図 1 に Ga3s(GaN)と Si2s(SiNx)の HAXPES 測定結果を示す。この Si2s の準位を基準とし、軟X線測定による Si2s/価電子帯、Si2s/伝導帯の準位差から Ga3s を基準にした SiNx の価電子帯、伝導帯の準位を決定した。図 2 は、XPS 及び XAFS 分析の結果を示す。XPS では SiNx の Si2s などの内殻準位及び価電子帯のエネルギーが得られ、一方、XAFS により内殻準位と伝導帯のエネルギー差が決定する。

各分析結果を組み合わせて得られた SiNx/GaN 界面のバンド構造の一例を図3に示す。今回得られた界面のバンドの相対関係は、別途、評価した界面リーク電流などの電気的特性の観点からも妥当なものと考えられる。

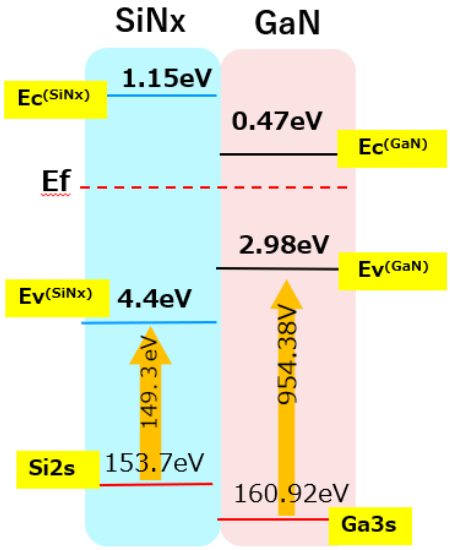


図 3.バンド位置の相対関係

[1] 牧山、他 住友電エテクニカルレビュー第 203 号 (2023)
[2] 安野 Spring-8 次世代先端デバイス研究会(第 2 回) (2015)
[3] 野村、他 次世代先端デバイス研究会(第 2 回) (2014)

研究分野: 産業利用　　技術分野: 光電子分光

HAXPESを活用した化合物半導体の評価

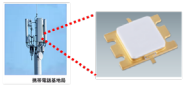
住友電気工業（株）　井崎 学、斎藤 吉広

2023B5030、2023B1966、2024A1685、2024A2304

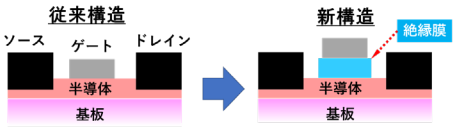
GaN-HEMTの特徴と課題

特徴

・材料的な特徴：ワイドギャップ、高移動度、格子定数、etc.
・Siでは困難なトランジスタ機能(高出力&高周波用など)を実現



HEMT構造

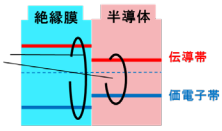


・高誘電率のゲート絶縁膜を挿入
→絶縁耐圧＆利得を向上、ゲートリーク低減

本研究では

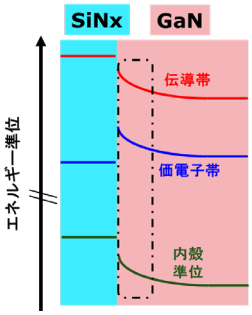
デバイス設計において重要なバンドアライメントの評価手法の確立を目指す（SiNx/GaNを例として）

相対関係が重要



測定の課題

絶縁膜付き試料の評価が必須

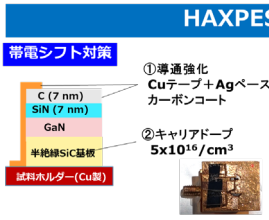


課題

- 分析深さの異なる方法が必要 — 軟X線、HAXPESの併用
- 帯電シフト対策 / バンド曲がり — 「HAXPESによる測定」参照
- 価電子帯測定困難（半導体側） — 下記文献データ[1]を使用
  バンドシフトの量は軌道無依存かつキャリア濃度無依存（価電子帯、伝導帯を含）

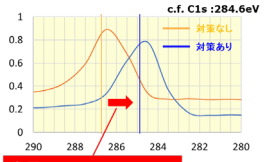
HAXPESによる測定

帯電シフト対策



①導通強化
Cuテープ＋Agペースト、カーボンコート

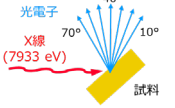
②キャリアドープ
$5\times10^{16}/cm^3$

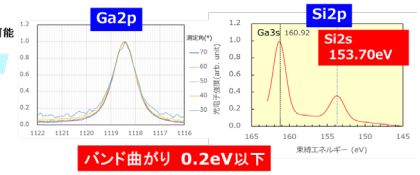


帯電シフト 0.1eV以下

バンド曲がりとSi2s

BL09XU：一括角度分解測定可能

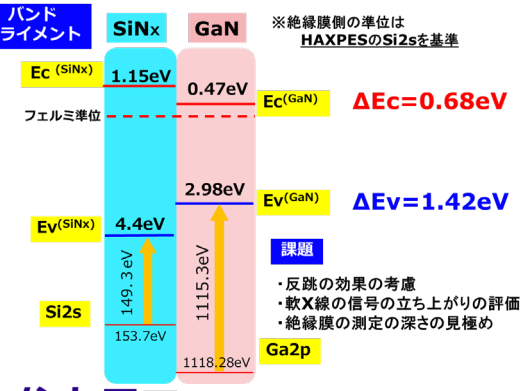




バンド曲がり 0.2eV以下

結果と課題

バンドアライメント



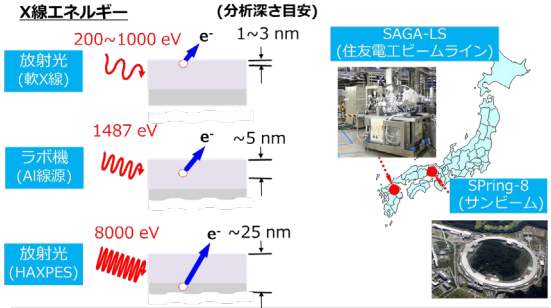
課題

・反跳の効果の考慮
・軟X線の信号の立ち上がりの評価
・絶縁膜の測定の深さの見極め

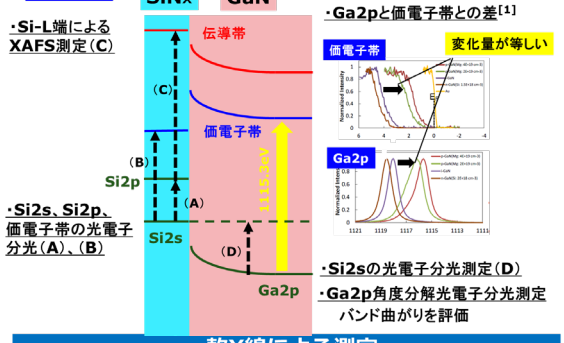
放射光分析(光電子分光)の活用

放射光のメリット

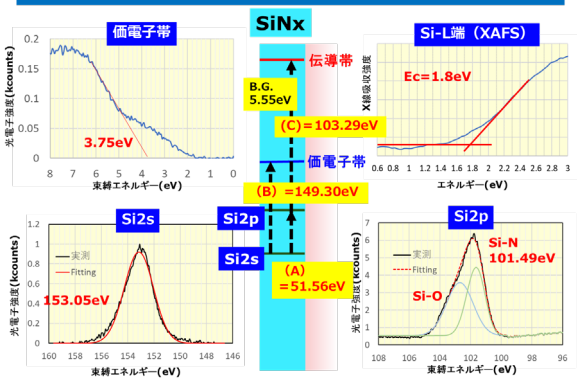
・分析したい深さに応じてX線エネルギーを変更可
・3つの手法を使い分けできる体制構築 (社内装置⇔放射光)



測定の原理



軟X線による測定



まとめ：化合物半導体デバイス開発に放射光分析を活用

■バンドアライメントを評価方法の確立

・次世代デバイスの開発にむけ絶縁膜付きの半導体のバンドアライメントの測定方法を検討
・帯電シフトを抑制、バンド曲がりの影響が小さいことを確認
・半導体部をHAXPES, 絶縁膜部に軟X線を用いることで、バンドアライメントを得る方法を構築

謝辞：放射光分析は以下の課題Noで実施しています

・SPring-8(HAXPES@BL16XU、BL09XU)
2023B5030、2023B1966、2024A1685、2024A2304
・SAGA-LS(XPS＆XAFS@BL17)
SEI2023B-006, SEI2024A-006

住友電工
Connect with Innovation

[1] 富士通　野村, 他, 第2回 次世代先端デバイス研究会 (2015)

SUMITOMO ELECTRIC GROUP

P08 / S-06

2022B5360, 2023A5360
BL16B2

CO_2 電解セルのオペランド X 線ラジオグラフィ観察

株式会社東芝　沖　充浩, 藤原　直也, 山際　正和, 吉木　昌彦

はじめに　2050 年カーボンニュートラルの実現に向けて、CO_2を電気が関与する化学反応(電気化学反応)により有価物に変換して有効利用する技術の開発が進められている。CO_2 を有価物である資源に変換するためには、陽極と陰極を有し、電極表面で化学反応を起こす電気化学セルが用いられる。これまでの技術開発では、電源として電力系統に分散される多様な再生可能エネルギーを用いて、電気化学セルに電圧をかけ、水溶液に溶け込ませた微量の CO_2 を有価物に変換する方法がとられていたが、水溶液に溶け込ませることができる CO_2 の量が少なく、変換反応が停滞し、電気化学反応の反応速度を示す電流密度が小さくなるという課題があった。より多くの CO_2を高速で変換するために、電気化学セルを増やす方法があるが、設置の場所やコストに制約が生じるため、実用化には、電流密度を向上させ、省スペース・低コストを実現しつつ、変換量を増やすことが求められている。そこで我々は、電流密度を大幅に向上させるために、反応時に CO_2 を水溶液に溶かし込むことなく気体の状態のまま直接利用できる触媒電極を用いた電解セルの開発を進めており、固体(触媒)、気体 (CO_2)、液体(水)の三相を同時に反応させる三相界面反応が可能な触媒電極を独自開発した。この触媒電極に、気体のままの CO_2 と水を同時に反応させることで、CO_2 の直接利用に成功し、高い変換速度を実現している。この電解セルの性能を左右する要因の一つがセル内の液体移動制御で、電解液が満たされているアノード室から隔膜を介してカソード室へ電解液が染み出すと、副反応によって水素発生が増長するため、運転中のセル内の液体の移動を観察し、セル性能との相関を明らかにする必要がある。本研究では、CO_2 電解の効率向上を目的として X 線ラジオグラフィ観察が可能な構造の CO_2 電解セルを製作し、アノードおよびカソード内部の物質の識別やその移動をオペランド観察できるか検証した。

実験　オペランド X 線ラジオグラフィ用に製作した CO_2 電解セルは、断面 1 mm×1 mm の 5 段に折り返した溝を設けたカーボン製の流路板 2 枚を、電極と隔膜を挟んで対向させた構造で、流路部分の大きさは約 10 mm 角である。流路内部の物質の移動をセルの側面および平面方向から観察できるよう、X 線が透過する方向には電極と流路板以外の構造ができるだけ含まれないよう設計した。X 線ラジオグラフィの測定エネルギーは 15 keV で、高次光の影響を抑えるため強度 50%にデチューンし、セル位置でのビームサイズは縦 4 mm×横 3 mm である。X 線カメラは XSight Micron LC(Rigaku)と 5 倍レンズの組み合わせで、画素サイズは 1.29 μm角、最大視野は 2.64 mm 角、またセルからカメラ前端までのカメラ長は約 100 mm、露光時間は 300 ms とした。測定はセルの側面方向(CO_2 と電解液の流れに平行な方向)と平面方向について行い、アノードおよびカソードの各流路と電極層の奥行き方向を含む画像を撮影した。

結果　CO_2 電解セルを平面方向から観察した場合の X 線ラジオグラフィの透過像を取得したところ、約 2.6 mm 角の視野にはアノードおよびカソードの流路があり、触媒担持のための金属メッシュが影となってしまうため、そのままでは流路内の状態を観察することが困難であった。そこで運転前後の画像のずれを補正して規格化することで、透過率変化像を求めた(図 1)。その結果、金属メッシュの影響をほぼキャンセルすることが可能で、重なったアノードとカソードの流路内の物質を判別することが可能となった。これにより、アノード流路内の電解液中の気泡や、カソード流路内の液滴を区別して可視化することに成功した。

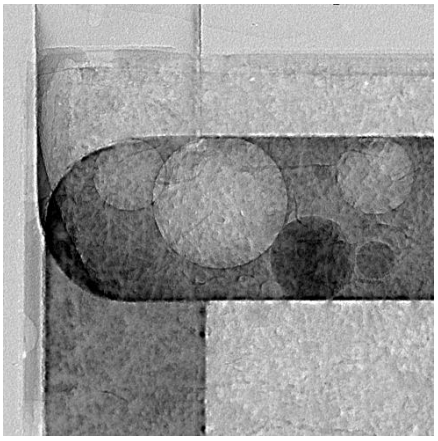


図 1 CO_2 電解セルの観察結果

研究分野：エネルギー・資源　　技術分野：X 線イメージング

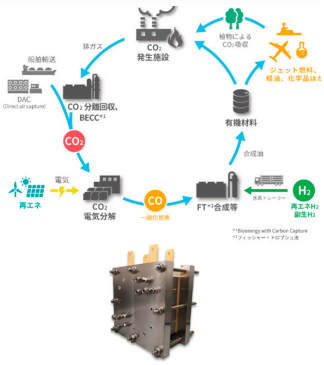
CO_2電解セルのオペランドX線ラジオグラフィ観察

株式会社 東芝　研究開発センター　沖 充浩, 藤原 直也, 山際 正和, 吉木 昌彦

はじめに

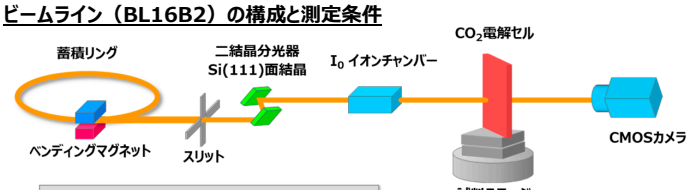
2050年カーボンニュートラルの実現に向けて、CO_2を電気が関与する化学反応（電気化学反応）により有価物に変換して有効利用する技術の開発が進められている。CO_2を有価物である資源に変換するためには、陽極と陰極を有し、電極表面で化学反応を起こす電気化学セルが用いられる。これまでの技術開発では、電源として電力系統に分散される多様な再生可能エネルギーを用いて、電気化学セルに電圧をかけ、水溶液に溶け込ませた微量のCO_2を有価物に変換する方法がとられていたが、水溶液に溶け込ませることができるCO_2の量が少なく、変換反応が停滞し、電気化学反応の反応速度を示す電流密度が小さくなるという課題があった。より多くのCO_2を高速で変換するために、電気化学セルを増やす方法があるが、設置の場所やコストに制約が生じるため、実用化には、電流密度を向上させ、省スペース・低コストを実現しつつ、変換量を増やすことが求められている。

そこで我々は、電流密度を大幅に向上させるために、反応時にCO_2を水溶液に溶かし込むことなく気体の状態のまま直接利用できる触媒電極を用いた電解セルの開発を進めており、固体（触媒）、気体（CO_2）、液体（水）の三相を同時に反応させる三相界面反応が可能な触媒電極を独自開発した。この触媒電極に、気体のままCO_2と水を同時に反応させることで、CO_2の直接利用に成功し、高い変換速度を実現している。この電解セルの性能を左右する要因の一つがセル内の液体移動制御で、電解液が満たされているアノード室から隔膜を介してカソード室へ電解液が染み出すと、副反応によって水素発生が増長するため、運転中のセル内の液体の移動を観察し、セル性能との相関を明らかにする必要がある。本研究では、CO_2電解の効率向上を目的としてX線ラジオグラフィ観察が可能な構造のCO_2電解セルを製作し、アノードおよびカソード内部の物質の識別やその移動をオペランド観察できるか検証した。

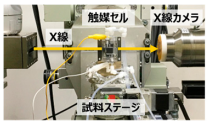


実験

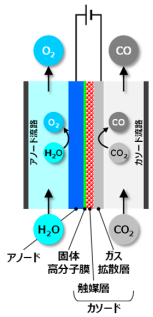
ビームライン（BL16B2）の構成と測定条件

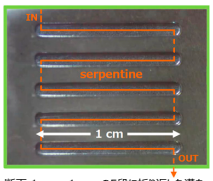


モノクロメータ：	Si(111)面 二結晶分光器
照射エネルギー：	15 keV（50%デチューン）
ビームサイズ：	H4×W3 mm
カメラ：	Xsight Micron LC（Rigaku製）
レンズ：	5倍
最大視野：	H2.64×W2.64 mm（129 μm/pixel）
カメラ長：	約100 mm
露光時間：	300 ms



オペランドX線ラジオグラフィ観察用CO_2電解セルの構成



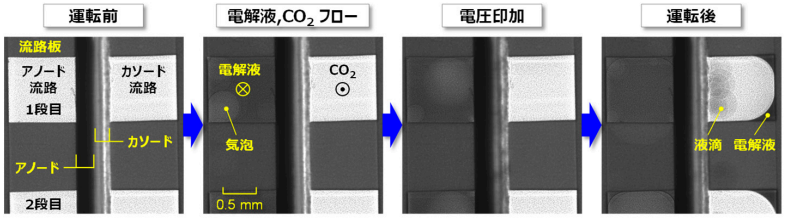


断面 1mm×1mm の5段に折り返した溝を設けたカーボン製流路板2枚を、電極と隔膜を挟んで対向させた構造
（流路部分の大きさは約10mm角）

流路内部の物質の移動を
セルの側面および平面方向から観察

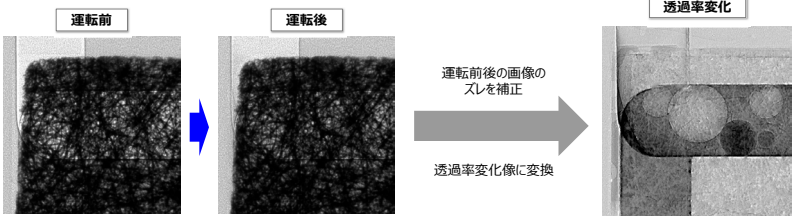
結果

セル側面方向からの観察結果



電解液中の気泡の発生やカソード側への電解液の染み出しをリアルタイムで観察可能

セル平面方向からの観察結果

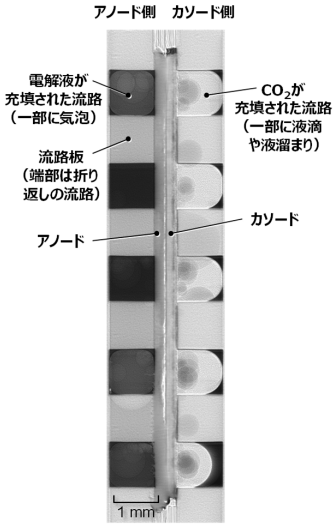


触媒担持のための金属メッシュが影となりそのままでは観察困難

電解液中の気泡やカソード流路内の液滴を識別可能に

全流路の観察結果（運転前後の透過率変化）

撮影位置を2mmずらして得た透過像を繋ぎ合わせて作成



おわりに

オペランドX線ラジオグラフィ観察用のCO_2電解セルを作製し アノード/カソード内部の物質の識別やその移動を観察可能であることを確認
X線透過率の違いにより電解液中の気泡やCO_2中の液滴を識別可能であり 運転中の各流路内部の様子をリアルタイムで観察可能
→電極層への電解液侵入量の定量化やその時間変化などを詳細に解析することで CO_2電解セルの更なる効率向上に活用可能

TOSHIBA

P41 / S-07

2019B5142
BL16XU

サンビームの HAXPES 装置

株式会社東芝　吉木 昌彦

はじめに　サンビーム共同体の HAXPES 装置は 2013 年末に導入され、2014A 期に基本機能の立ち上げを完了、各社利用を開始し[1]、今年で稼働 10 年目を迎えた。装置構成としては、当時の共用ビームラインで実績のある仕様をベースに産業利用に適した基本性能および独自機能を盛り込んでおり、さらにその後も試料導入時間を短縮するための改造や試料帯電の緩和に有効な X 線シャッターの導入、制御・検出系の更新などを進め、現在も高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。本発表では、これらの特長や装置性能の詳細とともに、この 10 年間のサンビーム共同体での研究例を紹介する。

装置の特長　共同体各社の様々なニーズを踏まえ、産業利用で必要となる以下の独自機能を実現した(図 1-4)。

1) 25 μm 集光 X 線による斜入射配置/全反射測定 → 高感度測定、全反射/非全反射を利用した深さ方向分析
2) 58 mm 大型試料ホルダー＋自動試料ステージ → 試料導入時間の短縮、大型試料/多試料対応、終夜自動測定
3) 電子・イオン併用の高性能帯電中和システム → 絶縁物試料を含む幅広い試料に対応
4) 搬送ベッセルによる大気非曝露導入 → リチウムイオン二次電池電極など大気中で劣化しやすい試料に対応
5) アッテネータによる検出器飽和の抑制 → 主成分から微量元素まで高精度測定、X 線照射試料損傷の低減
6) 5 端子の電圧印加用試料ホルダー/スロット → 4 端子法を用いた高精度な電圧印加測定に対応

装置の性能　図 5 に斜入射配置を利用した高感度測定の例を示す。試料は As を極浅イオン注入した Si ウエハで、励起エネルギー 8 keV、X 線視射角 2°、光電子検出角 88° で測定を行い、0.005 原子層に相当する $5\times10^{12}/cm^2$ と極微量の As についても結合状態分析が可能である。

[1] 吉木、サンビーム年報・成果集, vol.4, 14 (2015).

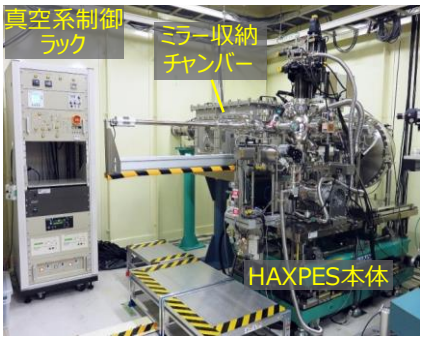


図 1. サンビーム HAXPES 装置

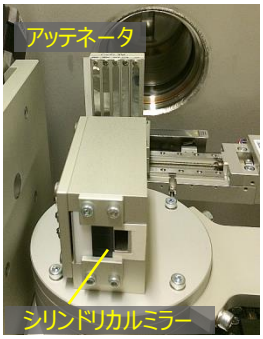


図 2. アッテネータ

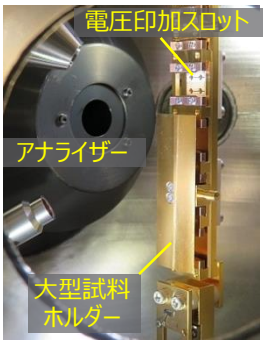


図 3. 大型試料ホルダー

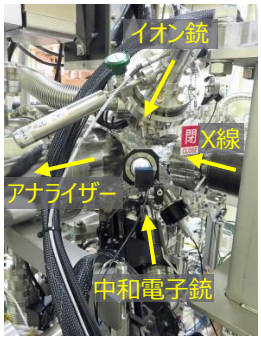


図 4. 帯電中和システム

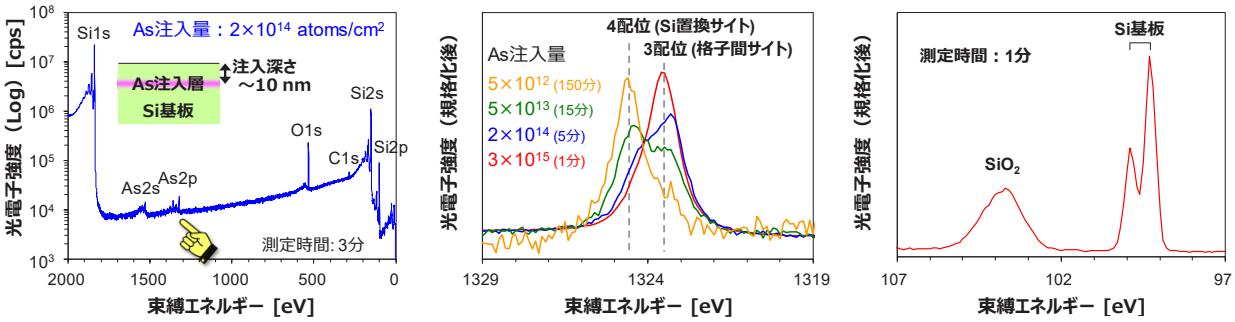


図 5. As イオン注入 Si の HAXPES スペクトル(左からワイド、As2$p_{3/2}$ピーク、Si2pピーク)

研究分野：(産業利用)その他　　技術分野：光電子分光

TOSHIBA

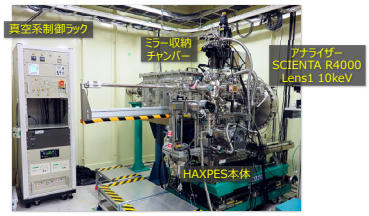
サンビームのHAXPES装置

（株）東芝　研究開発センター　　吉木 昌彦

概要

サンビーム共同体のHAXPES（硬X線光電子分光法）装置は2013年末に導入され、2014A期の各社利用開始から今年で稼働10年を迎えた。導入当時に共用ビームラインで実績のあった仕様をベースとして、産業利用に適した独自機能と基本性能を備えた装置設計となっており、その後も試料導入時間を短縮するための改造や試料帯電の緩和を狙ったX線シャッターの導入、制御・検出系の更新などを行い、現在も高スループットで使い易い装置として各社の研究開発に活用されている。本発表では、これらの特長や装置性能の詳細とともにサンビーム共同体での研究例を紹介する。

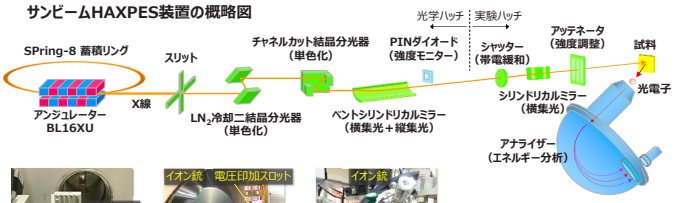
＊詳しくはサンビーム共同体ホームページ（https://sunbeam.spring8.or.jp/）の「研究成果」をご覧ください

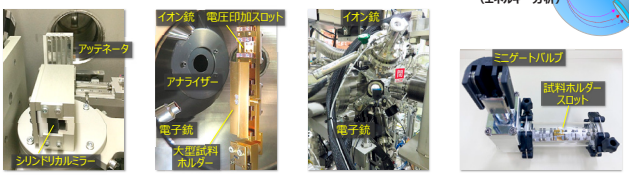


特長

- 25 μmに集光されたX線により、斜入射配置での高感度測定および全反射測定が可能
- 最短導入時間5分、58×20 mmの大型試料ホルダーと自動測定機能により、多数の試料を効率よく測定可能
- 電子銃とイオン銃を組み合わせた帯電中和システムにより、絶縁物を含む幅広い試料に対応
- 試料搬送ベッセルを用いた真空・不活性ガス雰囲気下での試料導入に対応
- アッテネータを用いた検出器の飽和抑制により、主成分から微量元素まで高い精度で測定可能
- 5系統の電流導入に対応した電圧印加試料ホルダーにより、4端子法を用いた精密な電圧印加測定が可能

サンビームHAXPES装置の概略図

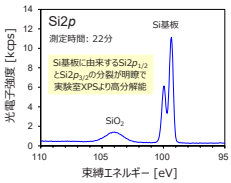




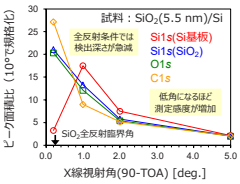
シリンドリカルミラー&アッテネータ　　大型試料ホルダー&電圧印加スロット　　電子・イオン併用帯電中和システム　　大気非曝露搬送ベッセル（ガラスver.）

性能

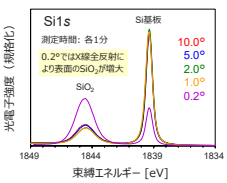
- 測定感度・エネルギー分解能（試料：Au）
  Au4$f_{7/2}$ピーク高さ ＞ 300 kcps
  フェルミ端幅（16-84%）＜ 0.24 eV
- 励起X線
  利用可能エネルギー：　6, 8, 10 keV
  ビームサイズ：　水平～25 μm, 垂直～27 μm
  ⇒ 高感度に有利な斜入射配置でもスポットが小さい



SiO_2(5.5nm)/SiのSi2p



斜入射測定における感度向上



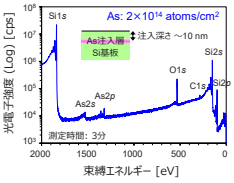
X線全反射による深さ方向分析

研究例

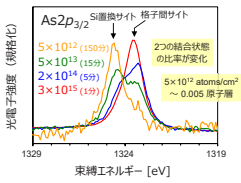
■斜入射配置による極微量Asの高感度結合状態分析

深さ10 nm付近にイオン注入された0.005原子層レベルの極微量Asの結合状態を非破壊で分析。注入量が多くなると、Si格子の破壊が進んで結晶性が低下し、格子間サイトのAsが増加することを示した。

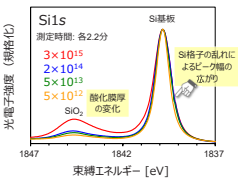
ref.) 吉木, サンビーム年報・成果集, Vol.4, 17 (2015).



As注入Siのワイドスペクトル



As注入量によるAsの変化

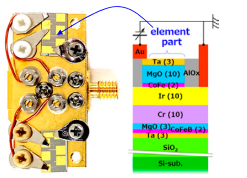


As注入量によるSiの変化

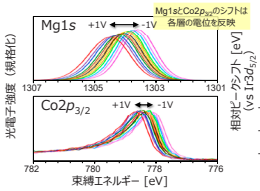
■電圧印加測定による次世代メモリの深さ方向電位解析

電圧制御型磁気抵抗メモリと同様の積層構造で測定用素子パターンを作製し、上下電極間の印加電圧を変えながらオペランド測定を実施。電圧に依存したピークシフト量から各層の電位を非破壊で解析し、MgO/CoFe界面にダイポールが生成する可能性を探った。

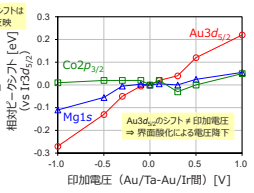
ref.) 藤井ほか, SPring-8/SACLA利用研究成果集, **8**, 149 (2020).



電圧印加測定用試料



各層に由来するピークの電圧依存

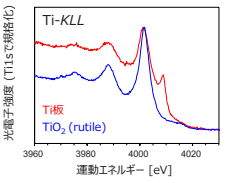


ピークシフトによる各層の電位解析

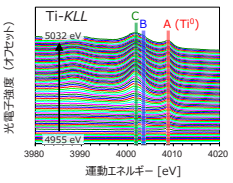
■オージェ電子収量法による化学状態選別XAFS分析

表面酸化したTi板で励起エネルギーを変えながらTi-*KLL*オージェピークを測定し、TiおよびTiO_2に由来する成分の励起エネルギー依存から、化学状態別のXAFSスペクトルが得られることを確認した。チャネルカット分光器を退避して測定感度を優先し、短時間でS/Nの高いデータが得られた。

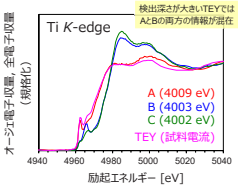
ref.) 横溝, SPring-8/SACLA利用研究成果集, **10**, 545 (2022).



化学状態によるオージェピークの違い



Ti-*KLL*の励起エネルギー依存



化学状態選別 Ti *K*-XAFS

S-08

2022A5370、2022B5370、2023A5370、2023B5370
BL16B2,

放射光を用いた反射 X 線トポグラフィによる GaN 基板の評価

名古屋大学　兼近将一
(株)豊田中央研究所　山口聡、岸田佳大、伊勢川和久、北住幸介、木本康司

はじめに:　縦型 GaN パワーデバイスの実用化には、高品質な GaN 基板が必要である。市販の GaN 基板の転位密度は 10^5～10^6/cm^2 であり、刃状、らせん、混合転位が多数含まれている。これまでの研究より、転位種ごとにデバイス特性への影響は異なる[1]ことが知られており、非破壊かつ高速で転位種を分類する方法が求められている。その方法として、反射 X 線トポグラフィが有望である。本研究では、放射光による単色 X 線および高解像度デジタル X 線カメラを活用し、反射 X 線トポグラフにより得られた転位のスポットサイズのみに着目して、転位種の同定を検討した。

実験:　アモノサーマル法によって成長された GaN 結晶を用いた。SPring-8 の放射光(BL16B2)を用い、回折条件としては 0008 反射を用いた(Fig.1)。今回、狙った場所を高い解像度で観察するため、X 線カメラ(XSight MicronTM LC)を用いた。トポグラフ像における転位スポットサイズは転位周辺の歪場を反映しているため、バーガースベクトルの大きさを反映している。今回、スポットサイズと転位種の相関を調べるため、エッチピット形成および LACBED を行った。

結果:　Fig.2 にトポグラフ像とエッチピットの顕微鏡写真を示す。トポグラフ像のスポットとエッチピットの位置は対応している。今回、トポグラフ像において大サイズの L3 と中サイズの M3 に着目した。断面 TEM および LACBED で観察したところ、L3 は混合転位(2a + 2c)、M3 は混合転位(1a + 1c)であった。トポグラフ像におけるスポットサイズによりバーガースベクトルの異なる転位種の分類を示すことができた。

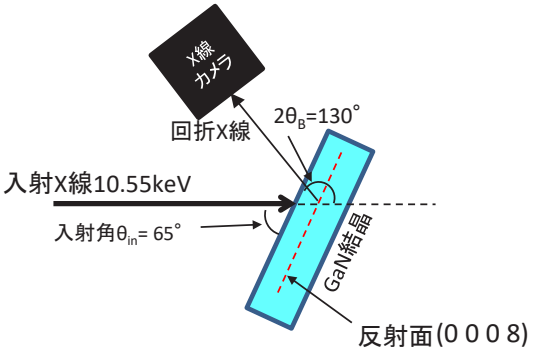
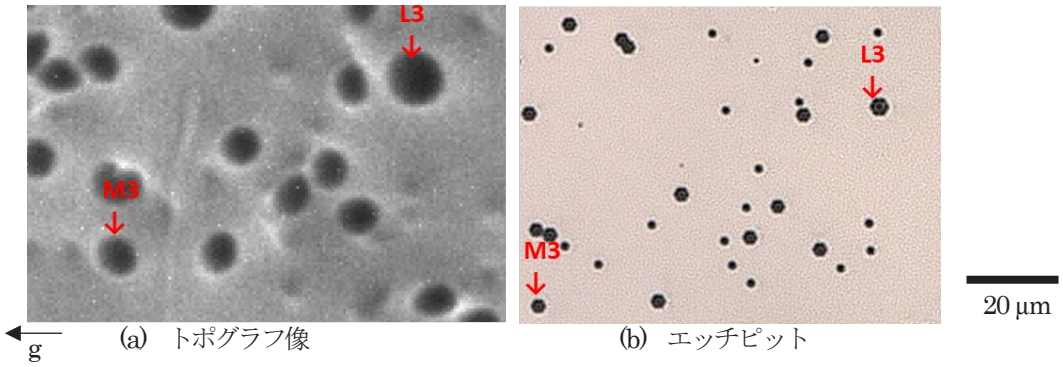


Fig.1　反射 X 線トポグラフの測定系の概略図



(a)　トポグラフ像　　(b)　エッチピット

Fig.2　トポグラフ像とエッチピット

参考文献 [1] T. Narita et al., scientific reports (2022) 12:1458.

2022A5370、2022B5370、2023A5370、2023B5370
BL16B2

放射光を用いた反射X線トポグラフィによるGaN基板の評価

Evaluation of a GaN substrate by reflective X-ray topography using synchrotoron radiation

名古屋大学　兼近将一
（株）豊田中央研究所　山口聡 岸田佳大 伊勢川和久 北住幸介 木本康司
Masakazu Kanechika, Nagoya University
Satoshi Yamaguchi, Yoshihiro Kishida, Kazuhisa Isegawa, Kousuke Kitazumi, Yasuji Kimoto,
Toyota Central R&D Labs., Inc.

背景・課題

【背景】カーボンニュートラル社会の実現に向けて、窒化ガリウム(GaN)パワー素子が期待
①絶縁破壊電界が高い（3.3MV/cm　Siの10倍）
②電子移動度が高い（≧1400cm^2/Vs　Siと同程度）

【課題】市販GaN基板中は転位密度が高い
（ 10^5 ～10^6 /cm^2，1個/10～33 μm□に相当）
転位種ごとに漏れ電流量が異なる
⇒ 高速・非破壊で転位種を検出する手法が必要（反射X線トポグラフィが有望）

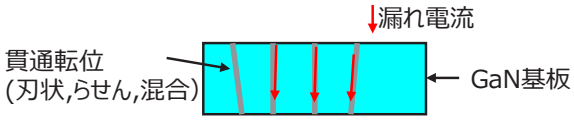


図1. GaN基板中の貫通転位

実験

- 評価結晶（図2）
  SixPoint社製(米国)のGaN結晶
  アモノサーマル法
- 測定（図3）
  SPring-8 BL16B2 背面反射配置
  X線カメラ（XSight Micron^{TM} LC）
  で観察
- エッチピット形成後、TEM/LACBED実施。

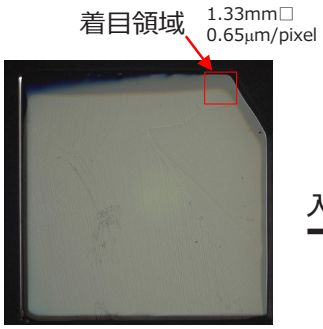


図2. GaN結晶
10mm x 10mm

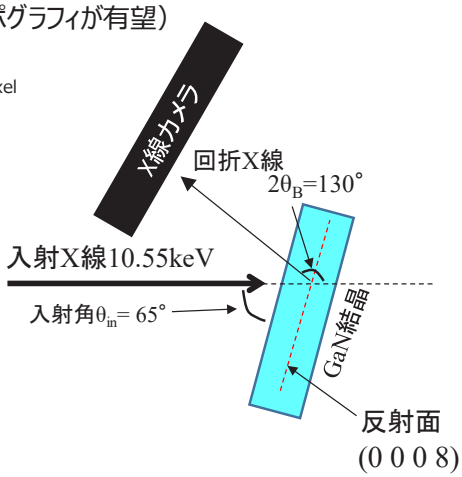


図3. X線トポグラフの測定系
BL16B2

結果

- 図４にトポグラフ像、図５にエッチピットを示す。トポグラフ像におけるスポットとエッチピットの位置は対応。
- トポグラフ像において大サイズ(L3)と中サイズ(M3)に対し、断面TEM/LACBEDを実施。
  L3は混合転位(2a+2c)、M3は混合転位(1a+1c)であった。他の結果も含め、表1にまとめる。
- トポグラフ像におけるスポットサイズにより、バーガースベクトルの異なる転位種を非破壊で分類可能である。
  今後は、純らせん転位などの分離方法を検討する。

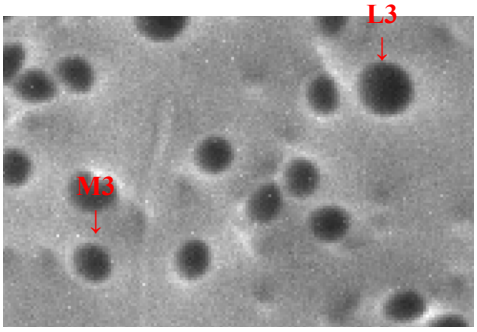


図4. トポグラフ像

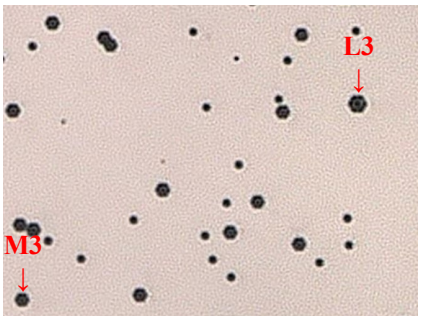


図5.エッチピット

表1. トポグラフ像上のスポットサイズとバーガースベクトルの関係

名前	スポットサイズ (mm)	転位種	*b*
S1	0	刃状	
M3	7.7	混合	1a+1c
L2	11.3	混合	1a+2c
L3	11.0	混合	2a+2c

S-09(SO-03)

2023A5071, 2023B5071
BL16XU

月面有人与圧ローバトランスミッション開発における放射光利用

高橋直子[1)]、小坂悟[1)]、磯村典武[1)]、大石敬一郎[1)]、佐野敏成[2)]
横山崇[3)]、松本康司[3)]、剱持伸朗[3)]、小原新吾[3)]、多田亜喜良[4)]、角谷真夕子[4)]、金子博之[4)]
[1)]㈱豊田中央研究所、[2)]トヨタ自動車㈱、[3)]（国研）宇宙航空研究開発機構(JAXA)、[4)]ENEOS㈱

月面有人与圧ローバ開発では、地球環境とは異なる月面環境特有の課題が多く存在する。例えば、月面は温度が−238℃から+120℃、圧力が 10^{-12} から 10^{-15} 気圧、宇宙放射線量が地球周回比の 2 から 3 倍と過酷な環境である。重力も地球の 1/6 であるため、潤滑用ポンプ機能への影響が大きい。また、宇宙レゴリスと呼ばれる磁気を帯びた細かく、尖鋭な月面砂の部品への噛み込み等も懸念される。とりわけトランスミッション開発では、真空および極低温下での潤滑が課題であり、ギヤや軸受摺動部の耐久性の向上、密閉性の高いオイルシールの開発等が必要である。中でも、オイルに関しては粘度を下げることで凝固が回避できるが、油膜形成性の低下により金属同士の接触が増加し、焼付きや疲労損傷が起こりやすくなる。さらに、これまでの宇宙探査機にはない 10 年、10000 km 以上の長距離探査においてもトランスミッションを正常に機能させ続けなければならない。

そこで、トランスミッションの摺動摩擦面にオイル添加剤由来の被膜を生成させ、保護機能を持たせることで耐摩耗、性、耐焼付き性および耐疲労性の向上を試みている。被膜を機能させるためには、膜厚、組成、化学状態、基材の疲労（変質）などの詳細を分析し、把握する必要がある。

硫黄−リン系極圧剤を添加した Oil SP、真空での極圧剤の揮発を考慮した Oil P、代替硫黄−リン系極圧剤を添加した Oil SP2 のいずれも低粘度オイルを 80℃に加熱し、大気圧または 10^{-1}〜10^{0} Pa の真空環境下にてピンオンディスク摩擦試験を行った。摩擦速度は 0.5 m/s、摺動距離は 10.8 km、荷重は 5 N、最大面圧は 1.3 GPa であった。摩擦試験の結果、Oil SP では真空環境下において摩耗が大きかったが、Oil P と Oil SP2 では摩耗が抑制された。

次に、摩擦試験後の摺動部に生成した被膜を放射光を含む各手法で分析した。HAXPES 分析は SPring-8 の BL16XU（サンビーム）にて入射 X 線エネルギー7.942 keV、Take off angle 85° の条件で実施した。図 1 に HAXPES による各オイル摺動部における被膜中の硫黄の濃度とスペクトルを示す。真空環境下において Oil SP に対し、Oil P と Oil SP2 の被膜では硫黄が増加しており、硫黄のスペクトルより化学状態は硫化鉄と推察された。この結果から、ある種の硫化鉄が摩耗の抑制に効果がある可能性が推察された。

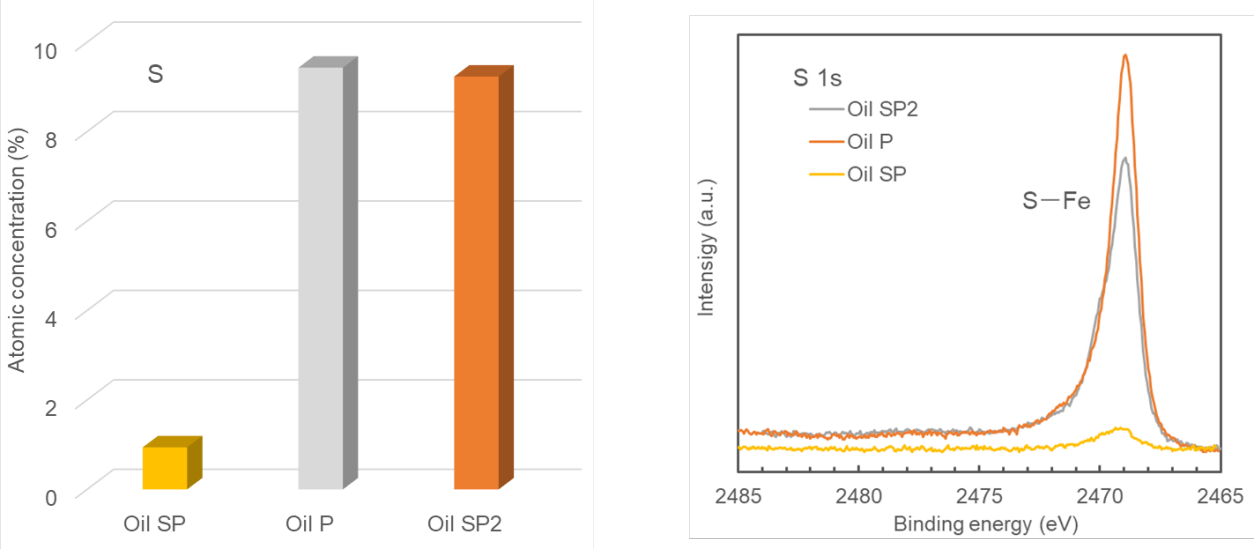
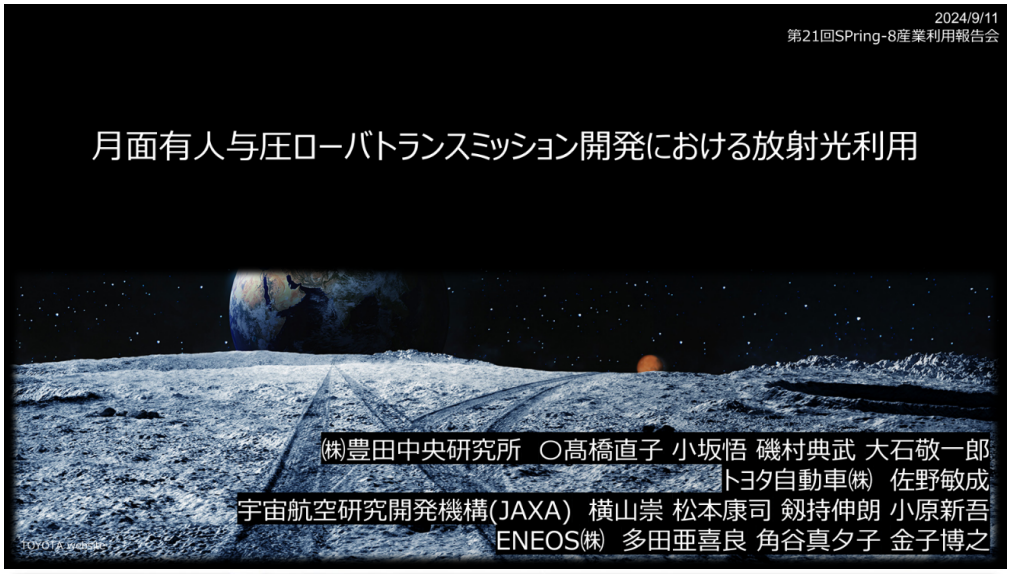
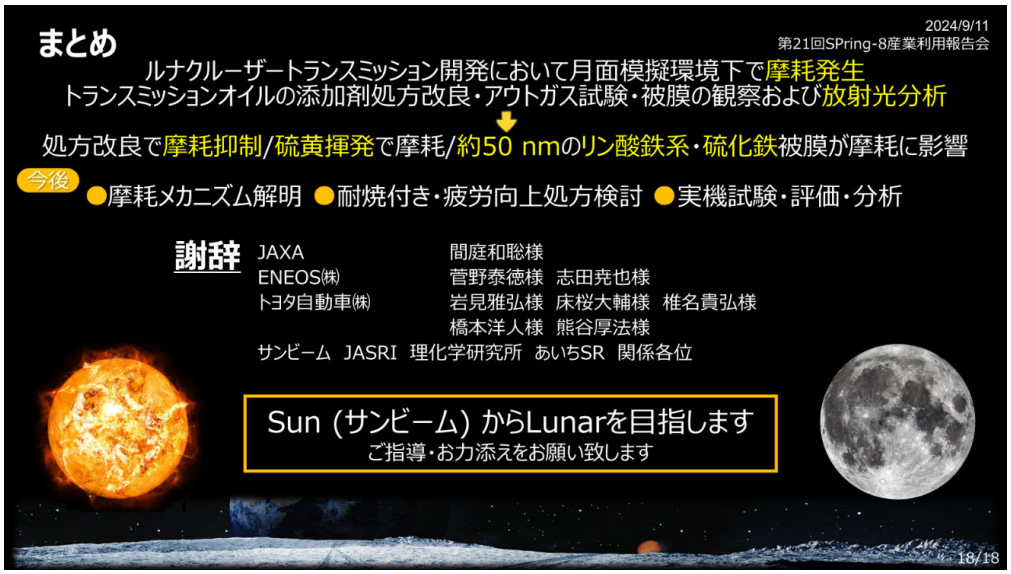


図 1　HAXPES による被膜中の硫黄の濃度（左）および硫黄スペクトル（右）

研究分野：その他

技術分野：光電子分光





ルナクルーザーイメージ動画 https://youtu.be/W56soAx7yvw

Part 4　サンビーム成果発表一覧

2023 年度下期～2024 年度上期

発表形式

1 ：原著論文／博士論文／査読付きプロシーディングス
2 ：総説
3 ：査読なしプロシーディングス
4 ：単行本
5 ：賞
7 ：その他の出版物
8 ：招待講演
9 ：口頭／ポスター発表（サンビーム研究発表会を含む）
10 ：SPring-8 利用研究成果集
11 ：公開技術報告書
12 ：プレス発表／取材（新聞、テレビ、雑誌等々マスコミ関係取材）

SB No.　　：サンビーム成果登録番号
JASRI No.　：JASRI 研究成果番号

サンビーム成果発表一覧　発表形式　1, 10, 11

発表形式	SB No.	JASRI No.	実験課題番号	題目 発表先［日付］	筆頭者氏名 会社名
1	1554	46186	2021B5070	Understanding the Reaction Mechanism and Kinetics of Photocatalytic Oxygen Evolution on CoOx-loaded Bismuth Vanadate The Journal of Chemical Physics 巻 159 号 21 発行年 2023 頁 214706	松本 吉泰 (財)豊田理化学研究所
10	1556	46274	2021A5081, 2021A5082, 2021B5080	弾性または非弾性散乱オージェ電子計測によるX線吸収微細構造 SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 11 号 6 発行年 2023 頁 415-418	小林 裕 日亜化学工業(株)
10	1557	46275	2021A5500	サンビームにおける共焦点X線回折用スパイラルスリットの性能評価 (2) SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 11 号 6 発行年 2023 頁 419-425	北原 周 (株)コベルコ科研
1	1558	46322	2021A5051, 2022A5051	Stress Measurement of Stainless Steel Piping Welds by Complementary Use of High-Energy Synchrotron X-rays and Neutrons Quantum Beam Science 巻 8 号 1 発行年 2023 頁 1	三浦 靖史 (一財)電力中央研究所
1	1559	46356	2022B5070, 2023A5070, 2022A5371, 2022B5371, 2023A5371	Facile Synthesis of Electrocatalytically Active Cu/graphite using the Negative Electrode of Spent Li-ion Batteries Green Chemistry 巻 26 号 4 発行年 2024 頁 2190-2197	板原　浩 (株)豊田中央研究所
11	1560	46370	2017B3381, 2018B3286, 2018A5390, 2019B5090, 2021B5091	放射光X 線を用いた燃料電池触媒の電子状態解析 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 2 発行年 2023 頁 49-54	伊藤 孝憲 (株)日産アーク
1	1561	46424	2017A5330	XAFS Analysis of Sulfuric Acid Solution Related to the Effect of Te and Sb in Suppressing the Disproportionation Reaction of Mn3+ in Mn/Ti Redox Flow Cells Electrochemistry 巻 号 発行年 2024 頁 Online published Feb. 3, 2024	飯原　順次 住友電気工業(株)
10	1564	46501	2022A5031	スパイラルスリットを用いた高分子評価の検討 SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 12 号 1 発行年 2024 頁 50-54	徳田 一弥 住友電気工業(株)
1	1567	46563	2021A5040	Local Defect and Mid-Gap State Analysis of GaN using Monochromated EELS Combined with Nanodiffraction and Atomic-Resolution Imaging APL Materials 巻 12 号 3 発行年 2024 頁 031101	山下 俊介 ソニーグループ(株)
11	1570	46683	2020A5111, 2021B5110, 2021B5410, 2022A5110, 2022A5410, 2022B5110, 2022B5410, 2023A5110, 2023A5410	インフォマティクスを活用した放射光データの解析[2] サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 1 発行年 2024 頁 41-44	土井 修一 富士通株式会社
11	1571	46722	2020A5432, 2021A5132, 2022A5431, 2023A5130	レーザーエネルギー密度を振り分けて作製したTiシリサイドの状態解析 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2024 頁 30-33	今澤 貴史 三菱電機(株)
11	1572	46725	2019B5430, 2021A5430, 2021B5431, 2022A5430, 2022B5430, 2023A5430	放射光を利用したβ-Ga2O3中の結晶欠陥の構造解析 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2024 頁 34-40	中村　勇 三菱電機(株)
11	1573	46726	2021A5133, 2021B5133	放射光 X 線回折・散乱を用いた溶剤ストレスクレージング機構解析 サンビーム年報・成果集(SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2023 頁 27-28	永野 千草 三菱電機(株)

サンビーム成果発表一覧　発表形式　1, 10, 11

発表形式	SB No.	JASRI No.	実験課題番号	題目 発表先［日付］	筆頭者氏名 会社名
11	1574	46737	2021A5311, 2021B5311, 2022A5311, 2022B5311	焼却主灰削減に関わるPb化合物形態の分析(1) サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2024 頁 106-108	尾角 英毅 川崎重工業(株)
11	1575	46750	2022B5360, 2023A5360	CO2電解セルのオペランドX線ラジオグラフィ観察 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 号 13 発行年 2024 頁 65-68	沖 充浩 (株)東芝
11	1576	46751	2021A5060, 2021B5060, 2022A5060, 2023A5060	硬X線光電子分光法によるリチウムイオン二次電池正極の劣化原因の解明 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2024 頁 69-72	吉木 昌彦 (株)東芝
11	1578	46812	2022A5080, 2022A5080, 2022B5080, 2023A5080	非弾性散乱オージェ電子計測によるX線吸収微細構造 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2024 頁 61-64	小林 裕 日亜化学工業(株)
1	1579	46902	2023A3684, 2023A5050	二重露光法のための相互相関アルゴリズムによる回折角度決定 材料 (Journal of the Society of Materials Science, Japan) 巻 73 号 4 発行年 2024 頁 286-292	鈴木 賢治 (一財)電力中央研究所
1	1580	47053	2022A5012, 2022B5012	The Oxidation Behaviors of NiCoCrAlY Coatings After Pre-Oxidation Treatment During High-Temperature Oxidation at 800 ℃ and 900 ℃ High Temperature Corrosion of Materials 巻 101 号 3 発行年 2024 頁 511-527	根上　将大 川崎重工業(株)
11	1581	47117	2021A5051, 2021B5052, 2022A5051, 2023A5050	ガスタービン遮熱コーティングにおける熱成長酸化物層応力の予測 サンビーム年報・成果集 (SUNBEAM Annual Report with Research Results) 巻 13 号 発行年 2023 頁 79-83	野口 真一 (一財)電力中央研究所
10	1582	47395	2020A5031	金属板の高温変形挙動解析 SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 12 号 4 発行年 2024 頁 233-238	徳田 一弥 住友電気工業(株)
10	1583	47396	2020A5440	サンビームにおける硬X線XAFSラウンドロビンテスト結果 SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 12 号 4 発行年 2024 頁 239-242	沖 充浩 (株)東芝
10	1584	47399	2021A5010, 2021B5010, 2022A5010, 2023A5010	Ti-6Al-4V製レーザ肉盛部のX線回折による残留応力評価 SPring-8/SACLA利用研究成果集 (SPring-8/SACLA Research Report) 巻 12 号 4 発行年 2024 頁 246-252	渡邊　健太郎 川崎重工業(株)
1	1591	47556	2022A5012, 2022B5012, 2023A5012, 2023B5012	産業用ガスタービンエンジンに適用される遮熱コーティングの耐久性向上に関する研究 Doctoral Thesis (The University of Tokyo) 東京大学　博士論文　2024	根上 将大 川崎重工業(株)
1	1597	47625	2022B5070, 2022B5371, 2023A5070, 2023A5371	Synthesis of a Mesoporous SnO2 Catalyst Support and the Effect of Its Pore Size on the Performance of Polymer Electrolyte Fuel Cells ACS Applied Materials & Interfaces 年,号,巻,頁:2024, 16, (8), 10295-10306	稲葉　正哲 (株)豊田中央研究所

サンビーム成果発表一覧　発表形式　2～9, 12

発表形式	SB No.	JASRI No.	実験課題番号	題目 発表先［日付］	筆頭者氏名 会社名
9	1550	46019	2021B5400	Fabrication and Characterization of Oxysulfide Y2Ti2O5S2 Photoelectrode Thin Film for Solar Water Splitting European Material Research Society 2023 Spring Meeting 開催日 2023.05.29-06.02 開催都市 Strasbourg, France	深谷 直人 (株)日立製作所
8	1551	46020	2020A5400	電解液内濃度分布を始めとする放射光を用いた蓄電池現象の解析 第411回 電池技術委員会 開催日 2023.06.09 開催都市 Tokyo, Japan	高松　大郊 (株)日立製作所
7	1552	46021	2020A5400	電解液内濃度分布を始めとする放射光を用いた蓄電池現象の解析 電池技術 (Battery Technology) 巻 35 号 発行年 2023 頁 178-188	高松　大郊 (株)日立製作所
9	1553	46023	2021A5400	PLD法による酸硫化物光触媒材料Y2Ti2O5S2の薄膜化 秋季　応用物理学会学術講演会 開催日 2021.09.10-09.13 開催都市 Online	中村　圭吾 (株)日立製作所
9	1555	46250	2022A5131, 2022B5133	Electron State Analysis under Al2O3 Gate Oxide Film in EID AlGaN/GaN MOS-HEMT The 14th International Conference on Nitride Semiconductors (ICNS-14) 開催日 2023.11.12-11.17 開催都市 Fukuoka, Japan	清井 明 三菱電機(株)
9	1562	46439	2022A5131, 2022B5133	EID AlGaN/GaN MOS-HEMTにおけるAl2O3ゲート酸化膜直下の電子状態解析 電子情報通信学会 電子デバイス研究会 開催日 2024.01.25-01.26 開催都市 Tokyo, Japan	南條 拓真 三菱電機(株)
8	1563	46449	2015B5030, 2015B1870, 2016A5031, 2016B5030, 2019A5030, 2019B5030, 2022A5030	住友電工における金属/樹脂界面の分析事例紹介 アルバック・ファイ　ユーザーズミーティング 開催日 2024.02.02 開催都市 Kyoto, Japan	久保 優吾 住友電気工業(株)
9	1565	46548	2022B5330, 2022A5330, 2021B5330	無電解銅めっきのXAFSその場測定の開発と価数評価 日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム 開催日 2024.01.10-01.12 開催都市 Himeji, Japan	高橋 美郷 住友電気工業(株)
2	1566	46556	2017B5330, 2018A5330	自動車用電線の高機能化を支える原子レベルの先端分析技術 住友電工テクニカルレビュー (Sumitomo Electric Technical Review) 巻 号 204 発行年 2024 頁 124-128	後藤 和宏 住友電気工業(株)
7	1568	46605	2020A7030, 2021A7030, 2021B7030, 2022A7008, 2022B5070, 2022B7008	コバルト、ニッケルフリーの高性能リチウムイオン電池正極材料を創発～マンガン系材料への非金属元素導入による長寿命化・高容量化を実証～ 豊田中央研究所 会社HP 巻 号 発行年 頁	馬原　優治 (株)豊田中央研究所
5	1569	46680	2014B5370, 2015A5370, 2015A7012, 2015B7112, 2016A7112	ミクロ構造機能解明による次世代自動車三元触媒の実用化 ひょうごSPring-8賞 (Hyogo SPring-8 award) 巻 号 発行年 2023 頁	加藤 悟 (株)豊田中央研究所
9	1577	46752	2022A5131, 2022B5133	EID AlGaN/GaN MOS-HEMT のゲート電極直下の電子状態解析 春季　応用物理学会学術講演会 開催日 2024.03.22-03.25 開催都市 Tokyo, Japan	清井 明 三菱電機(株)
9	1585	47488	2023B5031	引張その場XRDマッピングによる銅の局所変形挙動可視化 第21回 SPring-8産業利用報告会 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	徳田 一弥 住友電気工業(株)

サンビーム成果発表一覧　発表形式　2～9, 12

発表形式	SB No.	JASRI No.	実験課題番号	題目 発表先［日付］	筆頭者氏名 会社名
9	1586	47493	2023B5030, 2023B1966, 2024A1685, 2024A2304	HAXPESを活用した化合物半導体の評価 第21回 SPring-8産業利用報告会 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	井崎 学 住友電気工業(株)
9	1587	47499	2022A5370, 2022B5370, 2023A5370, 2023B5370	放射光を用いた反射X線トポグラフィによるGaN基板の評価 第21回 SPring-8産業利用報告会 開催日 2023.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	兼近　将一 名古屋大学
9	1588	47500	2022A5370, 2022B5370, 2023A5370, 2023B5370	反射X線トポグラフ像の転位スポットサイズによるGaN基板中の貫通転位種の同定 秋季　応用物理学会学術講演会 開催日 2024.09.16-09.20 開催都市 Niigata, Japan	兼近　将一 名古屋大学
9	1589	47501	2022A5370, 2022B5370, 2023A5370, 2023B5370	放射光を用いた反射X線トポグラフィによるGaN基板の評価 第9回 IMaSS 交流 開催日 2024.09.09 開催都市 Nagoya, Japan	兼近　将一 名古屋大学
9	1590	47551	2023A5310	CO2還元触媒の高温反応ガス雰囲気中でのin-situ XAFS分析 第21回 SPring-8産業利用報告会（第24回 サンビーム研究発表会） 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	清瀧　元 川崎重工業(株)
9	1592	47560	2019B5142	サンビームのHAXPES装置 第21回 SPring-8産業利用報告会（第24回 サンビーム研究発表会） 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	吉木 昌彦 (株)東芝
9	1593	47561	2023A5060, 2022A5060, 2021B5060, 2021A5060	東芝における分析技術開発事例の紹介 第84回 分析化学討論会 開催日 2024.05.18-05.19 開催都市 Kyoto, Japan	沖 充浩 (株)東芝
9	1594	47562	2022B5360, 2023A5360	CO2電解セルのオペランドX線ラジオグラフィ観察 第21回 産業利用報告会 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	沖 充浩 (株)東芝
9	1595	47563	2023A5060, 2023A5360	東芝における分析技術開発事例について 日本分析化学会 第73年会 開催日 2024.09.11-09.13 開催都市 Nagoya, Japan	沖 充浩 (株)東芝
9	1596	47626	2022B5070, 2023A5070, 2023B5070	月面有人与圧ローバトランスミッション開発における放射光利用 第21回 産業利用報告会 開催日 2024.09.10-09.11 開催都市 Tokyo, Japan	高橋　直子 (株)豊田中央研究所
9	1598	47640	2023A5320, 2023B5320	放射光X 線CT を用いた硫化物系固体電解質の特性評価 第21回 SPring-8 産業利用報告会 開催日 2024.09.11 開催都市 Tokyo, Japan	林 和志 (株)神戸製鋼所

編集後記

2024 年度は、理研ビームライン（外部利用）、かつ、5 社体制（2024 年 5 月より 1 社加入し 6 社体制）など、新たな体制でサンビーム共同体の活動を開始した重要な年となりました。この 1 年のまとめとして「サンビーム年報・成果集」Vol.14 を発刊いたします。原稿作成にご協力いただいた共同体各社メンバーの方々、山下様はじめ編集委員の方々、本当にお疲れさまでした。2012 年 3 月に創刊して以来、毎年欠かさず発刊することができましたことを大変喜ばしく思います。これもひとえに、関係各位のご指導ご鞭撻の賜物であると、心より御礼申し上げます。本誌は、サンビーム共同体の 1 年間の活動報告書としてだけでなく、サンビームで実施された成果非専有課題の活動報告の媒体として公開技術報告書に認定されています。Part2 では、SPring-8/SACRA 利用研究成果集から転載された原稿と併せ、優れた内容が網羅されておりますので、ぜひご覧いただければ幸いです。

さて本年度を振り返りますと、2020 年より広がった新型コロナウィルス感染症の影響がほぼなくなり、9 月には、関西での開催が続いておりました SPring-8 産業利用報告会／サンビーム研究発表会を 5 年ぶりに東京にて開催し、関東方面からも非常に多くの方にご参加いただき、大盛況の中で執り行われました。この研究発表会では、各社からの研究成果報告に加え、新体制最初の企画として「サンビーム新体制による活動状況」と題した発表を行わせていただき、四半世紀以上に渡り、放射光の産業利用を先導してきたサンビーム共同体の活動をさらに飛躍させるべく、SPring-8-II へのアップグレードに向けて、大きな展望を踏まえて紹介させていただきました。これらを含め、2024 年度は、産業界における SPring-8-II への期待が、より一層高まったことと思われます。

サンビーム共同体は、民間企業のコンソーシアムによる任意団体であり、国際的に見ても稀有な存在ですが、多くの方々の熱意と努力によりこれまでの歴史を築いてくることができました。これもひとえに、長きにわたる関係者の皆様のお力添えがあってのことと大変感謝しております。サンビーム共同体はこれからも、放射光の産業利用を通じて、さまざまな分野において、ゆとりある豊かな社会の実現を目指してまいりますので、引き続きご支援のほど、よろしくお願い申し上げます。

サンビーム共同体　2024 年度合同部会長・編集委員長

川崎重工業株式会社　三輪　靖雄

サンビーム年報・成果集　Vol.14　2024
2025 年 3 月　発行

発行　サンビーム共同体

編集　サンビーム共同体編集委員会
編集委員長　三輪　靖雄　川崎重工業（株）
副編集委員長　山口　聡　（株）豊田中央研究所
山下　正史　住友電気工業（株）
編集委員　小森　和彦　サンビーム共同体事務局

〒679-5148　兵庫県佐用郡佐用町光都 1 丁目 1-1
公益財団法人高輝度光科学研究センター内
サンビーム共同体事務局
TEL : 0791-58-1839　FAX : 0791-58-1830
URL : https://sunbeam.spring8.or.jp

印刷　（株）佐藤印刷所

著作権法に基づき、本書のいかなる形式の複製または転載も、
当該箇所の著作者による事前の許可が必要です。