



# SPring-8/SAGA-LS共同コラボレーション 放射光産業利用セミナー 報告書



## 目 次

※本誌については、放射光産業利用セミナーの中から九州シンクロトロン光研究センター（SAGA-LS）関係者様のみを記載しております。全体のプログラムについては、65P に記載しております。

### 放射光産業利用セミナーの開催に当たってのご挨拶

九州シンクロトロン光研究センター 所長 上坪 宏道 ..... 1

### SAGA-LS の利用状況について

九州シンクロトロン光研究センター 副所長 平井 康晴 ..... 3

### 誘電体材料 $Ba_{1-x}Ca_xTiO_3$ における Ca の局所構造解析

京セラ株式会社 安川 勝正 ..... 20

### シンクロトロン光分析を用いた有田焼の発色メカニズムの解明

佐賀県窯業技術センター 白石 敦則 ..... 35

### 超ナノ微結晶ダイヤモンド／アモルファスカーボン混相膜のX線回折、吸収端近傍X線吸収微細構造、

および光電子分光による評価

九州大学 大学院総合理工学研究院融合創造理工学部門 吉武 剛 ..... 48

セミナーの記録 ..... 63

あとがき ..... 67

アクセス ..... 68



## **放射光産業利用セミナーの開催に当たってのご挨拶**

**九州シンクロトロン光研究センター**

**所長 上坪 宏道**

本日、SPring-8 と SAGA-LS とのコラボレーションという形で放射光産業利用セミナーを開催いたしましたが、多くの方々のご参加を得ることができて、たいへんうれしく思います。開会のご挨拶を兼ねて、まずはこのセミナーの開催に至った経緯について簡単にお話いたします。

ご存知のとおり、わが国には数多くの放射光施設がありますが、北から列挙しますと、筑波にある高エネルギー加速器研究機構の大型施設 2 基、産業技術総合研究所の小型施設、愛知県の分子科学研究所研小型施設、滋賀県の立命館大学草津キャンパスに設置された小型施設、兵庫県西部にある世界最大の SPring-8、兵庫県立大学の中型施設ニュースバルと続き、中国地方には広島大学の小型施設、九州には一番新しく建設された中型施設 SAGA-LS があります。

これらの施設は、それぞれ所属機関や設置目的、施設の規模が違っていて、利用の仕方や利用研究分野にも各施設の特徴がありますが、大まかに言って、大型施設は波長の短い硬 X 線の利用に重点があり、また、共同利用施設として散乱・回折、吸収、分光、イメージングなど多様な研究手法のビームラインを有していて、広い科学技術分野の研究に利用されています。利用希望が多いので、定期的な課題の募集・審査など一定のルールに従って運営されています。一方、小型施設は真空紫外光から波長の長い軟 X 線の利用に重点があり、発光分光、光電子分光やイメージングなどの手法の精密測定に用いられています。

これに対して SAGA-LS などの中型施設は、軟 X 線から硬 X 線の領域での散乱回折、吸収、分光、イメージングで比較的容易に実験できる施設として利用されています。とくに私どもの SAGA-LS は 近隣諸大学の利用とともに産業利用や公設試験機関の利用も設置目的にしていて、使いやすい運営を目指しています。

これまで放射光施設は大学共同利用施設として建設され、放射光利用の専門家を中心になって主に学術研究の分野で成果を挙げてきました。ところが最近になって先端研究施設に無縁であった分野で広く用いられるようになりましたが、とくに SPring-8 では積極的な産業利用推進策が奏効して企業の放射光利用数が急増しています。最近のデータでは全国的には 200 社を超える企業が放射光を用いていますが、この数は放射光利用研究者を擁する大学数を大きく超えています。このように専門家以外の利用が急増しますと、わが国における放射光施設の効率的な利用の仕

組みや利用者支援のあり方を再検討する必要が生じてきます。

わが国では、放射光施設は科学技術の研究開発に不可欠な施設として「研究開発インフラストラクチャー」とも言える社会的ステータスを有するようになりました。そのあり方を医療の仕組みを例にして考えると、医療では先端医療の中核になる大病院と地元の中病院、専門的なお医者さんがネットワークを組んでいるように、SPring-8 や PF のような先端研究施設と身近な問題を解決する中型施設、あるいは小さいながら特殊な問題を取り上げる専門小型施設のネットワークによる連携や役割分担が必要です。国においても、いろいろな施設を連結することで、社会のより多くの人々に放射光を効率的に使っていただくことが大事という考え方が出てきています。

このような考え方を具体化するためには、できるところからはじめることが重要です。幸い、SPring-8 には強力な産業利用推進チームがございまして、熱心にこのような考えを推進しております。一方、私たち SAGA-LS は、産業利用を推進して地域産業の活性化や新産業の育成誘致を目指しており、実験ホールの拡張や新しいビームラインの建設も進んでいて、広く使っていただく準備が整ってきました。そこでこの機会に放射光の産業利用をさらに活発化することを目的にして、SPring-8 と共同でセミナーを開催させていただくことになりました。

本日は SAGA-LS とこれをを利用してどのような研究ができるかを紹介するとともに、SPring-8 がこれまでに積み重ねてこられた経験をお話いただくことになっております。このセミナーが皆様の今後のご活躍にとって有意義なものになるよう期待しております。

# SAGA-LS の利用状況について

九州シンクロトロン光研究センター

副所長 平井 康晴

## SAGA-LSの利用状況について



九州シンクロトロン光研究センター

平井 康晴



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

1

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

2

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

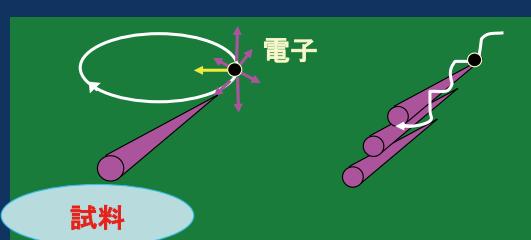
2008/11/07 放射光産業利用セミナー

3

## シンクロトロン放射光

### ■ 放射光とは

ほぼ光速度で円運動する電子が速度方向に集中して放射する電磁波



磁場下で電子がローレンツ力を受けて円弧運動を行う。



### ■ 波長の範囲

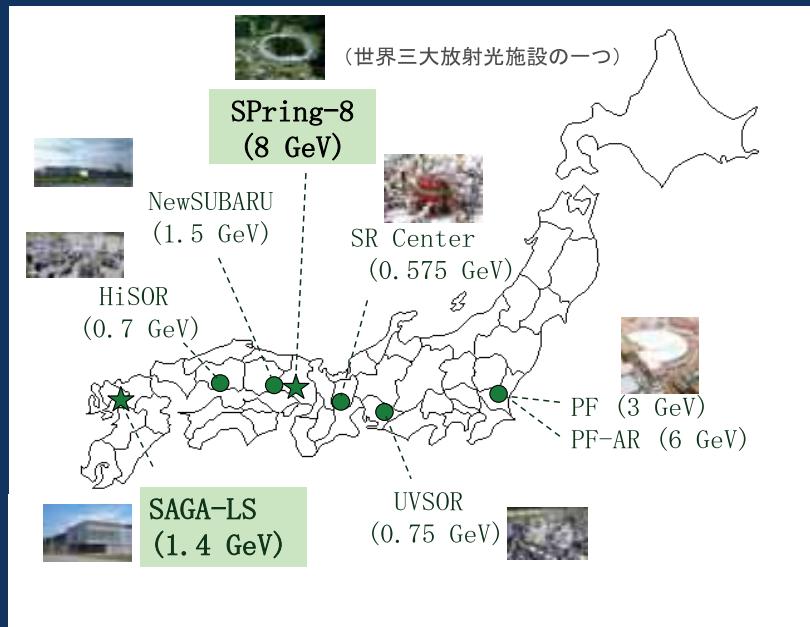


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

4

## 共同利用型施設 → ネットワーク



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

5

## ネットワーク

### ■ 多様な計測手法のネットワーク

案件を持つ企業の研究者、材料研究者等が知りたいこと



他の計測手法と比べての格段の有用性  
(ベンチマークテスト)



放射光利用と多様な計測手法のネットワーク



◇ 先端研究施設共用イノベーション創出事業(文部科学省)  
ナノテクノロジー・ネットワークプログラム (2007-2011)

### ■ 施設間のネットワーク

「放射光産業利用セミナー SPring-8/SAGA-LSコラボレーション」

個別相談会、講演会、見学会等を実施 2008/11/07(於:サンメッセ鳥栖)



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

6

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



## システム

### ■ 佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター(SAGA Light Source)

◇ 佐賀県が設置・保有する九州唯一の放射光施設

### ■ 財団法人佐賀県地域産業支援センター

九州シンクロトロン光研究センター(Kyushu Synchrotron Light Research Center)

◇ 放射光施設を管理運営する指定管理者



## ミッション

放射光の利用支援による

- 地域先端産業の集積、伝統から先端産業への展開、各社基幹事業への貢献
- 材料、デバイス、エネルギー、環境、バイオ分野の学術研究とナノテクを核とする新技術インキュベーションの推進
- 人材育成と交流による創造拠点の形成

佐賀県試験研究機関による地域戦略的利用（2007-2011）

九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク事業（2007-2011）



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

9

## 地域戦略利用及びナノテク事業

### ■ 地域戦略的利用

佐賀県	窯業技術センター 工業技術センター 農業試験研究センター 果樹試験場 茶業試験場	放射光利用 (分析、照射等)
財団法人	九州シンクロトロン光研究センター	利用支援、試験研究

### ■ 九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク事業

中核機関	九州大学 ナノサイエンス拠点	分子・物質合成解析支援 超顕微解析支援
連携機関	九州シンクロトロン光研究センター	シンクロトロン放射光を用いた ナノ計測・分析支援
	佐賀大学シンクロトロン光 応用研究センター	
	北九州産業学術推進機構	MEMS測定解析支援



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

10

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



## 利用支援を行う分野

### ■ 広範囲な利用分野

電子デバイス 	エネルギー・環境 
ディスプレイ 	バイオメディカル 
ストレージ 	食品・農林水産 
情報通信 	地域産業 
自動車 	新材料・プロセス 



## 利用支援の位置付け



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

13

## 利用方法

### ■ 利用区分 (2008年度)

区分	一般	公共等	ナノテク*	地域戦略
料金	¥ 200,000/10hrs	¥ 90,000/10hrs	¥9,000/10hrs	県が措置
対象	産・学・官	学・官	産・学・官	県立機関
成果	非公開可	公開	公開	公開

\* )文部科学省委託業務(2007~2011)

■ 課題募集 隨時受付 ('一般利用'は、受付から実施まで最短2週間)  
(「公共等利用」、「ナノテク利用」は最短1ヶ月)

■ ビームタイム ~1500 時間/年 (~150日/年)  
10 時間/日 (10:00~15:00, 16:00~21:00)

■ 講習会等 利用支援の一環として隨時実施

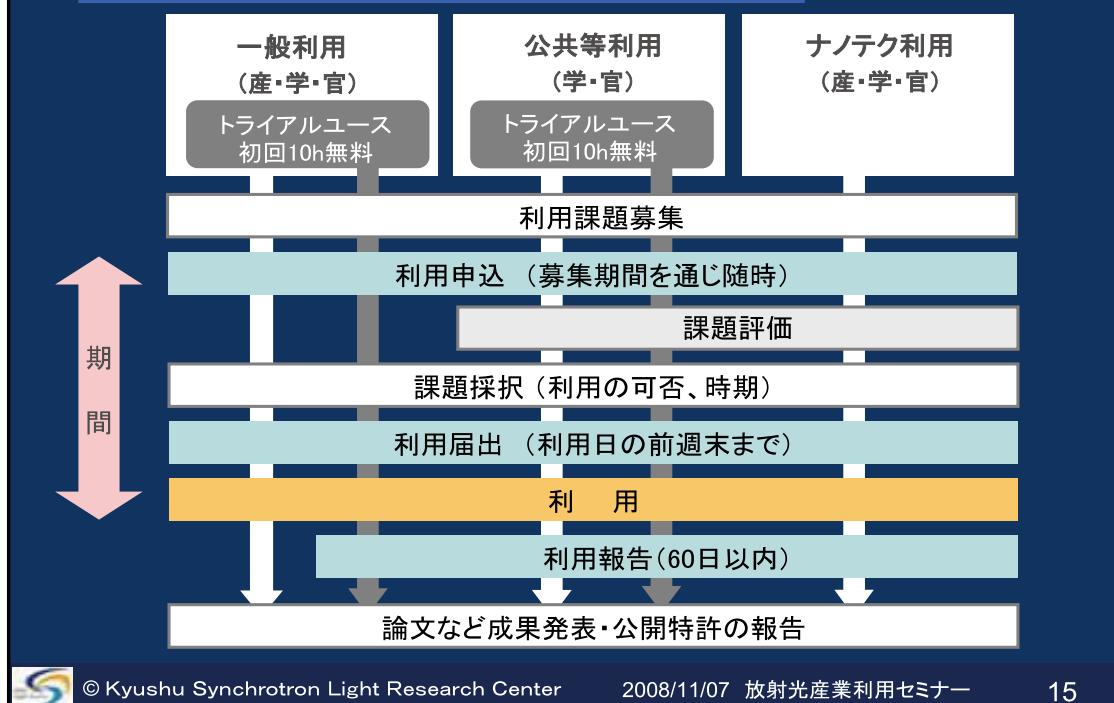


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

14

## 利用の流れ

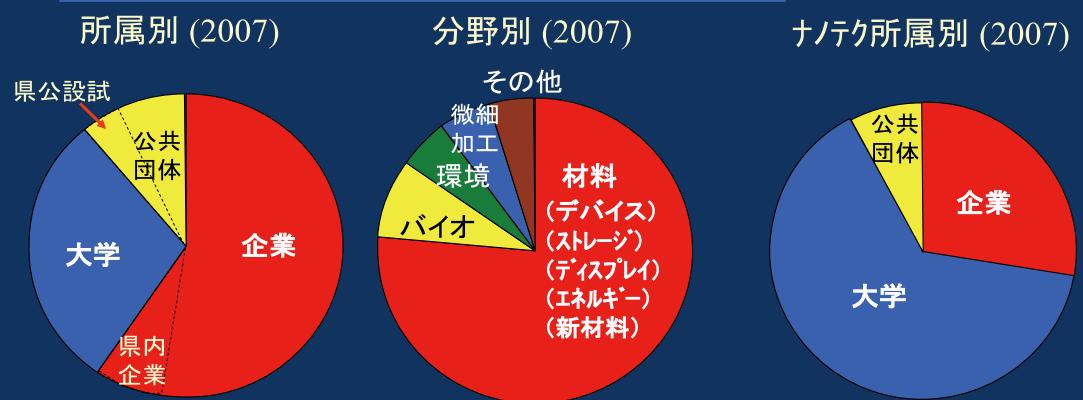


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

15

## 利用支援の実績(県有ビームライン分)



年度	課題数(ナノテク)	実施時間数(ナノテク)
2006	44 ( 0 ) 件	665 ( 0 ) hrs
2007	94 (24) 件	1526 (506) hrs

◇ 専用ビームライン(佐賀大学, ニコン)のアクティビティは別途



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

16

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

17

## 実験研究施設



2008年7月 竣工

建屋面積 ~1.5倍



	増設前(m <sup>2</sup> )	増設後(m <sup>2</sup> )
全体	4,340.94	6,787.35
1階	3,593.48	4,996.07
2階	747.46	1,791.28

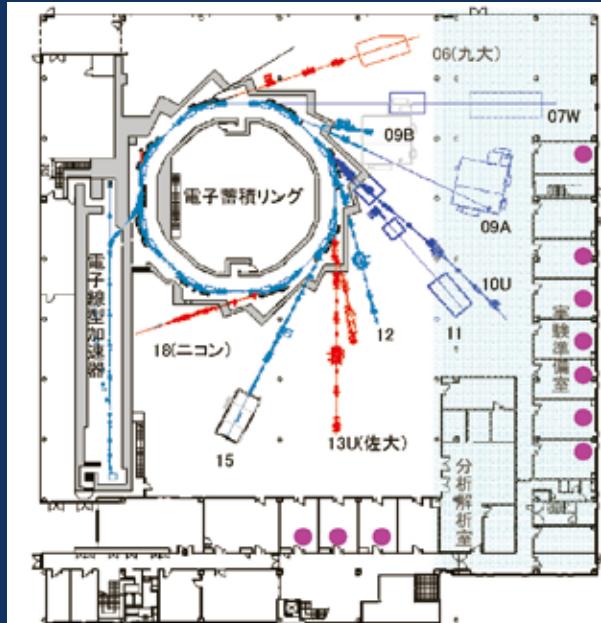


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

18

## 実験研究施設 1F



- ◇ 実験ホール  
2313 m<sup>2</sup>
  - ◇ 実験準備室  
10 室
  - ◇ 分析解析室  
オフライン実験, 解析
  - ◇ ビームライン(9本)
- |    | 共有 | 専用 |
|----|----|----|
| 既設 | 3  | 2  |
| 予定 | 3  | 1  |

(2008-2010)

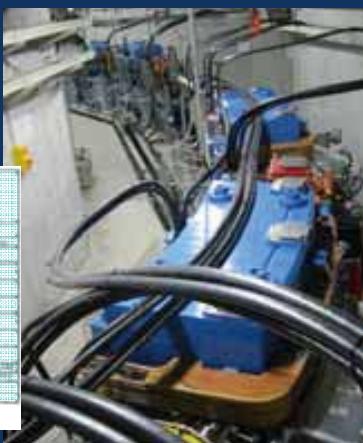
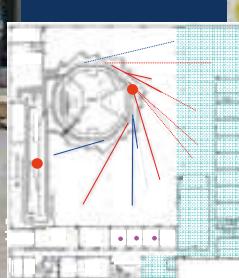


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

19

## 電子線型加速器と電子蓄積リング



260MeV 電子線型加速器  
・全長30m

1.4GeV 電子蓄積リング  
・蓄積電流値 300mA  
(現在 200mA)  
・蓄積寿命 5 hrs



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

20

## ビームライン一覧

ビームライン	光源	光子エネルギー (単色器)	実験装置	状況	設置者
BL07	ワイグラー	5 keV – 35 keV (二結晶)	XRD, XAFS, imaging	2010	佐賀県
BL09A	偏向磁石	白色(ピーク 4keV) (なし)	LIGA, 白色トポ, etc.	稼動	佐賀県
B	"	10 eV – 50 eV (瀬谷・波岡)	光化学反応	稼動	佐賀県
BL10	アンジュレータ	30 eV – 1200 eV (VLS-PGM)	PEEM, ARPES, etc.	2009	佐賀県
BL11	偏向磁石	1.75 keV – 23 keV (二結晶)	XAFS, SAXS, etc.	2008	佐賀県
BL12	"	40 eV – 1500 eV (VLS-PGM)	XPS, XAFS, etc.	稼動	佐賀県
BL15	偏向磁石	2.1 keV – 23 keV (二結晶)	XRD, XAFS, imaging	稼動	佐賀県
BL06	偏向磁石	2.1 keV – 23 keV (二結晶)	XAFS, XRD, etc.	2009	九州大学
BL13	アンジュレータ	15 eV – 600 eV (VLS-PGM)	ARPES, etc.	稼動	佐賀大学
BL18	偏向磁石	~92 eV (多層膜ミラー)	EUV露光	稼動	株ニコン

VLS-PGM : Varied-line-spacing plane grating monochromator

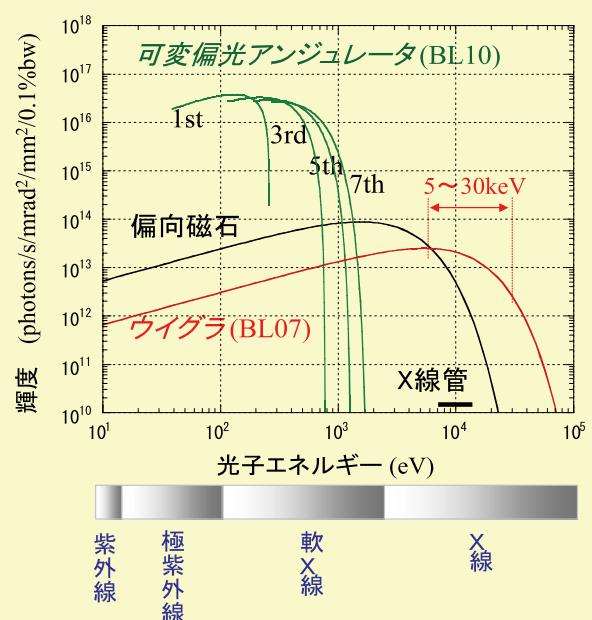
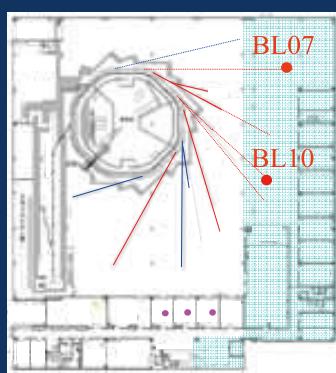


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

21

## 放射光スペクトル



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

22

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

23

## 利用支援の課題例

分 野	課題例
電子デバイス	集積回路等の高速化・低消費電力化
ディスプレイ	液晶・有機EL等の長寿命化・低消費電力化
ストレージ	ハートディスクの高記録密度化、高感度化
エネルギー・環境	二次電池の大容量化・長寿命化
地域産業	セラミックス材料の高機能化、作物の品質評価
新材料・プロセス	新機能材料、新薄膜形成技術の開発

「九州シンクロトロン光研究センター ナノ計測・分析支援パンフレット」より



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

24

## 新材料：超ナノ微結晶ダイヤモンド薄膜の構造解析

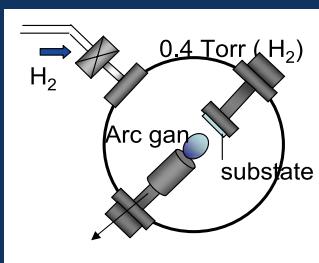
### <10nm以下のダイヤモンド結晶の集合体>

UNCD膜 : Ultrananocrystalline Diamond

特徴: 温度安定性, 硬度, 平滑性に優れる

成膜: 炭素棒アーカークラスマ法(水素ガス中)

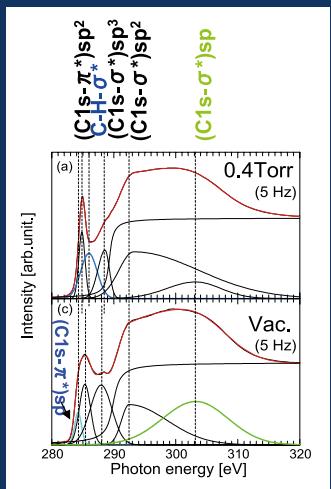
応用: 金型の離型剤, デバイス用薄膜



アーカークラスマ法

<C-K吸収端でのXANES測定>

- ↓ 水素添加
- (C1s- $\pi^*$ )sp ピークの消滅
- (C-H)  $\sigma^*$ 軌道のピーク出現



水素化による高硬度で  
安定な膜を作製できた

吉武 剛, 他: 2008年度研究成果報告会

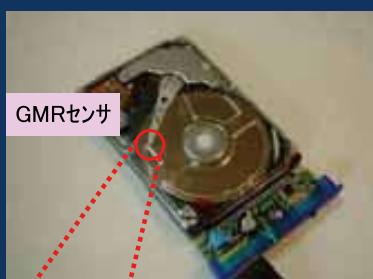


© Kyushu Synchrotron Light Research Center

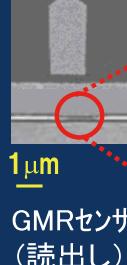
2008/11/07 放射光産業利用セミナー

25

## ストレージ : HDD用GMRセンサ積層膜の評価



加工用Ar+ビーム

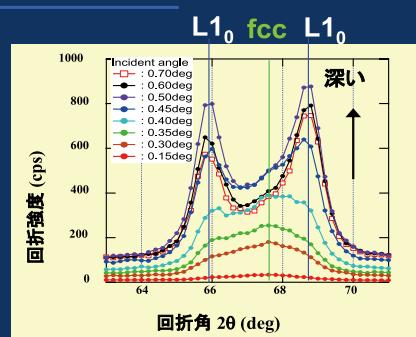


GMRセンサ  
(読み出し)

マスク



磁気センサ多層膜  
(各層は数nm厚さ)



反強磁性層の加工ダメージを評価

<結果>

- ・ L10構造 → fcc構造に変化
- ・ 変化は表面から約2nm深さ
- ・ 格子歪の深さは約7nm深さ

→ 加工条件最適化の指針を得た。

上田和浩: SAGA-LSナノテクセミナー報告書(2007.12)



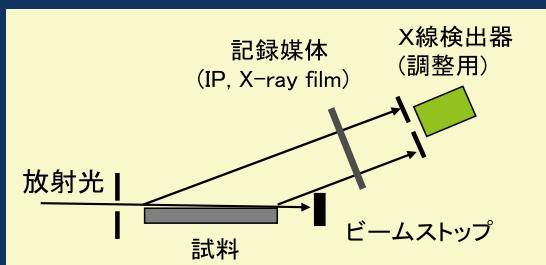
© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

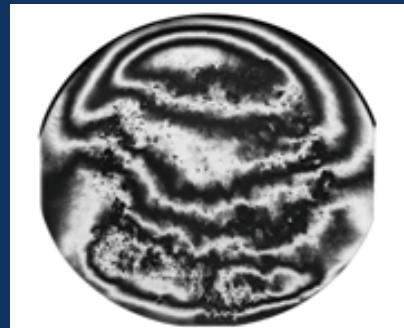
26

## 電子デバイス：単結晶ウエハー等の結晶性評価

### X線反射トポグラフィ(ヘルグーバレット)法



X線エネルギー 11.94 keV  
視野 横15 mm、縦5 mm  
空間分解能  $\sim 50 \mu\text{m}$



SiC(0001)ウエハのトポ像  
11 $\bar{2}$ 8反射  
ウエハの反り、マイクロパイプ

<バイオメディカル>分野の観察手段としても有用

隅谷和嗣, 他: 2008年度研究成果報告会



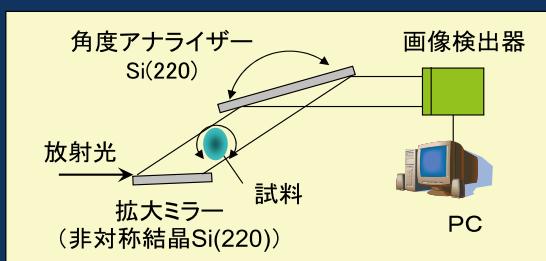
© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

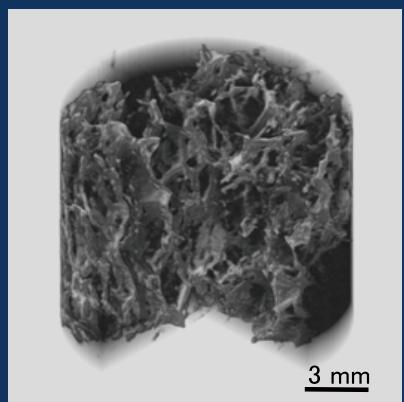
27

## ソフトマテリアル：三次元イメージング

### X線回折強調イメージング法 (DEI)



X線エネルギー 13.75 keV  
視野 横15 mm、縦5 mm  
空間分解能  $\sim 50 \mu\text{m}$   
CT測定時間  $\sim 4\text{時間}$



アクリル発泡材料  
三次元像観察結果

<バイオメディカル>分野の観察手段としても有用

米山明男, 他: 2008年度研究成果報告会



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

28

## 地域産業(主に県試験研究機関)

### ■ 有田焼の発色メカニズム解明(柿右衛門の赤、青磁の青)

・窯業技術センター XAFS法による金属元素の状態分析



### ■ 燃料電池用高性能触媒の評価

・工業技術センター XAFS法による触媒元素の状態分析

### ■ 農作物などの品質評価、产地識別、品種改良

・農業試験研究センター X線照射

・果樹試験場 蛍光X線分析

・茶業試験場 蛍光X線分析



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

29

## 目 次

- はじめに
- センターについて
- 利用支援の枠組み
- 実験設備の紹介
- 利用支援の課題例
- まとめ



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

30

## まとめ : 施設間ネットワーク

### ■ Collaboration between SPring-8 and SAGA-LS

(今回のセミナーと関連する案件)

施設間連携: ユーザーニーズにマッチした受入れシステムを構築

運転時期の調整

高度化技術の水平展開, 人員交流, 他



産業利用を含む利用支援のさらなる充実・拡張



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

31

ご清聴ありがとうございました



© Kyushu Synchrotron Light Research Center

2008/11/07 放射光産業利用セミナー

32