

九州シンクロtron光研究センター
KYUSHU SYNCHROTRON LIGHT RESEARCH CENTER

2020 年報

九州シンクロトロン光研究センター
年報 2020

巻頭言

公益財団法人佐賀県産業振興機構
九州シンクロトロン光研究センター
所長 妹尾 与志木



佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター（英語名：SAGA Light Source、以後「研究センター」と記述）は、2006年の開所から15年が経過いたしました。現在日本にはシンクロトロン光研究施設を運営している研究機関が8機関ありますが、研究センターはその中でも「県立」研究機関として、また「産業利用」を学術研究と同等の重みで扱う研究機関として日本で最初の施設です。

産業利用を重視するといっても、特別な運営の手法があるわけではありません。基盤的な力の養成として学術研究活動を続け、それらの成果を産業のニーズに積極的に応用させていく、これが運営の原則です。現在では日本の多くの研究機関が産業利用に取り組んでおられ、このような姿勢で運営を行っておられるはずです。ただ、実際に産業利用を実現しようとする壁も大きいと感じています。近年、学術も産業もそれぞれの世界で独自の発展を遂げており、必ずしも相互の理解が進んでいるわけではないことがその大きな要因のひとつです。無論、極限まで進展を遂げると他の領域からの理解が困難になってくることは否めません。しかしながら現状では、努力さえすればまだまだ相互理解が進められる余地も十分残されていると考えています。研究センターは地方における研究機関として、この点を取り組むべき大きな課題ととらえています。2019年度より産業利用コーディネーターの職を設け、2020年度は人員を2名から3名に増員して県内の企業などを訪問し問題点の聞き取りやその解決支援に当たっています。シンクロトロン光施設は、中性子施設、レーザー施設などの他の施設と比較すると際立って応用範囲が広いのが特長で、多様な問題に適合しやすい施設と言えます。ですが、研究員11名、産業利用コーディネーター3名の研究センターが単独で産業に関するあらゆる種類の問題に対処することは、県内における活動だけを考えても非常に困難です。そのため研究センターで他機関ビームラインを運営されている佐賀大学、九州大学、あるいは県内の工業技術センター、窯業技術センター等と幅広い連携を図り、それらを通じて多岐に渡る問題に対して対応できる体制を整えていこうと考え、努力を行っているところです。

また、研究機関として、研究センターの研究員自身が行う研究も欠くことができません。利用者の方々の研究センター利用を支援することが私たちの業務の第一義と位置付けておりますので、こちらの業務が繁忙になると自身の研究に充てられる余地が少なくなる背反事象はありますが、様々な機会を利用して各自努力を続けています。2021年3月には、研究センター研究員が他のシンクロトロン光施設や大学の研究者の方々と共同で執筆した論文が国際的な週刊科学ジャーナル *nature* 誌に注目すべき論文として紹介されました。極限的に短い時間で生じる物理現象を自然科学研究機構（愛知県岡崎市）が保有する非常に特殊なビームラインを利用して実測したとの内容です。無論これは学術の世界で大きな意味をもつ研究結果ですが、これが県内における産業の振興のために産業と学術をつなぐ地道な活動を続けている研究センターの中に共存している点は非常に大きな意義があると考えています。

研究センターの抱える問題点のもうひとつに設備機器の老朽化があります。開所以来 15 年で、そろそろ耐久限界を顧慮しなくてはならない設備も出てきました。特にシンクロtron光を発生させる加速器関係の機器には、故障等で機能が停止するとそのまま施設運転の停止に直結するものが多くあります。予備機器の準備等でできる限りリスク低減に努めてきましたが、製造中止になる機器も出始め、そろそろ根本的に設備機器の更新を計画する時期に来ていると判断しています。2006 年の開所時とは社会の情勢も変化しています。改めて研究センターの役割や機能を再検証する作業も含めて、県との協議を継続しています。

2020 年度における社会の最大の特筆事項は新型コロナウイルス感染症蔓延による様々な社会機能の停止でしょう。研究センターでも春には全国の利用者の方々からの利用予定キャンセルが相次ぎました。産業利用コーディネーターを 3 名に増員した直後にこの状態になり、県内利用促進のためのこの活動も大きく制限されました。研究成果報告会は開催日を延期して何とか通常通りの開催ができましたが、一般公開は Web 上のみの公開になりました。このような状況ではありましたが、年間を通して研究センターの活動を見た場合、県有ビームラインの利用実績は 2019 年度とほぼ同等のレベルに達しています（県有ビームライン総利用時間 2020 年度：3130.5 時間、2019 年度：3260 時間）。研究センターの職員の皆さんが、利用支援などの活動を地道に続けてきていることが、この結果とも結びついていると考えています。

新型コロナウイルス蔓延の状況は止まる気配を見せておりません。一日も早く終息し、多くの機関で通常の活動ができる 때가来ることを願って止みません。

今後とも九州シンクロtron光研究センターをよろしくお願ひ申し上げます。

目次

I	概要	1
II	利用	
1	利用実績	5
2	利用研究の事例	7
(1)	光電子分光法によるSiO ₂ /Si界面準位欠陥の消滅に伴う歪み状態変化の解析	8
(2)	アイソタクチックポリプロピレン結晶の再組織化と相転移進行のその場観測	11
(3)	両双性イオンブロック共重合体濃厚溶液のライオトロピック秩序構造	14
(4)	X線異常散乱による金属ガラスの若返り効果の原子配列の変化の研究	17
(5)	トルコギキョウにおけるシンクロトロン光照射による変異誘発	20
3	利用促進	23
III	加速器／ビームライン等の現状	
1	加速器	24
2	県有ビームライン	26
3	ナノスケール表面界面ダイナミクスビームライン (BL13 ; 佐賀大学)	29
4	九州大学硬 X 線ビームライン (BL06 ; 九州大学)	31
5	住友電工ビームライン (BL16、BL17 ; 住友電気工業株式会社)	33
IV	研究開発	37
V	研究会、講習会、合同ワークショップ	38
VI	広報、人材育成	40
VII	委員会	42
VIII	安全管理	43
IX	施設管理	45
X	出版物等	47
	付録	55
1	収支	
2	運営組織	
3	アクセス	

I 概要

公益財団法人佐賀県産業振興機構は、指定管理者*)として、佐賀県が設置した「佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター」(英語名:SAGA Light Source)を管理運営し、2006年2月17日の開所(供用開始)以来、シンクロトロン放射光を用いた「地域産業の高度化、新産業の創出及び科学技術の振興」に取り組んでいる。

*)指定管理者:2003年9月の地方自治法改正で創設された指定管理者制度に基づき、公の施設を管理運営する運営主体を指す(地方自治法第244条2の第3項に規定)。

研究センターの管理運営は、昨年度と同様に指定管理者が3年毎に佐賀県に提出する経営計画書(2018-2020年度)に基づいて実施した。すなわち以下のミッションを設定し、その実現を目指して運営を行っている。

<ミッション>

当研究センターのミッションは1999年に制定された「シンクロトロン光応用研究施設整備基本計画」の中で以下のように定められている。

- ①地域産業の高度化と新規産業の創出
- ②優秀な頭脳の集積
- ③多様な産学官連携拠点の集積
- ④先端科学技術を担う人材の育成
- ⑤科学技術への理解の促進

以下に、今年度(2020)の管理運営状況を示す。また、付録1に今年度の管理運営に係わる収支状況を、付録2に運営組織について述べる。

1. 全般状況

光源加速器とビームライン状況については、広範囲に及ぶ分野の利用支援を確実にかつ迅速に行うために、光源加速器と7本の県有ビームラインを安定的に運転し、加えて機器高度化、老朽機器更新、及び保守点検等を継続して行った。また、他機関ビームライン(佐賀大学1本、九州大学1本、住友電気工業株式会社2本)も研究センターと連携し順調に稼動した。

次に、放射光利用の深化と裾野拡大を促すことを目的として、毎年、研究成果報告会を開催しているが、今年度は「シンクロトロン光を利用した地方における製品開発と技術確立へ」と題し、第14回目の研究成果報告会を開催した(2020.10.21)。「高感度CMOSイメージングセンサ向けSiウェーハの製品設計開発」(特別講演)、「シンクロトロン光を用いたワイドギャップ化合物半導体の評価」及び「高濃度の硫化水素存在化で高い性能を示す水素製造触媒の反応機構解明」(企画講演)等が行われた。

放射光利用については、2016年度から再スタートした文部科学省先端研究基盤共用促進事業・共用プラットフォーム形成支援プログラムによる「光ビームプラットフォーム」に今年度も参画し、利用情報の発信、共通技術の開発、人材交流等を行い、利用者の利便性向上や裾野の拡大に取り組んだ。この「光ビームプラットフォーム」には研究センターを含む放射光施設6機関とレーザー施設2機関が参画している。

また県内企業の利用促進を図ることを目的として「包括利用」を制度化し、県内企業への支援を実施した。

次に、Ⅱ章以下の内容を概括して述べる。

まとめた。

2. 利用

(1) 利用実績

今年度（2020）の加速器運転時間総計は 2,328.0 時間であり、そのうちビームラインへのビーム供給は 1,704 時間、マシンスタディは 528.0 時間、加速器故障は 96.0 時間であった。また、7 本の県有ビームラインを合わせた利用時間は 3,664.0 時間であった。その内訳は、公募利用と共同研究を合せた外部利用が 3,130.5 時間（利用件数は 151 件）であり、内部利用が 533.5 時間であった。

外部利用に関しては、前年度（3,260.0 時間）より約 4.0%減少した。また、今年度の県内及び九州地域の利用時間数の割合は、それぞれ 30.0%、52.5%と昨年度に比べ増加した。他の地域からの利用課題は 47.5%であった。産学官の利用時間数の割合は、企業 32.5%、大学 54.3%、公設試 13.2%であり、成果公開利用は 67.1%（2,100.0 時間）、非公開利用は 32.9%（1030.5 時間）であった。研究センターでは開所以来、企業の利用割合が 5 割を超えていたが、ここ数年はその傾向に変化が見られ、大学の利用が約 5 割となった。利用分野での利用時間数の割合は、電子デバイス 39.7%、素材・原料 25.2%、資源・環境 10.0%、エネルギー 7.2%、ディスプレイ 4.4%、農林水産・食品及びバイオメディカル・健康が 2.8%の順であった。なお、利用課題の募集は、年を 3 期に分けて行い、各期において月締めで課題を採択した。

一方、他機関ビームラインの BL13；佐賀大学、BL06；九州大学、BL16、BL17；住友電気工業株式会社も順調に稼働した。

(2) 利用研究の事例

企業、大学及び公的試験研究機関による利用研究の分野は、(1)に述べたように多岐にわたっており、この状況はここ数年来同様である。2020 年度の利用の中で、代表的な利用研究の事例を、Ⅱ-2 節に 5 件紹介した。また、利用に関する発表論文を、Ⅹ章に

(3) 利用促進

県有ビームラインの利用支援を円滑に進めるために、研究センターのウェブサイトで課題募集の案内を行うと同時に、既利用者に対して、メールで案内を行った。また、利用相談（メール及び来訪等）を随時実施し、利用者等に対しては利用サービスの詳細をまとめた「利用の手引き」（小冊子）を配布した。さらに、既述の「光ビームプラットフォーム」のウェブサイトを通じて課題募集の情報や運転状況、各種セミナーの開催情報等を発信した。

3. 加速器／ビームライン等の現状

(1) 加速器

光源加速器は、入射用 257 MeV リニアックと 1.4 GeV 電子蓄積リングから成る。

1 週間の運転パターンは、月曜日がマシンスタディ、火曜日～金曜日がビーム供給（ユーザー運転）である。ビーム供給は火曜日が 2 回入射、その他は 1 回入射である。なお、1 日のユーザー運転時間は、1 回入射日は 11 時間（10：00～21：00）、2 回入射日は 9.5 時間（前半 10：00～15：00、後半 16：30～21：00）である。

光源加速器のアポートは 8 件、86.7 時間であった。また、超伝導ウイグラーについては、ユーザー運転において、2 台同時励磁運用を定期的に行った（Ⅲ-1 節参照）。

(2) ビームライン等

7 本の県有ビームライン（BL07、BL09、BL10、BL11、BL12、BL15、BL18）では、40 eV から 35 keV の幅広い光子エネルギー範囲でのシンクロトロン放射光を利用した実験が可能である。

今年度（2020）は、Quick-XAFS 測定システム装備（BL07・15）やガス循環精製装置等の機器導入及び高度化を行った。

一方、他機関ビームラインは、ナノスケール表面界面ダイナミクスビームライン（BL13；佐賀大学、

Ⅲ-3 節参照)、九州大学硬 X 線ビームライン (BL06; 九州大学、Ⅲ-4 節参照)、住友電工ビームライン (BL16、BL17; 住友電気工業株式会社、Ⅲ-5 節参照) で引き続き利用実験が行われた。

また、佐賀県内の産業課題をテーマに西九州大学・神埼そうめん共同組合との共同研究に着手した。

4. 研究開発

佐賀県から措置される試験研究費による研究が 4 件実施された。また、科学研究費による研究が 2 件実施された。

5. 研究会、講習会

研究センターが主催、共催、協賛又は後援する研究会は、外部利用者や内部スタッフ、様々なシンクロナトロン放射光分野の研究者、利用を検討している研究者等を対象とした学術的会合であるが、同時に利用促進の役割も果たす。

主な研究会は、「第 14 回九州シンクロナトロン光研究センター研究成果報告会 (2020.10.21)」、「第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム」(2021.1.8-10) 及び「光ビームプラットフォームシンポジウム 2021」(2021.3.12) 等であった。

また、シンクロナトロン放射光の基礎から応用について学ぶ「SAGA-LS サマースクール 2020」(2020.8.19-21) を、利用促進を主眼とする講習会として実施した。

さらに、九州唯一の放射光施設の現物 (実験ホール) を体感して、当センターの研究活動に対する理解を深めてもらうため、「施設 (実験ホール) 見学会」(2020.7.06、2020.12.07) を行った。

6. 広報、人材育成

広報については、web 上での一般公開を実施し (2020.9.25-10.15)、延べ 3,467 名のアクセスをいただいた。

見学については年間を通じて一般市民、企業及び公共団体等の受入れを行い、350 名にご来所いただいた。

また、ウェブサイト上で研究センターの近況等を発信する「SAGA-LS Web Magazine」を 3 回発行した (2020.5.27、2020.8.07、2020.12.10)。

さらに、研究センターの設備や利用支援の仕組みを、複数の学会でのポスター発表や展示会等でブースを出展することで紹介した。

人材育成については、例年インターンシップによる地域からの学生を受け入れていたが、新型コロナウイルス流行の影響により、2020 年度の受け入れはなかった。

7. 委員会

研究センターの管理運営に当たり有識者、関係機関等の意見を広く反映するため、諮問委員会を設置している。

また他機関ビームライン設置妥当性の協議および決定を行う機関として他機関ビームライン評価委員会を設置している。

2020 年度は諮問委員会 (2021.2.02) を 1 回開催した。

8. 安全管理

シンクロナトロン放射光の利用を安全に行うために、放射線障害予防規程及び化学薬品管理規程等、安全に関する諸規程を運用し、定期線量測定及び放射線管理区域の管理並びに化学薬品等を持ち込む際の安全審査等を行った。

また、研究センター職員、利用者及び業者向けの放射線業務従事者教育訓練講習会を開催し、77 名に受講いただいた (2020.5.25-27、2020.7.30-31、2021.1.22)。なお、放射線業務従事者登録数は 419 名 (所内 20 名、所外 399 名) であった。また、実験廃液等の産業廃棄物処理を外部委託により行った。

9. 施設管理

電気、上下水道、都市ガス、排ガス等の一元管理と省エネルギーへの要請に取り組んだ。年間電気使用量は前年度比約 2.0%増、年間水道水使用量は前年度比約 1.8%増、年間都市ガス使用量は前年度比

約 14.2%増であった。

10. 出版物等

成果公開タイプの全ての利用について、利用報告書の提出を求めており、次年度にウェブサイトですべて公開している。

また、研究センターが毎年開催する研究成果報告会、随時開催する各種研究会及び会議等は、その記録をウェブサイト上で公開すると同時に、印刷物として発行した。

Ⅱ 利 用

1 利用実績

2020年度の利用実績について、報告する。

1. 加速器運転及びビーム供給状況

加速器運転時間総計は、2,328.0時間であった。前年度と比較すると、約5.6%増加した。内訳は、表1に示すとおりビームラインへの「ビーム供給」、加速器の高度化、安定化研究を行う「マシンスタディ」、そして、「加速器故障」から成る。その他、加速器の設備保守・点検等のための「シャットダウン」の時間数も表1に併せて示す。

また、図1にビーム供給時間の月間の推移を示す。

表1 2020年度加速器運転状況

項目	時間数 (時間)
ビーム供給	1,704.0
マシンスタディ	528.0
加速器故障	96.0
シャットダウン	484.0

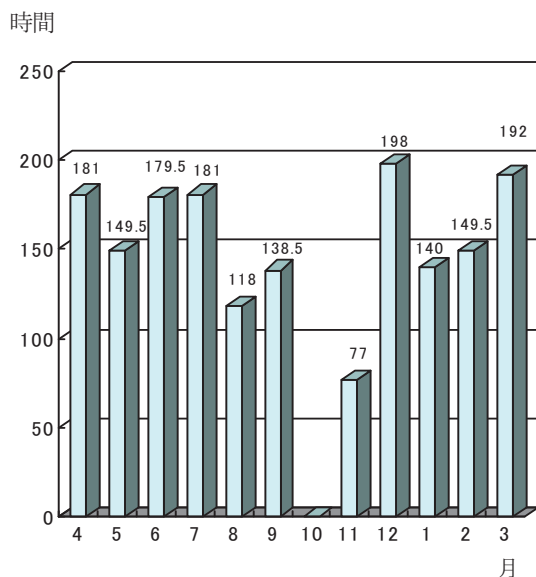


図1 2020年度ビーム供給時間

2. ビームラインの状況

6本の県有ビームライン (BL07、BL09、BL10、BL11、BL12、BL15) で利用実験が行われた。県有ビームラインの外部利用及び内部利用を合わせた延利用時間は、前年度比約1.7%減の3,664.0時間であった。

図2に県有ビームライン毎の延利用時間を示す。

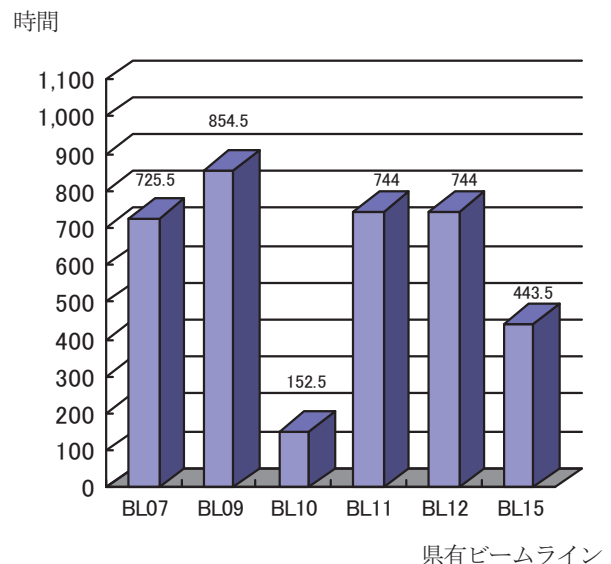


図2 2020年度県有ビームライン毎の延利用時間

また、4本のお他機関ビームライン (BL13 ; 佐賀大学、BL06 ; 九州大学、BL16、BL17 ; 住友電気工業株式会社) で利用実験が行われた。

なお、それぞれの延利用時間は、BL13は1,562.5時間、BL06は953.5時間、BL16は1,571.5時間、BL17は1,490時間であった。

3. 利用状況

県有ビームラインの産学官による外部利用時間は、

前年度比約 4.0%減の 3,130.5 時間、利用件数は 151 件であった。表 2 に利用状況（利用件数、利用時間）の概要を、図 3 に産学官の利用時間の割合を示す。

表 2 2020 年度利用状況（外部利用）

利用区分	利用件数 (件)	利用時間 (時間)
一般利用	36	794.5
公共等利用	3	55.0
トライアル利用	9	94.5
地域戦略利用	2	33.0
探索先導利用	61	1209.5
先端創生利用	25	708.0
パイロット利用	0	0.0
共同研究利用	11	214.0
包括利用	4	22.0
計	151	3,130.5

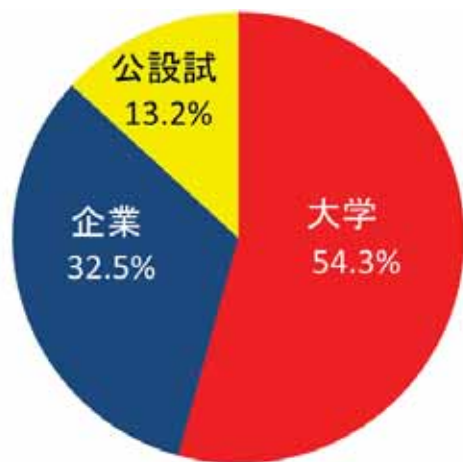


図 3 2020 年度産学官の利用割合（外部利用）

次に、表 3 に利用支援を行う利用区分を示す。利用区分は、「一般利用」、「公共等利用」、「トライアル利用」、「地域戦略利用」、「探索先導利用」、「先端創生利用」、「パイロット利用」の県指定管理費で行う利用を設定した。また、県内企業の課題解決を目的として「包括利用」を設定した。

「探索先導利用」は 2012 年度に設定した利用区分であり、対応する具体的な課題内容を見直しながら、地域の活性化に結びつく先導的課題（R タイプ）

や基礎科学の領域に属する探索的課題（F タイプ）の利用支援を行った。また、2013～2015 年度；文部科学省先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業の外部資金を用いた利用区分から県指定管理費で行う利用区分に移行した「先端創生利用（長期、短期タイプ）」は、先端産業に資する実用化および基盤技術の高度化に関する課題を優先的に採択した。

表 3 2020 年度利用区分の概要（外部利用）

利用区分	概要
一般利用	主に企業利用を想定（学官可） 成果非公開可 有料
公共等利用	大学、公的研究機関に限定 成果公開 有料
トライアル利用	産学官の利用可 成果公開 初回 1 日無料
地域戦略利用	佐賀県試験研究機関に限定 成果公開 有料
探索先導利用	産学官の利用可（F、R タイプ） 成果公開 有料
先端創生利用	産学官の利用可（長期、短期タイプ） 成果公開 有料
パイロット利用	当研究センターの要請で実施 成果公開
共同研究利用	機関間の契約に基づく研究
包括利用	県内企業の課題解決を目的として実施 成果非公開 有料

2 利用研究の事例

1. 利用分野

2020年度は、151件(3,130.5時間)の利用実験の支援を行った。利用分野の分布を図1に示す。電子デバイス及び素材・原料を始めとして、現代社会のニーズを反映した広範囲な分野でシンクロトロン放射光が利用されている。

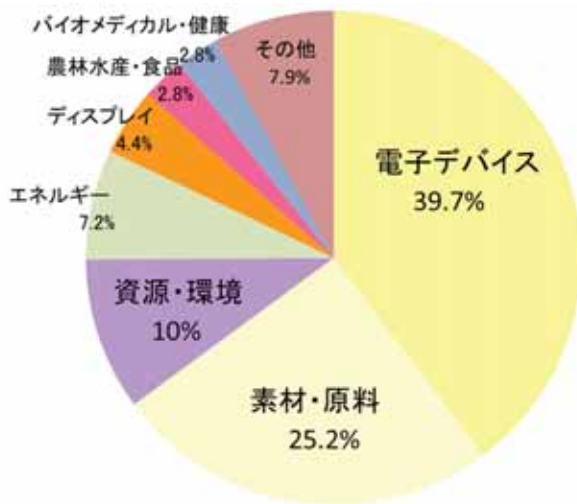


図1 2020年度利用分野の分布

2. 利用事例

ここでは広い分野に及ぶ利用研究から、各利用分野や実験手法の特長を示す以下の5件の利用事例について、次ページ以降、紹介する。

(1) 光電子分光法による SiO_2/Si 界面準位欠陥の消滅に伴う歪み状態変化の解析

鈴木 陽洋¹、高橋 和敏²、奥山 亮輔¹、小林 弘治¹、廣瀬 諒¹、柁田 亜由美¹、門野 武¹、古賀 祥泰¹、栗田 一成¹ (1株式会社SUMCO、2佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター)

(2) アイソタクチックポリプロピレン結晶の再組織

化と相転移進行のその場観測

野崎 浩二、稲垣 美沙子、三好 崇太 (山口大学)

(3) 両双性イオンブロック共重合体濃厚溶液のライオトロピック秩序構造

檜垣 勇次、高橋 将也、清水 茜 (大分大学)

(4) X線異常散乱による金属ガラスの若返り効果の原子配列の変化の研究

細川 伸也¹、Jens Rüdiger Sterhorn² (1熊本大学、2広島大学)

(5) トルコギキョウにおけるシンクロトロン光照射による変異誘発

坂本 健一郎^{1,2}、高村 武二郎^{2,3} (1佐賀県農業試験研究センター、2愛媛大学大学院連合農学研究科、3香川大学農学部)

なお、利用研究に関する成果等は、X章にタイトル、所属及び氏名等をまとめて記述している。

光電子分光法によるSiO₂/Si界面準位欠陥の消滅に伴う歪み状態変化の解析

鈴木 陽洋¹, 高橋 和敏², 奥山 亮輔¹, 小林 弘治¹, 廣瀬 諒¹, 柘田 亜由美¹, 門野 武¹,
古賀 祥泰¹, 栗田 一成¹

¹株式会社SUMCO, ²佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター

1. はじめに

CMOS イメージセンサ (CIS) の需要の拡大に伴い、CIS の製品性能向上に対する市場からの要求が高まっている。CIS の製品性能向上には、製品性能の指標である暗電流を極限まで低減することが必須要件である。暗電流の発生源の1つとして、フォトダイオード表層における SiO₂/Si 界面準位 (Si ダングリングボンド (=R₀センター) 起因の欠陥準位) が挙げられる。

R₀センター密度の低減には、水素雰囲気加熱による R₀センターの水素終端処理が有効である。一方で、CIS における金属配線と層間絶縁膜の多層構造化が進むにつれ、外部からの水素供給が不十分になる懸念がある。このような技術課題を受け、弊社は、最先端 CIS に向けた炭化水素分子イオン注入エピタキシャル Si ウェーハ^[1]を開発している。本 Si ウェーハは、エピタキシャル Si 層直下の Si 基板中に高濃度の水素を含む Si ウェーハであり、実際の CIS における R₀センター由来の暗電流を低減できる^[1]。従い、本 Si ウェーハを用いた CIS の製造工程において、フォトダイオード表層への水素の効率的な供給が期待できる。

また、CIS の暗電流を制御する上で、R₀センターの発生及び消滅のメカニズムの把握が重要である。近年の先行研究で、Si の初期酸化速度が R₀センターの発生速度に律速され、かつそれが SiO₂/Si 界面近傍の Si 原子配列における酸化誘起歪みの挙動と連動することが明らかになった^[2]。一方で、R₀センターの水素終端における、SiO₂/Si 界面の歪みとの相関性は包括的に解明されていない。

本研究では、高分解能光電子分光測定によって、R₀センターの消滅における SiO₂/Si 界面の歪みの挙動を詳細に調べた^[3]。なお、評価用試料として、炭化水素分子イオン注入 Si ウェーハを模したプロトン (H⁺) 注入 Si 基板を用いて SiO₂/Si 構造を作製した。

2. 実験方法

2-1 試料作製方法

図1は、H⁺注入 SiO₂/Si 構造の断面図である。試料の作製手順は下記の通りである。p 型 Si(001)基板の RCA 洗浄を行った後、600°C で熱酸化し、膜厚が 1.2 nm の SiO₂ 膜を形成した。最後に、H⁺を酸化膜越しに Si 基板に注入した。H⁺のドーズ量は 1×10¹⁶ atoms/cm²、加速エネルギーは 100 keV とした。一部の試料は、超高真空中にて、300~500°C で 30 分間加熱し、Si 基板中から水素を外方拡散させた。

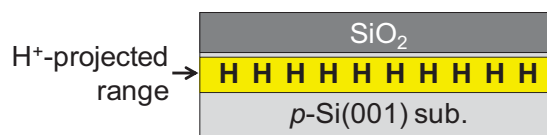


図1 試料断面図。

Modified from Suzuki et al.^[3] © The Electrochemical Society. Reproduced with permission. All rights reserved.

2-2 評価方法

加熱前後における水素濃度の深さ分布を二次イオン質量分析法 (SIMS) によって、R₀センター密度を電子スピン共鳴法 (ESR) によって評価した。また、SiO₂/Si(001)界面における歪み状態を光電子分光法によって評価した。光電子分光測定は、九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS) の BL13 (佐賀大学ビームライン) にて実施した。励起光には、350 eV のシンクロトロン放射光を用い、脱出角は 90° とした。

3. 結果及び考察

初めに、様々な温度で加熱した試料に対して ESR 測定を行い、R₀センター密度を評価した (図2)。その結果、加熱温度の上昇に伴い、R₀センター密度が減少することがわかった。よって、Si 基板中から外方拡散した水素、もしくは SiO₂/Si(001)界面における熱応

力によって R_b センターが終端されたと推測される。

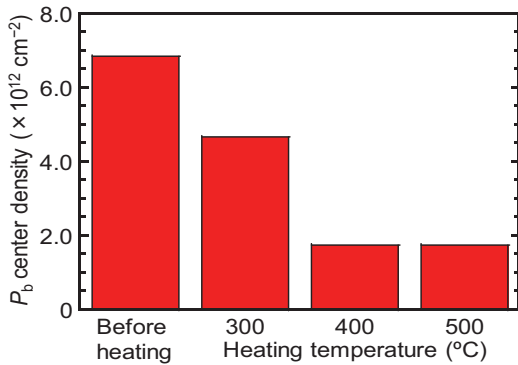


図2 加熱前及び様々な温度で加熱した試料における R_b センター密度。

Modified from Suzuki et al.^[3] © The Electrochemical Society. Reproduced with permission. All rights reserved.

次に、加熱による水素の拡散挙動を詳しく調べるため、SIMS 測定を実施した (図3)。なお、SIMS 測定は SiO_2 層のエッチング後に行ったため、深さが 0 の位置は Si 基板表面 (化学処理前の $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面) に相当する。いずれの試料においても、Si 基板表面において外乱による水素濃度のパイルアップが観られたため、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面における水素濃度の大小関係は、表面に向かって増加する直前の $0.1 \mu\text{m}$ の深さにおける大小関係と同じと仮定する。図3から、加熱温度の上昇に伴い、H 原子のピーク濃度が減少していることがわかる。また、 300°C 及び 400°C での加熱によって $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面近傍の水素濃度が増加した。このことは、加熱により外方拡散した H 原子の多くが $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面における R_b センターに吸着したことを示唆している。一方で、 500°C での加熱によ

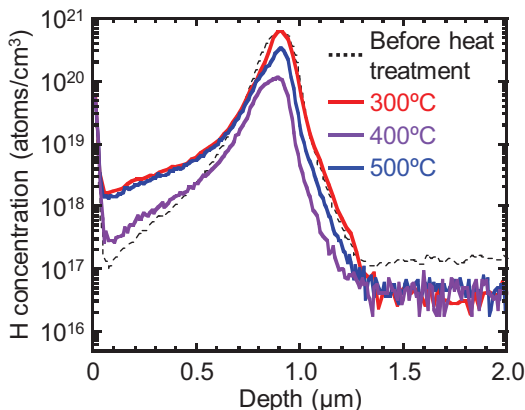


図3 加熱前及び様々な温度で加熱した試料における水素の SIMS プロファイル。

Modified from Suzuki et al.^[3] © The Electrochemical Society. Reproduced with permission. All rights reserved.

て、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面近傍の水素濃度が、加熱前の濃度に近い値まで減少した。これは、一旦 R_b センターに吸着した H 原子の多くが、高温加熱によって再脱離したことを示唆している^[4]。

更に、光電子分光測定により、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面における酸化誘起歪みの挙動を調べた。図4(a)及び(b)、(c)は、加熱前及び 300°C 、 500°C で加熱した試料の Si 2p スペクトルである。Si 2p スペクトルは、Si 基板バルク由来の Si-Si 結合のピーク及び酸化物ピーク、歪んだ (バルクと結合距離が異なる) Si-Si 結合のピークに分離した。ここで、圧縮歪み Si-Si 結合を Si^a 、伸張歪みを Si^b と表記する。光電子分光測定の結果、 300°C での加熱によって Si^a 及び Si^b ピーク強度が減少したのに対し、 500°C での加熱によって Si^a 及び Si^b ピーク強度が増加することがわかった。つまり、 300°C では SiO_2/Si 界面において歪緩和が起こったのに対し、 500°C では歪みが蓄積されたと考えられる。

ここで、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面における R_b センター密度と歪みの挙動の関連性について議論する。図5は、各試料における R_b センター密度を、歪み Si 原子密度 (単位: ML) に対してプロットしたグラフである。各プロットの下に各加熱温度を記載した。また、歪み Si 原子密度は Si^a 及び Si^b ピーク強度の和から算出した^[2]。

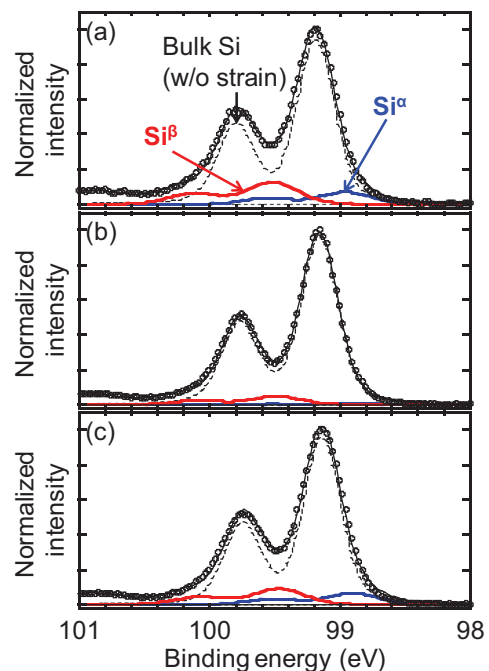


図4 (a)加熱前及び(b) 300°C 、(c) 500°C で加熱した試料の Si 2p スペクトル。

Modified from Suzuki et al.^[3] © The Electrochemical Society. Reproduced with permission. All rights reserved.

400°C 及び 500°C で加熱した場合は、 P_b センター密度の減少と同時に歪み Si 原子密度が増大した。Stesmans らの先行研究によれば、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(111)$ 界面における伸張歪みが増大するほど、 P_b センター密度が減少する⁶⁾。このことから考えると、400°C 及び 500°C での加熱による P_b センター密度減少の支配的要因は、熱膨張による $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面の歪みの蓄積であると考えられる。一方で、300°C で加熱した場合は、 P_b センター密度の減少と同時に歪み Si 原子密度も減少した。この傾向は、400°C 及び 500°C 加熱の場合と逆であり、 P_b センター終端の際に、何らかの要因で歪みの蓄積が抑えられていると考えられる。先の SIMS 分析結果によれば、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面における水素濃度が、300°C での加熱時において最も高い。よって、300°C においては、水素が P_b センターを終端するのと同時に、 SiO_2/Si 界面の歪みを緩和している可能性がある。水素による歪緩和については、 $\text{Si}(111)$ 基板への原子状水素の照射によって最表面の歪み Si 原子密度が減少する事例⁶⁾が報告されている。このことから、 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 界面においても水素が歪みを緩和している可能性があると考えられる。つまり、 P_b センターの水素終端は界面における歪みエネルギーの増加を抑える効果を有し、熱応力による終端と比べて構造的に安定であることが示唆される。

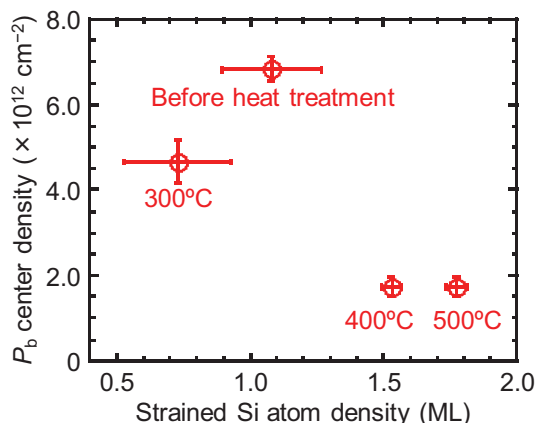


図5 H⁺注入 SiO_2/Si 構造における P_b センター密度の歪み Si 原子密度に対する依存性。

Modified from Suzuki et al.^[3] © The Electrochemical Society. Reproduced with permission. All rights reserved.

4. まとめ

H⁺注入 $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ 構造の ESR 測定及び光電子分

光測定により、 P_b センターと界面の歪みの挙動の関連性を調査した。本研究の結果から、水素が P_b センターを終端するのと同時に、 SiO_2/Si 界面の歪みエネルギーの蓄積を抑える可能性が示唆された。

謝辞

光電子分光実験にあたり多大なご支援を頂いた、佐賀大学シンクロトン光応用研究センターの高橋 和敏教授に深く感謝致します。また、日頃の研究開発活動にご理解とご支援を頂いている、代表取締役社長兼 COO の降屋 久博士、池田 直紀常務執行役員に感謝致します。

参考文献

- [1] K. Kurita et al., “Proximity Gettering Design of Hydrocarbon–Molecular–Ion–Implanted Silicon Wafers Using Dark Current Spectroscopy for CMOS Image Sensors”, *Sensors* **19**, 2073 (2019).
- [2] S. Ogawa et al., “Relation Between Oxidation Rate and Oxidation-Induced Strain at $\text{SiO}_2/\text{Si}(001)$ Interfaces during Thermal Oxidation”, *Jpn. J. Appl. Phys.* **52**, 110128 (2013).
- [3] A. Suzuki et al., “Photoemission Spectroscopy Study on Hydrogen Termination Effect on SiO_2/Si Structure Fabricated using H⁺-Implanted Si Substrate”, *J. Electrochem. Soc.* **167**, 127505 (2020).
- [4] P. J. Caplan et al., “ESR centers, interface states, and oxide fixed charge in thermally oxidized silicon wafers”, *J. Appl. Phys.* **50**, 5847 (1979).
- [5] A. Stesmans et al., “Influence of *in situ* applied stress during thermal oxidation of (111) Si on P_b interface defects”, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 3038 (2003).
- [6] C. J. Karlsson et al., “Hydrogen chemisorption on $\text{Si}(111)7\times7$ studied with surface-sensitive core-level spectroscopy and angle-resolved photoemission”, *Phys. Rev. B* **41**, 1521 (1990).

アイソタクチックポリプロピレン結晶の再組織化と相転移進行のその場観測

野崎浩二, 稲垣美沙子, 三好崇太

山口大学

1. はじめに

結晶化完了後の高分子結晶ではさまざまな再組織化過程が競合して進行する。高分子結晶の諸物性に関する研究やプラスチック材料応用分野等のさまざまな場面でこの高分子結晶の再組織化を考慮する必要がある。そのとき「その場観測」は有力な手法となる。著者らは、高分子結晶の典型的な再組織化過程である融解・再結晶化が関与する高分子結晶の相転移進行をその場観測し、再組織化が相転移にどのように関係するかを明らかにする目的で研究を行っている。

iPP は融液状態からは低温で $\alpha 1$ 相, 高温では $\alpha 2$ 相に結晶化する。 $\alpha 1$ 相結晶は昇温すると $\alpha 2$ 相に相転移する ($\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移)。この相転移は融解・再結晶化によって進行すると推測される実験事実が過去に示されている¹⁾。

本報告では、iPP の熱処理時に進行する $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移を広角 X 線回折その場観測 (*in situ* WAXD) した結果、この相転移が融解・再結晶化によって進行することを直接示す実験事実が得られたので報告する。さらに、定速昇温、温度ジャンプ、等温熱処理を組み合わせた熱処理を行い、そのときに進行する $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移を *in situ* WAXD で観測し、融解過程、再結晶化過程と相転移進行の関係を明らかにしたので報告する。

2. 実験

2-1 試料調製

重量平均分子量 $M_w = 240,000$ 、分子量分布 $M_w/M_n = 4.4$ 、タクティシティ $[mmmm] = 97.8\%$ の iPP 試料を用い、融点以上の 230°C で 5 min 融解し、 120°C に急冷後 30 min 間等温結晶化させた試料を用いた。この方法により、積層ラメラ構造によって構成される $\alpha 1$ 相のみからなる球晶試料が得られる。

厚さ 0.4 mm の初期試料を図 1(a)に示すような中心部に X 線が透過する観察窓(3 mmφ)を有する 2 枚

の銅製円板(16 mmφ)で挟んだ。

2-2 実験方法

図 1(b)に熱処理に使用した温度ジャンプステージを示す。この温度ジャンプステージは個々に温度制御できる上下に並んだ 2 つ (あるいは 3 つ) の縦型ステージを搭載している。上方ステージから X 線散乱実験が可能な下方ステージに試料を落とすことで、温度ジャンプが実現できる。

温度ジャンプステージを SAGA-LS の BL11 に設置し、図 2 に示すような定速昇温・等温熱処理過程 (下方ステージで実施) と定速昇温 (上方ステージ) ・温度ジャンプ・等温熱処理過程 (下方ステージ) における WAXD プロファイルをその場観測した。X 線は 8.0 keV、カメラ長は 80 mm 程度、検出器には PILATUS を用い、露光時間は 5 s あるいは 60 s とした。

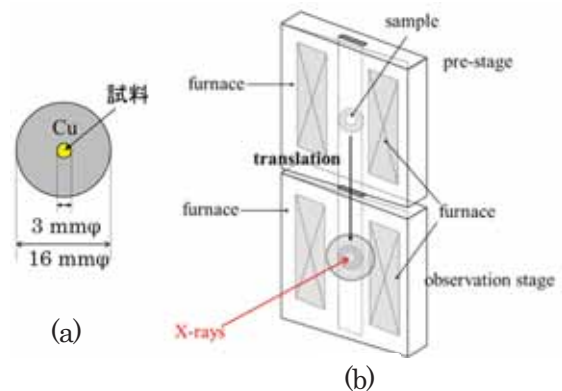


図 1 試料ホルダ(a)と 2 ステージ型の温度ジャンプステージ(b)

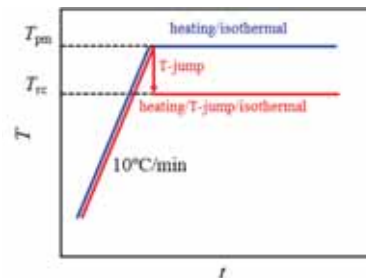


図 2 定速昇温・等温熱処理過程と定速昇温・温度ジャンプ・等温熱処理過程における温度変化

3. 結果及び考察

図3は初期試料を10°C/minの定速で昇温し、昇温中の温度164°Cで昇温を停止し、その温度で等温保持した定速昇温・等温熱処理過程におけるWAXDプロファイルの変化である。昇温中はすべてのBragg反射ピークの強度が減少する、つまり、融解が進行する。等温過程に移行後は、Bragg反射ピークの強度が再び増加する。再結晶化が進行していることを意味している。等温過程ではiPPの $\alpha 2$ 相結晶にのみ観測される $\bar{1}61$ と $\bar{2}31$ 反射が出現する。これらの反射は昇温中は観測されない。以上の結果はiPPの $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移が $\alpha 1$ 相結晶の融解と $\alpha 2$ 相結晶の再結晶化で進行することを示している。

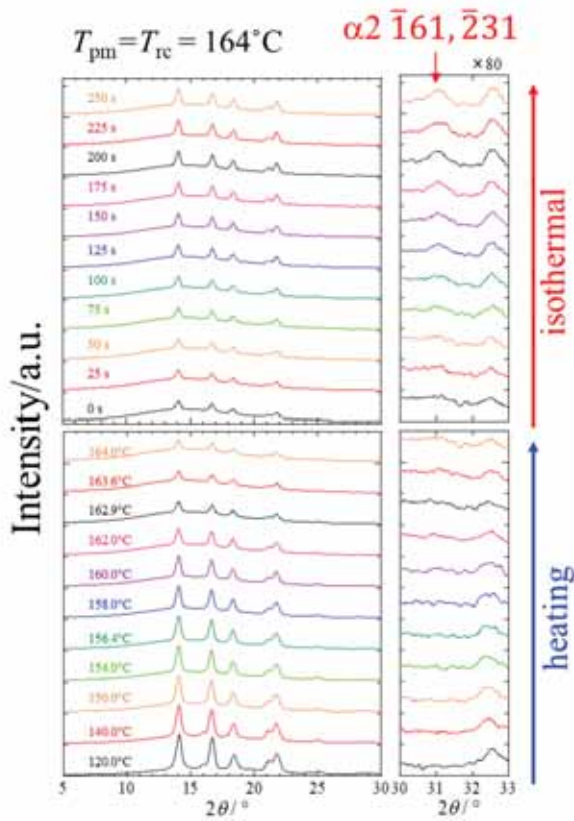


図3 定速昇温・等温熱処理過程におけるWAXDプロファイルの変化

図4はWAXDプロファイルの変化から導出した全結晶化度 χ_c 、 $\alpha 1$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\alpha 2$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 2}$ の変化である。定速昇温中は全結晶化度（ $\alpha 1$ 相の結晶化度）が低下する。この場合、到達温度164°Cでは結晶化度は0にはならない。すなわち「部分融解」が進行する。そこで等速昇温の到達温度を部分融解温度 T_{pm} と呼ぶ。等温熱処理過程では主に $\alpha 2$ 相の結晶化度が増加し、再結晶化が進行していることを明確に示

している。ここで等温熱処理温度を再結晶化温度 T_{rc} と呼ぶ。以上のように、 $\alpha 1$ 相の融解と $\alpha 2$ 相の再結晶化という形で $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移が進行していることを直接示すことができた。定速昇温・等温熱処理過程では、定速昇温をある温度で停止することによって再結晶化に必要な時間が確保され、融解過程と再結晶化過程を分離できる。

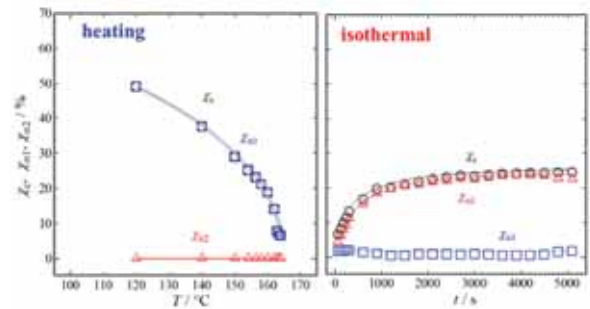


図4 定速昇温・等温熱処理過程 ($T_{pm} = T_{rc} = 164^\circ\text{C}$) における全結晶化度 χ_c 、 $\alpha 1$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\alpha 2$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 2}$ の変化

図5はさまざまな部分融解温度（再結晶化温度）で行った定速昇温・等温熱処理過程における χ_c 、 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\chi_{\alpha 2}$ の変化である。すべての部分融解温度において昇温中の結晶化度の減少曲線、すなわち部分融解過程には再現性が見られ、 $\alpha 2$ 相の出現も確認されない。等温熱処理過程に移行すると、すべての再結晶化温度において結晶化度の増加が見られ、再結晶化が進行していることが確認できる。このとき、 $T_{rc} = 153^\circ\text{C}$ では $\alpha 2$ 相はほとんど生成しない。 $T_{rc} = 155 \sim 164^\circ\text{C}$ では等温過程で $\alpha 2$ 相が出現し、その量は T_{rc} が高いほど多い。

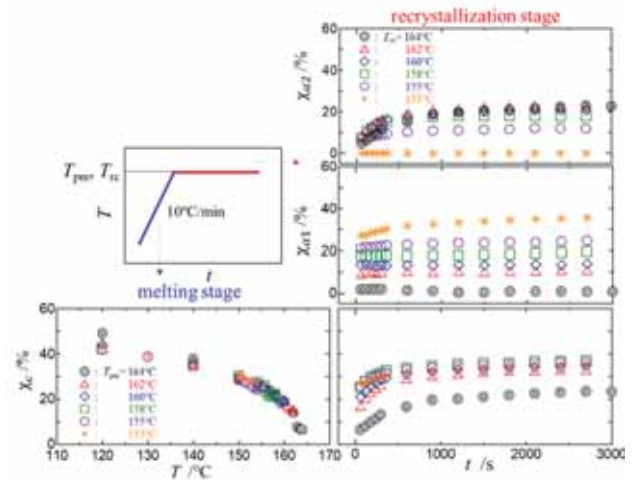


図5 定速昇温・等温熱処理過程 ($T_{pm} = T_{rc}$) における全結晶化度 χ_c 、 $\alpha 1$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\alpha 2$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 2}$ の変化

図 6 はさまざまな再結晶化温度 T_{rc} で行った定速昇温・温度ジャンプ・等温熱処理過程における χ_{c} 、 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\chi_{\alpha 2}$ の変化である。部分融解温度は $T_{\text{pm}} = 164^{\circ}\text{C}$ に固定している。等温熱処理過程では、すべての再結晶化温度において結晶化度の増加が見られ、再結晶化が進行していることが確認できる。このとき、すべての結晶化温度において $\alpha 1$ 相の生成量は少なく、 $\alpha 2$ 相の生成量が多い。

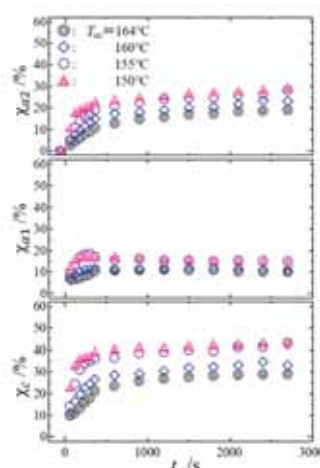


図 6 定速昇温・温度ジャンプ・等温熱処理過程の等温熱処理過程移行後の全結晶化度 χ_{c} 、 $\alpha 1$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 1}$ 、 $\alpha 2$ 相の結晶化度 $\chi_{\alpha 2}$ の時間変化

図 7 は再結晶化過程において成長する結晶の $\alpha 2$ 相分率 $W_{\alpha 2}^{\text{recry}}$ の再結晶化温度 T_{rc} 依存性を示している。 $T_{\text{rc}} = 164^{\circ}\text{C}$ に固定した定速昇温・温度ジャンプ・等温熱処理過程の場合 (○) は、再結晶化する結晶中の $\alpha 2$ 分率はほぼ一定であり、 T_{rc} 依存性は見られない。一方、定速昇温・等温熱処理過程 ($T_{\text{pm}} = T_{\text{rc}}$) の場合 (●) は、 T_{rc} が高いほど $\alpha 2$ 相分率 $W_{\alpha 2}^{\text{recry}}$ が高い。以上より、再結晶化する結晶中の $\alpha 2$ 相分率は部分融解温度 T_{pm} に依存し、 T_{pm} が高いほど $\alpha 2$ 相分率が高くなることが明らかになった。

以上のように iPP の $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移は、高分子結晶で進行する典型的な再組織化過程の一つである融解・再結晶化によって進行することが明らかになった。この相転移進行は部分融解過程において部分融解が多く進行し、再結晶化過程において再結晶化量が多く、そのときの $\alpha 2$ 相分率が高いほど多く進行する。さらに、再結晶化時の $\alpha 2$ 相分率は部分融解温度が高いほど高くなる。

ここでの再結晶化は部分融解後に残存する結晶を種結晶とするシーディング結晶化である。シーディング結晶化によって再結晶化した結晶中の $\alpha 2$ 分率が部分融解温度 T_{pm} で決定される理由を考察する。

部分融解後に残存する結晶の状態は部分融解温度 T_{pm} によって決まると考えられる。 T_{pm} が高いほど残

存する結晶領域が少なくなり、結晶子サイズも小さくなると予想される。部分融解温度が高いほど、残存する結晶領域が少なく、非晶中の分子鎖が結晶に束縛されないで、分子の運動性が高い環境になると考えられる。

ここで iPP の $\alpha 1$ 相と $\alpha 2$ 相では iPP 分子は 3/1 螺旋構造をとって配列する。その配列の秩序性は $\alpha 2$ 相の方が高い。融解後すぐの融液中には 3/1 らせんセグメントが残存し、シーディング結晶化では 3/1 らせんセグメントが種結晶に再度取り込まれながら再結晶化が進行する。このとき、分子の運動性が高い方が 3/1 らせん分子の高い秩序配列が形成される、つまり、 $\alpha 2$ 相への結晶化が進行することが期待される。一方、部分融解温度が低い場合、残存する結晶領域が多く、残存する結晶子間の狭い空間に非晶分子が存在することになる。そのような環境における分子鎖は運動性が低いため高い秩序配列を形成できず、 $\alpha 1$ 相の成長が優勢となる。このように融解した分子鎖の存在する環境によって分子セグメントの運動性の違いが生じ、再結晶化過程に影響すると考えられる。

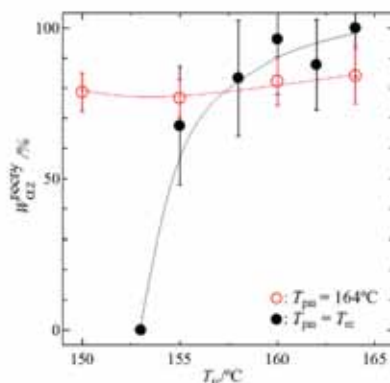


図 7 再結晶化過程で生成する結晶中の $\alpha 2$ 相分率 $W_{\alpha 2}^{\text{recry}}$ の再結晶化温度 T_{rc} 依存性

4. まとめ

iPP の $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移が融解・再結晶化によって進行することをその場観測で確認した。 $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移進行は昇温中の部分融解過程後の状態、および、その状態での再結晶化に制御される。

参考文献

- [1] M. Naiki, et al., "Crystal Ordering of α Phase of Isotactic Polypropylene" Polymer, 42, 5471-5477 (2001).

両双性イオンブロック共重合体濃厚溶液の ライオトロピック秩序構造

檜垣勇次、高橋将也、清水 茜
大分大学

1. はじめに

細胞内においてタンパク質や核酸の液-液相分離により形成される動的な高分子集合体は、細胞内分画化、物質輸送、シグナル伝達といった多様な生体システムにおける重要な非膜オルガネラとして注目されている。そのため、液-液相分離により形成されるオルガネラの構造や動態の分子論的理解が急速に進みつつあり、相分離現象の制御による新たな分子システムへの期待が高まっている^[1]。一方、水溶性高分子が水溶液中で相分離する現象は Aqueous Two-Phase System (ATPS、水性二相系)として知られており、タンパク質の選択的な分配による精製や濃縮に利用されてきた^[2,3]。近年、水溶液が相分離する親水性高分子で構成される両親水性ブロック共重合体が水溶液中で凝集して形成する分子集合体が提案されており、両親媒性高分子が疎水性相互作用により水圏で形成する分子集合体とは異質な物質透過性の高い新たな分子集積体として注目されている^[4,5]。

我々は、生体適合性に優れる双性イオン高分子で構成されたブロック共重合体が、双性イオン構造の非対称性に起因する双性イオンの水和状態や相互作用の相違により相分離し、双性イオン高分子のみで構築される新たな分子組織体を創成できると着想した。本研究では、双性イオン高分子であるポリ[3-(*N*-2-メタクリロイルオキシエチル-*N*, *N*-ジメチル)アンモネートアセテート] (PCB) とポリ[3-(*N*-2-メタクリロイルオキシエチル-*N*, *N*-ジメチル)アンモネートブタンスルホネート] (PSB) で構成されるブロック共重合体 (PCB-*b*-PSB) 水溶液のメソスケール秩序構造を小角 X 線散乱 (SAXS) 測定により解析し、両親水性ブロック共重合体の相分離により形成される秩序構造とその構造転移の発現機構を探求した (図 1) ^[6]。



図 1 PCB-*b*-PSB の化学構造と水溶液が形成するメソ構造の模式図

2. 実験

2-1 試料

可逆的付加開裂連鎖移動 (RAFT) 重合により、PCB マクロ連鎖移動剤を合成し、PSB を鎖延長することで PCB-*b*-PSB を合成した^[7]。重合生成物を分別沈殿することで、分子量分布が狭い分子量制御されたブロック共重合体群を合成した。GPC 測定 (分離カラム : TSKgel G5000PW_{XL}、TSKgel G3000PW_{XL}、溶離液 : 200 mM NaCl 水溶液) と ¹H-NMR 測定 (重溶媒 : 200 mM NaCl D₂O 溶液) によりブロック共重合体の分子構造を確認した。PCB マクロ連鎖移動剤と PCB-*b*-PSB の数平均分子量と分子量分布はそれぞれ $M_{n,PCB} = 9500$ 、 $M_w/M_{n,PCB} = 1.11$ 、 $M_{n,PCB-b-PSB} = 55800$ 、 $M_w/M_{n,PCB-b-PSB} = 1.08$ であり、PCB 鎖の重合度と PSB 鎖の重合度はそれぞれ 43、158 であった。以降、このブロック共重合体を PCB₄₃-*b*-PSB₁₅₈ と表記する。

2-2 実験方法

SAXS 測定は、九州シンクロトロン光研究センター BL11 にて、X線エネルギー 8000 eV、カメラ長 1618 mm とし、検出器に PILATUS 300K (Dectris Co., Ltd.)を用いて測定した。2 次元散乱強度データより、解析ソフト Fit2D を用いて円環平均した 1 次元散乱強

度プロファイルを得た。溶解性試験は、過酸化水素処理してジチオベンゾエート末端を除去することで無色化した PCB（重合度：34）とジチオベンゾエート末端により淡赤色に着色した PSB（重合度：145）のブレンド溶液の混合状態を目視観察し、それぞれの層の体積をメニスカス位置から計測した。

3. 結果及び考察

PCB₄₃-*b*-PSB₁₅₈水溶液の一次元SAXS強度プロファイルを図2(A)に示す。60wt%水溶液は散漫な散乱ピークを示しており、PCB鎖とPSB鎖は相分離しているものの秩序性の高い周期構造を形成しなかった。50 wt%水溶液は構造因子に起因する複数の高次ピークを示し、一次ピーク (q^*) に対する高次ピークの散乱ベクトルと、ブロック共重合体の体積分率より、PCB相がドメインとなったヘキサゴナルシリンダー構造の形成が認められた。40 wt%水溶液では散乱ピークが先鋭化しており、格子構造の乱れが大幅に低減した。30 wt%水溶液は構造因子に起因する散乱ピーク位置より、ラメラ状秩序構造への構造転移が認められた (2次ピークは消滅則により消失)。20 wt%水溶液では散乱ピークが広幅化しており格子構造の乱れが顕在化し、10 wt%水溶液では散乱ピークが消失しており無秩序化した。バラクリスタル理論に基づく散乱関数で散乱強度プロファイルをフィッティングした結果、高分子濃度の低下と共にPCB鎖の体積分率が増大し、PCBシリンダードメインの六方最密充填構造からシリンダー径の増大を経てラメラ構造への秩序構造転移した。図2(B)にシミュレーションにより算出された理想格子の模式図を示している。すなわち、PCB₄₃-*b*-PSB₁₅₈の濃厚水溶液は水和したPCB鎖と水和したPSB鎖が相分離しており、特定の濃度範囲において高度に秩序化したメソ構造を形成し、濃度に応じてモルフォロジーが変化することが明らかとなった。

高分子濃度に応じた秩序構造転移機構をホモポリマーブレンド水溶液の溶解性試験で検証した(図3)。無色PCBホモポリマーと淡赤色PSBホモポリマーは明確に相分離しており、水溶液濃度によらず PSB ゲル状膨潤相の体積は一定で、水が選択的に PCB 相に分配された。また、相分離した溶液の体積分率は

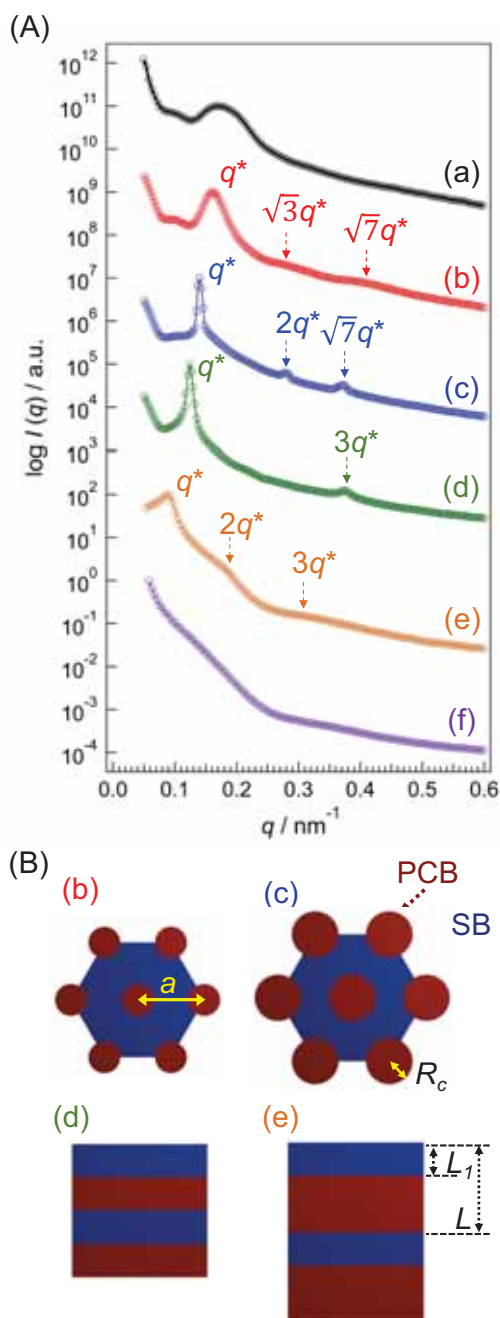


図2 (A) PCB₄₃-*b*-PSB₁₅₈水溶液の円環平均 SAXS 一次元プロファイル (B) シミュレーションにより計算した理想格子構造の模式図 [水溶液濃度: (a) 60 wt%、(b) 50 wt%、(c) 40 wt%、(d) 30 wt%、(e) 20 wt%、(f) 10 wt%] Reproduced with permission from Wiley-VCH GmbH

SAXS 測定で求めた秩序構造から計算される体積分率と一致した。すなわち、浸透圧の要請による PCB 相への水の選択的な分配による体積分率と界面曲率の変化が秩序構造転移の発現機構であることが示された。PSB 鎖はスルホベタイン基のスルホン酸アニオ

ンと四級アンモニウムカチオンの電荷密度が対称的であるため静電相互作用により会合しやすい。このため、PSB鎖がスルホベタインの会合によりネットワーク構造を形成することで溶解性が制限され、浸透圧による選択的な水の分配が促されていると考えられる。

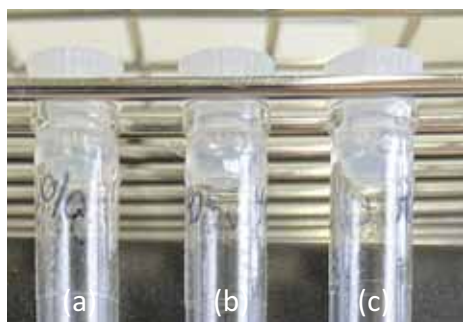


図3 無色PCBホモポリマーと淡赤色PSBホモポリマーの2成分ブレンド水溶液の外観 [水溶液濃度: (a) 50 wt%、(b) 40 wt%、(c) 30 wt%] Reproduced with permission from Wiley-VCH GmbH

4. まとめ

異種双性イオン高分子で構成される両親水性ブロック共重合体が水溶液状態でナノスケールの秩序構造を形成し、高分子濃度に応じて構成双性イオン高分子凝集相の浸透圧に起因して秩序構造転移を示す現象を見出した。生体適合性高分子で構成されるナノスケールの水性二相系構造体であり、環境に応じて分子分画と解放を制御できる新たな医用分子システムへの応用が期待される。

謝辞

本研究は、公益財団法人 徳山科学技術振興財団 2020 年度研究助成を受けて行われました。兵庫県立大 遊佐真一准教授との共同研究であり、カルボキシベタインメタクリレートモノマーは大阪有機化学工業株式会社 猿渡欣幸氏にご提供いただきました。SAXS 測定は SAGA-LS BL11 (課題番号: No.1909074F、1911111F、2003020F)にて SagaLS 河本正秀氏にご支援いただき実施されました。本研究をご支援をいただきました皆様に心より御礼申し上げます。

参考文献

- [1] S. F. Banani, H. O. Lee, A. A. Hyman, M. K. Rosen, “Biomolecular Condensates: Organizers of Cellular Biochemistry”, *Nat. Rev. Mol. Cell Biol.*, **18**, 285 (2017).
- [2] C. R. Mace, O. Akbulut, A. A. Kumar, N. D. Shapiro, R. Derda, M. R. Patton, G. M. Whitesides, “Aqueous Multiphase Systems of Polymers and Surfactants Provide Self-Assembling Step-Gradients in Density”, *J. Am. Chem. Soc.*, **134**, 9094 (2012).
- [3] H. Zhao, V. Ibrahimova, E. Garanger, S. Lecommandoux, “Dynamic Spatial Formation and Distribution of Intrinsically Disordered Protein Droplets in Macromolecularly Crowded Protocells” *Angew. Chem.* **132**, 11121 (2020).
- [4] A. Blanazs, N. J. Warren, A. L. Lewis, S. P. Armes, A. J. Ryan, “Self-assembly of Double Hydrophilic Block Copolymers in Concentrated Aqueous Solution”, *Soft Matter*, **7**, 6399 (2011).
- [5] S. M. Brosnan, H. Schlaad, M. Antonietti, “Aqueous Self-Assembly of Purely Hydrophilic Block Copolymers into Giant Vesicles”, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **54**, 9715 (2015).
- [6] M. Takahashi, A. Shimizu, S. Yusa, Y. Higaki, “Lyotropic Morphology Transition of Double Zwitterionic Diblock Copolymer Aqueous Solutions”, *Macromol. Chem. Phys.*, **222**, 2000377 (2021).

X線異常散乱による金属ガラスの若返り効果の原子配列の変化の研究

細川伸也¹, Jens Rüdiger Sterhorn²

¹熊本大学, ²広島大学

1. はじめに

ガラスは一般的に、アニーリングすれば構造緩和してエネルギー的に安定する。ところが、温度を変化させるなど、試料にストレスを加えることにより、よりエネルギー的に高い方向に緩和する「若返り」効果を起こすことがある。最近、Ketovらによって試料の温度を何度も繰り返して変化させることによって若返り効果が引き起こされることがわかった^[1]。彼らの解釈では、ガラスが不均質であれば熱膨張率の分布がガラス内に生じるので、温度変化を繰り返すことで大きく体積を変化させる部分とそうでない部分にせん断力が生じ、この部分が若返る。そのため、不均質性の大きいガラスほどその効果は大きいとされる。彼らは、 $\text{La}_{55}\text{Ni}_{10}\text{Al}_{35}$ などの金属ガラスで観測される β 構造緩和ピークを用いて構造不均質性を議論している。このロジックの正当性や普遍性については、さまざまな議論がなされている。

われわれはこれまで、大きな β ピークを持つGd-TM (TM = Co, Ni, Cu)系金属ガラスに興味を持ち、その温度サイクルによる若返り効果の探索を始めた。図1は、山崎によって測定されたGd-Co系金属ガラスの β 構造緩和ピーク^[2]を示す。およそ375°Cに見られるブロードなピークが β ピーク、550°C付近に見られる鋭いピークが α ピークである。Co組成が0.35付近で最も β ピーク

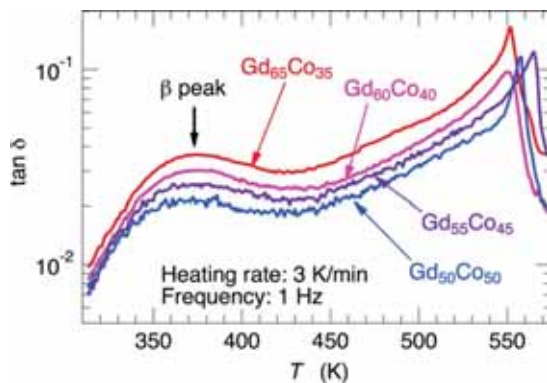


図1 Gd-Co系の β 構造緩和ピーク^[2]。

クが大きく、構造不均質性が最も大きいと推定できる。

われわれは原子構造の立場から $\text{Gd}_{65}\text{Co}_{35}$ 金属ガラスの若返り効果を探究している。まず、高エネルギー X 線回折(HEXRD)法を用いて、熱サイクルによる原子配列の変化を観測した。実験は、SPring-8 のビームライン BL04B2 で、112.83 keV の入射 X 線エネルギーで、 250 nm^{-1} までの広い Q 範囲で行った。図2は、測定で得られた構造因子からフーリエ変換によって得られた二体分布関数 $g(r)$ を示す。青赤はそれぞれ、熱処理前後の結果を示す。熱処理によりピーク強度は2つともわずかに低くなるとともに、第1ピークは長距離側に、第2ピークは僅かに短距離側にシフトする。

本研究では、この $\text{Gd}_{65}\text{Co}_{35}$ 金属ガラスの構造変化についてさらに詳しい知見、特にその部分構造を明らかにするために、Gd L_{III} および Co K 吸収端付近で X 線異常散乱 (AXS) 実験を九州シンクロトロン光研究センターで行った。

2. 実験

2-1 試料

$\text{Gd}_{65}\text{TM}_{35}$ 金属ガラスは、東北大学金属材料研究所において、スプラット・クエンチング方により、厚さ

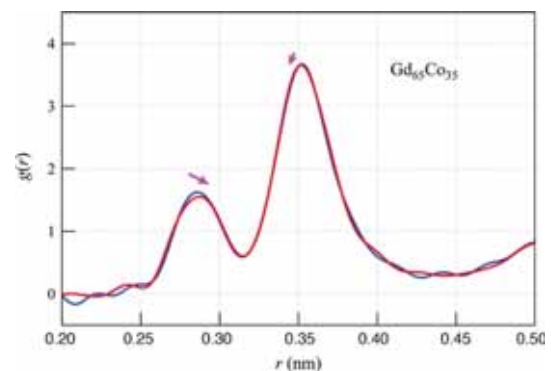


図2 $\text{Gd}_{65}\text{Co}_{35}$ ガラスの $g(r)$ 。青赤はそれぞれ熱サイクルの前後を示す。

約 20 μm 、幅約 2 mm のリボンを作製した。原材料の純度は、Gd および Co が 99.9%、Ni と Cu が 99.99% のものを用いた。誘導コイルを用いてシリカ・ガラス中の混合試料を加熱、融解した後、水冷した銅製の回転する単ロールに吹き付けて急冷した。

作製した非結晶リボンは、2 ヶ月以上室温に放置して十分にアニールを行った。試料の若返りは、それぞれの X 線散乱実験の直前に、室温と液体窒素温度を 1 分ごとに变化させる温度サイクル熱処理を 40 回行った。

2-2 実験方法

AXS は、X 線吸収端付近に現れる原子形状因子

$$f(Q, E) = f_0(Q) + f'(E) + if''(E) \quad (1)$$

の異常項を用いる。ここで f_0 は通常の Q のみに依存する通常項であり、図 3 に、Gd (赤) の $L_{III} \sim L_{II}$ 吸収端および Co (黒) の K 吸収端付近での異常項の実部 f' (下方、負の部分) および虚部 f'' (上方、正の部分) を示す。各吸収端に近づくと、対応する元素の f' の負の値が大きくなっており、それに対応してその元素からの散乱 X 線強度が少し弱くなる。

実験は図に示すように、Gd L_{III} 吸収端(7.243 keV)および Co K 吸収端(7.709 keV)より 20 および 200 eV 低いエネルギーを選択して散乱実験を行い、そのコントラストから対応する元素のまわりの局所原子配列を導出することを試みた。すなわち、Gd L_{III} 吸収端付近の差構造因子 $\Delta_{Gd}S(Q)$ は Gd 元素にのみ関係した原子配列、Co K 吸収端付近の $\Delta_{Co}S(Q)$ は Co 元素にのみ関係した原子配列を示す。異常項の f'' は X 線吸収係

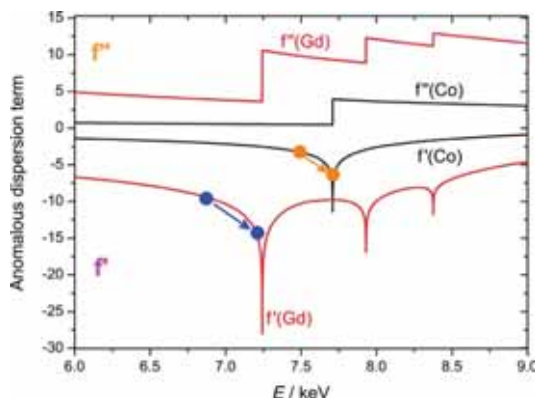


図 3 Gd L_{III} および Co K 吸収端付近での原子形状因子の異常項。

数から直接、 f' はそれからクラーマス・クロニヒ変換を行うことにより実験的に求めた。

AXS 実験は、BL15 に設置され、一般的に使用される ω - 2θ ディフラクトメータを用いて行った。X 線の検出には、エネルギー分解が可能な Si ドリフト検出器 (SDD) を用いた。しかしながら、この分解能では、弾性散乱シグナルから蛍光 X 線やコンプトン散乱の成分を除去できない。このため、試料に対してほぼ対称の位置に対応する入射 X 線に近い位置に、ほぼ同じ性能の別の SDD を配置して蛍光 X 線などの寄与を推算し、補正を行った³⁾。

得られた 2 つの $\Delta_b S(Q)$ は、HEXRD で求めた $S(Q)$ および $g(r)$ とともに逆モンテ・カルロ (RMC) 計算を行うことにより、部分構造因子 $S_{if}(Q)$ 、部分二体分布関数 $g_{if}(r)$ および 3 次元 (3D) 原子配列モデルを構築して、若返り効果による原子配列の変化を詳細に検討する。RMC 計算には、RMC++ プログラム・パッケージ⁴⁾ を用いた。

3. 結果及び考察

図 4 の \circ は、上から AXS 測定によって求めた $\Delta_{Gd}S(Q)$ と $\Delta_{Co}S(Q)$ 、および HEXRD 測定により求めた $S(Q)$ の実験結果、実線は RMC フィットの結果を示す。青および赤はそれぞれ熱処理前および後を示す。結果を明瞭に示すために、各関数相互に 3、熱処理前後で 0.5 だけスペクトルを上下にずらしてある。

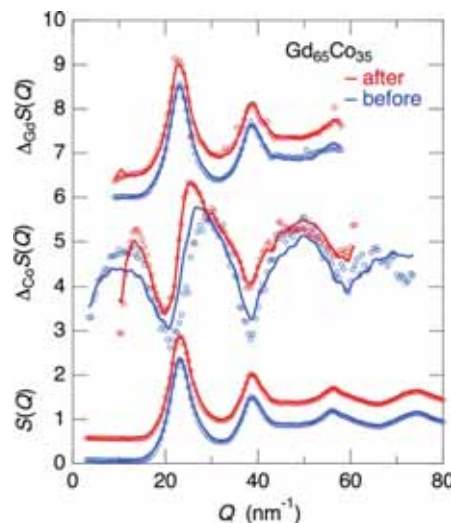


図 4 $\Delta_{Gd}S(Q)$ 、 $\Delta_{Co}S(Q)$ および $S(Q)$ 。 \circ : 実験結果、実線 : RMC フィットの結果。熱処理前 (青) および後 (赤)。

まず、 $\Delta_{\text{Gd}}S(Q)$ は $S(Q)$ に非常に相似しており、 $S(Q)$ のかなりの部分はGdに関係していることがわかり、これはGdによるX線回折がCoと比べ電子数の違いにより支配的であることを示している。またこれらについては一見して熱処理の効果は極めて小さい。 $\Delta_{\text{Co}}S(Q)$ については、Coの組成もX線散乱断面積も小さいために、ややノイズの多いデータとなっているが、熱処理前後でスペクトルの変化が明瞭に現れている。実線に示したRMCフィットは実験結果をよく再現している。

図5に、RMCフィットで求めた $g_i(r)$ の結果を、上より、Gd-Gd、Gd-Co および Co-Co 相関の順で示した。結果を明瞭に示すために、スペクトルはそれぞれ5だけ上下にシフトさせてある。図2に示したように、 $g(r)$ の最近接原子領域は、0.28 nm 付近の第一ピークと0.35 nm 付近の第二ピークに分かれているが、この結果より第一ピークはGd-Co および Co-Co 相関、第二ピークはGd-Gd 相関によりできていることがわかる。

熱処理により、Gd-Gd のピークはほんの少しだけ低くなるが、配位数に変化はほとんどないため、Gd-Gd の原子間距離のゆらぎがやや大きくなったことを示している。Gd-Co 相関に関しては、第二ピークに対応する位置に小さなピークが熱処理で現れる。Co-Co 相関に関しては、第一ピークの低 r 側が大きく減少し、第二ピークの位置に大きなピークが現れる。

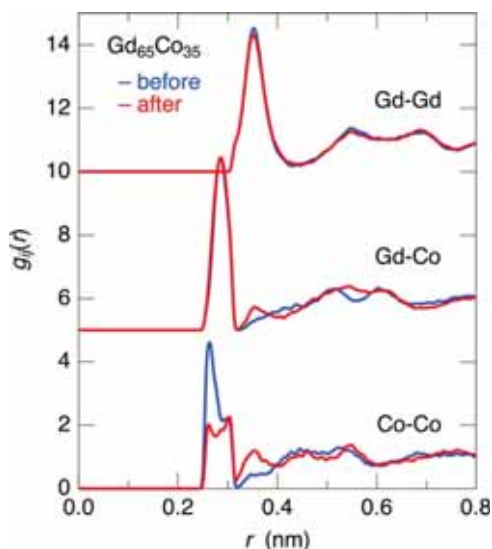


図5 RMC フィットで求めた $g_i(r)$ 。熱処理前（青）および後（赤）の結果。

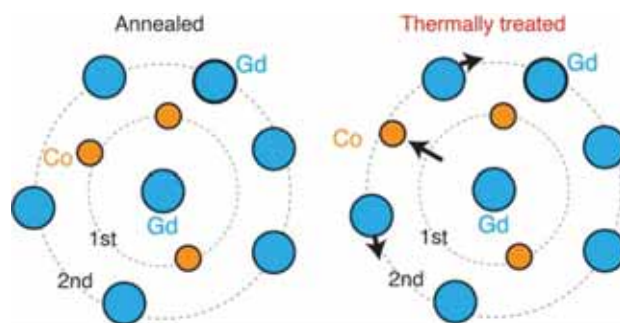


図6 熱処理によってGdのまわりで起きる若返りの原子構造モデル。

実験でわかったこれらの結果を再現する原子構造モデルをGd原子のまわりで考案したものを図6に示す。実験結果から明らかなように、第一ピークを形成したCo原子の一部が第二ピーク位置に押し出された。それに伴い、第二ピークに存在したGd原子が押し出され、Gd-Gd原子間距離にゆらぎが生じたと考えられる。Coについても第一ピーク内に存在したCo同士が離れ、第二ピークの距離になったと考えられる。

4. まとめ

AXS実験によってGd₆₅Co₃₅金属ガラスの若返りに伴って、その部分構造に明白な変化を見出すことができた。この研究は、このガラスの弾性的性質の若返り効果を求めるために行ったX線非弾性散乱実験の結果を含めて、論文発表の準備を行っている⁵⁾。

この研究は、九州シンクロトロン光研究センターにおいて長期課題1902010Aで行い、日本学術振興会科学研究費補助金・学術変革領域研究(A)「超秩序構造が創造する物性科学」(20H05878)、科学技術振興機構CREST「データ駆動科学による高次元X線吸収計測の革新」(JPMJCR1861)およびドイツ研究振興協会メルカトル財団(FOR 2824)の支援を受けた。

参考文献

- [1] S. V. Ketov *et al.*, Nature **524**, 200 (2015).
- [2] 山崎由勝: 博士論文 (東北大学, 2016)
- [3] J. R. Stellhorn, S. Hosokawa, and E. Magome, AIP Conf. Proc. **2054**, 050012 (2019).
- [4] O. Gereben *et al.*, J. Optoelectron. Adv. Mater. **9**, 3021 (2007).
- [5] S. Hosokawa *et al.*, to be submitted.

トルコギキョウにおけるシンクロトロン光照射による変異誘発

坂本健一郎^{1,2}, 高村武二郎^{2,3}

¹佐賀県農業試験研究センター, ²愛媛大学大学院連合農学研究科, ³香川大学農学部

1. はじめに

農作物の品種改良において突然変異育種は重要な育種手法であり、花き類では花色の改良を中心に放射線を利用した突然変異育種が行われている。さらに、近年、新たな変異原として放射線の一種のシンクロトロン光を利用したキクの花色変異個体¹⁾やホオズキの宿存がくの着色変異個体²⁾の作出が報告されており、突然変異育種におけるシンクロトロン光の有用性が示されている。

トルコギキョウ (*Eustoma grandiflorum* (Raf.) Shinn.) は、我が国の切り花生産において種子繁殖性の品目では作付面積および出荷量が第1位の重要品目である³⁾。アメリカ原産のリンドウ科の1、2年生草本植物で、戦後に主に我が国で育種が進み、現在は八重咲きや多彩な花色の品種が多数育成されている。中でも花色に関しては、我が国への導入時は紫色のみであったが、その後の育種により白やピンク、赤、覆輪、黄、緑色といった様々な花色が出現し、現在も多様な花色の品種が育成されている⁴⁾。さらに、近年の需要の高まりから、配色を含め、より特徴的な新規花色の新品種が求められている。

トルコギキョウの育種方法としては従来から交雑育種が主に行われてきた。一方で、近年ではガンマ線を用いた小輪化や花色変異誘発による品種⁵⁾や高温期でも生育中にロゼット化しにくい変異系統⁶⁾の作出、X線⁷⁾やイオンビーム⁸⁾の照射による花色変異誘発が報告されており、突然変異育種の有用性も示唆されている。

そこで本研究は、トルコギキョウの突然変異育種における新たな変異原としてのシンクロトロン光の有用性を明らかにすることを目的として、シンクロトロン光の照射による変異誘発を行った。

2. 実験

2-1 種子へのシンクロトロン光照射

供試材料には一重咲き桃色花トルコギキョウ固定品種‘メモリーピンク’ (ムラカミシード (株)) の乾燥種子を用いた。シンクロトロン光照射は、2019年7月に、SAGA-LSのBL09において、両面テープを用いて種子を固定したカプトン®をアクリル板に固定したものを照射台上に装着し、シンクロトロン光を照射した。吸収線量は50、100、200および400 Gyとし、シンクロトロン光を照射しない無照射区も設けた。なお、試料に照射するエネルギーは、アルミニウム板を用いて調整した。

2-2 照射個体における変異形質の調査

照射種子は2019年10月に育苗培土(セル培土TM-2, タキイ種苗 (株)) を充填した288穴セルトレイに播種し、佐賀県農業試験研究センターのガラスハウス内のベンチに置き育苗管理を行い、播種後100日目に生存率を調査した。生存率は照射した種子数に対する発芽後に成長した個体数の割合とした。発芽個体は定植まで最低温度15°Cに加温設定した同センターのガラスハウス内で育苗し、2020年4月に同センターの無加温のビニールハウス内に株間12cm間隔で定植し、2020年9月まで栽培した。なお、元肥として緩効性化成肥料(CDU複合燐加安S555, ジェイカムアグリ (株)) をN:P₂O₅:K₂O=1:1:1kg・a⁻¹施用した。開花個体については、頂花の花弁が展開し始めてから2日後に花色、花弁形状および草丈を調査し、花色の調査にはRHSカラーチャート(RHSCC, The Royal Horticultural Society)を用いた。また、開花個体数に対する花色変異個体数の割合を花色変異率とした。

3. 結果及び考察

シンクロトロン光照射した種子より得られた実

生の播種後 100 日目の生存率を図 1 に示した。50 および 100 Gy 照射区では、無照射区とほとんど変わらない生存率を示したが、200 Gy 照射区では 1% にまで著しく低下し、400 Gy 照射区では生存した実生が認められなかった。このことから、トルコギキョウ ‘メモリーピンク’ の乾燥種子へのシンクロトロン光照射における半数致死線量 (LD₅₀) は 100~200 Gy の間に存在しているものと推測された。

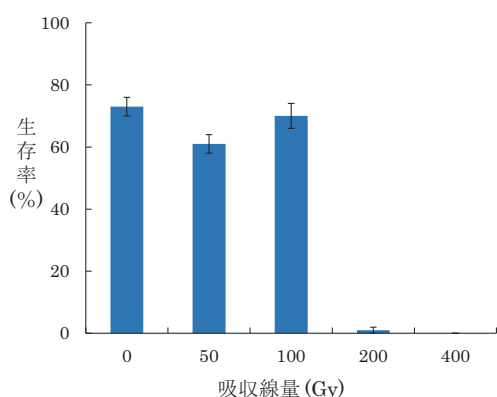


図 1 シンクロトロン光照射がトルコギキョウ ‘メモリーピンク’ 乾燥種子の生存率に及ぼす影響 (播種後 100 日目) . 図中の縦棒は標準誤差 (n=2).

各照射区の開花した M₁ 個体における花色変異の結果を表 1 に示した。無照射区の個体 (図 2 A) の花色は、RHSCC 番号はレッドパープルグループの N66D であったが、100 Gy 照射区においては無照射区の個体と同じ花色に、RHSCC 番号がパープルグループの 75C を示した斑が花卉の縦方向に入る条斑のキメラ個体 (図 2 B) が認められた。なお、他の照射区においては、花色および花形に関する変異は認められなかった。

表 1 トルコギキョウ ‘メモリーピンク’ におけるシンクロトロン光照射により得られた花色変異個体数.

吸収線量 (Gy)	照射種子数	調査個体数 (a)	花色変異個体数 (b)	花色変異率 (b/a (%))
0	100	73	0	0
50	100	61	0	0
100	100	70	1 ²	1.4
200	100	1	0	0
400	100	—	—	—

² 原品種の花色 (RHSCC, 番号 N66D) に淡紫色 (同 75C) の条斑を有する個体.

M₁ 個体における草丈の分布を図 3 に示した。無照射区および照射区とも 100~120 cm の個体の割

合が多く、わい化など草丈に関する変異を示した個体は認められなかった。なお、葉についても、奇形などを含めて突然変異は認められなかった (データ未掲載)。



図 2 シンクロトロン光照射により得られたトルコギキョウ ‘メモリーピンク’ の M₁ 世代における花色変異個体. (A) ‘メモリーピンク’. (B) 条斑が入る花色変異個体. →は条斑部位を示す.

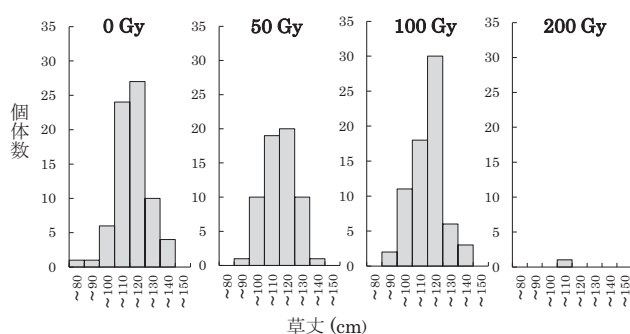


図 3 シンクロトロン光照射がトルコギキョウ ‘メモリーピンク’ の M₁ 世代の草丈に及ぼす影響.

トルコギキョウの突然変異誘発については、紫色および桃色の単色花の F₁ 系統の種子へのイオンビーム照射において、いずれも親系統の花色に白色の条斑が入る M₁ 個体が得られたこと⁸⁾、および X 線照射した種子において紫色に白色の条斑が入る M₁ 個体が獲得できたことが報告されている¹⁴⁾。また、白色に紫色または赤紫色の覆輪を有する固定品種の幼苗へのガンマ線照においても、有色部位の一部が薄くなる M₁ 個体が認められており¹⁵⁾、トルコギキョウにおける放射線照射では固定品種および F₁ 系統ともに、M₁ 世代において花色変異個体が得られやすく、その変異個体の多くが条斑のキメラ状の花色であったことが報告されている。本研究においては、桃色の単色花の固定品種へのシンクロトロン光の照射により、原品種とは異なる花色の単色花変異個体は得られなかったが、イオンビームや X 線などでの報告と同様の原品種の花色に淡色の条斑

が入る区分キメラと推測される花色変異個体が M₁ 世代において認められた。このことから、トルコギキョウにおいても、イオンビームなどの他の変異原と同様の花色変異の誘発がシンクロトロン光照射においても可能であり、照射当代でも花色変異個体を獲得できるものと示唆される。また、本研究では、比較的高い生存率を示した 100 Gy 照射区でのみ低い変異率ではあるものの花色変異が認められ、200 Gy 以上では生存率が著しく低下した。従って、トルコギキョウの乾燥種子へのシンクロトロン光照射においては、生存率が低下し始める前の 100 Gy 程度の吸収線量が花色変異誘発には効果的であることが推測される。

4. まとめ

トルコギキョウ乾燥種子へのシンクロトロン光照射により、イオンビーム等での報告と同様の花色変異個体が照射当代において獲得できることが明らかとなった。なお、花色変異誘発には 100 Gy 程度の吸収線量のシンクロトロン光が効果的であると示唆された。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、御協力をいただきました SAGA-LS 副主任研究員・石地耕太郎博士に感謝の意を表します。

参考文献

- [1] K. Sakamoto, M. Nishi, K. Ishiji, Y. Takatori, R. Chiwata, “Induction of flower-color mutation by synchrotron-light irradiation in spray chrysanthemum”, *Acta Horti*, 1237, 73-78 (2019).
- [2] 坂本健一郎・高村武二郎, “紫褐色に着色する宿存がくを有するホオズキのシンクロトロン光照射による突然変異誘発”, *園芸学研究*, 印刷中.
- [3] 農林水産省, 花き生産出荷統計, 〈https://www.maff.go.jp/tokei/kouhyou/sakumotu/sakkyou_kaki/index.html〉 (2020).
- [4] 福田直子, “トルコギキョウ”, 柴田道夫編著, *花の品種改良の日本史*, 289-312 (2016).

[5] 上条正明・永富成紀・岡崎利一, “放射線照射によるトルコギキョウ培養系由来の突然変異品種の育成”, *育学雑*, 46 (別1), 63 (1996).

[6] 宮下千枝子・南 晴文・栄森弘己, “ γ 線により誘発されたトルコギキョウの弱ロゼット性系統の選抜”, *東京農試研報*, 33, 53-57 (2005).

[7] 藤井崇治・藤田和義・高城啓一, “粒子線照射による花卉類の品種改良”, *若狭湾エネルギー研究センター研究年報*, 9 (2014).

[8] 橋本文雄・清水圭一・二神泰基・玉置尚徳・一谷勝之・吉田理一郎・内藤俊樹・福德康雄・尾上昌平・岡本繁久, “農業と醸造業にとって有用な生物素材開発のためのイオンビーム活用”, *平成29年度原子力機構施設利用共同研究一般共同研究成果報告書*, (2017).

3 利用促進

2020年度の利用促進について、報告する。

1-1 産業利用コーディネーター

2020年度は佐賀県内の産業振興を目的に産業利用コーディネーター(3名)を配置した。佐賀県内の企業及び試験研究機関を訪問し、課題解決のため技術分野に関する支援を行った。

1-2 利用相談等

企業、大学及び公設試験研究機関等からメール、電話及び来所等により多くの利用相談が寄せられ、随時相談に対応した。

また、実験終了後に実験責任者からビームタイム利用記録兼アンケート用紙を収集し、その要望を基に利用改善に努め、必要に応じて実験責任者へ報告を行った。

さらに、当研究センターの利用サービスの詳細をまとめた「利用の手引き」を配布した。

1-3 講習会等

当研究センターでの利用促進を図るため、「SAGA-LS サマースクール 2020」(2020年8月19日～21日、22名参加)を実施した。また、施設見学会を開催し、県内企業の利用促進に努めた。詳細は、V章で述べる。

1-4 光ビームプラットフォーム

2013年度4月から、文部科学省先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業に基づいて、当研究センターを含めたシンクロトロン放射光施設6機関とレーザー施設2機関で構成される「光ビームプラットフォーム」(<http://photonbeam.jp/>)に参画している。

全国的な視野で利用情報の発信、共通技術の開発、

人材交流等を行い、利用者の利便性向上や裾野の拡大に取り組んだ。参画機関は以下の8機関である。

[代表機関]

- ・大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構(物質構造科学研究所)

[実施機関]

- ・公益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
- ・公益財団法人科学技術交流財団(あいちシンクロトロン光センター)
- ・立命館大学(SRセンター)
- ・公立大学法人兵庫県立大学(高度産業科学技術研究所)
- ・学校法人東京理科大学(総合研究院赤外自由電子レーザー研究センター)
- ・国立大学法人大阪大学(レーザー科学研究所)

[連携機関]

- ・公益財団法人高輝度光科学研究センター(SPring-8登録施設利用促進機関)

光源加速器の状況

1. 光源加速器概要

SAGA-LS 光源加速器は、入射用電子リニアック(0.257 GeV)と放射光発生用電子蓄積リング(1.4 GeV)から構成される。低エネルギー入射方式を採用し、リニアックで加速された電子ビームは蓄積リングへ入射蓄積後さらに加速される。蓄積リング電磁石は、偏向電磁石2台、4極電磁石5台(QF1×2,QF2×1,QD1×1)から構成されるセルと呼ぶ基本的磁石配置の8回繰り返しとなっている。各セル境界となる8か所の長直線部に挿入光源、入射用セプトム、高周波空洞等が設置されている。

現在、シンクロトロン光光源としては、偏向磁石光源(7 ポート)、挿入光源(4 ポート)が運用されている。挿入光源の内訳は、APPLE-II アンジュレータ LS3U(佐賀県)、プランナーアンジュレータ LS4U(佐賀大)、ハイブリッド型3極超伝導ウィグラーLS2W(佐賀県)、LS5W(住友電工)である。

2. 運転状況

ユーザー運転における加速器の入射加速手順は、まず電子ビームをリニアックで加速し、蓄積リングへ毎秒数mA入射し、300 mA強蓄積された段階で入射を終了し、蓄積リング内で0.257 GeVから1.4 GeVに加速する。超伝導ウィグラー2台(LS2W、LS5W)を同時に

4Tに励磁した後、ベータートロンチューン、ビーム軌道、カップリング等のビーム補正を行い、ユーザー運転を開始する。ユーザー運転開始時の蓄積電流は約300 mAで、蓄積電流×ビーム寿命($i\tau$ 積)は1500 mAh程度である。

光源加速器の一週間の基本運転サイクルは、月曜マシンスタディ、火曜～金曜ユーザー運転(火曜2回入射、その他曜日1回入射)である。週末、休日の運転は原則行っていない。一日のユーザー運転時間は1回入射日11時間(10:00-21:00)、2回入射日9.5時間(前半10:00-15:00、後半16:30-21:00)である(2回入射日では、15:00にビームダンプを行い、ウィグラー2台の消磁完了後、1回目と同様の手順で再入射が行われる)。

2020年度の光源加速器の主な計画的運転停止期間は、2020年8月0.3ヵ月(夏期休暇)、10月1ヵ月(加速器点検シャットダウン)、12月末～翌年1月0.5ヵ月(年末年始休暇)であった。2020年度の光源加速器のユーザー運転時間は1704時間であった。図1に2006年開所から本年度までの年間ユーザー運転実施時間を示す。2008年の実験ホール東側増築時期を除くと年間の運転サイクルに大きな変化はなく、光源の運転時間は1500時間程度で推移している。

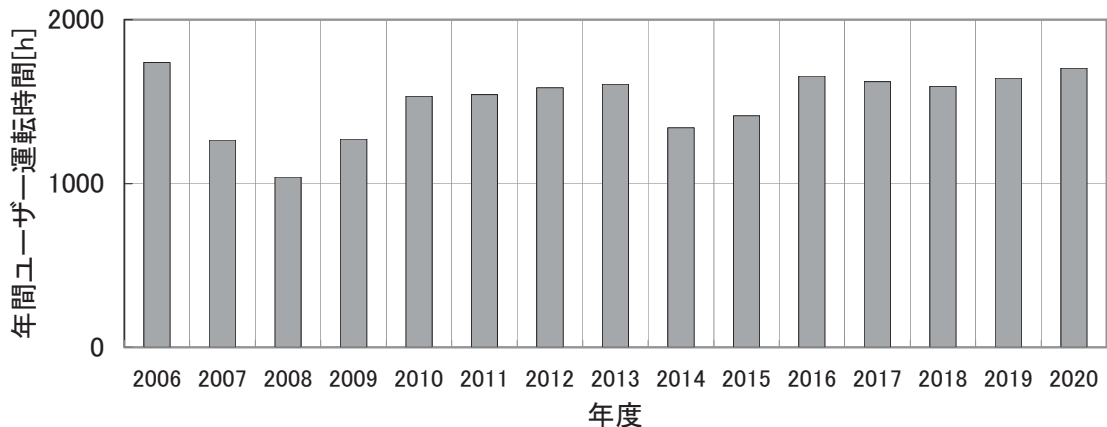


図1 2006～2020 年度年間ユーザー運転時間

3. 加速器トラブル

2020 年度ユーザー運転中に加速器が要因となったビームアボートは 8 件、計 86.7 時間で年間アボート率は 5.1 %であった(ここでいうアボート率は光源要因のビームアボート時間をユーザー運転実施時間で除したもの)。主なアボート要因は蓄積リング RF 系故障(68.7 時間)、加速器冷却水系故障(11 時間)、系統停電(5.7 時間)、超伝導ウィグラー制御故障(1.3 時間)であった。開所以降本年度までのアボート率の年平均及び月平均の推移を図 2 に示す。軽度の故障は前年度に比べ少なく、本年度は少数の大型設備のトラブルが全体のアボート時間を決めた。特に大きなアボートとなったのが蓄積リング RF 系のクライストロン用高圧電源故障で、高圧電源の保護連動動作が突然発生し高圧電源が停止するトラブルであった。近年、課題となっている空洞反射頻発のトラブルについては 2019 年度に空洞電圧を下げて以降発生していないが、蓄積電子の安定周回条件下限に近い条件であり、引き続き課題である。長期的なトラブルの傾向としては、ア

ボート率が 1%以下となった 2009、2010 年度以降、アボート率にして数パーセントの故障が例年発生している。少数の重要設備の故障が年間のアボート率を決めている傾向があり、その要因は経年劣化に起因するものが多い。開所から 15 年が経過し、重要設備の老朽化対策、計画的更新がますます重要な課題となっている。

4. まとめ及び結論

SAGA-LS 加速器では、放射光光源として偏向電磁石、アンジュレータ、超伝導ウィグラーが定常的に運用されている。本年度、加速器は運転時間約 1700 時間、アボート率約 5 %でユーザー運転が実施された。主なアボート要因は蓄積リング高周波系クライストロン電源設備の故障であった。重要設備の老朽化対策、更新が重要となっている。

九州シンクロトロン光研究センター
 加速器グループ
 江田 茂

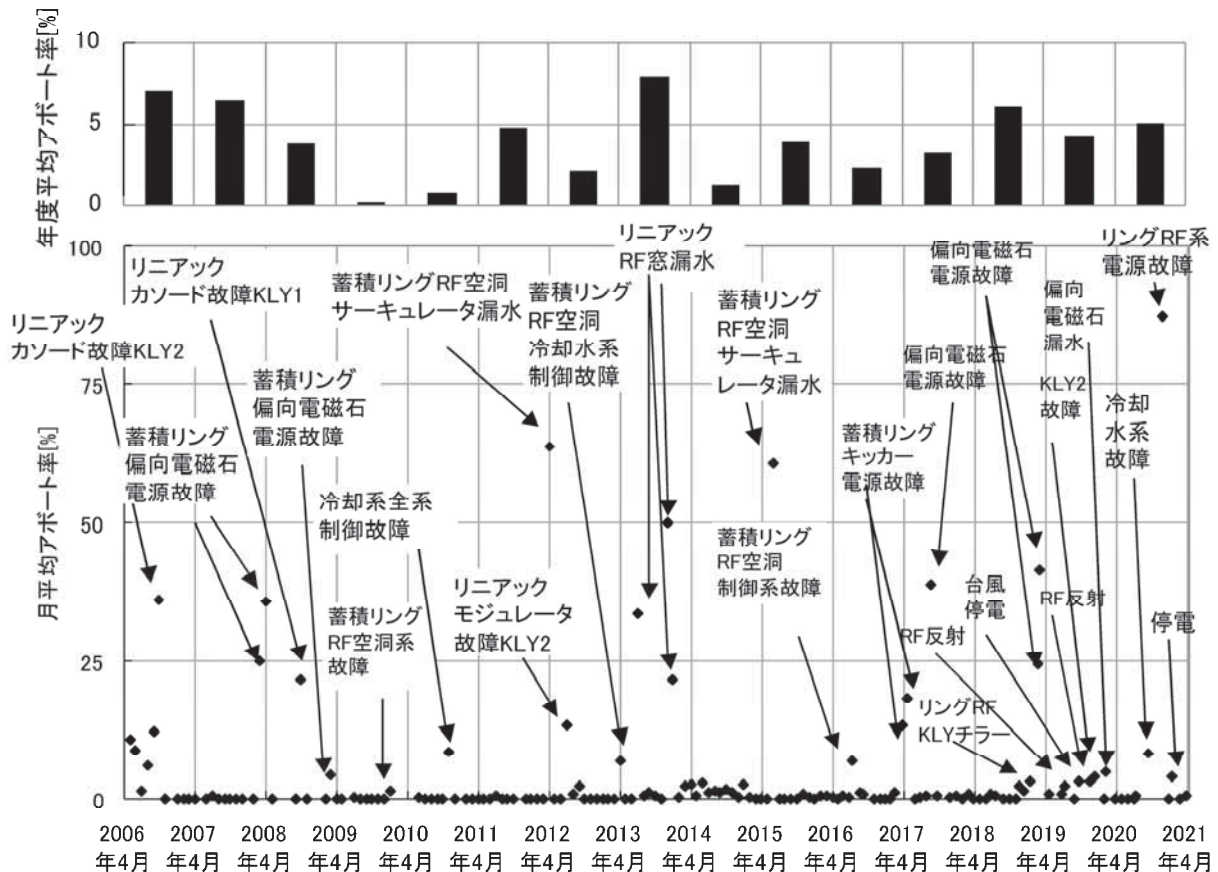


図 2 開所以来の年度平均アボート率(上)と月平均アボート率(下)

2 県有ビームライン

1. 県有ビームラインの現状

7本の県有ビームラインでは表1に示す通りEUV、軟X線、Tender X線、及び硬X線を用いた利用研究が行われている。なお、BL18は過年度より継続的に実施してきた利用再開に向けての整備が概ね完了し、2020年度より利用者受け入れが可能となった。以下に2020年度に実施した主な機器整備について報告する。

(1)BL07、BL15 quick XAFS測定システム整備

BL11で開発された高効率なXAFS測定であるQuick-XAFS測定をBL07及びBL15でも実施できるよう、前年度に引き続き信号処理系の整備を行った。本年度は100 MHz対応V-Fコンバーター（図1）とカ



図1 BL15で運用中のV-Fコンバー

表1 県有ビームラインの概要

ビームライン	光源	光子エネルギー	主な実験手法
BL07 バイオ・イメージング	超伝導ウィグラー (4 T)	5 keV – 35 keV 白色光 (ピーク 8 keV)	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線イメージング (CT) ・ X線回折 ・ タンパク質 X線回折 ・ 高エネルギー-XAFS ・ 蛍光 X線分析 ・ 照射 (放射線効果)
BL09 照射・結晶構造	偏向電磁石	白色光 (ピーク 4 keV)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 照射 (放射線効果) ・ 白色・単色 X線トポグラフィ
BL10 ナノサイエンス	偏光可変 アンジュレータ	40 eV – 900 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ 光電子顕微鏡 ・ 角度分解 X線光電子分光 ・ NEXAFS
BL11 局所構造	偏向電磁石	2.1 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ XAFS ・ X線小角散乱
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ NEXAFS ・ X線光電子分光
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線回折 (薄膜、粉末) ・ X線反射率測定 ・ 単色 X線トポグラフィ ・ XAFS
BL18 EUV 光照射	偏向電磁石	～ 92 eV	<ul style="list-style-type: none"> ・ EUV 光照射

レントアンプを導入するとともに測定・制御環境の構築を行った。これによりBL07、BL15においてもQuick-XAFS測定が可能となった。なお、主として粉末X線回折を行っているBL15においては、同一試料でXAFS測定と粉末X線回折測定の両方（XAFS・粉末X線回折同視野測定）が実施可能となった。

(2) ガス循環精製装置

BL10及びBL12で実施しているX線吸収分光光電子分光は表面敏感な測定手法であるため、試料搬送中の大気曝露等による変質や汚染の防止に留意する必要がある。このため、試料の取り扱いは雰囲気制御されたグローブボックス内で行っているが、電池材料等では水や酸素がない清浄な雰囲気での取り扱いが必要である。これらの化学的活性が高い材料も変質なく取り扱えるようにするため、グローブボックス内のガスの水分と酸素を除去するガス循環精製装置（UNICO社製 UL-800A）を導入した（図2）。これによりグローブボックス内のガスに残存する酸素は1 ppm以下になるとともに露点も -76°C 以下の清浄な雰囲気中で化学的に活性な試料の取り扱いが可能になった。



図2 ガス循環精製装置(UL-800A)

(3) BL10下流部インターロックシステム

BL10は光電子顕微鏡（PEEM）と角度分解光電子分光（ARPES）が実施できるよう2機の装置がタンデムに設置されているが、これらの機器はビームラインを高真空状態に保つためのインターロックシステムから外れていた。このため、最下流のARPES装置内で真空悪化が発生しても瞬時の対処が困難であるため

上流にあるPEEM装置だけでなくミラーなど光学素子がある輸送部にも真空悪化が及ぶ懸念があった。そこでPEEMやARPES装置で発生した真空悪化の拡大を防ぎ、ビームライン全体の機器を保全するため、測定装置の真空槽も含めて常時真空状態を監視し、真空悪化を検知した際には該当箇所の前後のゲートバルブを自動的に閉じるようインターロックシステムを改めた。このシステム改修に必要な測定装置真空槽の上下流にあるゲートバルブの駆動自動化も併せて行った。この改修により、インターロック表示板に画面（図3）が新たに追加された。



図3 新たに追加された画面

(4) BL07高調波除去ミラーシステム

超伝導ウィグラーを光源とする硬X線ビームラインBL07では、30 keV程度までの高エネルギー域のXAFS測定が可能である。しかし、このビームラインの分光結晶がSi(220)であるため、BL11やBL15では発生しない2倍波が混入する。このため、3d遷移金属元素等を対象にして14 keV以下でのXAFS測定を実施する際にはdetune（上流側の分光結晶の角度を下流側の分光結晶の回折条件からずらす）を行う必要があった。しかし、detuneは高調波の低減に伴って基本波の強度も半分以下に低下する犠牲を払う必要がある。そこで、効率的な高調波除去を実現するため、高調波除去ミラーとミラー駆動機能を備えたミラーチャンバーをBL07に導入した。高調波除去ミラー本体は長さ 200 mmのSiインゴットにRhをコートしたもので、これを収めたミラーチャンバーは実験ハッチ2のXAFS定盤上に常設設置した（図4）。

性能評価の結果、利用するエネルギー域に応じたミラー角を選択することにより高調波混入率を1%程度以下に抑えた上で基本波X線強度を殆ど低減することなくK吸収端はCrからXe、L吸収端はPrからBiまでの元素のXAFS測定が可能であることが明らかになった。



図4 高調波除去ミラーチャンバー

(5) 小角・広角散乱同時測定用検出器

小角・広角散乱同時測定の実施に向けて前年度BL11に整備した広角・小角散乱同時測定用真空パズノーズの広角部分の窓に取り付ける検出器PILATUS3 X 100K-A (Dectris社)を導入した(図5)。主に小角散乱域の測定に用いられている既設のPILATUS3 X 300Kと同時の使用により、試料温度変化によって発現する構造相転移の時分割測定など、幅広い波数域の散乱パターンを短時間露光で測定する実験が可能になった。



図5 PILATUS3 X 100K-A

2. まとめ

2020年度を通じて7本の県有ビームラインの維持管理を行うとともに、県有ビームラインの利用者に対する利用支援を継続的に行った。更に利用者の利便性向上に向けた測定機器の導入とそれらの立ち上げ調整、及び利用技術高度化の研究開発を継続的に行った。

九州シンクロトロン光研究センター
ビームライングループ
廣沢 一郎

3 ナノスケール表面界面ダイナミクスビームライン (BL13 ; 佐賀大学)

1. はじめに

佐賀大学ナノスケール表面界面ダイナミクスビームラインは、平面型アンジュレータからの高輝度な真空紫外光・軟エックス線を利用する実験ステーションと偏向電磁石からの紫外・真空紫外光を利用する実験ステーションにおいて、高分解能内殻光電子分光、角度分解光電子分光および吸収・蛍光測定による実験が可能である。また、短パルスレーザーとの組み合わせによる時間分解光電子分光も可能となっている。本ビームラインの設備により、シンクロトロン光を利用する研究開発の促進、人材育成ならびに地域活性化などに学術的立場から支援協力するとともに、九州地域の大学や国内外の研究教育機関との連携によるシンクロトロン光応用研究および関連する研究教育活動などに利用する目的や、各種の固体・表面における電子ダイナミクスを解明する目的での研究を遂行してきた。2020年度においても、これまでに整備を進めてきた実験ステーションにおいて、シンクロトロン光による光電子分光実験およびレーザーとの組み合わせによるダイナミクス研究を中心とする利用実験を推進した。

2. 測定システムの状況

図1にアンジュレータからの高輝度光を用いるVLSステーションに設置した光電子分析システムの概略図を示す。偏向電磁石からの紫外・真空紫外光を利用するPGMステーションも同様の構成である。いずれにおいても電子軌道偏向による2次元角度マッピング機能を持つ高エネルギー分解能型光電子エネルギー分析器 (MB Scientific社製、A-1/Lens4) を備えており、試料導入槽と試料準備槽を設置している。試料は6個までのストック機構を備えた試料導入槽から装置に導入され、ターボ分子ポンプでの排気開始後およそ30分で試料準備槽へ移動可能となる。試料導入槽へは

グローブボックスを取付けることができ、不活性ガス雰囲気中で調製した試料を大気に晒すことなく測定槽へ搬送することもできる。試料準備槽には、試料加熱機構、イオンスパッタ銃、電子ビーム蒸着源、水晶振動子膜厚計、ガス導入用バリアブルリークバルブ、低速電子線回折(LEED)装置が備えられており、試料表面の清浄化や表面処理、薄膜作製などが可能である。LEED装置は、これまでの使用においてスクリーンの劣化が顕著となってきたこともあったため、シャッター機構を備えるとともにリモート制御が可能な制御電源を用いる装置へと更新した。また、“その場で”作製することが必要な種々の原子層物質の試料準備を希望する外部ユーザーからの要望に応じて、ユーザー持ち込みの蒸着源を簡便に入れ替えることができるように、試料準備槽には局所的に大気解放し短時間のベーキングで超高真空の復旧ができる蒸着ポートを備えている。

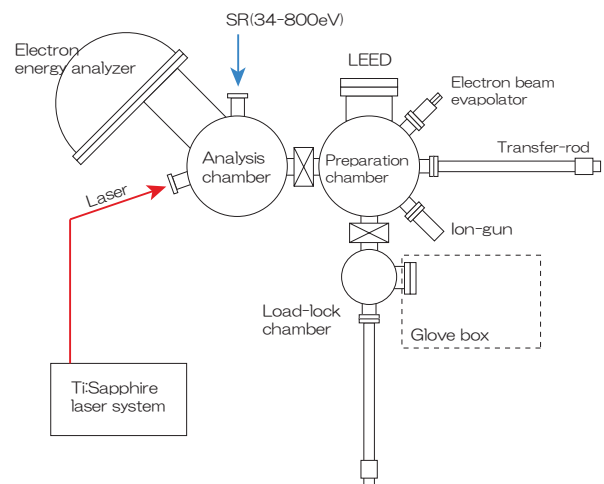


図1. VLSステーション光電子分析システムの概略図

光電子測定槽では、試料は循環型ヘリウム冷凍機の前部に固定される。光電子分析装置の電子レンズは広角度範囲モードの $\pm 18^\circ$ から高角度分解能モードの

±3.5°まで可変の2次元マッピング型であり、試料位置を変更することなく2次元でのバンド分散の決定が可能である。また、光電子測定槽においては、全電子収量法による吸収測定も可能である。

BL13は、SAGA-LSの運用開始当初から利用を継続しており、ビームライン機器の多くは設置から16年を経過した。特に、蓄積リングとの接続部にあるリングアブソーバ(RABS)を初めとする基幹部機器について、老朽化対応のための更新が必要であった。これらの問題点を解消するため、2020年度においては、RABS、メタルゲートバルブ、ビームラインシャッター、およびイオンポンプなどの基幹部機器について更新用機器を製作・購入した。これにより、SAGA-LSのシャットダウンスケジュールに合わせて機器更新を行う準備を整えた。



図2. 更新用のRABSおよびイオンポンプ。

PGMステーションの第1集光点には、種々の半導体材料の深紫外域での光学特性評価のための分光システムを設置している。真空槽は、試料導入槽と分析槽から構成されており、導入槽は6個までの試料ストック機構を備える。分析槽において、試料は約20 Kまで冷却可能な循環型低振動ヘリウム冷凍機の先端に固定され、透過法での吸収測定、可視—紫外蛍光測定を行う。蛍光測定では、真空中に配置したφ1.45 mm丸型の24芯バンドルファイバ端面より蛍光を取込み、大気側の0.25×6 mm 1列ライン型端面まで導く。回折格

子は、150 l/mm (ブレース波長500 nm)、1200 l/mm (330 nm)、2400 l/mm (330 nm)の3種を用意している。PGMステーションの第2集光点においては、光子エネルギー8-9 eVの範囲でMgF₂ 1/4波長板の利用により左右円偏光での円2色ARPES測定が可能である。

3. ビームライン利用状況

本学の重点領域研究としての「シンクロトロン光応用研究」による教育研究活動に加え、2016年度から2021年度までの計画で、文部科学省の特別教育研究経費としての支援を受けて、「シンクロトロン光活用の広域連携を用いた次世代イノベーション技術開発と人材育成」の連携融合事業を九州大学、福岡県、佐賀県とともに挙げる。佐賀大学は「シンクロトロン光を利用した社会的課題解決型デバイスの開発」を実施している。本課題では、これまでに整備を進めてきたシンクロトロン光利用設備の利活用をより一層促進しながら、次世代のナノスケール光・電子・スピンドバイ材料として期待される新規化合物半導体、薄膜・微粒子材料を作製し、これらの材料における電子状態、光学特性等を明らかにすることができた。また、非平衡状態分析システムの高度化のために、新規なコヒーレント計測技術の開発を行い、超高効率太陽電池などの創エネルギーデバイスを評価できるシステムを高度化した。また、大阪大学を中心とする「超顕微科学研究拠点事業」を九州大学、生理学研究所とともに2016年度から2021年度までの計画で実施している。本事業では、超高压電子顕微鏡法を中心とする電子顕微鏡法を軸足とし、放射光プローブによる分光分析法を有機的に結びつけた電子顕微鏡法単独による微構造解析を超越した極微構造解析を推進する「超顕微科学研究」のネットワーク形成を目指す。さらに、学内外の研究者に向けたBL13利用実験の支援を継続して行っており、2020年度は学内他部局3件、学外15件を実施した。研究成果は、佐賀大学シンクロトロン光応用研究センターHP (<http://www.slc.saga-u.ac.jp/>)にて公表している。

佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター
高橋和敏、東純平、今村真幸、
山本勇、齊藤勝彦、郭其新

4 九州大学硬X線ビームライン (BL06 ; 九州大学)

1. はじめに

九州大学ビームライン (九大BL) は、X線吸収微細構造(XAFS)測定システム、及び小角X線散乱(SAXS)測定システムをエンドステーションに備え、学内・外に利用を開放している共同利用設備である。近年では、X線CT、及びXRDの整備を続けており、一部は利用可能となっている。

2020年度は、世界・日本中に広がったコロナ禍により県境を跨ぐ移動や活動の自粛が強いられる期間が長く続き、ユーザー利用がキャンセルされる事例が多く発生した。そのような状況の下、来所のための移動やBLでの密を避けるためにオンライン会議のソフトウェアを活用し、来所者を最小限にしつつBLにおける実験を共有する等、BLとして工夫を凝らす場面が増加した。従来、施設に来所することが必須であったシンクロトロン光利用分析において、今後の所謂デジタル・トランスフォーメーション(DX)化を意識する機会にもなった。

2. 利用状況及び成果

今年度のユーザー利用件数は、計 35 件 (利用日数計 98 日間) であった。その内、XAFS 利用課題 31 件、SAXS 利用課題 4 件であった。ユーザー利用以外の時間は、新規ユーザー及び関連研究グループによる新規研究利用への準備・高度化として利用された。

ユーザー利用では、民間企業と大学研究者との産学連携利用が増加した。コロナ禍による利用キャンセルで年間の利用料収入が前年度よりも減額となったものの、産学官連携利用の日数増により影響は最小限に抑えられた。また、外国人研究者を学術研究員として採用したことで、関連外国人研究者の利用の増加に繋がった。

九大 BL における実験結果を基にした研究成果は、これまでの累計として、学術雑誌等における論文 102

報 (紀要・報告書等含む)、学術会議等での招待講演 37 件、口頭発表 149 件、ポスター発表 150 件に上り、7 名の学会賞等の受賞となった。教育研究の成果として、博士論文 7 件、修士論文 51 件、学部卒業論文 22 件に九大 BL における実験結果が使用された。

3. ビームラインの高度化

今年度の高度化では、ユーザー利用研究の促進を目的として基盤的整備を進めた。紫外・可視光域の分光学的計測法とXAFS (又はSAXS) との同時 (又は同期) 測定を目的として、紫外・可視分光システム、又、ラマン分光システムを導入した。紫外・可視分光システムは、重水素光源のD-アルファラインを低減したオーシャンインサイト社製の重水素タングステンハロゲン光源 (DH-2000-BAL) にBroadcom社製分光器 (Qmini2 WIDE-V) を組み合わせ、それぞれを独自に開発した分光試料セルに光ファイバーで接続する方式とした。分光試料セルは、XAFS試料位置に設置可能であり、試料をX線ビームに対して45度傾斜、紫外・可視光軸に対して90度で正対する配置とし、透過法、又は蛍光法XAFSとの同時測定を実現した。ラマン分光システムは、XAFS試料位置近傍に設置するためコンパクトなオールインワン型のEnSpectr社製R532を採用した。光源は、波長532 nm、出力30 mWであり、波数範囲90-4000 cm^{-1} 、波長分解能4-6 cm^{-1} でスペクトルを検出可能である。最終レンズから試料位置までの作動距離が約30 mmと短いため、別途レンズを組み合わせで延長する計画である。紫外・可視分光システム、及びラマン分光システムは、いずれも単独での使用も可能である。温度、電流、電圧等の変化がトリガーとなり、時間的、又、空間的に不均一に進行する反応系を対象として複数の計測法を駆使して分析する研究においては、同時に同じ場所を検出することが重要であり、そのような系において活用される

ことが期待される。

4. 利用申請ウェブシステムの導入と改修

九大 BL の利用申請およびその後の採否・利用日決定のプロセスの迅速化かつ省力化を目的としてウェブシステムを 2019 年度に開発し、2020 年度第 1 期の利用申請から導入した。ウェブページ上において、利用申請、技術・課題審査、採否決定、利用日設定等の機能を実装しており、従来のメールベースの申請手続きに比べ迅速性、利便性が大幅に改善された。英語にも対応しており、外国人研究者からの利用実績が増えつつある。一方、不具合や改善点が残っていたことから、2020 年度は、不具合の解消に加え、特に管理面での機能強化を実施した。年間を通じて運用し、並行して改修を適時実施したことにより、システムの完成度は一定水準に到達していると考えている。次年度以降についても、改修を適宜実施ながら運用する計画である。

九州大学シンクロトロン光利用研究センター
杉山武晴・MUFUNDIRWA Albert・吉岡聰
・石岡寿雄・永長久寛・高原淳・副島雄児
・徳永信・原田明（センター長）

5 住友電工ビームライン (BL16、BL17 : 住友電気工業株式会社)

1. はじめに

住友電気工業株式会社 (以下、当社) では、放射光を用いた原子レベルの分析や製造プロセスのその場評価などの高度な材料分析を光ファイバや切削工具など製品の信頼性や性能の向上、超電導線材や電池材料など新製品の開発促進に活用してきた。これを更に推し進めるためには、放射光を用いた高度な材料分析技術を日常的に利用できる環境整備が必要と考え、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター (以下 SAGA-LS) に2本のビームライン (以下、BL) の建設を進め、2016年11月に社内の実際の製品や開発品の課題解決に活用を始めた。^[1]

なお、2020年1月には期間満了に伴って設置再契約を締結している。

住友電工BLではLiより重い全ての元素のXAFS測定を実施出来るように、ウィグラを光源とする硬X線用 (BL16) と偏向電磁石を光源とする軟X線用 (BL17) の2本立ての構成とし、X線エネルギーとしては、50 eV ~ 35 keV をカバーしている。各BLの基本仕様を表1に、平面図を図1に示す。

2. ビームラインの利用状況

ビームライン稼働からの利用技術・利用分野毎の利用時間の推移を図2に示す。

表1 ビームラインの仕様

	BL16 (硬X線BL)	BL17 (軟X線BL)
光源	4T 超伝導ウィグラ	偏向電磁石
分光器	二結晶分光器 : Si111 / Si311 / InSb111	可変偏角型回折格子分光器 : 400 / 1000 / 1400 / 2200 Lines / mm
エネルギー範囲	2 keV ~ 35 keV	50 eV ~ 2000 eV
光子数	2.7×10^{10} photons/s @ 7 keV > 10^{10} photons/s @ 3.2~11 keV	3.9×10^9 photons/s @ 160 eV > 10^9 photons/s @ 50~1400 eV
エネルギー分解能	$E/\Delta E > 5000$ @ 10 keV	$E/\Delta E > 3480$ @ 400 eV
ビームサイズ	1.0 mm(H) × 0.2 mm(V) : 回折 1.7 mm(H) × 0.5 mm(V) : XAFS	0.95 mm(H) × 0.05 mm(V)
測定装置	XRD、SAXS、 XAFS (透過/蛍光/転換電子/試料電流)	XPS、XAFS (蛍光/試料電流)

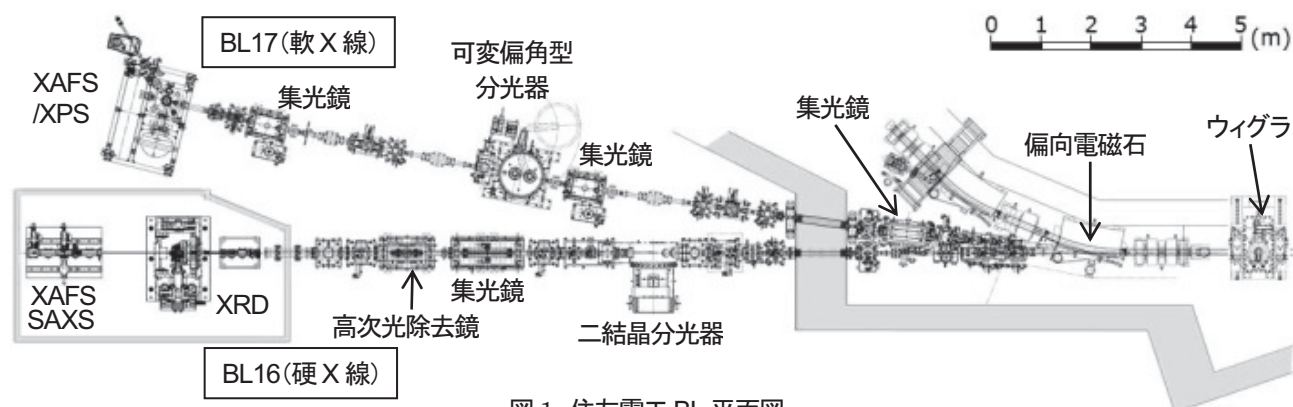


図1 住友電工 BL 平面図

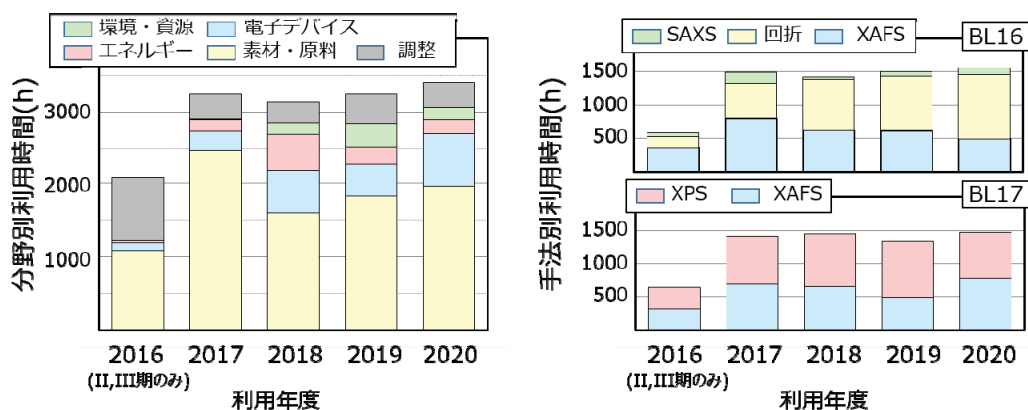


図2 利用分野・利用手法

2020年度は、供給されたビームタイムの内、90%を利用実験に供しており、残りの10%は期初の立ち上げ調整、新装置の立ち上げ調整、作業教育に活用しており、有効にビームタイムが利用出来ていると考えている。

利用分野については、当社グループの特徴である素材・原料分野が半分以上を占め、続いて電子デバイス分野が占める傾向は今年度も継続している。

一方、測定手法については、BL16における回折測定の比率が2017年度より年々増加している。これはその場測定による実験長時間化と、適用対象増加が要因と考えられる。BL17については、XAFS測定割合が昨年度と比較して増加している。これは電子デバイス分野および素材・原料分野での利用増加が要因の一つと考えられる。

3. ビームラインの整備

2020年度については、3月に光源（ウイグラ）の励磁が途中停止するトラブルが発生した。加速器Gの方々のご協力を頂き、励磁パターンを記録したメモリカードのエラーが原因と判明し交換後復旧している。輸送部やエンドステーションは安定して順調稼働しており、大幅な修繕や改造は実施していない。

実験装置に関しては、ハード面では、BL16の回折計に高精度試料位置合わせシステムを導入した。ソフト面では、BL16のその場測定のデータやBL17における複数エネルギーおよび取り出し角度のデータを迅速に処理するソフト開発を進めており、一部を紹介する。

3-1 BL16 回折計高精度試料位置合わせシステム

原料粉末や細線（ $<500\ \mu\text{m}$ ）に対して、残留応力や、結晶欠陥（転位密度等）または、微量相同定等の測定ニーズがある。粉末や線材では、試料をガラスキャピラリに入れ、透過配置でX線回折測定することで高分解能かつ短時間に測定可能である。なお、粒度が粗い試料では粒子統計が悪化するため、揺動等で回折条件を満たす粒の数を増やす必要があるが、煽りを含めた高精度（偏芯量 $5\ \mu\text{m}$ 以下）な位置決めが必要となる。

このため2020年度に顕微カメラと画像処理を組み合わせたシステムを導入した。図3に測定系概要、図4に位置決め時のシステム外観を示す。

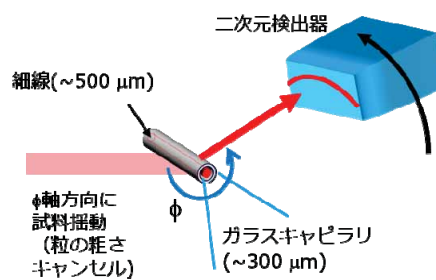


図3 測定系概要

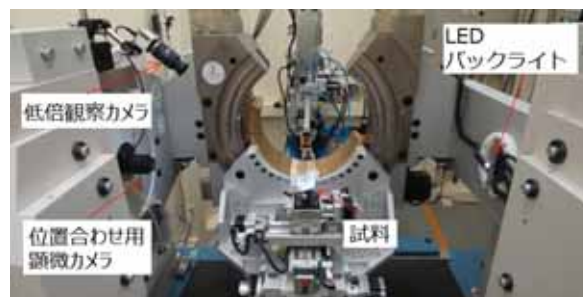


図4 システム外観

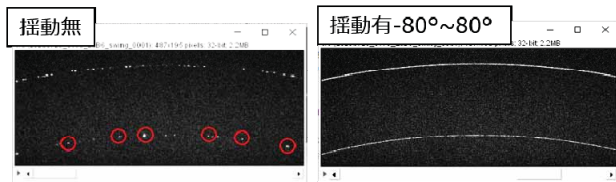


図5 LaB₆粉末試料の二次元検出器測定事例

画像処理は以下の手順で行われる。①画像認識モジュールでエッジ情報取得。②回転中心とサンプル傾斜のズレを算出。③試料を $\phi = 0^\circ, 90^\circ$ の2方向で適正位置に調整。①から④の処理時間は30秒である。

図5は、NIST LaB₆粉末（100 $\mu\text{m}\phi$ キャピラリ）試料を二次元検出器で測定した事例を示す。揺動無しでは、粗大粒により不連続なデバイリングとなるが、揺動により連続的で解析可能なデバイリングを取得可能となり、揺動測定の効果を確認出来た。

3-2 その場 X 線回折データの解析高速化事例

当社は、これまで、超伝導線材や燃料電池用触媒等に放射光その場測定技術を適用し、製造条件最適化に活用してきた。住友電工ビームライン²⁾では、硬 X 線ビームラインで利用可能な X 線回折、X 線吸収、X 線小角散乱の3手法に対応可能な環境制御ステージを整備している。表2に導入した高温ステージの仕様を示す。-190°Cから600°Cおよび室温から1500°Cまでの幅広い温度領域で、高精度の温度制御と実測値の出力を可能としている。

二次元検出器と高温ステージの組み合わせによるその場 X 線回折実験を実施すると高角度分解能、短時間の測定が可能となる。例えば、1点1秒のその場測定を1時間繰り返した場合、二次元検出器の画像が3600枚生成され、膨大な量のデータ解析が課題となる。

データ解析は、①二次元データの一次元(強度 vs 回

表2 導入した高温ステージの使用

項目	2020年度	2019年度	2018年度
装置型番	Linkam社製		
	10042D	10002L	10073B
雰囲気	真空	大気・不活性ガス	
温度範囲	室温~1500°C	-190°C~600°C	-100°C~350°C
荷重	不可		引張：0.1N~200N
試料サイズ	5 mm ϕ	16 mm ϕ	10 mm × 25 mm

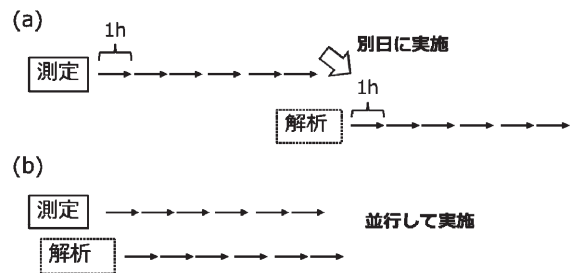


図6 (a) 従来及び (b) 開発プログラム使用におけるデータ解析の概要図

折角)化、②ピークフィット、③物理量計算、④実測温度データ比較、の手順で実施される。従来は①から④の動作を実験終了後に実施し長時間を要していたが、図6(b)のように、測定と「並行」して処理する自動解析プログラム (Wavemetrics 社 Igor Pro 8 で作成) を開発した。

開発プログラムでは、図7(a)に示すように、条件指定後、連番形式で出力される二次元検出器の先頭ファイルを選択することで、フィッティングが行われる。以降は次データが生成されると①②が自動的に処理される。処理に必要な時間は0.5秒以下であり、露光時間1秒の測定でも追従解析可能である。実測データとそれに対応するフィッティング曲線やピーク位置やピーク面積、半価幅や積分幅等のパラメータ変化のトレンドは図7(b)のようにGUI上でリアルタイム表示される。これにより直前実施条件の解釈を直後の昇温条件にフィードバックすることも可能である。

ここでは銅の熱処理工程を模擬した例⁴⁾について自動解析プログラムを適応した結果を紹介する。試料は0.05 mm厚の純銅(純度4N)と0.07 mm厚のCu-Fe合金(Feを9 wt%含有)を用いた。BL16にてX線の光子エネルギーを18.0 keVとし、二次元検出器はDectris製PILATUS 100Kを用いた。カメラ長はCeO₂(NIST SRM674a)で校正し、148.1 mmであった。測定間隔は10秒とした。環境制御ステージは2019年度導入の最高温度600°Cタイプを使用した。窒素ガスをフローしながら30°C/minで室温から600°Cまで昇温した。

前述の自動フィッティングで解析したパラメータと温度パラメータの比較を行った。図8(a)はピーク位置であり、Cu-Fe合金では一定速度の温度上昇に対

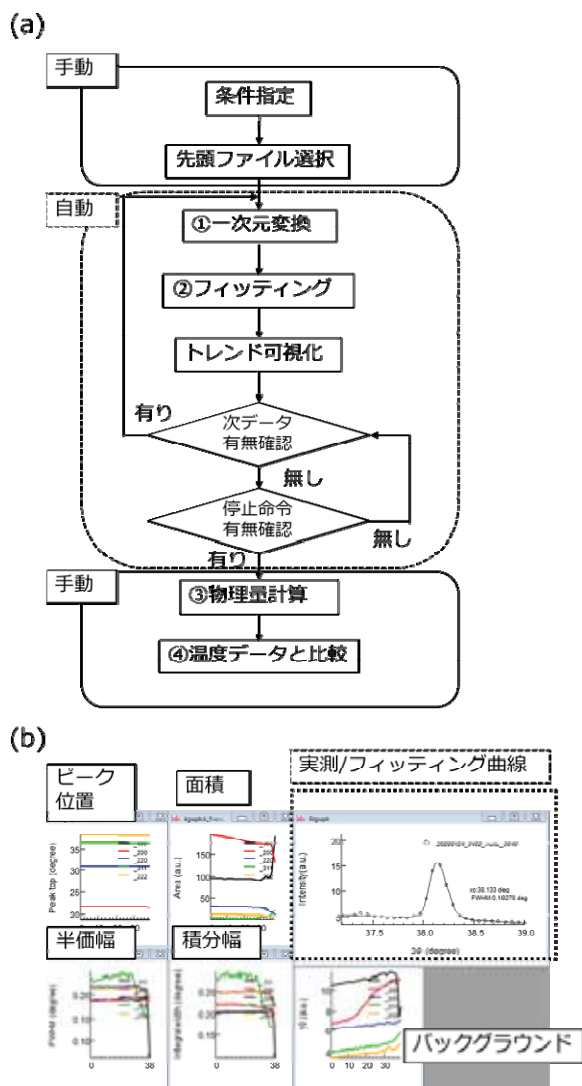


図7 開発プログラムの (a) フロー及び (b) 動作画面例

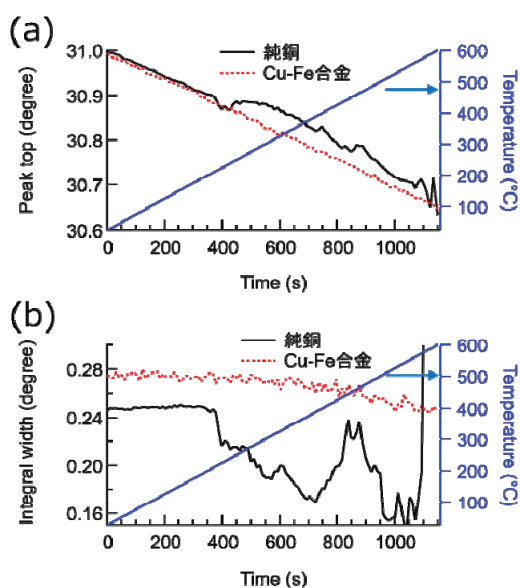


図8 純銅及び Cu-Fe 合金 220 回折線の (a) ピーク位置及び (b) 積分幅の経時変化

応して、一定の変化量で低角にシフトするが、純銅では 400 秒以降 (200°C) では概ね低角に変化しつつも不規則な挙動を示している。図 8 (b) は 220 ピークの積分幅であり、Cu-Fe 合金では 600 秒付近 (350°C) から緩やかに変化して不均一歪の減少および結晶子サイズの増加を示す。一方、純銅では 400 秒以降では減少方向ではあるが不規則な変化が起こっている。純銅で見られるこのような不規則な変化は、結晶の粗大化により X 線ビーム照射領域に含まれる結晶の数が少なくなるため (粒子統計の悪化) であると考えられる。

このように、放射光その場測定を用いることで、従来不明であった熱処理「中」における金属材料の挙動を捉えられることが明らかになった。また、今回ご紹介したデータは自動解析プログラムを活用して、2つの測定終了後 10 分以内に得たものであり、その有用性が確認できた。

4. まとめ

2016年11月から稼働した住友電工BLはSAGA-LSのスタッフの方々の協力を得て、順調に稼働している。この場をお借りして謝意を表したい。

今後も、ソフトウェア開発およびハードウェアのアップグレードを行ない、社内の諸問題の解決に活用していく。

参考文献

- [1] 山口浩司, 飯原順次, 上村重明, 斎藤吉広, "放射光分析用住友電工ビームライン", SEIテクニカルレビュー, **192**, 143 (2018).
- [2] 山口浩司, 九州シンクロトロン光研究センター年報 2018, 33-36 (2020).
- [3] 山口浩司, 九州シンクロトロン光研究センター年報 2019, 33-36 (2021).
- [4] 徳田一弥, 後藤和宏, 山口浩司, "放射光を用いた金属材料熱処理過程のその場解析", SEIテクニカルレビュー, **199**, 73 (2021).

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター
上村 重明

IV 研究開発

1. はじめに

当研究センターの2020年度の研究開発について、報告する。研究開発は、光源加速器及びビームライン等の高度化並びに新規実験技術開発等を目的とし、当研究センターの試験研究費及び国の科学研究費等に基づいて実施した。以下に、その概略を述べる。

2. 研究開発の概略

2-1 試験研究費による研究

2020年度実施された研究は、表1のとおりである。

表1 2020年度に実施された研究

課題名	代表者（分担者）
低真空軟 X 線吸収スペクトル測定システム	小林英一
白色放射光を用いたサブミリ秒超高速イメージングの検討	米山明男
次世代半導体材料の結晶歪み・欠陥構造の研究V	石地耕太郎
パラメトリック X 線を利用した新しいビーム診断技術の開発	高林雄一

2-2 科学研究費助成事業による研究

当研究センターは、2006年度から科学研究費補助金取扱規程による学術研究機関の指定を受けており、研究員は科学研究費の応募が可能である。

2020年度に交付決定を受けた研究はなかった。また2020年度より前に交付決定を受けた研究は、表2のとおりである。なお、「多重エッジ放射干渉効果の

研究」については、期間延長の申請を行い、1年間の延長が承認された。

表2 2020年度より前に交付決定を受けた研究

期間	種目	課題名	代表者
2018 ～ 2021 年度	基盤研究 (C)	多重エッジ放射干渉効果の研究	江田茂
2018 ～ 2020 年度	基盤研究 (C)	レーザー誘起蛍光法で探る希ガス原子のVUV渦励起	金安達夫

V 研究会、講習会、合同ワークショップ

1. 研究会

1-1 第 14 回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会

- ・開催日：2020 年 10 月 21 日
- ・開催地：ホテルマリタール創世 佐賀
- ・主 催：当研究センター
- ・参加者数：91 名
- ・内 容：「シンクロトロン光を利用した地方における製品開発と技術確立へ」を特集に 2019 年度研究成果の報告会を実施した。

本報告会は、当研究センターの概況報告、特別講演(1 件)、企画講演 (8 件) のプログラムで開催した。ポスター発表は 28 件であった。

本報告会では、シンクロトロン光を用いた地域産業における技術開発等について議論した。



1-2 第 34 回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：2021 年 1 月 8 日～10 日
- ・開催地：オンライン開催
- ・主 催：第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム組織委員会
- ・内 容：施設報告やオーラルセッション、ポスターセッションにおいて当研究センターの研究員

が発表を行った。

1-3 光ビームプラットフォームシンポジウム 2021

- ・開催日：2021 年 3 月 12 日
- ・開催地：オンライン開催
- ・主 催：光ビームプラットフォーム
- ・参加者数：68 名
- ・内 容：シンクロトロン放射光 6 機関とレーザー 2 機関の 8 機関で構成された光ビームプラットフォームによるシンポジウムを開催した。

本シンポジウムでは、事業最終年度としての活動成果報告及び今後の展開について議論を行った。

2. 講習会

2-1 SAGA-LS サマースクール 2020

- ・開催日：2020年8月19日～21日
- ・開催地：当研究センター
- ・主催：当研究センター
- ・参加者数：22名
- ・内容：当研究センターにおいて、企業の研究者及び大学院生等を対象にサマースクールを開催した。カリキュラムは、シンクロトロン放射光の基礎を学ぶ初心者コース（座学）とシンクロトロン放射光を使った実験を体験する中級者コース（XAFS、X線CT、Topography等）の2部構成で実施した。



2-2 施設（実験ホール）見学会

- ・開催日／開催地／参加者数：
2020年7月6日／当研究センター／20名
2020年12月7日／当研究センター／7名
- ・主催：当研究センター
- ・参加者数：27名
- ・内容：九州唯一の放射光施設の現物（実験ホール）を体感して、当センターの研究活動に対する理解を深めてもらうため、施設見学会を実施した。

VI 広報、人材育成

1. 広報

2020年度の見学者数は、新型コロナウイルス流行の影響により、例年に比べ大幅に減少し350名であった。

また、Web Magazineを3回発行し、当研究センターの広報に努めた。

1-1 一般公開

当研究センターを地域住民や県民に広く知ってもらうため施設の公開を行っていたが、2020年度については新型コロナウイルスの流行を考慮し現地開催を中止し、web上にて開催した(2020年9月25日-10月15日)。開催期間中、延べ3,467名のアクセスがあった。

1-2 施設見学及び学校研修の受入れ

年間を通じて、専門の研究者から一般市民まで広範な分野から見学者を受け入れ、当研究センターの紹介を行っている。また、中学校や高等学校及び大学等からの要請により学校研修の受入れも行っており、科学への理解を深めてもらうことにも努めている。

1-3 施設紹介

当研究センターの装置や設備の概要については、学会や展示会等でポスターによる広報も行っている。

2020年度に参加し、口頭発表及びポスターの展示等を行ったものは次のとおりである。

●European Conference on X-ray Spectrometry 2020

- ・開催日：2020年6月21日～26日
- ・開催地：オンライン

●The 15th International Conference on X-ray Microscopy (XRM) 2020

- ・開催日：2020年7月19日～24日

- ・開催地：オンライン

●X線トポグラフィ研究会

- ・開催日：2020年7月31日
- ・開催地：オンライン

●日本エネルギー学会大会

- ・開催日：2020年8月5日～6日
- ・開催地：オンライン

●第81回応用物理学会秋季学術講演会

- ・開催日：2020年9月8日～11日
- ・開催地：オンライン

●第39回西日本医用画像工学会大会

- ・開催日：2020年9月17日～19日
- ・開催地：オンライン

●第23回関西機械要素技術展

- ・開催日：2020年10月7日～9日
- ・開催地：インテックス大阪

●第14回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会

- ・開催日：2020年10月21日
- ・開催地：ホテルマリターレ創世 佐賀

●応用物理学会九州支部学術講演会

- ・開催日：2020年11月28日～29日
- ・開催地：オンライン

●第7回先進パワー半導体分科会

- ・開催日：2020年12月9日～10日
- ・開催地：オンライン

●第 20 回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議

(nano tech 2021)

・開催日：2020 年 12 月 9 日～11 日

・開催地：東京ビッグサイト

●第 34 回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：2021 年 1 月 8 日～10 日

・開催地：オンライン

●The 8th Asian Conference on Crystal Growth and Crystal Technology (CGCT8)

・開催日：2021 年 3 月 1 日～4 日

・開催地：オンライン

●European Congress of Radiology 2021

・開催日：2021 年 3 月 3 日～7 日

・開催地：オンライン

●日本分析化学会 第 80 回分析化学討論会

※講演要旨集発行

2. 人材育成

例年インターンシップによる地域からの学生を受け入れていたが、新型コロナウイルス流行の影響もあり、2020 年度の受け入れはなかった。

Ⅶ 委員会

1. 委員会の開催

○諮問委員会

- ・期日 2021年2月2日（オンライン開催）
- ・場所 九州シンクロトロン光研究センター
- ・議題 次期経営計画（2021年度～2023年度）
について

○運営委員会

- ・審議案件なしにつき未開催

○他機関ビームライン評価委員会

- ・審議案件なしにつき未開催

2. 委員会委員

2-1 諮問委員会

○池田直紀

株式会社 SUMCO

執行役員・技術本部副本部長

○太田俊明

立命館大学総合科学技術研究機構

上席研究員（SRセンター顧問）

○郭其新

国立大学法人佐賀大学

シンクロトロン光応用研究センター

センター長・教授

○木村淳

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター

センター長

○小杉信博

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機

構 物質構造科学研究所 所長

○林靖生

佐賀県産業労働部ものづくり産業課 課長

○原田明

国立大学法人九州大学

シンクロトロン光利用研究センター

センター長・副学長

○平井寿敏

国立研究開発法人産業技術総合研究所

九州センター 所長

2-2 運営委員会

○九州シンクロトロン光研究センター 所長

○佐賀県産業労働部 ものづくり産業課 課長

○公益財団法人佐賀県地域産業支援センター
理事長

2-3 他機関ビームライン評価委員会

○未開催につき委員委嘱なし。

VIII 安全管理

1. はじめに

施設、利用者及び職員に対する安全管理については、安全管理室が担っており、以下にその詳細を述べる。

2. 放射線の安全管理

放射線障害予防規程に規定する放射線管理区域の放射線管理業務を行った。

2-1 許認可申請

2020年度は行っていない。

2-2 放射線モニタリング等

蓄積リング及び各ビームライン等、各評価点において、年2回の定期線量測定を行った。また、モニタリングポスト等による定常監視を実施した。

いずれも、法令の基準内であった。

2-3 教育訓練実施状況

放射線業務従事者の登録に必要な教育訓練を次のとおり実施した。

(1) 実施日：2020年5月25日

講師：岩崎能尊（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：14名

(2) 実施日：2020年5月26日

講師：岩崎能尊、瀬戸山寛之（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：12名

(3) 実施日：2020年5月27日

講師：岩崎能尊（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：6名

(4) 実施日：2020年7月30日

講師：岩崎能尊、瀬戸山寛之（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：16名

(5) 実施日：2020年7月31日

講師：岩崎能尊（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：17名

(6) 実施日：2021年1月22日

講師：岩崎能尊、瀬戸山寛之（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：12名

2-4 放射線業務従事者管理及び入退管理

当研究センターで放射線業務従事者として登録し、個人被ばく線量計により個人被ばく管理を行った。

表1に放射線業務従事者登録者数を示す。

表1 2020年度放射線業務従事者登録数

	放射線業務従事者登録数 (名)
当研究センター職員	20
外来者	399
計	419

個人被ばく線量計の最小検出限界は、X線、ガンマ線に対して0.1 mSv/月である。

3. 化学薬品等の安全管理

化学薬品管理規程及び生物試料安全管理規程に基づき、高圧ガス等を含む化学薬品等を当研究センター内に持ち込む際の安全審査を行った。

また、ビームライン利用者の持込試料等についての安全審査も行った。

4. 環境保全への取り組み

実験廃液等の産業廃棄物については、業者に収集運搬及び処分を委託し、処理を行った。

5. 緊急時対応

緊急時連絡先等を利用の手引き（小冊子）及び安全の手引き（ウェブサイト）等に掲載しているほか、第1出入口及び実験ホール内に掲示している。

IX 施設管理

2020年度の施設管理の状況について、報告する。

1. 光熱水管理

1-1 電気

当研究センター内の電力は、九州電力株式会社から供給されており、受電電圧は6,600Vである。

表1に電気使用量を、図1に月別の比較を示す。

表1 電気使用量 (単位: kWh)

	2019年度	2020年度
電力使用量	4,758,570	4,854,398



図1 月別電気使用量(単位: kWh)

1-2 水

当研究センター内の水道水は、鳥栖市から供給されている上水道水で、飲料水、マシンの冷却設備、空調設備等に使用している。

表2に水道水の使用量を、図2に月別の比較を示す。

表2 水道水使用量 (単位: m³)

	2019年度	2020年度
水道水使用量	6,485	6,603

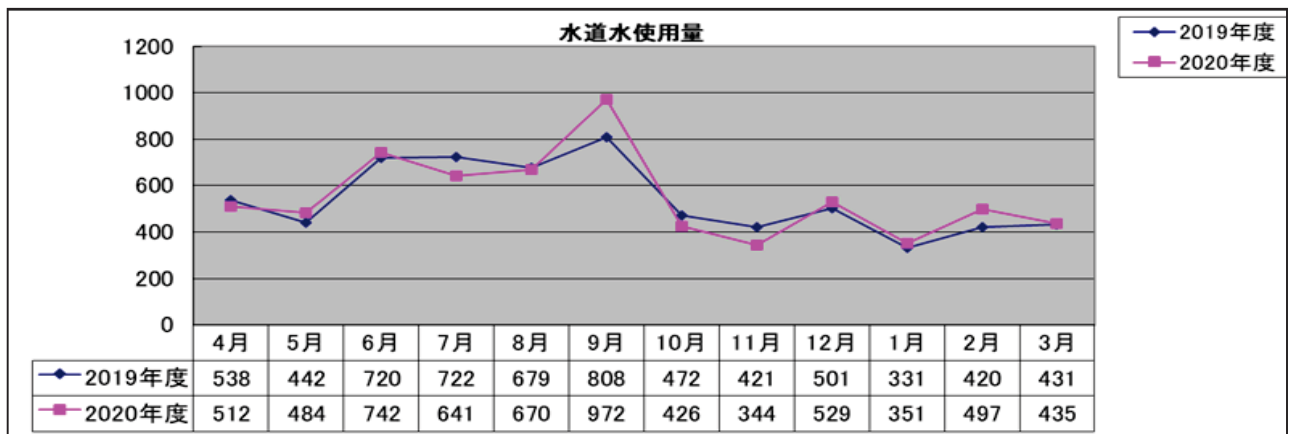


図2 月別水道水使用量(単位: m³)

1-3 ガス

当研究センター内の都市ガスは、鳥栖ガス株式会社から供給されており、実験ホール空調設備の熱源として使用している。

表3に都市ガスの使用量を、図3に月別の比較を示す。

表3 都市ガス使用量 (単位 : m³)

	2019年度	2020年度
ガス使用量	87,077	99,424

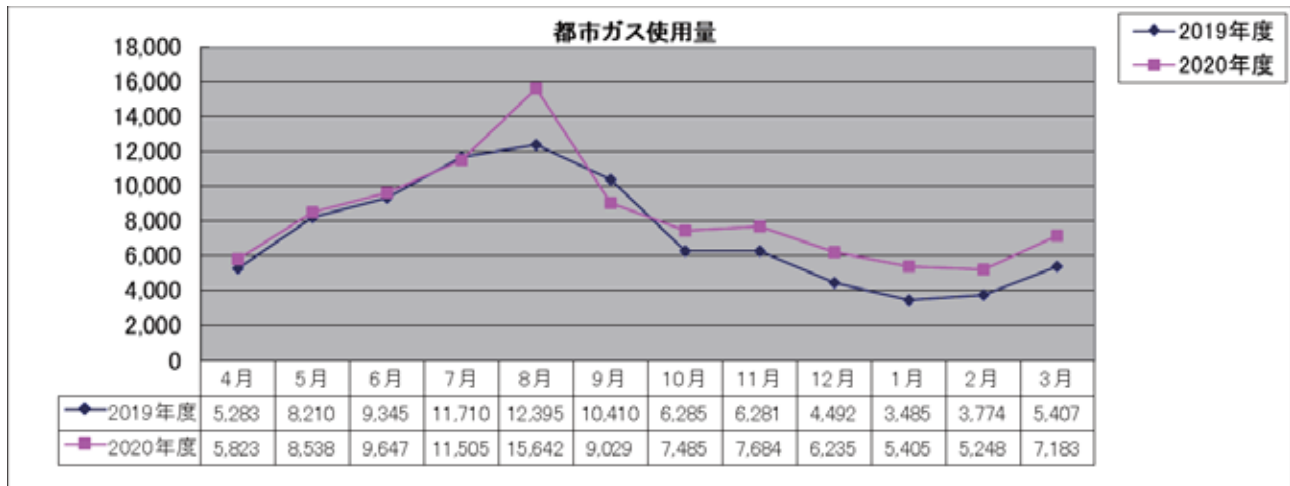


図3 月別都市ガス使用量(単位 : m³)

X 出版物等

1. 利用報告書

利用報告書は成果公開を前提とする利用区分の利用者が実験終了後 60 日以内に当研究センターへ行う報告である。以下にそのタイトル、所属及び氏名を示す。利用報告書は当研究センターのウェブサイト (<http://www.saga-ls.jp/?page=980>) に掲載している。

成果非公開の一般利用は 36 件であった。

(1) トライアル利用

1. ダイジョにおける放射線突然変異系統群の創出, 九州大学大学院 農学研究院 作物学研究室, 濱岡範光
2. 陶磁器上絵具の XAFS 測定—糊の効果—, 地方独立行政法人 東京都立産業技術研究センター, 樋口智寛
3. 層状ペロブスカイト $\text{Li}_2(\text{Ca},\text{Sr})\text{Nb}_2\text{O}_7$ における室温反強誘電性の実証, 九州大学工学研究院 応用化学部門, 赤松寛文
4. XAFS 法による Ni-Cr-Fe 合金および Zn 系合金めっき上酸化膜の化学結合状態分析, 日本製鉄株式会社 技術開発本部 先端技術研究所, 西原克浩
5. 全固体ナトリウム電池に向けた Na イオン伝導固体電解質の熱力学的欠陥制御とその伝導への影響, 九州大学工学研究院 応用科学部門, 大野真之
6. 高靱性セラミックス材料における残留応力の高分解能深さ依存性測定, 株式会社不二 WPC, 熊谷正夫
7. 熱履歴の異なるガラス単繊維の X 線回折による構造変化の確認, 九州工業大学大学院 生命体工学研究科, 脇坂港
8. イオン液体に溶解したタングステン錯体の XAFS 測定, 京都大学大学院 エネルギー科学研究科 エネルギー応用科学専攻, 東野昭太
9. 木質由来 Fe-N-C 複合材料の Fe K-edge XAFS 測定による構造解析, 東北大学 学際科学フロンティア研究所, 中安祐太

(2) 公共等利用

1. 生物由来ナノファイバーを含有する水性塗料を塗装した木材の X 線イメージングによる観察, 佐賀県工業技術センター, 久間俊平
2. 出土磁器の産地推定のための水簸における陶石中の元素移動の研究, 佐賀大学, 田端正明
3. 江戸幕府の軍艦開陽丸で使われた真鍮製品のシンクロトン蛍光 X 線分析, 佐賀大学, 田端正明

(3) 地域戦略利用

1. シンクロトン光を突然変異原として活用した花きの新品種育成, 佐賀県農業試験研究センター, 坂本健一郎
2. シンクロトン光を突然変異原として活用した花きの新品種育成, 佐賀県農業試験研究センター, 坂本健一郎

(4) 探索先導利用 (F タイプ)

1. 四重ペロブスカイト型遷移金属酸化物における電気化学触媒活性と電子状態, 大阪府立大学大学院 工学研究科, 山田幾也
2. X 線吸収分光による錫ドーピング酸化インジウム結晶の局所構造解析 (I), 東北大学多元物質科学研究所, 蟹江澄志
3. XAFS を用いた金属ガラスの熱的ひずみによる若返り効果の構造学的探求 II, 熊本大学大学院 先端科学研究部 (理学系), 細川伸也
4. 双性イオンブロック共重合体のライオトロピック秩序構造転移における共重合組成比依存性, 大分大学 理工学部, 檜垣勇次
5. X 線吸収分光による Multi-piezo 機能性材料の局所構造解析, 九州大学 総合理工学研究院, 西堀麻衣子
6. ベントナイト中の Cu の化学形と移行挙動に関する研究, 九州大学大学院 工学研究院, 出光一哉
7. X 線 CT-Scan を用いた炭酸塩岩に含まれる紡錘虫類化石の殻構造の三次元可視化, 豊橋市自

- 然史博物館，一田昌宏
8. X線吸収分光による錫ドーブ酸化インジウム結晶の局所構造解析，東北大学多元物質科学研究所，蟹江澄志
 9. 屋外大気エアロゾル中元素の XANES による化学状態解析と細胞応答性との相関解析（その3），慶應義塾大学 理工学部応用化学科，奥田知明
 10. 金属単結晶上のトリプチセン誘導体単層膜の角度分解光電子分光および吸収端近傍 X線吸収微細構造，名古屋大学大学院 理学研究科，水津理恵
 11. X線異常散乱法を用いた As-Se 系機能性ガラス材料の中距離原子構造研究の完成，熊本大学大学院 先端科学研究部（理学系），細川伸也
 12. XAFS 測定による Mg 合金中 L_{12} クラスタ形成にともなう局所構造変化の追跡，九州大学総合理工学研究院，西堀麻衣子
 13. 塩濃度により変調される双性イオンブロック共重合体のライオトロピック秩序構造転移，大分大学 理工学部，檜垣勇次
 14. 吸収コントラスト X線 CT を用いたガスハイドレートの可視化，産業技術総合研究所，竹谷敏
 15. ベントナイト中の Cu の化学形と移行挙動に関する研究 (II)，九州大学大学院 工学研究院，出光一哉
 16. 軟 X線吸収分光を用いた $PbVO_3$ - $BiCrO_3$ 固溶体の特異な価数状態の解明，東北大学 多元物質科学研究所，山本孟
 17. XAFS 法による新奇ルテニウム錯体の電子構造の研究，兵庫県立大学大学院 物質理学研究科，和達大樹
 18. アルミナに担持された Pd 系バイメタリック粒子の XAFS 解析，九州大学大学院 総合理工学研究院，永長久寛
 19. 急速凍結 XAFS 分光法による低温適応無機ピロホスファターゼの金属活性中心の局所構造解析，佐賀大学 農学部，渡邊啓一
 20. 屋外大気および地下鉄構内におけるエアロゾル中元素の XANES による化学状態解析，慶應義塾大学 理工学部応用化学科，奥田知明
 21. 急速凍結 XAFS 分光法による低温適応無機ピロホスファターゼの金属活性中心の局所構造解析，佐賀大学 農学部，渡邊啓一
 22. XAFS を用いた Gd-TM 金属ガラスの詳細な構造探求，熊本大学大学院 先端科学研究部（理学系），細川伸也
 23. 吸収コントラスト X線 CT を用いたガスハイドレートの可視化 (2)，産業技術総合研究所，竹谷敏
 24. ポリオキサゾリン鎖を含む生体適合性ブロック共重合体の秩序構造転移，大分大学 理工学部，檜垣勇次
 25. 三重効果が生み出す巨大負熱膨張の軟 X線吸収分光を用いた微視的起源の解明，東北大学多元物質科学研究所，山本孟
 26. X線吸収分光法による化成皮膜の化学状態観察，日本パーカライジング株式会社 総合技術研究所 第二研究センター，福士英一
 27. XAFS を用いた Gd-TM 金属ガラスの詳細な構造探求 II，熊本大学大学院 先端科学研究部（理学系），細川伸也
 28. X線光電子分光法による表面修飾基板界面の化学状態解析，九州大学 総合理工学研究院，西堀麻衣子
 29. 有機薄膜の光損傷の XAS による観察，広島大学大学院 先進理工系科学研究科化学プログラム，高橋修
 30. 生体模擬サンプルを用いた位相コントラスト X線 CT 撮影の基礎的な検討 (1)，株式会社日立製作所 研究開発グループ，馬場理香
 31. 機械工学応用を志向したダイヤモンドライクカーボン膜の化学構造解析，有明工業高等専門学校，鷹林将
 32. 急速凍結 XAFS 分光法による低温適応無機ピロホスファターゼの金属活性中心の局所構造解析，佐賀大学 農学部，渡邊啓一
 33. 凍結試料の非破壊測定のための低温型吸収コントラスト X線 CT 法の確立，産業技術総合研究所，竹谷敏
 34. 異方的な熱膨張を示す柔軟な配位高分子の粉末 X線回折測定および構造決定，九州大学理学研究院化学部門，Le Ouay Benjamin
 35. 有機薄膜の光損傷の XAS による観察，広島大学大学院 先進理工系科学研究科化学プログラム，高橋修
- (5) 探索先導利用 (R タイプ)**
1. マイクロ X線イメージングによる木材組織観察と樹種同定:文化財への適応その 2，九州環境管理協会，百島則幸

2. X線トポグラフィによるダイヤモンドの欠陥観察, 関西学院大学 理工学部, 鹿田真一
3. X線吸収分光法による白金触媒および前駆体の電子状態解析, 九州大学 稲盛フロンティア研究センター, 兵頭 潤次
4. 廃脱硫 Mo/Co 触媒のアミノ酸浸出液の XANES/EXAFS 解析, 九州大学大学院 工学研究院 地球資源システム工学部門, 小山恵史
5. $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ の酸化還元種のエックス線吸収による特定, 九州大学 先導物質化学研究所, 猪石篤
6. 炭化水素部分酸化反応に活性を示す担持金属酸化物触媒の XAFS 分光法を用いた局所構造解析, 熊本大学大学院 先端科学研究部, 大山順也
7. 小角 X線散乱測定によるセルロースナノファイバー分散系の構造解析 (IV), 九州大学大学院 農学研究院, 巽大輔
8. 有機無機ペロブスカイトの XAFS 測定, 九州工業大学大学院生命体工学研究科, 飯久保智
9. 小角 X線散乱によるリサイクルおよびバージンプラスチックの構造解析, 福岡大学 工学部 化学システム工学科, パントンパチャ
10. XAFS を利用した Na イオン二次電池用新規フルオロリン酸系正極の充放電反応機構の解明, 九州大学 先導物質化学研究所, 中本康介
11. 小角 X線散乱によるリサイクルおよびバージンプラスチックの構造解析, 福岡大学 工学部 化学システム工学科, パントンパチャ
12. リン酸鉄皮膜の X線光電子分光法を用いた化学状態観察, 日本パーカライジング株式会社 総合技術研究所 第二研究センター, 福士英一
13. X線トポグラフィによるダイヤモンドの欠陥観察, 関西学院大学 理工学部, 鹿田真一
14. ポリアニオン系電極材料のエックス線吸収測定による電極反応解析, 九州大学 先導物質化学研究所, 猪石篤
15. シンクロトロン光照射を利用した微生物の有用株取得 (実験 2), 佐賀大学 農学部 生命機能科学コース, 木村圭
16. シンクロトロン光を用いたトルコギキョウ種子及びキク挿し穂における突然変異育種手法の開発, 大分県農林水産研究指導センター 農業研究部 花きグループ, 渡邊英城
17. 有機無機ペロブスカイトの XAFS 測定, 九州工業大学大学院 生命体工学研究科, 飯久保智
18. X線トポグラフィによるダイヤモンドの欠陥観察, 関西学院大学 理工学部, 鹿田真一
19. 閉鎖系である有明海における粘土鉱物中の鉄の状態分析, 県立広島大学 生物資源科学部, 西本潤
20. バイオマス資源の還元的変換を指向した複合触媒の XAFS 解析, 北陸先端科学技術大学院大学, 西村俊
21. X線トポグラフィによるダイヤモンドの欠陥観察, 関西学院大学 理工学部, 鹿田真一
22. シンクロトロン光照射によるカンキツの突然変異個体作出手法の開発, 長崎県農林技術開発センター, 法村彩香
23. X線回折法を利用した次世代電池用新規正極・負極材料構造解析, 山口大学大学院 創成科学科, 喜多條鮎子
24. メタン選択酸化用担持白金触媒の XAFS 測定, 九州大学大学院 工学研究院 応用化学部門 機能, 高垣敦
25. 特殊鋼製鋼スラグ中の MgO が金属化学状態に及ぼす影響の分析, 東北大学 国際放射光イノベーション・スマート研究センター, 篠田弘造
26. 水素化物系固体電池のエックス線吸収測定による電極反応解析, 九州大学 先導物質化学研究所, 猪石篤

(6) 先端創生利用 (長期タイプ)

1. EXAFS 実験によって解き明かす希土類元素含有酸化物結晶のシンチレーション特性に及ぼす軽金属元素の共添加効果(I), 山形大学 理学部, 北浦守
2. EXAFS 実験によって解き明かす希土類元素含有酸化物結晶のシンチレーション特性に及ぼす軽金属元素の共添加効果(II), 山形大学 理学部, 北浦守
3. 連続昇温および温度ジャンプによる高分子結晶の再組織化と結晶化の X線小角散乱と X線広角回折その場観察(I), 山口大学, 野崎浩二
4. 連続昇温および温度ジャンプによる高分子結晶の再組織化と結晶化の X線小角散乱と X線広角回折その場観察(II), 山口大学, 野崎 浩二
5. 連続昇温および温度ジャンプによる高分子結晶の再組織化と結晶化の X線小角散乱と X線広

角回折その場観察(Ⅲ), 山口大学, 野崎浩二

(7) 先端創生利用 (短期タイプ)

1. EFG 成長 β -Ga₂O₃ 単結晶ウエファアの X 線トポグラフィ観察 (エッチピット法の比較), 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
2. VB 成長 β -Ga₂O₃ 単結晶ウエファアの X 線トポグラフィ観察 (EFG 成長結晶との比較), 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
3. 溶液成長 β -Ga₂O₃ 単結晶ウエファアの X 線トポグラフィ観察 (エッチピット法の比較), 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
4. β -Ga₂O₃ のすべり転位の X 線トポグラフィによる観察, 産業技術総合研究所, 山口博隆
5. β -Ga₂O₃ 単結晶ウエファアの X 線トポグラフィ観察 (溶液法、垂直ブリッジマン法、EFG 法の比較), 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
6. HVPE 成長 β -Ga₂O₃ エピタキシャル層の X 線トポグラフィ観察 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
7. 薄膜試料測定用の温湿度制御蛍光 XAFS セルの開発, 三井金属鉱業株式会社 総合研究所, 上原広充
8. RF スパッタ法で作製した窒化物圧電薄膜のエクソ線吸収微細構造解析, (国研)産業技術総合研究所センシングシステム研究センター, 大曲新矢
9. EFG および VB 成長 β -Ga₂O₃ バルク結晶の X 線トポグラフィ透過観察, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
10. High-resolution x-ray diffraction on the homo-epitaxial GaN thin films, 物質・材料研究機構, Jaemyung Kim
11. 医療 X 線画像診断用 Air-Grid マイクロメッシュ製作の LIGA 技術開発, 九州大学大学院 工学研究院・機械工学部門, 日高 昌則
12. LIGA 技法で製作された Ni 製マイクロフィラメントの機能的な物性と Ni-フェルミ準位近傍の電子バンド状態および局所構造との相関, 九州大学大学院 工学研究院・機械工学部門, 日高 昌則
13. 溶液成長 SiC および HVPE 成長 β -Ga₂O₃ エピタキシャル層の X 線トポグラフィ観察, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
14. 非晶質ゲル体より形成する ZnGa₂O₄ ナノ結

晶の XAFS 測定による局所構造解析, 大阪府立大学 工学研究科, 徳留靖明

15. X 線トポグラフィによるワイドギャップ半導体の結晶欠陥評価, (国研)産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター, 児島一聡
16. 高輝度白色 X 線照射によるダイヤモンド電子デバイスの劣化機構解析, (国研)産業技術総合研究所 センシングシステム研究センター, 大曲新矢
17. 同軸型アークプラズマ堆積法によりバイアス印加下で堆積されたナノダイヤモンド膜の化学結合構造, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 吉武剛
18. 様々な成長方法を変えた HVPE 成長 β -Ga₂O₃ エピタキシャル層の X 線トポグラフィ観察, 佐賀大学大学院理工学研究科, 嘉数誠
19. 溶液成長 SiC および HVPE 成長 β -Ga₂O₃ エピタキシャル層の X 線トポグラフィ観察, 佐賀大学大学院理工学研究科, 嘉数誠
20. 最高品質ヘテロエピタキシャルダイヤモンド層の X 線トポグラフィ観察および X 線ロックンクカーブ測定, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
21. 医療 X 線画像診断用 Air-Grid マイクロメッシュ製作の LIGA 技術開発(Ⅱ), 九州大学大学院 工学研究院・機械工学部門, 日高昌則
22. 異なる面方位をもつ HVPE 酸化ガリウムウエファアの X 線トポグラフィ観察, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
23. プロトン伝導性 Ba_{1-y}Zr_{1-x}In_xO_{3-(0.5x+y)} の In および Zr K 端 XAFS 解析, 北海道大学 工学研究院, 青木芳尚

2. 発表論文

2-1 利用者

1. Abdallah I.M. Rabee, Son Dinh Le, Koichi Higashimine, Shun Nishimura, "Aerobic Oxidation of 5-Hydroxymethylfurfural into 2,5-Furandicarboxylic Acid over Gold stabilized on Zirconia-based Supports", ACS Sustainable Chemistry & Engineering, **8(18)**, 7150-7161 (2020).
2. Sayleap Sdoeung, Kohei Sasaki, Katsumi Kawasaki, Jun Hirabayashi, Akito Kuramata, Toshiyuki Oishi, and Makoto

- Kasu, “Origin of reverse leakage current path in edge-defined film-fed growth (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes observed by high sensitive emission microscopy”, *Applied Physics Letters*, **117**, 022106 (2020).
3. Ryo Ohtani, Kenichi Kawano, Masanao Kinoshita, Saeko Yanaka, Hikaru Watanabe, Kenji Hirai, Shiroh Futaki, Nobuaki Matsumori, Hiroshi Uji-I, Masaaki Ohba, Koichi Kato, Shinya Hayami, “Pseudo - membrane jackets: Two - dimensional coordination polymers achieving visible phase separation in cell membrane”, *Angewandte Chemie - International Edition*, **132**, 2–9 (2020).
 4. Ikuya Yamada, Takao Odake, Atsushi Tanaka, Yuichi Okazaki, Fumito Toda, Yuta Ishii, Toshifumi Taniguchi, Shogo Kawaguchi, and Atsushi Hariki, “A Sequential Electron Doping for Quadruple Perovskite Oxides ACu₃Co₄O₁₂ (A = Ca, Y, Ce)”, *Inorganic Chemistry*, **59**, 8699-8706 (2020).
 5. Son Dinh Le, Shun Nishimura, “Effect of Support on the Formation of CuPd Alloy Nanoparticles for the Hydrogenation of Succinic Acid”, *Applied Catalysis B: Environmental*, **282**, 119619 (2020).
 6. Hirotaka Yamaguchi, Shinya Watanabe, Yu Yamaoka, Kimiyoshi Koshi and Akito Kuramata, “Subsurface-damaged later in (010)-oriented β -Ga₂O₃ substrates”, *Japanese Journal of Applied Physics*”, **59**, 125503 (2020).
 7. Masaaki Tabata, Naoto Yagi, Jun Nishimoto, Abdul Ghaffar, “Estimation of places of production of porcelains of unknown origins excavated at the Mietsu Naval Facility site based on differences in the solubility of trace metals during the elutriation process”, *Journal of Archaeological Science:Reports*, **36**, 102823 (2020).
 8. Mamoru Kitaura, Kei Kamada, Toshiaki Ina, Hisanori Yamane, Manabu Ishizaki, Shinta Watanabe, Junpei Azuma, Isamu Yamamoto, Akimasa Ohnishi, Takeshi Usuki, “Structural analyses of Gd₃(Al,Ga)₅O₁₂ garnet solid solutions via X-ray and UV absorption spectroscopy experiments for Gd atoms”, *Journal of Alloys and Compounds*, **867**, 159055 (2020).
 9. Jun-Ichiro Makiura, Takuma Higo, Yutaro Kurosawa, Kota Murakami, Shuhei Ogo, Hideaki Tsuneki, Yasushi Hashimoto, Yasushi Sato, Yasushi Sekine, “Fast oxygen ion migration in Cu–In–oxide bulk and its utilization for effective CO₂ conversion at lower temperature”, *Chemical Science*, **21**, 2108–2113 (2021).
 10. Son Dinh Le, Shun Nishimura, “Influence of metal ratio on alumina-supported CuPd catalysts for the production of tetrahydrofuran from succinic acid”, *Applied Catalysis A: General*, **616**, 118063 (2021).
 11. Hiroki WADATI, Yujun ZHANG, Hiroyuki SETOYAMA, Yasushi HOTTA and Ryoichi NEMOTO, “バナジウム酸化物薄膜デバイスの電圧印加中のオペランドXAFS 測定”, *X線分析の進歩*, **52**, 161-166 (2021).
 12. Shinya Hosokawa, Jens Rudiger Stelhorn, Yohei Onodera, Shinji Kohara, Hiroo Tajiri, Eisuke Magome, Laszlo Pusztai, Kazutaka Ikeda, Toshiya Otomo, Milos Krbal, and Tomas Wagner, “Local- and Intermediate-Range Atomic Order in Ga₂Ge₃Se₉ Glass: Complementary Use of X-Rays and Neutrons”, *JPS Conf. Proc.*, **33**, 011069-1-6 (2021).
 13. Yasushi Sato, Riho Miyake, Ayana Tanigaki, Shinnosuke Akiyama, Koji Tomita, Masato Kakihana, “A novel Eu²⁺-activated calcium zirconium silicate phosphor: Ca₃ZrSi₂O₉:Eu²⁺”, *Journal of Luminescence*, **231**, 117752 (2020).
 14. Shinichi Shikata and Naoya Akashi, “Dislocation Vector Analysis Method of Deep Dislocation Having C-Axis Segment in Diamond”, *Materials Science Forum*, **1004**, 519-524 (2020).
 15. Naoya Akashi, Nanako Fujimaki and Shinichi Shikata, “Influence of threading dislocations on diamond Schottky barrier diode characteristic”, *Diamond and Related*

- Materials, **109**, 108024 (1-8) (2020).
16. 芳野遼, 山神光平, 和達大樹, 山岸弘奈, 瀬戸山寛之, 下田さゆり, 三島章雄, Benjamin Le Ouay, 大谷亮, 大場正昭, “Coordination Geometry Changes in Amorphous Cyanide-Bridged Metal–Organic Frameworks upon Water Adsorption”, *Inorganic Chemistry*, **60**, 3338-3344 (2021).
 17. Ayuko Kitajou, Masahiro Hokazono, Noboru Taguchi, Shingo Tanaka, Shigeto Okada, “Cathode properties of FeF₃-V₂O₅ Glass/C for lithium-ion batteries”, *J. Alloys and Compounds*, **856**, 157449 (2020).

2-2 加速器グループ

1. Yu.A. Goponov, R.A. Shatokhin, M.A. Sidnin, K. Sumitani, Y. Takabayashi, I.E. Vnukov, and I.S. Volkov, “Method of spatial size measurement of relativistic electrons beams with small bunch length”, *Journal of Instrumentation*, **15**, C04025 (2020).
2. I. E. Vnukov, Yu. A. Goponov, S. A. Laktionova, R. A. Shatokhin, K. Sumitani & Y. Takabayashi, “Proposal for a Procedure for Measuring the Transverse Dimensions of a Beam of Relativistic Electrons with a Small Longitudinal Size”, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, **14**, 578–585 (2020).
3. Y. Hikosaka, H. Iwayama and T. Kaneyasu, “Zeeman quantum beats of helium Rydberg states excited by synchrotron radiation”, *Journal of Synchrotron Radiation*, **27**, 675-680 (2020).
4. J Adachi, H Tanaka, T Kosuge, H Ishii, I H Suzuki, T Kaneyasu, T Taniguchi, T Odagiri, S Ohtaki, Y Tsuji, K Soejima, P Lablanquie and Y Hikosaka, “Development of pulse selectors for the synchrotron radiation pulses from the Photon Factory 2.5 GeV ring to study multiple photoionization”, *Journal of Physics: Conference Series*, **1412**, 152092 (2020).
5. T Odagiri, T Taniguchi, T Kaneyasu, H Tanaka, J Adachi, P Lablanquie and Y Hikosaka, “Cascade and direct processes in multiple Auger decay of core-excited state of N₂”, *Journal of Physics: Conference Series*, **1412**, 142004 (2020).
6. Tatsuo Kaneyasu, Yasumasa Hikosaka, Masaki Fujimoto, Hiroshi Iwayama, and Masahiro Katoh, “Polarization control in a crossed undulator without a monochromator”, *New Journal of Physics*, **22**, 083062-083062 (2020).
7. 金安達夫, 彦坂泰正, 加藤政博, “放射光による原子のコヒーレント制御”, *日本放射光学会誌*, **33**, 327-333 (2020).
8. 彦坂泰正, 金安達夫, 加藤政博, “放射光によるコヒーレント制御”, *ISOTOPE NEWS*, **771**, 6-9 (2020).
9. T. Kaneyasu, Y. Hikosaka, M. Fujimoto, H. Iwayama, and M. Katoh, “Electron Wave Packet Interference in Atomic Inner-Shell Excitation”, *PHYSICAL REVIEW LETTERS*, **126**, 13202 (2021).
10. J. Keskinen, K. Jänkälä, S.-M. Huttula, T. Kaneyasu, Y. Hikosaka, E. Shigemasa, H. Iwayama, K. Soejima, K. Ito, L. Andric, M. A. Khalal, J. Palaudoux, F. Penent, and P. Lablanquie, “Auger decay of the 3d hole in the isoelectronic series of Br, Kr⁺ and Rb²⁺”, *PHYSICAL REVIEW A*, **103**, 032828 (2021).

2-3 ビームライングループ

1. Sena Fujii, Taiga Muranaka, Jun Matsubayashi, Shigehito Yamada, Akio Yoneyama, Tetsuya Takakuwa, “The bronchial tree of the human embryo: an analysis of variations in the bronchial segments”, *Journal of anatomy*, **237(2)**, 311-322 (2020).
2. Satoshi Takeya, Michihiro Muraoka, Sanehiro Muromachi, Kazuyuki Hyodo, Akio Yoneyama, “Correction: X-ray CT observation and characterization of water transformation in heavy objects”, *Physical chemistry chemical physics*, **22(25)**, 14377-14379 (2020).
3. Daiko Takamatsu, Tatsumi Hirano, Akio Yoneyama, Takayuki Kimura, Motoko Harada, Masayuki Terada, Tetsuro Okoshi,

- “In operando visualization of electrolyte stratification dynamics in lead-acid battery using phase-contrast X-ray imaging”, *Chemical communications*, **56(66)**, 9553-9556 (2020).
4. Sayaka Tanaka, Rino Sakamoto, Toru Kanahashi, Shigehito Yamada, Hirohiko Imai, Akio Yoneyama, Tetsuya Takakuwa, “Shoulder girdle formation and positioning during embryonic and early fetal human development”, *PLoS ONE*, **15(9)**, e0238225 (2020).
 5. Satoshi Takeya, Sanehiro Muromachi, Akihiro Hachikubo, Ryo Ohmura, Kazuyuki Hyodo, Akio Yoneyama, “X-ray attenuation and image contrast in X-ray computed tomography of clathrate hydrates depending on guest species”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **22(47)**, 27658-27665 (2020).
 6. A. Yoneyama and M. Kawamoto, “Development of scanning X-ray fluorescence microscope using KB mirror and white synchrotron radiation at SAGA Light Source”, *Journal of Instrumentation*, **15(12)**, 12029-12029 (2020).
 7. Sena Fujii, Taiga Muranaka, Jun Matsubayashi, Shigehito Yamada, Akio Yoneyama, Tetsuya Takakuwa, “Bronchial tree of the human embryo: Categorization of the branching mode as monopodial and dipodial”, *PLoS ONE*, **16(1)**, e0245558 (2021).
 8. Akio Yoneyama, Rika Baba, and Masahide Kawamoto, “Quantitative analysis of physical properties of CsI, GAGG, CWO, LuAG, YAG, BGO, and GOS scintillator using 10-, 20- and 34-keV monochromated synchrotron radiation”, *Optical Materials Express*, **11(2)**, 398-411 (2021).
 9. 小林英一, 朝倉大輔, 細野英司, 田中秀吉, “超高真空試料搬送導入装置を用いたリチウムイオン電池材料の分析”, *表面と真空*, **63(7)**, 343-347 (2020).
 10. Satoru Yoshioka, Konosuke Tsuruta, Tomokazu Yamamoto, Kazuhiro Yasuda, Syo Matsumura, Takeharau Sugiyama, Yojiro Oba, Norito Ishikawa, Eiichi Kobayashi, Koji Okudaira, “Local Structure Investigations of Accumulated Damage in Irradiated MgAl₂O₄”, *Journal of the American Ceramic Society*, **103(8)**, 4654-4663 (2020).
 11. Shunya Sakane, Takafumi Ishibe, Kosei Mizuta, Takeshi Fujita, Yuga Kiyofuji, Jun-ichiro Ohe, Eiichi Kobayashi and Yoshiaki Nakamura, “Anomalous enhancement of thermoelectric power factor by thermal management with resonant level effect”, *Journal of Materials Chemistry A*, **9**, 4851-4857 (2021).

3. 学会発表

表 1 に学会発表の件数を示す。

表 1 学会発表件数

	国際学会 (件)	国内学会 (件)
当研究センター	3	13

4. 出版物

当研究センターが行う成果報告会、シンポジウム及びセミナー等の報告書並びに年報等である。

1. 2019 年度研究成果報告会実施報告書
2. 九州シンク トロトン光研究センター年報 2019

付 録

1 収 支

佐賀県と締結した「佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターの管理運営に関する変更協定書」に基づき、当研究センターでは施設の運営、維持管理、安全管理及び利用推進等に関する業務を行っている。

(当初の協定は 2004 年 1 月 1 日)

2020 年度の決算額は、収入が前年度比 16,599 千円増の 577,925 千円、支出が前年度比 14,466 千円増の 575,809 千円であった。表 1 に収支の決算状況を示す。

表1 収支決算状況（単位：千円）

科 目	2019 年度	2020 年度
収 入	561,326	577,925
受託料等収入	482,978	505,518
資産運用収入	10	10
施設利用料収入等	75,466	69,859
雑収入	900	548
他会計繰入金収入	1,972	1,990
支 出	561,343	575,809
人件費	192,916	197,381
謝金	1,345	1,390
旅費	10,139	4,378
庁費	331,282	347,125
公租公課	18,151	21,964
他会計繰入金支出	1,972	1,990
固定資産購入	5,538	1,581
収支差額	△17	2,116

2 運 営 組 織

図1に組織図を、表1にスタッフリストを示す。

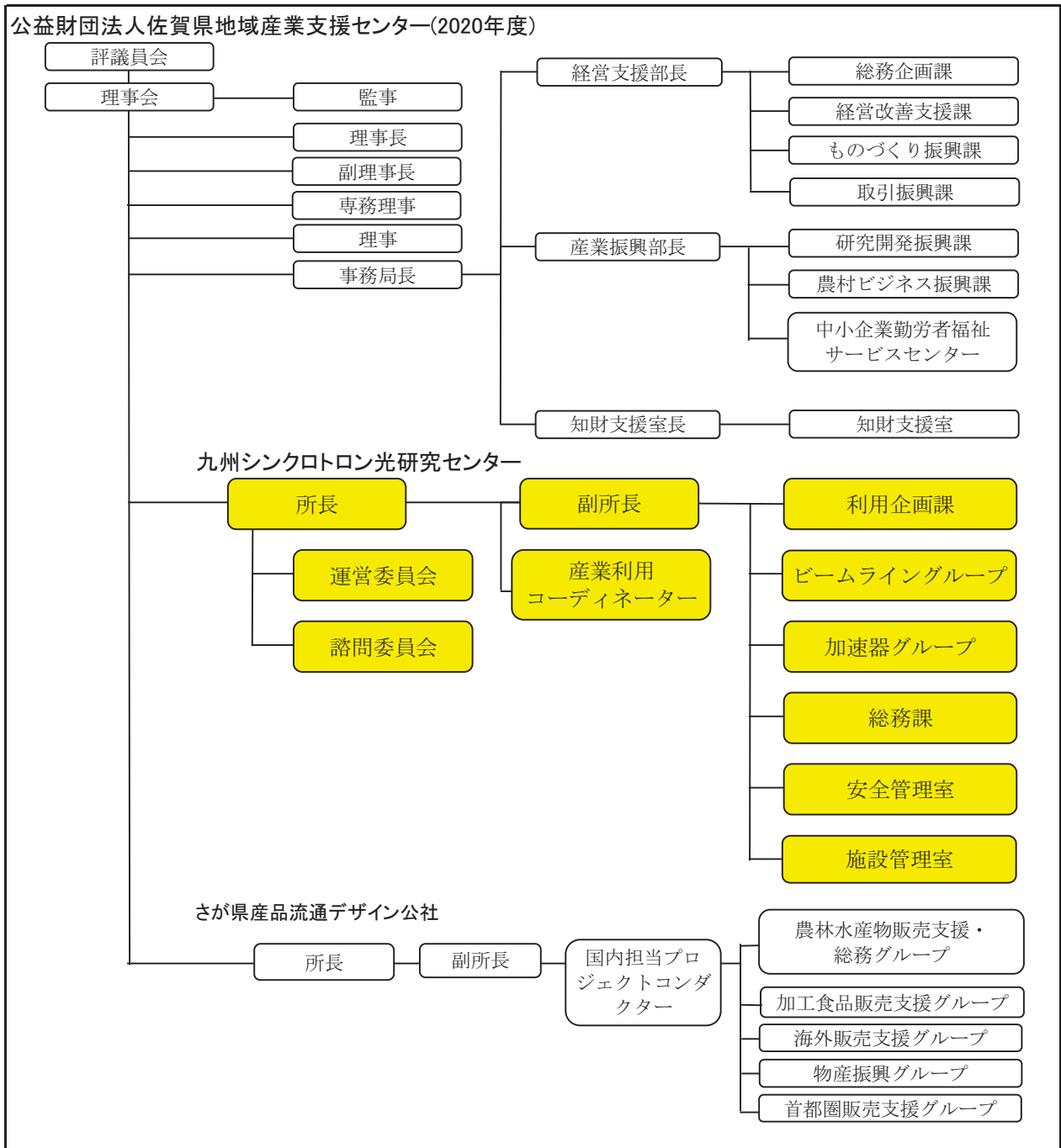


図1 組織図

表1 スタッフリスト

所長（業務執行理事）	妹尾 与志木		
副所長	中川 俊二		
産業利用チーフコーディネーター	玉井 富士夫		
産業利用コーディネーター	堤 正英		
産業利用コーディネーター	前田 英明		
利用企画課		総務課	
課長	村上 保夫	課長	石井 正宏
副課長（兼安全管理室）	石橋 英明	副主査（兼施設管理室）	池田 真理子
副主査（兼安全管理室）	田中 慎一	副主査	福島 慶一
常勤嘱託	石郷岡 美香	常勤嘱託	小川 由紀
常勤嘱託	古賀 加奈子	常勤嘱託	藤田 加津子
ビームライングループ		安全管理室	
グループ長（兼所長）	妹尾 与志木	7名兼任	
副グループ長（兼安全管理室）	米山 明男	施設管理室	
副グループ長（兼安全管理室）	河本 正秀	非常勤嘱託	幸山 輝明
主任研究員（兼施設管理室長）	小林 英一	他5名兼任	
副主任研究員（兼安全管理室）	吉村 大介		
副主任研究員（兼安全管理室）	瀬戸山 寛之		
副主任研究員（兼施設管理室）	石地 耕太郎		
副主任研究員	馬込 栄輔	客員主任研究員	河田 眞太郎
協力研究員	IESARI FABIO	客員研究員	馬場 理香
		客員研究員	岡島 敏浩
		客員研究員	廣沢 一郎
加速器グループ			
グループ長（兼安全管理室長）	江田 茂		
主任研究員	岩崎 能尊		
副主任研究員（兼施設管理室）	高林 雄一		
副主任研究員（兼施設管理室）	金安 達夫		

3 アクセス



鉄道

- JR 鳥栖駅から
 - ・タクシー【約 10 分】
 - ・バス(鳥栖プレミアムアウトレット行き)【約 15 分】
- JR 新鳥栖駅から
 - ・タクシー【約 10 分】
- JR 弥生が丘駅から
 - ・タクシー【約 5 分】
 - ・徒歩【約 20 分】
 - ・バス(鳥栖プレミアムアウトレット行き)【約 6 分】

自動車

- 高速道路[鳥栖インター]から【約 5 分】
- 久留米基山筑紫野線[柚比インター]から【約 1 分】

飛行機

- 福岡空港(地下鉄)～JR 博多駅【約 6 分】
 - ・JR 博多駅(特急)～JR 鳥栖駅【約 20 分】
 - ・JR 博多駅(新幹線)～JR 新鳥栖駅【約 13 分】

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、当研究センターの事前の許可が必要です。

九州シンクロトン光研究センター年報 2020
2022 年 3 月発行

公益財団法人佐賀県産業振興機構
九州シンクロトン光研究センター
〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘八丁目 7 番地
電話：0942-83-5017 FAX：0942-83-5196
E-mail：info@saga-ls.jp
URL：http://www.saga-ls.jp

公益財団法人 佐賀県産業振興機構
九州シンクロトン光研究センター
KYUSHU SYNCHROTRON LIGHT RESEARCH CENTER