

九州シンクロトロン光研究センター
年報 2018

巻頭言

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
所長 妹尾 与志木



当研究センター、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）は、2018 年度が実働の 13 年目になります。計画段階から考えると歴史はさらに長く、設立の最初の契機は 1992 年の「九州北部学術研究都市整備構想」でした。筑波研究学園都市、関西文化学術研究都市に続く第 3 の学研都市を目指したこの構想からは 26 年の年月が経過しています。2017 年 3 月まで当研究センターとは直接縁のない民間企業に在籍していた私には、この間の詳細な状況を正確に追跡することはできませんが、当研究センターをとりまく環境や考え方に少なからぬ変化があったことは想像に難くありません。

しかしながら、学術研究都市構想の根底にあるのは、学術研究を社会基盤のひとつとして整備、定着させようとの考え方で、その意義や目的には普遍的な部分があります。当初の構想がそのままの形で現在に残っているわけではないにせよ、構想の精神は現在でも何らかの形で維持していく必要があるものと考えています。1999 年に当研究センターの基本方針として、5 つの方向性が定められています。以下にその項目だけ記します。

- (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) 多様な産官学連携拠点の形成
- (4) 先端科学技術を担う人材の育成
- (5) 科学技術への理解と促進

一言でいえば「科学技術を通じての多様な方向からの地域社会への貢献」とでも言えるでしょうか。このような考え方を通して、科学技術立国を志した同構想の精神を、地方において放射光（シンクロトロン光）科学という切り口から体现させていくのが私たちの役目と考えています。

当研究センターは稼働開始以来、実験ホールの増築、県有ビームライン 6 本の整備、シンクロトロン/蓄積リングの蓄積電流値 300 mA への増強、および佐賀大学、九州大学、住友電気工業株式会社が専有する他機関ビームラインの整備など、ハード面の整備を順次行っており、現在は、これらのハードを学術のみならず県内外の産業にどのように活かしていくかを検討する「第 2 ステージ」に入っています。2018 年度はとくに県内産業への貢献に注力しました。2016 年度より県庁に配属になっている企業連携支援員の方に 100 社を超える県内企業に訪問していただき、それを基に 15 社程度の企業の方々と技術的なやりとりをさせていただきました。「シンクロトロン光利用」ばかりではなく、幅広く「科学技術に基づいた支援」を観点にしています。当然当研究センターが科学技術全体をカバーすることはできませんが、研究機関同士のつながりから投げかけられた問題に詳しい研究者、技術者につなぐことは可能だと考えています。県内企業の方々を対象とした企業利用支援セミナーも 2018 年度は 3 回開催し

ました。当研究センター最大の行事である研究成果報告会も、農林水産業が佐賀県の主要な産業であることを考慮し「放射光を中心とした量子ビームの農業・漁業分野への貢献」を特集企画として佐賀市内の会場で開催いたしました。

第2ステージにはいつてからは、このように県内産業を意識してセンターの運営を行っていますが、これらの活動が本冊子「年報」の記事になるような成果を上げるまでにはまだ時間がかかります。本年報の記述は、第1ステージから少しずつ積み上げてきた基本的な学術領域での成果が中心で、産業利用に関しても技術開発専用の要員を有する全国規模の企業の方々の成果が中心になっています。これらは当研究センターの基礎力として充実させるべき領域のものであり、県内産業への貢献に対する強固な土台となるべき部分です。2018年度には熊本大学の先生と共同で提案していた「データ駆動科学」の研究テーマが国の研究ファンドである「戦略的創造研究推進事業（CREST）」のテーマとして採択されました。これは当研究センターの基礎力向上に大きく資するものになってくれると考えています。

運営面でも2018年度は若干の変更を行いました。「諮問委員会」を研究センター運営に対して外部よりご意見をいただける唯一の機関と再定義いたしました。シンクロトロン光の専門家、県内の民間の方、他機関ビームラインの責任者の方々などに委員をお願いし、2月に開催して貴重なご意見をいただきました。そのほか利用推進協議会の見直しなども行いました。

これからも地道な活動を通して地域社会への貢献の道を模索していきたいと考えています。今後とも九州シンクロトロン光研究センターをよろしくお願い申し上げます。

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) X線トポグラフィーを用いた熱化学エッチング処理による4H-SiC単結晶基板表面の 基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察	8
	(2) シンクロトロン光を活用した医薬品へのX線照射の影響評価	11
	(3) 長残光性蛍光体における希土類イオンの局所構造と価数のXAFS解析	14
	(4) シアノ架橋型二次元配位高分子のシート構造修飾による熱膨張挙動制御	17
	(5) 個人線量計応用に向けたリン酸塩ガラス中の銀のXANES解析	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	43
VIII	安全管理	44
IX	施設管理	46
X	出版物等	48
	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（以下、「研究センター」と略記）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（2018）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6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。

当研究センターの開所時より副所長、2015年より所長を務めてきた平井康晴所長が2017年度末で退任した。その後任として2018年度より石橋正彦が所長に就任し、新しい体制となった。

次に、放射光利用の深化と裾野拡大を促す試みとして、毎年、研究成果報告会を開催している。今年度は、農業・漁業への貢献をテーマに第12回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会を開催した(2018.08.01)。「加速器施設の突然変異育種利用・重イオンビーム育種技術の開発-」(特別講演)及び「ダイズ突然変異体リソースの開発と育種利用」(特別講演)等の講演が行われ、佐賀県立試験研究機関による利用実績が示された。

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、2017 年度から制度化した「包括利用契約」を今年度も引き続き実施し、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。

2. 利 用

(1) 利用実績

今年度（2018）の加速器運転時間総計は 2,163.0 時間であり、そのうちビームラインへのビーム供給は 1,594.0 時間、マシンスタディは 473.0 時間、加速器故障は 96.0 時間であった。また、6 本の県有ビームラインを合わせた利用時間は 3,521.5 時間であった。その内訳は、公募利用と共同研究を合わせた外部利用が 2,910.5 時間（利用件数は 146 件）であり、内部利用が 611 時間であった。

外部利用に関しては、前年度（3,259 時間）より約 10.7%減少した。また、今年度の九州地域の利用時間数の割合は、41.8%と昨年度に比べ増加した。他の地域からの利用課題は 58.2%であった。産学官の利用時間数の割合は、企業 33.4%、大学 49.7%、公設試 16.9%であり、成果公開利用は 70.8%（2,061.5 時間）、非公開利用は 29.2%（849 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 35.3%、素材・原料 29.7%、資源・環境 10.3%、ディスプレイ 7.5%、農林水産・食品 4.4%、バイオメディカル・健康 4.4%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。2018 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 章にまとめた。

(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。

光源加速器のアボートは 12 件、96.1 時間であった。また、超伝導ウィグラーについては、ユーザー運転において、2 台同時励磁運用を定常的に行った（Ⅲ・1 節参照）。

(2) ビームライン等

6 本の県有ビームライン（BL07、BL09、BL10、BL11、BL12、BL15）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（2018）は、BL11 に高周波除去専用のミラーシステムを導入し、低エネルギー X 線領域において精度の高い XAFS スペクトルを得ることが可

能となった。また株式会社ニコンより寄贈された BL18 の再稼働の準備を進めた。(Ⅲ-2 節参照)。

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。

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 4 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 12 回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会 (2018.08.01)」、「第 32 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム」(2019.01.09-11)、「平成 30 年度佐賀県試験研究機関地域戦略利用意見交換会」(2019.02.18) 及び「光ビームプラットフォームシンポジウム 2019」(2019.03.01) 等であった。

また、シンクロ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 2018」(2018.08.22-24) を、利用促進を主眼とする講習会として実施した。

さらに、県内企業の利用促進を図るため、県内企業を対象として「平成 30 年度企業利用支援セミナー」(2018.6.11、2018.10.22、2019.3.1) を 3 回開催し、特別講演及び利用案内を行った。

6. 広報、人材育成

広報については、広く地域住民を対象に一般公開 (2018.09.29) を実施し、410 名にご来所いただい

た。当日は、「第 42 回サイエンスカフェ in SAGA」を同時開催した。

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、一般公開と合わせて 1,277 名にご来所いただいた。

また、研究センターのホームページをリニューアルし、利用者の利便性の向上を図った。一方、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 (2018.06.04、2018.11.28、2019.3.27)。

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、インターンシップによる地域からの学生 (鳥栖商業高等学校 1 名) を受け入れた。また、職場体験として学生 (唐津東中学校 1 名) を受け入れた。

7. 委員会

運営に関わる重要事項の検討機関としての諮問委員会の位置づけを変更し、当研究センターの運営方針に対して外部よりご意見をいただくための文字通りの諮問機関とした。お願いする委員の方々も見直した。これに伴い他機関ビームライン評価委員会の位置づけも変更し、設置の妥当性について協議するとともに決定を行う機関として再定義した。

2018 年度は諮問委員会及び他機関ビームライン評価委員会をそれぞれ 1 回、開催した。

なお、運営委員会についてはその機能を組織内に繰り込むこととした。

8. 安全管理

シンクロトロン放射光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。

従来、研究センター職員及び業者向けの放射線業務従事者教育訓練講習会を、利用者も受講できるよ

うに変更して開催（2018.07.31、2019.01.21）し、31名に受講いただいた。なお、放射線業務従事者登録数は500名（所内22名、所外478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2.9%減、年間水道水使用量は前年度比約3.0%増、年間都市ガス使用量は前年度比約3.0%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

2018 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、2,163.0 時間であった。前年度と比較すると、約 4.7 %減少した。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 2018 年度加速器運転状況

項 目	時間数 (時間)
ビーム供給	1,594.0
マシンスタディ	473.0
加速器故障	96.0
シャットダウン	484.0

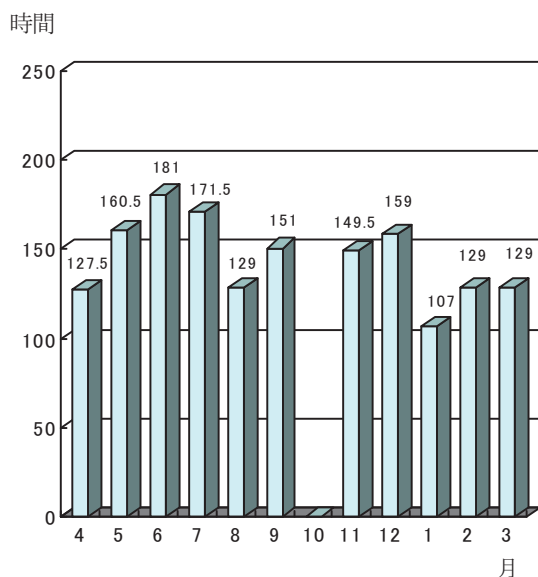


図 1 2018 年度ビーム供給時間

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 9.9%減の 3,521.5 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。

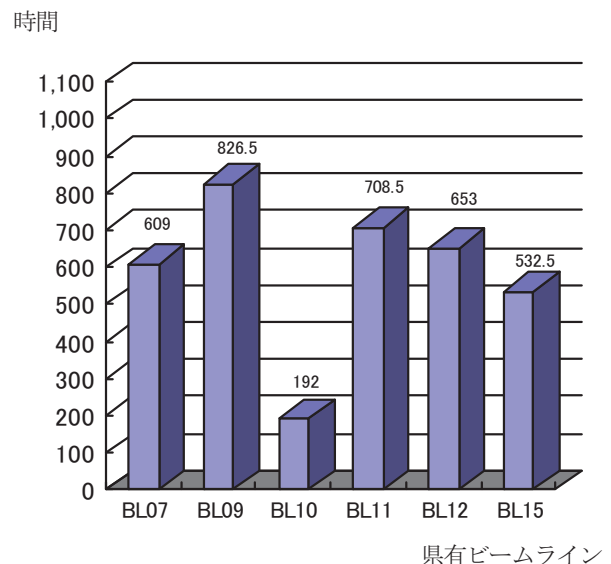


図 2 2018 年度県有ビームライン毎の延利用時間

また、4 本のお機関ビームライン (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 1,183.5 時間、BL06 は 972.5 時間、BL16 は 1,441.5 時間、BL17 は 1,465 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 10.7%増の 2,910.5 時間、利用件数は 146 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 2018 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	49	831.0
公共等利用	3	33.0
トライアル利用	15	160.5
地域戦略利用	2	44.0
探索先導利用	52	999.5
先端創生利用	18	709.5
パイロット利用	0	0.0
共同研究利用	3	115.0
包括利用	4	18.0
計	146	2,910.5

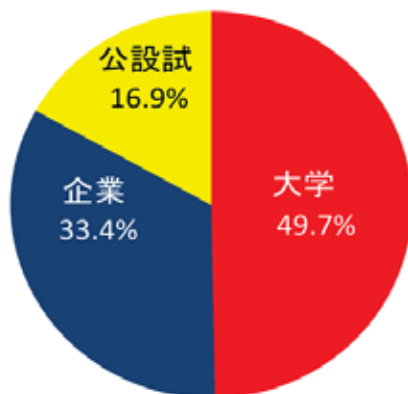


図 3 2018 年度産学官の利用割合（外部利用）

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」を新しい区分として設定した。

「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 2018 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

2018 年度は、146 件（2,910.5 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。

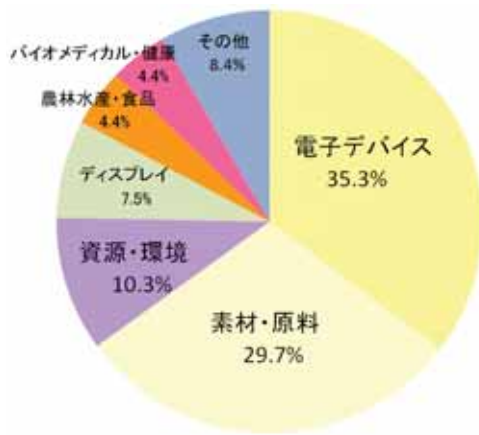


図 1 2018 年度利用分野の分布

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) X 線トポグラフィーを用いた熱化学エッチング処理による 4H-SiC 単結晶基板表面の基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察

鳥見 聡、篠原正人（東洋炭素株式会社）

(2) シンクロトロン光を活用した医薬品への X 線照射の影響評価

山川敦史（株式会社インダ）

(3) 長残光性蛍光体における希土類イオンの局所構造と価数の XAFS 解析

北浦 守¹、瀬戸山 寛之²、伊奈 稔哲³、松嶋 雄太¹、鎌田 圭⁴、國本 崇⁵、大西 彰正¹（¹山形大学、²SAGA-LS、³JASRI/SPring-8、⁴東北大学、⁵徳島文理大学）

(4) シアノ架橋型二次元配位高分子のシート構造修飾による熱膨張挙動制御

大谷亮（九州大学大学院理学研究院）

(5) 個人線量計応用に向けたリン酸塩ガラス中の銀の XANES 解析

正井博和¹、越水正典²（¹産業技術総合研究所、²東北大学）

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。

X線トポグラフィーを用いた熱化学エッチング処理による4H-SiC単結晶基板表面の 基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察

鳥見 聡, 篠原正人

東洋炭素株式会社

1. はじめに

半導体SiCエピタキシャルウェハ中に含まれる基底面転位 (Basal Plane Dislocation : BPD) は、パイポーラ動作するデバイスにおいて順方向通電時にシングルショックレー型の積層欠陥へ拡張して順方向劣化と呼ばれるオン電圧の増大をもたらす^[1]。SiC基板中のBPDはインゴット結晶成長時に形成されるもので、エピタキシャル成長時にそのほとんどがエピ/基板界面で無害な貫通刃状転位 (Threading Edge Dislocation : TED) に変換されるため^[2]、エピタキシャル膜中へ伝播するBPDに起因する順方向劣化は排除可能である。しかしながら、高電流密度での通電条件下ではエピタキシャル膜よりさらに深いエピ/基板界面にまで到達する過剰キャリアが基板中のBPDを積層欠陥へ拡張させて順方向劣化を引き起こすことが報告されている^[3]。一方、BPDのTEDへの変換位置がエピ/基板界面よりさらに深い基板内部にある場合、その深さに対応して積層欠陥を拡張させる電流密度が高くなることが報告されており^[4]、基板中のBPDをエピタキシャル成長前に基板内部で予めTEDへ積極的に変換させることができれば、順方向劣化の抑制に有効な手法の一つとなると考えられる。

そこで我々はエピタキシャル成長前の新たなSiC表面処理法として、熱化学エッチングとなるSi蒸気圧エッチング法^[5-6]に着目している。Si蒸気圧エッチング法は、TaC/Ta複合材料からなる坩堝型容器内へSi蒸気圧供給源となるSiを付与しSiCウェハを1600～2200℃の高温で加熱することで $\text{SiC(s)} + \text{Si(g)} \rightarrow \text{Si}_2\text{C(g)}$ のエッチング反応を得る。本手法によりSiCウェハ表面に残存する潜傷などの加工変質層を物理的なダメージレスで除去するとともに分子層ステップからなる平滑な表面を得ることができる^[7]。さらに、これまでの研究によってSi蒸気圧エッチング法は従

来のウェハ仕上げ加工手法である化学機械研磨 (Chemical Mechanical Polishing : CMP) と比較してエピタキシャル成長時にBPDからTEDへの変換率が高く^[8]、KOHエッチピット法 (破壊評価法) によりSiC基板内部の位置でのBPDからTEDへの変換を示唆する結果^[9]が得られている。

本報告では、Si蒸気圧エッチング法によるSiC基板表面でのBPD変換効果を直接確認し、更にその変換挙動を理解することを目的として、Si蒸気圧エッチング処理前後における4H-SiC基板表面のBPDの形態の変化ならびにエピタキシャル成長後のエピタキシャル膜中への転位伝播挙動を非破壊かつ高分解能観察可能な放射光によるX線トポグラフィーを用いて評価した。

2. 実験

評価試料としてCMP仕上げされた市販の4インチ4H-SiC (0001) 4° オフ Si 面ベアウェハ 2 枚 (試料①および②) を供した。このときウェハ内の転位密度をなるべく同じ条件で比較するために同一インゴットから切り出されたウェハを用いた。試料の処理条件ならびに評価工程を表 1 に示す。Si 蒸気圧エッチングは、処理温度 2000℃のもとエッチング除去量に対する転位変換挙動の差の有無を確認するために試料①と②で意図的に異なる Si 蒸気圧エッチング量を施した。エピタキシャル成長は、膜厚 10 μm、ドーパント濃度 (窒素) $1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ の成膜条件で行った。各処理工程前後のウェハ表面の転位の挙動は、九州シンクロトロン光研究センターBL09 を用いて反射法による斜入射 X 線トポグラフィー (回折ベクトル $\mathbf{g} = 11\cdot 28$) を行い、トポグラフ像を X 線フィルムに撮影した。

表 1 試料処理条件および評価工程

工程	未処理	評価1st	処理	評価2nd	処理	評価3rd
試料①			Si 蒸気圧エッチング ($\sim 3 \mu\text{m}$ 除去)			
	CMP	X線トポ		X線トポ	エピ成長	X線トポ
試料②			Si 蒸気圧エッチング ($< 1 \mu\text{m}$ 除去)			

3. 結果及び考察

図 1 は、試料①の各処理前後の BPD 同点 X 線トポグラフ像観察例である。図 1(a)の丸で示された箇所は CMP 表面における BPD (線状コントラスト) の先端部分である。Si 蒸気圧エッチング後、図 1(b)において BPD の先端は $[-1\cdot120]$ 方向へ約 $40 \mu\text{m}$ 移動しており、ウェハのオフ角が 4° であることからエッチング除去量は約 $2.8 \mu\text{m}$ と推定される。また、BPD の先端は TED を示す比較的小さい白点形状のコントラストに変化している。さらにエピタキシャル成長後においては図 1(c)に示すとおり、白点形状のコントラストはエピタキシャル膜中に引き継がれて維持しており、エピタキシャル膜中への BPD 伝播 ($[11\cdot20]$ 方向への転位の伸展) は見られなかった。また同様に、図 2 は試料②の各処理前後の BPD 同点 X 線トポグラフ像観察例である。図 2(a)-(b)より、丸で示された BPD の先端は Si 蒸気圧エッチング後に $[-1\cdot120]$ 方向へ約 $11 \mu\text{m}$ 移動しており、エッチング除去量は約 $0.8 \mu\text{m}$ と推定される。このとき、試料②においても BPD 先端は Si 蒸気圧エッチング後 (図 2(b)) に TED を示すコントラストへ変化しており、エピタキシャル成長後 (図 2(c)) も維持されていることを確認した。これらの挙動は、試料①②の複数箇所観察されたため、 $2.8 \mu\text{m}$ 及び $0.8 \mu\text{m}$ それぞれの異なるエッチング量条件においても BPD 変換効果が同様に得られることが示された。

以上の結果より、Si 蒸気圧エッチング表面における BPD 先端の TED への変換挙動を放射光による X 線トポグラフィーを用いることによって直接観察することに成功した。Si 蒸気圧エッチング法による SiC ウェハ表面の BPD 変換現象は、その高温プロセスの熱エネルギー $[10\cdot11]$ によってもたらされているものと考えられるが、エッチング反応環境下においても変換効果が得られ、変換された TED が保持されることが明らかになった。今後の展開として、Si 蒸気圧エッチング処理条件と BPD 変換との相関、変換される BPD

の転位構造の解明などがテーマとして挙げられる。

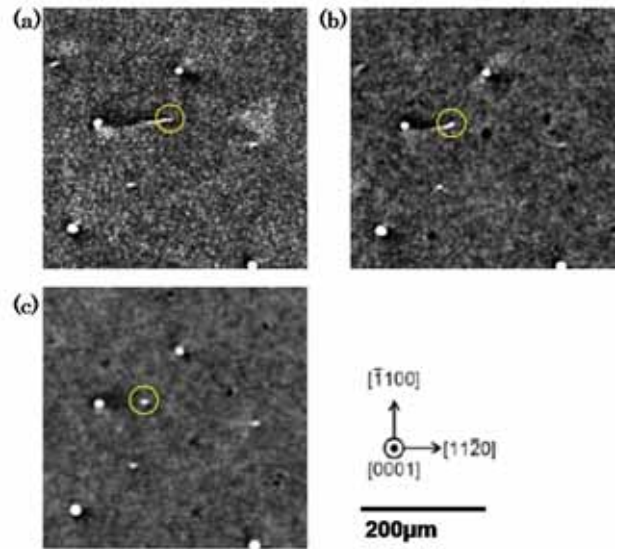


図 1 試料①の BPD 同点 X 線トポグラフ像、(a) CMP、(b) Si 蒸気圧エッチング後、(c) エピタキシャル成長後

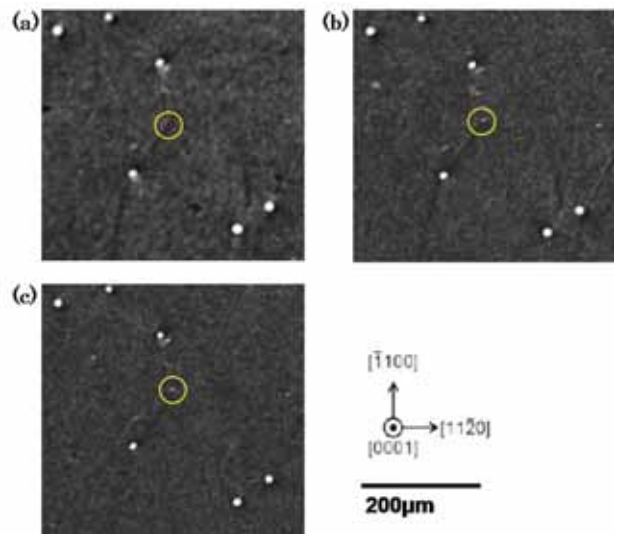


図 2 試料②の BPD 同点 X 線トポグラフ像、(a) CMP、(b) Si 蒸気圧エッチング後、(c) エピタキシャル成長後

4. まとめ

4H-SiC 単結晶基板表面のエピタキシャル成長前の新たな表面処理法として熱化学エッチングである Si 蒸気圧エッチング法に着目し、Si 蒸気圧エッチングがもたらす SiC ウェハ表面の転位変換挙動を放射光による X 線トポグラフィーを用いて観察した。Si 蒸気圧エッチングされた SiC ウェハ表面において BPD 先端部分の TED への変換の観察に成功した。またエピ

タキシャル成長後、変換された TED はエピタキシャル膜中に維持され、BPD の伝播は確認されなかった。放射光による X 線トポグラフィーは、Si 蒸気圧エッチングされた SiC 表面における転位変換の挙動を高分解能かつ非破壊で評価を可能とする有効な手法であることが示された。

謝辞

本実験の X 線トポグラフィー評価にあたり、多大なご指導をいただいた石地耕太朗博士に感謝の意を表します。

参考文献

- [1] H. Lendenmann, et al., "Degradation in SiC Bipolar Devices: Sources and Consequences of Electrically Active Dislocations in SiC", Materials Science Forum, **433-436**, 901-906 (2003).
- [2] S. Ha, et al., "Dislocation conversion in 4H silicon carbide epitaxy", J. Cryst. Growth **244** (3-4) 257-266 (2002).
- [3] K. Konishi et al., "Stacking fault expansion from basal plane dislocations converted into threading edge dislocations in 4H-SiC epilayers under high current stress", J. Appl. Phys. **114**, 014504 (2013).
- [4] S. Hayashi et al., "Relationship between depth of basal-plane dislocations and expanded stacking faults by application of forward current to 4H-SiC p-i-n diodes", Applied Physics Express **12**, 051007 (2019).
- [5] 竹川大輔, 東 剛, 松田一宏, 森田駿佑, 長田淳仁, 大谷 昇, 金子忠昭, SiC及び関連ワイドギャップ半導体研究会 第17回講演会予稿集 P-12 (2008).
- [6] S. Ushio et al., "Surface Phase Diagram of 4H-SiC {0001} Step-Terrace Structures during Si-Vapor Etching in a TaC Crucible", Materials Science Forum, **717-720**, 573-576 (2012).
- [7] S. Torimi et al., "Improving Mechanical Strength and Surface Uniformity to Prepare High Quality Thinned 4H-SiC Epitaxial Wafer Using Si-Vapor Etching Technology", Materials Science

Forum, **897**, 375-378 (2017).

[8] 須藤悠介, 芦田晃嗣, 鳥見 聡, 坂口卓也, 金子忠昭, 野上 暁, 北島 真, 先進パワー半導体分科会第 4 回講演会予稿集 IIA-26 (2017).

[9] 須藤悠介, 坂口卓也, 矢吹紀人, 鳥見 聡, 野上 暁, 北島 真, 金子忠昭, 先進パワー半導体分科会第5回講演会予稿集 IIB-13 (2018).

[10] 土田秀一, 張 旋, 中山浩二, 浅野勝則, 特許 5958949号

[11] N. A. Mahadik et al., "Mitigation of BPD by Pre-Epigrowth High Temperature Substrate Annealing", Materials Science Forum, **858**, 233-236 (2016).

シンクロトロン光を活用した医薬品へのX線照射の影響評価

山川敦史
株式会社インダ

1. はじめに

近年、飲み込む力が弱まっている方でも服用しやすい医薬品として、唾液や少量の水で服用できる口腔内崩壊錠（OD錠：Orally disintegration tablet）の製品化が進んできている。また、輸入される医薬品が増加している。これらの背景から、医薬品包装に防湿性が必要とされる機会が増加しており、この場合、バリア性に優れたアルミ包材が用いられる。しかし包材が不透明であり、内容物である医薬品が見えないことから、光学的なカメラで品質を確認することができない。

それら不透明包装された医薬品の検査手段として、X線検査装置の活用がある。X線検査装置はX線透過画像による包装内部の医薬品の非破壊検査が可能で、品質管理に有効である。食品製造においては、製造または加工の管理を行う場合に0.10 Gy以下の放射線照射が食品衛生法で認められており、品質管理工程への導入は極めて一般的となっている。

一方、医薬品製造においては、該当する規格基準がなく、X線照射による医薬品の品質変化が心配されている。そこで、X線が医薬品に対して影響を及ぼす吸収線量について確認するため、シンクロトロン光を活用した高線量照射試験を実施した。

2. X線検査装置の紹介

当社のインラインX線検査装置である「IXシリーズ」の装置外観を写真1に示す。「IXシリーズ」は、コンベヤ上を搬送される被検査品の全数検査が可能で、遺伝的アルゴリズム¹⁾を活用した最新の画像処理技術と、検査対象物に応じた幅広いX線出力で多彩な検査に対応できることが特徴である。新開発した「IX-GN-24M1」では、透過力が弱い低エネルギーX線であっても鮮明な撮像が可能な新型センサを搭載することで、従来は検出できなかった薄いシートの噛み込み不良の検出を可能とした。



写真1 X線検査装置 IX-GN 外観

3. 医薬品の品質管理への活用事例

医薬品の品質管理における「IXシリーズ」の活用事例として、不透明包材内部の錠剤欠品検査、添付文書などの付属品欠品検査、噛み込み検査、連包品のエリア毎の質量検査、異物混入検査などがある。ここでは代表的な活用事例を紹介する。

3-1 錠剤欠品検査

写真2に両面アルミPTP（Press Through Pack）シート包装された錠剤の欠品検査画像を示す。検査対象物の範囲を等分割し、それぞれのエリア毎の錠剤をカウントして、錠剤の過不足を判定している。

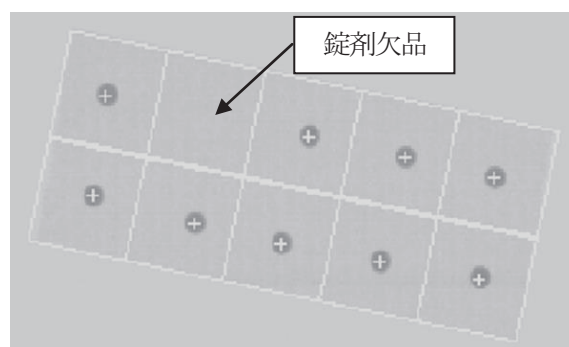


写真2 両面アルミ PTP シート欠品検査画像

3-2 噛み込み検査

写真3にシート剤の噛み込み検査画像を示す。シート剤部分と包材部分の境界を特定している。この境界から包材の外形までの距離を測定し、設定値を下回った場合を、シール部へのシート剤の噛み込みによる不良品と判定している。

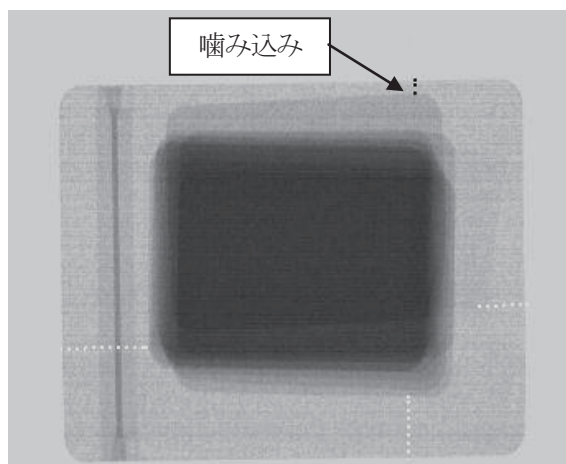


写真3 シート剤の噛み込み検査画像

3-3 連包品の質量検査

顆粒分包が3袋連なった連包品について、エリア毎に医薬品の質量を推定した結果を写真4に示す。X線透過画像の明るさ分布から質量を推定することで、従来の質量検査機では検査不可であった、分包品の1包分毎の質量検査を可能としている。

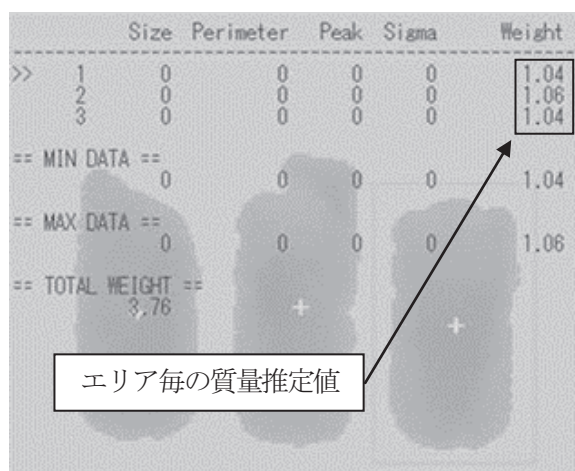


写真4 連包品の質量推定結果

4. 医薬品へのX線照射による影響評価

X線検査装置の活用は医薬品の品質管理に有効であるが、X線照射による医薬品品質への影響が明らかではなく、食品と同様の規格基準もない。そこで、医薬品へのX線照射の影響を調査するため、医薬品にX線を照射した試料を作製し、日本薬局方に準じた試験にて、色差、引張強さ、崩壊、定量、純度について評価した。本試験で照射対象とした医薬品は、よく使われる医薬品、光に対する感受性が高い医薬品を中心に、アセトアミノフェン錠、ロキソプロフェンナトリウム錠、ニフェジピン錠、フロセミド錠の4種類とした。

4-1 照射試料の作製

X線を照射した試料の作製方法を検討した。当社X線検査装置に搭載しているX線発生装置を用いて吸収線量300 Gy（食品基準の3,000倍）まで照射して評価を行ったが、結果に変化が認められなかった。そこで吸収線量3 kGy（食品基準の30,000倍）での評価を検討したが、比較的短時間で照射を完了できる試料であっても、照射に約7時間必要であることがわかった。照射が長時間となることで、X線以外の光や湿度など他の影響因子による医薬品品質への作用が懸念された。

そこで、構造分析などに用いられるシンクロトロン光を活用した短時間での高線量照射を検討した。照射試料の作製を目的とした場合、照射範囲が広く、X線の実効エネルギーである10～30 keVに近いスペクトルを有するビームラインの選定が必要である。これら条件から、今回の試料作製においては、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターのBL09ビームラインを使用した。また、ビームラインを活用することのメリットとして、エネルギー分布が明確であることから、試料の吸収線量を正確に見積もることができる。そのため再現性のある定量的な評価が可能で、吸収線量と医薬品品質への影響の相関を明らかにするために有効である。

図1に実験で用いたスペクトル（計算値）を示す。また、写真5にシンクロトロン光の照射設備を示す。上下に可動するステージに錠剤を鉛直方向に並べ、水平方向からシンクロトロン光を照射した。本実験では、

①対象とする医薬品の組成・密度、②ビーム条件、③照射条件から、X線が医薬品を透過する前後のスペクトルを算出し、その差を積分することで吸収線量を見積もった。

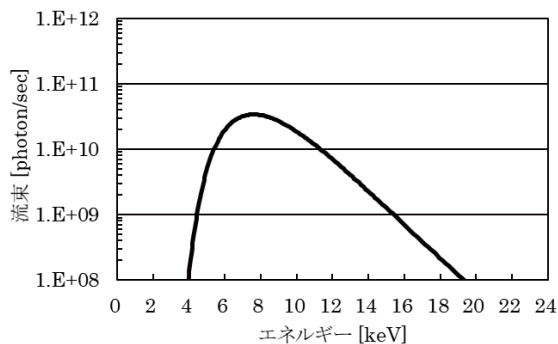


図1 BL09のスペクトル（計算値）

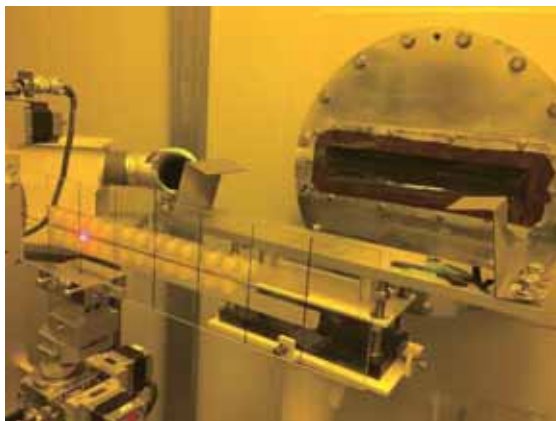


写真5 シンクロトロン光照射設備（BL09）

吸収線量3 kGyの試料作製について、当社X線発生装置では約7時間の照射が必要であったが、シンクロトロン光を活用することで、約5分間のビーム照射で完了した。アセトアミノフェン錠、ロキソプロフェンナトリウム錠、ニフェジピン錠、フロセミド錠の各照射試料について、日本薬局方に準じ、色差、引張強さ、崩壊、定量、純度を評価したが、吸収線量3 kGyにおいても、医薬品品質への影響はみられなかった。

そこで、吸収線量と医薬品品質への影響との相関を示すためには、医薬品品質に影響が発現する吸収線量を明らかにすることが必要であり、さらに高い吸収線量となるX線を照射した試料での評価を検討した。シンクロトロン光の照射時間を前述の方法で算出したところ、10 kGyの試料作製で約18分間、100 kGyの試

料作製であっても約3時間で照射を完了できることから、試料作製が可能と判断し、最大100 kGyの照射試料を作製した。現在、作製した試料にて、医薬品品質への影響評価を継続している。

4. まとめ

本稿では、医薬品製造におけるX線検査装置の活用事例と、医薬品へのX線照射の影響評価方法としてシンクロトロン光の活用事例を紹介した。

作製した試料について、日本薬局方に準じ、色差、引張強さ、崩壊、定量、純度の各項目を評価したが、食品基準の30,000倍に相当する吸収線量3 kGyにおいても、医薬品品質への影響はみられなかった。

シンクロトロン光を活用することで、これまで困難であった高線量のX線を照射した試料の作製が比較的短時間で可能であり、医薬品品質への影響調査に有効であることがわかった。本稿の事例以外でも放射線照射を目的としたシンクロトロン光活用の参考となれば幸いである。

[注1] 遺伝的アルゴリズム(Genetic Algorithms)

生物界における遺伝と進化のメカニズムを、画像処理のアルゴリズムに応用したもので、異物と被検査品とを分別するために最適な画像処理のプログラムをコンピュータが自動生成するため、高感度な検査を簡便に実施することができる。

長残光性蛍光体における希土類イオンの局所構造と価数のXAFS解析

北浦 守¹, 瀬戸山 寛之², 伊奈 稔哲³, 松嶋 雄太¹, 鎌田 圭⁴, 國本 崇⁵, 大西 彰正¹

¹山形大学, ²SAGA-LS, ³JASRI/SPRING-8, ⁴東北大学, ⁵徳島文理大学

1. はじめに

安全安心な社会の実現に向けた様々な取り組みがなされる中、長残光性蛍光体が注目されている。この物質は可視紫外光を吸収して数時間に渡って発光し続けるため、蓄光物質とも呼ばれている。太陽光などの自然エネルギーを有効利用できる点で魅力的であり、その仕組みを解き明かすことは省エネルギー性の高い究極の発光素子の開発にもつながる可能性を秘めている。

この長残光性蛍光体が通常の蛍光体と異なる点は、発光イオン以外に別の金属イオンを共賦活する点にある。残光を生じさせるには光励起で生じた励起電子が発光イオン位置で直ちに輻射消滅しないよう何らかの形で蛍光体中にとどめておく必要があり、そのトラップの役割を共賦活された金属イオンが担うことを意図している。事実、残光特性には最適な共賦活イオンが存在する^[1]。

多くの希土類イオンが3価の状態を取るので、電子トラップとして働く場合、その価数は3価から2価へと転移する。その価数変化を捉えるようとX線吸収端微細構造(XAFS)が調べられている^[2]。例えば、X線励起された $\text{SrAl}_2\text{O}_4\cdot\text{Eu,Dy}$ では励起電子を作り出す過程において $\text{Eu}^{2+}\rightarrow\text{Eu}^{3+}$ の価数転移は確認されるが、何故か Dy^{3+} イオンでは価数変化が見られない。この結果から、 $\text{SrAl}_2\text{O}_4\cdot\text{Eu,Dy}$ では $\text{Dy}^{3+}\rightarrow\text{Dy}^{2+}$ の価数転移は起こらないと結論され、酸素空孔など別の電子トラップの関わりについて言及されている。しかし、我々が行ってきた赤外分光の実験では、酸素空孔による電子トラップの吸収バンドが中赤外域に現れ、浅いトラップを形成することを示唆する^[3]。酸素空孔は室温の熱エネルギーで電子を開放するような深い電子トラップを形成しないので長残光に関与するとは考えにくい。従って、長

残光に関与する電子トラップの正体は今もなお不明である。

本研究では、青色長残光性蛍光体として知られる $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7\cdot\text{Eu,Dy}$ を紫外光照射して希土類イオンの L_3 端X線吸収端近傍構造(XANES)の変化を調べた。また、希土類イオンが占める格子サイトを調べるために、広域X線吸収微細構造(EXAFS)を調べた。比較のためにSrイオンのK端EXAFSも調べた。 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7\cdot\text{Eu,Dy}$ では Eu^{2+} イオンや Dy^{3+} イオンが Sr^{2+} サイトを占めると考えられる。 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ の場合、 Sr^{2+} サイトは1種類であり、このサイトを Eu^{2+} イオンや Dy^{3+} イオンが占めると予想される。従って、賦活された希土類イオンの局所構造解析が比較的容易に行えると期待される。その局所構造を調べるために、汎用のXAFS解析プログラムAthena^[4]を使って動径分布関数を決定した。

2. 実験

2-1 試料

測定試料はすべて固相反応で作製した。所定の組成になるように秤量した試薬を遊星ボールミルを使って湿式混合した。混合した試薬を室温で観測させてペレット化した。そのペレットを 1350°C に設定された電気炉の中で3時間焼成した。Euイオンを含む場合には5%の水素を含むアルゴン雰囲気中で還元焼成し、Euイオンを含まない場合には空気中で焼成した。焼成して得られた粉末が $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ の構造を有することは粉末X線回折で確認した。その結果を図1に示す。なお、シミュレーション結果はプログラムVESTA^[5]を使って求めた。

2-2 実験方法

紫外光照射に伴う価数変化をXANESに見出すには物質中にトラップが存在しなければならない。そこ

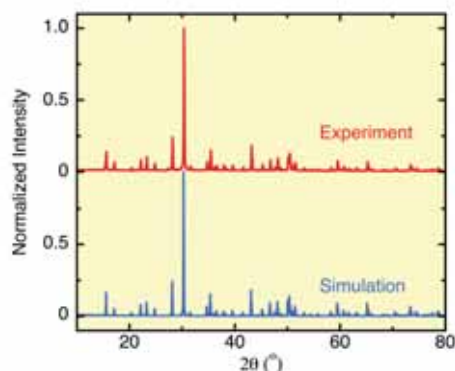


図 1 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ の粉末 X 線回折スペクトル:(上)実験結果と(下)シミュレーション結果。

で、まず熱発光グロー曲線の測定を行った。極低温で紫外光を数分間照射し、照射停止後に毎分 5 K の速度で昇温する。浅いトラップが存在する場合には再結合発光(熱発光)が観測されるので、その強度を温度の関数としてプロットすれば熱発光グロー曲線を得ることができる。こうして測定した $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ と $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ の熱発光グロー曲線を図 2 に示す。比較のために定常励起下で測定した Eu^{2+} イオンの発光強度の温度依存性も示した。 Dy^{3+} イオンを共賦活すると新たなグローピークが 300K よりも高温側に現れ、 Dy^{3+} イオンが電子トラップとして作用すると考えられる。

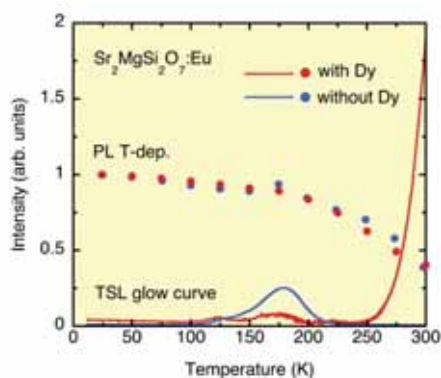


図 2 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ (青線)と $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ (赤線)の熱発光グロー曲線。二価 Eu の発光強度の温度変化も示した。

XAFS 実験では粉末試料を窒化ホウ素で希釈してペレット化した。そのペレットをクライオスタットに取り付けて冷却した。希土類イオンの L_3 端 XAFS の

測定は九州シンクロトン光研究センターのビームライン BL11 で行った。紫外光照射にはレーザーダイオードからの紫外光 (375nm) を用いた。測定は蛍光法で測定した。 Sr イオンの K 端 XAFS の測定は SPring-8 のビームライン BL01B1 で行った。測定は透過法で行った。XAFS スペクトルはクライオスタット前方に置かれたイオンチェンバーで X 線強度をモニタし、その強度変化を補正した。

3. 結果及び考察

図 3 には紫外光照射による Eu イオンの L_3 端 XANES の変化を示す。紫外光照射によって XANES には変化が見られる。その変化分を見ると、ディップとピークが観測され、それぞれ Eu^{2+} と Eu^{3+} の状態に対応する。両者の強度はほぼ同じ割合であり、紫外光照射で Eu^{2+} の状態から電子が抜けて Eu^{3+} の状態が形成されることを示す。図 4 には紫外光照射による Dy イオンの L_3 端 XANES の変化を示す。図 3 に見られたような変化は観測されない。この実験では、紫外域における Eu^{2+} イオンの吸収係数、 Eu^{2+} イオンの L_3 端近傍における X 線吸収係数および励起光源の光子フラックスを考慮して Eu^{2+} 濃度と Dy^{3+} 濃度を設定しており、 Dy^{3+} の価数変化が起こるなら観測されるはずである。それに関わらず、観測されないことから Dy^{3+} イオンが電子トラップとして作用していないと思われる。

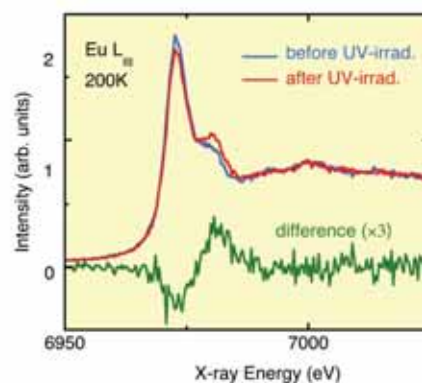


図 3 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ 中 Eu イオンの L_3 端 XANES スペクトルの紫外光照射効果。照射による変化がわかるように差スペクトルも示した。

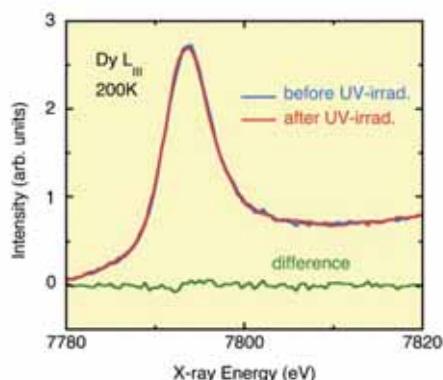


図4 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ 中 Dy イオンの L_{III} 端 XANES スペクトルの紫外光照射効果。照射による変化がわかるように差スペクトルも示した。

Dy^{3+} イオンが電子トラップとして働く従来の仮説では、 Dy^{3+} イオンが母体の Sr^{2+} サイトを占める。これを確かめるために EXAFS から動径分布関数を求めた。その結果を図5に示す。なお、フーリエ変換において位相シフトは考慮されていない。この測定は熱振動による影響をできるだけ抑えるために 10K で行った。

Sr^{2+} イオン周りの原子分布は Eu^{2+} イオン周りのそれとよく似ており、 Eu^{2+} イオンは Sr^{2+} サイトを占めると考えられる。一方、 Dy^{3+} イオン周りの原子分布は Sr^{2+} イオンと Eu^{2+} イオンのそれらとは全く異なる。ここでは示さなかったが、 Dy^{3+} イオンを共賦活するために用いた酸化ディスプレイウム中の Dy^{3+} イオン周りの原子分布とよく一致した。

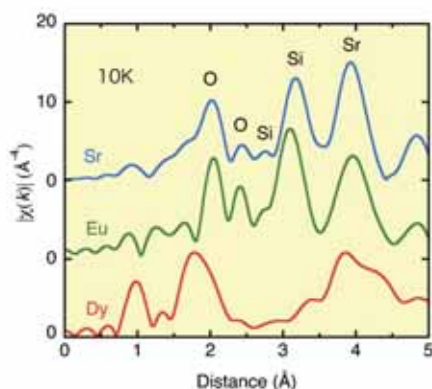


図5 L_{III} 端 EXAFS から得られた $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ 中 Eu^{2+} イオンと Dy^{3+} イオンの動径分布関数。比較のために K 端 EXAFS から得られた Sr^{2+} イオンの動径分布関数も示した。

Dy^{3+} イオンが Sr^{2+} サイトを占めることはなく、 Dy^{3+} イオンを共賦活することによって欠陥が導入され、それが長残光に関与する電子トラップを形成すると思われる。長残光過程における Dy^{3+} 共賦活の役割は今まだはっきりせず、その解明には洗練された実験結果の積み重ねが必要不可欠である。

4. まとめ

青色長残光蛍光体 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu,Dy}$ において、紫外光照射による Eu イオンと Dy イオンの価数変化と局所構造を XAFS により低温で調べた。紫外光照射により Eu^{2+} イオンの一部が Eu^{3+} イオンへと変化した。このような紫外光照射による価数変化は Dy^{3+} イオンにおいて観測されなかった。 Eu^{2+} イオンの動径分布関数は Sr^{2+} イオンのそれとよく一致したが、 Dy^{3+} イオンの動径分布関数は全く異なっていた。このことから、 Dy^{3+} イオンは Sr^{2+} サイトを占めることなく母体 $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ に固溶しないと思われる。

参考文献

- [1] P. Dorenbos, “Absolute location of lanthanide energy levels and the performance of phosphors”, J. Lumin. 122-123, 315-317 (2007).
- [2] K Korthout et al., “Luminescence and x-ray absorption measurement of persistent $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu,Dy}$ powder: Evidence for valence state charges”, Phys. Rev. B **84**, 085140 (2011).
- [3] M. Kitaura., “Absorption spectroscopy on shallow electron traps in $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu,Dy}$ induced under ultraviolet light irradiation”, Abstract of the 2nd international workshop on luminescence materials 2015 (LumiMat’15). I-16.
- [4] B. Ravel, M. Newville, “ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT”, J. Synchrotron Rad. **12**, 537-541 (2005).
- [5] K. Monma, F. Izumi, “VESTA 3 for three dimensional visualization of crystal, volumetric and morphology data”, J. Appl. Crystallogr. **44**, 1272-1276 (2011).

シアノ架橋型二次元配位高分子のシート構造修飾による熱膨張挙動制御

(執筆者名) 大谷亮

(所属名) 九州大学大学院理学院理学研究院

1. はじめに

無機-有機ナノ構造体(配位高分子)は種々の遷移金属イオンを有機配位子が架橋したネットワーク構造を有する物質であり、次世代の機能性錯体材料として構造、電子的、磁気的特性について活発に研究されている。遷移金属イオンの配位形態と有機配位子を適切に選択することによる骨格の構造・機能設計を得意とし、これまで一次元鎖、二次元シート、三次元骨格など様々な化合物が報告されてきた。特に、配位高分子の中でもシアノ基($-\text{C}\equiv\text{N}-$)を介した規則構造を有する化合物群は、ベンゼン環を有する一般的な架橋配位子と比較して金属イオン間の距離も近く無機物に近い興味深い特性を示すことで着目されてきた。例えば、シアノ基架橋三次元構造を有する代表的なプルシアンブルー化合物は、シアノ基の回転運動に由来する負の熱膨張挙動を示し、これは、 ZrW_2O_8 などの負の熱膨張を示す無機化合物と類似した特性である。一方で、有機配位子を構築要素として含む配位高分子は単結晶試料を容易に得られるにも関わらず、熱膨張や圧縮といった力学特性に関する研究は、極めて限られるのが現状である。これは、配位高分子の機能として金属イオン由来の磁気・電気化学的性質、多孔体としての研究が主流であること、また、複雑な構造をとるために力学特性に寄与する因子を見出すのが非常に難しいからである。

我々は、有機配位子を含むシアノ架橋二次元シート型配位高分子の示す熱応答性に着目し、異方的な熱膨張挙動に関する研究を進めている。二次元ネットワーク構造は、面内と面間方向の異方性を有しているためそれぞれを設計可能であり、配位高分子として主流の三次元構造体では示し得ない特徴的な構造特性を発現する利点がある。我々は、温度変化に伴った構造変化の描像や二次元シートの化学修飾による構造変化について、単結晶構造解析あるいは粉末X線回折測定

によるリートベルト解析により詳細に検討してきた。今回、これまでに見出された二次元ネットワーク構造特有の構造特性について紹介する。

2. 実験

2-1 試料

(1) 試料調製

$[\text{Mn}(\text{salen})]\text{Cl}$ 錯体と $[\text{PPh}_4]_2[\text{MnN}(\text{CN})_4]$ 、 $\text{K}_2\text{Pt}(\text{CN})_4$ 、 $\text{K}_2\text{PtI}_2(\text{CN})_4$ 錯体配位子を 2:1 の割合で H_2O 中あるいは、 $\text{H}_2\text{O}+\text{MeOH}$ 、 $\text{H}_2\text{O}+\text{MeCN}$ 溶媒中で混合、攪拌することで、5種類の二次元配位高分子 $[\text{Mn}(\text{salen})]_2[\text{M}(\text{CN})_4]$ ($\text{M} = \text{MnN}$ (1), $\text{MnN}(\text{MeOH})$ (2), $\text{MnN}(\text{MeCN})$ (3), Pt (4), PtI_2 (5)) の単結晶および粉末試料を合成した。また、5の合成時に加えるヨウ素の割合を調節することで、ヨウ素含有率の異なる二次元配位高分子粉末試料 6, 7, 8 を合成した。

2-2 実験方法

1-5 の単結晶に対し温度可変単結晶X線回折測定を行い、それぞれの熱膨張挙動とそれに伴う構造変化について検討した。4 の脱水試料については SAGA-LS (BL15) での温度可変粉末X線回折測定を行った。また、6-8 に対し、100 K での粉末X線回折測定を行った。得られた回折パターンを用いてリートベルト解析を行った。

3. 結果及び考察

単結晶構造解析により、得られた二次元配位高分子は、 $[\text{Mn}(\text{salen})]^+$ ユニットのアキシアル位に $[\text{M}(\text{CN})_4]^{2-}$ のシアノ基が配位、架橋することで構築されるジグザグシートが積層した構造を有していた(図1)。100 K から 400 K までの構造解析によりそれぞれの熱膨張挙動について調べたところ、 $[\text{M}(\text{CN})_4]^{2-}$ ユニットの構造に依存して、異なる異方

的熱膨張挙動を示した。それぞれの熱膨張係数について表 1 に示す。1 と 2 は面内方向の a (b) 軸の係数が負 (NTE) であり、3 と 5 は正の熱膨張率 (PTE) を示した。一方で、4 は熱膨張率が非常に小さいゼロ熱膨張挙動 (ZTE) を示した。面外方向の c 軸に関しては、3 のみ負の値を示し、他の化合物は正の熱膨張挙動であった。

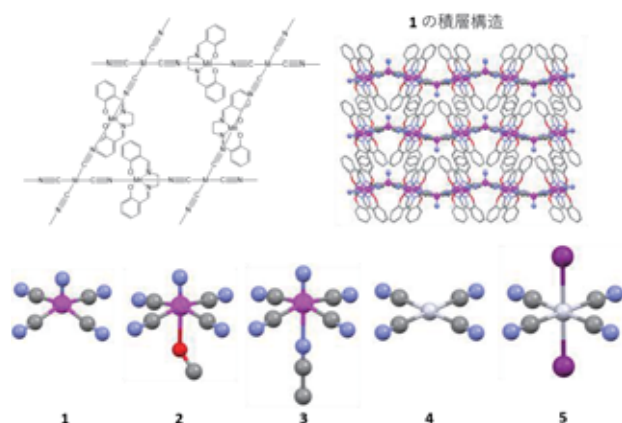


図 1. 1-5 の結晶構造。

表 1. 1-5 の熱膨張係数 ($M = 1 \times 10^{-6}$)

	$\alpha_{a,b} \text{ MK}^{-1}$	$\alpha_c \text{ MK}^{-1}$
1 (150 K-400 K)	-15.9	+103
2 (360 K-460 K)	-7.75	+94.0
3 (340 K-400 K)	+52.2	-28.0
4 (200 K-380 K)	-1.49	+55.7
5 (150 K-370 K)	+46.4	+38.9

ジグザグシートとの角度の温度依存性の検討により、得られた異方的熱膨張挙動は、ジグザグシートが膨張あるいは収縮するという構造変化に起因していることが分かった。ここで、全ての化合物の構造変化について詳細に検討することで、熱膨張現象の起源が、骨格の節にある $[\text{Mn}(\text{salen})]^+$ ユニットの“配位構造ひずみ”であることを見出した (図 2)。 $[\text{Mn}(\text{salen})]^+$ ユニット中には金属中心の配位原子からなる 8 面体 (図 2 赤) と salen 配位子の頂点を含む 8 面体 (図 2 黒) が存在し、それらがひずんでいることが分かる。熱により、この分子内配位構造ひずみを減少させるように二種類の 8 面体が回転することでジグザグシートの構造変化が生じていた。また、“ひずみの方向”の違い

を反映して正と負の真逆の異方的熱膨張挙動が発現していることが明らかとなった (図 2 右)。すなわち、二次元シート内に存在する“配位構造ひずみの緩和”が熱応答性の起源であり、“ひずみの大きさ”が熱膨張挙動の大きさに寄与し、“ひずみの方向”が膨張と収縮の違いを生み出していることが明らかとなった。これは、配位高分子の錯体ネットワークの熱応答性を分子構造レベルで明らかにした初めての例であり、物質の熱膨張挙動の理解と制御のための重要な知見であると考えている。^[1,2]

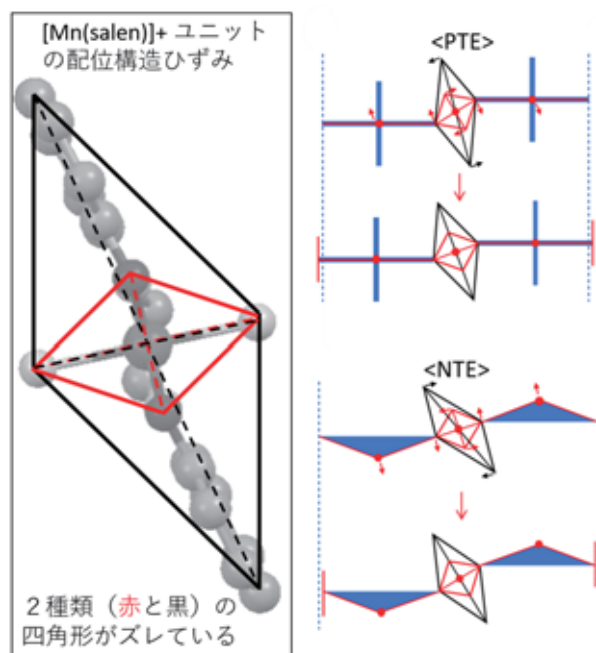


図 2. $[\text{Mn}(\text{salen})]^+$ ユニットの“配位構造ひずみ”と熱膨張による構造変化。

ゼロ熱膨張率であった 4 は、同様の分子内配位構造ひずみがあるにも関わらず、その緩和現象が起こらない方向にひずんでおり、すなわち熱応答性が制限されていることが分かった。4 で観測された小さな負の熱膨張挙動は、プルシアンブルーなどでも観測されているシアノ基の transverse vibration mode によると考えられる。4 は結晶水を含んでいたことから、結晶水の熱膨張挙動に対する影響を検討するために、脱水処理により得られた 4_dehydrated の粉末試料について、温度可変粉末 X 線回折測定から熱膨張挙動の比較を行った。すると、4_dehydrated は、4 よりも面内の負の熱膨張率が大きいことが分かった (図 3)。すなわち、4 においては二次元シートの収縮が結晶水

によって妨げられていることが分かった。^[2]

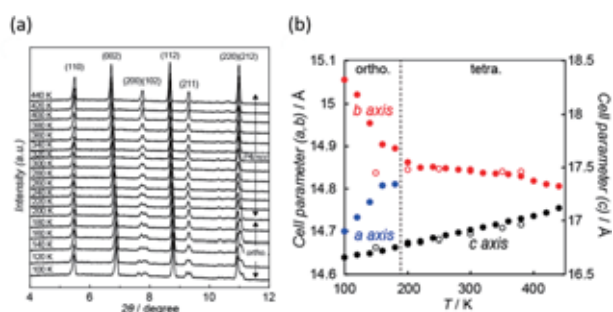


図3. (a) 4_dehydrated の温度可変粉末X線回折パターン。(b) 4 (open circle) と 4_dehydrated (close circle) における格子定数の温度変化。

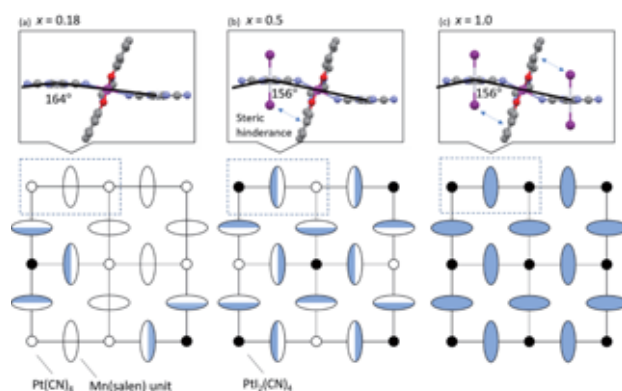


図4. ヨウ素の割合によるヨウ素-salen 配位子間の相互作用の数に関する模式図。

5 は二次元シート内の全ての白金サイトにヨウ素が酸化的付加した構造を有していた。これまでに、同様の白金ユニットを有する三次元配位高分子に段階的にヨウ素を付加することで物性制御に成功した報告例がある。^[3] そこで、合成時に用いるヨウ素の量を調節することで、二次元シート内に $\text{Pt}(\text{CN})_4$ ユニットと $\text{PtI}_2(\text{CN})_4$ ユニートを異なる割合で持つ配位高分子 **6**、**7**、**8** を合成し構造解析することで、ヨウ素含有率が二次元シート構造にもたらす影響について検討した。**6-8** に対し 100 K で得られた粉末X線回折パターンからリートベルト解析を行ったところ、ヨウ素含有率が 0.5 を閾値としてジグザグシートの構造変化の様子が変化することが分かった。すなわち、0.5 以下では段階的にジグザグシートの角度が小さくなった一方で、0.5 以上では、**5** とほとんど変わらないシート構造を有することが分かった。これは、

ジグザグシートの角度に影響するヨウ素と salen 配位子間の立体反発の“数”が 0.5 で最大となり、それ以上では変わらないことを意味している (図4)。^[4]

4. まとめ

我々はこれまで、ジグザグシート構造を有する二次元配位高分子を用いて、二次元化合物特有の面内と面外の異方性に基づいた構造特性について明らかにしてきた。二次元シートの積層体は、その構造特性がシートサイズにも影響を受けると考えられる。現在は、ナノ粒子化によりシートサイズを小さくすることで熱膨張率がどのように変化するかについて検討している。

参考文献

- [1] R. Ohtani, A. Grosjean, R. Ishikawa, R. Yamamoto, M. Nakamura, J. K. Clegg, S. Hayami “Zero in-plane thermal expansion in guest-tunable 2D coordination polymers” *Inorg. Chem.* **2017**, 56, 6225-6233
- [2] R. Ohtani, R. Yamamoto, T. Aoyama, A. Grosjean, M. Nakamura, J. K. Clegg, S. Hayami “Positive and negative two-dimensional thermal expansions via relaxation of node distortions” *Inorg. Chem.* **2018**, 57, 11588-11596
- [3] R. Ohtani, K. Yoneda, S. Furukawa, N. Horike, S. Kitagawa, A. B. Gaspar, M. C. Muñoz, J. A. Real, M. Ohba “Precise Control and Consecutive Modulation of Spin Transition Temperature Using Chemical Migration in Porous Coordination Polymers” *J. Am. Chem. Soc.* **2011**, 133, 8600-8605
- [4] R. Ohtani, R. Yamamoto, H. Ohtsu, M. Kawano, J. Pirillo, Y. Hijikata, M. Sadakiyo, L. F. Lindoy, S. Hayami “Consecutive oxidative additions of iodine on undulating 2D coordination polymers: Formation of I-Pt-I chains and inhomogeneous layers” *Dalton Trans.* **2019**, 48, 7198-7202

個人線量計応用に向けたリン酸塩ガラス中の銀のXANES解析

正井博和¹, 越水正典²

¹産業技術総合研究所, ²東北大学

1. はじめに

X線に代表される量子ビームは、現在、幅広い分野で応用されており、現在の科学技術、あるいは、我々の生活において、非常に重要なツールである。一方で、それらの線量を定量化するために用いられている材料の1つとして線量を蓄積した後に外部刺激によって線量の読み出しをおこなうドシメータが挙げられる。

ドシメータ材料は、X線などの量子ビームが材料中に照射された際に生じる欠陥を利用し、欠陥量を外部刺激によって定量評価することにより、実際の線量を算出している。しかし、実際に実用化されているにもかかわらず、ドシメータの機構や構造が完全に明らかにはなっていない。この理由として、放射線照射後、ホストマトリックスからのエネルギー輸送という過程があることが挙げられる。

本研究において我々が注目したのは、個人線量計用ガラスバッジとして銀添加リン酸塩ガラスである。ドシメータ材料として千代田テクノル社から提供されている個人線量計用ガラスバッジは、銀添加リン酸塩ガラスにおけるラジオフォトルミネッセンス (RPL) [1-3] を利用している。そのRPLにおける発光機構は、以下のように考えられている。まず、放射線照射により、ガラス中に存在する Ag^+ がそれぞれ電子、ホールと結合して Ag^0 、および、 Ag^{2+} へ価数変化する。放射線照射により生じたこれらの発光活性な銀種の濃度と発光強度との間には比例関係が存在するため、これにより、照射線量が定量できるとされている[4]。しかしながら、それぞれのAg種の存在は、ESR、および、発光スペクトルから類推されているのみであり、実際の定量的なAg種の変化に関しては未知の部分が多い。安全に優れ安価で提供可能なガラスバッジに対する期待は非常に大きく、ゆえに、科学的知見に基づいた物理的解明、および、材料開発が必要とされる。そのためエックス線吸収端近傍構造(XANES)を用い、Ag

種の定量的な評価を試みた。また、X線照射時における経時変化から反応機構に関する検討をおこなった。

2. 実験

2-1 試料作製

銀添加アルミノリン酸塩ガラスは、白金坩堝を用いて熔融急冷法で作製した。本研究では、過去の報告に基づいて表1の4種類のガラス組成を検討した。それぞれ、 Ag_2O , Al_2O_3 , Li_2CO_3 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, MgO , Na_2CO_3 を出発原料として用いた。まず、 Ag_2O を除く原料を秤量、混合後、 800°C で3時間煅焼をおこなった。その後、 Ag_2O と混合し、大気中 1150°C で30分熔融した。ステンレス板上に流し出して急冷してガラスを、ガラス転移温度で1時間アニールし、測定試料とした。

表1 ガラス組成

ID	Chemical composition (mol%)					
	Ag_2O	Al_2O_3	Li_2O	P_2O_5	MgO	Na_2O
FD-3	1.6	10.2	27.9	60.3	0	0
FD-5	0.3	13.3	0	63.4	0	23
FD-6	0.8	11.7	0	61.7	9.3	16.5
FD-7	0.1	13.1	0	59.1	0	27.7

2-2 評価方法

Ag K 端 XAFS (25.5 keV) は、SPring-8 BL14B2 ビームラインで実施した。Ag ホイルと Ag_2O を参照試料として用いて透過法 (Quick Scan 法) で測定した。一方、Ag L_{mm} 端 XANES (3.35 keV) は、SAGA-LS BL11 ビームラインにおいて、室温で 1-SSD を用いた蛍光法で測定をおこなった。参照試料としては、Ag ホイル (厚さ 0.001 mm), Ag_2O , および、AgO を用いた。

3. 結果及び考察

図1に、種々のAg添加リン酸塩ガラスにおけるAg K端XANESスペクトルを参照物質のスペクトルと共に示す。Ag K端XANESスペクトルにおいては、参照物質であるAgホイル、および、 Ag_2O がほぼ同様の吸収端エネルギーを与え、その価数の議論を行うことが困難であった。また、ガラス試料においても、全てのスペクトルにおける吸収端エネルギーは非常に類似しており、Agの価数に関する決定的な結果は得られなかった。更に、X線照射により色中心の生成が確認されたにもかかわらず、長時間にわたる測定後においても、明瞭なスペクトルの変化は確認できなかった。これらの結果より、リン酸塩ガラス中における微量のAg種の価数評価には、K端XANESが不適であることが判った。なお、類似の結果は、以前にSnをドーピングしたガラスにおいても得られている。^[4]

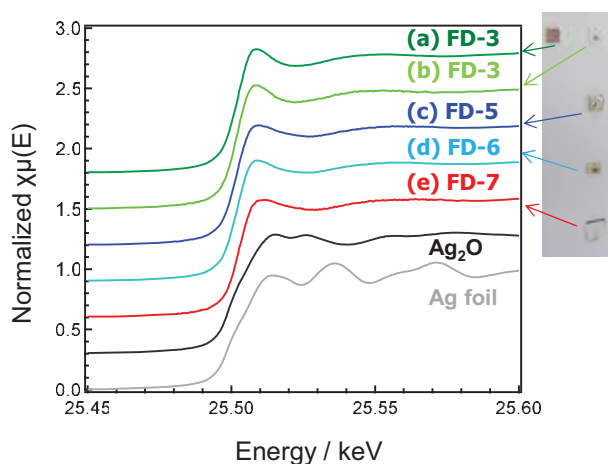


図1 種々のAg添加リン酸塩ガラスにおけるAg K端XANESスペクトル

本研究においては、対象のガラスがドシメータ応用に供されているため、測定中に価数の変化が生じることが予想された。そのため、 L_3 吸収端付近において可能な限り短時間の測定を繰り返して実施し、スペクトル形状の変化を確認した。図2にFD-7ガラスにおけるAg L_3 端XANESスペクトルを参照物質と共に示す。

まず、Ag L_3 端における吸収においては、 Ag_2O 、 AgO 、およびAgホイルとの間に明瞭なスペクトルの差異が確認された。また、通常の吸収端のシフトと異なり、Agの価数増大と共に、吸収端が低エネルギー側にシフトすることが確認された。

一方、ガラス試料においては、1スキャン20分の

測定を繰り返すことにより、 AgO よりも低エネルギー側に新しいピークが確認され、照射量増加に伴い、その強度が増加、最終的に強度が飽和する現象が確認された。Ag種の L_3 端における吸収端の変化を鑑みると、従来提唱されている Ag^{2+} 由来、あるいは、より高価数のAg種がX線照射によって生じていることが示唆される。実際にXANES測定における照射箇所からは、図3に示すように、RPL発光が確認されており、今後、新たに生じたAg種の同定とメカニズム解明を目指したいと考えている。

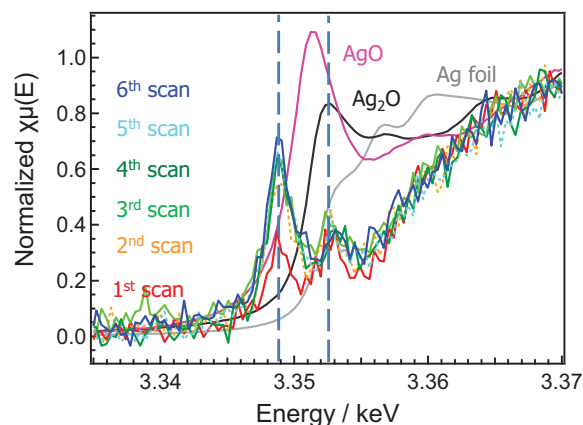


図2 作製したFD-7ガラスにおけるAg L_3 端XANESスペクトル。1スキャンは約20分であり、スキャン回数の増加によって、スペクトル形状の変化が確認できる。



図3 Ag L_3 端XANES測定後のFD-7ガラスに対して、紫外線を照射し撮影した写真

4. まとめ

銀添加リン酸塩ガラスにおいて、Ag K端XANES測定では判別が困難であった、Agの価数やX線照射中の経時変化が、Ag L_3 端XANESを用いて明瞭に確認できることを実証した。今後、更なる実験をおこない、リン酸塩ガラス中におけるRPL現象の解明に取り組みたい。

謝辞

本研究の一部は、科研費基盤(B) 18H01714 の支援を受けて行われた。また Ag K 端 XAFS、および、および、Ag L 端 XAFS は、それぞれ JASRI 課題 No. 2018A1557、SAGA-LS 課題 No. 1806052F において実験をおこなった。Ag L 端 XAFS の実験に際して、ビームライン担当の瀬戸山様にご尽力いただきましたので、この場を借りて御礼申し上げます。

参考文献

- [1] J. H. Schulman, R.J. Ginter, C.C. Klick, “Dosimetry of X-rays and gamma-rays by radiophotoluminescence”, J. Appl. Phys. **22**, 1479 (1951).
- [2] R. Yokota, H. Imagawa, “ESR studies of radiophotoluminescent centers in silver-activated phosphate glass”, J. Phys. Soc. Jpn. **20**, 1537 (1965).
- [3] 横田良助, “蛍光ガラス線量計の最近の進歩”, 応用物理 **40**, 1292 (1971).
- [4] H. Masai, T. Ina, K. Mibu, “Validity of valence estimation of dopants in glasses using XANES analysis”, Sci. Rep. **8**, 415 (2018).

3 利用促進

2018 年度の利用促進について、報告する。

1-1 利用推進協議会

利用推進協議会は、産学官が連携して当研究センターの利用を推進することを目的に 2004 年 11 月に発足した。主に協議会のネットワークを通じて、利用課題募集の情報、各種セミナー及び講習会の開催情報等をメールにより提供していたが、2018 年 11 月をもって廃止した。会員登録者に対しては引き続きメールにて情報提供を行うこととした。

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、利用コーディネーター（所長）を中心に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 2018」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 2018」（2018 年 8 月 22 日～24 日、5 名参加）を実施した。また、企業利用支援セミナーを開催し、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（総合研究機構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（レーザーエネルギー学研究センター）

〔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）

Ⅲ 加速器／ビームライン等の現状

1 加速器

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電子ビームは蓄積リングへ入射蓄積後加速される。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 回繰り返りとなっている。各セル境界となる 8 か所の長直線部にアンジュレータ、超伝導ウィグラー等挿入光源、入射用セプトラム部、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 台が運用されている。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。2016 年 7 月のユーザー運転において LS2W,LS5W 同時励磁を開始して以来、現在まで超伝導ウィグラー 2 台運用体制は定常的に維持されている。

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、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 程度入射し、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 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。

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。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)。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(ir 積)は 1500 mAh 程度である。

2018 年度の光源加速器の主な計画的運転停止期間は、2018 年 4 月 0.25 ヶ月(BL メンテ点検シャットダウン)、8 月 0.4 ヶ月(夏期休暇)、10 月～11 月 1.2 ヶ月(光源点検シャットダウン)、2018 年 12 月末～翌年 1 月 0.5 ヶ月(年末年始休暇)であった。2018 年度の光源加速器のユーザー運転時間は 1594 時間であった。図 1 に 2006 年開所以来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光源の運転時間は例年 1500 時間程度で推移している。

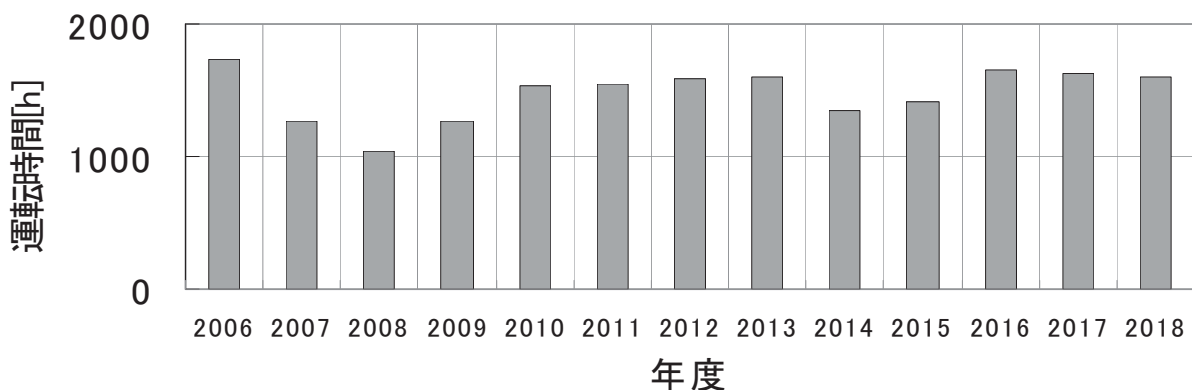
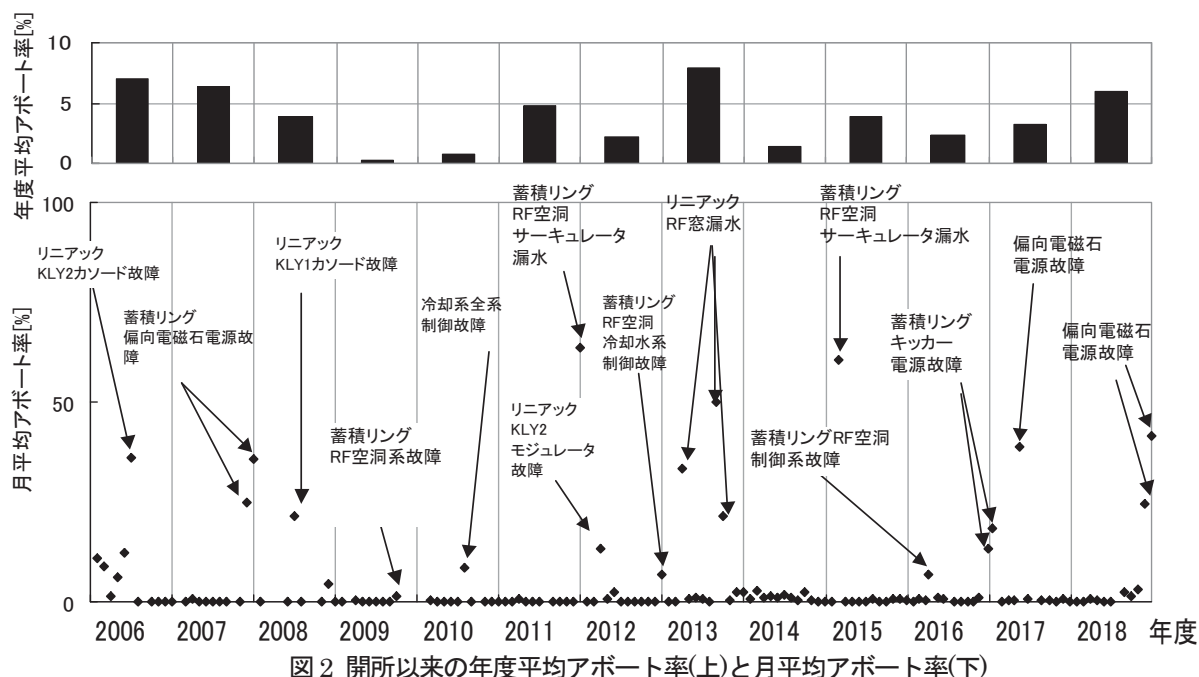


図 1 2006～2018 年度年間運転時間



3. 加速器トラブル

2018 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 12 件、計 96.1 時間でアボート率は 6.0 %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）。アボート要因として大きなものは蓄積リング偏向電磁石電源ダイオード故障(85 時間)、蓄積リング高周波系空洞反射（4.75 時間）、蓄積リング高周波系クライストロン窓冷却用チラー故障（3.35 時間）である。最も大きなアボートとなった偏向電磁石ダイオード故障は原因が比較的短時間で特定されたものの大容量ダイオードの手配に時間が割かれた。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。2016 年度以前の大きなアボート要因は冷却水系に関わるものが多かったが、これらに対する対策は進んだ一方で、入れ替わるように 2016 年度以降電磁石電源の電氣的故障が目立って来ている。個別電子部品の損傷、接触不良等が原因であり、開所から 13 年が経過し、電気系機器の経年劣化が進んでいる。安定な加速器運転維持の上で、計画的な電気系設備の老朽化対策が重要となっている。

用されている。本年度加速器は運転時間約 1600 時間、アボート率約 6 %でユーザー運転が実施された。アボート要因として近年電磁石電源のトラブルが目立ってきている。電気系機器の計画的な老朽化対策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

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

2 県有ビームライン

1. はじめに

2010年度下期に6本目の県有ビームラインであるBL07の供用を開始して以来、全てのビームラインにおいて順調にシンクロトロン放射光の利用を行った。また、2018年度においても引き続き、シンクロトロン放射光利用技術の高度化を継続的に行った。これらの概要について、以下に示す。

2. 県有ビームラインの現状

表1に県有ビームラインの概要について示す。40 eVから35 keVの幅広いエネルギー範囲で、シンクロトロン放射光を利用した様々な実験が行えるようになって

いる。BL18は株式会社ニコン殿により他機関ビームラインとして設置されたものであり、同社の開発期間終了後に佐賀県に寄贈された。しばらくの期間、放置された状態であったが、本年度より真空の復帰や基礎データの取得など再稼働の準備を進めている。

3. 県有ビームラインの高度化・保守

利用者の利便性を高めるために2018年度に行った主な機器導入等の高度化は以下のとおりである。

① 高調波除去ミラー (BL11)

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 8keV)	・ タンパク質 X 線回折 ・ X 線イメージング (CT) ・ 高エネルギーXAFS ・ X 線マイクロビーム利用 ・ 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)	・ 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	・ 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	・ XAFS ・ X 線小角散乱 ・ 蛍光 X 線分析
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	・ NEXAFS ・ X 線光電子分光
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV – 23 keV	・ 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
BL18	偏向電磁石	～ 92 eV	・ EUV 照射

BL11に設置した高調波除去ミラーの外観を図1に示す。ミラー基板は(株)ジェイテックコーポレーション、駆動部及びチャンバーは(株)リガク相原精機により製造された。

硬X線ビームラインでシンクロトロン光の単色化に用いられている2結晶分光器では、目的とする基本波の他に高調波と呼ばれる高エネルギー成分が原理的に混入することが知られている。この高調波混入はXAFS測定においてスペクトルを歪ませる一因となり、X線ミラー反射率の視斜角依存性を利用して集光と同時に高調波を除去することが一般的におこなわれている。しかし、BL11のX線集光ミラー設計は常用するエネルギー範囲(6~14 keV)に最適化されているため、5 keV以下の低エネルギーでは高調波除去が充分には機能しない。低エネルギー使用時にはミラー視斜角変更による除去率向上も行っているが、集光特性の劣化や装置の光軸合わせに時間を要するなどデメリットも多い。そこで、集光ミラーに依らずに低エネルギーでの高調波混入率をより低減させるため、高調波除去専用のミラーシステムを導入することにした。

本ミラーシステムでは、使用するエネルギー範囲(2.5~6 keV)に吸収端を持たないNiをコート材とする平面ミラーを2枚使用し、浅い視斜角による高い反射率と高調波除去性能を両立している。また2枚のミラーを(+、-)配置にして平行出射させることで、後段装置の光軸合わせを容易にした(図2)。

図3は、高調波除去ミラーシステム導入前と導入後の高調波の混入率を計算(破線) および実測(●、●、■)で求めたものである。XAFSスペクトルの測定の場合、高調波の混入率は一般的に、1000分の1から10000分の1程度以下に抑えることが求められている。しかしながら、導入前においては高調波を除去することが十分にできていない。一方、導入後においてはほぼ設計通りに高調波の除去効果が表れている。ミラーの反射率を考慮し、4.5 keV以上のX線を利用する場合は視斜角を0.25° (4.4 mrad) に設定して使用し、また、それ以下のエネルギーを利用する場合は0.65° (11 mrad) に設定して使用することとした。

Ag箔(1 μm厚)から得られたAg L_α端でのXAFSスペクトル(上図)とEXAFS振動(下図)を図4に示す。



図1 BL11 第2実験ハッチ上流側の架台に設置した高調波除去ミラーシステム。



図2 (+、-)配置に設置した2枚のミラー。上流側(左側)ミラーは上面でX線を反射し、下流側(右側)ミラーは下面で反射する。

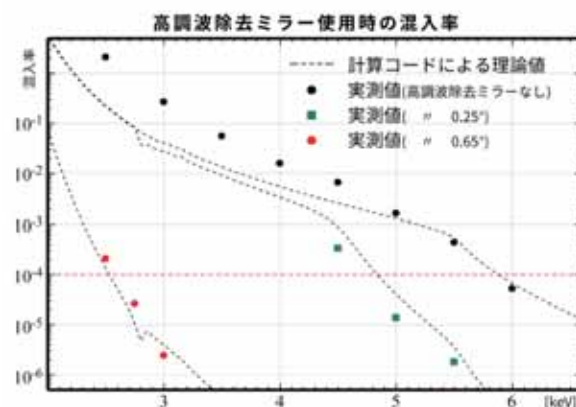


図3 高調波除去ミラー導入前後での高調波混入率の変化。破線は計算値。凡例中の数値は、ミラー表面に対するX線の入射角度(視斜角)を示している。

高調波除去ミラーを使用していないXANESスペクトル（上図、赤実線）では、他のスペクトルと比較明らかにスペクトル形状がひずんでいる。高調波除去ミラーを使用したものでは、他の高調波除去の方法を使用して得られたスペクトルと同様な形状のスペクトルが得られていることがわかる。加えて、EXAFS振動（下図）も、高調波除去ミラーを使用したものは、その振幅は他の高調波除去の方法を行ったものと同等になっている。このようなことから高調波除去ミラーを導入することで、低エネルギーX線領域においても、精度の高いXAFSスペクトルが得られるようになった。

4. まとめ

ビームライングループでは2018年度を通じ、6本の県有ビームラインの維持・管理を行った。また、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。一方、これら日常業務に加え、ユーザー利用の利便性を高めるために、測定装置等の導入を新たに図り、それら装置の立上げや、利用技術の高度化に関する研究開発を引き続き行った。また、（株）ニコン殿より譲渡を受けたビームラインを7本目の県有ビームラインとして使えるよう整備を進めている。

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
岡島 敏浩

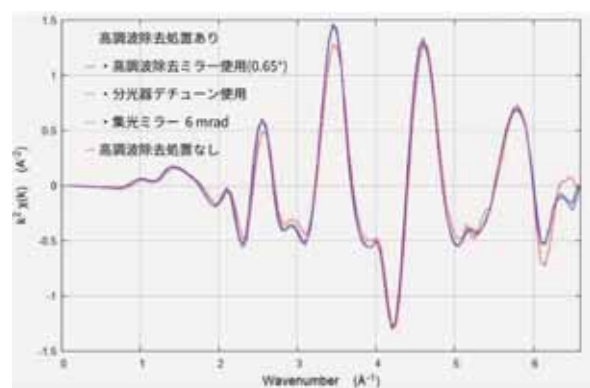
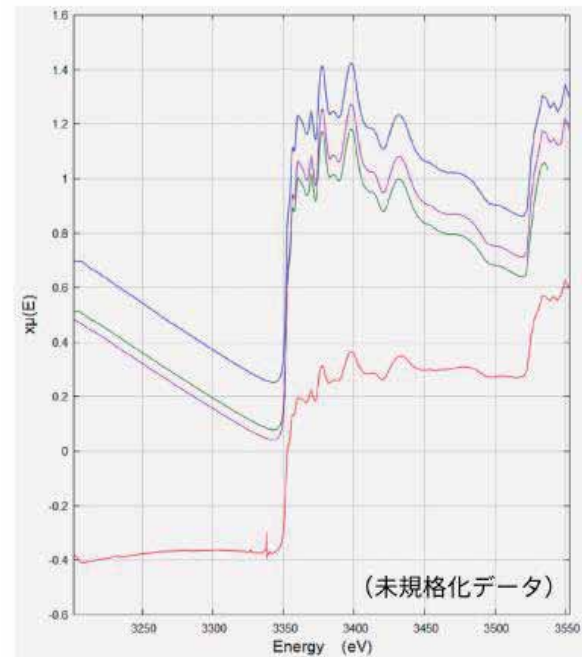


図4 高調波除去ミラーシステム導入前後のAg L_α端のXANESスペクトル（上図）とEXAFS振動（下図）。高調波の除去は高調波除去ミラー、デチューン、ビームラインに備え付けの集光ミラーの視斜角を深くすることにより行っている。

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法および吸収・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測定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。2018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と設置している。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。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、種々の蒸着源を簡便に入れ替えることができるように、試料準備槽にて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。光電子測定槽では、試料は循環型ヘリウム冷凍機の先端に固定される。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 $\pm 3.5^\circ$ 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。

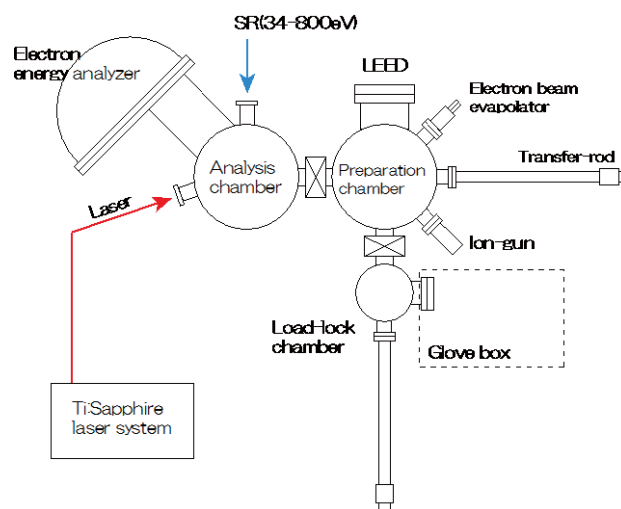


図1. VLSステーション光電子分析システムの概略図

図2に、赤外域においても高い透過率を示すことから太陽電池のための透明電極材料としても期待されるZnと混晶化したCdO結晶の3次元バンド構造を示す。3次元バンド構造を得るために光子エネルギーを14-130 eVの範囲で変化させながら角度分解光電子分光測定を行った。その結果、Zn量の増加において伝導帯底の位置は大きく変化しないのに対し、価電子帯は高結合エネルギー側にシフトすることが見出された。

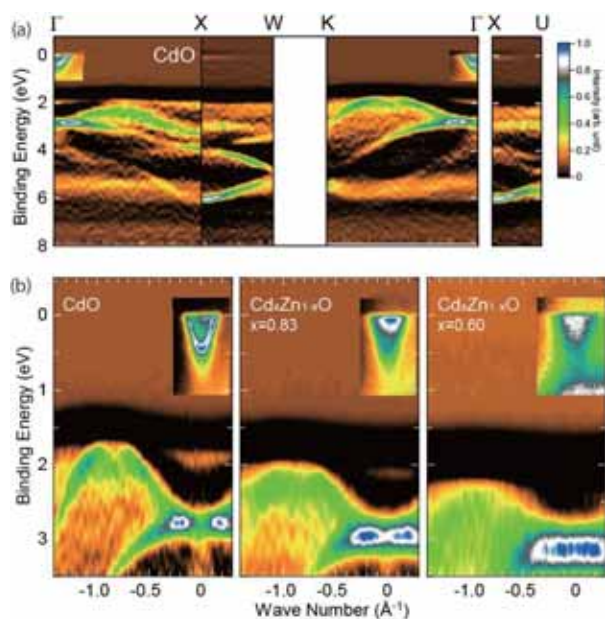


図2. CdOの3次元バンド構造(a)とZnとの混晶化による価電子帯および伝導帯の変化(b).

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 (ブレイズ波長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測定が可能も可能で

ある。Si(111)上に成長させたBi(111)単結晶薄膜のフェルミ面マッピングではバルク結晶の3回対称性も反映した円2色コントラストを示すことや、S₂表面状態では従来報告のなかった特異なコントラストを示すことなど、新規な知見を得られた。

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、佐賀県とともに行う。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・スピンドバイス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の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、生理学研究科とともに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、2018年度は学内他部局6件、学外14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。

平成25-29年度において文部科学省光・量子融合連携研究開発プログラム「量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーション」(代表 高原 淳 教授) を実施した。本プログラムにより、X線2次元検出器 (PILATUS3 300K) 等が整備され、また、Tender-X線 (2-4 keV) 利用計測の高感度化が進捗した。平成29年度からは、九州大学超顕微解析研究センターが参画する文部科学省「超顕微科学研究拠点事業」(代表 大阪大学超高压電子顕微鏡センター) との連携を開始した。

2. エンドステーションの高度化および新たな整備

2.1 Tender X-ray in-situ XAFSシステムの開発

排ガス浄化触媒において硫黄被毒の影響を調べるため、高温・反応性ガス雰囲気下の触媒表面の硫黄の状態を測定するためのin-situ実験システムを開発した。硫黄のK吸収端は、2.4 keVであり、大気中のX線

透過率が著しく低い領域であるため、入射X線および試料からの蛍光X線を透過させるHeパスを開発した。縦型試料昇温ガラスセル (幕張理化学製作所) にHeパスを組み合わせ、入射X線からX線検出器 (SDD) までの光路から大気を排すとともに、SDD側のパス部を水冷するシステムとした。縦型試料昇温ガラスセルは、反応性ガス雰囲気下で700℃程度まで試料の昇温が可能であり、また、試料昇温部とXAFS測定部が離れており内部で試料位置を移動できる設計である。Tender X-rayを利用するin-situ XAFS(蛍光法)を実現しており、P-K (2.1 keV)、Cl-K (2.8 keV)、Pd-L3 (3.2 keV) 等にも適用可能である。

2.2 イメージングXAFSの整備

触媒/担持体の状態分布を可視化・解析することを目的に、X線エネルギーの掃引とX線CTを組み合わせたイメージングXAFS法の構築を進めた。関連グループの研究プロジェクトの下、2次元カメラ (C13440-20CU、浜ホト) を導入するとともに、X線シンチレーター (LuAG) および対物レンズ (倍率

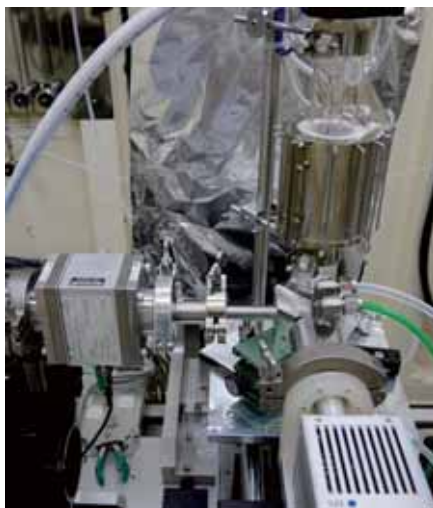


図1 Tender X-ray in-situ XAFS(蛍光) cell

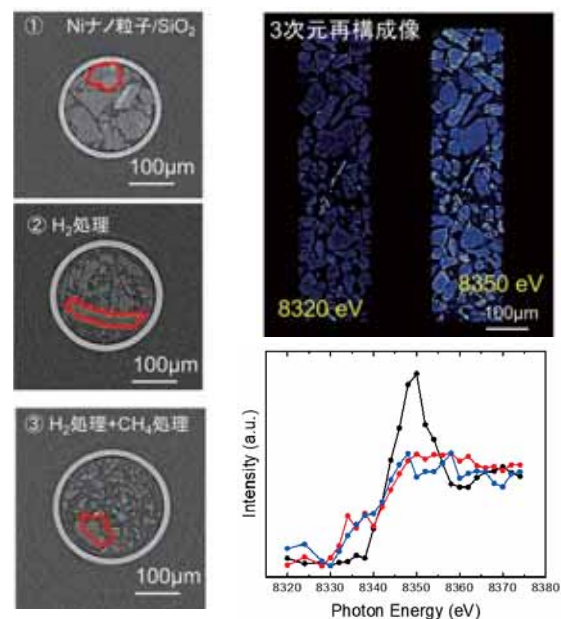


図2 NiO/SiO₂の再構成画像およびXAFS スペクトル

10倍)を組み合わせた拡大光学系を開発し、実効空間分解能(2D) 0.52 μm を達成した。図2に、NiO/SiO₂材料について取得した再構成断層画像、および再構成画像のコントラストから抽出したXAFSスペクトルを示す。再構成断層画像では、試料2次(以上)粒子の形状と分布状態が観察できている。また、XAFSスペクトルは、H₂処理およびCH₄処理前後で異なっており、Niの化学状態が異なっていることが確認される。今後、試料の昇温システムを導入するとともに、反応性ガスフロー環境を構築し、in-situでのイメージングXAFSの実現を計画している。

2.3 XRDの整備

九大BLの新たな計測法としてXRDの整備を進めた。平成30年度の学内予算措置(学長リーダーシップ経費・若手研究者研究環境整備経費「物質・材料科学研究者に係るシンクロトロン光ビームラインの整備」)により、同軸2軸ゴニオメーター(神津精機製)および高速2次元X線カメラ(HyPix-3000、リガク)を導入した。薄膜試料等に使用できる多軸試料ステージに加え、キャピラリースピナーを別途整備し、粉末X線回折も可能にしている。試料加熱機構についても整備を進めている。各種試料のXRDを実現するとともに、エネルギー(波長)掃引と組み合わせたX線異常散乱(DAFS)解析の整備を進めている。

3. 利用状況及び成果

平成30年度は、SAGA-LSの稼働期間に合わせて利用課題を年3回公募する方式で九大BLの運用を行った。ユーザー利用件数は、年間計48件(利用日数計96日間)であり、その内、XAFS利用課題46件、SAXS利用課題2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。

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65報(紀要・報告書等含む)、学術会議等での招待講演29件、口頭発表114件、ポスター発表125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5件、修士論文38件、学部卒業論文19件に九大BLにおける実験結果が使用された。

4. シンクロトロン光シンポジウム

九州大学のエネルギー研究教育機構の活動の一環として、九州大学エネルギーウィーク2019を昨年度に引き続き開催した。当センターは、九州大学グリーンテクノロジー研究教育センターとの合同で筑紫シンポジウム(副題:グリーンテクノロジーと先端計測科学の交差点)と題して、平成31年2月1日に九州大学筑紫キャンパスの筑紫ホールにて開催した。吉野彰九州大学訪問教授(旭化成株式会社フェロー)の基調講演をはじめ、中嶋直敏九州大学名誉教授、尾嶋正治東京大学名誉教授、松村晶教授(九州大学)、S. T. Oyama教授(東京大学)、および古山通久氏(物質・材料研究機構、ユニット長)からグリーンエネルギー・テクノロジーおよび最先端計測を中心とした講演をいただき、各種議論を行った。(図3集合写真等)

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



図3 九州大学エネルギーウィーク2019 筑紫シンポジウム(九州大学筑紫ホール)

(左) 集合写真 (右) 吉野 彰 訪問教授

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、材料の原子レベルでの分析や製造プロセスのその場評価など、放射光を用いた高度な解析技術を積極的に活用し、光ファイバ、切削工具、超電導線材、化合物半導体デバイスなど各種製品の開発や信頼性向上に役立ててきた。これを更に推し進めるには、放射光を用いた分析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）に住友電工ビームラインと称した、当社グループ専用のビームライン（以下、BL）を建設し、2016年11月から社内の実際の製品開発やモノづくりの課題解決に活用している。^[1]

当社製品には軽元素から重元素まで多様な元素が用いられている。そこで、住友電工BLではLiより重い全ての元素のXAFS測定が実施できるように、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本立ての構成として、

表 1 住友電工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 @ 7keV > 10^{10} photons/s @ 3.2 keV~11 keV	3.9×10^9 photons/s @ 160 eV > 10^9 photons/s @ 50 eV~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）

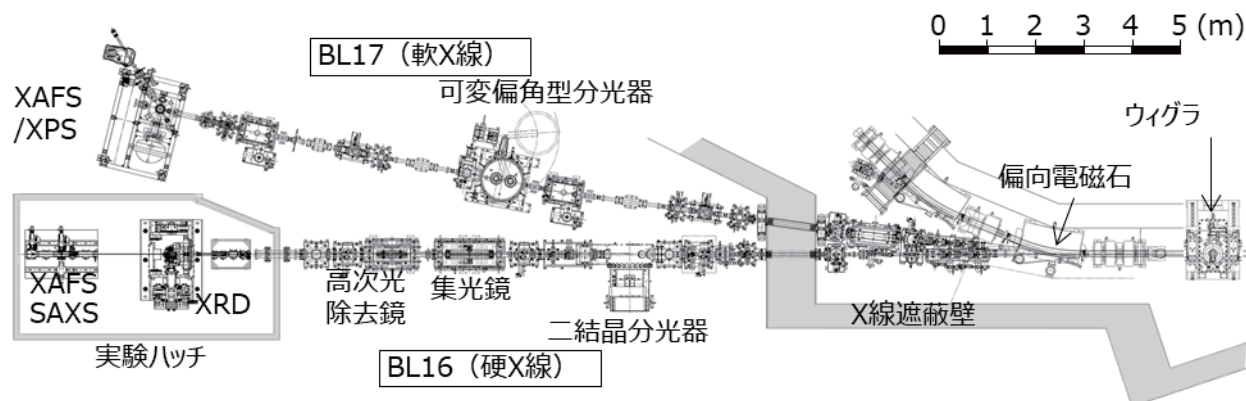


図 1 BL16/BL17 の構成

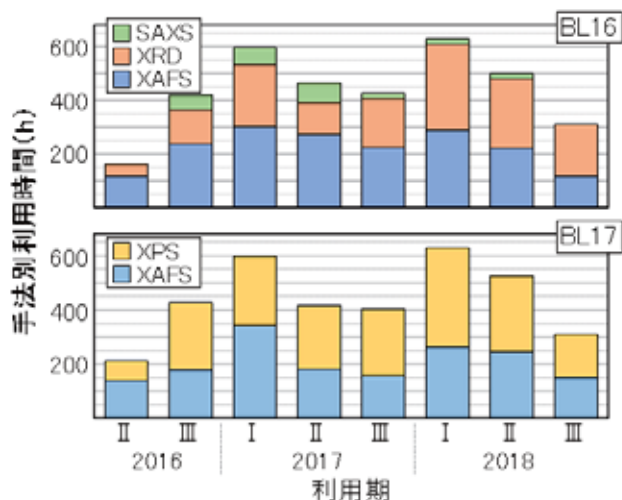
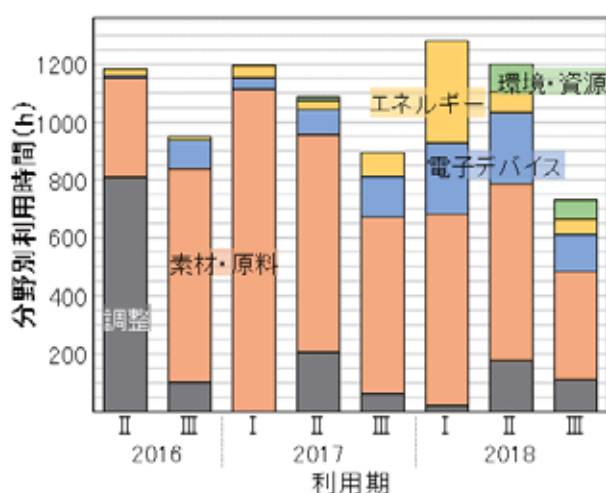


図2 利用分野・利用技術

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・利用分野ごとの利用時間の推移を図2に示す。

2018年度については、供給されたビームタイムのうち、91%を利用実験に供しており、有効に活用できているものと考えられる。

利用分野については、当社グループの特徴である素材が半分以上を占めているが、電子デバイスやエネルギー、環境・資源のテーマについても一定の割合で利用している。

一方、手法については、BL16で回折測定比率が徐々に大きくなっている。これは後述するその場測定などの長時間を要する測定が多く実施されたことが原因と考えている。BL17については、大きな変化は認められていない。

3. ビームラインの整備

BL16、BL17ともに計画していた諸性能を確認できたことから、2018年度は光源や輸送部、エンドステーションの大幅な改造等は実施していない。

実験装置に関しては、その場測定装置をBL16に導入したので以下で紹介する。

樹脂材料や金属線の製造プロセスを模した環境制御下での各種測定を行なうため、XAFS/回折/SAXSで共用できる加熱/冷却/延伸ステージを導入した。

導入したステージはLinkam社製10073Bであり、大気若しくは不活性ガス雰囲気下で、-100℃～350℃の温度範囲で、試料を0.1 N～200 Nの荷重で引っ張ることが可能なステージである。図3にその試料周りの内部構造を示す。

このステージは、元々は光学顕微鏡用その場観察ステージとして市販されている装置で、窓材を石英からポリイミドに替えることで各種の放射光分析に対応させている。更に、金属材料では、雰囲気中に残留した酸素により、酸化する恐れがあるため、横河電機製OX400型の酸素濃度計をステージの排気側に設置できるようにしている。

また、その場測定では、非常に多くのデータが得られるため、データを自動的に解析することが求められる。このため、ハードウェアの導入と並行して、二次元検出器のデータ変換、フィッティング、配向度等の

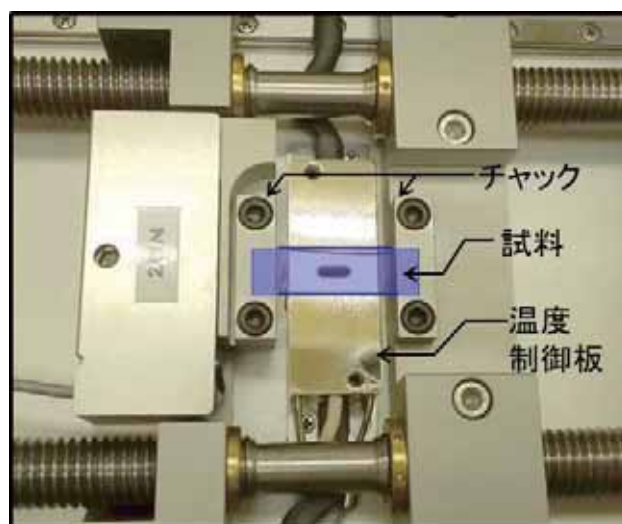


図3 加熱/冷却/延伸ステージの内部構造

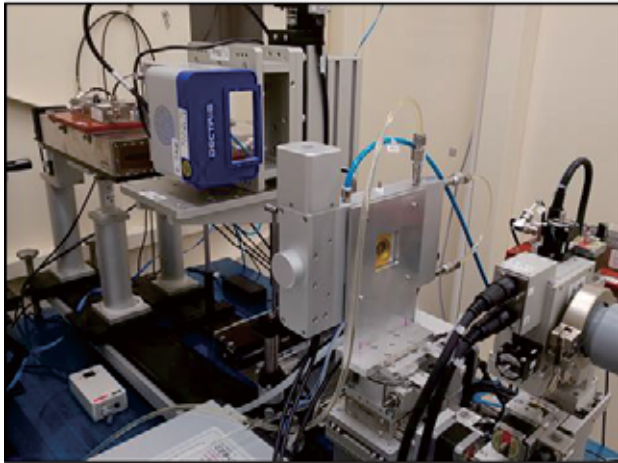


図4 2次元検出器を用いた加熱冷却延伸
その場回折測定

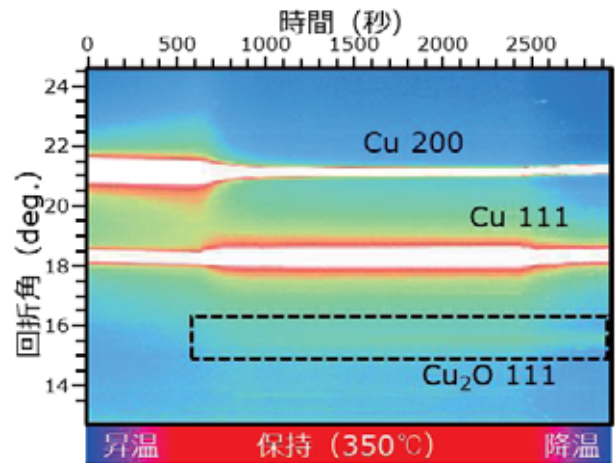


図5 銅箔の加熱 X 線回折測定結果

物理量の算出を測定とほぼ同時に実施できるソフトウェア環境を整えている。

このステージを用いて、厚さ約 50 μm の銅箔を大気中で加熱しながら X 線回折測定を行なった。図4は、この際の配置を示したもので、BL16 下流架台にステージを設置し、2次元検出器を用いて測定を実施している。

測定結果を図5に示す。回折ピークの強度と半値幅が昇温と温度保持の間に变化しており、この温度・時間で配向性の变化や歪の回復が起きていることが捉えられた。

今後はこの装置・手法を種々の樹脂材料や金属線の材料開発、プロセス開発に活用していく。

4. 応用研究事例：銅合金中の添加元素の状態解析

BL16 で実施した表題の事例を紹介する。^[2]

銅は工業的に最も多く電線用に使われている金属材料である。近年の各種製品の軽量化に伴い、電線についても細径化による軽量化が求められている。このため、種々の添加元素を加え、それに適した加工プロセスを経ることで細線でも十分な導電性と強度を確保することが試みられている。この中で、添加した元素の存在状態が評価できていない、例えば固溶比率の測定ができないことが一つの課題であった。

今回、我々は、銅中に 0.6 重量%の鉄を添加した銅合金を準備して、溶解鑄造、伸線、熱処理、伸線を行ない、その過程で導電率、強度を測定し、XAFS 測定

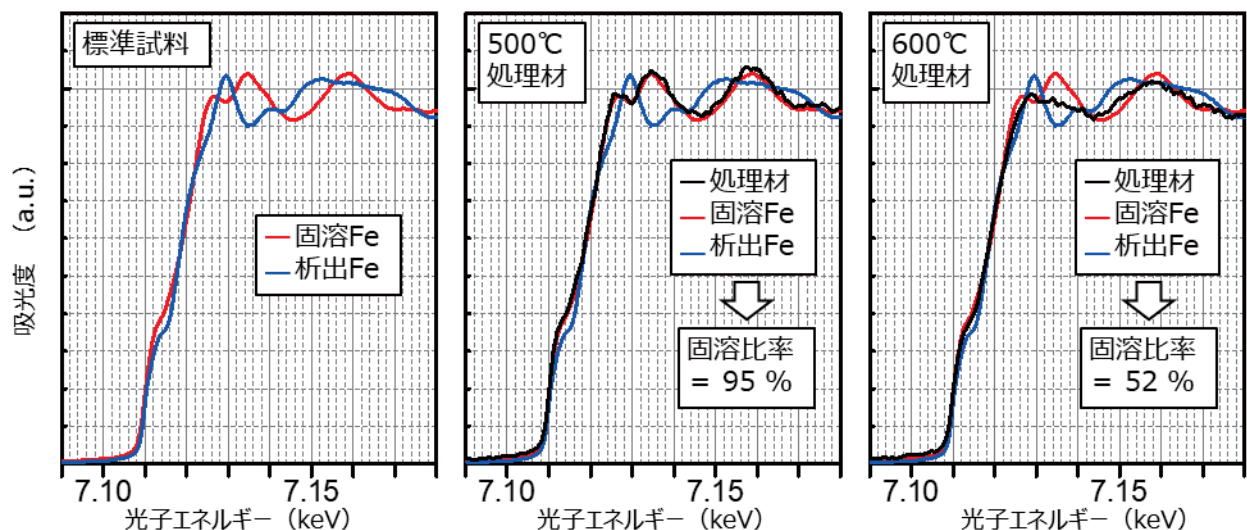


図6 銅線中の鉄の XAFS 測定結果。左：標準試料、中：500℃処理材、右：600℃処理材

による固溶比率の測定を試みた。

図6の左は固溶した鉄と析出した鉄の標準試料の測定結果であり、XAFS スペクトルが明確に異なっていることがわかる。この標準スペクトルを基にして、実試料のXAFSを測定し、標準試料の線形結合計算により、固溶比率を求めた。図6の中と右はそれぞれ500℃、600℃で処理を行なった試料の測定結果であり、固溶比率はそれぞれ95%、52%と見積もることができた。この手法により、各熱処理材の線径に対する固溶比率を特性と並べたものが図7である。なお、これらの結果は、TEMによる組織観察とのクロスチェックをおこなって確認している。

今回の検討により、

- ・XAFS 測定により、銅合金中の鉄の固溶比率の測定が可能であることを明らかにした。
- ・伸線加工により、銅合金中の鉄の固溶比率が大きくなることを明らかとした。

今後は、より良い材料を目指して、鉄以外の第三の元素を添加した材料における特性制御へのフィードバックを実施する。また、その他の合金系への適用を検討する。

5. まとめ

住友電工 BL は稼働から約3年を経て、有効に活用されている。

現在の契約が2020年1月に現在の設置契約の設置期限が満了となる。我々としては、継続して利用したいと考えており、契約の更新に向けた手続きを実施している。

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] 後藤和宏 “X線吸収分光を用いた銅合金の添加元素状態解析”, 第12回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会実施報告書, 72 (2018).

住友電気工業株式会社 解析技術研究センター
山口 浩司

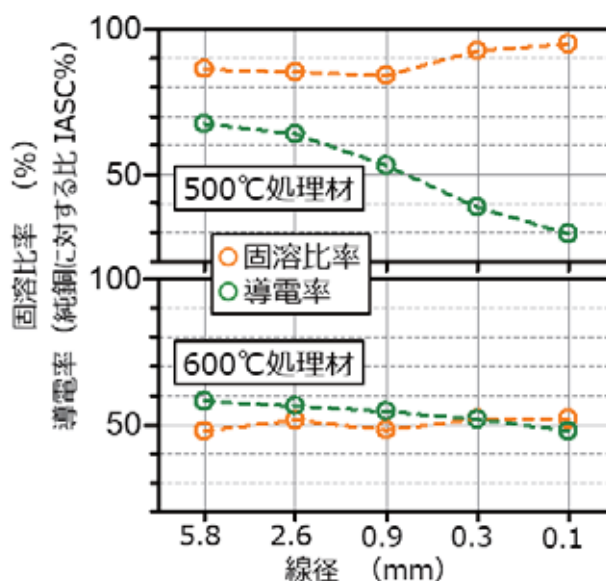


図7 伸線加工による固溶比率と導電率の変化

IV 研究開発

1. はじめに

当研究センターの2018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

2018 年度実施された研究は、表 1 のとおりである。

表 1 2018 年度に実施された研究

課題名	代表者（分担者）
準単色放射光を用いた顕微鏡の開発	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
2 次元 XAFS と XPD 同時計測システムの開発	馬込栄輔
可視チャネリング放射の実験的検証	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。

2018 年度に交付決定を受けた研究は、表 2 のとおりである。また 2018 年度より前に交付決定を受けた研究は、表 3 のとおりである。

表 2 2018 年度に交付決定を受けた研究

期間	種目	課題名	代表者
2018 ～ 2020 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

表 3 2018 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
2016 ～ 2018 年度	基盤研究 (C)	サブ ppm レベル微量元素の化学結合状態を明らかにする XAFS 解析手法の開発	岡島敏浩
2017 ～ 2019 年度	基盤研究 (C)	湾曲結晶チャネリングを利用したビーム操作技術の開発	高林雄一

V 研究会、講習会、合同ワークショップ

1. 研究会

1-1 第 12 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：2018 年 8 月 1 日
- ・開催地：ホテルグランデはがくれ（佐賀市）
- ・主 催：当研究センター
- ・参加者数：93 名
- ・内 容：「放射光を中心とした量子ビームの農業・漁業分野への貢献」を特集に 2017 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に始まり、特別講演 2 件、企画講演 3 件、一般講演 4 件が行われた。

本報告会では、開所から今日までの取組において、自然界を相手に量子ビームを活用して成果を上げることの難しさを認識したうえで、量子ビームの佐賀県の主要産業である農業・漁業分野への貢献の試みについて、議論した。



1-2 第 32 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：2019 年 1 月 9 日～11 日
- ・開催地：福岡国際会議場

- ・主 催：第 32 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：幹事機関として実行委員会を主導し、同学会へ貢献するとともに、施設報告や企画講演、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。

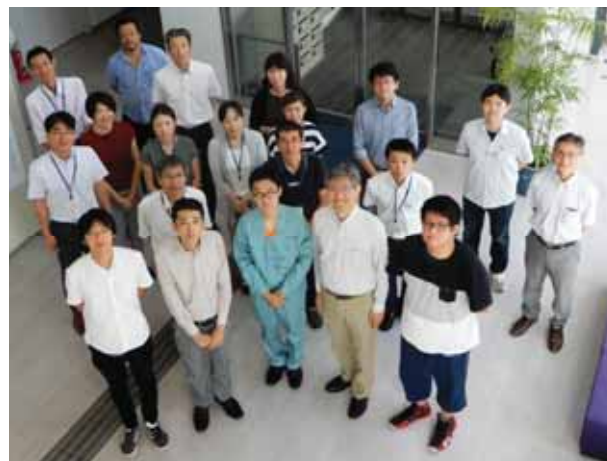
1-3 光ビームプラットフォームシンポジウム 2019

- ・開催日：2019 年 3 月 1 日
- ・開催地：秋葉原 UDX ギャラリー
- ・主 催：光ビームプラットフォーム
- ・参加者数：83 名
- ・内 容：平成 25 年度から組織された光ビームプラットフォームに参加する 8 機関（シンクロトロン放射光 6 機関、レーザー 2 機関）によるシンポジウムを開催した。

本報告会では、事業概要の説明、施設共用の取組みや放射光の活用事例の講演、ポスター発表（技術発表、ラウンドロビン実験状況、施設報告）を実施した。

1-4 平成 30 年度佐賀県試験研究機関地域戦略利用意見交換会

- ・開催日：2018 年 2 月 18 日
- ・開催地：当研究センター
- ・主 催：当研究センター
- ・参加者数：29 名
- ・内 容：佐賀県立試験研究機関（全 10 機関）を対象にシンクロトロン放射光を用いた試験研究の支援事業を「地域戦略利用」として実施した。平成 30 年度に 2 課題、44 時間の利用があった農業試験研究センターの研究成果の報告や千葉大学の研究成果の発表、イメージングによる非破壊観察の紹介を行った。



2. 講習会

2-1 SAGA-LS サマースクール 2018

- ・開催日：2018年8月22日～24日
- ・開催地：当研究センター
- ・主 催：当研究センター
- ・参加者数：5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座学に始まり、実際にシンクロトロン放射光を使って、XAFSやX線回折による標準試料の測定及び得られたデータの解析並びに受講者の持込試料を測定する等、シンクロトロン放射光の利用に必要な基礎知識と実践的な応用力の習得機会を提供した。



2-2 企業利用支援セミナー

- ・開催日／開催地／参加者数：
2018年6月11日／当研究センター／31名
2018年10月22日／武雄市文化会館／9名
2019年3月1日／大手口センタービル／33名
- ・主 催：当研究センター
- ・内 容：県内企業の利用促進を図るため、県内企業を対象とした利用支援セミナーを3回開催した。

第1回は当研究センターで開催し、講演とあわせて施設見学を行った。第2回は武雄市にて開催し、第3回は（一社）ジャパン・コスメティックセンター主催のJCC産学交流セミナーにおいて、コスメ関係者に向けに講演を行った。

VI 広報、人材育成

1. 広報

下記の 1-1 一般公開と 1-2 施設見学及び学校研修の受入れを合わせた全見学者数は1,277名であった。

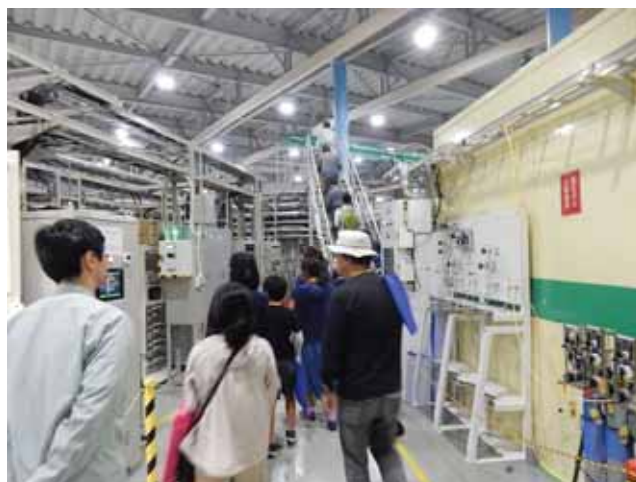
また、Web Magazine も3回発行し、当研究センターの広報に努めた。

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る。2018年度は9月29日（土）に開催し、410名の来場があった。

【内容】

- ・明治維新150年特別企画展（150ポンドカノン砲モデル、世界遺産「三重津海軍所跡」パネル、研究成果発表「シンクロトロン光でここまで明らかになった三重津海軍所」）
- ・実験ホール見学ツアー
- ・第42回サイエンスカフェ in SAGA「量子コンピューターあやふやを制御する量子力学の面白さ～」（東京大学 先端科学技術研究センター 田渕豊氏）
- ・工作体験（手作りランタンやラビリンスボックスを作ろう!!、ハイスピードカメラ実演／㈱ニコンインステック）
- ・産業技術総合研究所展示（ミニマルファブの実寸大模型、「パロ」と遊ぼう、太陽光発電研究センターの紹介）
- ・企業展示（田口電機工業株式会社）
- ・ポスター発表（佐賀大学、九州大学、住友電気工業株式会社、当研究センターの加速器、県有ビームライン、佐賀県窯業技術センター、佐賀県農業試験研究センター、香楠中学校科学部）
- ・その他（クイズラリー、シャボン玉で遊ぼう）



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。

2018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。

- International Conference on X-ray Optics and Applications 2018 (XOPT2018)
 - ・開催日：2018年4月24日～27日
 - ・開催地：パシフィコ横浜
- Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI 2018)
 - ・開催日：2018年6月10日～15日
 - ・開催地：台湾 / 台北
- 第22回機械要素技術展
 - ・開催日：2018年6月20日～22日
 - ・開催地：東京ビッグサイト
- The 17th International Conference on X-ray Absorption Fine Structure(XAFS2018)
 - ・開催日：2018年7月22日～27日
 - ・開催地：ポーランド / クラクフ
- 第12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：2018年8月1日
 - ・開催地：ホテルグランデはがくれ
- 2018年X線トポグラフィー研究会
 - ・開催日：2018年8月3日
 - ・開催地：大阪大学 吹田キャンパス
- 産業技術総合研究所九州センター一般公開
 - ・開催日：2018年8月4日
 - ・開催地：産業技術総合研究所九州センター
- 第15回日本加速器学会年会
 - ・開催日：2018年8月7日～10日
 - ・開催地：ハイブ長岡
- 第27回日本エネルギー学会大会
 - ・開催日：2018年8月8日～9日
 - ・開催地：日本大学理工学部 駿河台キャンパス
- SAGA ものすごフェスタ 2018
 - ・開催日：2018年8月25日～26日
 - ・開催地：佐賀県総合体育館
- 第21回XAFS討論会
 - ・開催日：2018年9月3日～5日
 - ・開催地：北海道大学工学部材料科学研究棟
- JASIS 2018（光ビームプラットフォーム）
 - ・開催日：2018年9月5日～7日
 - ・開催地：幕張メッセ国際展示場
- 佐賀工業会例会
 - ・開催日：2018年9月18日
 - ・開催地：佐賀商工ビル
- 第79回応用物理学会 秋季学術講演会
 - ・開催日：2018年9月18日～21日
 - ・開催地：名古屋国際会議場
- 7th International Symposium on Transparent Conductive Materials
 - ・開催日：2018年10月14日～19日
 - ・開催地：ギリシャ / プラタニアス
- モノづくりフェア 2018
 - ・開催日：2018年10月17日～19日
 - ・開催地：マリンメッセ福岡
- 先進パワー半導体分科会 第5回講演会
 - ・開催日：2018年11月6日～7日
 - ・開催地：京都テルサ
- 平成30年度九州・沖縄産業技術オープンイノベーション
 - ・開催日：2018年11月16日～17日
 - ・開催地：宮崎県工業技術センター
- 2018年日本表面真空学会学術講演会
 - ・開催日：2018年11月19日～21日
 - ・開催地：神戸国際会議場

●鳥栖市明治維新 150 年祭

- ・開催日：2018 年 12 月 1 日～2 日
- ・開催地：サンメッセ鳥栖

●平成 30 年度応用物理学会九州支部学術講演会

- ・開催日：2018 年 12 月 8 日～9 日
- ・開催地：福岡大学七隈キャンパス

※予稿集への広告のみ

●第 28 回日本 MRS 年次大会

- ・開催日：2018 年 12 月 18 日～20 日
- ・開催地：北九州国際会議場、西日本総合展示場

●第 32 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：2019 年 1 月 9 日～11 日
- ・開催地：福岡国際会議場

●第 18 回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議
(nano tech 2019)

- ・開催日：2019 年 1 月 30 日～2 月 1 日
- ・開催地：東京ビッグサイト

●第 23 回機械要素技術展

- ・開催日：2019 年 2 月 6 日～8 日
- ・開催地：東京ビッグサイト

●九州カーエレクトロニクス展示商談会

- ・開催日：2019 年 2 月 27 日～28 日
- ・開催地：刈谷市産業振興センター

●光ビームプラットフォームシンポジウム 2019

- ・開催日：2019 年 3 月 1 日
- ・開催地：秋葉原 UDX

●APS March Meeting 2019

- ・開催日：2019 年 3 月 4 日～8 日
- ・開催地：アメリカ / ボストン

●鳥栖量子医療研究会講演会

- ・開催日：2019 年 3 月 9 日
- ・開催地：産業技術総合研究所九州センター

●2018 年度量子ビームサイエンスフェスタ

- ・開催日：2019 年 3 月 12 日～13 日
- ・開催地：つくば国際会議場

●九州シンクロトロン光研究センター説明会 in 大阪

- ・開催日：2019 年 3 月 28 日
- ・開催地：大阪丸ビル本館

2. 人材育成

鳥栖商業高等学校の生徒 1 名（2 年）のインターンシップを受け入れ、総務事務及び利用促進の業務を行ってもらった。

また、唐津東中学校の生徒 1 名（2 年生）の職場体験を受け入れ、総務課、利用企画課の業務補助を行ってもらった。

Ⅶ 委員会

1. 委員会の開催

研究センターにおいて、以下のとおり諮問委員会を開催した。

2019年2月：第1回諮問委員会の開催

・経営計画書（案）（平成30年度～平成32年度）
の修正について

なお、2018年度は、運営委員会の開催実績はなかった。

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 SR センター
センター長・教授
- 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
- 志岐宣幸
佐賀県産業労働部 部長
- 副島雄児
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・教授
- 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

- 石橋正彦
九州シンクロトロン光研究センター 所長
- 澤田斉司
佐賀県産業労働部 ものづくり産業課 課長
- 吉田哲雄
公益財団法人佐賀県地域産業支援センター
理事長

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

2018 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：2018 年 4 月 23 日

講師：岡島敏浩（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：27 名

(2) 実施日：2018 年 5 月 8 日

講師：岡島敏浩（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：2 名

(3) 実施日：2018 年 5 月 21 日

講師：岡島敏浩（当研究センター・放射線取扱主任者）他

受講者：21 名

(4) 実施日：2018 年 7 月 31 日

講師：岡島敏浩（当研究センター・放射線取扱主任者）他

受講者：16 名

(3) 実施日：2019 年 1 月 21 日

講師：岡島敏浩（当研究センター・放射線取扱主任者）他

受講者：15 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 2018 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	22
外来者	478
計	500

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

2018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6,600 V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)

	2017年度	2018年度
電力使用量	4,830,723	4,690,529



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)

	2017年度	2018年度
水道水使用量	6,530	6,726



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）

	2017年度	2018年度
ガス使用量	85,166	87,748

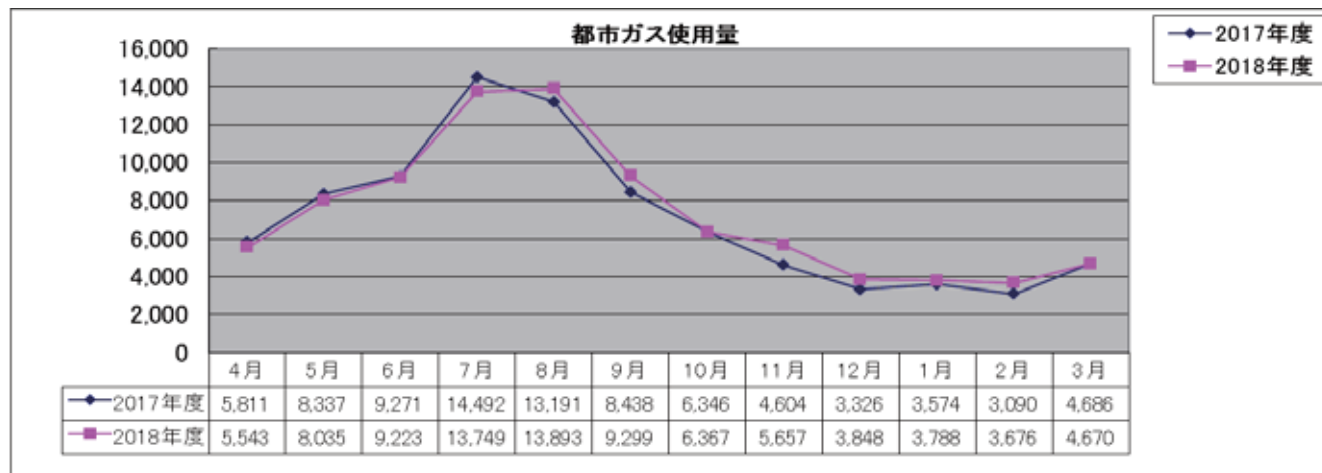


図3 月別都市ガス使用量(単位：m³)

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 49 件であった。

(1) トライアル利用

1. 蛍光 X 線分析によるマメ科植物根粒のモリブデンの動態解析, 佐賀大学 農学部, 鈴木章弘
2. X-線の波長および照射量がダイズの突然変異集団に及ぼす影響についての分子生物学的解析, 佐賀大学 農学部, 穴井豊昭
3. XAFS を用いたアンモニア分解用希土類複合酸化物の局所構造解析, 京都大学 京都大学・触媒電池元素戦略研究拠点, 佐藤勝俊
4. ナノコンポジット AlBN 薄膜の硬度と化学結合構造の相関解析, 福岡県工業技術センター 機械電子研究所, 吉田智博
5. XAFS によるマイナーアクチニド回収用抽出剤の希土類錯体構造解析, 日本原子力研究開発機構, 渡部創
6. X 線 CT を用いた鋳鉄組織の観察, 日之出水道機器株式会社, 池田朋弘
7. 高分解能 XPS による Al-O-C 薄膜の解析, 九州大学大学院 工学研究院 エネルギー量子工学部門, 田中悟
8. 二次電池電極材料の共鳴光電子分光, 産業技術総合研究所 省エネルギー研究部門, 朝倉大輔
9. 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 果樹・茶研究部門, 法村彩香
10. XAFS 分光法を用いた非 PGM 合金三元触媒の局所構造解析, 熊本大学大学院 先端科学研究部, 芳田嘉志
11. 高分解能 X 線光電子分光による DLC の化学

状態分析トライアル, 株式会社デンソー 材料技術部分析技術室分析研究課, 清水皇

12. 小角 X 線散乱による食品多糖類の構造解析, 大阪電気通信大学, 湯口宜明
13. 有機発光ダイオードへの応用を志向した強発光性大環状パイ共役分子の単結晶 X 線構造解析, 九州大学稲盛フロンティア研究センター, 松尾恭平
14. XAFS 分析による水素分子を用いたバイオマス変換反応に高活性を発現する貴金属ナノ粒子触媒の活性点構造の同定, 北陸先端科学技術大学院大学, 西村俊

(2) 公共等利用

1. シンクロトロン光照射が秋輪ギクの花色変異および草丈に及ぼす影響, 福岡県農林業総合試験場 資源活用研究センター 苗木・花き部, 巢山拓郎
2. ナイロンの温度ジャンプによる結晶化とその後の Brill 転移や融解における高次構造変化その場観察, 山口大学大学院 創成科学研究科, 野崎浩二
3. X線吸収端近傍構造解析を用いた笠間焼鉄釉の発色機構の解明, 茨城大学 フロンティア応用原子科学研究センター, 石垣徹

(3) 地域戦略利用

1. シンクロトロ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. シンクロトロ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. 長残光蛍光体中に賦活された希土類イオン価数変化の XAFS 解析, 山形大学 理学部, 北浦守
2. 平面四配位鉄型二次元配位高分子の粉末 X 線

- 回折とX線吸収スペクトルによる構造解析, 熊本大学大学院, 大谷亮
3. 生体模擬サンプルを用いた高速X線 CT 撮影の基礎的な検討, 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
 4. 生体模擬サンプルを用いた高速X線 CT 撮影の基礎的な検討(2), 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
 5. サイクロン採取粒子の XANES による化学状態解析と細胞曝露応答評価, 慶應義塾大学 理工学部 応用化学科, 奥田知明
 6. リン酸塩ガラス中における銀カチオンの局所構造解析, 産業技術総合研究所, 正井博和
 7. 大気焼成によるアモルファス Ga or Zn 添加した In_2O_3 薄膜の結晶化に関するその場 XAFS 調査 (2), 青山学院大学 理工学部, 賈軍軍
 8. EXAFS 測定による Eu^{2+} 賦活オルソシリケート ($(\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca})\text{SiO}_4\text{:Eu}$) 蛍光体中の Eu の価数評価, 岡山理科大学 理学部 化学科, 佐藤泰史
 9. X線吸収分光による低炭素鋼固溶元素の化学状態評価, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 西堀麻衣子
 10. 錯体超分子構造体の小角および広角X線散乱スペクトルによる構造解析, 熊本大学大学院, 大谷亮
 11. 生体模擬サンプルを用いた高速X線 CT 撮影の基礎的な検討(3), 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
 12. XANES を利用した次世代蓄電池用正極材料の充放電反応機構の解明, 山口大学 大学推進研究機構, 喜多條鮎子
 13. NEXAFS を利用した次世代蓄電池用電極材料の開発, 山口大学 大学推進研究機構, 喜多條鮎子
 14. 酸化物ガラスにおける組成と銀の価数との関係, 産業技術総合研究所, 正井博和
 15. XAFS 測定を用いた PtPd 合金ナノ粒子電極触媒における電子状態と構造の解析, 九州大学, 北野翔
 16. 軟X線吸収分光による低炭素鋼中固溶元素の化学状態観察, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 西堀麻衣子
 17. 広角X線散乱を用いた全身麻酔が脂質膜構造に及ぼす影響, 九州大学大学院, 木下祥尚
 18. サイクロン採取粒子の XANES による詳細化学状態解析と細胞曝露応答評価, 慶應義塾大学 理工学部 応用化学科, 奥田知明
 19. 地下鉄構内で採取された粒子の XANES による化学状態解析と生体影響評価, 慶應義塾大学 理工学部 応用化学科, 岩田歩
 20. MgO 基板に挟まれた Cu_2O 薄膜の膜質評価 III, 熊本大学 理学部, 岩満一功
 21. EXAFS 測定による複合酸化物蛍光体中のカチオンの価数評価, 岡山理科大学 理学部 化学科, 佐藤泰史
 22. 発光性イオンガラスの X 線構造解析, 九州大学大学院 工学研究院 応用化学部門, 楊井伸浩
 23. 形状記憶合金およびTi基合金の構造解析, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 赤嶺大志
 24. 硬X線内殻吸収分光を用いたアモルファス多孔性配位高分子の局所構造観測, 東京大学 物性研究所 和達研究室, 山神光平
 25. 生体模擬サンプルを用いた高速X線 CT 撮影の基礎的な検討(4), 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
 26. in situ XAFS および XRD による Tb ドープ繊維状アルミナの発光点構造形成過程の解析, 産業技術総合研究所, 阪東恭子
 27. $\gamma\text{-Ga}_2\text{O}_3$, Al_2O_3 薄膜の結晶構造評価とバンドオフセット計測, 佐賀大学大学院 工学系研究科 電気電子工学専攻, 大島孝仁
 28. X線吸収微細構造実験による Sr をドープした Bi_2Se_3 トポロジカル超伝導体の不純物位置の探索, 熊本大学大学院 先端科学研究部 (理学系), 細川伸也
 29. ナノコンポジット AIBN 薄膜の硬度と化学結合構造の相関解析, 福岡県工業技術センター 機械電子研究所, 吉田智博
 30. X線吸収微細構造実験による Sr をドープした Bi_2Se_3 トポロジカル超伝導体の不純物位置の探索, 熊本大学大学院 先端科学研究部 (理学系), 細川伸也
 31. 遷移金属ダイカルコゲナイドの原子膜のバンド構造と電子状態の測定, 九州大学グローバルイノベーションセンター, 吾郷浩樹
 32. 斜入射X線回折測定に基づくポリエチレンオキシドおよびポリグリコール酸薄膜の結晶構造評価, 九州大学 分子システムデバイス国際リーダー教育センター, 川口大輔
 33. 地下鉄構内で採取された粒子の XANES による化学状態解析と発生源推定, 慶應義塾大学 理工学部 応用化学科, 岩田歩

34. ゲスト応答的物性変化を示す多孔性金属錯体の粉末 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, 大谷亮

(5) 探索先導利用 (R タイプ)

1. 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
2. X 線吸収分光法による $\text{CaO-SiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 酸化物中クロムおよび鉄の化学状態分析, 東北大学多元物質科学研究所, 篠田弘造
3. LIGA 微細加工による位相コントラスト X 線システムの X 線回折格子製作の技術開発, 田口電機工業株式会社, 日高昌則
4. コンバージョン系電極材料の相分離構造の解明, 九州大学先導物質化学研究所, 堀博伸
5. マイクロビーム X 線を用いた単結晶ダイヤモンドの結晶性評価, 関西学院大学理工学部, 鹿田真一
6. LIGA 微細加工による位相コントラスト X 線システムの X 線回折格子製作の技術開発 (II), 田口電機工業株式会社, 日高昌則
7. X 線吸収分光法による CaO-SiO_2 系酸化物中クロムおよび鉄の化学状態に及ぼす熱処理条件の影響の検討, 東北大学多元物質科学研究所, 篠田弘造
8. 蛍光 X 線分析法による出土磁器の産地推定法の考古学への展開—三重津海軍所出土磁器—, 佐賀大学, 田端正明
9. 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, 佐保学
10. 蛍光 X 線分析によるマメ科植物根粒内元素の動態解析, 佐賀大学農学部, 鈴木章弘
11. LIGA 微細加工による位相コントラスト X 線システムの X 線回折格子製作の技術開発 (III), 田口電機工業株式会社, 日高昌則
12. X 線吸収分光法による種々の溶融条件で作製した CaO-SiO_2 系酸化物中クロムおよび鉄の化学状態分析, 東北大学多元物質科学研究所, 篠田弘造
13. 側鎖結晶性ブロック共重合体の無電解めっき前処理への利用, 福岡大学工学部化学システム工学科, 中野涼子
14. X 線トポグラフィーを用いた熱化学エッチン

グ処理による 4H-SiC 単結晶基板表面の基底面転位から貫通刃状転位への変換挙動の観察, 東洋炭素株式会社グリーンイノベーション開発グループ, 鳥見聡

15. ガラス固化体に含まれる Ca の局所構造解析, 弘前大学大学院理工学研究科, 増野敦信
16. 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, 九州大学大学院農学研究院, 巽大輔
17. コンバージョン系電極材料の相分離構造の解明, 九州大学先導物質化学研究所, 堀博伸
18. 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
19. 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 (II), 九州大学大学院農学研究院, 巽大輔
20. XAFS 分光法を用いた燃料電池電極用カーボン担持合金ナノ粒子触媒の局所構造解析, 熊本大学大学院 先端科学研究部, 大山順也

(6) 先端創生利用 (長期タイプ)

1. X 線トポグラフィーによる単結晶ダイヤモンドの欠陥観察 (I), 関西学院大学理工学部, 鹿田真一
2. X 線トポグラフィーによる単結晶ダイヤモンドの欠陥観察 (II), 関西学院大学理工学部, 鹿田真一
3. X 線トポグラフィーによる単結晶ダイヤモンドの欠陥観察 (III), 関西学院大学理工学部, 鹿田真一
4. X 線トポグラフィーによる 4H-SiC 単結晶中の結晶欠陥の評価 (I), 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, 山下任
5. X 線トポグラフィーによる 4H-SiC 単結晶中の結晶欠陥の評価 (II), 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, 山下任
6. X 線異常散乱法を用いた機能性ガラス材料の中距離原子構造の探求 (I), 熊本大学大学院先端科学研究部 (理学系), 細川伸也
7. X 線異常散乱法を用いた機能性ガラス材料の中距離原子構造の探求 (II), 熊本大学大学院先端科学研究部 (理学系), 細川伸也

(7) 先端創生利用 (短期タイプ)

1. X 線トポグラフィーによる HVPE 成長 β -Ga₂O₃ の欠陥の観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
2. セクショントポグラフィーによるダイヤモンド単結晶の欠陥の観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
3. 基板への負バイアス印加が超ナノ微結晶ナノダイヤモンド膜の化学結合状態に与える影響, 九州大学大学院総合理工学研究院, 吉武剛
4. Electronic states of Mg, Sn-doped Ga₂O₃ thin films on ultra-smooth sapphire substrates using a NiO seed layer, 物質・材料研究機構, Yanna CHEN
5. β -Ga₂O₃ 単結晶の X 線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
6. 酸化ガリウムの X 線トポグラフィによる結晶欠陥の解析, 産業技術総合研究所, 山口博隆
7. CVD ダイヤモンド単結晶の X 線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
8. 水酸化ニッケルナノシート単層薄膜の X 線光電子分光測定および軟 X 線吸収分光の検討, 熊本大学大学院先端科学研究部, 船津麻美
9. Electronic states of Mg, Sn-doped Ga₂O₃ thin films on ultra-smooth sapphire substrates using a NiO seed layer, 物質・材料研究機構, Yanna CHEN
10. β -Ga₂O₃ バルク単結晶の X 線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
11. 水酸化ニッケルナノシート単層薄膜の X 線光電子分光測定および軟 X 線吸収分光の検討, 熊本大学大学院先端科学研究部, 船津麻美
12. β -Ga₂O₃ バルク単結晶の X 線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
13. CVD ダイヤモンド単結晶の X 線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院工学系研究科, 嘉数誠
14. 各種単層水酸化ナノシート及び酸化ナノシート薄膜の X 線光電子分光測定および軟 X 線吸収分光の検討, 熊本大学大学院先端科学研究部, 船津麻美
15. アルミニウムバッファ層上に堆積した超ナノ微結晶ナノダイヤモンド膜の機械特性と化学結合構造との相関の解明, 九州大学大学院総合理工学研究院, 吉武剛

2. 発表論文

2-1 利用者

1. Atsushi Iizuka, Kozo Shinoda, Etsuro Shibata, “Scorodite Synthesis in As(V)-Containing Fe(II) Solution in the Presence of Hematite as a Fe(III) Source”, Materials Transactions, **Vol.59 No.5**, 843-849 (2018).
2. Toshihiro Okajima, Junjun Jia, Yuzo Shigesato, “Geometric structure of Sn dopants in sputtered TiO₂ film revealed by x-ray absorption spectroscopy and first-principles DFT calculations” Materials Express Research, **5**, 046412 (2018).
3. Hiroshi Uemachi, Yusuke Tamenori, Tetsuya Itono, Takashi Masuda, Tatsuya Shimoda, Akihiko Fujiwara, “X-ray absorption near edge structure analysis of the charge-discharge mechanisms of dithiobiuret polymer used as a high-capacity cathode material for lithium-ion batteries” Electrochimica Acta, **281**, 99-108 (2018).
4. Kazuya Miura, Fumikazu Kimata, Ryo Watanabe, Choji Fukuhara, “DFT Study for Supported Pt Catalysts Focusing on the Chemical Potential”, e-Journal of Surface Science and Nanotechnology, **Vol16**, 209-213 (2018).
5. Takanori Hanada, Shinya Ohmagari, Abdelrahman Zkria, and Tsuyoshi Yoshitake, “Photoconduction of p-type Ultrananocrystalline Diamond/Hydrogenated Amorphous Carbon Composite Films in Metal-Semiconductor-Metal Geometry”, J. Phys. Conf. Series (2018).
6. Yi Liu, Yuji Higaki, Masaru Mukai, Noboru Ohta, Taizo Kabe, Atsushi Takahara, “Smectic Ordered Structure and Water Repellency of a Poly(fluoroalkyl acrylate) with a Carbamate Linker”, Polymer Journal, **51**, 189-198 (2018).
7. Hirotaka Yamaguchia, Akito Kuramata, “Stacking faults in β -Ga₂O₃ crystals observed by X-ray topography”, Journal of Applied Crystallography, **51**, 1372-1377 (2018).

8. Satoshi Masuya, Makoto Kasu, "Dislocations in chemical vapor deposition (111) single crystal diamond observed by synchrotron X-ray topography and their relation with etch pits" *Diamond & Related Materials*, **90**, 40-46 (2018).
9. Mohamed Egiza, Hiroshi Naragino, Aki Tominaga, Kenji Hanada, Kazutaka Kamitani, Takeharu Sugiyama, Eiji Ikenaga, Koki Murasawa, Hidenobu Gonda, Masatoshi Sakurai, Tsuyoshi Yoshitake, "Effects of Air Exposure on Hard and Soft X-ray Photoemission Spectra of Ultrananocrystalline Diamond/Amorphous Carbon Composite Films", *Coatings*, **8**, 359 (2018).
10. Hiroto Nishihara, Fumihide Ohtake, Alberto Castro-Muñiz, Hiroyuki Itoi, Masashi Ito, Yuuichiro Hayasaka, Jun Maruyama, Junko N. Kondo, Ryota Osuga, Takashi Kyotani, "Enhanced hydrogen chemisorption and spillover on non-metallic nickel subnanoclusters", *Journal of Materials Chemistry A*, **6**, 12523-12531 (2018).
11. 二宮翔, 神谷和孝, 為則雄祐, 鶴田一樹, 岡島敏浩, 吉村大介, 澤田英明, 木下恵介, 西堀麻衣子, "軟X線吸収分光法によるフェライト鋼中微量固溶炭素の化学状態観察", *鉄と鋼*, **vol.104, No.11**, 628-633 (2018).
12. R. Ohtani, R. Yamamoto, T. Aoyama, A. Grosjean, M. Nakamura, J. K. Clegg, S. Hayami, "Positive and negative two-dimensional thermal expansions via relaxation of node distortions", *Inorganic Chemistry*, **57**, 11588-11596 (2018).
13. R. Ohtani, R. Yamamoto, H. Ohtsu, M. Kawano, J. Pirillo, Y. Hijikata, M. Sadakiyo, L. F. Lindoy, S. Hayami, "Consecutive oxidative additions of iodine on undulating 2D coordination polymers: formation of I-Pt-I chains and inhomogeneous layers", *Dalton Transactions*, **48**, 7198-7202 (2018).
14. Akihiko Toda, Ken Taguchi, Gaku Kono and Koji Nozaki, "Crystallization and melting behaviors of poly(vinylidene fluoride) examined by fast-scan calorimetry: Hoffman-Weeks, Gibbs-Thomson and thermal Gibbs-Thomson plots", *Polymer*, **169**, 11-20 (2019).
15. Naoto Nishiyama, Keisuke Kozasa, Toshihiro Okajima, Mamoru Fujitsuka, Tetsuro Majima, Suzuko Yamazaki, "Factors affecting photocatalytic activity of visible light-responsive titanium dioxide doped with chromium ions" *Catalysis Science & Technology*, **8**, 4726-4733 (2018).
16. A. Kitajou, K. Eguchi, Y. Ishado, H. Setoyama, T. Okajima, S. Okada, "Electrochemical properties of titanium fluoride with high rate capability for lithium-ion batteries" *J. Power Sources*, **419**, 1-5 (2019).
17. S. Shikata, Y. Matsuyama, and T. Teraji, "Dislocation analysis of homoepitaxial diamond (001) film by x-ray topography", *Japanese Journal of Applied Physics*, **58**, 045503 (2019).
18. S. Shikata, T. Tanno, T. Teraji, H. Kanda, T. Yamada and J. Kushibiki, "Precise measurements of diamond lattice constant", *Japanese Journal of Applied Physics*, **57**, 111301 (2018).
19. 阪東恭子、小平哲也、高島浩、小林英一、永井直文、水上富士夫, "Photoluminescent Properties and Local Structure of Tb Doped Fibrous Alumina", *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, **91**, 1731-1738 (2018).
20. Takayoshi Oshima, Yuji Kato, Eiichi Kobayashi, Kazutoshi Takayoshi, "Measurements of the band alignment at coherent α -Ga₂O₃/Al₂O₃ heterojunctions", *Japanese Journal of Applied Physics*, **57**, 080308 (2018).
21. Naoto Nishiyama, Keisuke Kozasa, Toshihiro Okajima, Mamoru Fujitsuka, Tetsuro Majima, Suzuko Yamazaki, "Factors affecting photocatalytic activity of visible light-responsive titanium dioxide doped with chromium ions", *Catal. Sci. Technol.*, **8**, 4726-4733 (2018).
22. Hiroto Nishihara, Fumihide Ohtake, Alberto Castro-Muniz, Hiroyuki Itoi,

- Masashi Ito, Yuuichiroh Hayasaka, Jun Maruyama, Junko N. Kondo, Ryota Osuga, Takashi Kyotani, “Enhanced hydrogen chemisorption and spillover on non-metallic nickel subnanoclusters”, *J. Mater. Chem. A*, **6**, 12523-12531 (2018).
23. Yogesh Kumar Maurya, Katsuya Noda, Kazuhisa Yamasumi, Shigeki Mori, Tomoki, Uchiyama, Kazutaka Kamitani, Tomoyasu Hirai, Kakeru Ninomiya, Maiko Nishibori, Yuta Hori, Yoshihito Shiota, Kazunari Yoshizawa, Masatoshi Ishida, Hiroyuki Furuta, “Ground-State Copper(III) Stabilized by N-Confused/N-Linked Corroles: Synthesis, Characterization, and Redox Reactivity”, *J. Am. Chem. Soc.*, **140**, **22**, 6883-6892 (2018).
24. Hiromasa Suo, Susumu Tsukimoto, Kazuma Eto, Hiroshi Osawa, Tomohisa Kato, Hajime Okumura, “Evaluation of the increase in threading dislocation during the initial stage of physical vapor transport growth of 4H-SiC”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **57**, 065501 (2018).
25. Keitaro Eguchi, Michio M. Matsushita, Kunio Awaga, “In Situ Real-Time Measurements for Ambipolar Channel Formation Processes in Organic Double-Layer Field-Effect Transistors of CuPc and F16CuPc”, *The Journal of Physical Chemistry C*, **122**, 26054-26060 (2018).
26. Shinich Shikata, Takenori Tanno, Tokuyuki Teraji, Hisao Kanda, Takatoshi Yamada, Jun-ichi Kushibiki, “Precise measurements of diamond lattice constant using Bond method”, *Jap.J.Appl.Phys.*, **57**, 111301 (2018).
27. Ryo Ohtani, Riho Yamamoto, Hiroyoshi Ohtsu, Masaki Kawano, Jenny Pirillo, Yuh Hijikata, Masaaki Sadakiyo, Leonard F. Lindoy, Shinya Hayami, “Consecutive oxidative additions of iodine on undulating 2D coordination polymers: Formation of I-Pt-I chains and inhomogeneous layers”, *Dalton Trans.*, **48**, 7198-7202 (2019).
28. 澤田啓二, 篠田弘造, 助永壮平, 鈴木茂, “X線吸収分光を用いた特殊鋼製鋼スラグ中のFeおよびCrの化学状態分析”, *X線分析の進歩*, **50**, 248-260 (2019).
29. J. R. Stellhorn, S. Hosokawa, E. Magome, “Anomalous x-ray scattering experiments for disordered materials at the SAGA Light Source”, *AIP Conference Proceedings*, **2054**, 050012-1-7 (2019).
30. Noritake Isomura, Katsuhiko Kutsuki, Keita Kataoka, Yukihiro Watanabe, Yasuji Kimoto, “Distinguishing nitrogen-containing sites in SiO₂/4H-SiC(0001) after nitric oxide annealing by X-ray absorption spectroscopy”, *Journal of Synchrotron Radiation*, **26**, 462 (2019).
31. Shohei Hayashi, Tamotsu Yamashita, Masaki Miyazato, Masaaki Miyajima, Junji Senzaki, Tomohisa Kato, Yoshiyuki Yonezawa, Kazutoshi Kojima, Hajime Okumura, “Structural analysis of interfacial dislocations and expanded single Shockley-type stacking faults in forward-current degradation of 4H-SiC p-i-n diodes”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **58**, 011005 (2019).
32. Hiromasa Suo, Tamotsu Yamashita, Kazuma Eto, Hiroshi Osawa, Tomohisa Kato, Hajime Okumura, “Observation of multilayer Shockley-type stacking fault formation during process of epitaxial growth on highly nitrogen-doped 4H-SiC substrate”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **58**, 021001 (2019).

2-2 加速器グループ

1. Y. Takabayashi, Yu. L. Pivovarov, T. A. Tukhfatullin, “First observation of scattering of sub-GeV electrons in ultrathin Si crystal at planar alignment and its relevance to crystal-assisted 1D rainbow scattering”, *Phys. Lett. B*, **785**, 347-353 (2018).
2. 金安達夫, “極端紫外域の光渦を用いた原子分子の研究”, *原子衝突学会誌*, **15**, 47-56 (2018).
3. J. Palaudoux, T. Kaneyasu, L. Andric, S. Carniato, G. Gamblin, F. Penent, Y. Hikosaka, E. Shigemasa, K. Ito, S. Fritzsche, E. Kukk, S. Sheinerman, R. F. Fink, P.

Lablanquie, and R. Püttner, “Selectivity of the Br 3d¹ Auger decay in HBr”, Phys. Rev. A **98**, 043406 (2018).

2-3 ビームライングループ

1. **A. Yoneyama**, K. Hyodo, R. Baba, S. Takeya and T. Takeda, “Feasibility study of phase-contrast X-ray laminography using X-ray interferometry”, Journal of Synchrotron Radiation, **25**, 1841-1846 (2018).
2. **米山明男**, 馬場理香, “放射光イメージングと 3D プリンターを組み合わせた化石の高精細三次元再構成の試み”, 化石研究会会誌, **51(2)**, 53, (2018).
3. Hana Ishiyama, Aoi Ishikawa, Hirohiko Imai, Tetsuya Matsuda, **Akio Yoneyama**, Shigehito Yamada, Tetsuya Takakuwa, “Spatial relationship between the metanephros and adjacent organs, according to the Carnegie stage of development”, Anatomical Record, **302(11)**, 1901-1915 (2019).
4. Heracleous P, **Yoneyama A**, “A comprehensive study on bilingual and multilingual speech emotion recognition using a two-pass classification scheme”, PloS one, **14(8)**, e0220386 (2019).
5. Thet-Thet-Lwin, **Yoneyama A**, Imai M, Maruyama H, Hyodo K, Takeda T, “Testicular seminoma in the aged rat visualized by phase-contrast X-ray computed tomography”, Acta radiologica open, **7(10)**, 2058460118806657 (2018).
6. **Yoneyama A**, Iizuka A, Fujii T, Hyodo K, Hayakawa J, “Three-dimensional X-ray thermography using phase-contrast imaging”, Scientific reports, **8(1)**, 12674 (2018).
7. Sharifi Hassan, **Yoneyama Akio**, Takeya Satoshi, Ripmeester John, Englezos Peter, “Superheating Clathrate Hydrates for Anomalous Preservation”, JOURNAL OF PHYSICAL CHEMISTRY C, **122(30)**, 17019-17023 (2018).
8. Kyoko K. Bando, Tetsuya Kodaira, Hiroshi Takashima, **Eiichi Kobayashi**, Naofumi Nagai, and Fujio Mizukami, “Photoluminescent Properties and Local

Structure of Tb Doped Fibrous Alumina”, Bull. Chem. Soc. Jpn, **91**, 1731–1738 (2018).

9. Takayoshi Oshima, Yuji Kato, **Eiichi Kobayashi**, and Kazutoshi Takahashi, “Measurements of the band alignment at coherent α -Ga₂O₃/Al₂O₃ heterojunctions”, Japanese Journal of Applied Physics, **57**, 080308 (2018).
10. Benoit Mortemard de Boisse, Shin-ichi Nishimura, Eriko Watanabe, Laura Lander, Akihisa Tsuchimoto, Jun Kikkawa, **Eiichi Kobayashi**, Daisuke Asakura, Masashi Okubo, and Atsuo Yamada, “Highly reversible oxygen-redox chemistry at 4.1 V in Na_{4/7-x}[□_{1/7}Mn_{6/7}]O₂ (□: Mn vacancy)”, Advanced Energy Materials, 1800409 (2018).
- 11 S. Yoshioka, K. Tsuruta, T. Yamamoto, K. Yasuda, S. Matsumura, N. Ishikawa, and **E. Kobayashi**, “X-ray absorption near edge structure and first-principles spectrum investigations of cation disordering in MgAl₂O₄ induced by swift heavy ions”, Physical Chemistry Chemical Physics, **20**, 4962-4969 (2018).

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	2	11
利用者	18	97
計	20	108

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. 平成 29 年度地域戦略利用交換会実施報告書
2. 平成 29 年度研究成果報告会実施報告書
3. 九州シンク トロン光研究センター年報 2017

付 録

1 収 支

2017 年 3 月 17 日に佐賀県と締結した「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)

2018 年度の決算額は、収入が前年度比 9,226 千円減の 549,137 千円、支出が前年度比 11,916 千円減の 547,794 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	2017 年度	2018 年度
収 入	558,363	549,137
受託料等収入	479,249	474,041
資産運用収入	15	15
施設利用料収入等	75,948	71,692
雑収入	2,282	1,410
他会計繰入金収入	869	1,979
支 出	559,710	547,794
人件費	194,907	186,130
謝金	1,650	1,405
旅費	13,008	11,111
庁費	332,646	329,820
公租公課	16,468	15,592
他会計繰入金支出	869	1,979
固定資産購入	162	1,757
敷金	0	0
収支差額	△1,347	1,343

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。

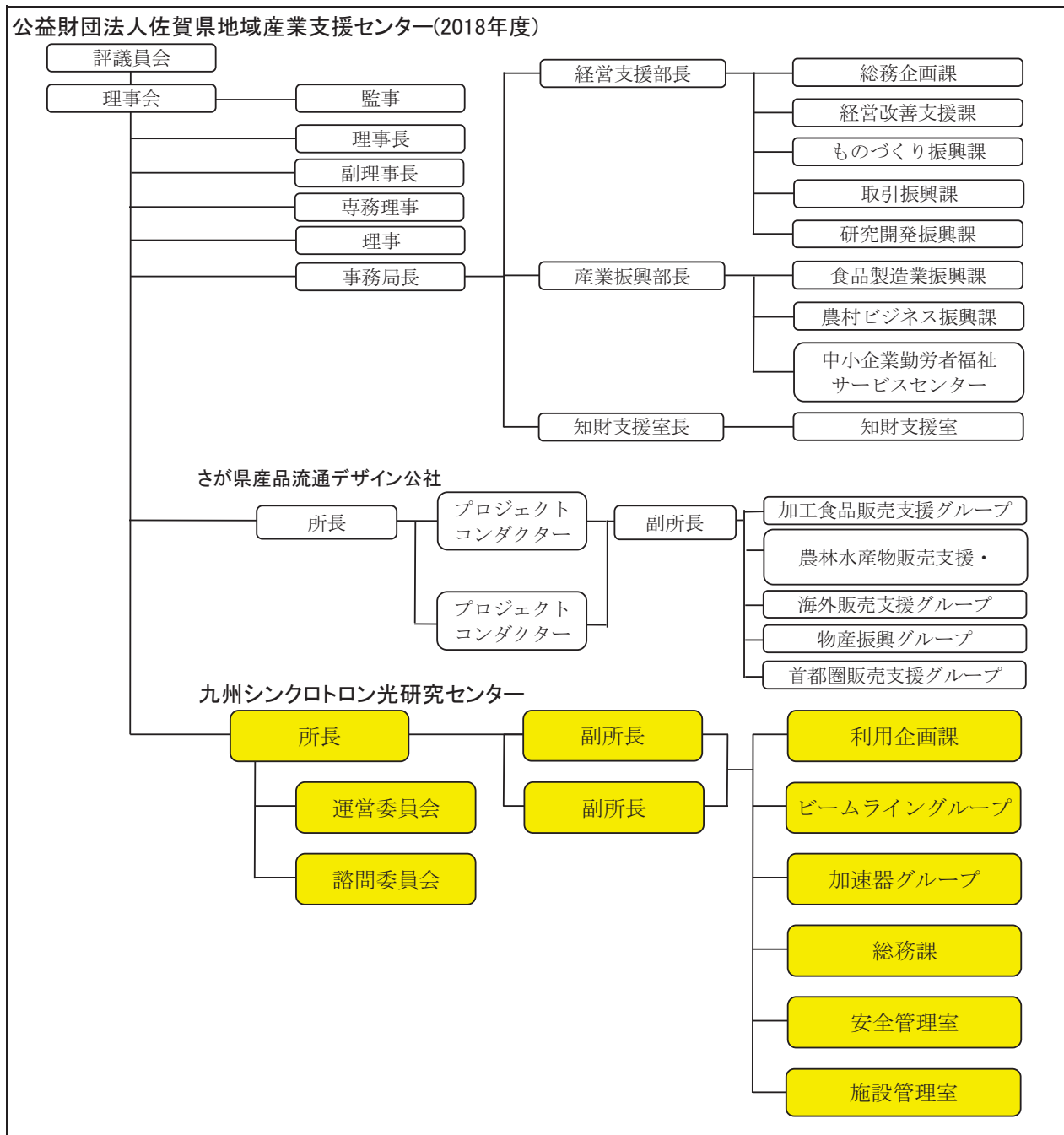


図1 組織図

表1 スタッフリスト

所長（理事）	石橋 正彦		
副所長（研究・利用担当）	妹尾 与志木		
副所長（事務担当）	林 博幸		
利用企画課		総務課	
課長	村上 保夫	課長	瀧上 栄
主査	石橋 英明	副主査（兼施設管理室員）	村岡 真理子
副主査（兼安全管理室員）	田中 慎一	主事	藤田 宗嗣
常勤嘱託	東山 理佳	常勤嘱託	橋爪 比呂子
常勤嘱託	江口 知沙	常勤嘱託	池田 まどか
常勤嘱託	石郷岡 美香	常勤嘱託	小川 由紀
ビームライングループ		安全管理室	
グループ長	岡島 敏浩	副主査（兼利用企画課員）	田中 慎一
副グループ長（兼施設管理室長）	小林 英一	他 5 名兼任	
副グループ長	米山 明男		
副主任研究員（兼安全管理室員）	河本 正秀	施設管理室 非常勤嘱託 他 4 名兼任	幸山 輝明
副主任研究員（兼安全管理室員）	吉村 大介		
副主任研究員（兼安全管理室員）	瀬戸山 寛之		
副主任研究員	石地 耕太郎		
協力研究員	馬込 栄輔	客員主任研究員	赤井 一郎
		客員主任研究員	河田 眞太郎
		客員研究員	隅谷 和嗣
加速器グループ			
グループ長（兼安全管理室長）	江田 茂		
副主任研究員（兼安全管理室員）	岩崎 能尊		
副主任研究員（兼施設管理室員）	高林 雄一		
副主任研究員（兼施設管理室員）	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。

九州シンクロトロン光研究センター年報 2018

2020 年 3 月発行

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

〒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