

九州シンクロトロン光研究センター  
年報 2021

## 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、2021年2月で開設以来16年が経過いたしました。日本にいくつか存在するシンクロトロン光研究施設の中で、県庁が自ら主導する「県立」の施設として、また「産業利用」を学術研究と同じ重みで扱う施設として、日本で初めて設立され、2006年2月に供用を開始しています。設立の経緯を遡ると、1989年度に佐賀大学の伊藤栄彦教授より「シンクロトロン光応用研究施設構想」が提唱され、1996年度に佐賀県科学技術会議の中でこれが取り上げられています。さらに1999年度には「シンクロトロン光応用研究施設整備基本計画」が策定されましたが、その中で、設立の「ねらい」として、(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) 科学技術への理解の促進、の5項目が挙げられています。研究センターの設立にあたっては先端的な学術研究の成果を地域産業の振興に直接的に役立てたいとの息の長い、また強い思いがあったことが伺えます。

上述のように日本で初めての立場に置かれた施設でしたので、所の運営、すなわち先端的な学術研究と地域産業振興を結びつける作業は手探りで進めざるを得ず、設立当初より様々な試行錯誤を繰り返してきました。開所後数年は、佐賀県の果樹試験場、茶業試験場、窯業技術センターなどの公設試験研究機関に積極的に利用していただき、地域産業振興の糸口にしていただきました。農業試験研究センターのX線照射を利用した突然変異育種は長くその活動を継続していただいております。その代表例と言えます。

2019年度より「産業利用コーディネーター」の役職を設け、改めて県内の産業との接点を模索する努力を始めました。2021年度のコーディネーターの数は3名です。同職の特色は、県内の企業・大学・公設試験研究機関を訪問し、シンクロトロン光利用への関与にかかわらず一般的な技術課題についてのご相談を受け、研究センター以外の機関の利用推奨も含めて解決に向けた支援を行うことです。これらの中でシンクロトロン光の利用が適した課題解決には積極的に研究センターを利用していただき、同職設置前の2018年度における県内企業の研究センター利用が8件だったのに対し、2019年度14件、2020年度14件、そして2021年度は23件と順調な伸びを示すことができました。県の公設試験研究機関の利用も、2018年度が4件だったのに対し、2019年度以降の3年間でそれぞれ、5件、11件、10件でした。

シンクロトロン光研究センターの活動の一般的な基本は、大学等の個々の研究機関では準備することのできない大規模で高度な実験・解析の「場の提供」ですが、2021年度以降の活動として、研究センターが地域の産業に対して積極的に何らかの研究提案を行い、研究実施にも自ら関わる活動も始めました。

その端緒として、神埼そうめん協同組合と西九州大学と共同で神埼そうめんの解析を行っております。同様な例を少しずつ増やしていく方針で、産業利用コーディネーターを中心に再度県の公設試験研究機関を訪問させていただき、適当な研究テーマを探し出す活動を行うとともに、手掛かりがある場合は研究の実施に向けた準備を進めていっております。

これらの活動の基盤となるのは、産学官の利用者の皆様の日常的なシンクロトロン光を利用した研究活動、またこれらに関与する研究センター研究員の研究活動であることは言うまでもありません。近年研究センターの活動の指標としている県有ビームラインの総利用時間は、2021年度は過去最高の3747時間に達しました。また、2021年度の研究成果報告会は、初めて熊本大学との共催とさせていただき、高度なデータ解析を中心とした基礎科学に関する報告会として開催させていただきました。さらに、研究センターの研究員8名が講師となり、九州大学大学院にて「シンクロトロン光概論」の特別講義を受け待ち、同学の教育活動への協力とともに若い研究者の卵の皆様へのシンクロトロン光に関わる技術の紹介を行わせていただきました。外部研究機関との協業を通じた研究基盤の整備は今後も定常的に行っていきたいと考えています。

前年度、2020年度の年報でも言及いたしましたが、研究センターは開所後16年が経過し、加速器を始めとする主要な設備機器に更新の必要性が生じています。上述のような産業に対する貢献の活動、および研究基盤の整備の活動と並行して進めていかなければなりません。課題は多くあると認識していますが、少しずつ着実に進めていきたいと考えております。

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	4
2	利用研究の事例	6
(1)	アイソタクチックポリプロピレンの $\alpha$ 相結晶内のらせん分子の配列秩序の乱れ	7
(2)	軟X線吸収分光によるフッ化物電池の電極反応の分析	10
(3)	有明海の泥に含まれるFeのXANES測定—泥環境の評価に向けて—	13
(4)	木材用水性塗料の耐候性向上に関する研究	17
(5)	温度制御型X線CTの開発と氷関連物質の低温観察	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	36
V	研究会、講習会、合同ワークショップ	37
VI	広報、人材育成	38
VII	委員会	40
VIII	安全管理	41
IX	施設管理	42
X	出版物等	44
	付録	51
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(2021-2023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(2021)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『産業基盤としての基礎科学の担い手「シンクロトロン光」』と題し、第15回目の研究成果報告会を開催した(2021.8.23)。「データ駆動科学と放射光計測の融合研究」(特別講演)、「Analysis of Extended X-ray Absorption Fine Structure data using Deep Neural Networks」及び「レプリカ交換モンテカルロ法による原子層厚グラフェンX線光電子スペクトルのベイズ分光」(企画講演)等が行われた。

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(2021)の加速器運転時間総計は2,256.0時間であり、そのうちビームラインへのビーム供給は1,654.0時間、マシンスタディは539.0時間、加速器故障は63.0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3,962.5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3,747.0時間(利用件数は177件)であり、

内部利用が 215.5 時間であった。

外部利用に関しては、前年度 (3,130.5 時間) より約 19.7%増加した。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 25.9%、54.8% となり昨年度に比べ県内の割合は減少、九州地域の割合は増加した。他の地域からの利用課題は 45.2% であった。産学官の利用時間数の割合は、企業 37.0%、大学 55.3%、公設試 7.7%であり、成果公開利用は 64.5% (2,415.5 時間)、非公開利用は 35.5% (1331.5 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 41.0%、素材・原料 28.0%、エネルギー 10.0%、資源・環境 9.5%、バイオメディカル・健康 5.2%、農林水産・食品が 4.8%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。2021 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

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、研究センターを使用した課題解決の提案等を行った (II-3 節参照)。また、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にて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。その他、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。

## 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 3 件、47.3 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常的に行った(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(2021)は、形状可変集光ミラー(BL07)や NEXAFS 用蛍光 X 線検出器(BL12)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、2020 年度より開始した佐賀県内の産業課題をテーマにした西九州大学・神埼そうめん共同組合との共同研究を引き続き行った。

## 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 5 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15回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会」(2021.8.23)、「第35回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム」(2022.1.7-9)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 2021」(2021.8.25-27)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」(2021.6.21)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(2021.9.24-10.3)、延べ2,152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、663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2回発行した(2021.5.24、2021.8.26)。

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、2021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。

2021年度は諮問委員会を1回(2022.2.3)、他機関ビームライン評価委員会を2回(2021.10.26、2021.11.18)開催した。

## 8. 安全管理

シンクロ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、55名に受講いただいた(2021.5.24、2021.8.3、2022.1.21)。なお、放射線業務従事者登録数は456名(所内20名、所外436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0.8%増、年間水道水使用量は前年度比約1.4%減、年間都市ガス使用量は前年度比約9.1%減であった。

## 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もとめて公開している。

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

2021 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、2,256.0 時間であった。前年度と比較すると、約 3.1%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 2021 年度加速器運転状況

項 目	時間数 (時間)
ビーム供給	1,654.0
マシンスタディ	539.0
加速器故障	63.0
シャットダウン	231.0

時間

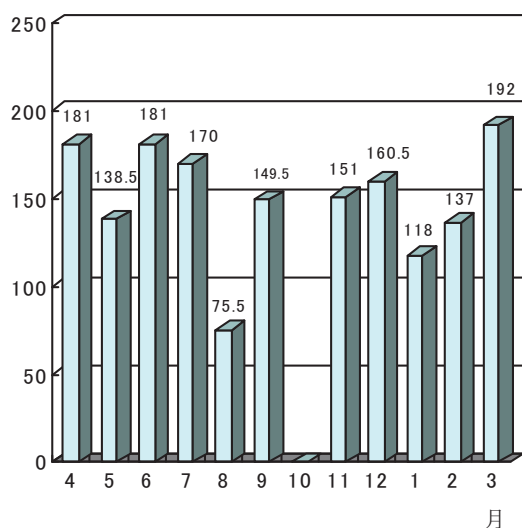


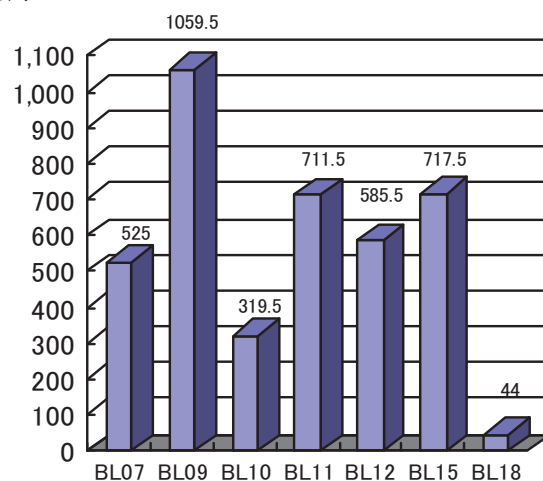
図 1 2021 年度ビーム供給時間

#### 2. ビームラインの状況

7 本の県有ビームライン (BL07、BL09、BL10、BL11、BL12、BL15、BL18) 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 8.1% 増の 3,962.5 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。

時間



県有ビームライン

図 2 2021 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 1,298.5 時間、BL06 は 1147.0 時間、BL16 は 1,643.0 時間、BL17 は 1,643.0 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 19.7%増の 3,747.0 時間、利用件数は 171 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 2021 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	59	1122.5
公共等利用	4	53.5
トライアル利用	11	118.0
地域戦略利用	3	30.0
探索先導利用	68	1471.5
先端創生利用	22	742.5
パイロット利用	0	0.0
共同研究利用	7	175.0
包括利用	3	34.0
計	171	3747.0

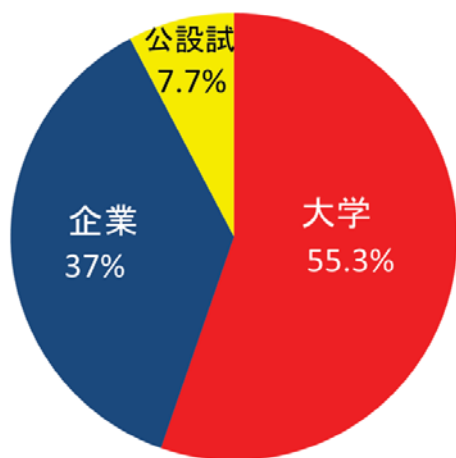


図 3 2021 年度産学官の利用割合（外部利用）

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 2021 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

2021年度は、177件（3,747.0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。

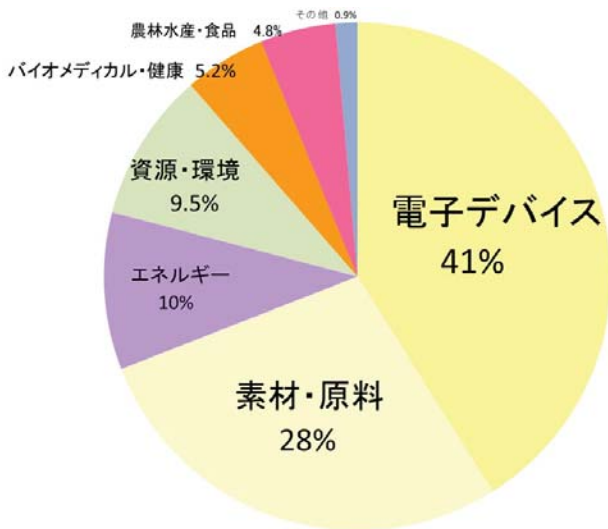


図1 2021年度利用分野の分布

### 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) アイソタクチックポリプロピレンの $\alpha$ 相結晶内のらせん分子の配列秩序の乱れ

山田 浩司<sup>1</sup>、船城 健一<sup>1</sup>、三好 崇太<sup>2</sup>、野崎 浩二<sup>2</sup>（<sup>1</sup>東洋紡株式会社、<sup>2</sup>山口大院創成科学）

(2) 軟X線吸収分光によるフッ化物電池の電極反応の分析

猪石 篤（九州大学）

(3) 有明海の泥に含まれるFeのXANES測定—泥環境の評価に向けて—

西本 潤（県立広島大学地域資源科学部）

(4) 木材用水性塗料の耐候性向上に関する研究

久間 俊平、矢野 昌之、平井 智紀、帆秋 圭司、田栗 有樹（佐賀県工業技術センター）

(5) 温度制御型X線CTの開発と氷関連物質の低温観察

竹谷 敏<sup>1</sup>、米山 明男<sup>2</sup>（<sup>1</sup>産業技術総合研究所、<sup>2</sup>九州シンクロトロン光研究センター）

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。

# アイソタクチックポリプロピレンの $\alpha$ 相結晶内のらせん分子の配列秩序の乱れ

山田浩司<sup>1</sup>, 船城健一<sup>1</sup>, 三好崇太<sup>2</sup>, 野崎浩二<sup>2</sup>

<sup>1</sup>東洋紡株式会社, <sup>2</sup>山口大院創成科学

## 1. はじめに

アイソタクチックポリプロピレン (iPP) は物性とコストのバランスに優れることから広く用いられている。近年の環境対応では、使用量削減やモノマテリアル化などの流れもあり、そのためにもさらなる性能向上が必要である。

半結晶性高分子である iPP は、結晶化条件や熱処理条件によって結晶化度や融点、モルフォロジーが変化し、物性に影響を及ぼす。したがって、結晶化・高次構造制御は成形加工において重要である。比較的急冷となる通常の成形プロセスでは、結晶化時の過冷却度が大きいために準安定な結晶しか生成できない。そのため、成形加工時には、物性向上を目的とした熱処理など二次的なプロセスが付加されるケースもある。さらなる高性能化のためには、冷却固化時の結晶化やその後の熱処理過程での融解再結晶化・再構造化の精緻な制御が重要になってくるが、準安定結晶の生成やその融解・再結晶化の挙動に関する知見は未だに十分に得られていない。

iPP には結晶多形がいくつか存在し、通常の結晶化条件では、単斜晶の  $\alpha$  相が最も多く生成する。 $\alpha$  相は、結晶格子中の  $3_1$  らせんの上下の向きがランダムな  $\alpha 1$  相 (空間群  $C2/c$ ) と、らせんの上下に秩序性をもつ  $\alpha 2$  相 (空間群  $P2_1/c$ ) に区別される<sup>[1]</sup>。 $\alpha 1$  相は低い結晶化温度 ( $T_c$ ) で、 $\alpha 2$  相は高い  $T_c$  で生成し、中間の  $T_c = 120 \sim 150^\circ\text{C}$  程度の範囲では両者は共存する<sup>[2,3]</sup>。格子定数は、 $a$  と  $c$  は両者で同じであるが、 $b$  は、 $\alpha 1$  相 (20.80 Å) よりも  $\alpha 2$  相 (20.73 Å) のほうがやや小さくなることから<sup>[1]</sup>、 $b$  が格子中の分子鎖のパッキングの影響を最も受けやすいことが推測される。

最近、シンクロトロン放射光を用いた高分解能の広角 X 線回折測定で、 $\alpha$  相の 040 反射が多重ピークとなることが観測された。これは、格子定数  $b$  が異

なる結晶が共存していることを示している。本研究の目的は、040 反射の多重ピークの理由を明らかにするとともに、これらの構造形成メカニズムを解明することである。本報告では、異なる  $T_c$  での等温結晶化で調製した iPP 試料の  $\alpha$  相結晶内の分子の配列秩序の乱れを調べるため、高分解能の X 線回折実験により、格子定数  $b$  の結晶化条件依存性や温度依存性を検討した結果を示す。

## 2. 実験

### 2-1 試料

試料には市販の iPP ( $M_w = 240 \times 10^3$ ,  $M_w/M_n = 4.4$ ,  $[mmmm] = 97.8\%$ ) を用いた。厚み 0.1 mm のプレスシートを銅板で挟み、 $230^\circ\text{C}$  のオイルバス中で 3 分間融解後、 $T_c = 110^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$  に設定した別のオイルバスに投入し、結晶化が完了するまでの時間、等温結晶化を行った。結晶化完了後は、すばやく氷水中に浸漬して急冷した。

### 2-2 実験方法

広角 X 線回折測定 (WAXD) は、九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS) の BL15 (ディフラクトメータ法、波長  $\lambda = 0.124 \text{ nm}$ ) にて実施した。 $2\theta - \omega$  スキャン (Scan step :  $0.01^\circ$ , Fixed time :  $0.500 \text{ deg/min}$ ) を行い、検出器にはシンチレーションカウンタを用いた。スリット条件は、入射スリット : H 1.0 mm  $\times$  W 10.0 mm、受光スリット 1 : H 0.1 mm  $\times$  W 20.0 mm (試料-受光スリット 1 間距離 : 180 mm)、受光スリット 2 : H 0.1 mm  $\times$  W 10.0 mm (試料-受光スリット 2 間距離 : 300 mm) とした。温度制御にはホットステージ DHS900 (Anton Paar 製) を用いて、He 雰囲気下で測定した。また、試料は、上記の方法で調製した 0.1 mm 厚シートを 4 枚重ねて用いた。

### 3. 結果及び考察

$T_c = 110 \sim 140^\circ\text{C}$ で等温結晶化した試料を $50^\circ\text{C}$ で測定した場合の040反射、および、 $\bar{1}61$ 、 $\bar{2}31$ 反射のプロファイルを図1に示す。040反射で多重ピークが観測された。ピーク分離を行ったところ、 $T_c \leq 120^\circ\text{C}$ ではピークAとBが、 $T_c = 125^\circ\text{C}$ ではピークA、B、Cが、 $T_c \geq 130^\circ\text{C}$ ではピークAとCが確認できた。

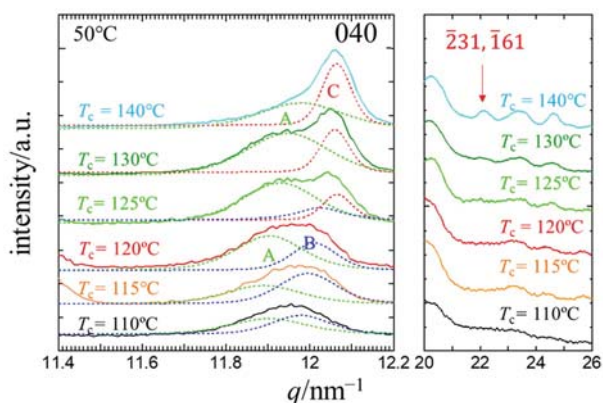


図1  $50^\circ\text{C}$ で測定した等温結晶化試料の040反射、および、 $\bar{1}61$ 、 $\bar{2}31$ 反射プロファイル。040反射はピークA、B、Cに分離した。

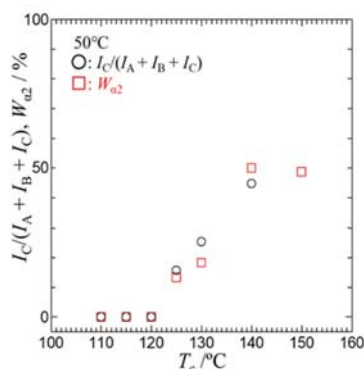


図2 ピークC強度から推算した $\alpha_2$ 相分率 (○) と従来法による $\alpha_2$ 相分率 ( $W_{\alpha_2}$ ) (□)

ピークCは、 $\bar{1}61$ 、 $\bar{2}31$ 反射と同時に高 $T_c$ で観測されるため、 $\alpha_2$ 相の反射であると推定した。分離した各ピークの積分強度を $I_A$ 、 $I_B$ 、 $I_C$ とし、040反射強度全体 ( $I_A + I_B + I_C$ ) に占める $I_C$ の割合 ( $\alpha_2$ 相分率に相当すると推定) を算出した。従来法<sup>[4]</sup> ( $\bar{1}61$ 、 $\bar{2}31$ 反射と110反射の強度比) で求めた $\alpha_2$ 相分率 ( $W_{\alpha_2}$ ) と合わせて結果を図2に示す。両者はほぼ一致することから、ピークCが $\alpha_2$ 相であることが確認できた。

$T_c = 130^\circ\text{C}$ と $T_c = 140^\circ\text{C}$ の等温結晶化試料を昇温しながら測定した040反射プロファイルの変化を図3に示す。ピークAは昇温とともに強度が低下し、ピークB、Cと比較して低融点であることが観測された。

$d_{040}$ から得た格子定数 $b$ の $T_c$ 依存性を図4に示す。ピークAとBは $T_c$ によって変化し、高 $T_c$ ほど $b$ は小さくなった。一方、ピークCは $T_c$ が変化しても一定であった。また、格子定数 $b$ の温度依存性 (図5) から室温に外挿した $b$ は、ピークA:  $20.96 \text{ \AA}$ 、ピークB:  $20.84 \text{ \AA}$ 、ピークC:  $20.73 \text{ \AA}$ 、であり、それぞれ、Nattaら

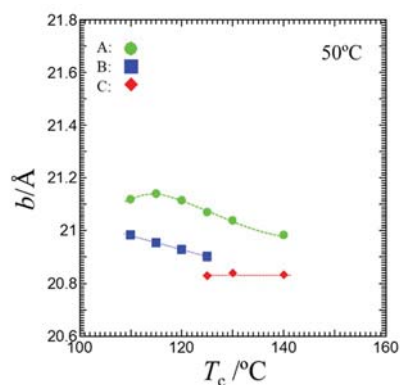


図4 040 反射ピーク A、B、C から得られた格子定数  $b$  の結晶化温度依存性

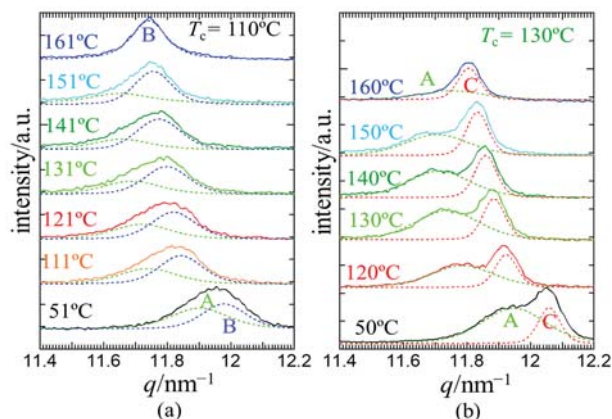


図3 昇温時の 040 反射プロファイルの変化

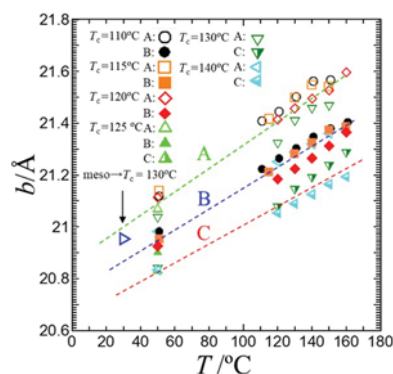


図5 040 反射ピーク A、B、C から得られた格子定数  $b$  の温度依存性

図により提案された $b$  ( $\alpha 1$ 相)、彦坂ら<sup>14</sup>により提案された $\alpha 1$ 相の $b$ 、同じく $\alpha 2$ 相の $b$ に対応すると考えられる。

以上のように、異なる3種類の040反射が観測され、格子定数 $b$ が小さい順に、ピークC < ピークB < ピークA、であった。ピークAとBは $\alpha 1$ 相の040反射、ピークCは $\alpha 2$ 相の040反射であると考えられる。図6にそれぞれのピークに対応する結晶構造を示す。格子定数 $b$ は、格子内のらせん分子鎖の配列秩序が高いほど小さくなることが推測される。(a) 最も秩序性の高い $\alpha 2$ 相 (ピークC) は結晶格子内のらせんの巻き方向と上下の向きが揃うのに対して、(b)  $\alpha 1$ 相 (ピークB) はらせんの上下の向きのみがランダムである。ピークAの $\alpha 1$ 相は、(c)に示すとおり、らせんの巻き方向の配列秩序も乱れた $\alpha 1$ 相 ( $\alpha 1'$ 相と呼ぶ) である可能性があり、メソ相と $\alpha 1$ 相の中間的な構造とも考えることができる。 $\alpha 1'$ 相が存在する直接的証拠は示されていないが、例えば、mesophaseからの結晶化のような場合には、低温かつ高粘度で

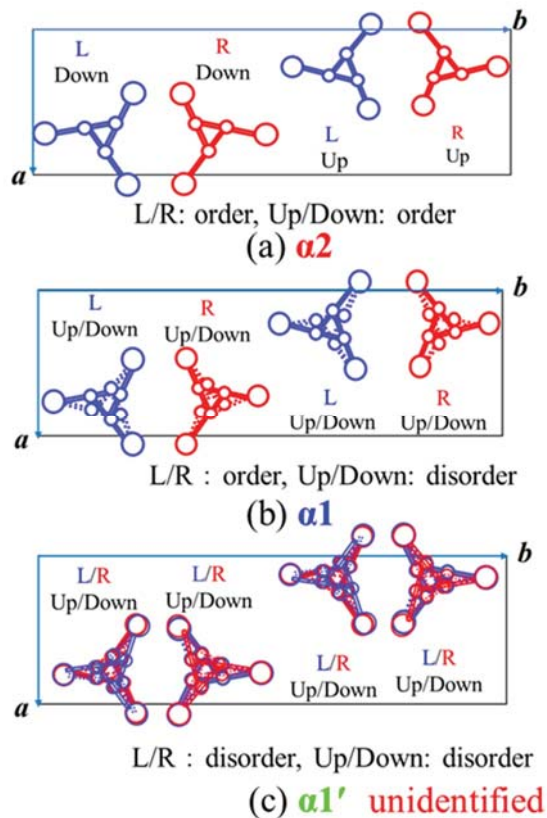


図6 iPP  $\alpha$ 相の結晶格子(a)  $\alpha 2$ 相、(b)  $\alpha 1$ 相、および、(c) 推測したらせんの巻き方向が乱れた $\alpha 1$ 相 ( $\alpha 1'$ 相)

あることから分子鎖の絡み合いの解消も困難であると推測され、(c)のような分子配列になる可能性がある。

#### 4. まとめ

高分解能 WAXD 測定を行うことにより、iPP の  $\alpha$  相 040 反射が3種類観測され、異なる分子鎖の配列秩序をもつ結晶が共存していることが示唆された。

#### 謝辞

本研究の実施にあたり、広島大学大学院先進理工系科学研究科 戸田昭彦教授には有意義なディスカッションを行っていただきました。また、九州シンクロトロン光研究センター 馬込栄輔博士には実験にあたりご支援をいただきました。ご協力いただいた皆様に深く感謝いたします。

#### 参考文献

- [1] M. Hikosaka, T. Seto, "The Order of Molecular Chains in Isotactic Polypropylene Crystals", *Polym. J.*, **5**, 111 (1973).
- [2] 稲垣美沙子, 三好崇太, 野崎浩二, 山田浩司, "アイソタクチックポリプロピレン結晶の $\alpha 1 \rightarrow \alpha 2$ 相転移進行に及ぼす再組織化の影響: 融解・再結晶化が支配する相転移進行", *高分子学会予稿集*, **70** (2), 1G12 (2021).
- [3] K. Nakamura, S. Shimizu, S. Umemoto, A. Therry, B. Lotz, N. Okui, "Temperature Dependence of Crystal Growth Rate for  $\alpha$  and  $\beta$  Forms of Isotactic Polypropylene", *Polym. J.*, **40**, 915 (2008).
- [4] 野崎浩二, 稲垣美沙子, 三好崇太, "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", *九州シンクロトロン光研究センター 年報2020*, **11**, (2022).
- [5] G. Natta, R. Corradini, M. Cesari, "Sulla struttura Cristalline del polipropilene isotattico", *Atti Accad. Nazl. Lincei Rend. Classe Sci. Fis, Mat. Nat.*, **21** 365 (1956).

# 軟X線吸収分光によるフッ化物電池の電極反応の分析

猪石篤

九州大学

## 1. はじめに

高いエネルギー密度を目的とした次世代電池の糸つとして、ハロゲン化物電池が注目を集めている。

[1] ハロゲン化物電池は、ハロゲン化物イオンが正極と負極の間を移動する新しい電池系であり、コンバージョン反応を利用することで現行のリチウムイオン電池に比べて大きな理論エネルギー密度を有する(図1)。アニオン移動型電池では正負極に用いる金属に制約はなく、特にフッ化物では化学的な安定性が高い等のメリットも有する。

当研究室では全固体型フッ化物電池の実用化に向けた検討を行っており、 $\text{FeF}_3$  正極が初回脱フッ化容量  $579 \text{ mAhg}^{-1}$  の大容量を示すコンバージョン電極となることを世界で初めて見出している。[2]

$\text{FeF}_3$  では以下(1)式の電極反応が進行することが予想される。



本研究では、軟X線吸収分光を用いて充放電前後の  $\text{FeF}_3$  の評価を行うことで、その酸化還元機構について検討した。

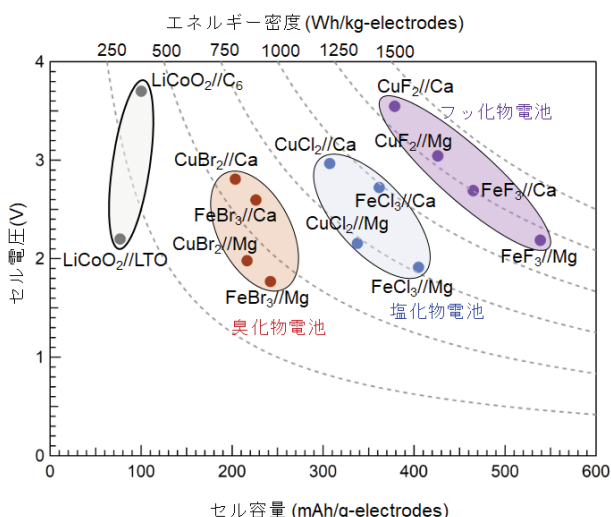


図1 ハロゲン化物電池の理論エネルギー密度

## 2. 実験

### 2-1 試料

#### (1) 電池作成

固体電解質には格子間フッ素が伝導する蛍石型構造の  $\text{Ba}_{0.6}\text{La}_{0.4}\text{F}_{2.4}$  (BLF) を用いた。BLF は 600 rpm で 12 時間のメカニカルリングを行うことにより

合成した。正極合材は BLF とアセチレンブラック

(AB) を 600 rpm で 12 時間混合後、 $\text{FeF}_3$  を 150 rpm で 12 時間混合することで得た。合材重量比は  $\text{FeF}_3 : \text{BLF} : \text{AB} = 6 : 10 : 1$  とした。対極は Pb 層と  $\text{PbSnF}_4$ 、 $\text{PbF}_2$ 、AB のコンポジットの 2 層構造とし、 $\text{FeF}_3 + \text{BLF} + \text{AB} / \text{BLF} / \text{PbSnF}_4 + \text{PbF}_2 + \text{AB} / \text{Pb}$  の 4 層のセル構成とした。セルは直径 10 mm の PEEK 管を使用してコールドプレスにより作製した。 $\text{PbSnF}_4 + \text{PbF}_2 + \text{AB}$  のコンポジットはメカニカルリングにより作製し、充電時にフッ素を供給するための層として導入した。電池作製及び電池動作は全て Ar グローブボックス中で行い、定電流充放電試験は  $160^\circ\text{C}$ 、 $0.08 \text{ mAcm}^{-2}$ 、電圧範囲  $4.0 \sim -2.0 \text{ V}$  で行った。 $\text{FeF}_3$  の熱安定性については、異なる温度条件でグローブボックス中で加熱したサンプルを用意し、X線吸収分光で評価を行った。

#### (2) X線吸収分光

充放電の各段階で電池を解体し、電池ペレットをトランスファーベッセルに取り付け大気非曝露で軟X線 XAFS 測定を行った。BL12 のビームラインを用いて、電子収量法により F K 吸収端領域、Fe L 吸収端領域、Ba M 吸収端領域および La M 吸収端領域の XAFS 測定を行った。

## 3. 結果及び考察

図2に  $\text{FeF}_3$  の過熱後の F K 吸収端領域及び Fe L 吸収端領域の XAFS スペクトルを示す。加熱条件にかかわらずスペクトルはよく一致し、試料最表面でも脱フッ化は起こらないことが明らかとなった。このことから、電池動作温度条件化で  $\text{FeF}_3$  は化学的に安定であると言える。

図3に、 $\text{FeF}_3$  を正極としたフッ化物電池の充放電曲線を示す。放電(脱フッ化)、充電(フッ素化)ともに2段の電位プラトーを有した。軟X線吸収分光は図3中に示した各点で充放電を停止し、グローブボックス内で解体したサンプルのX線吸収スペクトルを取得した。図4及び図5に充放電前後の  $\text{FeF}_3$  電極の F K 吸収端領域および Fe L 吸収端領域の XAFS スペクトルを示す。スペクトルの変化と XRD の結果との対応から、高電位側のプラトーで  $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 、低電位側のプラトーで  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}$  の酸化還元が起こっていることが確認された。さらに、充放電中の固体電解質の安定性についても確認を行った。

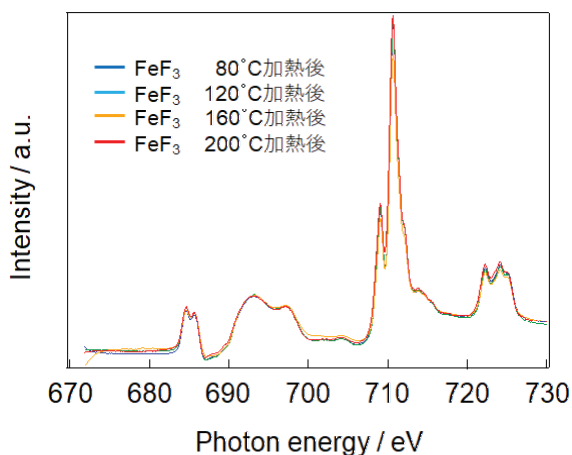


図2 FeF<sub>3</sub>の過熱後の F K 吸収端領域及び Fe L 吸収端領域の XAFS スペクトル

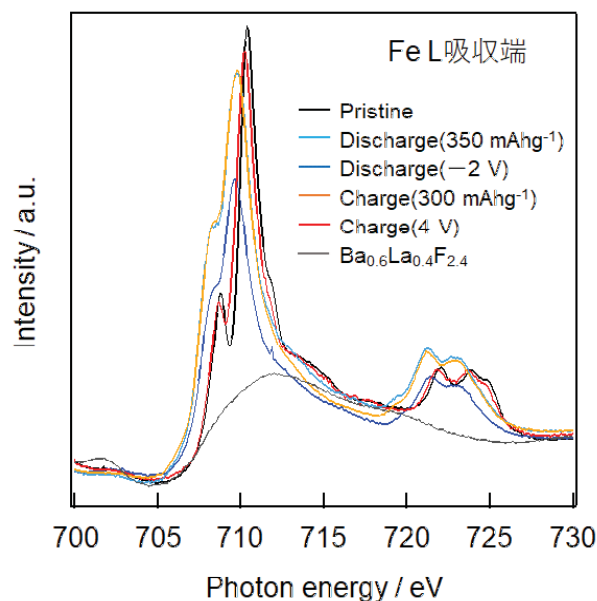


図5 FeF<sub>3</sub>の充放電前後の Fe L 吸収端領域の XAFS スペクトル

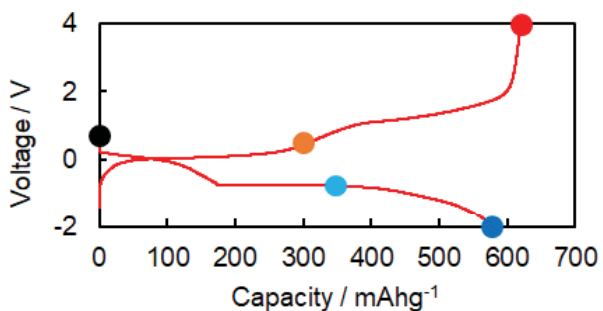


図3 FeF<sub>3</sub>の初回充放電プロファイル

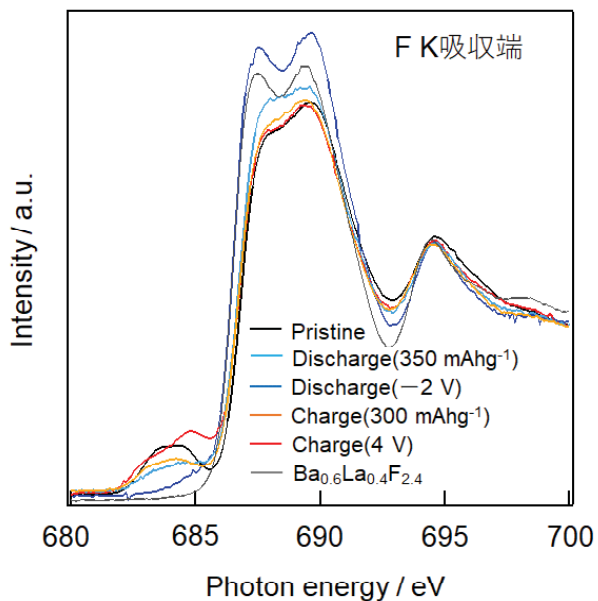


図4 FeF<sub>3</sub>の充放電前後の F K 吸収端領域の XAFS スペクトル

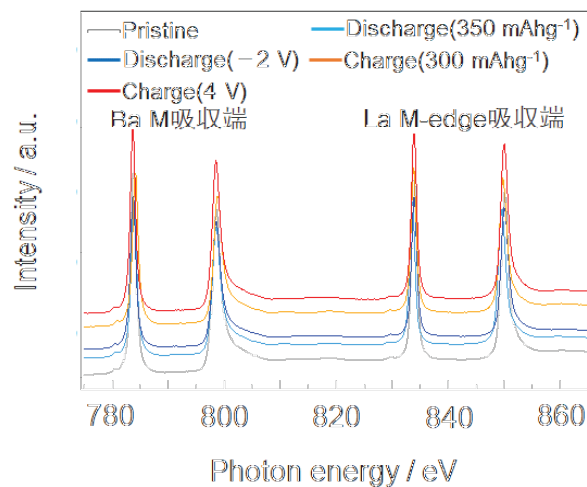


図6 電極合材に含まれる Ba<sub>0.6</sub>La<sub>0.4</sub>F<sub>2.4</sub>の充放電前後の Ba M 吸収端領域および La M 吸収端領域の XAFS スペクトル

図6に、電極合材に含まれる Ba<sub>0.6</sub>La<sub>0.4</sub>F<sub>2.4</sub>の充放電前後の Ba M 吸収端領域および La M 吸収端領域の XAFS スペクトルを示す。充放電を通して、Ba および La のシフトはなく、固体電解質は安定に機能していることが確認された。

#### 4. まとめ

本研究では、新規フッ化物電池正極の  $\text{FeF}_3$  について、軟 X 線吸収分光を用いてその酸化還元機構の解明を試みた。フッ素の K 吸収端領域及び鉄の L 吸収端領域の変化から、充放電で鉄の 0 価と 3 価の間のレドックスが起こっていることが明らかとなった。

#### 参考文献

- [1] M, A, Reddu, M. Fichtner, *Journal of Materials Chemistry*, Batteries based on fluoride shuttle, **43**, 17509-17062 (2011).
- [2] A. Inoishi, N. Setoguchi, H. Hori, E. Kobayashi, R. Sakamoto, H. Sakaebe, S. Okada, “ $\text{FeF}_3$  as Reversible Cathode for All-Solid-State Fluoride Batteries”, *Advanced Energy & Sustainability Research*, DOI: 10.1002/aesr.202200131.



# 有明海の泥に含まれるFeのXANES測定 —泥環境の評価に向けて—

西本潤

県立広島大学地域資源科学部

## 1. はじめに

有明海は、九州にある閉鎖的領域であり、干満の差が大きいため広大な干潟が存在する。干潟は砂泥質や泥質のものが多い。潮流が速いため堆積物（底泥）の細かい成分が巻き上がって浮泥となり、海水は濁りを有する。また干満の差が大きいため汽水域が広いことも特徴である<sup>1)</sup>。

有明海では、赤潮の発生、貧酸素水塊の発生、タイラギやアサリなどの貝類の極端な減少という環境問題が存在する。これらは相互に関係があるとされる。その関係は次のようなものである。赤潮が発生すると易分解性の有機物が多量発生し、それらが分解する際に酸素を消費し貧酸素水塊が発生する。貧酸素状態が長期にわたって貝類などが死滅すると、植物プランクトンを食べる生物が減少し赤潮が発生しやすくなる<sup>1)</sup>。

本研究では貝類の極端な減少に注目した。貝類が生息する堆積物（底泥）に環境悪化の証拠が残っているのではないかと考え、鉄のXANESを測定することとした。鉄をターゲットとした理由は次のとおりである。①鉄は自然環境中に豊富に存在する元素である。つまり測定しやすい。②自然界中において鉄は、環境条件に応じて酸化水酸化鉄(III)から炭酸鉄(II)を経て硫化鉄(II)へと変化する。③粘土鉱物内にも鉄が含まれており、鉄も酸化還元し鉄(II)と鉄(III)が存在する。④②と③の現象が起こるため鉄の状態と環境の状態を結びつけることができる。

## 2. 実験

### 2-1 試料

#### (1) 試料調製

炭酸鉄(II)は、次の様にして作った。純水に超音波

をかけてから窒素ガスバブリングを行い、酸素を除去した。その水に硫酸鉄(II)を溶かし炭酸水素ナトリウムを溶かして得られた沈殿を採取した。

鉄の水酸化物塩および鉄とアルミニウムの混合水酸化物塩は論文に従い合成した<sup>2)</sup>。

#### (2) 処理したモンモリロナイトや底泥

イオン交換可能な鉄を取り除いたモンモリロナイトは次のようにして調製した。0.1M HCl に浸けて1分間振とうした。上澄み液とモンモリロナイトを分離した後、何度も純水で洗浄した。最後の洗浄水のpHは3.3であった。このモンモリロナイトはAlfa Aesar社から輸入した天然鉱物である。

底泥から鉄を0.11mol/L 酢酸溶液で抽出、続いて0.5mol/L 塩酸ヒドロキシルアミン溶液で抽出、さらに過酸化水素で分解し1.0M 酢酸アンモニウム溶液で抽出した。これ以外にさらに複数回濃度を変えて塩酸ヒドロキシルアミン溶液や過酸化水素で処理したものも作製した。

#### (3) 試薬

乳酸鉄(II)、四酸化三鉄、リン酸鉄(III)、 $\alpha$ -酸化水酸化鉄(III)、クエン酸鉄(III)も含め、上記の合成および調製に使用した試薬はほとんど和光純薬工業株式会社のもので購入したものをそのまま用いた。異なるのは以下の通り。硫化鉄(II)はキシダ化学株式会社の純度99.9%の試薬を使用した。水酸化カリウムは関東化学株式会社、BN 窒化ホウ素は株式会社高純度科学研究所の形状粉末の純度99%以上の試薬を使用した。

#### 2-2 実験方法

底泥試料の採泥日時は2012年8月23日、2012年

11月20日、2012年12月28日、2013年2月12日、2013年6月24日、2013年7月23日、2013年8月22日、2014年6月30日、2014年7月25日、2014年8月27日であり、採泥地点は有明海湾奥部佐賀県海域の4地点 (Station 2、5、12、15) である。採泥はエクマンバージ採泥器を用いた。これらの泥は今回測定したわけではなく以前測定したものを解析に用いた。ただし底泥から粘土鉱物内の鉄以外の鉄を抽出除去したものは今回測定した。

泥の測り方は以下の通り。厚さ 0.2 mm のプラスチック板に穴あけパンチで穴をあけ、プラスチック板の片面にカプトンテープを貼りつけたものを用意した。冷蔵庫で遮光保存していた湿ったままの泥をグローブボックス中で窒素ガスを流しながらポリエチレン袋に入れた。泥試料が入ったポリエチレン袋にそのアクリル板を入れた。カプトンテープの粘着面に底泥試料を薄く貼り付けた。測定時には泥の高さを 0.2 mm で一定にした。

測定はBL11でFe K-edgeの領域を透過法にて行った。標準物質は、硫化鉄(II)、乳酸鉄(II)、四酸化三鉄、リン酸鉄(III)、 $\alpha$ -酸化水酸化鉄(III)、クエン酸鉄(III)、合成した炭酸鉄(II)、合成した水酸化鉄(III)、合成した $Al_{0.8}Fe_{0.2}(OH)_3$ 、2種類のAriake clay、モンモリロナイトとした。粘土鉱物以外の試薬の標準物質はBNペレットにして測定した。粘土鉱物は泥と同じやり方で測定した。XANESの解析はAthenaを用い、標準物質のLinear combination fittingで行った。フィッティングは4パラメーターで行った。その理由は、二価鉄と三価鉄の割合が異なる粘土鉱物を再現するために粘土鉱物は最低2種類必要であり、粘土鉱物外の鉄は好気性条件下にある鉄と嫌気性条件下にある鉄の2種類必要であり、よって合計最低4種類と考えたからである。

### 3. 結果及び考察

泥は均一な場合が多いが、自然の物なので砂や貝殻が入り不均一な場合もある。明らかに不均一なところでは測定しなかったが、不均一であるのかわからない場合もあった。スペクトルにひずみがない範囲で解析をするために、エネルギーの狭い範囲で解析を行うこ

ととした。そのため、Post-edge lineは1次関数を用いることとした。BNペレットにして測定した標準物質のPost-edge lineは2次関数をまず用いて解析し、得られたXANESスペクトルと同じスペクトルになるように1次関数のPost-edge lineを決め解析に用いた。

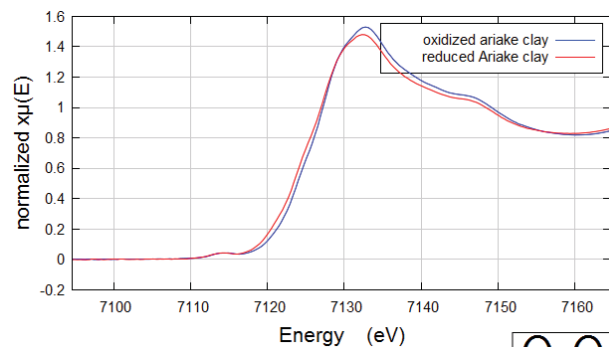


図1 酸化した有明粘土と還元した有明粘土のXANES

図1に有明海の底泥を酸化処理と還元処理を行い粘土鉱物以外の鉄を除去してAriake clayを得た後に、酸化処理あるいは還元処理したもののXANESを示す。7132 eV付近にピークを持つ3価鉄が多いスペクトルとなった。還元剤を加えてもあまり還元が進行しないことが明らかとなった。図には示していないが、イオン交換可能な鉄を取り除いたモンモリロナイトのXANESは7133 eV付近にピークを持つものであった。酸化したAriake clayと還元したAriake clayを用いてこのモンモリロナイトのスペクトルを再現することはできなかった。鉄周りの結晶構造が異なることが示唆される。

底泥試料のフィッティング結果を図2に示す。縦軸は規格化された吸光度、横軸はエネルギーである。2013年2月12日のStation 5の底泥を最もよくフィッティングしたのは、酸化したAriake clayと還元したAriake clay、そしてFeO(OH)とFeSである。酸化したAriake clayはマイナスのスペクトル、還元したAriake clayは一番大きく示されており、2番目に大きいのが実試料のスペクトルである。これに4種類のスペクトルを足し合わせたものがほぼ重なっている。ほぼ吸光度0のスペクトルが2つあり、これがFeO(OH)とFeSである。他の解析結果でも見られた結果であるが、三価鉄の化合物は置き換え可能な場合

が多く、二価鉄の化合物でも乳酸鉄(II)と炭酸鉄(II)は置き換え可能な場合が多かった。粘土鉱物外の鉄の割合が低いからであると考えられる。同じ二価鉄でも硫化鉄(II) (FeS) の吸収端は他の二価鉄と異なるので他の物質のスペクトルで置き換え可能ではなかった。

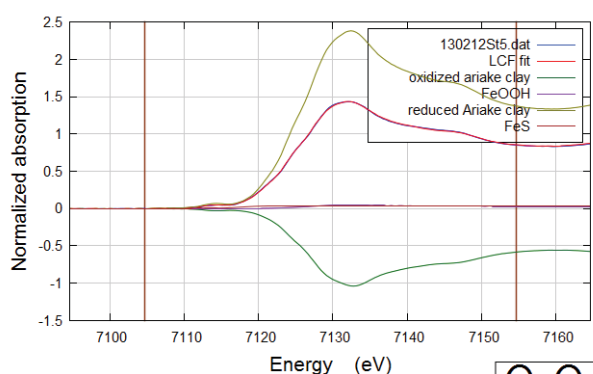


図2 2013年2月12日のStation 5の底泥の解析結果

特徴として2点挙げられる。①粘土鉱物の割合が多い。他の解析結果も同様であり、85%以上は粘土鉱物であった。②酸化した Ariake clay の寄与がマイナスとなっている。還元剤である塩酸ヒドロキシルアミンを用いて処理して得た Ariake clay よりも、有明海底泥の粘土鉱物内の鉄が還元され二価鉄が増えていることを示している。

この解析結果が妥当であるかについてはまだ検討中であるが、塩酸ヒドロキシルアミンは強力な還元剤であるので、還元があまり進まないのは試薬の還元力以外の要因が寄与しているとも考えられる。その要因として考えられるのが細胞外高分子物質によって形成されたバイオフィルムの存在である<sup>[3,4]</sup>。そのメカニズムを以下のように考えている。有明海底泥にはバイオフィルムが付着しており、その中に微生物が生息し、その微生物が容易に粘土鉱物内の鉄の近くに行き、酸化還元反応を引き起こす。一方、酸化還元処理された後の Ariake clay にはバイオフィルムが含まれておらず、処理後の粘土鉱物の膨潤性が低いため還元剤が鉄に届きにくい。

フィッティングが良いか悪いかを目で判断することもできるが、今回は R factor で評価した。R

factor の定義は次の通り。

$$R \text{ factor} = \frac{\sum(\text{data}-\text{fitting})^2}{\sum \text{data}^2}$$

R factor が  $15 \times 10^{-5}$  よりも小さいものをフィッティングしているとした。その判断基準で評価すると、酸化した Ariake clay よりもモンモリロナイトを標準物質として使用した場合の方がフィッティングしているものが多かった。モンモリロナイトは有明海あるいは九州で採取されたものではないので、奇妙である。解析結果において酸化した Ariake clay がマイナスの寄与を示すと同様に、この点についても検討中である。次のようなことを考慮する必要がある。①粘土鉱物は酸化還元反応により不可逆的な構造変化をすることがある<sup>[5]</sup>。②有明海の表層の底泥を採取しているため、すでに続成が進んでいる粘土鉱物に加えて、陸由来の粘土鉱物が含まれている可能性がある。③生成した二価鉄イオンが粘土鉱物にイオン交換可能なイオンとして結合している可能性がある。①と②の理由のためモンモリロナイトを用いるとフィッティングが良い可能性がある。つまり陸にある粘土鉱物の代わりをモンモリロナイトが果たしているという意味である。③のイオン交換可能なイオンは粘土鉱物に結合しているが、解析においては粘土鉱物外の鉄とみなされる。粘土鉱物外の鉄の割合が低いことから、現時点ではイオン交換可能なイオンの寄与は無視できるのではないかと考えている。

モンモリロナイトを標準物質として解析した結果をまとめると以下ようになる。Station ごとに10ずつのサンプルがある。Linear combination fitting で得られたそれぞれの標準物質の割合は Pre-edge line や Pos-edge line の影響を受けるので、どの標準物質を用いてもっともよくフィッティングできたかで評価することとした。解析できなかったサンプルは Station 2 で2個、Station 15 で1個あった。まず粘土鉱物外の鉄についてである。FeS はフィッティングできた全てのサンプルに入っていると示された。FeS 以外の二価鉄化合物 (主に  $\text{FeCO}_3$ ) がフィッティング結果に出てきたのは、Station 2 で8個のうち6個、Station 5 で10個のうち2個、Station 12 で10個のうち

ち零個、Station 15 で九個のうち三個であった。それ以外では  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  や三価鉄化合物が入っていたが、嫌気性状態がどの Station で起こりやすいかを評価するために、示すのは二価鉄化合物のみとした。二価鉄化合物の結果から嫌気性状態になりやすいのは Station 2 > Station 15 > Station 5 > Station 12 との順番が得られた。

次に粘土鉱物における結果を評価する。還元された Ariake clay に対するモンモリロナイトの寄与の比を計算した。還元された Ariake clay の寄与は常にプラスであるが、酸化された Ariake clay と同様、モンモリロナイトの寄与はマイナスのことが多い。この比がマイナスになるほど底泥の粘土鉱物中の鉄が還元されて二価鉄が多いことを示す。平均値を計算した結果は次のとおりである。Station 2 (-0.29) < Station 15 (-0.23) < Station 12 (-0.18) < Station 5 (-0.14)。粘土鉱物外の化合物の順番とは Station 5 と 12 が逆転している。

他の結果から XANES の結果の妥当性を確認する目的で CN コーダにて底泥の CN 比を測定した。CN 比が小さいほど海由来の易分解性の有機物が多く酸素を消費し嫌気性状態になりやすい<sup>6)</sup>。全てのデータの平均をとると Station 2 が 5.8、Station 5 が 9.1、Station 12 が 8.1、Station 15 が 7.6 であった。この結果は粘土鉱物内の鉄の順番と一緒であった。粘土鉱物外の鉄化合物については寄与割合が低いと誤差が大きいため可能性がある。粘土鉱物内の鉄の状態と CN 比の値の傾向が一致していることから、嫌気性になりやすい場所であるかを判断するには粘土鉱物内の鉄を用いることが良いと判断した。

#### 4. まとめ

底泥（堆積物）中で生息している貝類の減少が問題となっている。そのため底泥環境を評価することが求められている。鉄は有明海底泥に多く含まれており、サンプルの厚みを 0.2 mm とすれば、透過法で鉄の XANES は測定できる。有明海の底泥の鉄の XANES のスペクトルを再現するためには粘土鉱物内の鉄で 2 種類、粘土鉱物外の鉄で 2 種類の計 4 種類でフィッティング可能であることが判明した。粘土鉱物内の鉄の

割合が 85%以上を占めているため、粘土鉱物内の鉄を使って底泥環境を評価するのが良いと考えられる。

#### 参考文献

- [1] 有明海・八代海等総合調査評価委員会報告 (2017).
- [2] J. Qiao et al., "Simultaneous removal of arsenate and fluoride from water by Al-Fe (hydr)oxides", *Front. Environ. Sci. Eng.*, **8** 169-179 (2014).
- [3] 原田浩幸他, "有明海底泥への細胞外ポリマー吸着によるレオロジー特性変化", *環境技術*, **41**, 25-29 (2012).
- [4] J. Cuadros, "Clay minerals interaction with microorganisms: a review", *Clay minerals*, **52**, 235-261 (2017).
- [5] C. A. Gorski et al., "Redox properties of structural Fe in clay minerals: 3. Relationships between Smectite redox and structural properties", *Environ. Sci. Technol.*, **47**, 13477-13485 (2013).
- [6] T. S. Bianchi, "Estuarine chemistry", "Estuarine ecology", Second edition, ed. by J. W. Day Jr. et al., Wiley-Blackwell, 39-84 (2013).

# 木材用水性塗料の耐候性向上に関する研究

久間俊平, 矢野昌之, 平井智紀, 帆秋圭司, 田栗有樹  
佐賀県工業技術センター

## 1. はじめに

地球温暖化や環境汚染、生態系の破壊等は世界的に大きな問題となっており、持続可能な社会を実現するため、社会全体として低環境負荷の材料や製造プロセスが必要とされている。また、国内では「脱炭素社会の実現に資する等のための建築物等における木材の利用の促進に関する法律」や「2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略」により、建築産業では木造建築物の普及拡大が期待されている。

佐賀県内には、特色ある地域産業として家具産業等があり、技術力の高い企業が数多く立地している<sup>1)</sup>。県内の家具・木工産業や建築産業では、木材の保護・美観・機能性付与のために木材用塗料が使用されており、木質感や高耐候性等の品質と共に低環境負荷であることが求められている。そのため、県内塗料メーカーにおいて、これらの要求を満たす塗料の開発が行われているが、木材表面に厚い塗膜を形成せず、木質感を損なわない透明系半造膜型水性塗料については、十分な耐候性を有すると言えない状況である。

木材用塗料の耐候性について、塗膜劣化の主因は、紫外線や熱及び水による分解、水分吸収に伴う木材の寸法変化による塗膜剥離や割れ等が考えられる。また木材用塗料の耐候性について、半造膜型塗料は最初の劣化が発生してからの進行が早いことが知られている<sup>2)</sup>。しかし、塗膜自体は高分子材料であることから、徐々に経時変化していると考えられる。そのため、塗膜表面・断面の微細構造について、より詳細に分析し、劣化要因を明らかにすることは、塗料の開発指針を得るために重要と考えられる。

そこで本研究では、市販の透明系半造膜型水性塗料について耐候性試験を実施し、放射光 X 線によるマイクロ CT 観察をはじめとした様々な分析手法を活用することで、初期の塗膜劣化挙動の把握について検討を行った<sup>3)</sup>。

## 2. 実験

### 2-1 試料

#### (1) 試験片

塗布木材として、75 mm×50 mm のスギ材（板目、厚さ 5 mm）を塗装前に 180 番の研磨紙で研磨したものをを用いた。透明系半造膜型水性塗料として、市販の木材保護塗料（JASS 18M-307 適合品）を用い、耐候性試験による劣化を加速させるために、片面のみ刷毛により塗布量 100 g/m<sup>2</sup> で 2 回塗布した。

### 2-2 実験方法

#### (1) 耐候性試験

試験片を佐賀市において南向き傾斜 28 度の条件で 8 月～翌 2 月の 6 ヶ月間屋外曝露した。

#### (2) 撥水度

塗膜の保護機能を確認するために、撥水度を測定した。森林総研法<sup>4)</sup>により塗装面に約 1 g の脱イオン水を滴下し、1 分後に拭き取り、試験片に浸透しなかった脱イオン水の質量百分率とした。数値が高いほど撥水度は高くなる。

#### (3) 樹脂構造解析

塗膜表面の樹脂構造解析には、赤外分光分析装置（サーモフィッシャーサイエンティフィック製、iS50）を用い、全反射測定法（ATR 法）にて赤外吸収スペクトルを測定した。

#### (4) 元素分析

塗膜断面の元素分析には、走査型電子顕微鏡（日本電子製、JSM-7500F）及び付属のエネルギー分散型 X 線分析装置（Oxford Instruments 製、X-Max）を用い、マップ分析を実施した。

## (5) 非破壊断面観察

放射光は、一般的な X 線源に比べて高輝度・高指向性・連続スペクトル等の特徴を有しており、放射光を利用する事で、高精細・高速・高密度分解なマイクロ CT 観察が可能である。そこで、九州シンクロトロン光研究センター-BL07 にて、放射光 X 線によるマイクロ CT 観察を行った。試料は、試験片の測定径が直径 2 mm となる様に切断加工し、樹脂チューブ内に固定した。さらに、この樹脂チューブを試料台に固定し、測定した (図 1)。画像解析には、ImageJ を利用した。

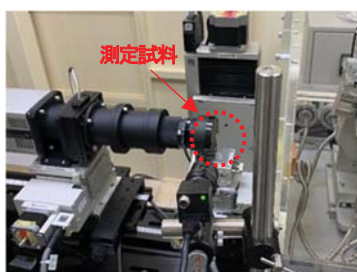


図 1 実験装置

## 3. 結果及び考察

### 3-1 塗膜表面分析

木材用塗料の効果として、撥水度等の木材保護性能の持続性が期待されている。耐候性試験による撥水度変化を図 2 に示す。塗装を行った試験片では、耐候性試験期間中においてほぼ 100% であり、劣化は確認できなかった。一方で、塗装をしていない試験片は、耐候性試験を行うことにより急激に劣化し、2 カ月目以降は亀裂の発生により正確な計測が出来なかった。

さらに、塗膜表面の樹脂構造解析及び表面観察を行った。塗膜構造の変化について、赤外分光分析結果を図 3 に示す。耐候性試験による、塗膜有機成分の酸化による C=O 及び O-H 結合ピークの増加量は小さいことから、塗膜樹脂構造の劣化は小さいと考えられる。

### 3-2 塗膜断面分析

表面分析結果から、耐候性試験により、塗膜表面の樹脂構造に大きな変化がないことを確認した。しかし、塗膜内部の元素成分等、塗膜内部の構造までは不明で

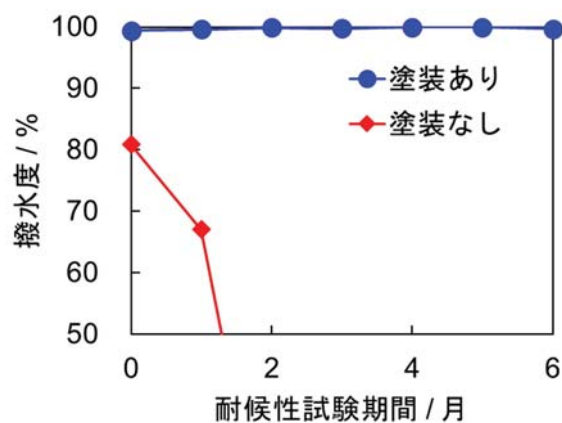


図 2 撥水度の経時変化

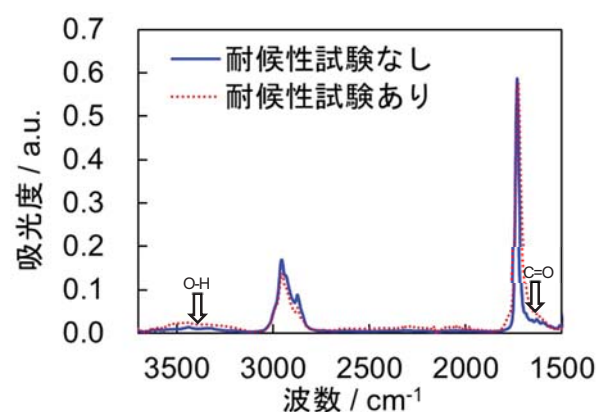


図 3 赤外分光分析による樹脂構造解析

ある。そこで、塗膜切断面の元素分析及び非破壊断面観察を実施することで塗膜内部構造を明らかにすることを目指した。塗膜断面の元素分布状態について、分析結果を表 1 に示す。添加剤由来の元素①等が確認された。元素①については、艶消し剤由来と考えられ、耐候性試験の有無により大きな変化は確認されなかった。

塗膜断面観察について、一般的には試料の目的箇所を切断することで行う。しかし、生物試料であり多孔質である木材表面に形成された微小な塗膜欠陥について、周辺組織を破壊せずに断面をピンポイントで観察することは非常に困難である。そこで、塗膜断面を非破壊で観察するため、放射光 X 線によるマイクロ CT 観察を実施した。結果を図 4 に示す。(a)耐候性試験を実施していない試験片は、表面に滑らかな塗膜を形成しており、塗料の一部は木材内部まで浸透していることが確認できた。一方で、(b)耐候性試験を実施した試験片の観察結果より、微小な塗膜割れが発生し、

木材まで到達していることが確認された。このとき、塗膜剥離までは確認できなかった。塗膜の割れが発生すると、その部分から生物劣化や気象劣化の促進につながる。このことから、微小な塗膜割れの有無は耐候性向上に重要な要因の一つであり、対策とその効果検

証は重要と考えられる。

#### 4. まとめ

本研究では、市販の透明系半造膜型水性塗料について、撥水度・樹脂構造解析・元素分析・非破壊断面観察等を複合的に活用することで、塗膜断面における耐候性試験初期の塗膜劣化挙動を詳細に分析した。

その結果、撥水度等での劣化が明らかになる前に、微小な塗膜割れが発生していることが明らかとなった。塗膜割れは、劣化を促進するため、透明系半造膜型水性塗料において、耐候性試験初期での塗膜割れ防止は耐候性向上に特に重要な要因であると考えられる。

また、放射光 X 線によるマイクロ CT を利用して塗膜断面を直接観察することにより、間接的に評価する撥水度による評価手法よりも、より早く塗膜の劣化を確認できた。本手法による塗膜評価を行うことで、より短期間での耐候性評価が可能になると考えられる。

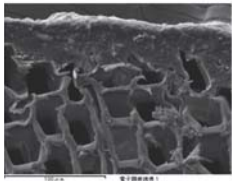
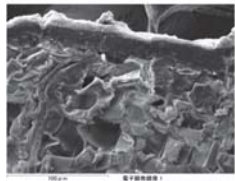
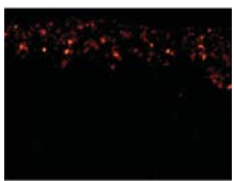
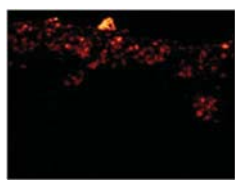
今後は、塗膜割れ防止につながる様々な機能性添加剤を検討し、本分析手法により塗膜構造を解析することで、木材用水性塗料の耐候性を向上させたい。

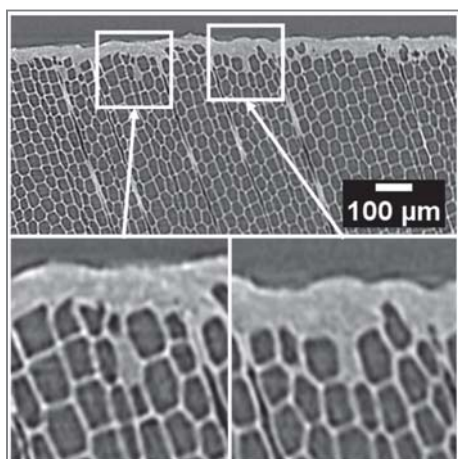
最後に、放射光 X 線によるマイクロ CT 観察は九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS) の具有ビームラインである BL07 にて実施した (課題番号: 2111134P/BL07)。測定に際してご支援いただいた九州シンクロトロン光研究センターの米山明男氏に深く感謝致します。

#### 参考文献

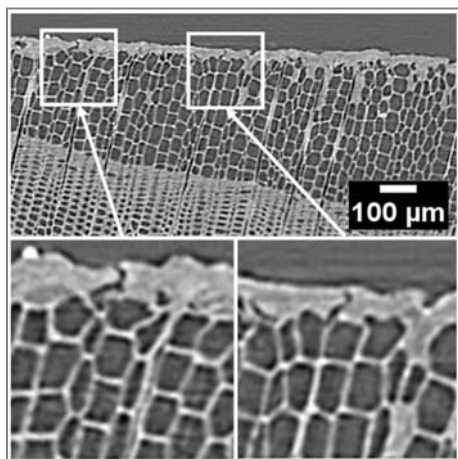
- [1] -佐賀県総合計画 2019- 人を大切に、世界に誇れる佐賀づくりプラン。
- [2] 小林勝志, 改訂版木材の塗装, 木材塗装研究会編, 海青社, 181-185 (2010).
- [3] 久間俊平, 矢野昌之, 平井智紀, 帆秋圭司, 田栗有樹, “木材用水性塗料の耐候性向上に関する研究 (第2報)” 令和3年度佐賀県工業技術センター研究報告書, **30**, in press (2022).
- [4] (財)日本住宅・木材技術センター: マニュアル作成事業報告書 (木材保護着色塗料品質評価) (1998).

表 1 電子顕微鏡による塗膜断面分析

	耐候性試験なし	耐候性試験あり
SEM 画像		
元素 ①		



(a) 耐候性試験なし



(b) 耐候性試験あり

図 4 塗膜断面のマイクロ CT 観察

# 温度制御型 X 線 CT の開発と氷関連物質の低温観察

竹谷敏<sup>1</sup>, 米山明男<sup>2</sup>

<sup>1</sup>産業技術総合研究所, <sup>2</sup>九州シンクロトロン光研究センター

## 1. はじめに

吸収コントラスト X 線 CT (Computed Tomography) は、X 線が物質を透過する際の吸収率の差をコントラストとして、物質・材料の内部構造の三次元非破壊観察をする計測手法である。X 線吸収係数は、水の吸収係数からの差で無次元化され、CT 値として表される (水の CT 値を 0, 空気の CT 値を -1000 と定義)。この CT 値は、対象物の密度が大きいほど大きな値、密度が小さいほど小さな値となる。また、水よりも密度が小さい対象物では負、密度が大きい対象物では正というように、水に対する相対値として表わされる。

水の密度は、3.984°C のときが最も大きく 1.0000 g/cm<sup>3</sup> で、氷になると (0°C のとき 0.9167 g/cm<sup>3</sup>) 密度が 1 割近くも小さくなることは良く知られている。しかし、この水の相転移にともなう変化や密度の温度変化は、吸収コントラスト X 線 CT 測定において考慮されてこなかった。これは、吸収コントラスト X 線 CT でこれら変化の可視化を可能する高感度計測が困難なためである。しかし、水の相変化や僅かな密度変化を X 線 CT 法で観察することが可能となれば、生体試料や水

が関与する反応など、現象の理解に向けての貢献が期待できる。さらには、僅かな密度変化に対する X 線 CT 測定でのコントラストの定量的評価は、有機材料や炭素材料など軽元素で構成される物質内の反応や構造変化の理解に有効である。

本研究では、水分子で構成される結晶 (氷、ガスハイドレート) を測定対象とし、放射光を用いた単色 X 線 CT による測定感度の検証実験と、X 線透過率の理論的な比較を行った。その結果の一部と、吸収コントラスト X 線 CT の冷凍食品の測定例に関して紹介する。

## 2. 温度制御下での X 線 CT 測定

物質の状態や構造は、温度変化に伴って変化する。結晶であれば、温度変化に伴う収縮や膨張に伴う密度変化は、結晶構造解析等により高精度な測定が可能である。従って、吸収コントラストの温度変化に伴う変化を理解するうえで、結晶を指標とすることは効果的である。

ガスハイドレートは、水分子の水素結合ネット

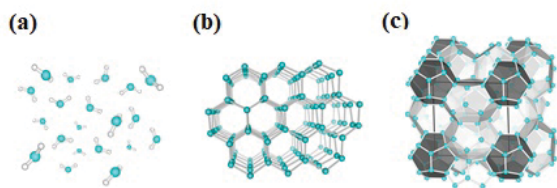


図 1 水分子で構成される物質

(a) 水、(b) 氷、(c) I 型ガスハイドレート

図中の青丸は、水分子中の酸素原子を表している。水 (液体) 以外では、水素原子は省略し、水素結合を実線で図示している。ガスハイドレートの I 型構造は、メタンハイドレートや二酸化炭素ハイドレートの結晶構造で、5<sup>12</sup> 面体 (灰色) と 5<sup>12</sup>6<sup>2</sup> 面体 (白色) の 2 種類のケージで構成されている。

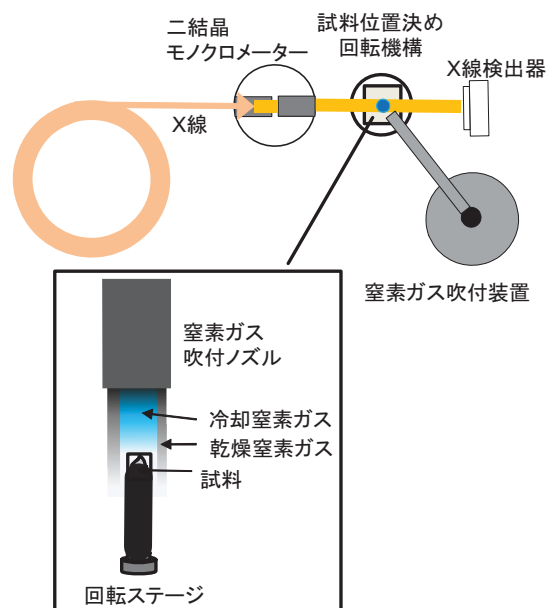


図 2 温度制御下での単色 X 線 CT 計測系



ワークで構成されるかご型構造（ケージ）内に、メタン、二酸化炭素等の様々な原子や分子をゲストとして包接する結晶である。最近では、日本近海の海底に存在する、天然ガスを包接する天然ガスハイドレートが、新たな天然ガス資源として良く知られるようになってきている。ガスハイドレートは、ゲストの種類に応じ、結晶構造や密度は異なるが、結晶の骨格構造が水分子のみで形成されている（図 1）。一般に、ガスハイドレートは氷と同様の低温（ $< \sim 0^{\circ}\text{C}$ ）、もしくは高圧（ $\sim 1\text{ MPa}$ ）環境下に存在する。いずれのゲストの場合も、氷もしくは水と同程度の密度である。X 線 CT 測定におけるガスハイドレートの利点としては、結晶中に包接するゲストの種類を変えることにより、物質としての密度や X 線吸収率が僅かに違う結晶性の物質を提供できる点にある。このため、水と同様にガスハイドレート結晶を X 線吸収コントラストの指標として用いることにより、X 線 CT 画像のグレースケールに基づく物質密度の解析も期待できる。

### 3. 実験方法

測定には、SAGA-LS (BL-07) のマイクロ X 線 CT 装置を用いた<sup>[1]</sup>。測定システムは、試料位置決め・回転機構、画像検出器、試料冷却装置から主に構成される。3 次元測定は、試料を X 線に対して回転して行う（図 2）。X 線吸収率の小さいガスハイドレートの吸収コントラストを向上させるために、10 keV $\sim$ 30 keV 程度のエネルギーの単色 X 線を用いた。

エネルギー：10 keV、単色器：Ge コンパクトモノクロの条件で測定を行った。検出器は、Kenvy2<sup>[2]</sup>（蛍光体：CsI1000  $\mu\text{m}$ 、対物レンズ： $\times 5$  倍、画素数：2048  $\times$  2048、画素サイズ：1.3  $\mu\text{m}$ ）を使用し、カメラ長 3 mm、露光時間：2 秒/枚、投影数：1000 枚/36 度、背景：100 枚で計測した。

試料は、直径 2 mm のポリプロピレン製円筒容器内に封入した。測定中の試料温度の温度制御には、冷却窒素ガスの吹付方式を用い、 $-150^{\circ}\text{C}$  $\sim$ 室温で温度制御が可能である。測定における空間分解能は、数  $\mu\text{m}$  までの微小な気泡等の可視化が可能である。

### 4. 結果および考察

図 3 に示すのは、100 keV までの X 線エネルギー領域における水の線吸収率に対する、氷、メタン

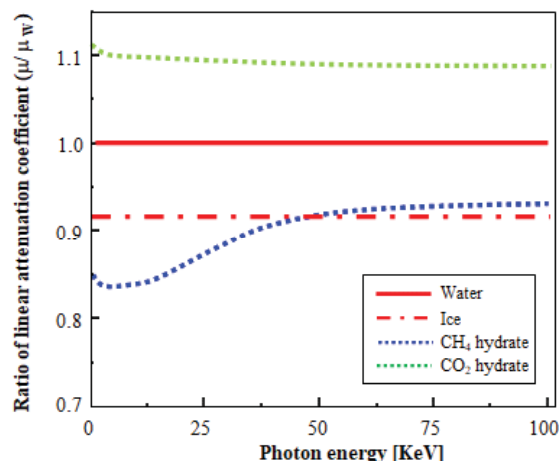


図 3 水に対するガスハイドレートの線減衰係数の X 線エネルギー依存性

対象物質の線吸収係数 ( $\mu$ ) と水の線吸収係数 ( $\mu_w$ ) に対し、CT 値 =  $[(\mu/\mu_w) - 1] \times 1000$  で表せる。図中で水（赤線）との差が大きいほど、高コントラストな測定が可能である<sup>[3]</sup>。

ハイドレート、二酸化炭素ハイドレートの線吸収係数との比を、各結晶構造に基づいて算出した結果である<sup>[3,4]</sup>。この図から、氷と二酸化炭素ハイドレートに関しては、X 線のエネルギーに因らず線吸収係数差が比較的大きく、両者を X 線の吸収コントラスト差から識別し、可視化する可能性が高いということが示唆される。実際、10 keV の単色 X 線を用いて測定した X 線 CT で、両者が明瞭に識別可能であることが示された（図 4）。この結果は、造影剤等を使用することなく、氷と二酸化炭素ハイドレートとを吸収コントラスト X 線 CT で可視化した、初めての成果である<sup>[4]</sup>。しかし、同エネルギーの X 線を用いても、氷とメタンハイドレートの識別はできなかった。また、同様に氷と水との識別も困難であった。しかし今後

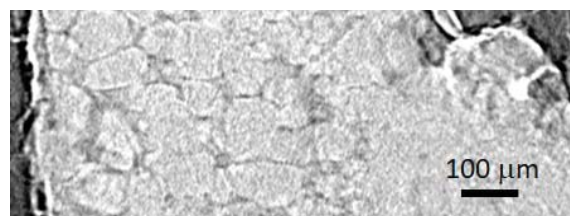


図 4 二酸化炭素ハイドレートの X 線 CT 像  
図中の薄灰色部分が二酸化炭素ハイドレート（高密度領域）、濃灰色部分が氷（低密度領域）、黒色部分が空気に対応。測定は、10 keV で実施。

の測定で、10 keV 程度のエネルギーの X 線で水とメタンハイドレートの共存状態の可視化実験ができれば、両者の識別を可能にできるかもしれない。

図 5 に示すのは、冷凍食品の X 線 CT 観察の結果である。凍結状態と部分的に融解した市販のアイスクリーム、凍結状態と融解した豆腐の X 線 CT 観察結果である。アイスクリームは、氷、気泡、乳脂肪、牛乳や砂糖を含む水分などの凝集体であるが、X 線 CT 像は、微細な気泡だけでなく、氷よりも僅かに密度の大きな領域の存在も測定できている。また、豆腐に関しては、凍結時に観察できる粒界に分布する氷が鮮明に可視化できているが、融解に伴い内部構造が消失しているように見える。食品などの内部構造は、様々な物質の混合体であり、複雑な構造をしている。今回の X 線 CT 測定で観察された定性的な結果だけでなく、X 線画像コントラストを定量的に評価することにより、今後、内部の物質の同定などへの応用も期待される。

## 5. まとめ

X 線 CT 測定において、水は X 線吸収率の基準である。水やその関連物質の高精細な画像の撮影を目指す試みは、X 線 CT 計測技術の向上に資すると考えられる。本稿では、放射光 X 線を用いた吸収コントラスト X 線 CT 法の応用計測として、温度制御環境下での測定手法開発の取り組みに

ついて紹介した。今回の結果の応用として、物質・材料のその場観察やオペランド計測など、今後の展開が期待できる。

## 謝辞

本研究は、九州シンクロトロン光研究センターの F 型課題 (2009086F, 2101143F, 2104030F, 2107062F) のもとで実施した。また、科研費 (20K05440) の助成を受けたものである。

## 参考文献

- [1] A. Yoneyama et al., "Advanced X-ray imaging at beamline 07 of the SAGA Light Source" J. Synchrotron Rad. 28, 1966–1977 (2021).
- [2] A. Yoneyama et al., "Quantitative analysis of the physical properties of CsI, GAGG, LuAG, CWO, YAG, BGO, and GOS scintillators using 10-, 20- and 34-keV monochromated synchrotron radiation" Opt. Mater. Express 398, 11 (2021).
- [2] S. Takeya et al., "X-Ray attenuation and image contrast in the X-ray computed tomography of clathrate hydrates depending on guest species" Phys.Chem.Chem.Phys. 22, 27658-27665 (2020).
- [3] S. Takeya et al., "X-ray Imaging of Clathrate Hydrates as Gas Storage Materials: Absorption Contrast of Low-Density and Low-Absorption Materials Using Energy-Dependent X-ray Computed Tomography" Energy Fuels 36, 10659–10666, (2022).

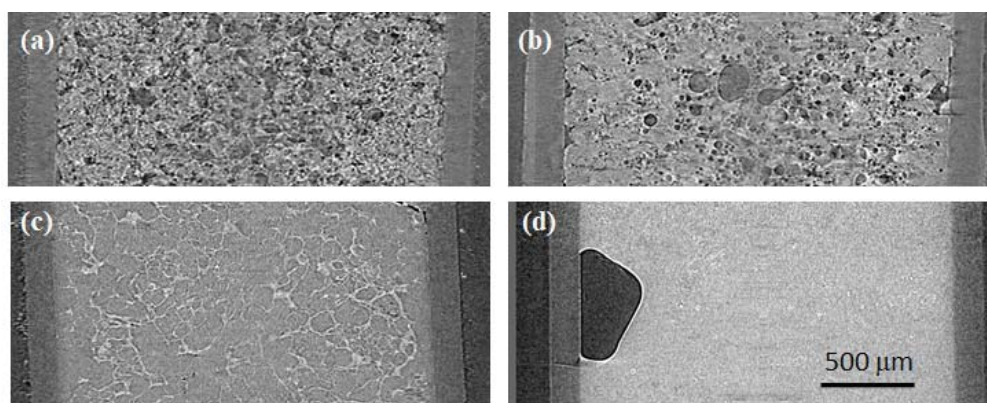


図 5 温度制御下での単色 X 線 CT 計測系

(a) アイスクリーム、(b) 一部融解したアイスクリーム、(c) 凍結させた豆腐、(d) 融解後の豆腐  
図中、濃灰色部分は低密度領域（気体）で、白色部分は高密度領域。測定は、10 keV で実施。直径 2 mm の円筒容器内の試料の縦断面画像で、左右の直線は円筒容器。

## 3 利用促進

2021 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

2021 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。年間延べ営業活動件数(企業等訪問件数)は延べ 164 件。訪問先企業等は製造業を中心に 34 機関であった。その中で研究センターの新規利用につながった件数は 8 件。内訳は企業 5 件、大学 1 件、公設試 2 件で、企業においては新技術の開発や製品の不良発生の原因調査、大学においては化粧品開発、公設試においては、産業の高度化につながる新技術の開発のための研究を目的として利用された。

### 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 2021」(2021 年 8 月 25 日～27 日、26 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。

### 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、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型可変偏光アンジュレータ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。

##### 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

0Tから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( $\pi$ 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)。

2021年度の光源加速器の主な計画的運転停止期間は、例年同様に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。2021年度の光源加速器のユーザー運転時間は1654時間であった。図1に2006年開所以降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開所以降年間運転サイクルに大きな変化はなく、上記、週、日の運転サイクル及び停止期間の条件から光源の運転時間は例年1500時間程度で推移している。

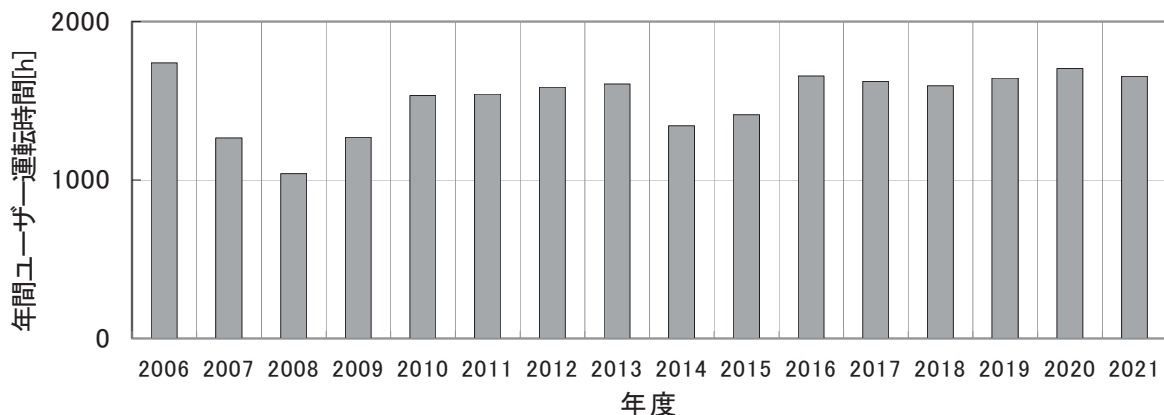


図1 2006～2021 年度年間ユーザー運転時間

### 3. 加速器トラブル

2021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3件、計47.3時間で年間アボート率(アボート時間/ユーザー運転実施時間)は2.6%であった。前年度に比べアボート率は半減した。アボート要因の内訳はリニアック電源立ち上げ異常(0.45 h)、蓄積リング6極電磁石漏水(4.37 h)、リニアッククライストロン故障(42.5 h)であった。このうち、最も大きなトラブルは、リニアッククライストロン故障でこれにより入射が出来なくなった。リニアック高エネルギー側加速管用クライストロンにおいて、朝の立ち上げ時にクライストロンヒーター電流過大インターロックが発生し、調査の結果クライストロン本体の故障が判明し予備品と交換した。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。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運用しており、引き続き課題となっている。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年度を底にしてこれ以降、ばらつきはあるものの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16年が経過し、設備の老朽化対策がますます重要な課題となっており、加速器重要設備について更新の検討を進めている。

### 4. まとめ

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1654時間、アボート率2.6%でユーザー運転が実施された。主なアボート要因はリニアッククライストロン故障であった。加速器重要設備の更新を検討している。

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

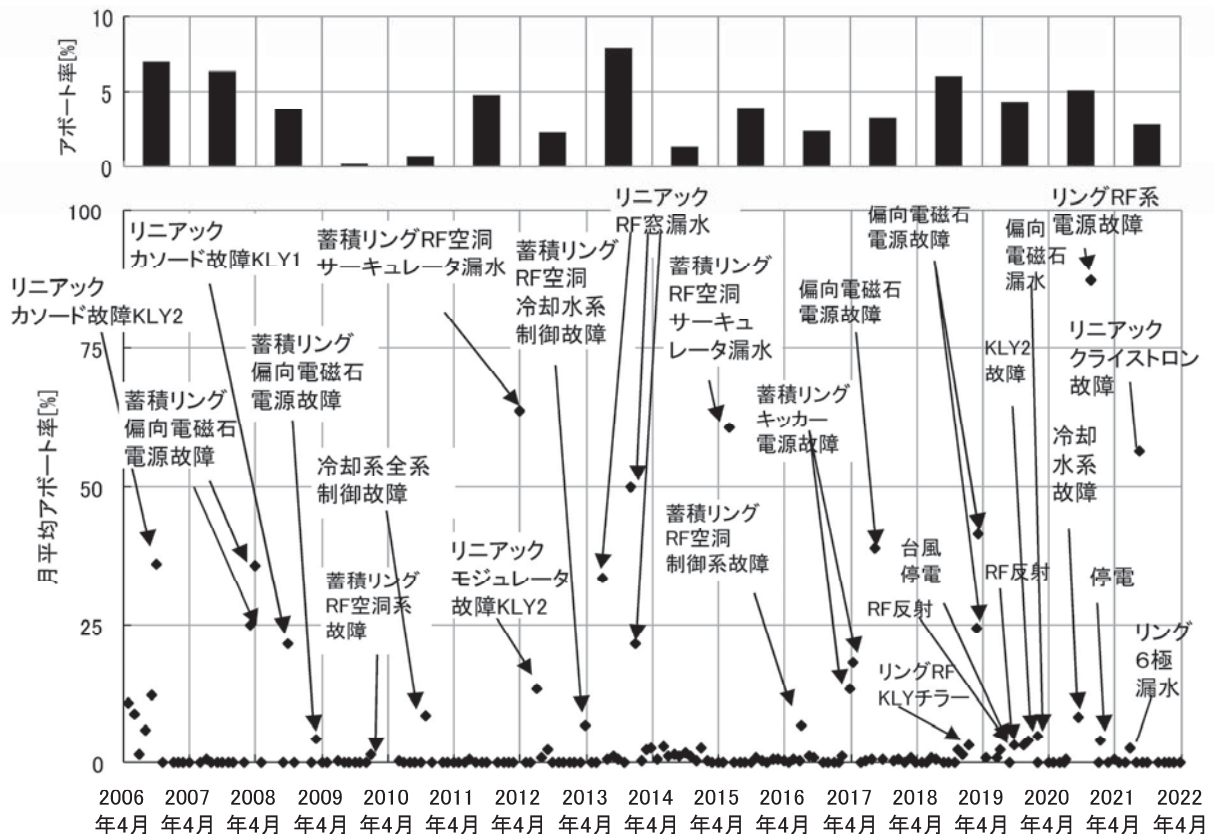


図2 開所以来の年度平均アボート率(上)と月平均アボート率(下)

## 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て2020年度より利用者受け入れを開始し、2021年度には複数の課題が実施された。以下に2021年度に実施した主な機器整備について報告する。

#### (1) BL07 形状可変集光ミラーの導入

放射光の集光によるマイクロビーム形成には反射面を楕円筒形状に精密加工した全反射ミラー2基を組み合わせたKirkpatrick-Baez (K-B) ミラーが広く

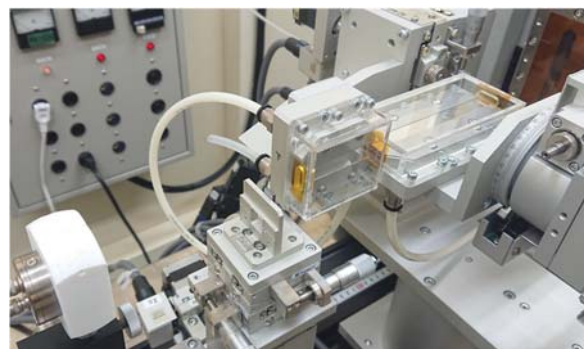


図1 BL07光学ハッチに設置したK-Bミラー用いられている。光源が超伝導ウイグラーであるBL07が得意とする高エネルギー域におけるX線マイクロビーム形成とX線顕微鏡の開発を目指してK-Bミ

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	超伝導ウイグラー (4 T)	5 keV – 35 keV 白色光 (ピーク 8 keV)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ X線イメージング (CT)</li> <li>・ X線回折</li> <li>・ タンパク質 X線回折</li> <li>・ 高エネルギー-XAFS</li> <li>・ 蛍光 X線分析</li> <li>・ 照射 (放射線効果)</li> </ul>
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"> <li>・ 照射 (放射線効果)</li> <li>・ 白色・単色 X線トポグラフィ</li> </ul>
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"> <li>・ 光電子顕微鏡</li> <li>・ 角度分解 X線光電子分光</li> <li>・ NEXAFS</li> </ul>
BL11 局所構造	偏向電磁石	2.1 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ XAFS</li> <li>・ X線小角散乱</li> </ul>
BL12 表面界面	偏向電磁石	40 eV – 1500 eV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ NEXAFS</li> <li>・ X線光電子分光</li> </ul>
BL15 物質科学	偏向電磁石	3.5 keV – 23 keV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ X線回折 (薄膜、粉末)</li> <li>・ X線反射率測定</li> <li>・ 単色 X線トポグラフィ</li> <li>・ XAFS</li> </ul>
BL18 EUV 光照射	偏向電磁石	～ 92 eV	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ EUV 光照射</li> </ul>

ラーを導入した(図1)。図2に焦点位置で測定したマイクロビーム形状の例を示す。水平(横)方向(図2上)・鉛直方向(図2下)ともに約1 $\mu\text{m}$ 幅に集光したX線が得られている。

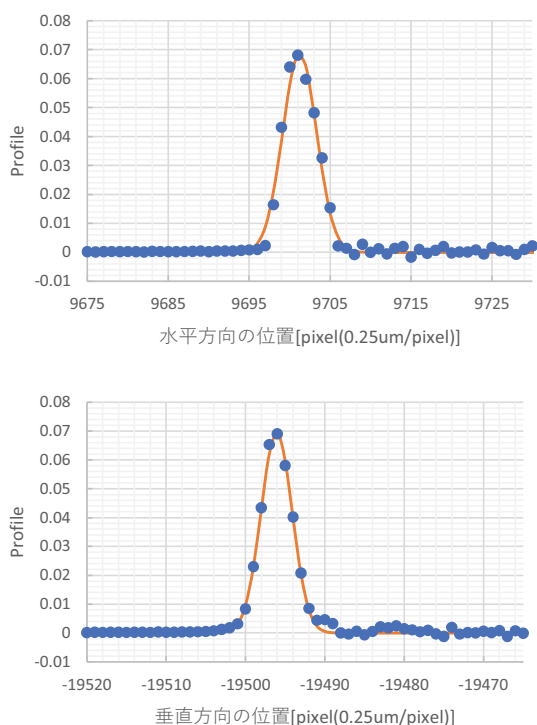


図2 水平方向(上)及び垂直方向(下)のビーム形状

## (2) 波長分散型XAFS測定技術の開発

XAFS測定は光源からのX線に対する分光結晶の角度の走査により吸収スペクトルを取得することが一般的な方法である。しかし、全測定エネルギー域のスペクトルを同時に得ることができないため経時変化を追跡する時分割測定の時間分解能は分光結晶の操作時間で律速される。一方、偏向電磁石光源やBL07のような超伝導ウィグラー光源では水平方向に広がった白色X線が得られるため、一定の曲率で湾曲させた単結晶を分光結晶に用いることにより焦点位置で一定のエネルギー範囲で連続スペクトルを有するX線を形成することが可能である。焦点位置に置かれた試料に入射するX線の進行方向とエネルギーは1対1に対応するため、試料を透過したX線強度の分布を位置敏感検出器で測定することにより全エネルギー範囲での吸収スペクトルを同時に測定することが可能である(Dispersive XAFS、以下DXAFS)。しかしながら、分光結晶を理想的な形状に湾曲させることが難しく

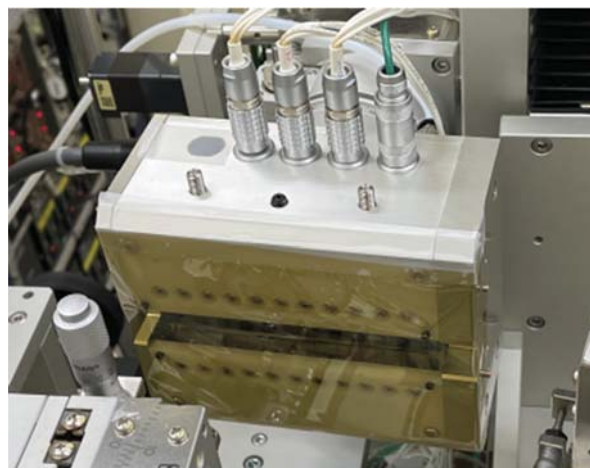


図3 可変集光分光結晶の外観。アクチュエーターが取り付けられた分光結晶本体(厚さ0.5 mm のSi(111)単結晶)は筐体に収納されている。

収差によるスペクトルのゆがみが発生しやすい。そこで、結晶の湾曲形状を精密に制御するため裏面に複数のアクチュエーター(ピエゾ素子)を取り付けた分光結晶(図3)の開発を通じてDXAFSの立ち上げに着手した。

図4はPilatus 100Kを用いて測定した透過光強度プロファイルから導出した $\text{Nb}_2\text{O}_3$ のBN希釈ペレット(上)及びNb箔(下)のXAFSスペクトルであり、NbのK吸収端が明瞭に捉えられるとともにそれぞれのXAFS振動の違いを反映した信号が得られている。今後も、分光結晶の湾曲形状制御の更なる精密化やX線エネルギー較正法等の技術検討を継続的に実施する予定である。

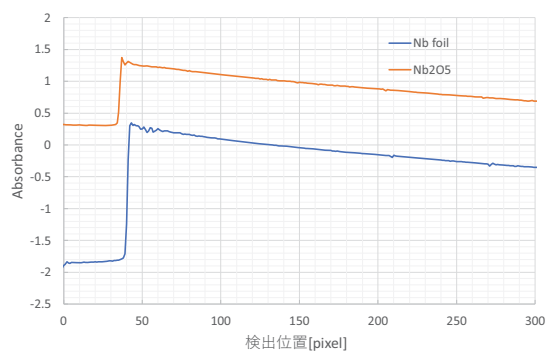


図4  $\text{Nb}_2\text{O}_3$ (上)とNb箔(下)のDXAFSスペクトル

### (3) NEXAFS用蛍光X線検出器

光電子分光と軟X線吸収分光(NEXAFS)の課題実験を受け入れているBL12に全蛍光検出NEXAFS測定用に真空対応蛍光X線検出器(単素子SDD)を導入した。BL12では炭素等の軽元素を対象としたNEXAFS測定が多いため、容易に減衰する低エネルギーの蛍光X線の検出が必要である。軽元素の蛍光X線の検出感度を高めるため、今回導入したSDDは窓材による減衰がないウィンドウレス(窓無し)としている。導入したSDDを用いた測定例として全蛍光収量法によるHOPGのC-K吸収端のNEXAFSスペクトルを図5に示す。

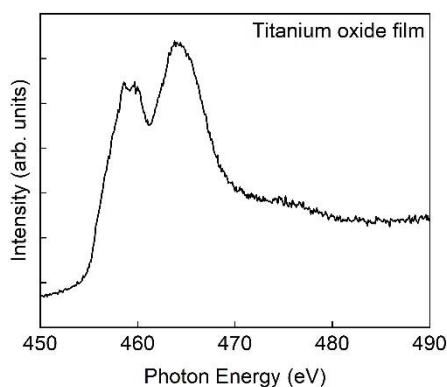


図5 HOPG C-K吸収端のNEXAFSスペクトル

### (4) 光電子顕微鏡装置高電圧電源更新

BL10に設置された光電子顕微鏡(PEEM)装置は導入後十数年が経過しており、電子レンズ及び信号検出系の高電圧電源の経年劣化により不安定性の兆候や表示部の不具合が発生していたため新しい装置に更新した(図6)。更新に際しては、測定操作の半自動化や測定ソフトウェアとの連携等によってPEEMの操作性を向上させるため、LabViewを使用したPC上からの遠隔制御を可能とする機能を持たせた。



図6 更新したPEEM高電圧電源

### (5) 高温加熱器試料ホルダー部材更新

BL09で主に実施されているX線照射とX線トポグラフィの実験でもちいる1500°Cまでの試料加熱に対応した高温加熱器が備えられている。高温になる試料ホルダーや熱電対などの試料周辺部材はモリブデンなどの耐熱材料だが、繰り返し使用するうちに高温による劣化・損傷が顕在化してきた。そこで図7に示すように、これらの試料の周辺部材の更新を行った。



図7 更新したBL09高温加熱器耐熱試料ホルダーと熱電対

## 2. まとめ

上記の通り2021年度を通じて経年劣化への対応を含めて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更新・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。2021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

アンジュレータからの高輝度光を用いるVLSステーションと、偏向電磁石からの紫外・真空紫外光を利用するPGMステーションのエンドステーションは同様の構成である。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。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。

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。2020年度から2021年度計画で、試料マニピュレータおよびクライオスタットの更新を進めている。マニピュレータについては、X, Y, Z, および $\theta$ の4軸をステップモータ駆動とすることにより、試料位置と試料角度をPCから設定し、多数の試料位置条件に対しての自動測定を行う。測定位置の自動調整については、TCP/IPネットワークを介した遠隔測定を実現することも念頭に置いている。また、試料の角度決め精度を向上させるために高剛性型の中空回転導入機(真空光学社製、iRS152)を使用する。クライオスタットは、低振動型クライオスタットへの更新を行う。また、秋季シャットダウン期間においては、前年度から準備していたように、RABS, メタルゲートバルブ、ビームラインシャッター、水冷4象限スリット、ワイヤーモニター、

およびイオンポンプなどの基幹部機器を交換した。

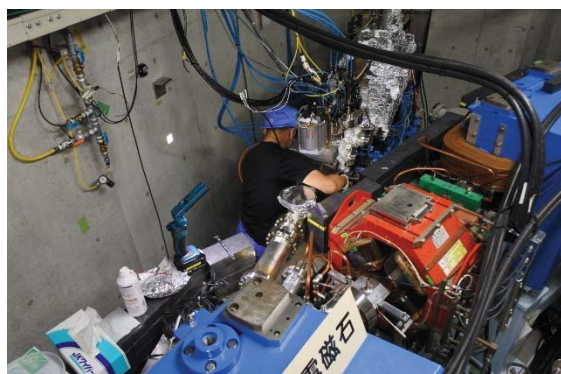


図1. 基幹部機器の交換作業。

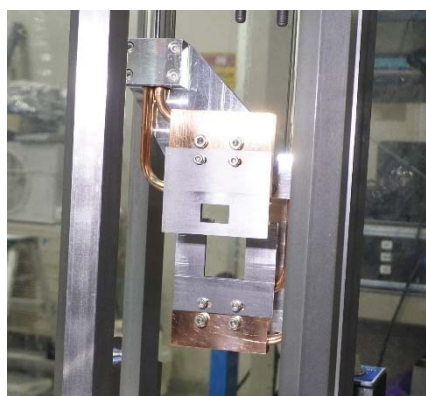


図2. 水冷4象限スリットの改修。

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MgF<sub>2</sub> 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。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、S<sub>2</sub>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を報告している。

### 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、佐賀県とともに行った。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evice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た。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した。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、2021年度は学内他部局3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、Deng Gaofeng、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。

2021年度は、コロナ禍による社会的な影響が続いたものの、BL利用に影響が生じるケースは少なかった。一方、九州大学の超顕微解析研究センターを中心として当センターも参画する学内連携体制によりMEXTマテリアル先端リサーチインフラ事業が開始された。2021年度を準備期間として、2022年度から10年間推進される。本学内の共用機器の実験データをデータサーバーに集積すると共に構造化し、データ駆動科学へ展開することを目指す。当事業の一環として、九大BLのLAN (及び居室) と九大キャンパスとのVPN接続を整備した。これにより、九大BLの実験データを学内に設置したデータサーバーに集積する環境が整った。

### 2. 利用状況及び成果

今年度のユーザー利用件数は、計 42 件であった。その内、XAFS 利用課題 33 件、SAXS 利用課題 9 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ており、利用料収入の増加にも繋がった。また、全体として XAFS の利用割合は高いものの SAXS (及びWAX) の利用が増加した。

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 111 報 (紀要・報告書等含む)、学術会議等での招待講演 41 件、口頭発表 162 件、ポスター発表 153 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 8 件、修士論文 57 件、学部卒業論文 23 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、主に基盤的整備を進めた。試料位置制御のための多軸自動ステージにピーアイジヤパン製ヘキサポッド (H-811.I2V) を新たに導入した。図 1 に簡易的に試料セルを搭載した写真を示す。ヘキサポッドは、6本の直線駆動ステージで天板を支える機構に特徴があり、それぞれの直線駆動量から試料位置を基準として直線X・Y・Zの3軸、及び各直線軸を中心とした回転Rx・Ry・Rzの3軸の計6軸制御が可能なステージである。ステージの回転中心 (座標原点) は、プログラムにより変更できることから、個別の自動ステージを組み合わせた従来の多軸ステージに比べて、GI-SAXS (WAX) 等における試料の精密な傾斜を容易に実現できる。また、搭載する試料セル等の任意の場所に回転中心を設定することも可能である。

X線検出器については、新たにダイレクトイメージセンサーのMiniPIX TPX3 Dual (ADVACAM s.r.o.) を導入した。図 2 に本体の写真を示す。検出器の仕様は、Si : 300  $\mu\text{m}$ 、ピクセルサイズ : 50  $\mu\text{m}$ 、ピクセル数 : 256  $\times$  512 である。X線検出感度は、同じくダイレクトセンサータイプのPILATUSと同水準であることから、散乱X線を高解像度に記録可能である。既設ゴニオメーターに設置してXRDシステムの検出器として活用する計画である。

九大BLの利用でSAXS (及びWAX) が増加傾向にあることを踏まえ、実験架台上に常設していたX線検出器を従来のIP検出器 (AXIS Ultra++, リガク) からPILATUS3 300K (DECTRIS Ltd.) に入れ替え標準検出器とした。PILATUS3は、真空、又はガス置換可

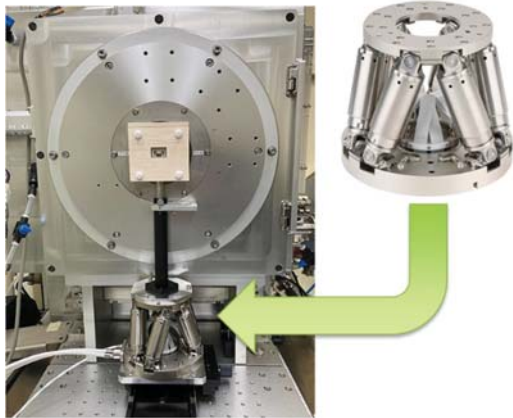


図1 ヘキサポッドの導入

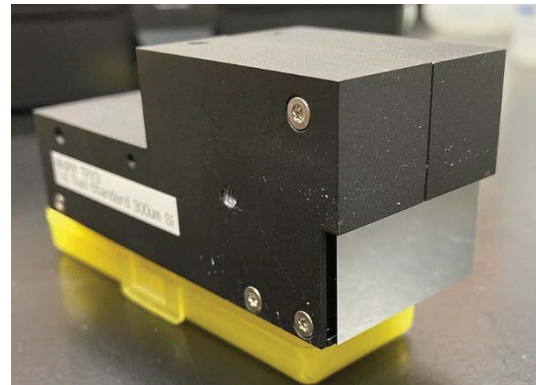


図2 MiniPIX TPX3 1x2 Dual

能なチェンバー内でXZステージ上に設置されており、チェンバーとカメラパスは連結され一体構造となっている。従来は、カメラパスを単独で真空に保持するためカメラパス下流側出口に大口径(直径:300 mm)かつ厚い(約200  $\mu\text{m}$ ) カプトンフィルムを用いていたが、検出器チェンバーとカメラパスを一体構造にして真空(又はHe置換)に保持することでカメラパス出口のフィルムが不要となった。カメラパスを含めた検出系のX線透過率が改善したことにより、散乱X線の検出効率の向上に繋がった。ただし、チェンバー内の検出器前面にはフライングビームストッパー(カプトンフィルム:25  $\mu\text{m}$ )が設置されている。

#### 4. 東北大・九州大 次世代放射光シンポジウム

2023年度の稼働を目指して東北大学の青葉山新キャンパス内に次世代放射光施設(NanoTerasu)が建設中である。次世代放射光の利活用を議論することを目的として、九州大学と東北大学の共催にて「次世代放射光シンポジウム 2021」と題したシンポジウムを2021年8月に開催(ハイブリッド形式)した。当センター及び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を実施主体として、双方のセンター及び大学から関連研究者による講演を行い、次世代放射光の利活用についての議論を活発に行った。

九州大学シンクロトロン光利用研究センター  
 杉山武晴・石岡寿雄・吉岡聰・村山美乃・永長久寛  
 ・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。<sup>[1]</sup> 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 測定を実施出来るように、ウィグラを光源とする BL16 (硬 X 線) と偏向電磁石を光源とする BL17 (軟 X 線) 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分野・手法毎の利用時間推移を図2に示す。

表1 住友電工ビームラインの仕様

	BL16 (硬 X 線)	BL17 (軟 X 線)
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	$2.7 \times 10^{10}$ photons/s @ 7 keV > $10^{10}$ photons/s @ 3.2 keV ~ 11 keV	$3.9 \times 10^9$ 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)

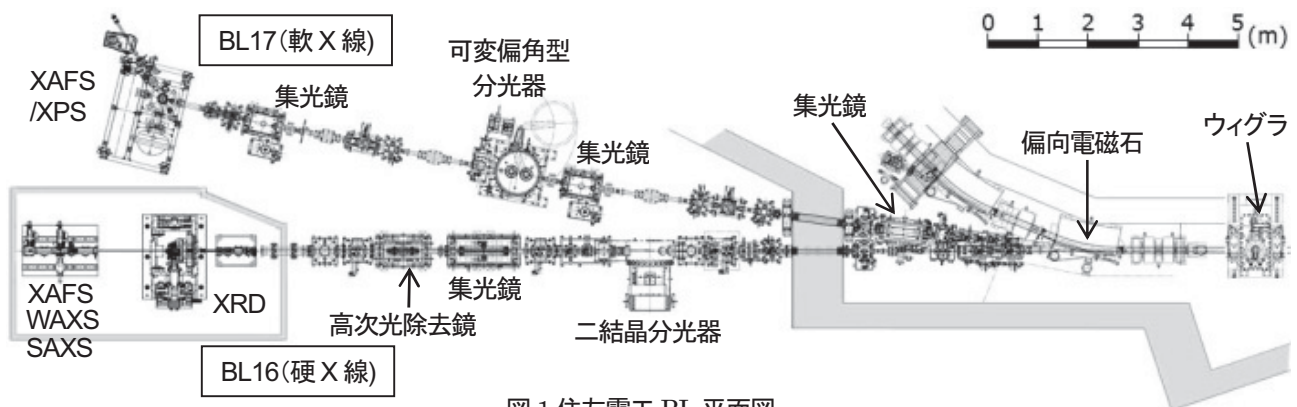


図1 住友電工 BL 平面図

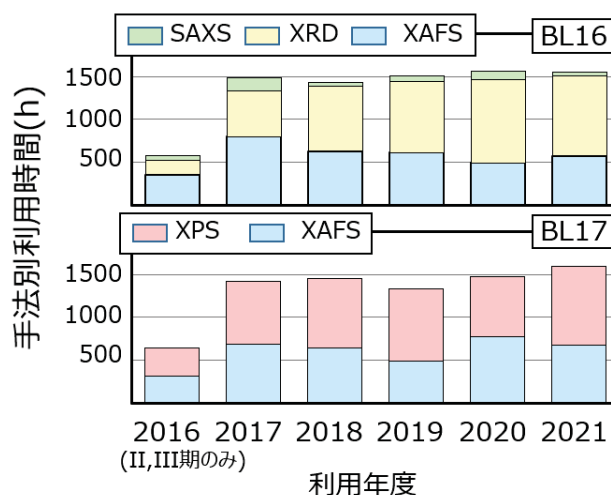
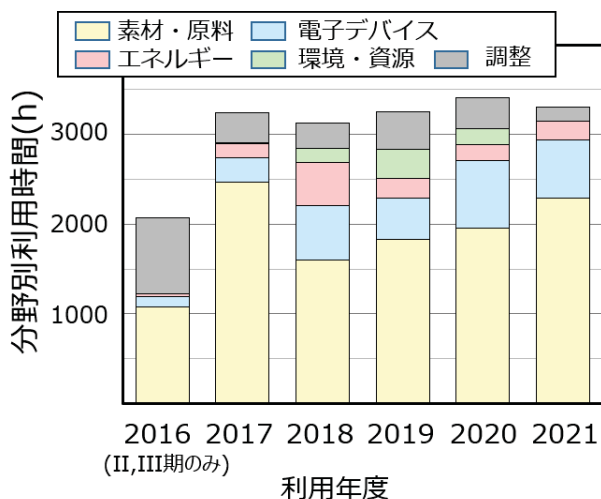


図2 分野・手法別の利用時間推移

2021年度は、供給されたビームタイムの内、95%を利用実験に供しており、残りの5%は期初の立ち上げ調整、新装置の立ち上げ調整、作業員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における回折測定と XAFS 測定の比率が昨年度と比較して同程度であった。これは、昨年度と同様に回折のその場測定等の案件が多い状況が継続しているためである。BL17については、XPS 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での利用増加が要因の一つと考えている。

### 3. ビームラインの整備

光源およびBLに関しては、2021年10月にBL17の分光器のベローズ部分からの真空リークが発生したが、漏れ止め剤による簡易補修を行い、利用を継続することが出来た。2022年10月の停止期間に補修を行う予定である。補修に合わせて、光学素子のオゾンアッシング洗浄を実施する。光源(ウィグラ)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にイメージング用 X 線カメラシステムを導入した。

### 4. イメージング用 X 線カメラシステム

当社は、これまで、超電導線材やリサイクル技術開発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 BL では、その場測定装置を導入し加熱・冷却・引張環境下での XRD・SAXS・XAFS 測定を実施している<sup>[2-5]</sup>。加えて、サンプルの状態やプロセスを可視化したいニーズが顕在化してきた。

測定対象となる線材、樹脂、半導体等多岐の社内ニーズに適したイメージング用 X 線カメラの選定、導入を行った(表 2)。選定に際しては、九州シンクロトロン光研究センター 主任研究員 米山明男様にご協力いただいた。

2種類のカメラは①広視野タイプ、②狭視野/高分解能タイプに区分でき、透視像および CT 測定(その場測定との組み合わせを含む)システムを立ち上げた。

ここでは、①の広視野タイプのカメラシステムを用いた CT 測定例として、スポンジに含まれたアルコールが揮発する様子を観察した事例を紹介する。

表 2 イメージング用 X 線カメラの概要

項目	①広視野タイプ	②狭視野/高分解能タイプ
装置名	Zyla 5.5 HF (ANDOR)	KenVy-2 <sup>[6]</sup>
画素数	2560×2160	2048×2048
画素サイズ	6.5 μm□	1.3 μm□(5倍レンズ) 0.65 μm□(10倍レンズ)
有効視野	16.6 mm × 14 mm	2.6 mm□(5倍レンズ) 1.3 mm□(10倍レンズ)
蛍光体	CsI:Tl(厚さ 150 μm)	CsI:Tl(厚さ 1mm)
フレームレート	100枚/sec	50枚/sec
ダイナミックレンジ	12bit and 16bit	

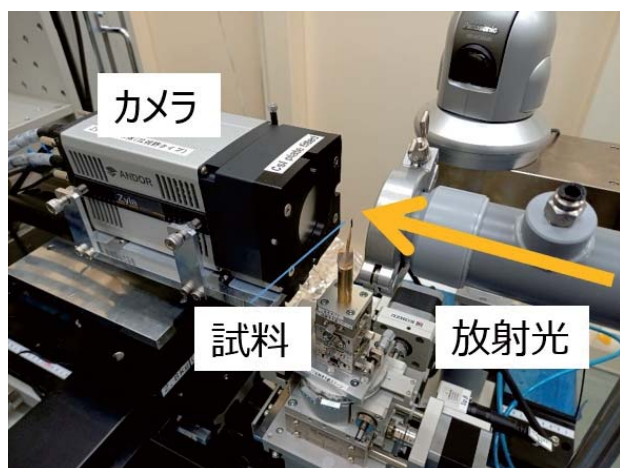


図3 CT測定実験配置



図4 サンプルの外観

図3にCT測定系概要、図4にサンプル写真を示す。試料はスポンジを用い、BL16 下流側架台上の回転ステージ上にセットした。X線の光子エネルギーを15.0 keVとし、高次光除去ミラーは使用せず、分光器を最大強度の50%にdetuneして高次光を除去した。上流側には入射X線強度調整用のアッテネータ(Cu製)を配置している。用いたカメラは①広視野タイプであり、Be窓保護のためAl箔(12 μm)を貼り付けている。CT測定条件は、フルスキャン、投影数601、露光時間0.15 sec(1測定90秒)とし、2分間隔でCT観察を実施した。試料回転と撮像の連動にはPM16Cのトリガ信号を利用した。測定直前にスポンジにアルコールを数滴滴下し、測定を開始した。

図5にアルコール滴下直後から2分間隔で測定した再構成像を示す。滴下直後の再構成像では、スポンジ(白)、アルコール(灰)、大気(黒)とコントラスト良く識別できることがわかる。時間経過と共にアルコールが揮発し、大気のエリアが増えていく様子が確認できる。12分後の再構成像からは、ほとんどのエリアでアルコールが揮発し、大気と同等の輝度を示していることが確認できた。今後は、カメラシステムの信号強度安定性に加え、密度分解能を向上させることを念頭に開発を進める。

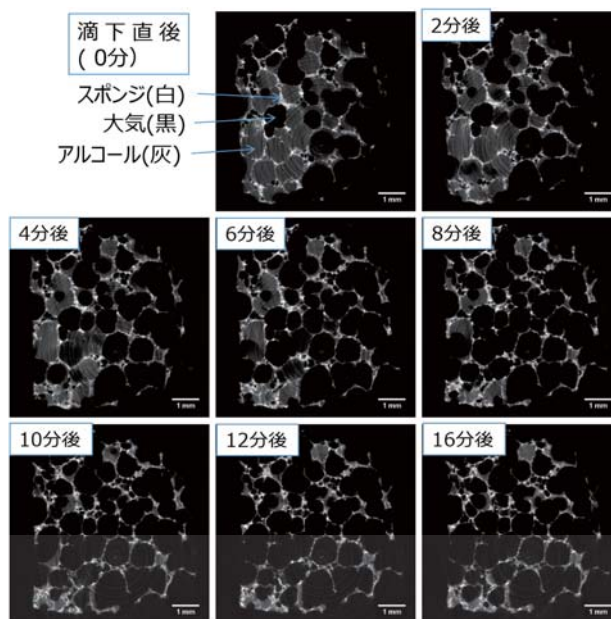


図5 再構成像(アルコール滴下直後から2分間隔で16分後まで測定、図中のスケールバーは1 mm)

## 5. 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, 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, SEI テクニカルレビュー, **199**, 75 (2021).
- [5] 上村重明, 九州シンクロトロン光研究センター年報2020, 33-36 (2022).
- [6] A.Yoneyama *et al.*, J. Synchrotron Rad. **28**, 1966-1977 (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2021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

2021年度実施された研究は、表1のとおりである。

表1 2021年度に実施された研究

課題名	代表者(分担者)
低真空下での軟 X 線吸収分光法による軽元素の分析	小林英一
マイクロン集光 DXAFS 計測系の開発	米山明男
イオン注入 SiC の格子秩序構造と電気特性の関係	石地耕太郎
電子蓄積リングビームプロファイルの高速モニターシステムの開発 <sup>2</sup>	岩崎能尊
チェレンコフチャンネル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。

2021年度に交付決定を受けた研究は1件であった。また2021年度より前に交付決定を受けた研究も含めた実施概要は表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年間の延長承認を受けて実施した。

表2 2021年度実施状況一覧

(2021年度より前に交付決定を受けた研究を含む)

期間	種目	課題名	代表者
2021 ～ 2023 年度	基盤研究 (C)	軌道角運動を運ぶ遷移放射の観測	高林雄一
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



## V 研究会、講習会、合同ワークショップ

### 1. 研究会

#### 1-1 第 15 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：2021年8月23日
- ・開催地：オンライン開催
- ・主催：当研究センター
- ・参加者数：83名
- ・内容：『「産業基盤としての基礎科学の担い手「シンクロトロン光」』を特集に2020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16件であった。

本報告会では、地域における新製品の開発、生産および検証などに用いる技術確立等について議論した。

#### 1-2 第 35 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：2022年1月7日～9日
- ・開催地：オンライン開催
- ・主催：第35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。

### 2. 講習会

#### 2-1 SAGA-LS サマースクール 2021

- ・開催日：2021年8月25日～27日
- ・開催地：当研究センター
- ・主催：当研究センター
- ・参加者数：20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：2021年6月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：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

2021年度の見学者数は、前年度に比べ大幅に増加し663名であった。

また、Web Magazineを2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、前年度から引き続き2021年度についても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(2021年9月24日-10月3日)。開催期間中、延べ2,152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。

2021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。

- 第9回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会
  - ・開催日：2021年5月28日
  - ・開催地：オンライン

- 第30回日本エネルギー学会大会
  - ・開催日：2021年8月4日～5日

- ・開催地：オンライン

- 山口大学物質構造解析研究会
  - ・開催日：2021年8月30日
  - ・開催地：オンライン

- 2021年X線トポグラフィ研究会
  - ・開催日：2021年8月6日
  - ・開催地：オンライン

- 高精度硬X線・ガンマ線偏光計を用いた原子物理・原子核物理実験の検討小研究会
  - ・開催日：2021年8月19日
  - ・開催地：オンライン

- 第15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：2021年8月23日
  - ・開催地：オンライン

- 第82回応用物理学会秋季学術講演会
  - ・開催日：2021年9月10日～13日  
(口頭セッション)
  - 2021年9月21日～23日  
(ポスターセッション)
  - ・開催地：オンライン

- 第40回日本医用画像工学会大会 (AMIT2021)
  - ・開催日：2021年10月13日～15日
  - ・開催地：慶応義塾大学

- UVSOR シンポジウム 2021
  - ・開催日：2021年11月5日
  - ・開催地：オンライン

●第35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：2022年1月7日～9日

・開催地：オンライン

●第3回厳環境下ワイドギャップ素子研究会

・開催日：2022年1月14日

・開催地：オンライン

●第21回国際ナノテクノロジー総合展・技術会議  
(nano tech 2022)

・開催日：2022年1月26日～28日

・開催地：東京ビックサイト

●European Society of Radiology 2022

・開催日：2022年3月1日～5日

・開催地：ウィーン(オーストラリア)、オンライン

●第7回マイクロビームアナリシス研究会

・開催日：2022年3月3日

・開催地：オンライン

●2021年度量子ビームサイエンスフェスタ

・開催日：2022年3月7日～9日

・開催地：オンライン

●日本物理学会第77回年次大会

・開催地：2022年3月17日

・開催地：オンライン

●第69回応用物理学会春季学術講演会

・開催日：2022年3月22日～26日

・開催地：青山学院大学、オンライン

●14th International Conference on Synchrotron  
Radiation Instrumentation

・開催日：2022年3月30日

・開催地：オンライン

## 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、2021年度の受け入れはなかった。

また教育活動の一環として当研究センター研究員が講師となり、九州大学大学院にて特別講義「シンクロトロン光概論」(2021.9.29-30)を行った。

## Ⅶ 委員会

### 1. 委員会の開催

#### ○諮問委員会

- ・期日 2022年2月3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 活動報告（2020年度～2021年度）について

#### ○他機関ビームライン評価委員会

##### 第1回

- ・期日 2021年10月26日
- ・場所 九州シンクロトロン光研究センター
- ・議題 他機関（国立大学法人佐賀大学）ビームラインの評価

##### 第2回

- ・期日 2021年11月18日
- ・場所 九州シンクロトロン光研究センター
- ・議題 他機関（国立大学法人九州大学）ビームラインの評価

### 2. 委員会委員

#### 2-1 諮問委員会

##### ○池田直紀

株式会社SUMCO  
常務執行役員・技術本部

##### ○太田俊明

立命館大学 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 他機関ビームライン評価委員会

##### 第1回

##### ○太田俊明

立命館大学 上席研究員（SRセンター顧問）

##### ○生天目博文

広島大学放射光科学研究センター 教授

##### ○雨宮健太

高エネルギー加速器研究機構  
物質構造科学研究所 副所長

##### ○横谷尚睦

岡山大学  
異分野基礎科学研究所 教授

##### 第2回

##### ○野村昌治

高エネルギー加速器研究機構 名誉教授

##### ○田淵雅夫

名古屋大学シンクロトロン光研究センター  
教授

##### ○野崎浩二

山口大学 大学院創成科学研究科 教授

##### ○工藤 喜弘

ソニーグループ株式会社 R&Dセンター  
Tokyo Laboratory 統括部長

## 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 許認可申請及び届出

2021年度は予防規程の変更を行った。

#### 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：2021年5月24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：22名

(4) 実施日：2021年8月3日

講師：岩崎能尊、立石雄一（当研究センター・放射線取扱主任者、業務委託者・放射線取扱主任者）

受講者：21名

(5) 実施日：2022年1月21日

講師：岩崎能尊、立石雄一（当研究センター・放射線取扱主任者、業務委託者・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 2021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	436
計	456

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。全ての業務従事者について被ばく線量は検出限界未満であった。

### 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

2021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

当研究センターの電力は、丸紅新電力株式会社及び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)

	2020年度	2021年度
電力使用量	4,869,826	4,910,194

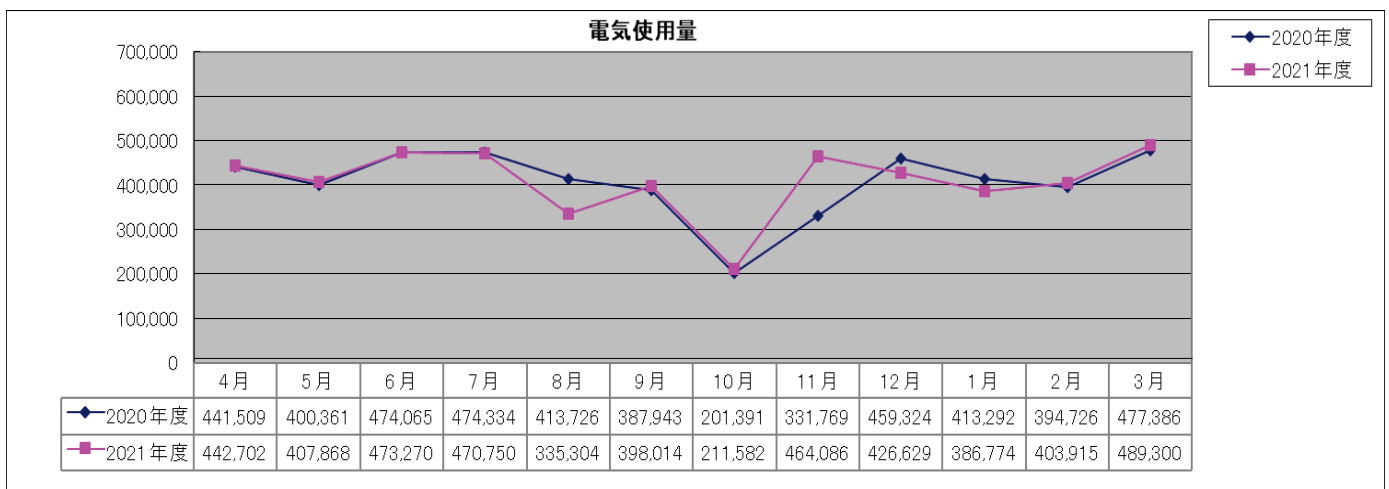


図1 月別電気使用量(単位: kWh)

#### 1-2 水

当研究センターの水道水は、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: m<sup>3</sup>)

	2020年度	2021年度
水道水使用量	6,603	6,510

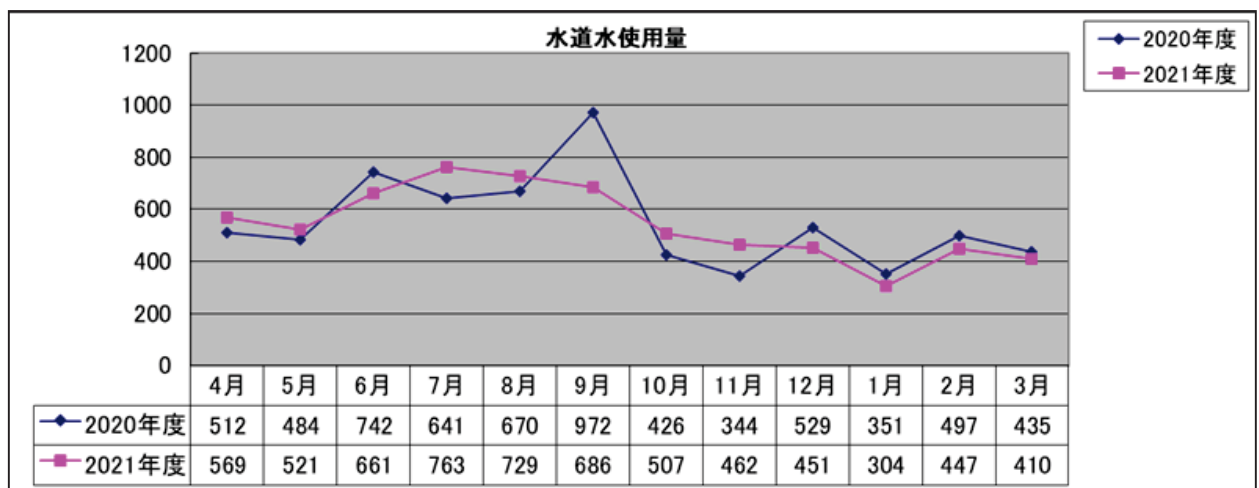


図2 月別水道水使用量(単位: m<sup>3</sup>)

### 1-3 ガス

当研究センターの都市ガスは、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 : m<sup>3</sup>)

	2020年度	2021年度
ガス使用量	99,424	90,359

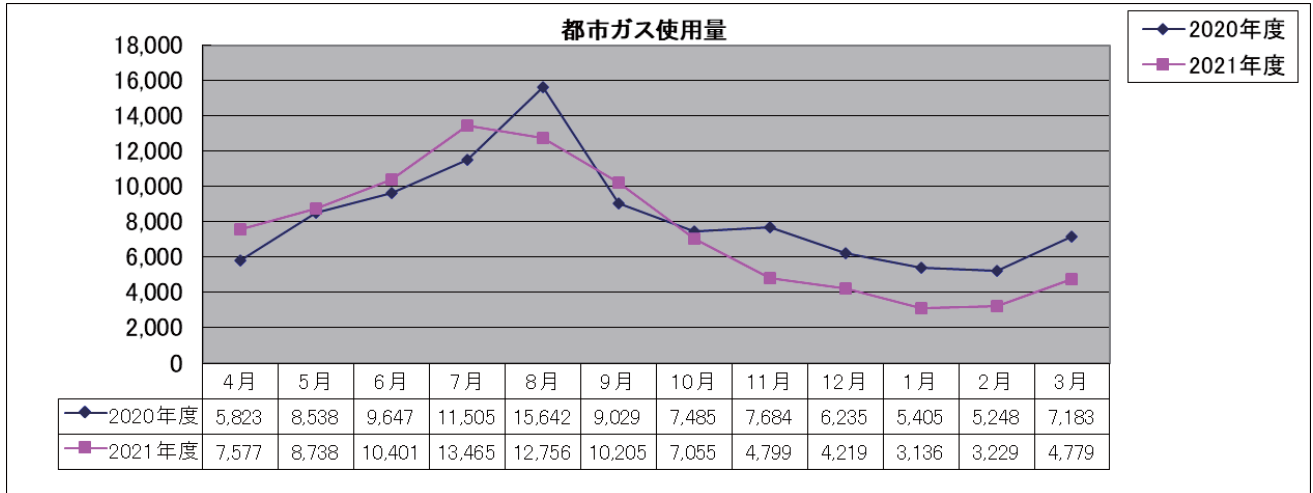


図3 月別都市ガス使用量(単位 : m<sup>3</sup>)

## 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 59 件であった。

#### (1) トライアル利用

1. X 線トポグラフィーによる  $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$  ウエハーの欠陥評価, 株式会社ノベルクリスタルテクノロジー, 榎谷聡士
2. 貴金属を使用しない新しい電池触媒の構造解析, 九州大学 カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所, 中嶋直敏
3. ZnON 薄膜の Zn-K 端 XAFS 測定, 九州大学 プラズマナノ界面工学センター, 藪田久人
4. 希土類イオンが導入された L 型ゼオライトの精密構造および局所構造の解析, 熊本大学大学院 先端科学研究部, 永井杏奈
5. 超音波照射がスクミリンゴガイ (ジャンボタニシ) 生体組織に与える影響, 佐世保工業高等専門学校, 柳生義人
6. 実使用に則して洗浄剤を適用したヒト角層構造の評価, 株式会社ファンケル 総合研究所, 横田麻美
7. X 線 CT による油脂の結晶組織の観察, 岩手大学 理工学部, 吉本則之
8. 放射光 X 線 CT を利用した土、根の非破壊観察の検討, 東北大学大学院 農学研究科, 日高將文
9. X 線吸収分光を利用したカーボン系単原子金属触媒の微細構造の解明, 東京大学大学院 総合文化研究科, 荻原直希
10. 単結晶  $\text{GeSn}$  における角度分解光電子分光法を用いた電子構造の評価, 佐世保工業高等専門学校, 日比野祐介
11. 軟 X 線 XAFS 測定による金属多硫化物電極材

料の微細構造解析, 産業技術総合研究所, 竹内友成

#### (2) 公共等利用

1. 幕末期の蒸気船開陽丸の真鍮製品遺物と三重津海軍所跡の真鍮遺物の化学組成比較, 佐賀大学 田端正明
2. 結晶性高分子材料の静水圧下での広角 X 線回折実験, 九州大学 水素材料先端科学研究センター, 葛西昌弘
3. 塗装木材の X 線イメージング観察, 佐賀県工業技術センター, 久間俊平
4. 幕末期の三重津海軍所跡 (佐賀市) および恵美須ヶ鼻造船所跡 (萩市) の出土銅製品の組成比較: 日本の在来技術と外国技術の違い, 佐賀大学 田端正明

#### (3) 地域戦略利用

1. シンクロトロン光を活用した花き類の県オリジナル品種の育成, 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活用した花き類の県オリジナル品種の育成, 佐賀県農業試験研究センター, 坂本健一郎
3. シンクロトロン光を活用した花き類の県オリジナル品種の育成, 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. 地下鉄構内および屋外大気におけるエアロゾル中 Fe 元素の XANES による化学状態解析, 慶応義塾大学 理工学部応用化学科 奥田知明
2. 真空紫外線蛍光ホログラフィーを用いた軽元素のまわり原子イメージ, 熊本大学産業ナノマテリアル研究所, 細川伸也
3. 圧電性層状ペロブスカイト酸フッ化物中のフッ化物イオンの電子構造と局所構造, 九州大学 工学研究院 応用化学部門, 赤松寛文
4. 新規多元オレフィン系共重合体の結晶構造解析, 大分大学 理工学部, 檜垣勇次



5. 硬 X 線内殻吸収分光によるアモルファス配位高分子固溶体および中空シート型配位高分子の局所構造観測, 沖縄科学技術大学院大学 量子物質科学ユニット, 山神光平
6. 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
7. 超臨界法により合成した酸化物ナノ粒子のその場 XAFS 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, 西堀麻衣子
8. ガスハイドレートの X 線吸収コントラストのエネルギー依存性測定, 産業技術総合研究所, 竹谷敏
9. シアノ架橋を有する機能性金属錯体および配位高分子の粉末 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, 大谷亮
10. F-K および O-K XANES スペクトルを用いた層状ペロブスカイト酸フッ化物中の電子・局所構造解析, 九州大学 工学研究院 応用化学部門, 赤松寛文
11. 両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分子量依存性, 大分大学 理工学部, 檜垣勇次
12. 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
13. 人為的に化学状態を変化させた大気粒子中 Mn および Cu 元素の XANES による化学状態解析, 慶応義塾大学 理工学部応用化学科, 奥田知明
14. 生体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, 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
15. 加熱下でのその場 XAS 測定による  $Mg_{97}Zn_1Gd_2$  合金中溶質原子の局所構造変化の追跡, 九州大学大学院 総合理工学研究院 西堀麻衣子
16. 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, 九州栄養福祉大学 食物栄養学部, 渡邊啓一
17. 発光性配位高分子のアンモニア吸着過程における局所構造観測, 沖縄科学技術大学院大学 量子物質科学ユニット, 山神光平
18. X 線異常散乱法を用いた Ge-S 系ガラス材料の中距離原子構造研究, 熊本大学 産業ナノマテリアル研究所, 細川伸也
19. ガラス表面に成膜した遷移金属元素の XANES 解析, 産業技術総合研究所 ナノ材料研究部門 高機能ガラスグループ 正井博和
20. 有機薄膜の光損傷の XAS によるその場観察 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
21. 電気めっき薄膜中の金属クラスター構造の XAFS 解析, 大阪市立大学 工学研究科, 東野昭太
22. pH 変化により誘導される両双性イオン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
23. ガスハイドレートの X 線吸収コントラストのエネルギー依存性測定 (2), 産業技術総合研究所, 竹谷敏
24. 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(8), 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
25. 熱応答性二次元配位高分子の温度可変粉末 X 線構造解析, 九州大学理学研究院 化学部門 大谷亮
26. 異方的な熱膨張で発光色が変化する二次元配位高分子の粉末 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
27. 加熱下でのその場 XAS 測定による Multi-piezo 機能性セラミックスの局所構造変化の追跡, 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, 二宮翔
28. X 線異常散乱法を用いた Ge-S 系ガラス材料の中距離原子構造研究 II, 熊本大学 産業ナノマテリアル研究所, 細川伸也
29. 国内外の複数地点において採取された大気粒子中金属元素の XANES による化学状態解析, 慶応義塾大学 理工学部 応用化学科, 奥田知明
30. 新規 Na イオン電池用チタン酸化物負極の XRD-XANES の同時測定による充放電反応機構の検討, 山口大学大学院, 創成科学研究科, 喜多條鮎子
31. XAFS による溶液中のポリヨウ素イオンの解析, 九州大学大学院 総合理工学研究院 西堀麻衣子
32. NXAFS を利用した次世代 Li イオン電池用電極材料の電池反応機構の解明, 山口大学大学院 創成科学研究科, 喜多條鮎子

33. Co-L端 XANES スペクトルを用いたペロブスカイトフッ化物中の Co イオンの化学状態解析, 九州大学 工学研究院 応用化学部門, 赤松寛文
34. X 線照射により生じた Ag 種と電子スピン共鳴との相関, 産業技術総合研究所, 正井博和
35. 軟 X 線吸収分光を用いた遷移金属化合物の局所 3d 電子状態観測, 沖縄科学技術大学院大学 量子物質科学ユニット 山神光平
36. 温度可変粉末 X 線構造解析を用いた極性結晶における相転移挙動の解明, 九州大学 理学研究院 化学部門 大谷亮
37. XAFS による液晶中のホルミウムの電子状態観測, 兵庫県立大学大学院 理学研究科, 和達大樹
38. 水/エタノール混合溶液中のポリオキサゾリン/ポリカルボキシベタインメタクリレート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
39. In-situ XAFS による原子精度合金サブナノ粒子の触媒機構解明, 東京工業大学 科学技術創生研究院, 今岡享稔
40. XAFS による金属系レドックスフロー電池材料の電子状態解析, 産業技術総合研究所 省エネルギー研究部門, 朝倉大輔
41. In-situ XANES-XRD 同時測定による  $x\text{LiF}\cdot\text{LiCrO}_2$  混合正極の充放電反応機構の解明, 山口大学大学院 創成科学研究科, 喜多條鮎子
42. 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(9), 株式会社日立製作所 研究開発グループ, 馬場理香
43. 溶液および急速凍結 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, 九州栄養福祉大学 食物栄養学部, 渡邊啓一
44. 抗菌性コーティング膜の前駆液に含まれる金属の構造解析, 産業技術総合研究所 ナノ材料研究部門 高機能ガラスグループ, 正井博和
45. NEXAFS を利用した  $x\text{LiF}\cdot\text{LiCrO}_2$  正極の電池反応機構の解明, 山口大学大学院 創成科学研究科 喜多條鮎子
46. ハロゲン化物イオン電池の電極反応のその場観察, 九州大学 先端物質化学研究所, 猪石篤
- 化学システム工学科, パントンパチャ
2. ダイジョにおける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
3. 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
4. ガラス状模擬特殊鋼製鋼スラグ試料の熔融状態再現性検証, 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
5. 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
6. キラー欠陥自動検査システム構築に向けたパワーデバイス半導体結晶の X 線トポグラフィ法による欠陥評価, 名古屋大学 未来材料・システム研究所, 原田俊太
7. 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
8. 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3), 佐賀大学 農学部 生命機能科学コース, 木村圭
9. X線吸収分光を利用した鉄鉱石中リン化合物の同定, 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
10. 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
11. 三元触媒反応後における多成分系触媒の *ex situ* XAFS 分光分析, 熊本大学大学院 先端科学研究部, 大山順也
12. 金属化学状態に対する熱力学計算との比較による熔融混合酸化物中酸素ポテンシャル推定のための XANES 測定, 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
13. Na イオン二次電池用高電位正極材料の XANES による充放電反応機構解析, 九州大学 先端物質化学研究所, 猪石篤
14. ヒト皮膚角層ラメラ構造の高輝度 X 線による構造解析, 佐賀大学 リージョナル・イノベーションセンター, 徳留嘉寛
15. XAFS 測定によるメタン変換用酸化白金触媒のキャラクタリゼーション, 九州大学大学院 工学研究院 応用化学部門, 高垣敦
16. 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, 前田良輔
17. シンクロトロン光を用いた花きの突然変異育

##### (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

種手法の開発, 大分県農林水産研究指導センター, 渡邊英城

18. 土壤中のカドミウム、ヒ素、鉄、硫黄の化学的動態解析のための XANES 測定の検討, 東北大学大学院 農学研究科, 日高將文
19. 有機無機ペロブスカイトの XAFS 測定, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 飯久保智
20. 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
21. 欠陥自動検査システム構築に向けた SiC パワーデバイス結晶の X 線トポグラフィ法による欠陥評価, 名古屋大学 未来材料・システム研究所, 原田俊太
22. 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

#### (6) 先端創生利用 (長期タイプ)

1. 酸化物系全固体リチウム電池上に生成した電極分布のエックス線吸収のマッピングによる評価 I, 九州大学 先導物質化学研究所, 猪石篤
2. 酸化物系全固体リチウム電池上に生成した電極分布のエックス線吸収のマッピングによる評価 II, 九州大学 先導物質化学研究所, 猪石篤
3. ポリオレフィンのメソスケールの内部構造が及ぼす力学的特性に関する基礎研究 I, 福岡大学 機能・構造マテリアル研究所, パントンパチヤ
4. ポリオレフィンのメソスケールの内部構造が及ぼす力学的特性に関する基礎研究 II, 福岡大学 機能・構造マテリアル研究所, パントンパチヤ
5. ポリオレフィンのメソスケールの内部構造が及ぼす力学的特性に関する基礎研究 III, 福岡大学 機能・構造マテリアル研究所, パントンパチヤ
6. 定速昇温および温度ジャンプを組み合わせることによる高分子結晶の再組織化と相転移現象の X 線小角散乱と X 線広角回折その場観測 I, 山口大学, 野崎浩二
7. 定速昇温および温度ジャンプを組み合わせることによる高分子結晶の再組織化と相転移現象の X 線小角散乱と X 線広角回折その場観測 II, 山口大学, 野崎浩二

#### (7) 先端創生利用 (短期タイプ)

1. 異なる面方位をもつ EFG 酸化ガリウムウエファの 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
2. 異なる面方位をもつ 2 インチ HVPE 酸化ガリウムウエファの 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
3. 4 インチに大口径化した HVPE 酸化ガリウムウエハの 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
4. 4 インチ径 HVPE 酸化ガリウムウエハのキラークラックス欠陥の X 線トポグラフィによる特性解明, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
5. X 線トポグラフィによる  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ウエハの欠陥評価, 株式会社ノベルクリスタルテクノロジー, 榎谷聡士
6. X 線トポグラフィによる改良した 4 インチ径 HVPE 酸化ガリウムウエハのキラークラックス欠陥の特性解明, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
7. 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(II), 九州大学大学院 総合理工学研究院, 檜木野宏
8. X 線トポグラフィによる  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ウエハの欠陥評価, 株式会社ノベルクリスタルテクノロジー, 榎谷聡士
9. 有機分子結晶から調製した規則性高分子および炭素材料の粉末 X 線回折による結晶構造解析, 東北大学 多元物質科学研究所, 吉井丈晴
10. RF スパッタ法で作製した窒化物圧電薄膜のエックス線吸収微細構造解析, 産業技術総合研究所センシングシステム研究センター, 上原雅人
11. Ti 基板上に成膜した導電性ナノダイヤモンド薄膜の二酸化炭素の電気化学還元特性と化学結合構造の相関の解明, 九州大学大学院 総合理工学研究院, 檜木野宏
12. 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 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, 児島一聡
13. (100), (010), (-201), (001) 面方位の最高品質垂直ブリッジマン成長ベータ型酸化ガリウムウエハの 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. X線トポグラフィーによる $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ウエハーの欠陥評価, 株式会社ノベルクリスタルテクノロジー, 榎谷聡士
15. サファイア基板上のヘテロエピタキシャルダイヤモンド結晶のX線トポグラフィー観察, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
16. 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 2, 株式会社不二WPC, 熊谷正夫
17. X線トポグラフィーによるハーフインチ径HVPE酸化ガリウムウエハーのキラ欠陥の特性解明, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠
18. X線トポグラフィーによる $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ウエハーの欠陥評価, 株式会社ノベルクリスタルテクノロジー, 榎谷聡士
19. X線トポグラフィーによるHVPE酸化ガリウムウエハーのライン状表面欠陥の特性解明, 佐賀大学大学院 理工学研究科, 嘉数誠

## 2. 発表論文

### 2-1 利用者

1. Junjun Jia, Shimpei Iwasaki, Shingo Yamamoto, Shin-ichi Nakamura, Eisuke Magome, Toshihiro Okajima, and Yuzo Shigesato, “Temporal Evolution of Microscopic Structure and Functionality during Crystallization of Amorphous Indium-Based Oxide Films”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13, 31825-31834 (2021).
2. Naoki Sanoodo, Tomohisa Kato, Yoshiyuki Yonezawa, Kazutoshi Kojima and Yuji Matsumoto, “Vapor-liquid-solid growth of 4H-SiC single crystal films with extremely low carrier densities in chemical vapor deposition with a Pt-Si alloy flux and X-ray topography analysis of their dislocation propagation behaviors”, *Crystal Engineering Communications*, 23, 5039 (2021).
3. Shuichiro Baba, Tomohiro Hamasaki, Kazutaka Sawada, Ryo Orita, Yukio Nagano, Kei Kimura, Masatoshi Goto, Genta Kobayashi, “Breeding sake yeast and identification of mutation patterns by synchrotron light irradiation”, *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 132, 265-270 (2021).
4. Son Dinh Le, Shun Nishimura, “Selective hydrogenation of succinic acid to gamma-butyrolactone with PVP-capped CuPd catalysts”, *Catalysis Science & Technology*, 12(4), 1060-1069 (2021).
5. 久間俊平, 田栗有樹, 帆秋圭司, 平井智紀, 矢野昌之, 福元豊, “生物由来ナノファイバーを含有する水性塗料の耐候性向上”, *塗装工学*, 56(10), 381-388 (2021).
6. Yasuaki Tokudome, Gowsihan Poologasundarampillai, Koki Tachibana, Hidenobu Murata, Amy J. Naylor, Akio Yoneyama, Atsushi Nakahira, “Curable Layered Double Hydroxide Nanoparticles-Based Perfusion Contrast Agents for X-Ray Computed Tomography Imaging of Vascular Structures”, *Advanced NanoBiomed Research*, 2(2), 2100123(1-8) (2021).
7. R. Ohtani, Y. Anegawa, H. Watanabe, Y. Tajima, M. Kinoshita, N. Matsumori, K. Kawano, S. Yanaka, K. Kato, M. Nakamura, M. Ohba, S. Hayami, “Metal complex lipids for fluid-fluid phase separation in co-assembled phospholipid membranes”, *Angewandte Chemie International Edition*, 60, 13603-13608 (2021).
8. R. Ohtani, H. Yoshino, J. Yanagisawa, H. Ohtsu, D. Hashizume, Y. Hijikata, J. Pirillo, M. Sadakiyo, K. Kato, Y. Shudo, S. Hayami, B. L. Ouay, M. Ohba, “Flexibility control of two-dimensional coordination polymers by crystal morphology: Water adsorption and thermal expansion”, *Chemistry a-European Journal*, 27, 18135-18140 (2021).
9. 高村武二郎, 窪田真喜, 奥田延幸, “シンクロトロン光照射によるトウガラシ‘香川本鷹’の変異個体誘発”, *香川大学農学部学術報告*, 74, 1-4 (2022).
10. Hirotaka Yamaguchi, Shinya Watanabe, Yu Yamaoka, Kimiyoshi Koshi and Akito Kuramata, “Mechanical properties and dislocation dynamics in  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 61, 045506

- (2022).
11. S. Shikata, K.Miyajima and N.Akashi, "Analysis method of diamond dislocation vectors using reflectance mode X-ray topography", *Diamond and Related Materials*, **118**, 108502 (1-10) (2021).
  12. K. Kouda, Y. Sato, M. Takeuchi, H. Takahashi, and S. Shikata, "Forbidden X-ray diffraction of highly B doped diamond substrate", *Japanese Journal of Applied Physics*, **60**, 071002 (1-6) (2021).
  13. Hajime Yamamoto, Haruna Aizawa, Ikuya Yamada, Kaoru Toda, Atsushi Tanaka, Masaki Azuma, Yuki Sakai, Takumi Nishikubo, and Hiroyuki Kimura, "Crystal Structures and Electronic States of High-Pressure Synthesized (1-x)PbVO<sub>3</sub>-xBiCrO<sub>3</sub> Solid Solutions", *Journal of Asian Ceramic Societies*, **9**, 1147-1153 (2021).
  14. Sayleap Sdoeung, Kohei Sasaki, Katsumi Kawasaki, Jun Hirabayashi, Akito Kuramata, and Makoto Kasu, "Probe-induced surface defects: Origin of leakage current in halide vapor-phase epitaxial (001) β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schottky barrier diodes", *Applied Physics Letters*, **120**, 092101 (2022).
  15. Sayleap Sdoeung, Kohei Sasaki, Katsumi Kawasaki, Jun Hirabayashi, Akito Kuramata, Toshiyuki Oishi, and Makoto Kasu, "Line-shaped defects: Origin of leakage current in halide vapor-phase epitaxial (001) β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Schottky barrier diodes", *Applied Physics Letters*, **120**, 122107 (2021).
  16. Junya Ohyama, Daiki Abe, Airi Hirayama, Hiroki Iwai, Yuka Tsuchimura, Kazuki Sakamoto, Momoka Irikura, Yuri Nakamura, Hiroshi Yoshida, Masato Machida, Shun Nishimura, Tomokazu Yamamoto, Syo Matsumura, and Keisuke Takahashi, "Selective Oxidation of Methane to Formaldehyde over a Silica-Supported Cobalt Single-Atom Catalyst", *The Journal of Physical Chemistry C*, **126**, 1785 (2022).
  17. Ali M. Ali, Mohamed Egiza, Koki Murasawa, Hiroaki Sugita, Tanja Deckert-Gaudig, Volker Deckert, and Tsuyoshi Yoshitake, "Effects of substrate temperature and intermediate layer on adhesion, structural and mechanical properties of coaxial arc plasma deposition grown nanodiamond composite films on Si substrates", *Surface & Coatings Technology*, **417**, 127185 (2021).
  18. Kazuya Idemitsu, Keisuke Yoshida, Yaohiro Inagaki & Tatsumi Arima, "Speciation by XANES of Copper migrated into Compacted Bentonite Using Electromigration Techniques", *MRS Advances*, **Vol.6 Issue 4**, 80-83 (2021).
  19. Hirotoshi Yamada, Naoki Morimoto, Hyosuke Mukohara, Tomonori Tojo, Sei-ichi Yano, Eisuke Magome, Takao Morimura, Raman Bekarevich, Kazutaka Mitsuishi, "Concerted influence of microstructure and adsorbed water on lithium-ion conduction of Li<sub>1.3</sub>Al<sub>0.3</sub>Ti<sub>1.7</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>", *Journal of Power Sources*, **511**, 230422 (2021).

## 2-2 加速器グループ

1. Y. Hikosaka, P. Lablanquie, T. Kaneyasu, J. Adachi, H. Tanaka, I. H. Suzuki, M. Ishikawa, and T. Odagiri, "Super-Coster-Kronig decay of Kr 3p core-hole states studied by multielectron coincidence spectroscopy", *Physical Review A*, **103**, 043119 (2021).
2. Y. Hikosaka, T. Kaneyasu, M. Fujimoto, H. Iwayama & M. Katoh, "Reply to 'Comment on "Coherent control in the extreme ultraviolet and attosecond regime by synchrotron radiation"'", *Nature Communications*, **12(3782)** (2021).
3. Yu.A.Goponov, R.A.Shatokhin, K.Sumitani, Y.Takabayashi, I.E.Vnukov, "Diffracted transition radiation as a new diagnostic tool for relativistic electron beam emittance", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, **996(21)**, 165132 (2021).

4. A.V.Berdnichenko, R.A.Shatokhin, Y.Takabayashi, I.E.Vnukov, “Observation of parametric X-ray radiation for the asymmetric Laue geometry”, *Physics Letters A*, **409**, 127537 (2021).
5. Y Hikosaka, P Lablanquie, T Kaneyasu, J Adachi, H Tanaka, I H Suzuki, M Ishikawa and T Odagiri, “Auger cascade initiated by the Coster-Kronig transition from the Kr 3p core-hole states”, *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics*, **54(18)** (2021).
6. Shigeru Koda, Yuichi Takabayashi, Tatsuo Kaneyasu and Yoshitaka Iwasaki, “Investigation of edge radiation intensification effect generated by periodic alignment of three-pole wigglers”, *Japanese Journal of Applied Physics*, **61(3)** (2022)
- Takakuwa, “Upper arm posture during human embryonic and fetal development”, *Anatomical record* (Hoboken, N.J. : 2007) (2021).
5. A. Yoneyama, S. Takeya, T. T. Lwin, D. Takamatsu, R. Baba, K. Konishi, R. Fujita, K. Kobayashi, A. Shima, M. Kawamoto, H. Setoyama, K. Ishiji and Y. Seno, “Advanced X-ray imaging at beamline 07 of the SAGA Light Source”, *Journal of Synchrotron Radiation*, **28(26)** (2021).
6. Kotaro Ishiji, Masashi Kato & Ryuichi Sugie, “Characterization of Defect Structure in Epilayer Grown on On-axis SiC by Synchrotron X-ray Topography”, *Journal of Electronic Materials*, **51**, 1541–1547 (2022).
7. Yasuaki Tokudome, Gowsihan Poologasundarampillai, Koki Tachibana, Hidenobu Murata, Amy J. Naylor, Akio Yoneyama, Atsushi Nakahira, “Curable LDH Nanoparticles Based Perfusion Contrast Agent for X-ray CT imaging of Vascular Structure”, *Advanced NanoBiomed Research*, **2(2)**, 2100123 (2022).
8. K.Ishiji, T.Fujii, T.Araki, T.Fukuda, “Observation of defect structure in ScAlMgO4 crystal using X-ray topography”, *Journal of Crystal Growth*, **580(15)**,126477 (2022).

## 2-3 ビームライングループ

1. Fabio Iesari, Hiroyuki Setoyama and Toshihiro Okajima, “Extracting Local Symmetry of Mono-Atomic Systems from Extended X-ray Absorption Fine Structure Using Deep Neural Networks”, *Symmetry*, **13(6)**, 1070 (2021).
2. Thet-Thet-Lwin, Akio Yoneyama, Shogo Kokubo, Hiroko Maruyama, Kazuyuki Hyodo, Tohoru Takeda, “White matter imaging of ethanol-fixed rat brain by phase-contrast X-ray computed tomography”. *Acta radiologica* (Stockholm, Sweden : 1987), 2841851211030776-2841851211030776 (2021).
3. Kumiko Konishi, Ryusei Fujita, Keisuke Kobayashi, Akio Yoneyama, Kotaro Ishiji, Hiroyuki Okino, Akio Shima, and Toru Ujihara, “In-operando x-ray topography analysis of SiC metal–oxide–semiconductor field-effect transistors to visualize stacking fault expansion motions dynamically during operations”, *Journal of Applied Physics*, **130**, 145703 (2021).
4. Yosuke Kumano, Sayaka Tanaka, Rino Sakamoto, Toru Kanahashi, Hirohiko Imai, Akio Yoneyama, Shigehito Yamada, Tetsuya

## 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	25

## 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. 2020 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 2020

# 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)

2021 年度の決算額は、収入が前年度比 29,785 千円増の 607,710 千円、支出が前年度比 33,904 千円増の 609,713 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	2020 年度	2021 年度
収 入	577,925	607,710
受託料等収入	505,518	531,167
資産運用収入	10	5
施設利用料収入等	69,859	75,692
雑収入	548	774
他会計繰入金収入	1,990	72
支 出	575,809	609,713
人件費	197,381	200,768
謝金	1,390	1,574
旅費	4,378	4,109
庁費	347,125	379,011
公租公課	21,964	22,145
他会計繰入金支出	1,990	72
固定資産購入	1,581	2,034
収支差額	2,116	△2,003



## 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。

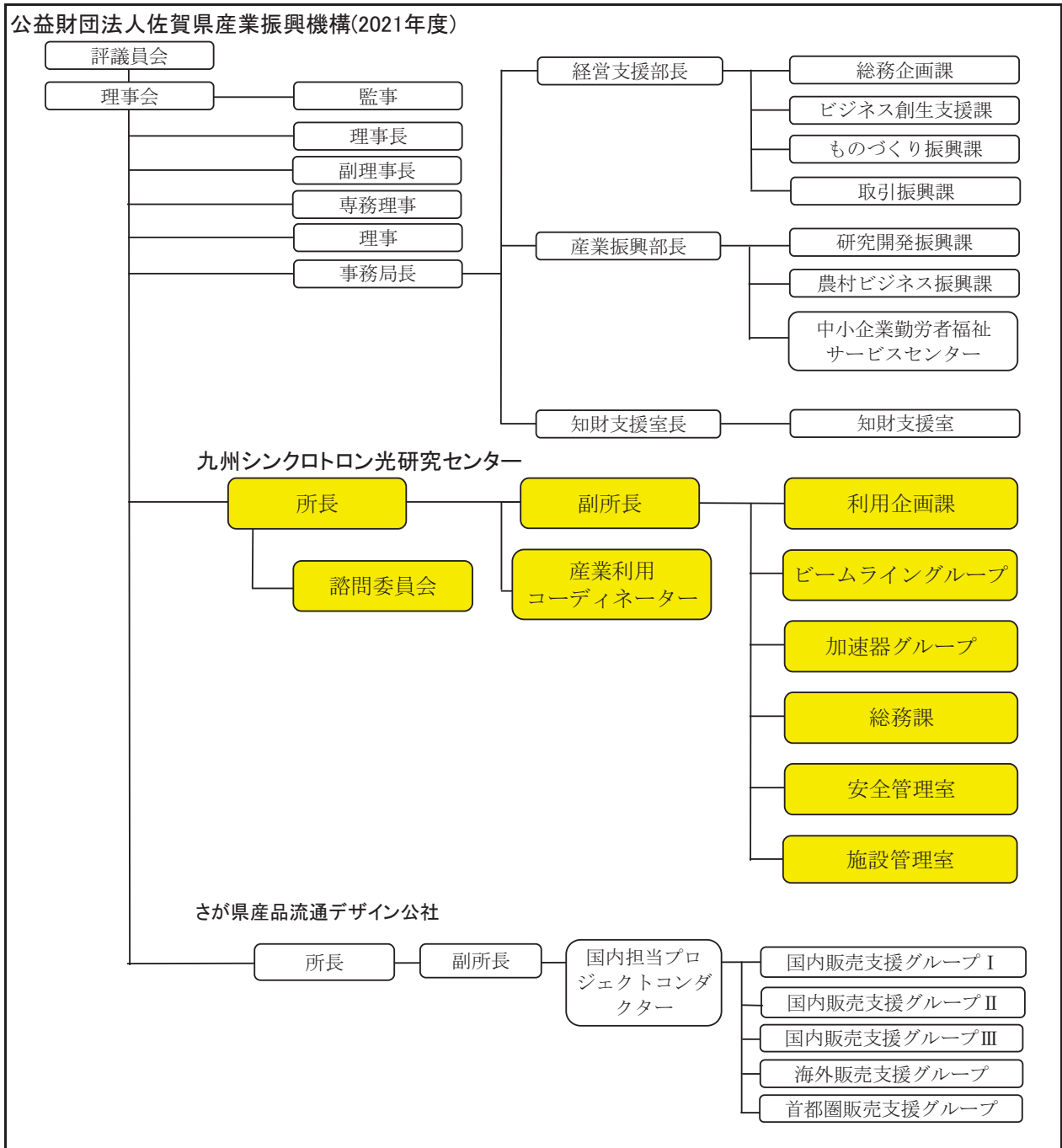


図1 組織図

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	前田 英明		
産業利用コーディネーター	鈴木 直幸		
<b>利用企画課</b>			
課長	富永 剛		
副課長（兼安全管理室）	石橋 英明		
副主査（兼安全管理室）	田中 慎一		
常勤嘱託	石郷岡 美香		
常勤嘱託	古賀 加奈子		
<b>総務課</b>			
課長		石井 正宏	
主査		竹原 伸子	
副主査（兼施設管理室）		福島 慶一	
常勤嘱託		小川 由紀	
常勤嘱託		藤田 加津子	
<b>ビームライングループ</b>			
グループ長	廣沢 一郎		
副グループ長（兼安全管理室）	米山 明男		
副グループ長（兼安全管理室）	河本 正秀		
主任研究員（兼施設管理室長）	小林 英一		
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（兼施設管理室）	馬込 栄輔		
<b>安全管理室</b>			
		7名兼任	
<b>施設管理室</b>			
		非常勤嘱託	
		他6名兼任	
		大澤 薫弘	
<b>加速器グループ</b>			
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[袖比インター]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 2021

2023 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