

佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター
SAGA Light Source (SAGA-LS)
年報 2023

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



当センター、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（略称：SAGA-LS））は、1999年に運営の骨格となる計画書が制定され、2006年2月より利用者の皆様の受け入れを開始しています。当センターのHPの（SAGA-LSについて＞目的）欄に地域産業の振興をはじめとする5項目からなる当センターの目的を記載していますが、これらはこの計画書制定時に策定されたものです。初期の運営においては、県立の試験研究機関の皆様に当センターを積極的に利用していただき地域産業への貢献の突破口にしようと試みました。2019年度からは「産業利用コーディネーター」の役職を設け、主に県内の企業の皆様の訪問させていただき、技術的な問題点の聞き取りなどを通じて当センターの利

用につなぐ活動を行っています。飛躍的に多くの地域産業との接点を見出せるような特別な手法は存在しないと考えていますが、常に様々な活動を模索しながら運営を進めています。

2023年度には、特筆すべきいくつかの運営上の変化がありました。まず、私たち佐賀県産業振興機構が2022年度に改めて当センターの指定管理者として再選定され、2023年度より新たな運営をスタートさせたことです。新たな指定期間は2032年3月までの10年間です。当センターの設立時においては、技術面、安全管理面での継続的な活動が不可欠であるとの考え方から「当センター廃止の日まで」との条件で指定管理者として選定されていたのですが、指定管理者制度の主旨のひとつである定期的な見直しの重要性にも顧慮された結果として再度の選定が行われました。詳細は2022年度の年報の巻頭言をご覧ください。

もうひとつの特筆事項は、2024年1月15日に当センターの運営について議論を重ねてこられた「九州シンクロトロン光研究センターサービス向上委員会」より報告書「佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター評価報告書」が県の産業労働部に提出されたことです。同委員会は当センターの「運営に関する評価の客観性及び信頼性を確保し、効率的で質の高いサービスの提供を推進するため（佐賀県HPより）」に2022年1月12日に佐賀県によって設置されたものです。委員には以下の皆様に就任していただきました（敬称略、身分は報告書提出時）。

委員長	松尾 弘志	（松尾弘志法律事務所 弁護士）
委員	池田 直紀	（株式会社 SUMCO 上席技監）
委員	國枝 秀世	（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 所長）
委員	津留 保夫	（津留公認会計士事務所 公認会計士・税理士）
委員	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 エレクトロニクス・製造領域長補佐）

同委員会では委員長に科学技術がご専門ではない松尾弁護士に就任していただいています。これは評価の客観性が非常に重視されたことの表れだと考えていますが、科学技術を基盤とする当センターの運営を評価するために、委員会では当センターの技術面からの現状把握などの専門性の高い部分についても出来る限り踏み込む運営が行われ、委員会の開催は合計 10 回にも及びました。報告書では、利用者の皆様からのご意見聴取や当センターの PR の手法など、改善すべき点のご指摘も数多く賜りましたが、一方で当センターが農業分野へ進出していることへの評価、佐賀大学をはじめとする学界との協業の一層の推進や研究員の確保等を通じた施設の充実など、運営にあたっての大きな後押しになるような提言もいただいたと認識しております。

2023 年度は、改めて指定管理者に選定されたことを契機として、利用制度も変更しております。特筆すべき変更点は、もっとも上位の利用区分を「県内」「県外」別としたことです。利用制度の上からも佐賀県の施設であることを改めて明示したと言えますが、県内の利用者の皆様には、むしろ利用制度の枠を越えた当センター研究員との共同研究のような形態での支援を推進していきたいと考えています。県立の試験研究機関の皆様ともセンター開所時のような密な交流をもち、共同研究等を通じた新たな研究テーマの発掘にも努めています。

一方でシンクロtron光を利用した活動には研究基盤としての幅広い裾野が必要で、このためには県外を含む多くの皆様にご利用いただく事が重要になります。この「県内」「県外」のバランスをどのようにとっていくかは今後の大きな課題と認識しています。今回の利用制度にはこの点を考慮して以下のような制度や運用上の指針を設けています。

- 九州・沖縄地区の公的試験研究機関の利用は県内の利用枠で扱う

- 県内の大学、企業、公的試験研究機関との共同研究での利用は県内の利用枠で扱う

- 県外の利用者の皆様に対しても特定の研究分野の研究については安価な利用枠を設ける

(2023 年度については、半導体関連分野、エネルギー関連分野を該当分野とする)

当センターは先に書きましたように 2006 年 2 月から活動を始めており、2024 年 2 月時点で 19 年目の運営に入ったことになります。地域産業の振興等をセンターの目的とすることは、さらに前の 1999 年にすでに決定されていたことですが、それを実現させるための試行錯誤は今なお続いているのが現状です。サービス向上委員会からの提言も運営に対する重要な推進力として活用させていただきながら、シンクロtron光利用に基づいた先端的な科学技術と地域産業の振興とを結びつけるという難題に今後も果敢に取り組んでいきたいと考えています。

今後とも当センターの活動に一層のご支援、ご協力を賜れば幸いです。

目 次

I	概要	1
II	利用	
1	利用実績	4
2	利用研究の事例	7
(1)	神埼そうめんの食感とマイクロ構造	8
(2)	面内方位を考慮した侵入深さ一定法による旋削加工面の残留応力測定	11
(3)	サガンスギの製材品を用いた曲げ試験による強度特性値と小角X線散乱（SAXS）により計測した マイクロフィブリル傾角（MFA）の関係	14
(4)	パルスレーザを用いた金属箔微細加工技術の開発	17
(5)	逆格子マッピング測定を用いた、格子不整合InGaAs太陽電池の転位滑り面の面内分布異方性の 観察	20
(6)	農産物・食品の放射光測定	24
3	利用促進	28
III	加速器／ビームライン等の現状	
1	加速器	29
2	県有ビームライン	32
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）	37
4	九州大学硬 X 線ビームライン（BL06：九州大学）	39
5	住友電工ビームライン（BL16、BL17：住友電気工業株式会社）	41
IV	研究開発	44
V	研究会、講習会	45
VI	広報、人材育成	46
VII	委員会	47
VIII	安全管理	48
IX	施設管理	49
X	出版物等	51
	付録	58
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。以下、「研究センター」という。)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)。

新たに2023年度から2033年度まで10年間の指定管理者として指定を受け、2023年度はその初年度として、「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基本協定書」に基づいて管理運営を実施した。

また、設立時より掲げている研究センターのミッション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、2023年度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。

【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かつ迅速に行うために、光源加速器と7本の県有ビームラインを安定的に運転し、加えて機器高度化、老朽機器更新、及び保守点検等を継続して行った。また、他機関ビームライン(佐賀大学1本、九州大学1本、住友電気工業株式会社2本)も研究センターと連携し順調に稼動した。

次に、放射光利用の深化と裾野拡大を促すことを目的として、毎年、研究成果報告会を開催しているが、今年度は『シンクロトロン光利用を通じた食品・農業・林業への貢献』と題し、17回目の研究成果報告会を開催した(2023.8.2)。「シンクロトロン光の食品分野への応用―神埼そうめんの食感を可視化する―(特別講演)」、「農・食分野における放射光利用―事例と展望―」(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。

「II 利用」

1 利用実績

1-1. 加速器運転及びビーム供給状況

2023年度の加速器運転時間総計は2,127.0時間であり、そのうちビームラインへのビーム供給は1,666.5時間、マシンスタディは440.0時間、加速器故障は20.5時間であった。

1-2. ビームラインの状況

7本の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2,938.0時間であった。

また、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。

1-3. 県有ビームライン利用状況

(1) 全体統括

公募利用と共同研究を合わせた外部利用が

2,781.5 時間（利用件数は 170 件）であり、外部利用に関しては、前年度（2,872.0 時間）比 96.8%となった。

全体的に利用件数は前年度比増、利用時間は前年度比同水準で推移しているが、利用制度改定の初年度につき、大学の利用、成果公開利用の割合は減っており、県内外への利用促進活動に努めている。

（2）佐賀県内・九州域内の利用状況

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 28.0%、41.9%となり昨年度に比べ県内及び九州地域の割合とも減少した。

（3）所属区分・利用区分毎の利用状況

産学官の利用時間数の割合は、企業 49.9%、大学 40.5%、公設試 9.6%であり、成果公開利用は 32.4%（900.0 時間）、非公開利用及び共同研究利用は 67.6%（1,881.5 時間）であった。

（4）利用分野毎の利用状況

利用分野での利用時間数の割合は、電子デバイス 44.3%、エネルギー 14.5%、素材・原料 14.3%、農林水産・食品が 11.4%、資源・環境 7.4%、バイオ・メディカル・健康 3.4%の順であった。

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-（4）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。主に 2023 年度の利用の中で、代表的な利用研究の事例を、II-2 節に 6 件紹介する。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

3-1 県内利用促進

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、県内企業等に対して研究センターを使用した課題解決の提案等を行った。

また、包括利用制度による県内企業の支援や県試験研究機関との連携を通じた産業課題の解決を図った。その他、佐賀県内の産業利用を促進すべく、主に県内の企業や公設試等向けの施設見学会も

（2023.7.24）実施した。

3-2 県外等全般的な利用促進

利用相談（メール及び来訪等）の対応やユーザーアンケートにより、利用者の利便性向上を図った。

また、後述の「V. 研究会、講習会」や「VI 広報、人材育成」の取り組みについても、同時に利用促進の役割を果たしている。

「Ⅲ 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 255 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約 23 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

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。

2023 年度は佐賀県の主要な産業である農林水産物の評価への利用展開するための機器開発や評価システムの開発にも着手した。

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）、住友電気ビームライン（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。

「Ⅳ 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 8 件実施された。また、科学研究費による研究（研究センター研究員が研究代表者となっているもの）が 2 件実施された。

「Ⅴ 研究会、講習会」

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研究会や講習会等について、研究センターが主催するもののみならず、関係機関の活動に共催、協賛又は後援等で参画し、利用促進に向けた情報交換や研究センターの成果普及に努めた。

主な研究会は、「第 17 回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会」（2023.8.2）、「第 37 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム」（2024.1.10-12）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 2023」（2023.8.23-25）や研究員が企画する測定講習会を、利用促進を主眼とする講習会として実施した。

「Ⅵ 広報、人材育成」

広報については、研究センターを公開し活動内容を広く一般へ紹介するため、施設の「一般公開」を行い、実験ホールの見学ツアーやサイエンスショー・ワークショップ、地元の中学生の研究発表等を行い、291 名の方に参加いただいた。

また、「一般見学」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、825 名にご来所いただいた。

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のブース出展を通して紹介した。

人材育成については、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」を行った。

また、インターンシップや職場体験による地域の中高生の受け入れを行った。

「Ⅶ 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及び決定を行うため、評価委員会を設置している。

2023 年度は諮問委員会、他機関ビームライン評価委員会とも開催実績はなかった。

「Ⅷ 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、研究センター職員以外にも、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た。（2023.5.26、2023.8.4、2024.1.19）。なお、放射線業務従事者登録数は 518 名（所内 23 名、所外 495 名）であった。さらに、実験廃液等の産業廃棄物処理を外部委託により適正に行った。

「Ⅸ 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 1.0%減、年間水道水使用量は前年度比約 0.4%減、年間都市ガス使用量は前年度比約 5.9%減であった。

また、光熱費の高騰については、効率的な設備運転や節エネによる経費節減と合わせ、佐賀県と協議しながら事業継続補助金等の活用により対応した。

「Ⅹ 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ま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している。

Ⅱ 利 用

1 利用実績

2023 年度の利用実績について、報告する。

1-1. 加速器運転及びビーム供給状況

加速器運転時間総計は、2,127.0 時間で前年比 94.6%となった。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、主に 9 月下旬から 10 月にかけては加速器の設備保守・点検等のためのシャットダウン期間となっている。

〈参考〉表 1 2023 年度加速器運転状況

図 1 2023 年度ビーム供給時間

表 1 2023 年度加速器運転状況

項 目	時間数 (時間)
ビーム供給	1,666.5
マシンスタディ	440.0
加速器故障	20.5

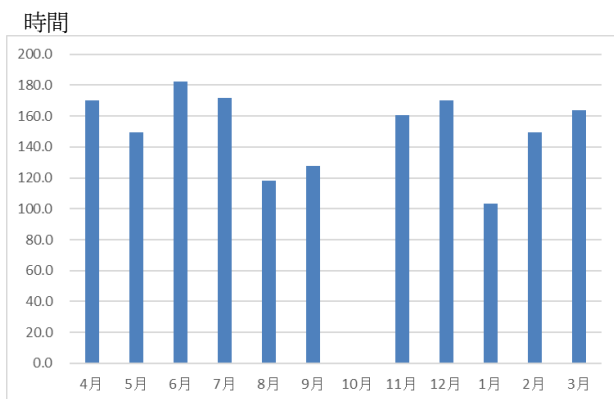


図 1 2023 年度ビーム供給時間

1-2. 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 97.5%の 2,938.0 時間であった。

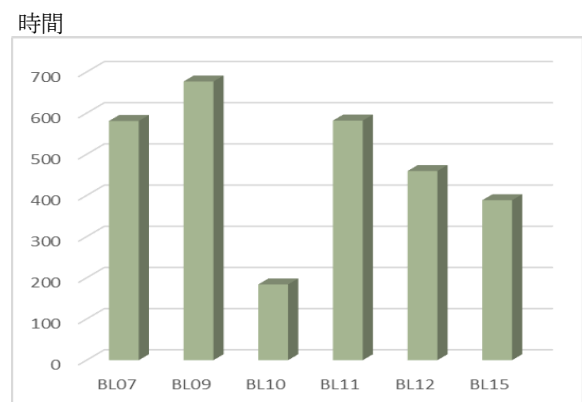


図 2 2023 年度県有ビームライン毎の延利用時間

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 1,451.5 時間、BL06 は 1,422.5 時間、BL16 は 1,573.0 時間、BL17 は 1,280.0 時間であった。

1-3. 県有ビームライン利用状況

県有ビームラインの利用区分は、2023 年度より改定を行い、県内を「一般利用」、「県内産業利用」、「包括利用」、県外を「一般利用」、「県外重点分野利用」、その他、「トライアル利用」として、県指定管理事業で行う利用を設定した。また、共同研究契約に基づく「共同研究利用」も実施している。

「県内産業利用」は主に県内の産業振興に資する課題を選定し、利用支援を行った。また、「県外重点分野利用」については、県が推進する半導体関連分

野、エネルギー関連分野における産業振興に資する課題を選定し、利用支援を行った。

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。

(1) 全体統括

公募利用と共同研究を合わせた外部利用が 2,781.5 時間（利用件数は 170 件）であり、外部利用に関しては、前年度（2,872.0 時間）比 96.8%となった。全体的に利用件数は前年度比増、利用時間は前年度比同水準で推移しているが、利用制度改定の初年度につき、大学の利用、成果公開利用の割合は減っており、県内外への利用促進活動に努めている。

〈参考〉表 2 2023 年度利用区分の概要

表 3 2023 年度利用状況

(2) 佐賀県内・九州域内の利用状況

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 28.0%、41.9%となり昨年度に比べ県内及び九州地域の割合とも減少した。

主な要因としては、九州地域においては 2021 年度に利用の多かった九州域内大学の利用時間が、目的達成等のため、減少傾向にあることが挙げられる。

〈参考〉図 3 2023 年度地域別の割合

(3) 所属区分・利用区分毎の利用状況

産学官の利用時間数の割合は、企業 49.9%、大学 40.5%、公設試 9.6%であり、成果公開利用は 32.4%（900.0 時間）、非公開利用及び共同研究利用は 67.6%（1,881.5 時間）であった。

利用制度の改定に伴い、成果公開利用における大学の利用の割合が減ってきており、企業の成果非公開の利用の割合が増えている。

〈参考〉図 4 2023 年度産学官の利用割合

(4) 利用分野毎の利用状況

利用分野での利用時間数の割合は、電子デバイス 44.3%、エネルギー14.5%、素材・原料 14.3%、農林水産・食品が 11.4%、資源・環境 7.4%、バイオメディカル・健康 3.4%の順で、おおそ例年同様の割合となっている。

表 2 2023 年度利用区分の概要

利用区分	概要
一般利用 (県内・県外)	主に企業利用を想定（学官可） 成果非公開可 有料
産業利用 (県内)	佐賀県内の地域振興や産業振興に対する貢献が大いに見込まれる課題 成果公開 有料
包括利用 (県内)	県内企業の課題解決を目的として実施 成果非公開可 有料
重点分野利用 (県外)	佐賀県が指定する重点分野（半導体関連分野、エネルギー関連分野）に対する貢献が見込まれる課題 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
共同研究等 利用	機関間の契約に基づく研究

表 3 2023 年度利用状況

利用区分	利用件数 (件)	利用時間 (時間)
一般利用	89	1,465.0
産業利用	13	245.5
包括利用	2	10.5
重点分野利用 (半導体関連分野)	4	55.0
重点分野利用 (エネルギー関連分野)	27	513.0
トライアル利用	8	86.5
共同研究等利用	27	406.0
計	170	2,781.5

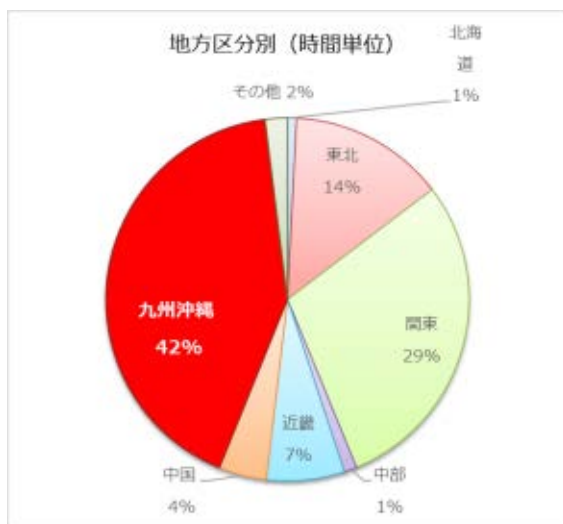


図3 2023年度地域別の利用割合

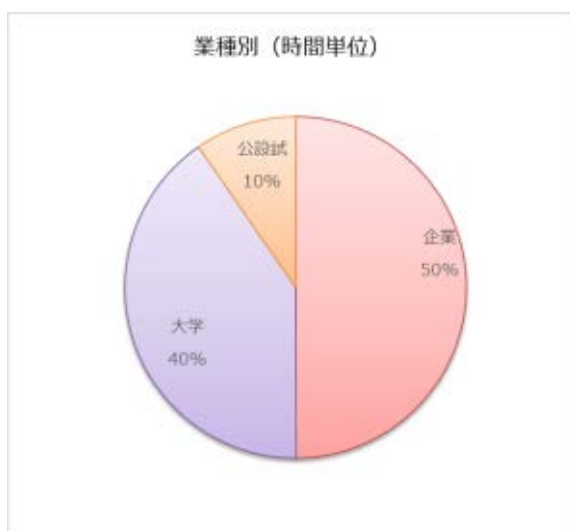


図4 2023年度産学官の利用割合

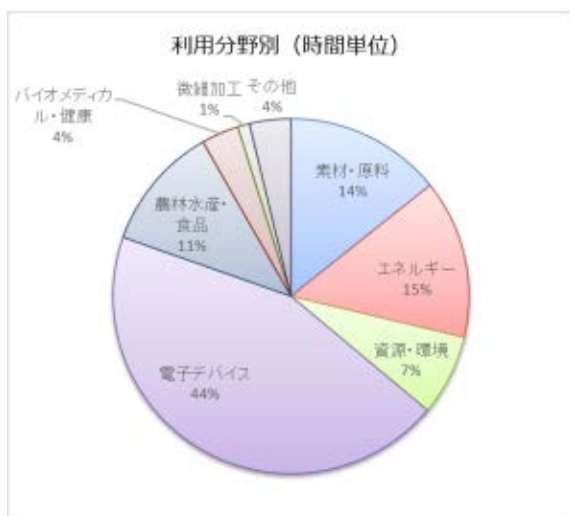


図5 2023年度分野別の利用割合

2 利用研究の事例

1. 利用分野

2023年度は、170件（2,781.5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。

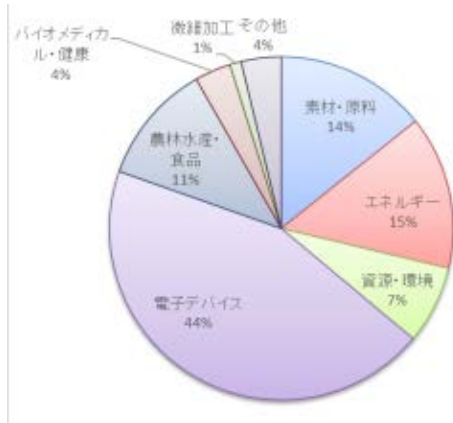


図1 2023年度分野別の利用割合（再掲）

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6件の利用事例について、次ページ以降、紹介する。

(1) 神埼そうめんの食感とマイクロ構造

安田みどり¹、米山明男²、竹谷敏³、田端正明⁴

¹西九州大学、²九州シンクロトロン光研究センター、³産業技術総合研究所、⁴佐賀大学

(2) 面内方位を考慮した侵入深さ一定法による旋削加工面の残留応力測定

永石尚昭¹、帆秋圭司¹、馬込栄輔²、香田和則³

¹佐賀県工業技術センター、²九州シンクロトロン光研究センター、³株式会社香田製作所

(3) サガンスギの製材品を用いた曲げ試験による強度特性値と小角X線散乱（SAXS）により計測したマイクロフィブリル傾角（MFA）の関係

江島淳¹、森口辰也¹、山浦好孝¹、廣沢一郎²、馬込栄輔²、鈴木直幸²

¹佐賀県林業試験場、²九州シンクロトロン光研究センター

(4) パルスレーザを用いた金属箔微細加工技術の開発

桑原太郎、尾形匡彦、三宅聡、徳山隼士
武井電機工業株式会社

(5) 逆格子マッピング測定を用いた、格子不整合InGaAs 太陽電池の転位滑り面の面内分布異方性の観察

鈴木秀俊、栗崎阜成
宮崎大学

(6) 農産物・食品の放射光測定

日高將文、高山裕貴、原田昌彦
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。

神埼そうめんの食感とミクロ構造

安田みどり¹, 米山明男², 竹谷敏³, 田端正明⁴

¹西九州大学, ²九州シンクロトロン光研究センター, ³産業技術総合研究所, ⁴佐賀大学

1. はじめに

「神埼そうめん」は、佐賀県神埼市の地域ブランドで、江戸時代から続く伝統的なそうめんである。当初は、手延べそうめんとして伝わったが、明治時代に真崎照郷が日本で初めて製麺機を開発し^[1]、その後、機械そうめんとして広まった。機械そうめんとは、ロール式の製麺機で生地を伸ばし、細く切って乾燥させる製法で効率的に大量に生産されるそうめんである。一方、手延べそうめんは、生地に縊りをかけて引き延ばして細くする伝統的な製法で作られたものである^[2]。

麺のおいしさに影響する因子として、味、香り、食感（のどごし、かたさ、コシ）などがあげられる。このうち、細い麺であるそうめんのおいしさには食感が最も影響すると考えられる。食感は曖昧で複合的な要素を含むために表現が難しいが、硬さ、粘弾性、歯切れなどの物理的特性などで説明することができる。

神埼そうめんの特徴は、シャキシャキとした食感であると言われているが、科学的な根拠がなく、他のそうめんとの違いが明らかではない。そこで、本研究では神埼そうめんの食感の特徴を明らかにするため、破断強度、官能評価、内部構造について調べた^[3]。

2. 実験

2-1 試料

試料として、佐賀県神埼市内にて製造された神埼そうめん（神埼そうめん協同組合、A）を用いた。比較として、全国に流通している市販の機械そうめん（ナンバーワン、日清フーズ株式会社、B）および手延べそうめん（揖保乃糸、兵庫県手延素麺協同組合、C）を用いた。

2-2 実験方法

官能評価のパネルは、本学学生 20 名（男性 9 名、女性 11 名、平均年齢 20.7±0.6 歳）であった。評価項

目は、見た目、味、香り、かたさ、コシ、のどごし、総合評価で、5 段階評価法により評価を行った。

破断強度は、クリープメーター（RE2-3305S、株式会社山電）にてくさび型のプランジャーを用いて測定を行った。破断強度の測定条件は、ロードセル 20 N、格納ピッチ 0.01 s、測定歪率 99%、測定速度 0.5 mm/s であった。

そうめんの内部構造の観察は、放射光マイクロ CT（九州シンクロトロン光研究センターのビームライン BL07）^[4]にて行った。測定条件は、エネルギー：10 keV、単色器：Ge コンパクトモノクロであった。また、検出器は Kenvy2（蛍光体：CsI 1000 μm、対物レンズ：x 5 倍、画素数：2048x2048、画素サイズ：1.3 ミクロン）を使用した。乾麺は、試料回転台にそうめんを固定して測定を行った。茹でそうめんの場合は、茹でた後、液体窒素に浸けて凍結固定を行い、窒素ガス（-150℃）を吹き付けながら測定を行った。

3. 結果及び考察

そうめんの官能評価の結果を図 1 にまとめた。7 つの項目のうち、コシのみに有意差がみられた。神埼そうめんは、ナンバーワンよりも有意にコシが弱いという結果となった。

2 分間茹でた後のそうめんについて破断強度の測定を行った。歪率 90%での応力、つまり、噛み切る直前のかたさについて、茹でた直後は機械そうめんの方が手延べそうめんよりも高い応力となったが、その後、水中への放置時間が 10 分以降では、機械そうめんよりも手延べそうめんの方がかたいという結果が得られた。

また、歪率 0~50%のときの応力の近似直線の傾き（a）と歪率 70~90%の応力の近似直線の傾き（b）を求め、それらの比（b/a）を物性測定によるコシと定義した。コシについては、手延べそうめんが機械そ

うめんよりも顕著に高い値を示すことが明らかになった（図2）。水中への放置時間が長いほどコシは低下したが、いずれの放置時間においても手延べそうめんは神埼そうめんに比べて約2倍のコシを示すことが明らかになった。

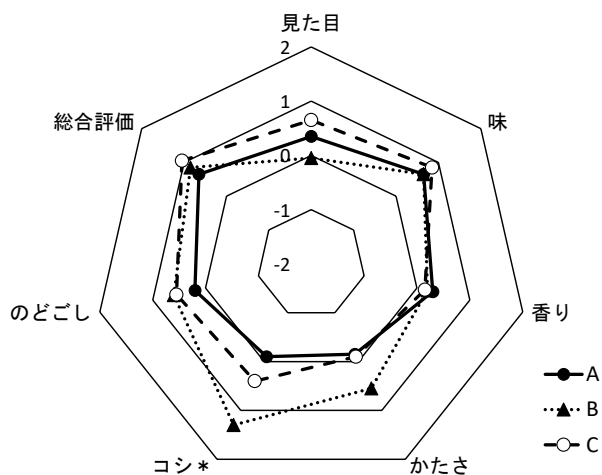


図1 そうめんの官能評価の結果

A：神埼そうめん、B：ナンバーワン、C：揖保乃糸

*は有意差があることを示す（B vs. C; $P < 0.05$, A vs. B; $P < 0.01$ ）。

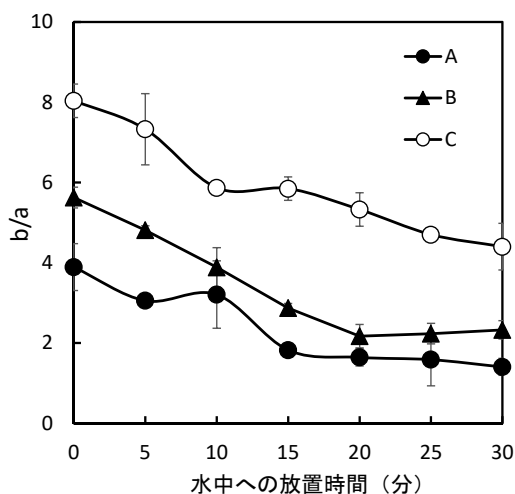


図2 そうめんのコシ (b/a) に及ぼす水中への放置時間の影響

A：神埼そうめん、B：ナンバーワン、C：揖保乃糸、a, b は、それぞれ歪率 0~50%、70~90%のときの応力の近似直線の傾き

放射光マイクロ CT により、そうめん（乾麺）の内部構造の観察を行った。麺線方向の断面画像を図3に示す。機械そうめんは、空隙がランダムに点在してい

たが、手延べそうめんは、中心部に帯状の大きな空隙が存在することが明らかになった。

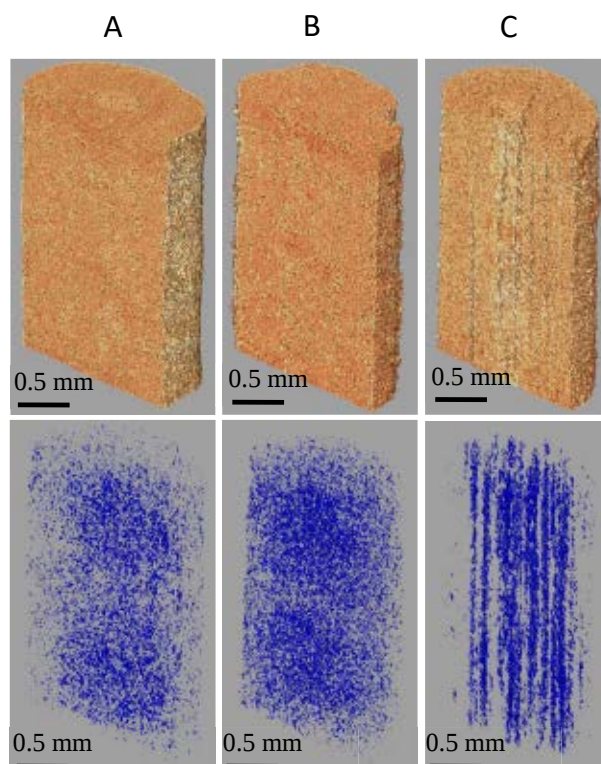


図3 そうめん（乾麺）の麺線方向のCT断面画像

A：神埼そうめん、B：ナンバーワン、C：揖保乃糸

上段：縦断面画像、下段：空隙像（青色部分が空隙）

放射光マイクロ CT による茹でた直後のそうめんの垂直方向の CT 断面画像を図4に示す。色が白いほど密度が高く、中央部の黒色部分は空隙であることを示している。茹で時間が短いほどそうめんの内部の密度が高く、そうめんの外側から水が浸透していることがわかった。機械そうめんでは3分、手延べそうめんでは2分で密度が一定になり、空隙がなくなったことから、中心部まで水が完全に浸透したことが明らかとなった。

放射光マイクロ CT では水の存在を直接確認することができなかったが、NMR¹⁶⁾や MRI¹⁶⁾により麺中の水分分布が調べられ、麺は茹でることにより同心円状に外側から中心に向かって水が浸透し、水分分布勾配が小さくなっていくこともわかっている。また、スパゲッティの周辺部と内部の水分量の差が破断応力に影響したことも明らかにされている¹⁷⁾。つまり、水分勾配が麺のかたさに影響し、いわゆるアルデンテの形

成に関与している。しかし、そうめんは細いために水の吸収が早く、水の影響をさらに大きく受けることがわかった。コシについては、乾麺中の空隙の状態に依存するのではないかと考えられる。中心部に大きな空隙が帯状に存在する手延べそうめんは、内部と外部との構造的な不均一性を示す。一方、機械そうめんは全体的に均一的な間隔で小さな空隙が存在する。これらの違いが噛み始めと噛み終わりの圧力差を生じるために、コシに影響したと考えられる。これらは、茹で時間や水中への放置時間にも依存することもわかった。

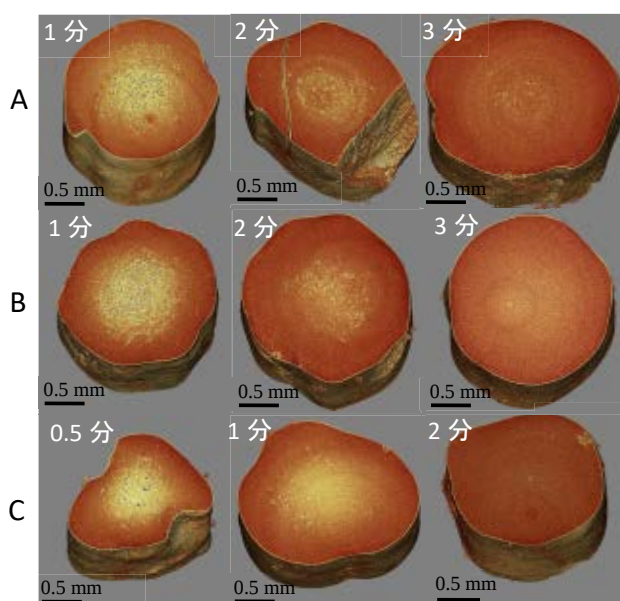


図4 茹でそうめんの垂直方向のCT断面画像

A：神埼そうめん、B：ナンバーワン、C：揖保乃糸
図中の時間は、茹で時間を示す。

4. まとめ

本研究では、神埼そうめんの食感の要因を物性測定やマイクロ構造から解明することを目的とした。官能評価により、そうめんのコシは、神埼そうめん<揖保乃糸<ナンバーワンの順となった。一方、破断強度の測定によって求めたコシは、手延べそうめんが最も強くなった。放射光マイクロCTにより、手延べそうめんは中心部に帯状の大きな空隙が存在しており、茹でた後も一部帯状の空隙が残っていることがわかった。この外側と中心部の内部構造との違いが、物性試験でのコシが強いという結果の要因であることが明らかに

なった。一方、機械そうめんは小さな空隙が均等に分散した内部構造を示し、物性試験でコシが低い値となった原因であることが考えられる。このように、そうめんの製法の違いによりマイクロ構造が異なり、食感に影響することが明らかとなった。しかし、茹で時間などの調理条件によって吸水速度が変わり、食感に影響することも考えられる。今後のさらなる研究により、神埼そうめんのおいしさの向上に寄与したい。

謝辞

神埼そうめんのご提供をいただいた神埼そうめん協同組合に感謝いたします。本研究は、九州シンクロトロン光研究センターの探索先導利用課題（220503 9F、2209081F）において実施したものである。また、本研究は、公益財団法人エリザベス・アーノルド富士財団の令和4年度学術研究助成を受けて実施した。

参考文献

- [1] 池森寛, 吉村正美, 真崎精治, “発明王「真崎照郷」の技術遺産調査—第2報. 佐賀に現存する真崎式製麺機—”, 日本機械学会九州支部講演論文集, **65**, pp. 343–344 (2012).
- [2] 小川玄吾, “手延素麺”, 調理科学, **18**, 11 (1985).
- [3] 安田みどり 他, “機械そうめんの食感のマイクロ構造解析”, 日本食品科学工学会誌, **70**, 147–159 (2023).
- [4] A. Yoneyama, et al., “Advanced X-ray imaging at beamline 07 of the SAGA Light Source”, J. Synchrotron Rad., **28**, 1966–1977 (2021).
- [5] T. I. Kojima, et al., “Change in the status of water in Japanese noodles during and after boiling observed by NMR micro imaging”, J. Food Sci., **66**, 1361–1365 (2001).
- [6] H-M. Lai, S-C. Hwang, “Water status of cooked white salted noodles evaluated by MRI”, Food Res. Int., **37**, 957–966 (2004).
- [7] T. Ogawa, S. Adachi, “Moisture distribution and texture of spaghetti rehydrated under different conditions”, Biosci. Biotechnol. Biochem., **80**, 769–773 (2016).

面内方位を考慮した侵入深さ一定法による 旋削加工面の残留応力測定

永石尚昭¹、帆秋圭司¹、馬込栄輔²、香田和則³

¹佐賀県工業技術センター、²九州シンクロトロン光
研究センター、³株式会社香田製作所

1. はじめに

機械部品や金属製品は、製造工程の中で図面の形状に仕上げるために各種加工が施されており、特に切削や研削などの機械加工が多く用いられる。我々は切削加工時に被削部に生じる表面変質層は「硬い」という特性に注目し、加工時に積極的に表面変質層を誘起させることで金属製品の長寿命化を実現する加工技術、DEM (Durability Enhancement Machining) 法の開発に取り組んでいる。これまでの研究で、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304、SUS316L に対して DEM 法を適用すれば、被削物の疲労強度、耐応力腐食割れ性が向上することを明らかにしている[1][2]。

一方、我々が注目している表面変質層は、切削加工の際に材料が除去される過程で局所的に破壊や変形が起きた結果生じたものである。もとの結晶粒径が数十 μm の材料であっても、加工面直下ではサブミクロンサイズに微細化される。このような金属組織の不均一性が起因となり、DEM 法を適用した加工面には残留応力が生じている可能性が高い。

残留応力は引張応力または圧縮応力のいずれかである。引張応力が残留する場合は疲労強度の低下を招く。一方、圧縮応力が残留する場合はその逆で、疲労強度の向上へとつながる上に、耐食性が向上するとの報告もある[3]。

多結晶材料の残留応力を非破壊で測定する法として「X線応力測定法」が最も広く利用されている。照射された入射 X 線が特定の方向に反射する現象である X 線回折を利用している。特に $\sin^2\psi$ 法は、試料表面法線ベクトルと散乱ベクトルとがなす角 ψ を制御した回折測定を行い、 ψ に対する格子歪分布の情報から残留応力値を得る手法である。測定される応力は、X 線が材料内部に侵入する深さにより定まる測定領域

における平均値となる。例えば鉄鋼材料だと、侵入深さは約 10 μm である。DEM 法をオーステナイト系ステンレス鋼に適用した場合、最も結晶粒の微細化が著しい領域は加工面から深さ約 5 μm 程度である。材料内部とは組織の様相が異なっており、残留応力の値は異なり応力勾配が存在すると予想される。

このような表面処理を施した金属材料の表面近傍の残留応力を正確に把握するために、高エネルギー放射光施設を利用した応力測定が行われている[4]。X 線エネルギーの変更により侵入深さを調整しつつ、多軸回折装置の動作を工夫することで侵入深さを一定に保ちながら $\sin^2\psi$ 法による測定が可能であるため、応力勾配の大きい場合でも正確に特定の深さの残留応力を把握することができる。さらに、旋削加工面における特定の方向(切削方向、送り方向)に注目した測定が可能であるため、残留応力の異方性を評価することができる。

本研究では、九州シンクロトロン光研究センターの放射光を X 線源とした「面内異方性を考慮した侵入深さ一定法」を用いて、DEM 法が適用されたオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L、SUS304 の表層部の残留応力測定を試みた。

2. 実験方法

2-1 試料

(1) 供試材

供試材には固溶化熱処理を施したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L および SUS304 の $\phi 20\text{ mm}$ 丸棒を用いた。

(2) 試験片

残留応力測定実験の試験片形状を図 1 に示す。加工機に NC 旋盤を用い、DEM 法は図中の黄色部(NC 旋盤の主軸と直交する面)に適用した。

2-2 残留応力測定、2 θ 走査測定

図 2 に多軸回折装置の駆動概念図を示す。X 線侵入深さと ψ 角は、多軸回折装置の試料方位制御軸 ω 、 χ 、 ϕ で制御され、回折線は、X 線検出器制御軸 2θ で制御される X 線検出器で測定される。実験はビームライン BL07 で測定を行った。今回は残留応力測定に加え、マルテンサイト相の存在を確認するために 2θ 走査測

定を行った。どちらの測定も入射 X 線エネルギーは $E = 12.0 \text{ keV}$ と 18.5 keV で、入射 X 線サイズは $0.5 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ とした。X 線検出器には 2 次元 X 線検出器(DECTRIS 社製、PILATUS 100K)を用いた。残留応力測定は、 $E = 12.0 \text{ keV}$ では X 線侵入深さ $T = 3 \mu\text{m}$ 、 $E = 18.5 \text{ keV}$ では X 線侵入深さ $T = 10 \mu\text{m}$ に設定し、それぞれの測定ミラー指数を 422 と 642 とした。これらの指数を、送り方向と切削方向の 2 方向について、 $\sin^2\psi = 0.20 \sim 0.45$ の範囲を 0.05 間隔で測定した。 2θ 走査測定は、X 線入射角を 10° に設定し、 $2\theta = 14 \sim 93^\circ$ の範囲を 0.03° 間隔の条件で行った。

3. 結果及び考察

3-1 残留応力測定

SUS316L と SUS304 における $T = 10 \mu\text{m}$ 、 $3 \mu\text{m}$ での回折プロファイルについて Pseudo-Voigt 関数によるプロファイルフィッティングを行いピーク位置、半値幅を見積り、格子歪 $\Delta d/d_{\text{st}}$ を求めた。 d_{st} は、格子定数の文献値、SUS316 : $3.594 \text{ \AA}$ 、SUS304 : $3.591 \text{ \AA}$ を用いて計算した。図 3 および 図 4 に SUS316L と SUS304 の $\Delta d/d_{\text{st}}$ の $\sin^2\psi$ 依存をそれぞれ示す。これらの近似直線を引き、切片と傾きを求めた。切片は全試料において正で、 $\sin^2\psi = 0$ の方向では膨張する傾向にあった。傾きは全試料において負で、 $\sin^2\psi$ の増加に伴い減少する傾向にある。これらの傾きから残留応力値を求めた結果を表 1 にまとめて示す。残留応力値を求める際、ヤング率とポアソン比は、それぞれ 193.000 MPa 、 0.28 を用いた。また、見積もられた半値幅からシェラーの式に基づいて結晶子サイズを求めた結果をあわせて表 1 に示す。結晶子サイズを求める際、光学系起因の半値幅(Si 標準 粉末試料の測定から得られた半値幅)を考慮している。

残留応力値は、両試料ともに送り方向で大きく、切削方向で小さい傾向にある。同一試料で $T = 10 \mu\text{m}$ と $T = 3 \mu\text{m}$ の場合を比較すると、両試料ともに $T = 3 \mu\text{m}$ で小さくなっており、残留応力が緩和する傾向がみられる。結晶子サイズについては両試料ともに 16 nm 程度であった。

3-2 2θ 走査測定結果

図 5 は、 $E = 18.5 \text{ keV}$ 、 12.0 keV での 2θ 走査測定により得られた SUS304 の回折パターンである。ここ

では代表的な結果として SUS304 の回折パターンを示す。 α 相(マルテンサイト相)が存在する場合、緑点線の位置に回折線のピークが現れる。

僅かに α 相のピークが観測され、 γ 相と α 相の回折強度比は X 線侵入深さに依存しており、侵入深さの小さい 12.0 keV で α 相のピークが大きくみえる。このことから α 相は表面近傍に偏在しており、DEM 法によって誘起されたものと考えられる。 α 相の含有量は質量分率 5% 程度と予想される。

3-3 考察

SUS316L および SUS304 丸棒端面を加工する際に DEM 法を適用した場合、送り方向・切削方向にかかわらず圧縮応力が残留した加工面が得られることが今回の測定で明らかとなった。

我々が行った先行研究において、丸棒側面を加工する際に DEM 法を適用した場合でも、一般的な残留応力測定装置で測定した結果からは、圧縮応力が残留し

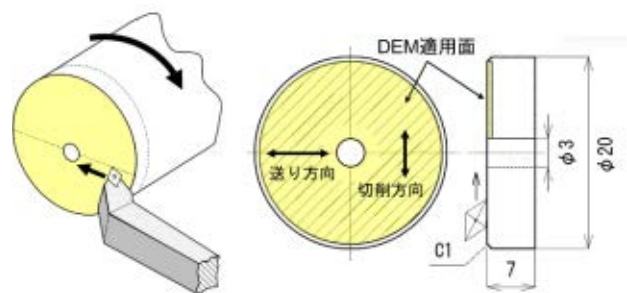


図 1 残留応力測定試験片の概要

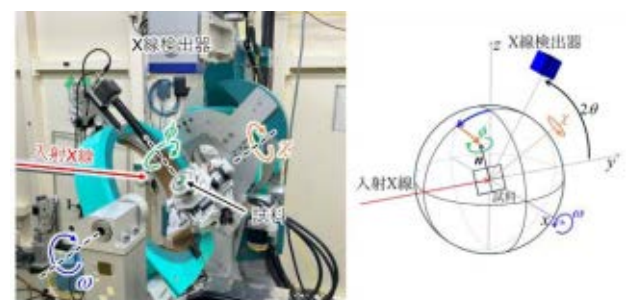


図 2 多軸回折装置の駆動概念図

た加工面が得られることが明らかになっており、丸棒側面・端面いずれにおいても圧縮応力を付与することができる DEM 法は金属の耐久性に対する応用範囲が広いと考えられる。

一方、SUS304はSUS316Lに比べ塑性変形時に α' 相が生じやすい。 α' 相は耐摩耗性や耐食性を劣化させるため、加工面直下に塑性変形を生じさせるDEM法をSUS304に適用した場合、 α' 相が多量に誘起され、耐久性に悪影響を及ぼすことを懸念していたが、 α' 相の含有率はわずか5%程度と予想よりも低かった。SUS304はひずみ速度が高いほど α' 相の生成量が減少することが報告[5]されており、今回の試験片は旋削によって調製されているため変形速度(ひずみ速度)が高く、 α' 相の生成量が低く抑えられたと予想される。

4. まとめ

九州シンクロトロン光研究センターの放射光をX線源とした「面内異方性を考慮した侵入深さ一定法」を用いて、DEM法で加工されたSUS316L、SUS304の残留応力測定を行った結果、送り方向・切削方向にかかわらず圧縮応力が残留した加工面が得られることを明らかにした。

九州シンクロトロン光研究センターの馬込栄輔氏に深く感謝いたします。

表1 残留応力および結晶子サイズの測定結果

試料	X線侵入深さ 7(μm)	残留応力値(MPa)		結晶子サイズ (nm)
		送り方向 	切削方向 	
SUS316L	10	-316 (10)	-16 (10)	16 (5)
	3	-295 (20)	-14 (30)	17 (5)
SUS304	10	-473 (30)	-175 (20)	15 (5)
	3	-400 (20)	-155 (30)	17 (5)

()内の数値は誤差を示す。

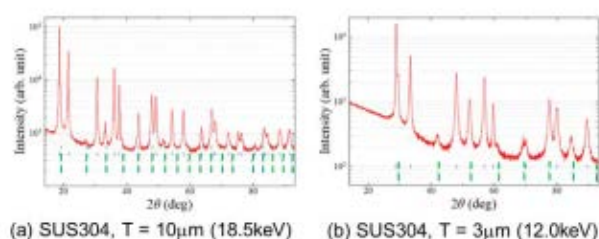


図5 SUS304: 2θ 走査測定結果

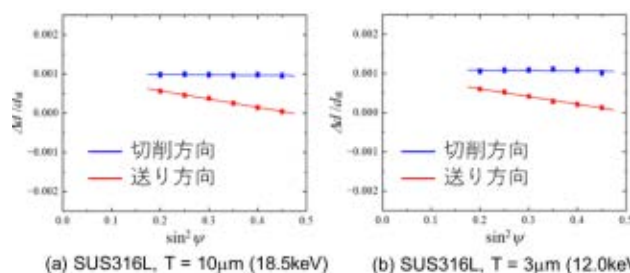


図3 SUS316L: $\Delta d/d_{st}$ の $\sin^2\psi$ 依存

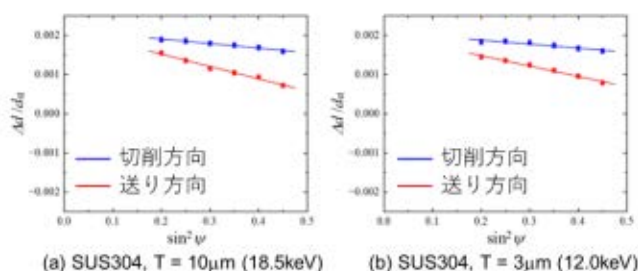


図4 SUS304: $\Delta d/d_{st}$ の $\sin^2\psi$ 依存

最後に、放射光X線による残留応力測定は九州シンクロトロン光研究センター(SAGA-LS)の県有ビームラインであるBL07にて実施した(課題番号: 23110K)。測定に際し多大なるご支援をいただいた九

参考文献

- [1] N. Nagaishi, K. Hoaki, Y. Taguri, T. Hirai, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2022) 11–16.
- [2] N. Nagaishi, K. Hoaki, T. Hirai, K. Koda, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2023) 25–29.
- [3] O. Takakuwa, H. Soyama, Adv. Chem. Eng. Sci. 05 (2015) 62–71.
- [4] 佐野雄二、正木清孝、秋田貢一、久保達也、佐藤真直、梶原堅太郎、Japanese Soc. Synchrotron Radiat. Res. 21 (2008) 270–278.
- [5] H. TOKUNAGA, A. NOMOTO, T. KUMAGAI, H. YAMADA, J. Soc. Mater. Sci. Japan 73 (2024) 314–319.

サガンスギの製材品を用いた曲げ試験による強度特性値と小角X線散乱（SAXS）により計測したミクロフィブリル傾角（MFA）の関係

江島淳¹、森口辰也¹、山浦好孝¹、廣沢一郎²、馬込栄輔²、鈴木直幸²

¹佐賀県林業試験場、²九州シンクロトロン光研究センター

1. はじめに

成長に優れたサガンスギ（第2世代スギ精英樹）は、成長過程で年輪幅が広がるため、強度が弱くなることが、林業・林産業関係者から懸念されていた。一方、強度特性は年輪幅による効果だけではなく、未成熟材・成熟材による違いや、品種間の比較により高い遺伝性が報告されている^[1]。また、木材強度の指標となっている曲げヤング係数と細胞壁内のミクロフィブリル傾斜角（以下MFA）には相関があることが既存の研究より明らかになっている^[2]。今回、サガンスギとその両親のMFAについて調査し、MFAの年次変動や1年輪内の変動を可視化することで、曲げ試験から得られた強度の物理的な指標を細胞壁の構造というナノレベルの解析から裏付ける。

本研究の材料の採取地である佐賀県では、1965年から第1世代精英樹同士的人工交配を開始し、作出した約8,500個体の実生の10年次の成長調査をもとに、約100個体を第2世代精英樹として選抜し、クローン増殖した後に、1980年代に県内6箇所にもクローン検定林を設定した^[3]。全国に先駆けて行った一連の計画的な交雑育種により、第1世代および第2世代精英樹が同時期に植栽されたクローン検定林は、現在30年生を超え、樹高20mに達している。これらの材料を利用して、成長に優れたクローンの木材の強度特性や遺伝性について、曲げ試験結果とMFAから明らかにする。

2. 実験

2-1 材料

(1) 材料調製

県内のクローン検定林（林齢31-39年生）から、第1世代精英樹5クローン（全46個体、4-15個体/クローン）、第2世代精英樹2クローン（18個体、3-15個

体/クローン）を選定し、地上高30cmの位置で伐採し、長さ2mに玉切りした丸太を搬出した。また、MFAの計測のために、全7クローンからそれぞれ2個体ずつ地上高230cmの位置の円盤を採取した

2-2 実験方法

(1) 曲げ試験（物理的破壊試験）

物理的な強度を測る曲げ試験のため、搬出した1番玉（地上高30-230cm）から50mm×104mm×2000mmの試験体を可能な限り製材した。髓に近い試験体から順に1~6の番号付けを行い、1,2番を未成熟材部から製材した試験体、3~6番を成熟材部から製材した試験体と定義した。製材後、蒸気式乾燥機を用いて人工乾燥（中温乾燥：乾球温度90℃、湿球温度60~65℃で3日間）を実施し、含水率15%程度に調整した。その後、38mm×89mm×2000mmに修正挽きを行い、強度試験機を用いて、支点間距離を材せい（89mm）の18倍とした3等分点4点荷重方式により、曲げ試験（合計195体、第1世代126体、第2世代69体）を行い、木材のたわみにくさの指標である曲げヤング係数と折れやすさの指標である曲げ強度を測定した（図1）。なお、各試験体のクローン名および第2世代精英樹の両親はDNA鑑定により確認されており、今回調査対象とした第2世代精英樹2クローンの両親が第1世代精英樹の5クローンに含まれている。



図1 曲げ試験状況

(2) MFA計測（小角X線散乱）

MFA は上記の個体の中から各クローン当たり 2 個体（計 14 個体）を対象に、地上からの高さ 230 cm の箇所円盤から、髄を含んだ厚さ 5.5 mm の柁目板状に切り出し、兵庫県にある大型放射光施設 SPring-8 の BL19B2 において小角 X 線散乱（以下 SAXS）を測定することで算出した。X 線を、エネルギー 18 keV、カメラ長 3043 mm で露光 10 秒の条件で、接線壁と平行に入射した。その際、試料を 0.25 mm づつスライドさせ、髄から樹皮方向へ連続走査測定を行った。



図2 小角 X 線散乱（SAXS）測定状況

3. 結果及び考察

7 クローンの曲げ試験結果を髄に近い未成熟材部と髄から離れた成熟材部でそれぞれ比較したところ（図 3）、曲げヤング係数（MOE）、曲げ強度（MOR）ともに特定のクローン間に明確な差が確認されたため、これらの強度指標が遺伝的に支配されている形質であると考えられた。また、木材科学の分野では、1 年生から約 15 年生までの若齢期に形成された材を未成熟材、約 15 年生以降に形成された材を成熟材と定義し、異なった材質になることが知られている。今回の曲げ試験結果からも、同一クローンでは、未成熟材部に比べ成熟材部の方が曲げヤング係数および曲げ強度ともに高い傾向が確認されたが、未成熟材から成熟材への変化点について、木材の内部でどのような変化

が起きているか明確に捉えた既存の研究は少ない。さらに、クローン別にみると、サガンスギ（B-74）とその両親である藤津25号および藤津29号は、他のクローンに比べ高い曲げヤング係数を示した。一方、伊万里 F1-8 とその両親である藤津26号と藤津17号は、相対的に低い曲げヤング係数を示した。これらの結果は、曲げヤング係数が、親子間で遺伝することを示していると考えられる。

次に、上述した物理的強度と密接な関係があると言われている MFA の走査測定結果を示す（図 4）。MFA の周期性のある変動は、成長量が大きな春から初夏にかけて形成される早材とよばれる部分で MFA が大きく、成長量が小さな夏から秋に形成される晩材で MFA が小さくなることと対応している。つまり、今回用いた SAXS による走査で、一年輪内の MFA の変動を明確にとらえている。ここでは、曲げヤング係数が高かったサガンスギと、低かった藤津14号を例示したが、MFA の平均値で比較するとサガンスギ（B-74）が 14.3° 、藤津14号が 31.0° と 2 倍近くの違いがある。また、サガンスギ（B-74）の MFA の変動に着目すると、髄からの距離が 50mm 付近で急激に低下し安定していることが分かる。この箇所が、木材科学分野で定義されている未成熟材と成熟材との変化点であると考えられる。

さらに、調査対象とした 46 個体の平均 MFA と各個体から採材して計測した 195 体の曲げヤング係数の関係を図 5(a) に示す。平均 MFA と曲げヤング係数（MOE）の間には、既報と同様に有意な相関が確認された（ $R=0.61$, $P<0.01$ ）。このことから、MFA を正確に計測することで、曲げヤング係数の推定が可能

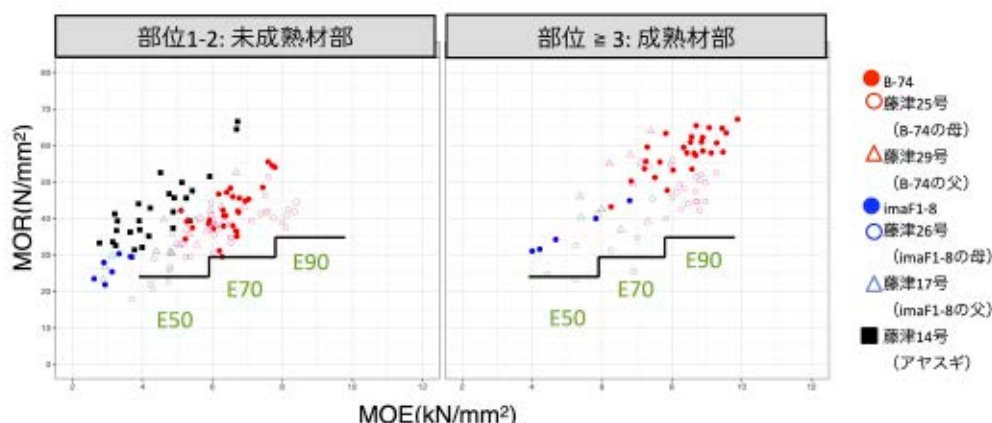


図3 部位別（未成熟材部・成熟材部）およびクローン別の曲げ試験結果

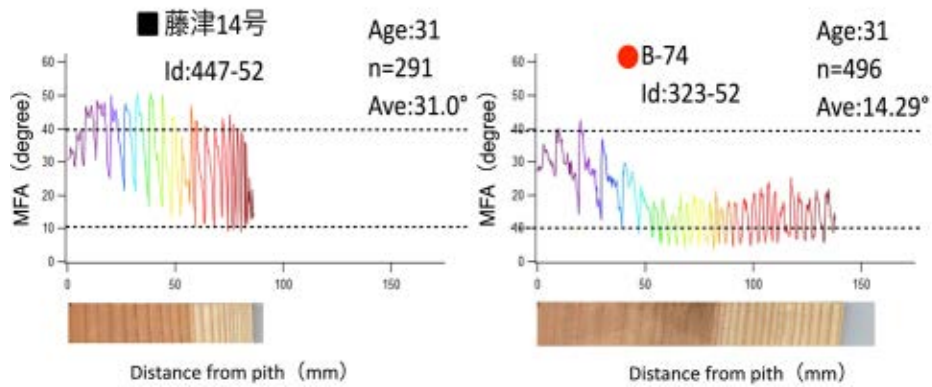


図4 SAXSによる従来品種（藤津14号）とサガンスギ（B-74）のMFA比較

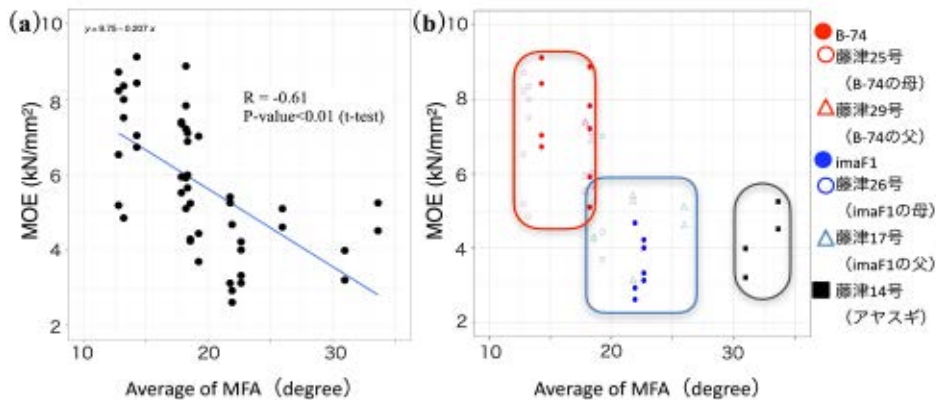


図5 (a) 小角X線散乱(SAXA)で計測した平均MFAと曲げ試験で計測した曲げヤング係数(MOE)の関係。(b) 図(a)を親子関係を含んだクローン別に着色。

であり、優良品種の選抜にSAXSで測定したMFAが活用できることを示した。

最後に、クローン間および親子間の平均MFAと曲げヤング係数(MOE)の関係を散布図上で示したところ、特定のクローン間には明確な違いが確認されとともに、親子間には類似性を確認することができた(図5(b))。以上のことから、木材の物理的強度指標である曲げヤング係数と木材の細胞壁の構造であるMFAは密接な関係があることに加え、それらの形質は親子間で遺伝すると考えられた。

4. まとめ

本研究では、MFAと物理的な強度指標である曲げヤング係数の関係について評価した。また、MFAの年次変動や年輪内変動をとらえることで、木材科学分野で報告されてきた、未成熟材から成熟材への移行部分や1年輪内の早材と晩材の移行部分を明瞭に図化することに成功した。

さらに、親子関係を含む材料を用いることで、親子

間の遺伝性について、物理的な強度指標と細胞壁の構造であるMFAの両面からアプローチすることができた。今後、サンプル数を増やすことで、MFAがどのように親子間で遺伝しているかを明確にできれば、材質育種分野の発展に大きく貢献できると考えている。

参考文献

- [1] 藤澤義武 他, “スギ(*Cryptomeria japonica*)の材質と遺伝(第3報). 精英樹クローンによるヤング係数に関する要因別変動の評価”. 木材学会誌, **40**, 457-464 (1994).
- [2] 石堂恵 他, “晩材仮道管 S_2 層マイクロフィブリル傾角を材質指標としたスギ材におけるヤング率の早期評価”. 木材学会誌, **55**, 10-17 (2009).
- [3] A. Ejima *et al.*, “Genomic Prediction of Tree Height, Wood Stiffness, and Male Flower Quantity Traits across Two Generations in Selected Individuals of *Cryptomeria japonica* D. Don (Japanese Cedar)”, *forests*, **14**, 2097 (2023).

パルスレーザーを用いた金属箔微細加工技術の開発

桑原太郎, 尾形匡彦, 三宅聡, 徳山隼士
武井電機工業株式会社

1. はじめに

CO₂ レーザ発振器が工業用途に用いられるようになって半世紀を過ぎ、近年では、その用途も多岐に渡る^[1]。特にエキシマレーザーを用いたフォトリソグラフィによるパターン形成技術は、エッチング処理と組み合わせ、半導体 IC や電子部品、ディスプレイ等のエレクトロニクス分野において微細な配線構造を構築する上で重要な手法となった。しかし、この手法は現像工程やエッチング工程、洗浄工程などで、多くの廃液が発生し、その処理が環境負荷の面より問題視されている。

そこで、当社では、20 年以上前より、導電性材料からなる膜厚数 μm 以下の薄膜をレーザー光でダイレクトに除去して電気回路を得るレーザーパターンニング技術の開発に携わってきた。環境負荷の低減に加え、工程数削減による低コスト化、オンデマンド製造による少量多品種対応など、複数の長所を有し、薄膜太陽電池やタッチパネルディスプレイ等の製造工程で当社のレーザー加工装置が多く用いられてきた。

最近では、2 次電池の電極や電子部品の端子の製造のため、100 μm 以下の金属箔の切断加工や穴あけ加工の需要が増えている。従来、プレス金型による剪断加工が用いられてきたが、金属箔が薄くなり、加工形状も微細かつ複雑な製品が増え、切断端部での反りにより品質の確保が困難となっている^[2]。一方、レーザーを用いると外部応力を与えることなく非接触で加工ができるため板厚が薄い金属箔に対しても目的の形状を容易に得ることができる。

レーザー光を用いて加工する際、高いピークパワーを得るためパルス発振ができる中出力のレーザー発振器を用い、レンズによってレーザー光を加工点に集光する。被加工物は、高いエネルギーを受け、プラズマや蒸発、熔融および固体片などの様々な状態で放出され、切削される。

レーザー光により切断される金属箔では、品質の面で、加工端部における熔融や酸化などの熱影響を抑制することが求められる。熱影響の発生は、種々の加工条件により大きく変わるため、熱的負荷が最も少ない加工条件、すなわち最も効率的に金属箔が切断できる加工条件への最適化が必要となる。その中でも光源となるレーザー発振器で固有のパラメータであり、パルス発振時の時間軸における出力波形の半値全幅であるパルス幅が加工現象に大きく寄与する^[3]。

そこで金属箔をレーザー光で微細に加工する技術を開発する上で、熱影響とパルス幅との関係を明らかにするために、パルス幅が異なる 2 種類のレーザー発振器を用いて、切断閾値となる加工条件、加工部の表面および切断面について調査した。

2. 実験方法

2-1 加工対象

本実験では、リン脱酸銅 (Cu/99.90%以上) の板厚 50 μm の箔を用いた。

2-2 使用光源

加工を行う光源には、表 1 に仕様を示す 2 種類のダイオード励起ファイバーレーザー発振器を用いた。

表 1 光源の仕様比較

	Laser oscillator 1	Laser oscillator 2
Pulse duration	120nsec.	2psec.
Emission wavelength	1064nm	1030nm
Max. output power	100W	90W
Max. pulse energy	1mJ	90 μJ
Beam quality	M ² < 1.8	M ² < 1.2
Pulse repetition rate	~500kHz	~1000kHz

2-3 実験方法

(A) レーザ光学系

本実験で用いたレーザー光学系の概略を図 1 に示す。2 軸のガルバノモータに取り付けられたミラーを回転

させ、レーザ発振器から射出されたレーザ光を直線状に走査した。その際、F θ レンズを用いてレーザ光を銅箔表面に集光した。

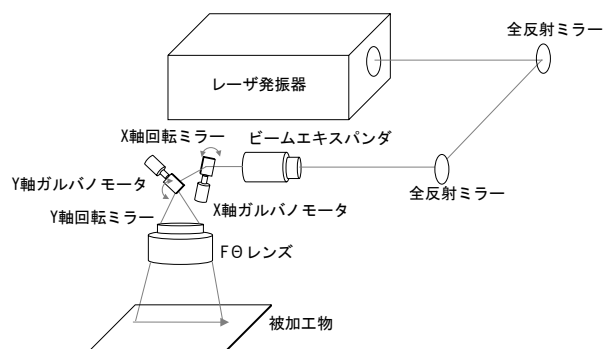


図1 レーザ光学系概略

(B) 加工方法

本実験では、パルス発振されるレーザ光の1ショット当たりのパルスエネルギーと、銅箔に照射されるレーザ光のショット毎の距離となるショットピッチ、同じ加工位置に対してレーザ光が照射される走査回数を管理する加工条件とした。

(C) 評価方法

加工部はオリンパス製デジタルマイクロSCOPE DSX1000を用いて微視的に観察し、切断に至る閾値の加工条件を調査した。さらに切断の閾値となった各加工条件において、切断部周辺の銅箔表面について調査した。なお、観察に際しては、付着した飛散物の除去を目的にアルコールで洗浄した後に実施した。

切断面については、九州シンクロトン光研究センターのSAGA-LS BL15においてX線回折測定により2種の光源で切断加工された銅箔切断面と未加工の銅箔表面の3水準で状態を比較した。なお切断面を測定するために複数の切断した銅箔を積層してバイスで固定し測定試料を作成した。

3. 結果及び考察

それぞれの光源による加工部の反応径を計測した結果、パルス幅 120nsec.の光源で $\phi 30\mu\text{m}$ 、パルス幅 2psec.の光源で $\phi 25\mu\text{m}$ であった。

50 μm の銅箔の切断に至った加工条件をパルス幅 120nsec.の光源のものを図2に、パルス幅 2psec.の光源のものを図3に示す。

パルス幅 120nsec.の光源による加工では、280 μJ

未満のパルスエネルギー条件において、銅箔表面は反応しなかった。一方、パルス幅 2psec.の光源による加工では、本実験での最低パルスエネルギー条件である 20 μJ においても加工された。これはパルス幅が 60,000 倍異なるため、出力波形において先頭値となるピークパワーも同様に異なることによるものと推察する。

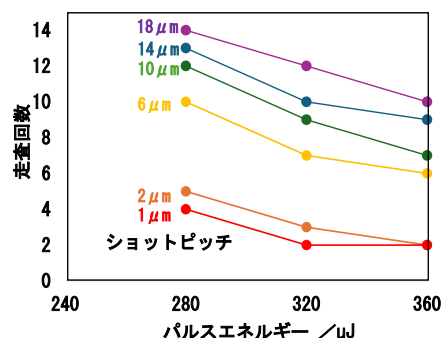


図2 パルス幅 120nsec. の光源での切断閾値

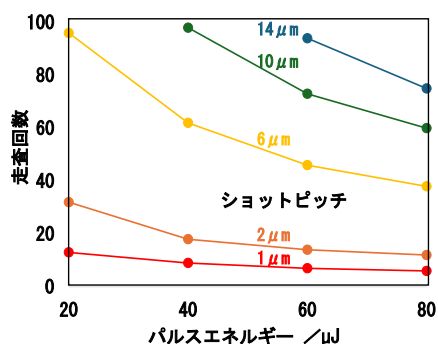


図3 パルス幅 2psec. の光源での切断閾値

得られた加工条件を基に単位長さ当たりに入力されたエネルギーの累積値を切断総エネルギーとして算出し、パルス幅 120nsec.の光源のものを図4に、パルス幅 2psec.の光源のものを図5に示す。

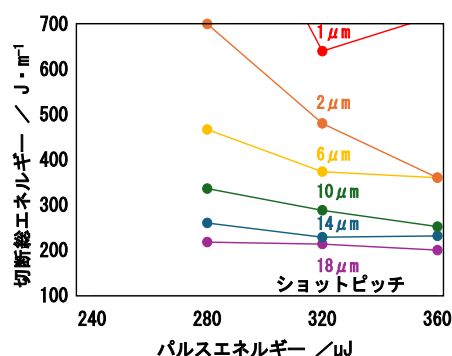


図4 パルス幅 120nsec. の光源での切断総エネルギー

パルス幅が 120nsec.の光源では、ショットピッチが長いほど、切断総エネルギーが低下した。また、ショットピッチが短い加工条件では、パルスエネルギーの増加に伴い切断総エネルギーは減少する傾向にあった。

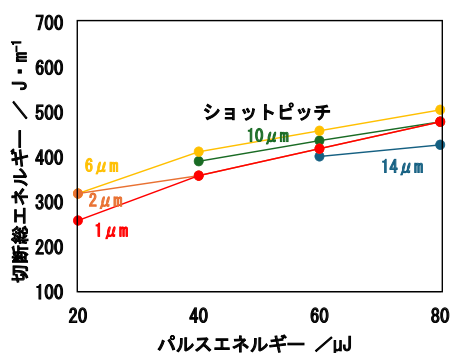


図5 パルス幅 2psec. の光源での切断総エネルギー

一方、パルス幅が 2psec. の光源では、ショットピッチに伴う切断総エネルギーの差は少なく、パルスエネルギーの増加に伴い切断総エネルギーも増加する傾向にあった。

パルス幅 120nsec. の光源による 2 水準の加工条件での加工部表面の状態を図 6 に示す。

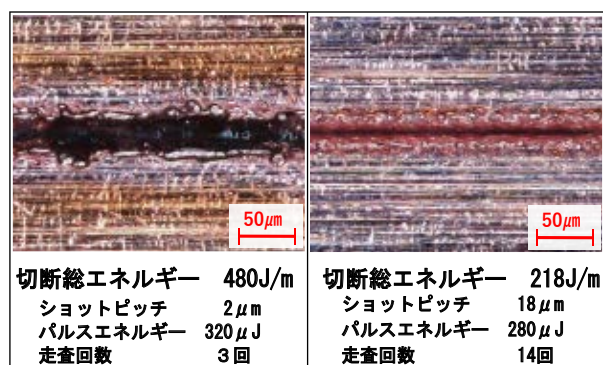


図6 パルス幅 120nsec. の光源での加工部表面

ショットピッチが短く、切断総エネルギーが大きい加工条件では、切断幅が広く、切断部周辺にも熔融痕が多く見られた。このことよりショットピッチが短い加工条件では、銅箔表面においてレーザ光の走査方向と垂直に熱が伝搬し、切断に至るまでに過剰なエネルギーを要したものと推察する。

パルス幅 2psec. の光源による 2 水準の加工条件での加工部表面の状態を図 7 に示す。

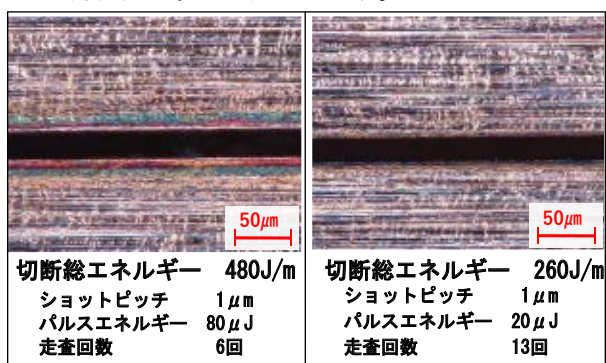


図7 パルス幅 2psec. の光源での加工部表面

両加工条件ともに、切断部周辺に熔融痕は見られなかった。切断総エネルギーが大きい加工条件では、切断幅の増加と周辺部の着色がわずかに確認できた。

次に切断面に対する X 線回折測定の結果を図 8 に示す。未加工の銅箔表面と比較して両光源ともに、粒子サイズ 10nm 程度の Cu_2O が確認された。なお非晶質は確認されなかった。結晶粒子サイズはパルス幅 120nsec. のもので変化がなかったものの、パルス幅 2psec. のものはわずかに微粒子化していたが、顕著な差は見られなかった。

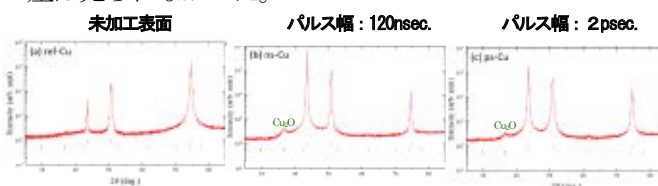


図8 各試料の X 線回折測定の結果

4. まとめ

本実験において、パルス幅が 120nsec. と 2psec. の光源に対して銅箔への加工性を評価した。その結果、パルス幅 120nsec. の光源では、加工条件により切断部周辺の熔融痕に差が見られ、切断総エネルギーが小さい加工条件の方が、熔融が抑えられた。パルス幅 2psec. の光源では、どの加工条件においても切断部周辺で熔融痕は見られず、加工状態の差は少ないが、切断総エネルギーが大きい加工条件では切断部周辺にわずかな着色が生じた。

X 線回折測定の結果より両パルス幅の光源による加工断面の顕著な差は見られなかった。

参考文献

- [1] 社団法人レーザー学会編, “先端固体レーザー”, 2, (2011).
- [2] 廣田 健治, “薄板のせん断加工における効率的な反り変形低減手法の提案”, 公益財団法人 天田財団助成研究成果報告書 2015 Vol.28, 1-4, (2015) .
- [3] 石田 祐三, “超短パルスの発生”, Japanese journal of optics : publication of the Optical Society of Japan 30 , 414-422,(2001).

逆格子マッピング測定を用いた、格子不整合InGaAs太陽電池の 転位滑り面の面内分布異方性の観察

鈴木秀俊, 栗崎卓成

宮崎大学

1. はじめに

III-V族化合物半導体のエピタキシャル薄膜を利用した多接合型太陽電池は40%を超える超高効率が実現可能であることから、宇宙用や集光型での利用が行われている。ここで、太陽光に対して最適なバンドギャップエネルギーを持つ半導体材料を組み合わせるため、格子不整合材料の積層が行われている。この際、歪み緩和のための格子不整合転位と、それに付随した貫通転位の発生が問題となり、様々なバッファ層を複数導入することによりデバイス層の貫通転位密度の低減が図られている。

ここで問題となるのは、1枚の半導体ウェハ上にバッファ層を用いて格子不整合材料の積層を行なった際に太陽電池特性にばらつきが現れる点である。これまでの研究により、特性が悪い太陽電池では、太陽電池層の格子面の傾斜方向にばらつきがあることがわかっている[1,2]。格子面のばらつきを模式的に図1に示す。この格子面傾斜は格子不整合転位の滑り面の違いによって生じる[3]。特性が良い太陽電池セルの格子面は基板に対して均一に傾斜しているのに対し、悪いセルでは数mmサイズの格子傾斜が異なる複数の領域が混在している。なお、本報告ではエピタキシャル成長層内の異なる格子傾斜を持つ領域を「結晶粒」、その境界を「粒界」と表記する。ここで問題となるのは、「どの結晶粒が太陽電池特性低下の原因であるか?」と、「同じウェハ上に作製しているにも関わらず場所によって傾斜方向が異なる結晶粒が発生する理由は何か?」である。前者の疑問に対しては、「粒界」で特性が悪い場合もあれば、特定の「結晶粒」で特性が悪い結果も得られている。この矛盾は、転位異方性と電気特性の分布を比較した結果が少ない点が原因だと考えられる。格子面の偏りはX線回折法により測定が可能であるが、大学所有の装置ではX線強度

が弱く、X線ビームサイズを絞って太陽電池面内の偏り分布を測定するには時間がかかり、多くの太陽電池試料を系統的に評価するのは困難である。一方で、後者の疑問に関しては、太陽電池層と基板の間に挿入されたバッファ層のどこから格子面傾斜の違いが生じるのかを明らかにすることが重要だと考えられるが、太陽電池層に比べて薄いためこれも大学所有のX線回折装置では測定が困難である。

そこで我々は、輝度の高い放射光を用いたX線回折法を用い、同一ウェハ上に作製された複数の格子不整合InGaAs/GaAs太陽電池の面内での格子面傾斜の分布を系統的に調べ、電気特性に与える影響を明らかにすることと、傾斜面の違いが発生する起源をバッファ層の変化から明らかにすることを目的としている。本報告では、特性が悪い太陽電池試料において面内の傾斜分布を評価し、バッファ層のどこから格子面傾斜の違いが発生したのかを解析した結果について紹介する。

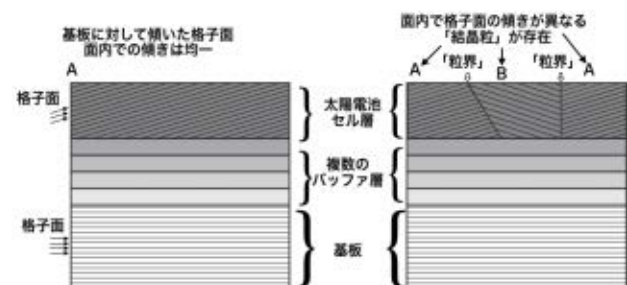


図1：特性が良い太陽電池(左)と悪い太陽電池(右)の結晶格子面傾きの模式図。

2. 実験

本研究では、JAXA から提供された同一の GaAs 基板上に作製された特性の異なる複数の 1 cm² 角の InGaAs 太陽電池の評価を行った。太陽電池セル構造の模式図を図2(a)に示す。太陽電池層の貫通転位低減のため、基板と InGaAs 層の間には InGaP 傾斜組成

バッファ層とオーバーシューティング層が挿入されている。試料構造の詳細は以前の文献にまとめてある[1,2]。

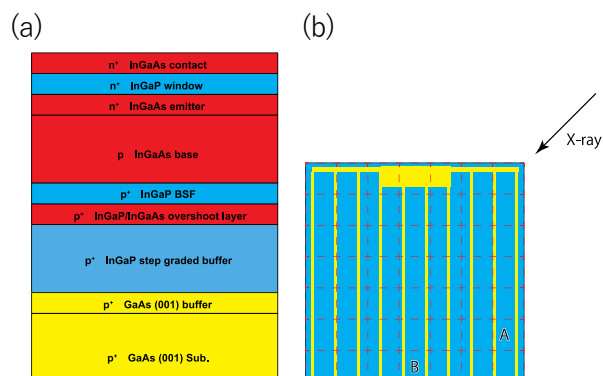


図2：(a)本研究で評価した格子不整合系 InGaAs 太陽電池構造の模式図。(b)測定した太陽電池と X 線照射方向の模式図。図中の転線で区切った 7x7 の領域で X 線逆格子マッピング測定を行った。図中 A,B は図 3,4 の測定箇所である。

InGaAs 太陽電池層および InGaP バッファ層の格子面傾斜は九州シンクロトロン光研究センターの BL07 を利用した X 線回折法で評価した。面内分布を評価するため、試料に照射する X 線をスリットにより $2 \times 2 \text{ mm}^2$ もしくは $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$ に絞り、試料ステージの x および y 方向位置を調整することによって試料に対する X 線照射位置を変更し、面内 7x7 箇所で測定を行った。図 2(b)に、測定した太陽電池の模式図 X 線の入射方向を示す。格子面の傾斜は面内 2 方向いずれにも発生する。そこで、格子面の傾斜は、004 回折点近傍の三次元逆格子マッピング測定により評価した。X 線のエネルギーを 15 keV、検出器角度(2θ)は 34.00° で固定した。検出機は二次元 X 線検出器(Pilatus)を使用し、1 測定点あたり、X 線入射角度(ω)を 14° から 16° まで 0.01° ずつ変化させて 201 枚の二次元 X 線回折パターンを取得した。得られた二次元回折パターンから座標変換を行い、004 逆格子点近傍の三次元逆格子図を作製した。

3. 結果及び考察

太陽電池試料の異なる面内位置で測定した典型的な三次元逆格子図と 2 方向への投影図を図 3, 4 に示

す。(a)は俯瞰図、(b)と(c)はそれぞれ $[\bar{1}10]$ と $[110]$ 方向への投影図である。基板と太陽電池層からの回折信号に加え InGaP 傾斜組成バッファ層からの回折ピークも明瞭に観察されている。傾斜組成バッファ層は基板から InGaAs 太陽電池層まで格子定数を徐々に変化させているため、連続した回折ピークとして観察される。 $[\bar{1}10]$ 方向への投影図では、どちらの箇所でも GaAs 基板の回折ピークに比べて InGaAs ピークは左下方向に見えている。一方で、 $[110]$ 方向への投影図では GaAs 基板のピークに対して InGaAs ピーク位置の変化が見られる。これは、 $[110]$ 方向の格子面傾斜が二つの測定箇所において揃っているのに対して、 $[\bar{1}10]$ 方向の格子面傾斜は面内ではばらついていることを示している。特に図 4 (c)には複数の InGaAs ピークが観察されることから、X 線照射範囲内に傾斜方向が異なる結晶粒が複数存在することを示唆している。

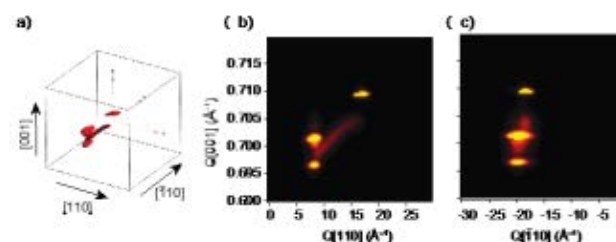


図3:図 2(b)に示した InGaAs 太陽電池 A 点の(a) 三次元逆格子俯瞰図、(b) $[\bar{1}10]$ 方向への投影図、(c) $[\bar{1}10]$ 方向への投影図。

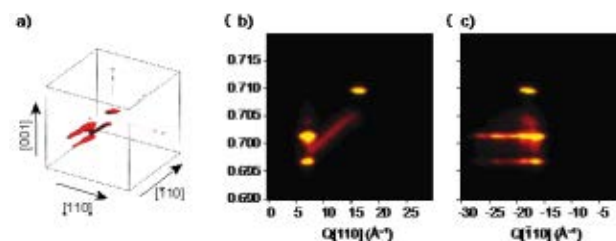


図4:図 2(b)に示した InGaAs 太陽電池 B 点の(a) 三次元逆格子俯瞰図、(b) $[\bar{1}10]$ 方向への投影図、(c) $[\bar{1}10]$ 方向への投影図。

特性が悪い太陽電池試料の面内 7x7 測定点での[1-

10]方向の InGaAs ピーク位置をまとめた結果を図 5(a)に示す。ここで、赤と青はそれぞれ GaAs 基板の格子面に対して反対方向に傾斜していることを示しており、色が濃いほど傾斜が大きいことを示している。また、図 4 (c) の様に複数の InGaAs ピークが観察された点は 1 マスを 2 色で表示した。図中の右と左で傾斜方向が異なる大きな結晶粒が存在し、中央付近には X 線ビームサイズより小さい傾斜方向が異なる結晶粒が混ざった領域が存在する様子が見てとれる。また、中央部は傾斜方向が大きい点の特徴であった。この傾斜方向の違いがバッファ層のどの領域から発生するかを明らかにするため、基板に近い点、基板と InGaAs 層の中間、InGaAs 層に近い点の 3 箇所、バッファ層の[1 $\bar{1}$ 10]方向ピーク位置の面内分布をまとめた(図 2 (b)~(c))。バッファ層初期(b)では全体的に傾斜が小さいものの中央部の傾斜が比較的大きく、InGaAs 層の結果(図 5(a))と対応している。しかし、左右両端の差は小さく、InGaAs 層の傾斜方向とは対応していない。バッファ層中期(c)では左右両端の傾斜方向が変化しており、(a)の InGaAs 層と同方向への傾斜が確認できる。この結果は、InGaAs 層の傾斜の違いがバッファ層のごく初期から始まっている場合と、中期ごろから始まっている場合があることを示している。

4. まとめ

今回は特性の悪い GaAs 基板上の InGaAs 太陽電池に対して、InGaAs 太陽電池と傾斜組成バッファ層の傾斜の面内分布を評価し、バッファ層の初期もしくは中期で傾斜の偏りの違いが発生することを見出した。今回はピーク位置のみに注目して解析したが、実際はピークの広がりにも違いが見られている。偏りの違いの発生起源を明らかにするためには、ピーク位置だけでなく形状も含めた解析が必要である。また、格子不整合度および基板が異なる太陽電池セルに関しても同様の解析を行い、統計的な解析を行う必要がある。

謝辞

本実験は、九州シンクロトロン光研究センターのビームライン BL07 にて実施した。本研究は九州シンクロトロン光研究センターの県有ビームライン利用

課題(トライアル利用)(課題番号 2308046T)、研究ビームライン利用課題(重点分野利用)(課題番号 2311077P および 2405018P)において実施した。本研究は、科研費(23K04603)の支援を受けて実施した。

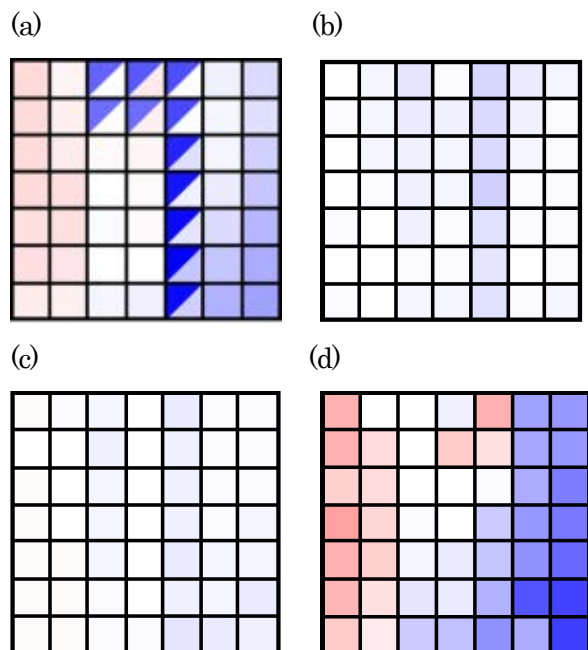


図5:特性の悪い1cm角の太陽電池試料に対して面内の逆格子マッピングのピーク位置から算出した各層の傾斜分布。赤と青はGaAs基板に対してそれぞれ逆方向に傾斜していることを示し、色が濃佐賀傾斜量が大きさを示す。(a)InGaAs 太陽電池層、(b)基板に近いバッファ層、(c)InGaAsと基板の中間のバッファ層、(d)InGaAs 太陽電池に近いバッファ層。

参考文献

- [1] A. Ogura, H. Suzuki, et al., “Inhomogeneous in-plane distribution of preferential glide planes of β dislocations in a metamorphic InGaAs solar cell”, Appl. Phys. Express., **14**, 011001 (2021).
- [2] A. Ogura, H. Suzuki, et al., “Correlation between open-circuit voltages and preferential glide planes of misfit dislocations of metamorphic InGaAs single junction solar cells grown on GaAs”, J. Cryst. Growth, **533**, 125432 (2020).
- [3] H. Suzuki et al., “Effect of substrate orientation on strain relaxation mechanisms of InGaAs layer

grown on vicinal GaAs substrates measured by in situ X-ray diffraction” , Japanese Journal of Applied Physics, **6**, 08MA06 (2017).

農産物・食品の放射光測定

日高將文, 高山裕貴, 原田昌彦
東北大学

1. はじめに

『農芸化学』とは、生命・食料・環境をキーワードに、基礎から応用まで幅広く研究する学問分野である。その研究対象は生物（動物、植物、微生物）、タンパク質、生物素材、食品と多岐にわたる。農芸化学と放射光の接点としては、タンパク質のX線結晶構造解析があり、筆者を含め多くのユーザーが放射光を利用してきた。一方、食品分析や土壌分析などでX線が用いられるが、『放射光X線』を利用した農芸化学研究は少ないのが現状である。

我々が所属する東北大学大学院農学研究科/農学部のキャンパスは、仙台駅から地下鉄で約10分程度の位置にある。2018年、このアクセスの良好な農学研究科の隣接地に次世代放射光施設「ナノテラス」の整備が決定され、我々もこれを契機に、農芸化学と放射光を融合した新しい学問分野の開拓に取り組み始めた。その一環として、SPRING-8やSAGA-LSなどの既存施設を利用した農産物、食品、生物試料の放射光測定のフュージビリティスタディを実施してきた。本稿では、SAGA-LSを利用して測定した農産物や食品試料の測定事例を紹介する。

X線CT - 食品・農産物の非破壊構造解析

食べ物のおいしさを構成する要素の一つである『食感』や『歯ごたえ』は、食品中の空隙の分布や内部構造と密接に関わっている。食品の内部構造を解析する一般的な手法として顕微鏡観察があるが、顕微鏡観察では断面のみの観察に限られる。また断面を露出させるために試料を加工する必要がある、この加工が測定試料に与える影響も考慮しなければならない。こうした測定前準備による試料への影響を排除するためには、非破壊測定が望ましい。

医療分野でも用いられるX線Computed Tomography (CT) は、測定対象の内部構造を非破壊で解析できるため、食べ物の内部構造、すなわち食感

を分析するための強力なツールと言える。X線CT測定において放射光X線を利用することのメリットとして、解像度が向上し、より細かな構造が観察できるようになることを期待されるかもしれないが、実際は実験室X線CTも解像度は十分高く、放射光X線CTと大きな差はない（いずれも5ミクロン/ピクセル程度の解像度である）。

放射光X線を用いるメリットとして、試料の密度に応じたX線の位相変化を利用することが可能であり、試料内部の密度に基づくコントラストを得ることができる。位相情報の獲得方法は様々あるが^[1]、我々は、SPRING-8のBL20B2の干渉計を用いたX線位相差CTで、エダマメの内部密度を可視化し、茹で時間に応じた密度 $\Rightarrow$ 硬さの分布変化を分析した^[2]。このような分析手法で、農産物の産地間の差や品種の違いを数値化することが期待される。SAGA-LSでは、屈折コントラスト法^[3]を用いてコメのX線位相差CTを測定した。

蛍光X線を用いた成分分析

食べ物に含まれる成分を分析する場合、一般的な測定方法では、対象の成分を抽出・精製し、必要に応じて濃縮してから機器分析に供する。ここでも顕微鏡観察と同様に、測定の前準備の段階で試料が変化・変質してしまう可能性を検証する必要がある。そのため、成分分析においても、食べる状態のまま測定できることが望ましい。

試料にX線を照射し、蛍光X線を検出することで、試料中に存在する元素についての情報を得ることができる。放射光X線を使った蛍光X線分析の例として、オリーブの産地ごとに含有する元素のパターンが異なることを見出した事例がある^[4]。さらに、放射光X線では、照射X線の波長（エネルギー）を連続的に変えることで、X線吸収端微細構造を測定し、元素の化学状態に関する情報を得ることができる。我々は、

SAGA-LS で食品中のカルシウム (Ca) の化学状態を分析するため、Ca を豊富に含む食品として乳製品 (牛乳、チーズ、ヨーグルト) を対象に、X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) を測定した。

2. 実験

2-1 試料および試料調製

X 線 CT (BL07)

宮城県産のお米『だて正夢』の生米とパックご飯を用いた。X 線位相差 CT では試料内部の空気がノイズとなるため、内径 1 センチのプラスチックチューブ中に測定試料は脱気しながらアガロースで包埋した (図 1A)。

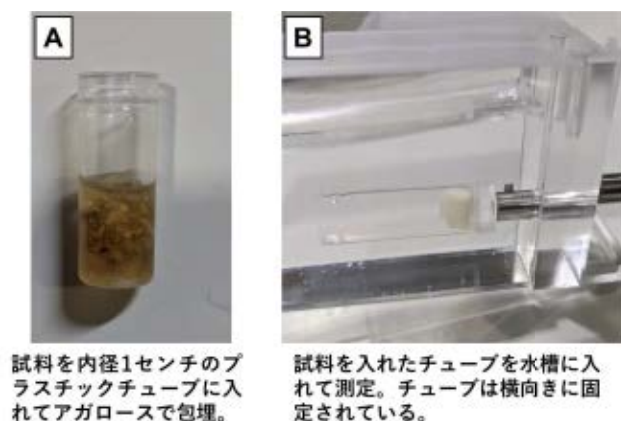


図1 X 線位相差 CT の試料

XANES (BL11)

乳製品として市販の牛乳、チーズ、プレーンヨーグルトを用いた。直径 1 センチの穴を持つ 1 ミリ厚のアクリルプレートを用いた。試料を穴に充填し、穴の両側はカプトン膜で封じた (図 2A)。

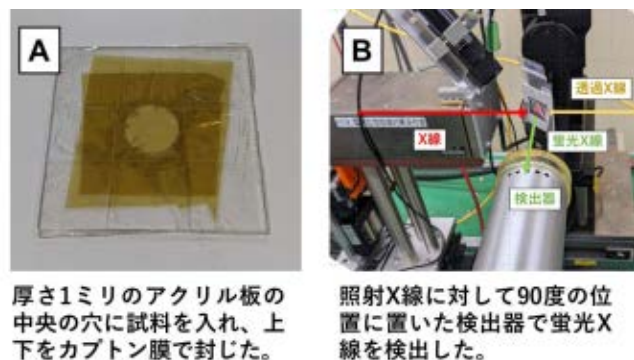


図2 蛍光 X 線測定用の治具と装置

2-2 実験方法

X 線 CT (BL07)

X 線位相差 CT の測定は、SAGA-LS の BL07 (第 2 実験ハッチ) で行った。試料は脱気した水中に沈めて測定した (図 1B)。測定に用いた X 線のエネルギーは 17.8 keV である。試料を 360 度回転させながら、検出器の角度を変えて 15 セット測定する屈折コントラスト法 (DEI 法) を用いて位相シフトを測定した。1 枚当たりの照射時間は 500 ミリ秒で、測定時間は約 80 分、画像再構成に約 20 分、試料の交換に 20 分を要し、1 試料当たりの測定時間は約 2 時間であった。

XANES (BL11)

測定は BL11 で行った。試料は大気下でセットし、Ca の K 吸収端 (4038 eV) 付近の X 線を照射して蛍光 X 線を検出した (図 2 B)。蛍光 X 線は、照射 X 線に対して 90 度の位置に置いた検出器で検出した。測定に要した時間は約 15 分であった。

3. 結果及び考察

コメの非破壊 X 線 CT 分析 (BL07)

図 3A に、吸収法によるコメ (炊飯米) の CT 像を示す。内部のコントラストに差がなく、一様な像が得られた。一方、X 線位相差 CT によるコメの CT 像を図 3B、C に示す。

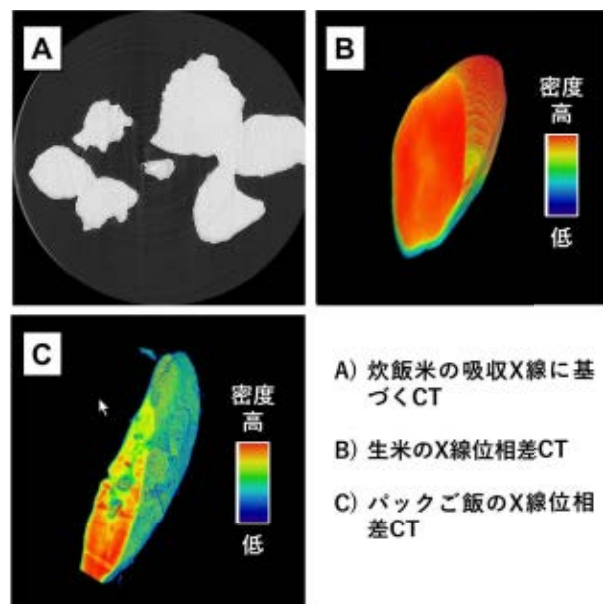


図3 コメの X 線 CT の断層画像

生米は密度が高いことを示しているが、食べられる状態のパックご飯では、生米に比べて密度が低くなり、

内側と外側で密度差が生じていることが分かった。アガロースで包埋したことによる密度変化や浸水については今後の評価が必要だが、従来の手法では分析することができなかった内部の密度差、ひいては食感の分布を可視化することができた。今後は、X線位相差CTを用いて調理法、保存方法、産地による違いなどの分析も実施したいと考えている。

乳製品の蛍光X線 (XANES) 分析 (BL11)

図4に牛乳、チーズ、ヨーグルトのCa-K端のXANESスペクトルを示す。

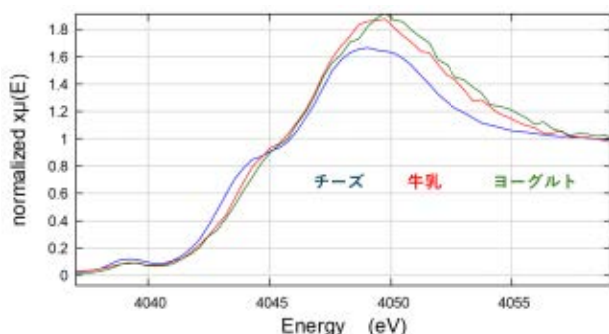


図4 乳製品のCa-K端XANES

チーズとヨーグルトは牛乳を原料として加工されているが、興味深いことに、それぞれのXANESスペクトルの形状は異なっていた。これは牛乳、チーズ、ヨーグルトに含まれるCaの化学状態が異なっていることを示唆している。各乳製品の食品成分表には、含有されるCaの量が記載されている。一方、含まれるCaの化学形態については記載がない。今回のXANES測定の結果は、Caを豊富に含む乳製品と言っても、含まれているCaの種類は異なることを示しており、その違いが摂取後の体内で異なる効果をもたらす可能性を示唆している。

上記の測定は、市販の試料について測定容器に詰めるだけで測定可能であり、食品成分をこれほど簡単に測定できたことは驚きであった。我々は乳製品以外にも、農産物（ニンニクや玉ねぎ）をスライスした試料をBL11の蛍光X線分析に供することで、イオウ (S) の化学状態の分析にも成功している（詳細はhttps://www.city.sendai.jp/research/risakon/trialuse/documents/aizutenpou_slide.pdfをご覧ください）

い）。蛍光X線を用いた食品分析は、従来の手法では得られなかった新たな知見を得ることが期待できる。

4. まとめと今後の展望

放射光科学の専門家ではない我々にとって、農産物、食品、生物試料の放射光測定のフィージビリティスタディを実施するにあたり、2つの課題があった。1つ目の課題は、測定の目的を設定することである。これは、企業が抱える課題を解決するためには何を調べることができるかを検討し、より実用的な内容を放射光測定の課題として設定した。2つ目の課題は、実際に測定を行い、その結果を分析することである。この点においては、SAGA-LSのスタッフの皆様にご協力いただき、測定データの解釈から考察に至るまで広範にわたる支援をいただいた。さらには測定の目的や対象に応じて、測定装置を調整したり新たに設計していただくなど手厚いご指導、ご支援をいただいている。

我々はSAGA-LSを利用した測定を、2022年度に9回、2023年には約20回実施し、組織間の連携も深まっている。2023年12月には、SAGA-LSのご協力のもと、放射光を利用したことのない宮城県内の企業を我々がとりまとめ、放射光測定の機会を提供する測定研修会を開催した。これまでもSAGA-LSやSPRING-8が主催する測定見学会や研修会が行われ、新規のユーザーに放射光を利用するきっかけを提供していただいているが、測定研修会後のアンケートの結果からは、中小の企業にとっては直接放射光施設とコンタクトすることが高いハードルである感じられることもあり、我々が間に入ることで、より積極的な放射光利用を促すことができたことが分かった。

ナノテラスは2024年4月から運用が開始され、我々もナノテラスを利用した測定を始めている。一方、SAGA-LSの利用も引き続き行う予定であり、今後も農芸化学と放射光の融合に向けて連携をさらに強化していきたいと考えている。

謝辞

本稿で紹介した測定は、九州シンクロトロン光研究

センター (SAGA-LS) と東北大学大学院農学研究科/放射光生命農学センターの共同研究として実施しました。また、測定の一部は宮城県 KC みやぎ産学共同研究会『放射光による農畜水産物・食品の測定・評価技術の開発と、企業・地域課題解決のための包括的利用システム構築 (令和 5 年度) 』、仙台市既存放射光施設活用事例創出事業 (令和元年度～令和 5 年度) の支援を受けて実施しました。SAGA-LS の実験に当たっては、廣沢一朗博士、米山明男博士、瀬戸山寛之博士にご支援いただきました。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] A. Yoneyama, R. Baba, TT. Lwin, and M. Kawamoto “Four-type phase-contrast X-ray imaging at SAGA Light Source”, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **2380**, 012117 (2022).
- [2] M. Hidaka, S. Miyashita, N. Yagi, M. Hoshino, Y. Kogasaka, T. Fujii, and Y. Kanayama, “T High-Resolution X-ray Phase-Contrast Imaging and Sensory and Rheometer Tests in Cooked Edamame”, *Foods*, **11(5)**, 730 (2022).
- [3] 服部 恭一郎 HATTORI Kyoichiro、松村 慎吾 MATSUMURA Shingo、吉田 靖弘 YOSHIDA Yasuhiro、小笠原 茂 OGASAWARA Shigeru、徐 恵美 JYO Megumi, “SR-蛍光 X 線分析法によるオリーブの元素分析”, *SPring-8/SACLA 利用者情報*, **14(4)**, 312-321 (2009).

3 利用促進

3-1 県内利用の促進

(1) 産業利用コーディネート活動

2023 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 200 件。訪問先企業等は製造業を中心に 68 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 5 件となっている。

企業においては、主に自社製品の品質評価や技術開発、大学においては、半導体材料の解析、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。

(2) 包括利用による支援

シンクロトロン光利用による分析に馴染みの薄い県内企業の利用を促進するための利用区分として設けている。内容は、実験計画の策定・測定・報告書作成等を包括的にセンターの研究員が行うものであり、令和 5 年度の利用実績は 2 件であった。

(3) 県試験研究機関の利用促進・連携

県試験研究機関の地域課題や産業課題の解決に向けて、シンクロトロン光を活用した研究を支援した。特に県の基幹産業である農林水産の各分野における研究利用を促すため、共同研究等を通じて農林業試験研究機関等との連携を図った。

また、新たに試験研究機関職員向けの課題研修を実施し、7 件の課題を実施した。

(4) 施設見学会の実施

佐賀県内の産業利用を促進すべく、主に県内の企業や公設試等向けの施設見学会を実施した。

・2023 年 7 月 24 日：8 名参加

3-2 県外等全般的な利用促進

(1) 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。

(2) 講習会等

「第 17 回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会」、「第 37 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム」等における成果普及やシンクロトロン放射光の基礎から応用について学ぶ講習会「SAGA-LS サマースクール 2023」の実施を通じて、利用促進を図った。

また、学会での発表や展示会等のブース出展による研究センターの PR も積極的に行った。

詳細は「V 研究会、講習会」、「VI 広報、人材育成」で述べる。

Ⅲ 加速器／ビームライン等の現状

1 加速器

1. SAGA-LS 加速器概要

SAGA Light Source(SAGA-LS)加速器は全長約 30 m, 最大ビームエネルギー255 MeV 電子リニアック(線形加速器)及び周長約 75.6 m, 最大ビームエネルギー1.4 GeV の電子蓄積リングより構成される。リニアックにより加速された電子は1Hzにて電子蓄積リングに入射される。電子蓄積リングに約 300 mA の電子を蓄積後、リング内にてビームエネルギーは 255 MeV から 1.4 GeV に加速される。ビーム入射及び加速に要する時間はそれぞれ約 3 分及び 2 分程度(可変:ビームロス等の状況に応じて変更する場合がある)である。ビームエネルギー1.4 GeV 到達後、2 台の超伝導ウィグラーを約 15 分間かけて励磁を行い、ビーム軌道補正、ビームサイズ調整等を行ったのち、放射光ユーザー運転が開始される。SAGA-LS にはフルエネルギー入射を可能とするブースターリングあるいはフルエネルギーリニアックは存在しないため、ビームは減衰モードにてユーザー運転が維持される。ビーム寿命はビーム電流 300 mA において凡そ 5 時間程度である。午前 10 時から 21 時までが公式な放射光ユーザー運転時間とされている。

SAGA-LS 電子蓄積リングは周長約 75.6 m のコンパクトな電子蓄積リングであるが、8 つの長直線部を持ち、現在 2 台のアンジュレーター(planer 型 1 台、APPLE-II 型 1 台)、2 台の 4T 超伝導ウィグラーが設置されている。ナチュラルエミッタンスは約 25nmrad である。2000 年代初頭に設計された旧式の加速器ではあるが周長に対して比較的低エミッタンスな放射光用電子蓄積リングである。

2. 運転状況

加速器の運転は緊急時及び光焼きだし等の例外を除き、平日の月曜日から金曜日にかけて行われる。週の初めの運転日(通常は月曜日、祝日明けなどは火曜

日以降)にマシンスタディーが実施される。マシンスタディーにおいては、ビームパラメーターの調整、記録、加速器構成機器類のメンテナンス、加速器高度化のための各種試験及び調整運転を実施する。マシンスタディーが実施された翌日の火曜日には2回のビーム入射、その他の曜日では蓄積リングへの入射回数は1回である。アンジュレーターのギャップ変更に伴うビーム軌道・チューン補償・カップリング補償はフィードフォワード方式にて制御されており、ビームラインユーザーによる自由なギャップ変更が行われている。ユーザー運転中は基本的には無人で加速器の運転が行われ、ビームロスもしくはマシントラブルの際に緊急の対応を行う。2023 年度は約 1680 時間のビーム供給(ユーザー運転時間)が行われた。ビームアポートタイムは約 23 時間であり、年間のビーム供給時間に対するアポート率は約 1.4%であった。

3. 主な加速器トラブル

2023 年度、ユーザー運転時間に影響があった主なマシントラブルは、リニアッククライストロン電源内部基板故障及び蓄積リング高周波加速空洞 RF 反射によるビームロスである。それぞれのトラブルによるアポート時間は各 530 分及び 795 分(10 回:前年度 3 回)である。RF 反射によるビームロスのメカニズムは不明であるが経験則的な対処として RF 空洞電圧を低下させた運転(定格 500 kV に対し 325 kV)を行っている。図 1 に RF 反射によるビームロスの累積回数と空洞電圧の推移を示す。2023 年度には RF 反射によるビームロスの頻度が増大した。空洞電圧を低下させる処置は、RF 反射によるビームロス頻度を低下させる一方で、ビーム寿命を低下させる。そのため、大幅に空洞電圧を下げることはできない。RF 反射によるビームロスは、空洞内部もしくはカップラー部における放電がひとつの要因として考えられており、空洞

部更新による改善が期待されている。

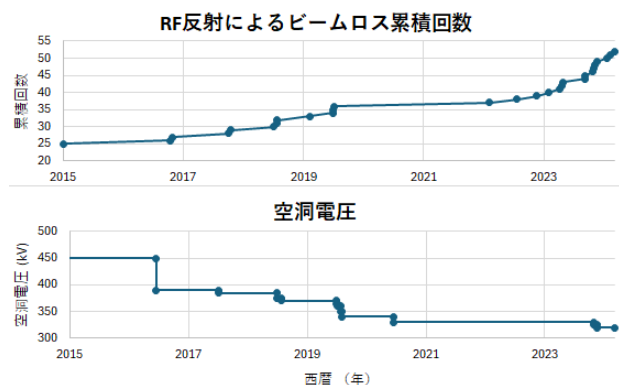


図 1. RF 反射によるビームロス累積回数と空洞電圧.

4. マシンスタディー

マシンスタディーにおいては、加速器運転パラメーター調整、定期的な（長期シャットダウン後）Beam Based BPM Alignment (BBA)、アンジュレーターギャップ変更に伴うビーム軌道及びビームサイズへの影響に対する再確認の他、2023 年度には蓄積ビームダンプ方法の変更を行った。これは、従来ビームスクレーパーを用いたビームダンプを行っていたものの、スクレーパー下流部における実験ホール内の放射線量が最大で $450 \mu\text{Sv/h}$ に達することが判明したためである。高線量となる時間は数秒程度であり、積算値としては RF 規正法上の限度値を超えることはない。しかし、局所的に高い放射線量が発生することは望ましくないため、6 極電磁石電源出力値と空洞電圧低下によるビームダンプ方法に変更することとした。また、この方法によるビームダンプは、ビーム減衰に応じて自動制御され、ボタンひとつによる安全なビームダンプが可能となった。

また、2023 年度には、水平方向ビームサイズのステップライクな変動に伴う放射光実験への影響が問題となった。水平方向ビームサイズのステップライクな変動は概ねビーム電流 $200 \text{ mA} \sim 100 \text{ mA}$ （ユーザー運転日の 12 時から 18 時）の間に発生し、変動の継続時間は数分程度、変動幅としては最大で水平方向ビームサイズの 20% 程度である。図 2 に水平方向ビームサイズの変動と BL16 IO 強度を示す。水平方向ビームサイズのステップライクな変動と共に、BL16 IO 強度が低下していることがわかる。な

お水平方向ビームサイズ変動時に垂直方向ビームサイズの変動、ビーム軌道の変動は発生していない。

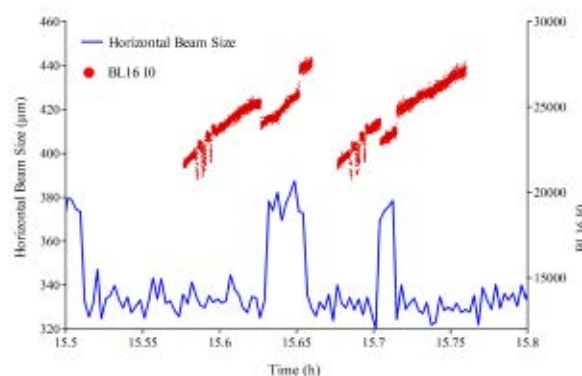


図 2. 水平方向ビームサイズの変動と BL16 IO 強度.

非連続的なビームサイズの変動は、非連続な光強度の変動を引き起こし、一部の放射光実験の支障となる。これまでに空洞チューナー位置、RF 周波数、チューン、クロマティシティー等の調整を行ったが有効な抑制方法は見つかっていない。同一パラメーターで加速器を運転しているにも関わらず、この現象は発生する日と発生しない日があるため、原因の特定と有効な抑制方法の適用が困難なものとなっている。

5. 更新計画

SAGA-LS 加速器は 2003 年の機器類インストールから約 20 年が経過し機器類の老朽化が深刻となっている。今後の継続した加速器の維持のため、RF 空洞電圧の低下を引き起こしている空洞本体、重故障が発生する蓄積リング主電源、サイラトロン確保が不可能となっている入射系電磁石電源（セプタム・キッカー電源）及び耐久年数を超えるセプタム電磁石、内部部品類の入手が困難となっている蓄積リング小型電源の更新が進められている（図 3）。

対象機器	2023年度	2024年度	2025年度	2026年度	2027年度
蓄積リング主電源					
リングRF空洞本体					
クライストロン電源IGBT基板					
セプタム・キッカー電源					
セプタム電磁石					
蓄積リング小型電源					

図 3. SAGA-LS 加速器大規模改修計画

九州シンクロトロン光研究センター
加速器グループ
岩崎 能尊

2 県有ビームライン

7本の県有ビームラインでは 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。以下に県有各ビームラインの機器整備状況と利用状況を報告する。

BL07

(1) X 線回折

BL07 実験ハッチ 2 には、大型多軸回折計(Huber 製：6-Circle Diffractometer 5021)が設置されている(図 1)。この回折計は、各駆動軸の高い交差精度、試料サイズに対する高い自由度などの特徴を有し、多様な X 線回折測定を高精度で行う上で魅力的な回折計である。2023 年度のユーザー利用では、これらの特徴を有効利用した侵入深さ一定法による残留応力測定、逆格子空間マッピング測定、大型ウェハのロックインカーブ測定などの測定が行われている。しかしながら BL07 は、多数の測定手法が混在するため、回折計の利用の度に調整を必要とすることから利用効率が低い。そこで 2024 年度に X 線回折・散乱を主な測定手法とする物質科学ビームライン BL15 へ大型多軸回折装置を移設に向けた準備を開始した。(馬込栄輔)



図 1. 大型多軸回折計 (HUBER 製：6-Circle Diffractometer 5021)

(2) イメージング

光源に近い光学ハッチにおいて、単色放射光 (8~15 keV) を利用した平行ビーム照射型のクライオ・マイクロ X 線 CT、高速なイメージング XAFS、及び白色集光放射光 (1 μm 角) を利用した走査型蛍光 X 線顕微鏡が利用可能である。また、下流の実験ハッチでは、単色放射光 (15~35 keV) を利用した屈折コン

トラスト型の位相 CT (Diffraction Enhanced Imaging: DEI) を利用可能である。

今年度は走査型蛍光 X 線顕微鏡に関して、従来の集光ミラー (入射角 10 mrad) に加えて、入射角 5 mrad のミラーを新たに導入した[1]。これにより、照射 X 線の中心エネルギーを 6 keV から 12 keV まで向上することができ、鉄、銅、亜鉛などの遷移金属系の元素をより高感度に計測することが可能になった (図 2)。

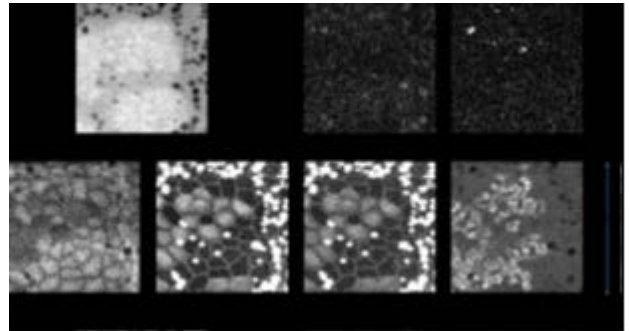


図 2 走査型蛍光 X 線顕微鏡による元素マッピング例 (ソメイヨシノの葉)

利用に関しては、食品や植物関係を対象とした DEI、文化財、食品、産業用材料、及び天然エネルギー資源 (メタンハイドレート) を対象としたクライオ・マイクロ X 線 CT の課題が多数を占めた。後者の例としては、機械及び手打ち素麺を対象に麺内に含まれる気泡の分布や調理 (茹で) における経時的な構造変化と食感との関連について研究が行われ、既に論文化もされている[2]。また、イメージング利用の促進を期して、マイクロ X 線 CT 及び DEI の講習会 (含実習) を 2023 年 7 月と 12 月に実施し、多数の方にご参加頂いた。(米山明男)

BL09

(1) 利用状況

BL09 では X 線リソグラフィー、X 線照射効果、X 線トポグラフィーが運用されている。2023 年度の外部利

用の案件数は41件、利用率60%程度と過去数年と同程度であった。内訳では、リピーターが90%以上を占め、7月以降の利用率が比較的高かった。新規利用の開拓と4~6月の利用率アップが重要と言える。

(2) 新原子核乾板の試作と評価

X線トポグラフィーではIlford製の原子核乾板が長年用いられてきたが、最近製造中止で入手困難となった。そこで、名古屋大学の原田俊太准教授が中心となり、新しい原子核乾板の開発に着手した。新乾板の開発は重要で、SAGA-LS研究員と合同で性能評価を行っている。

臭化ヨウ素銀化合物をベースとした感光剤(ゲル状)を使い、径100 nm程度に微粒子化、かつ均一化させた。その後、感光剤をガラス板上に塗布して作製した。

図3にSiC結晶のX線トポグラフを示す[3]。(a)Ilford製乾板、(b)名古屋大製乾板である。線状、白丸、ドット状コントラストはそれぞれ基底面転位(BPD)、貫通らせん転位(TSD)、貫通刃状転位(TED)である。(a)では、BPD、TSD、TED 全て視認できたものの、TED のコントラストは鮮明ではない。一方、(b)ではBPD、TSD、TED の全てが明瞭、かつシャープであった。明らかに名古屋大製乾板の解像が高く、高画質のものが得られた。

画質性能はクリアしたが、感光剤厚さの調整、ガラス板との密着性、経年劣化などの課題が残っている。引き続き、調査と改善を進めていく。(石地耕太郎)

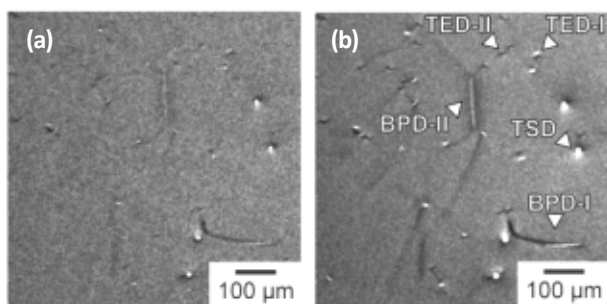


図3 SiC結晶のX線トポグラフ[1]。(a)Ilford製乾板、(b)名古屋大製乾板。同じ位置を撮影。

BL10

BL10は、光源として可変偏光アンジュレータ光が利用できる軟X線領域のビームラインで、可変偏角型

の高分解能な分光器と角度分解光電子分光(ARPES)及び光電子顕微鏡(PEEM)の実験ステーションを組み合わせることで実験に用いることができる。

2009年のビームライン完成後、既に15年以上が経過しているため、各種機器類の故障も目立ち始めており、それらへの対応に追われる現状である。

(1) ARPES 装置

2023年度には、ARPES装置の制御PCを更新した。これに合わせて、光電子エネルギー分析器のマルチチャンネルプレート(MCP)検出器(図4(a))、検出器からの2次元像を取得するためのCMOSカメラ(図4(b))、電子レンズ系の電源と制御PC間の通信インターフェースの更新も実施した。機器類の更新に伴い、最適化のための光軸再調整や分光エネルギーの再校正等も実施した。

現在、一日に測定可能な試料数を増加させるため、試料交換のシステムの変更を検討している。



図4(a)
MCP 検出器



図4(b)
CMOS カメラ

(2) PEEM 装置

光電子顕微鏡(PEEM)装置に関しては、2021~2022年度にかけて、高圧電源ユニットの更新・立ち上げを行った。これに伴い、電子レンズ系に印加する電圧をPCから制御することが可能となったため、そのためのプログラムの整備も行った。

一方で、PEEM本体側において、実験中に放電が頻発する状況となっているため、現在は一時的に利用の受け入れを停止している。今後、これに関する原因調査と対策を行う予定である。(吉村大介)

BL11

(1) XAFS 測定でのテンダーX線の活用

BL11では前年に引き続きXAFS測定の利活用促進を行った。特に、BL11で使用可能なX線エネルギーのうち低エネルギー側に位置する2.1~5 keVのテンダー (Tender) X線の利活用を促進した。このX線エネルギー範囲を用いるとイオウやリン、塩素等の有機薄膜半導体などの電子デバイスや機能材料から農林水産物や土壌等まで多岐に渡る分野において重要な元素を対象としたTender XAFS測定が可能であり化学状態や配位環境の知見を得ることができる。図5は、有機薄膜半導体であるDNIT分子の薄膜デバイス評価事例である[4]。イオウのK吸収端を対象としたTender XAFS測定によって厚さ30 nm程度の薄膜デバイスの測定が可能であることを確認した。また、XAFSの入射角度依存性からは分子配向に起因するピーク強度変化が明瞭に得られており有機半導体デバイスの成膜状況を確認できることを示した。

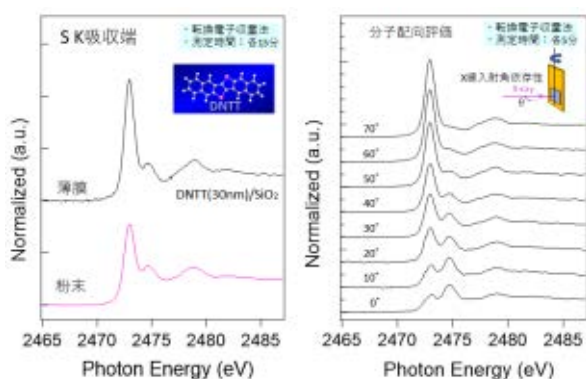


図5 Tender XAFS測定 (イオウ K 吸収端) による有機薄膜半導体の評価。入射角依存性 (右図) では分子配向分子配向に起因するピーク強度変化が明瞭に観測された[4]。

(2) 新規 Tender XAFS 装置チェンバーの開発

Tender XAFS 測定の効率化および精度向上を図り半導体関連だけでなく佐賀県の主要な産業である農林水産物の評価への利用展開するため、新規 Tender XAFS 装置チェンバー (図6) の開発を行い基礎データの取得に取り組み、次年度の完成、運用開始に向けた作業を行った。(瀬戸山寛之)



図6. 新規開発の Tender XAFS 測定用チャンバー

(3) SAXS/WAXS

検出器 (PILATUS 300K) のステージを再設計し、実験ハッチ内の機器配置を見直すことで、最長 3.5 m までの真空パスを設置することができるようになった (図7)。

これまで利用していた室温~600°C まで設定可能な装置 (ジャパンハイテック 10033) に加えて、5~80°C の冷温水を銅ブロックに循環させる試料温調装置を新たに開発した。固体試料を貼り付けるタイプ (図8. 左) と液体試料を封入したガラスキャピラリーを挿入するタイプ (図8. 右) の2種類を整備した。(河本正秀)

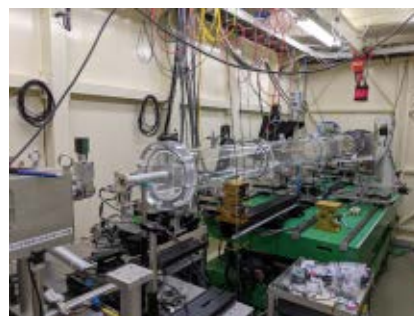


図7. 3.5 m 長カメラパス



図8. 試料温調装置。固体試料用 (左) と液体試料用 (右)

BL12

軟X線ビームライン BL12 では、軟 X 線吸収端近傍微細構造(NEXAFS : Near-edge X-ray absorption fine structure)測定と X 線光電子分光 (XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy) 測定が行える。本ビームラインは電池材料[5,6] 分野で多く利用されているため、大気非暴露の分析に必要な機器の整備を行った。

(1) 試料搬送導入装置の開発

大気非暴露で試料を搬送する簡易型試料搬送導入装置(図9)を開発し、特許出願した。本装置はこれまで利用してきた装置に比べ軽量化され、駆動機構が多くなり汎用性が高くなった。既にシリコンウエハーやリチウムイオン電池の分析に利用されている。



図9. 簡易型試料搬送導入装置

(2) 半導体材料用グローブボックスの整備

300 mm のシリコンウエハー対応型グローブボックス(図 10)を整備した。本装置を用いて試料準備し、試料搬送導入装置で分析装置まで搬送することで、大気中の成分による汚染を軽減でき、より精確な分析ができるようになった。(小林英一)



図 10. 半導体材料用グローブボックス

BL15

物質科学ビームライン BL15 では、薄膜 X 線回折、粉末 X 線回折、X 線反射率測定を主としたユーザー利用が行われている。これらに加えて新たに X 線回折法による木材構造評価システムの開発に着手したので、その概要について報告する。

(1) 開発中の木材構造評価システムの概要

木材の質量密度や、木材を構成するセルロースミクロフィブリルの傾斜角 (MFA) は、木材強度と相関があることが知られており、木材強度の研究においてこれらの情報の重要性は高い。開発中の木材構造評価システムは、これらの情報の取得を目的としている。図 11 に、その模式図を示す。想定している測定試料は柎目に切り出された板状木材である。X 線を試料の柎目面に対して垂直に入射し、試料を板目面方向に走査しながら、透過および回折 X 線強度を 2 次元 X 線検出器で測定する。測定された X 線強度を解析することで、質量密度や MFA の情報を得る。

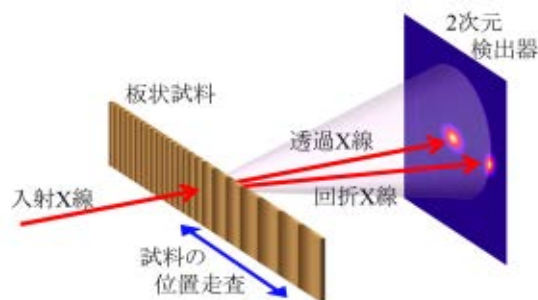


図 11. 開発中の木材構造評価システムの模式図。

この評価システムを用いて試験測定を行った。測定試料の樹種はスギで、髄を含む厚さ2 mm の柎目に切り出された板状試料である。入射X線の波長は0.100 nm、入射X線サイズは0.5 mm φで、走査間隔0.5 mm 毎に10 sec.の回折強度測定を行った。この条件下での1試料あたりの測定時間は約2時間である。図2に、X線強度の解析から得られた相対質量密度および、MFAの髄から外皮に向けての分布である。相対質量密度には晩材と早材の密度差を反映した周期的な振動がみられ、晩材で高密度、早材で低密度ある。一方、MFAでは質量密度と類似した振動がみられるが、その値は晩材で小さく、早材で大きい。したがって、質量密度とMFAとの間には負の相関がみられる。また、

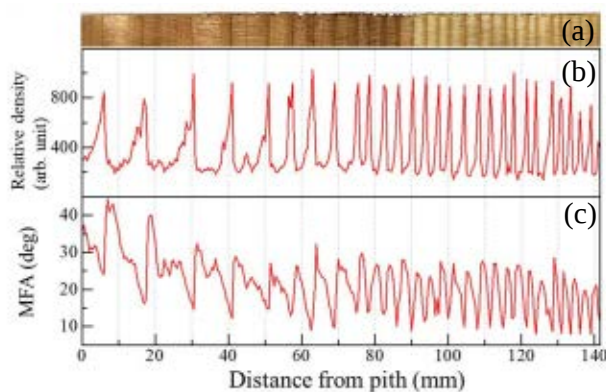


図 12. (a) 測定試料の写真、(b) 相対質量密度および (c) MFA の分布。

髄に近い領域のMFA は外側のMFA よりも大きい。

これらの特徴は既報と結果と同様であり、信頼性の高い結果が得られた。今後、測定時間の短縮化、空間分解能の向上を目指し、評価システムの高度化を行っていく予定である。

(馬込栄輔)

BL18

本ビームラインは偏向電磁石を光源とし、単色EUV光 ($E=92\text{eV}$ 、 $\lambda=13.5\text{ nm}$) の利用に特化した装置構成になっている。これにより、レジスト開発に資する照射実験や薄膜開発に資する透過率計測を行うことができる。ビームサイズは $0.5 \times 0.7\text{ mm}^2$ で、照射強度は2種類の吸収板を組み合わせることで $0.002 \sim 9\text{ W/cm}^2$ の範囲で調整することができる。また、試料交換用の真空予備室を備えており、短時間 (～1時間) での試料交換や、手動バルブ操作による任意レートでの真空引きやリークもできる。今年度は、照射実験4課題、透過率計測実験1課題の利用があった。(米山明男)

参考文献

- [1] A. Yoneyama, et. al., “Scanning X-ray Fluorescence Microscope using white SR at SAGA Light Source”, 16th International Conference on X-Ray Microscopy, C42, Lund, Sweden (2024).
- [2] 安田みどり他, “機械そうめんの食感のミクロ構造的解析”, 日本食品科学工学会誌 **70**, 147-159 (2023).

- [3] S. Harada et al., “Development of High-Resolution Nuclear Emulsion Plates for Synchrotron X-Ray Topography Observation of Large-Size Semiconductor Wafers”, J. Electr. Mater. **52**, 2951-2956 (2023).

- [4] 瀬戸山寛之ほか、第84回応用物理学会秋季学術講演会、19p-D903-5 (2023).

- [5] A. Inoishi et al., “In situ Formation of Solid Electrolyte during Lithiation Process of MgCl_2 Anode in an All-Solid-State Lithium Battery”, Batteries & Supercaps, **6**, e202300187 (2023).

- [6] D. Asakura et al., “Redox Reaction in Ti-Mn Redox Flow Battery Studied by X-ray Absorption Spectroscopy”, Chemistry An Asian Journal **18**, e202201047 (2023).

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。本ビームライン設備を用いて、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、種々の固体や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。2023 年度においては、高度化改修のための予算が認められ、電子スピン回転器と VLEED 型スピン検出器による 3 次元スピン分解-角度分解光電子分光が可能となるエンドステーション高度化と、フェムト秒レーザーシステムを更新する高度化を実施することができた。また、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プロジェクト研究と利用実験と学内外の研究者に向けた利用支援を継続して推進した。

2. 測定システムの状況

平面型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 ステーションの光電子分光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)装置を備えており、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ク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。また、分子性試料の薄膜作製のためには、試料準備槽に接続できる専用の有機薄膜作製用真空槽を用意しており、真空蒸着可能な分子性薄膜試料の課題に使用されている。

光電子測定槽では、試料は循環型ヘリウム冷凍機の前部に固定される。光電子分析装置の電子レンズは広角度範囲モードの $\pm 18^\circ$ から高角度分解能モードの $\pm 3.5^\circ$ 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。マニピュレータについては、X, Y, Z, および θ の 4 軸をステッピングモータ駆動とすることにより、試料位置と試料角度を測定用 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。2022 年度からは、

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)を使用するとともに低振動型クライオスタットに更新している。また、2023年1月には光電子分析装置の二次元検出器用カメラの更新を行った。感度特性と転送速度が向上したことにより、MCP増幅部の寿命を伸ばすことができるとともに、計測効率も改善することができた。

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 $\phi 1.45$ 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、25 eV以下などの低エネルギー領域でのARPES実験を中心に実験を行っており、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測定も可能である。例えば、低温に保持したAg(111)上には平坦型のビスマセンを成長させることに成功し、光子エネルギー19 eVの放射光を用いたARPES測定により、 Γ 点付近やK点付近での特有のバンド分散を明らかにした成果などを報告している。

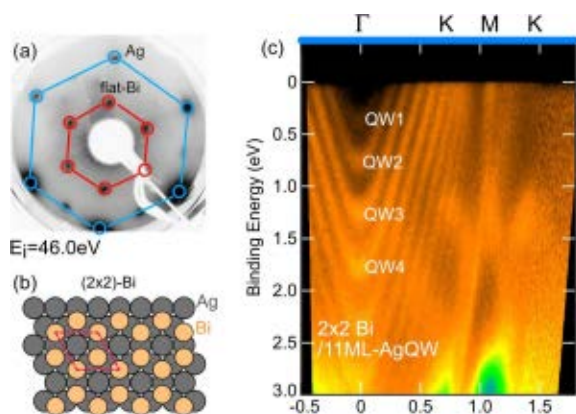


図1. 平坦型ビスマセンのバンド構造。

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、2022年度から2028年度までの計画で、ミッション実現戦略分の事業として「九州地域シンクロトロン光活用拠点における革新マテリアル研究と人材育成」を進めている。本事業では、シンクロトロン光施設での軟エックス線領域の学術研究の実績とレーザーとの組合せによる先導的な研究実績や、継続してきた連携研究の体制を土台とし、ウルトラワイドギャップ半導体材料作製技術やシンクロトロン光とレーザー光を活用した先端分析とDXを活用した高度解析を融合した研究に取り組んでおり、社会課題の解決に資する革新的な材料開発研究、地域の研究者の分野横断的な連携を促進する共同研究と利用支援、先導的分析技術の社会実装、アウトリーチ活動などの研究・教育・社会貢献での成果を循環させ、シンクロトロン光利活用に関する九州地域の知的拠点としての活動を行う。これらの取り組みでは、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・微粒子材料の作製技術を高度化し、その電子状態や光学特性等を明らかにするとともに、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、創エネルギーデバイスなどを評価できるシステムの高度化を進めている。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、2023年度は学内他部局向け9件、学外向け19件の支援を実施した。これらの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

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、ユーザーの研究に合わせた試料環境制御の開発に力を入れており、テンダーX線でも利用できる昇温セル、また、湿度制御システムを実現した。2023年度の高度化では、SAXS用溶液セルの開発を行い、主に脂質ベシクル系の測定に適用した。

2. 利用状況及び成果

2023年度のユーザー利用は、56件で131日間であった。その内、XAFS利用課題39件、SAXS利用課題15件、また、XRD利用が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では、査読付き学術論文数は、2023年に18報発表され、これまでの累計として110報となった。なお、これまでの累計として、学術会議等での招待講演46件、口頭発表215件、ポスター発表164件、9件の学会賞等の

受賞となった。教育研究の成果として、博士論文9件、修士論文69件、学部卒業論文28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

3.1 溶液セルの開発

主にSAXSでの溶液試料の測定のために、試料セルを新たに開発した。従来のセル窓材は、石英ガラス (厚さ20 μm) であったが、新しいセルでは、SiN膜 (窓サイズ5×5 mm、厚さ1 μm) を採用し、窓材によるX線の吸収・散乱の低減によるS/N比の向上を図った。セル本体はSUS316L製とし、上面部から溶液の注入・排出を可能とする2つの流路を確保した。窓部はセル本体とは別体で、Oリングを挟んで組み合わせられる構造とし、分解して内部の洗浄や窓の張替えが行える。光路長は1 mmとした。図1にSiN窓溶液セルの写真を示す。本セルは、湯浴プレートと組み合わせること

で90°C程度までの温調も可能である。図2に、脂質ベシクル分散液に対して測定されたSAXSの強度 I vs. 散乱ベクトル q (nm^{-1})プロットを示す。新たに開発したSiN窓セルは、石英窓セルに比べて散乱光強度が2倍程度向上し、S/N比の良い結果が得られた。なお、光路長はいずれのセルも1 mmであ

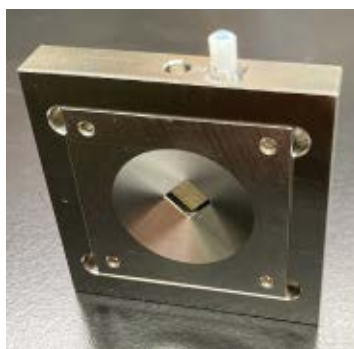


図1 新しく開発したSiN窓溶液セル

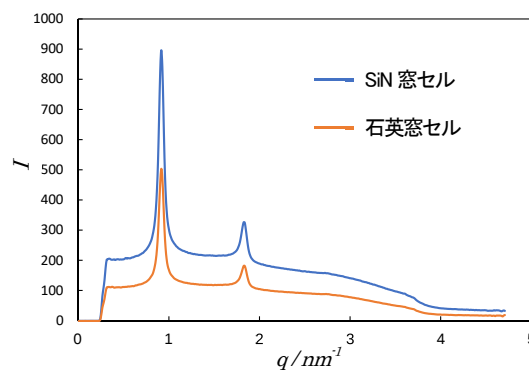


図2 脂質ベシクル系の散乱強度 vs. 散乱ベクトル

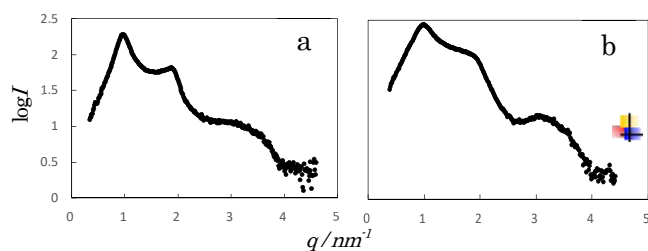


図3 DPPC/DOPC/Chol系ベシクルの散乱強度 vs. 散乱ベクトル

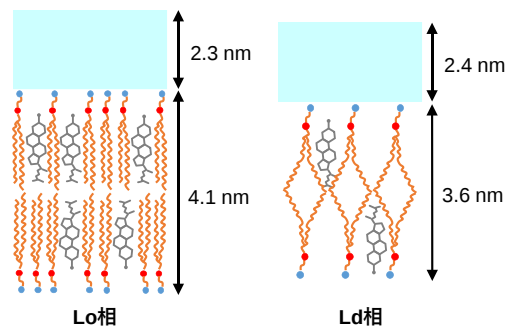


図4 脂質二重膜の構造（模式図）

る。一方、角度分解能については大きな差異は確認されず同程度の結果が得られた。X線二次元検出器をカメラパスと一体として真空中にしたSAXSと相まって高感度化が一層進捗した。

3.2 多成分脂質ベシクル系試料のSAXS実験

九大BLにおいて開発された試料セルを用いて、飽和脂質（DPPC）／不飽和脂質（DOPC）／コレステロール（Chol）からなる多成分脂質ベシクル系に対してSAXS測定を行った。この系は、脂質の組成に依存して液体秩序相（Lo相）や液体無秩序相（Ld相）などの相状態を示すため、生体膜のモデル膜として捉えることができ、生体膜の機能発現・制御の理解、生体膜を模倣した新規物質の創製・応用などへ展開する基盤となるものである。図3にはLo相（図3a）およびLd相（図3b）に対して得られた I vs. q プロットである。多重層ベシクルの積層した脂質二重膜のラメラ構造に由来する明瞭なBraggピーク（ $q \sim 0.95, 1.9 \text{ nm}^{-1}$ 付近）と二重膜構造に起因したフリンジ（ $q \sim 2.5 \text{ nm}^{-1}$ 付近）が確認された。Braggピークの解析からラメラ間隔 D を求め、 I vs. q プロットの脂質二分子膜の内・外膜での不均一な脂質組成を考慮したモデル解析から二重膜の厚み d を決定した（表1）。

表1 ベシクル系の構造パラメーター

	Lo相	Ld相
D/nm	6.4	6.0
d/nm	4.1	3.6
d_w/nm	2.3	2.4

これにより、これが飽和鎖をもつDPPCとCholに富む

Lo相は、秩序性が高く、二重膜の厚みがLd相に比べて大きいことや、LoおよびLd相ともに二重膜に挟まれた水相の厚み d_w は変わらず、二重層間に働く表面間力に大きな違いがないこと等が判明した。（図4）

SiN窓をもつ新たな試料セルを用いたSAXS測定は、溶媒との電子密度コントラストがそれ程高くないソフトマター系の構造解析に極めて有用であり、九大BLの強みの一つと考えられ、今後の更なる活用が期待される。

（基幹教育院・瀧上 隆智 教授）

4. ARIM利用規定の整備

本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（ARIM）が、2022年度から開始された。共用設備の利用から得られる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、データ駆動科学への展開を目指している。本学のARIM共用設備と同様にARIMを通じた九大BLの利用を実現するためBL利用規定を改定した。本規定は、2024年度に施行される。なお、ARIM利用では、実験データ提供の可否を選択できる。

九州大学シンクロtron光利用研究センター

杉山武晴・石岡寿雄・吉岡聡・瀧上隆智

・原田明・山内美穂・永長久寛

・徳永信（センター長）

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、原子レベルの分析や製造プロセスのその場評価など、放射光を用いた最先端の材料分析を光ファイバや通信用デバイス、各種電線、切削工具など当社製品の信頼性や性能向上、新製品の開発促進に活用してきた。これを更に推進するためには、これらの最先端分析を日常的に利用できる環境が必要と考え、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターにビームライン（以下、BL）の建設を進め、2016年11月より、本格的に活用を開始した。^[1]

当社製品は上述のように多様に展開しており、軽元素から重元素まで多くの元素を用いている。このため、住友電工ビームラインでは、Li より重い全元素のX線

吸収分光（XAFS）測定を実施可能とするため、ウィグラを光源とする BL16（硬 X 線 BL）と偏向電磁石を光源とする BL17（軟 X 線 BL）の二本の BL で構成し、50 eV～35 keV の広い帯域をカバーしている。ビームラインの構成を図 1、基本仕様を表 1 に示す。

2. ビームライン利用状況

図 2 に 2023 年度の BL16/17 の利用分野別、利用手法別の利用状況を示す。

当社および当社グループの業態や製品構成から、稼働当初より、素材・原料が 60%～70%、通信用を主とした電子デバイスが 15%～20%、エネルギーと環境・資源をあわせて 5%～10%、調整が 10%～15%という

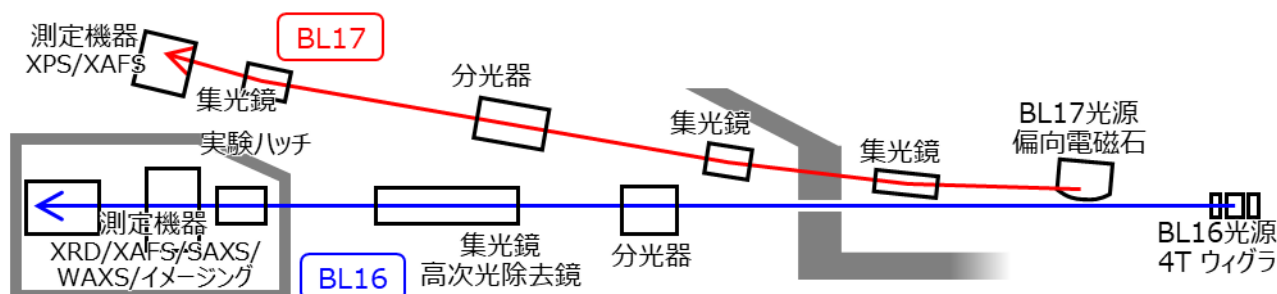


図1 住友電工ビームラインの構成

表 1 住友電工ビームラインの仕様

	BL16:硬X線ビームライン	BL17:軟X線ビームライン
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	可変偏向型回折格子分光器: 400/800/1400/2000 Lines/mm
エネルギー範囲	2 keV ~ 35 keV	50 eV ~ 2000 eV
光子数 (photons/s)	2.7×10^{10} @7 keV $>10^{10}$ @3.2~11 keV	2.0×10^{10} @400eV $>10^9$ @50~1400 eV
エネルギー分解能	$E/\Delta E > 5000$ @10 keV	$E/\Delta E > 3480$ @400 eV
ビームサイズ	$1.0 \text{ mm}^H \times 0.2 \text{ mm}^V$ @回折計 $1.7 \text{ mm}^H \times 0.5 \text{ mm}^V$ @XAFS $0.015 \text{ mm}^{\square}$ ポリキャピラリ使用	$0.5 \text{ mm}^H \times 0.05 \text{ mm}^V$

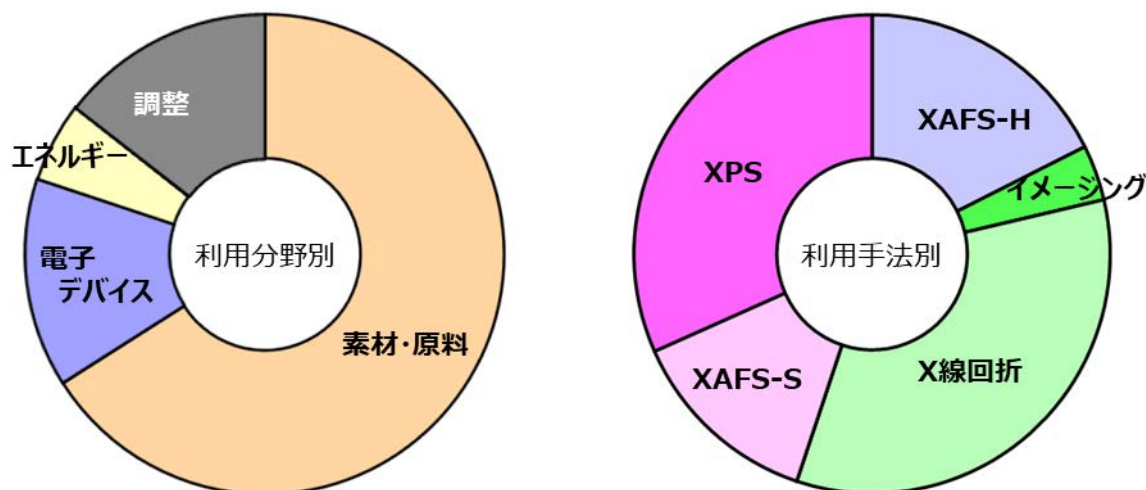


図2 住友電工ビームラインの利用状況

利用状況に大きな変化はない。

手法別では、BL16 では回折の割合が高い。これは 2022 年度に導入したポリキャピラリを用いた微小ビームによる回折散乱マッピングによるものと考えている。更に、2022 年度から実戦に投入したイメージングシステムの利用も進んでいる。

BL17 では XPS の利用が多いが、概ね変動の範囲内で利用状況に大きな変化はない。

3. ビームライン整備状況

住友電工 BL は稼働以来、大型の改造等は行っており、測定範囲と対象の拡大や測定の効率化を目指した機器導入や改造などを実施している。高感度化を目指し、2023 年度に実施した機器導入、改造について、以下に 3 件報告する。

3-1. BL16 蛍光 X 線検出器の更新

BL16 の利用においては、30%程度が XAFS であり、その多くは蛍光 XAFS 測定である。用途としては、数%以下の添加元素の結合状態を比較することが多く、このような分析では、検出器を試料に近づけて蛍光 X 線を検出する立体角を大きくすることが有効である。しかし、母相からの蛍光 X 線が強い、その場測定で試料環境を作るための治具・設備などの物理的制約 など、検出器を近づけられない場合には、検出器面積を大きくして、大きな立体角を得る必要がある。

このため、蛍光 X 線検出器を面積 30 mm²/素子×4 素子から 50 mm²/素子×7 素子の構成のものに更新した。これにより、検出器面積は、120 mm² から 350

mm² と約 3 倍になっている。

新旧の検出器で 0.1%Fe-Cu 合金の Fe-K 端を測定した結果を図 3 に示す。このように、概ね 3 倍の強度向上を確認し、硬 X 線蛍光 XAFS の高効率化を達成した。

3-2. BL17 蛍光検出器の感度向上

BL17 の蛍光 XAFS 測定についても、同様に高感度化を検討したが、こちらは検出器を交換するには、真空チャンバーを再設計・製作する必要があった。このため、検出器はそのままとして、検出器の取合いを変更して試料に近づけることを試みた。

SDD 検出器はメインチャンバーに出し入れできる

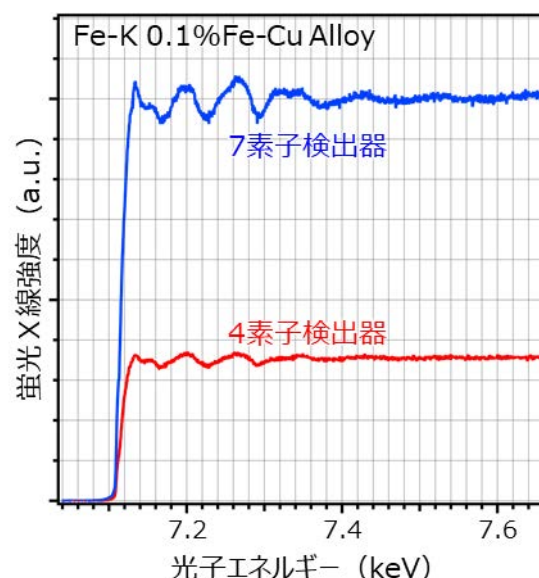


図3 蛍光検出器の違い（4素子→7素子）による蛍光XAFSスペクトルの差異

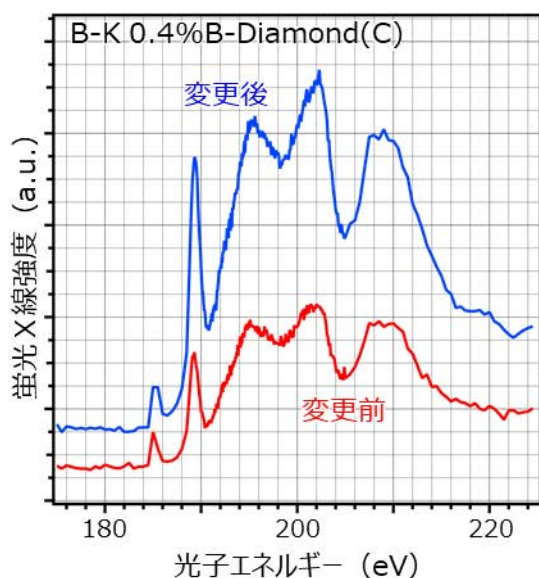


図4 蛍光検出器の取合い変更による
蛍光XAFSスペクトルの差異

構造として、取合い部分にはゲートバルブを備えており、検出器と試料の距離は最小で 51 mm であった。このゲートバルブの代わりにシャッターを入れることで 30 mm 近づけることを可能とした。なお、シャッターも省略して、より近づけるという選択肢もあったが、ベーキング時の発生ガスによる検出器の汚染を可能な限り避けたいため、シャッターとした。

取合い変更前後で 0.4%B-C (ダイヤモンド) の B-K 端を測定した結果を図 4 に示す。このように、概ね 2.5 倍の強度向上を確認し、軟 X 線蛍光 XAFS の高効率化を達成した。

3-3. BL17 光電子検出器の変更

BL17 では、XPS 用の半球型電子分光器を備えているが、光電子の検出には CCD カメラを使用していた。XPS の感度向上を狙い、検出器を CMOS カメラに変更した。なお、これに伴い、分光器の制御ソフトウェアも更新されており、外部からの制御が可能な仕様となったため、将来は分光器と連動させ、光電子やオージェ電子をプローブとした極表面の XAFS 測定を検討している。

金の標準試料の 4f 光電子ピークをカメラ更新前後で測定した結果を図 5 に示す。概ね 1.5 倍の強度向上を確認し、XPS の高効率化を達成した。

4. まとめ

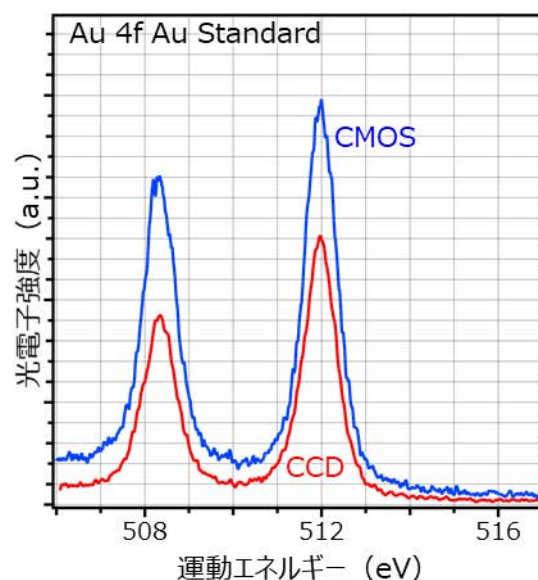


図5 光電子検出器の更新前後のAu 4f
光電子ピークの比較

2023 年度の住友電工 BL の活動概要を報告した。

当社および当社グループにとって、放射光を利用した原子レベルの材料・デバイス解析、その場測定などの最先端分析は必須の分析手法であり、施設をはじめとした皆様のご協力を頂いて、高度化と安定稼働を進めていきたい。

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).

住友電気工業(株) 解析技術研究センター

山口 浩司

IV 研究開発

1. はじめに

当研究センターの2022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

2023 年度実施された研究は、表 1 のとおりである。

表 1 2023 年度に実施された研究

課題名	代表者
電子蓄積リング用可搬型精密位置センサの開発	加速器グループ 岩崎 能尊
軌道角運動量を運ぶテラヘルツ遷移放射の観測	加速器グループ 高林 雄一
原子蛍光偏偏光計の開発	加速器グループ 金安 達夫
食品を含む農林水産物を対象とした放射光利用技術開発	ビームライングループ 廣沢 一郎
軽元素検出用 He チャンバーの開発	ビームライングループ 米山 明男
高感度 NEXAFS 計測システムの開発と材料分析への応用	ビームライングループ 小林 英一
BL11 における XAFS 測定用要素技術開発	ビームライングループ 瀬戸山 寛之
(1)イメージング用結晶の結晶構造の評価	ビームライングループ 石地 耕太郎
(2)植物の放射光変異のゲノム解析の試み	

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。

2023 年度については、2022 年度以前に交付決定を受けた研究を継続して実施し、実施概要は表 2 のとおりである。

表 2 2023 年度実施状況一覧

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
2022 ～ 2024 年度	基盤研究 (B)	軟 X 線超高速光電子分光法による内殻電子ダイナミクスの実時間観測	金安達夫

2-3. 外部機関との共同研究

2023 年度は大学・企業・公設試験研究機関等と共同研究契約に基づく、研究課題を 13 件実施し、産学官連携による技術の高度化を図った。

特に県内の試験研究機関等との地域課題解決に向けて共同研究も積極的に行った。

【主な事例】

- ◇‘佐賀果試 35 号’へのシンクロトロン光照射による‘かいよう病’抵抗性個体の作出
 - ・共同研究先 佐賀県果樹試験場
- ◇次世代精鋭スギ等の強度特性の解明
 - ・共同研究先 佐賀県林業試験場

V 研究会、講習会

1. 研究会

1-1 第 17 回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会

『シンクロトロン光利用を通じた食品・農業・林業への貢献』と題して、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(2 件)、企画講演(7 件)のプログラムで開催した。ポスター発表は 13 件であった。

- ・開催日：2023 年 8 月 2 日
- ・開催地：グランデはがくれ
(オンラインとのハイブリッド開催)
- ・主 催：研究センター
- ・参加者：113 名



1-2 第 37 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム

国内の放射光施設や関係機関が一堂に会し、施設報告やオーラルセッション、ポスターセッションを通じた放射光研究に関する情報交換・ディスカッションを行った。

- ・開催日：2024 年 1 月 11 日～12 日
- ・開催地：アクリエひめじ（兵庫県姫路市）
- ・主 催：第 37 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

2. 講習会

2-1 SAGA-LS サマースクール 2023

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とシンクロトロン放射光を使った実験を体験する実習(XAFS、X線 CT、Topography 等)の 2 部構成で実施した。

- ・開催日：2023 年 8 月 23 日～25 日
- ・開催地：当研究センター
- ・主 催：当研究センター
- ・参加者：11 名

2-2 測定講習会

主にシンクロトロン放射光の研究になじみのない企業等に対し、シンクロトロン放射光を活用した研究開発への意欲を深めてもらうため、実験テーマ毎の講習会(座学・実習)を実施した。

(1) マイクロ X 線 CT 講習会

- ・開催日：2023 年 7 月 12 日
- ・開催地：研究センター
- ・主 催：研究センター
- ・参加者：4 名(2 グループ)

(2) 位相 CT 講習会

- ・開催日：2023 年 12 月 6 日
- ・開催地：研究センター
- ・主 催：研究センター
- ・参加者：9 名(4 グループ)

VI 広報、人材育成

1. 広報

年に1度の施設の一般公開の開催や一般見学の随時受入れなど、研究センターの活動や研究成果等の広報に努めた。

1-1 一般公開

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、施設の一般公開を行い、実験ホールの見学ツアーや工作体験、地元の中学生の研究発表等を行った。

- ・開催日：2023年9月23日
- ・参加者：291名

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、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。

- ・見学者数：825名

1-3 施設紹介

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。

2. 人材育成

インターンシップ研修生として受け入れた鳥栖商業高等学校の生徒2名（2年）については、総務事務及び利用促進の業務を行ってもらった。

また、香楠中学校2年生（1名）を職場体験として受け入れ、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

○諮問委員会

開催なし。

令和5年度は、佐賀県において「九州シンクロトロン光研究センターサービス向上委員会」が設置され、令和4年度から令和6年度にかけて、研究センターの取組の評価・点検が行われているため、諮問委員会の開催を見合わせた。

○他機関ビームライン評価委員会

開催なし。

VIII 安全管理

1. はじめに

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

2. 放射線の安全管理

放射線障害予防規程に規定する放射線管理区域の放射線管理業務を行った。

2-1 許認可申請及び届出

2023年10月1日に施行される法改正（放射線の量等の測定の信頼性確保のための放射性同位元素等の規制に関する法律施行規則の一部を改正する規則）に伴い、2022年度より審議を行っていた予防規程を2023年10月1日付けで改定した。

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：2023年5月26日

講師：岩崎能尊、瀬戸山寛之（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：27名

(2) 実施日：2023年8月4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：37名

(3) 実施日：2024年1月19日

講師：岩崎能尊、瀬戸山寛之（当研究センター・放射線取扱主任者）

受講者：12名

2-4 放射線業務従事者管理及び入退管理

当研究センターで放射線業務従事者として登録し、個人被ばく線量計により個人被ばく管理を行った。表1に放射線業務従事者登録者数を示す。

表1 2023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	23
外来者	495
計	518

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. 環境保全への取り組み

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

5. 緊急時対応

緊急時連絡先等を利用の手引き及び安全の手引き（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

2023 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、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)

	2022 年度	2023 年度
電力使用量	4,867,519	4,817,483

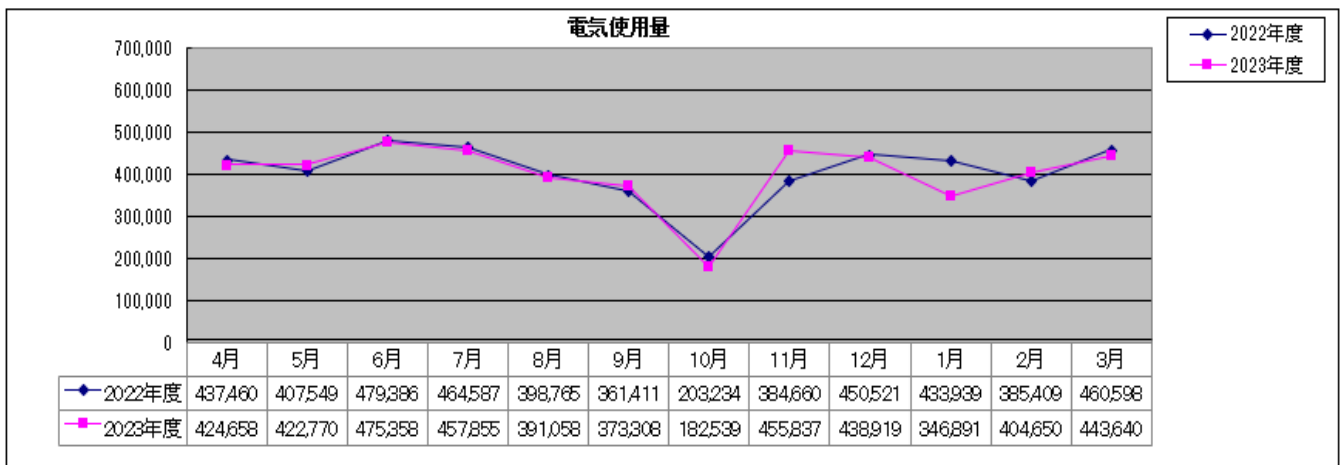


図 1 月別電気使用量(単位 : kWh)

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 : m³)

	2022 年度	2023 年度
水道水使用量	6,553	6,529

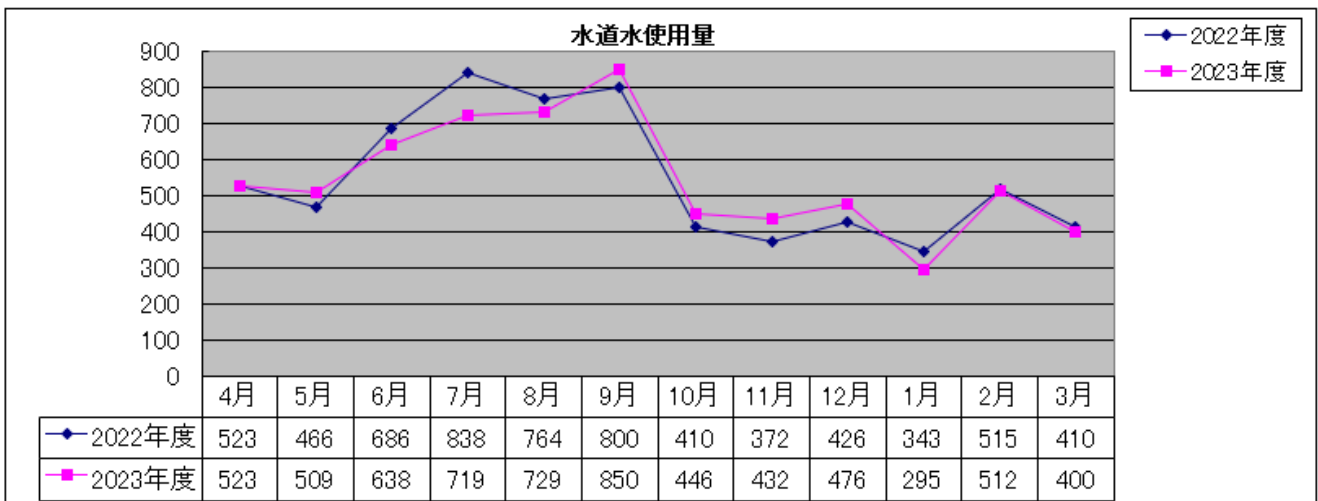


図 2 月別水道水使用量(単位 : m³)

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 : m³)

	2022 年度	2023 年度
ガス使用量	86,721	81,563

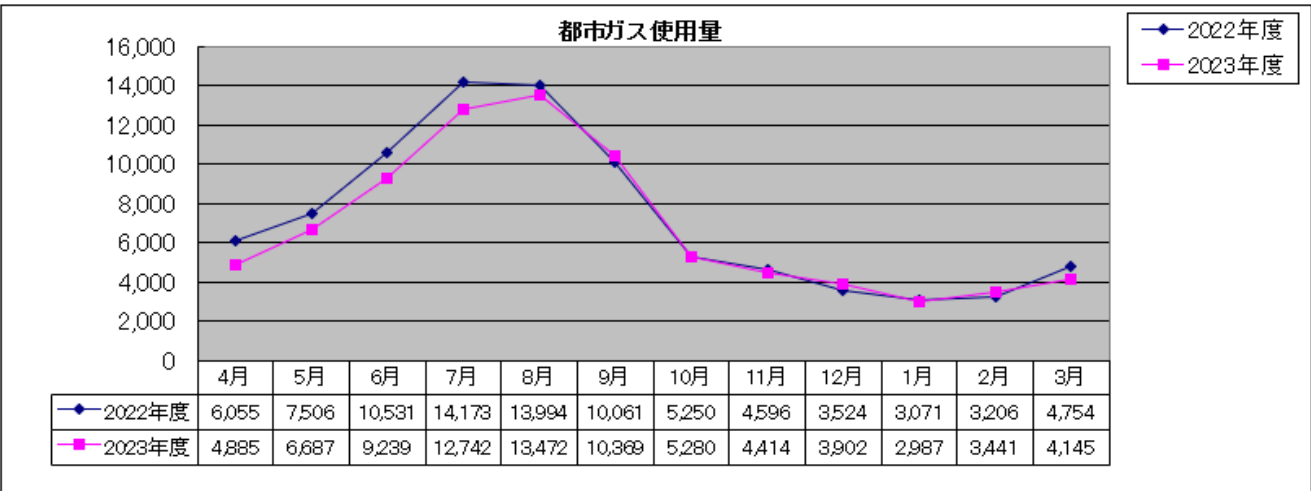


図 3 月別都市ガス使用量(単位 : m³)

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。利用報告書は研究センターのウェブサイトに掲載している。

成果非公開の一般利用は 89 件、包括利用は 2 件であった。

産業利用

	実験責任者	所属機関	課題名
1	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィーによる垂直ブリッジマン成長 β 型酸化ガリウムのショットキーバリアダイオードのキラ欠陥の同定
2	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィーによる垂直ブリッジマン(VB)成長基板上にハライド気相成長(HVPE) β 型酸化ガリウムのショットキーバリアダイオードのキラ欠陥の同定
3	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	改良したCMPプロセスを用いたHVPE成長 β 型酸化ガリウムのショットキーバリアダイオードのキラ欠陥のシンクロtronX線トポグラフィー観察
4	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	ショットキーバリアダイオード作製プロセス後に生じるHVPE成長 β 型酸化ガリウムのキラ欠陥のシンクロtronX線トポグラフィー観察
5	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	高耐電圧SBDのために厚膜化したHVPE成長 β 型酸化ガリウムのシンクロtronX線トポグラフィー観察
6	徳留 嘉寛	佐賀大学リージョナル・イノベーションセンター	実使用に即して洗浄剤を適用したヒト角層構造の評価
7	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィー観察による厚膜化したHVPE成長 β 型酸化ガリウムのマイクロクラックを伴う多結晶欠陥の観察
8	坂本 健一郎	佐賀県農業試験研究センター	シンクロtron光を活用した花き類の県オリジナル品種の育成
9	中里 一郎	長崎県農林技術開発センター 果樹・茶研究部門	シンクロtron光照射によるカンキツの突然変異個体作出手法の開発
10	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィー観察によるHVPE成長 β 型酸化ガリウムの不定形欠陥の観察—EFG基板上とVB基板上の比較
11	嘉数 誠	佐賀大学 大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィーによる気相堆積法(CVD)成長ヘテロエピタキシャルダイヤモンドの結晶欠陥評価—高温高圧合成(HPHT)単結晶とCVDホモエピタキシャル成長ダイヤモンド単結晶の比較
12	嘉数 誠	佐賀大学大学院理工学研究科	シンクロtronX線トポグラフィー観察によるHVPE成長 β 型酸化ガリウムのマイクロクラックの生成機構の解明
13	田端 正明	佐賀大学	三重津海軍施設跡で発掘された磁器の胎土および染付染料の化学組成と磁器の産地との包括的關係

重点分野利用(半導体関連分野)

	実験責任者	所属機関	課題名
1	大谷 亮	九州大学 大学院 理学研究院 化学部門	動的なNi(II)中心を有する二次元配位高分子のXAFS測定を用いた構造解析
2	大谷 亮	九州大学大学院 理学研究院 化学部門	プロトン伝導性二次元配位高分子の粉末X線回折測定を用いた結晶構造解析
3	大谷 亮	九州大学大学院 理学研究院 化学部門	動的な金属イオン中心を有する二次元配位高分子のXAFS測定を用いた構造解析
4	関口 淳	リソテックジャパン(株)ナノサイエンス研究所	EUVリソグラフィー用レジストの感度評価と解像度評価

重点分野利用(エネルギー関連分野)

	実験責任者	所属機関	課題名
1	檜垣 勇次	大分大学 理工学部	両スルホベタインブロック共重合体のメソ構造制御による高イオン伝導性高分子固体電解質の開発
2	パントン パチヤ	福岡大学 機能・構造マテリアル研究所	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
3	吉井 文晴	東北大学多元物質科学研究所	二次電池用炭素材料中のリチウム・ホウ素・酸素・炭素の軟X線XAFS解析
4	パントン パチヤ	福岡大学 研究推進部 機能・構造マテリアル研究所	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
5	東野 昭太	大阪公立大学 大学院工学研究科 機械系専攻	電析薄膜のEXAFS測定による局所原子配列の解析
6	森合 達也	東京工業大学科学技術創成研究院	In-situ XAFSによる原子精度ニッケルクラスター内の活性化エネルギー削減サイトの構造解明
7	猪石 篤	九州大学 先導物質化学研究所	フッ化物電池用MnF ₃ 電極の軟X線吸収による電極反応評価
8	吉本 則之	岩手大学理工学部	X線イメージングによる蓄熱材料ハスクレイの組織観察
9	北野 翔	北海道大学 工学研究院	Liイオン二次電池のための金属ドーパ酸化ニオブ負極における4d金属種の電子構造解析
10	北野 翔	北海道大学 工学研究院	Liイオン二次電池のための金属ドーパ酸化ニオブ負極における3d金属種の電子構造解析
11	吉井 文晴	東北大学多元物質科学研究所	二次電池用炭素材料中のリチウム・ホウ素・酸素のXPS解析および軟X線XAFS解析
12	檜垣 勇次	大分大学	耐熱・耐久性に優れた燃料電池セパレータ用特殊ポリオレフィンのミクロ相分離構造
13	鈴木 秀俊	宮崎大学工学部 応用物理学プログラム担当	逆格子マッピング測定を用いた、格子不整合InGaAs太陽電池の転位滑り面の面内分布異方性の観察
14	畠 俊郎	広島大学大学院先進理工系科学研究科 社会基盤環境工学プログラム	表層土壌圏を対象とした新規CCUSに基づくエネルギー資源開発支援
15	猪石 篤	九州大学先導物質化学研究所	フッ化物電池用MnF ₃ 電極の軟X線吸収による評価
16	喜多條 鮎子	山口大学大学院	XANES測定を利用した層状・不規則岩塩型Li _{1.2} Cr _{0.4} M _{0.4} O ₂ (M=Mn, Ti) 正極の充放電反応機構の解明
17	篠田 弘造	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	鉄鉱石中リン存在状態解析のための模擬試料に対するXAFS測定
18	牧野 知之	東北大学大学院農学研究科	XAFSを用いた発電炉から発生する木質灰に含まれる重金属の形態解析
19	芳野 遼	東北大学金属材料研究所	二酸化炭素光還元能を示す共有結合性金属-有機構造体の粉末X線回折を用いた構造評価
20	猪石 篤	九州大学先導物質化学研究所	硫化物系正極材料の軟X線吸収による評価
21	パントン パチヤ	福岡大学 研究推進部 機能・構造マテリアル研究所	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
22	檜垣 勇次	大分大学理工学部	高耐熱性燃料電池セパレータ用新規多元オレフィン系共重合自己修復性エラストマーの小角X線散乱測定による分子鎖凝集構造解析
23	東野 昭太	大阪公立大学 大学院工学研究科 機械系専攻	EXAFS測定によるイオン液体中の局所原子配列の解析
24	吉井 文晴	東北大学 多元物質科学研究所	キャパンタ・二次電池用3次元グラフェン材料中のホウ素・窒素・酸素のXPS解析および軟X線XAS解析
25	猪石 篤	九州大学 先導物質化学研究所	硫化物系正極材料の軟X線吸収による評価
26	朝倉 大輔	産業技術総合研究所	X線吸収・共鳴光電子分光による蓄電池材料の電子状態解析
27	牧野 知之	東北大学大学院農学研究科	XAFSを用いた発電炉から発生する木質灰に含まれる重金属およびカリウムの形態解析

トライアル利用

1	関口 淳	リソテックジャパン株式会社 ナノサイエンス研究所	EUV 用フォトレジストの感度評価
2	岩下 拓哉	大分大学 理工学部 理工学科 准教授	小角X線散乱による脱塩した荷電シリカコロイド分散系の構造測定
3	鈴木 秀俊	宮崎大学工学部 応用物理工学プログラム担当	逆格子マッピング測定を用いた、格子不整合InGaAs太陽電池の転位滑り面の面内分布異方性の観察
4	関根 良博	熊本大学	酸化グラフェンを用いた機能性ダイヤモンド創出
5	小林 浩和	九州大学 ネガティブエミッションテクノロジー研究センター	電気化学的CO ₂ 還元能を有するCu/Cu _x M _{1-x} 表面合金ナノ結晶(M=Ag, Pd, Ru)の広域X線吸収微細構造解析
6	阿部 禎也	秋田県産業技術センター 先端機能素子開発部	低エネルギー軟X線光電子分光による親水撥油型フッ素系表面改質剤の表面状態と表面濡れ性との相関性解析
7	本橋 宏大	大阪公立大学大学院工学研究科	X線吸収分光法を用いた固体電解質におけるタンタルの局所構造解析
8	中村 知佐子	福岡県朝倉農林事務所朝倉普及指導センター	シンクロトン光照射が鉢物リンドウの花色変異に及ぼす影響

2. 発表論文

2-1 利用者

1. Koki Chida, Takeharu Yoshii, Norihito Hiyoshi, Tetsuji Itoh, Jun Maruyama, Kazuhide Kamiya, Masataka Inoue, Fumito Tani, Hiroto Nishihara, "Bimetallic ordered carbonaceous frameworks from Co- and Cu-porphyrin bimolecular crystals", Carbon, 201, 338-346 (2023).
2. Haruka Yoshino,* Masaki Saigo, Kiyoshi Miyata, Ken Onda, Jenny Pirillo, Yuh Hijikata, Wataru Kosaka, and Hitoshi Miyasaka*, "Unprecedented Highly Efficient Photoluminescence in a Phosphorescent Ag(I) Coordination Polymer", Chemical Communications, 59, 4616-4619 (2023).
3. 安田みどり, 米山明男, 竹谷敏, 田端正明, 川崎美紅, 江原徳美, 廣沢一郎, 妹尾与志木 "機械そうめんの食感のミクロ構造的解析", 日本食品科学工学会誌, 70, 147-159 (2023).
4. Morita, T.; Ogawa, S.; Kayama, T.; Ono, W.; Tamura, S.; Umeda, K.; Iwamatsu, T.; Uehara, N.; Konishi, T. "Element-ratio dependence of the 5d-states of Au and Pt in solid-solution-type Au-Pt alloy nanoparticles studied by X-ray absorption spectroscopy and density functional theory ", Physical Chemistry Chemical Physics, 25, 27417-27426 (2023).
5. Masahiro Kasai, Keiko Ohyama and Shin Nishimura, "Study on the elasticity of the crystalline lattice of α' -phase polyamide 6 and 11 under hydraulic pressures up to 100 MPa", Polymer Journal, Published online 03, Aug,

p.1-10, (2023).

6. Yating Du, Sayoko Shironita, Daisuke Asakura, Eiji Hosono, Yoshitsugu Sone, Yugo Miseki, Eiichi Kobayashi, Minoru Umeda, "Post-mortem analysis of the Li-ion battery with charge/discharge deterioration in high- and low-temperature environments", Electrochimica Acta, 473, 143421_1 ~ 143421_12 (2023).
7. S. Hosokawa, J. R. Stellhorn, N. Boudet, N. Blanc, E. Magome, L. Pusztai, S. Kohara, K. Ikeda, and T. Otomo "Local- and Intermediate-range Partial Structure Study of As-Se Glasses", Journal of the Physical Society of Japan, 93, 014601-1-12, (2023).
8. Satoshi Takeya, Akihiro Hachikubo, Hiroto Sakagami, Hirotsugu Minami, Satoshi Yamashita, Masayoshi Takahashi, Keiichi Hirano, Kazuyuki Hyodo, and Akio Yoneyama "Microstructural Study on Dissolution of Natural Methane Hydrate by Multicontrast and Multiscale X-ray Computed Tomography", J. Phys. Chem. C, 127, 23973-23979 (2023) .

2-2 加速器グループ

1. A.V. Berdnichenko, A.V. Budko, V.V. Kolodochkin, Y. Takabayashi, I.E. Vnukov, "Effect of crystal parameters and orientation on the angular distribution of diffracted transition radiation from relativistic electrons", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B 545, 165137 (2023).
2. A.V. Berdnichenko, I.E. Vnukov, Y.A. Goponov, Y. Takabayashi, "On the Use of Crystals with an Asymmetric Reflection Geometry to Measure the Parameters of

Electron Beams”, On the Use of Crystals with an Asymmetric Reflection Geometry to Measure the Parameters of Electron Beams

3. T. Kaneyasu, Y. Hikosaka, S. Wada, M. Fujimoto, H. Ota, H. Iwayama, and M. Katoh, “Time domain double slit interference of electron produced by XUV synchrotron radiation”, Sci. Rep. 13, 6142 (2023).
4. Y. Hikosaka, T. Kaneyasu, S. Wada, H. Kohguchi, H. Ota, E. Nakamura, H. Iwayama, M. Fujimoto, M. Hosaka, M. Katoh, “Frequency-domain interferometry for the determination of time delay between two extreme-ultraviolet wave packets generated by a tandem undulator”, Sci. Rep. 13, 10292 (2023).
5. M. Katoh, H. Ota, J. Yamazaki, K. Hayashi, Y. Okano, E. Salehi, Y. Taira, A. Mano, M. Fujimoto, Y. Takashima, M. Hosaka, F. Sakamoto, T. Kaneyasu, H. Zen, “Light Source Developments at UVSOR BL1U”, Journal of Physics: Conference Series 2687, 032005 (2024).

2-3 ビームライングループ

1. Ichiro Hirosawa, Kazutoshi Yoshioka, Ryo Yokogawa, Takeshi Watanabe, Atsushi Ogura, “Strain distributions in carbon-doped silicon nanowires along [110] and [100] investigated by X-ray diffraction”, Japanese Journal of Applied Physics 63, 01SP11 (2024).
2. Kazuaki Tachimoto, Takashi Ohata, Kanokwan Jumtee Takeno, Akihiro Nomoto, Takeshi Watanabe, Ichiro Hirosawa, Rie Makiura, “Assembling Triphenylene-Based Metal-Organic Framework Nanosheets at the Air/Liquid Interface: Modification by Tuning the Spread Solution Concentration”, Langmuir 39(26) 8952-8962 (2023).

3. Kazutoshi Yoshioka, Ichiro Hirosawa, Takeshi Watanabe, Ryo Yokogawa, Atsushi Ogura, “Evaluation of Strain-Relaxation of Carbon-Doped Silicon Nanowires and Its Crystal Orientation Dependence Using X-Ray Diffraction Reciprocal Space Mapping”, Journal of Electronic Materials 52(8), 5140-5149 (2023)
4. Kazutoshi Yoshioka, Ichiro Hirosawa, Takeshi Watanabe, Ryo Yokogawa, Atsushi Ogura, “Evaluation of Strain-Relaxation of Carbon-Doped Silicon Nanowires and Its Crystal Orientation Dependence Using X-Ray Diffraction Reciprocal Space Mapping”, Journal of Electronic Materials 52(8), 5140-5149 (2023).
5. Jin Nishida, Eiichi Kobayashi, Takeharu Sugiyama, Atsunori Matsuda, Shoichi Toh, Pandian Ganesan, Naotoshi Nakashima, “Simple Method to Enhance Oxidation Reduction Reaction Activity of a Carbon Nanotube-based Nickel-Iron Layered Double Hydroxide as a Bifunctional Electrocatalyst”, The Journal of Physical Chemistry C, 127(39), 19325-19334 (2023).
6. Atsushi Inoishi, Miyuki Suyama, Eiichi Kobayashi, Shigeto Okada, Hikari Sakaebe, “In situ Formation of Solid Electrolyte during Lithiation Process of MgCl₂ Anode in an All-Solid-State Lithium Battery”, Batteries & Supercaps, 6(8), e202300187 (2023).
7. Daisuke Asakura, Eiji Hosono, Miho Kitamura, Koji Horiba, Eisuke Magome, Hiroyuki Setoyama, Eiichi Kobayashi, Hayato Yuzawa, Takuji Ohigashi, Takaaki Sakai, Ryoichi Kanega, Takashi Funaki, Yukari Sato, Akihiro Ohira, “Redox Reaction in Ti-Mn Redox Flow Battery Studied by X-ray Absorption Spectroscopy”, Chemistry An Asian Journal 18(1), e202201047 (2023).

8. Naoko Isotani, Toru Kanahashi, Hirohiko Imai, Akio Yoneyama, Shigehito Yamada, Tetsuya Takakuwa, “Regional differences in the umbilical vein and ductus venosus at different stages of normal human development”, *The Anatomical Record* 307(10), 3306-3326 (2024)
9. Satoshi Takeya, Sanehiro Muromachi, Michihiro Muraoka, Kiyofumi Suzuki, Norio Tenma, Keiichi Hirano, Kazuyuki Hyodo, Masahide Kawamoto, Akio Yoneyama, “Microstructural investigation of morphology and kinetics of methane hydrate in the presence of tetrabutylammonium bromide: Insights for preservation and inhibition”, *The Journal of Chemical Physics* 160(15), 154704 (2024).
10. Meku Maruyama, Satoshi Takeya, Akio Yoneyama, Tomoaki Ishikawa, Takuma Misawa, Shun Nagayama, Saman Alavi, Ryo Ohmura, “Characterization of clathrate hydrates with CO₂ + 1-propanol or 2-propanol: Implications for flow assurance, refrigeration, carbon capture, and skincare applications”, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 131, 305-314 (2024).
11. Satoshi Takeya, Akihiro Hachikubo, Hirotoshi Sakagami, Hirotugu Minami, Satoshi Yamashita, Keiichi Hirano, Kazuyuki Hyodo, Akio Yoneyama, “Multi-phase retrieval of methane hydrate in natural sediments by cryogenic x-ray computed tomography”, *The Journal of Chemical Physics* 160(2), 024201 (2024).
12. Satoshi Takeya, Akihiro Hachikubo, Hirotoshi Sakagami, Hirotugu Minami, Satoshi Yamashita, Masayoshi Takahashi, Keiichi Hirano, Kazuyuki Hyodo, Akio Yoneyama, “Microstructural Study on Dissolution of Natural Methane Hydrate by Multicontrast and Multiscale X-ray Computed Tomography”, *The Journal of Physical Chemistry C* 127(49), 23973-23979 (2023).
13. Hiroko Maruyama, Misaki Gomi, Thet-Thet Lwin, Akio Yoneyama, Toru Sasaki, “[¹⁸F]-FDG uptake in brain slices prepared from an aged mouse model of Alzheimer’s disease using a dynamic autoradiography technique”, *Annals of Nuclear Medicine* 38(2), 120-130 (2024).
14. T.T. Lwin, Akio Yoneyama, Tin-Tin Win-Shwe, “P21-06: Phase-contrast X-ray imaging detects morphological changes in brain of rat exposed to diesel exhaust originated secondary organic aerosol perinatally”, *Toxicology Letters* 384: S239, (2023).
15. Sena Fujii, Taiga Muranaka, Jun Matsubayashi, Shigehito Yamada, Akio Yoneyama, Tetsuya Takakuwa, “Bronchial tree of the human embryo: Examination based on a mammalian model”, *Journal of Anatomy* 244(1), 159-169 (2024).
16. Narumi Fukui, Toru Kanahashi, Jun Matsubayashi, Hirohiko Imai, Akio Yoneyama, Hiroki Otani, Shigehito Yamada, Tetsuya Takakuwa, “Morphogenesis of the pulmonary vein and left atrial appendage in human embryos and early fetuses”, *Journal of Anatomy* 244(1), 142-158 (2024).
17. Akio Yoneyama, Kotaro Ishiji, Atsushi Sakaki, Yutaka Kobayashi, Masayuki Inaba, Kazunori Fukuda, Kumiko Konishi, Akio Shima, Daiko Takamatsu, “Three-dimensional micro-X-ray topography using focused sheet-shaped X-ray beam”, *Scientific Reports* 13(1), 12381 (2023).
18. Akio Yoneyama, Daiko Takamatsu, Thet-Thet Lwin, Shigehito Yamada, Tetsuya

- Takakuwa, Kazuyuki Hyodo, Keiichi Hirano, Satoshi Takeya, “Crystal-Based X-ray Interferometry and Its Application to Phase-Contrast X-ray Imaging, Zeff Imaging, and X-ray Thermography”, Applied Sciences 13(9): 5424 (2023).
19. 安田みどり、米山明男、竹谷敏、田端正明、川崎美紅、江原徳美、廣沢一郎、妹尾与志木, “機械そうめんの食感のミクロ構造的解明”, 日本食品科学工学会誌 70, 147-159 (2023).
20. Hiroyuki Setoyama, Ichiro Hirosawa, “A method for correcting self-absorption shown in fluorescence XAFS spectra”, Radiation Physics and Chemistry 220, 111673-111673 (2024).
21. P. Sittimart, S. Ohmagari, H. Umezawa, H. Kato, K. Ishiji, T. Yoshitake, “Thermally Stable and Radiation-Proof Visible-Light Photodetectors Made from N-Doped Diamond”, Adv. Opt. Mater. 11, 2203006 (2023).
22. K. Ishiji, A. Yoneyama, M. Inaba, K. Fukuda, A. Sakaki, S. Ohmagari, R. Sugie, “3D structure of threading screw dislocation at a deep location in 4H-SiC using 3D micro-X-ray topography”, Jpn. J. Appl. Phys. 63, 02SP25 (2024).
23. Kotaro Ishiji, Makoto Arita, Mariko Adachi, Ryuichi Sugie, Yukihiro Morita, Tsutomu Araki, “Effect of carbon coating on surface structure in annealing process of high-dose implanted/annealed SiC”, J. Appl. Phys. 135, 185703 (2024).
24. Phongsaphak Sittimart, Yu Sasaguri, Sarayut Tunmee, Tsuyoshi Yoshitake, Kotaro Ishiji, Shinya Ohmagari, “Enlargement of effective area in Schottky barrier diodes on heteroepitaxial (001) diamond substrates by defect reduction and their radiation tolerance”, Dia. Rel. Mater. 147, 111346 (2024).
25. Kotaro Ishiji, Akio Yoneyama, Isaho Kamata, “Analysis of the inclined structure of threading screw dislocation in SiC using deep X-ray topography”, Jpn. J. Appl. Phys. 63, 12SP18 (2024).

3. 学会発表

研究センター研究員が国内・国外で開催される学会等での口頭発表・ポスター発表等を行った。

4. 出版物

九州シンクロトロン光研究センター年報 2022

付 録

1 収 支

佐賀県より 2023 年度から 2032 年度まで 10 年間の指定管理者の指定を受け、佐賀県と締結した「佐賀県立九州シンクロト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。

※初回の指定期間

2004 年 1 月 1 日～2023 年 3 月 31 日

2023 年度の決算額は、収支ともに前年度比 30,406 千円減の 650,522 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	2022 年度	2023 年度
収 入	680,928	650,522
受託料等収入	594,470	552,420
資産運用収入	4	4
施設利用料収入等	78,572	90,039
雑収入	2,015	1,493
他会計繰入金収入	5,867	6,566
支 出	680,928	650,522
人件費	204,436	245,235
謝金	970	765
旅費	7,865	11,298
庁費	443,146	368,857
公租公課	22,507	22,758
他会計繰入金支出	0	0
固定資産購入	2,004	1,609
収支差額	0	0

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。

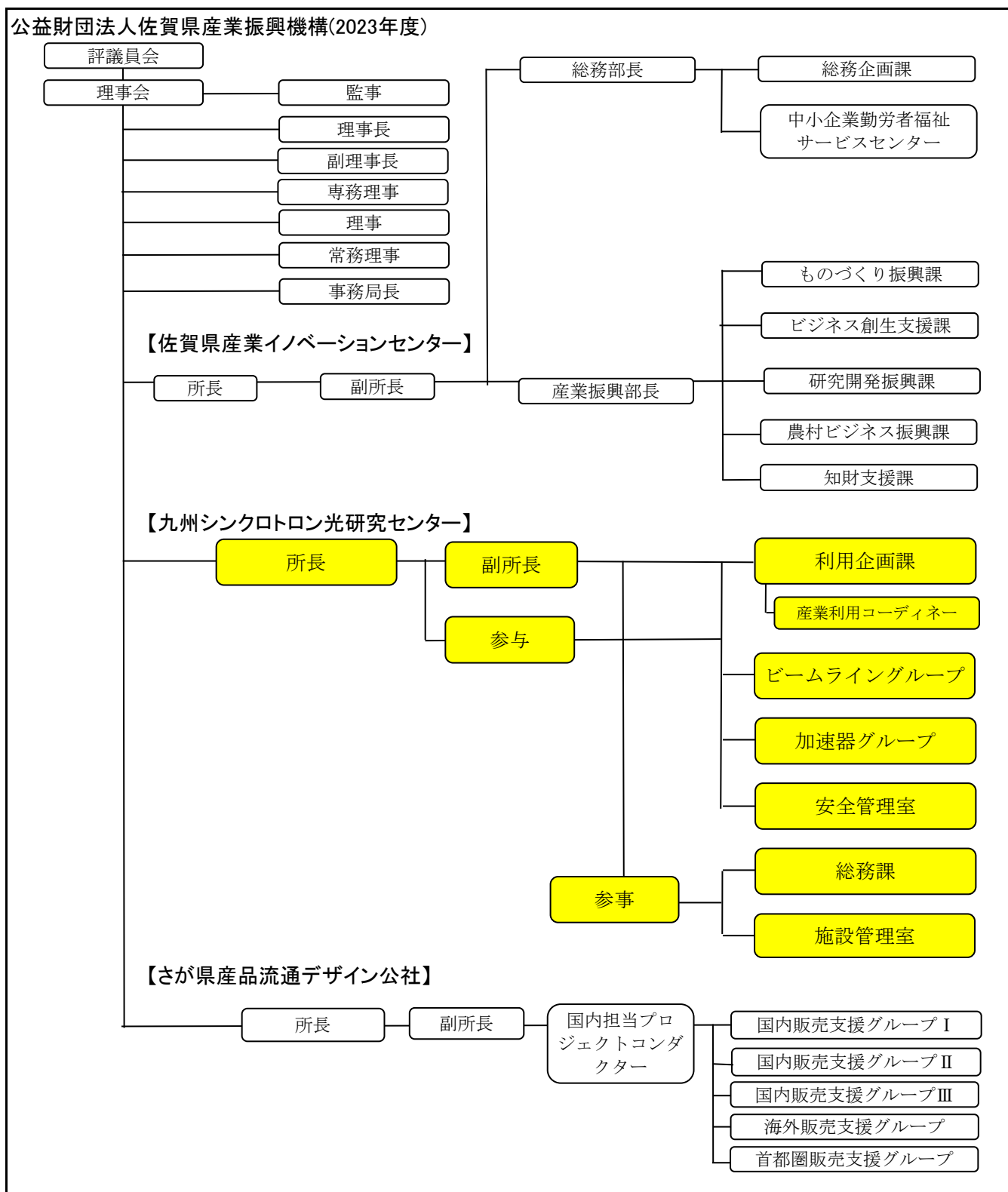


図1 組織図

表1 スタッフリスト

所長（財団業務執行理事）	妹尾 与志木		
参与（財団常務理事）	白仁田 和彦		
副所長	山津 善直		
参事（兼総務課長）	内田 隆裕		
利用企画課		総務課	
課長（～10月）	富永 剛（佐賀県派遣）	スタッフ（兼施設管理室）	竹原 伸子
課長（10月～）	松尾 剛勇（佐賀県派遣）	スタッフ	藤田 加津子
スタッフ（兼安全管理室・総務課）	福島 慶一	スタッフ	山内 愛
スタッフ（兼安全管理室）	内田 章太	スタッフ（10月～）	雪竹 美来
スタッフ	山田 涼子	他2名兼任	
スタッフ	井上 奈津		
産業利用コーディネーター	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		
ビームライングループ		安全管理室	
グループ長（兼安全管理室長）	廣沢 一郎	7名兼任	
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	施設管理室	
主任研究員（兼施設管理室長）	小林 英一	非常勤嘱託	大澤 薫弘
副主任研究員（兼安全管理室）	吉村 大介	他6名兼任	
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 耕太朗		
副主任研究員（兼施設管理室）	馬込 栄輔		
加速器グループ			
グループ長	岩崎 能尊（放射線取扱主任者）		
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		
研究員（7月～）	竹田 晴信		

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、研究センターの事前の許可が必要です。

佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター年報 2023
2025 年 3 月発行

【指定管理者】

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

〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘八丁目 7 番地

電話：0942-83-5017

URL：<https://www.saga-ls.jp>