

PF 研究会「放射光のオンリーワン計測と産業利用展開」の開催報告

(株) 日立製作所 米山明男

2016年1月19日-20日の2日間に渡って、4号館セミナーホールにて「放射光のオンリーワン計測と産業利用展開」と題するPF研究会を開催致しました。本研究会は一昨年9月に開催致しました「放射光イメージングの産業利用の現状と将来展望」の続き(第2弾)として、放射光を利用したオンリーワン計測技術に着目し、産業各界のユーザーを中心として最近の研究成果をご紹介頂き、産業利用における放射光計測の有用性やその将来を展望することを目的として企画致しました。80名を超える方々のご参加に加え、7社(1社は資料配布)に企業展示して頂き、大盛況のうちに終了する事ができました。

研究会の1日目は、講演会と見学会の2部構成と致しました。講演会では両宮主幹にご挨拶を頂いた後、PFの伴氏にPFの産業利用の概要として、課題数、利用形態、利用分野などに加え、利用方法などをご紹介頂きました。次にXAFS関連として、PFの木村氏からマルチスケールという概念に基づいたこれまでのご研究とSIP国プロで推進されているXAFSの概要を、AGCセイミケミカルの伊藤氏からは*in situ* XAFSを用いたペロブスカイト中の酸素イオンの拡散挙動などをご紹介頂きました。午後の前半セッションではPFの千田氏よりたんぱく質結晶構造解析の必要性、概要、利用状況などに併せて周辺技術と組み合わせたPFならではの特徴を、加速器系の本田氏からはKEKで計画している次世代高輝度放射光光源の概要とエミッタンスを中心とした主な仕様をご紹介頂きました。続く後半のセッションでははじめに特別講演として日立の山崎氏から「人工知能技術について」と題して、人工知能見取り図に基づくこれまでの歴史と概略、最近話題となっている機械学習(Deep learning)、及び今後の展望などを非常にわ



図1 会場の様子

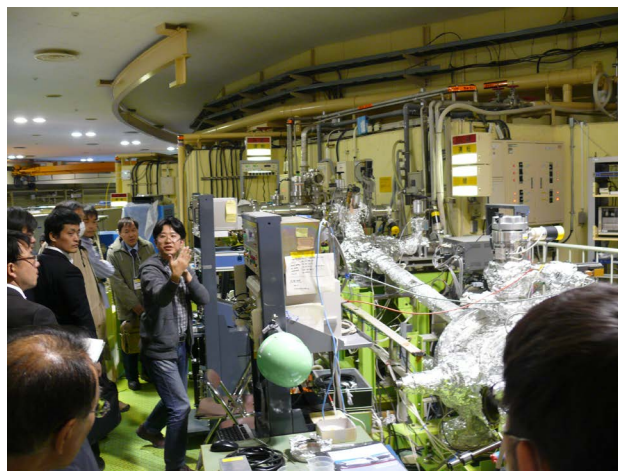


図2 PF実験ホール見学の様子

かり易くご紹介頂きました。次に軟X線関連として、日亜化学の中河氏よりBL-2に設置されたARPESを用いた窒化ガリウムの電子状態観察例を、日立の南部氏よりBL-2の概要及びLiのXPS計測例をご紹介頂きました。講演会後はPF実験ホールに移動し、本研究会に関連するビームライン(BL-2, 5, 9, 13, 14, 15, 16, 20)をPFスタッフの方々のご説明を伺いながら2時間にわたりじっくりと見学させて頂きました。

研究会の2日目ははじめにX線顕微鏡関連として、東大の高橋教授にSTXMを用いた数10nmオーダーの軽元素(炭素)の化学状態マッピングと環境科学への応用例をご紹介頂きました。次に磁性計測関連としてトヨタ自動車の矢野氏にX線や中性子等様々な計測手法を用いた保磁力機構の解明への取り組みを、日立の菅原氏にXMCD及び電子顕微鏡を用いた磁石の測定例をご紹介頂きました。続いてイメージング関連としてPFの高橋氏からトライアルユース等におけるSiCやダイヤモンド等のトポグラフィ計測例を、日立の高松氏から位相イメージング法を用いたLIB電解液のオペランド計測例を、産総研の竹谷氏から-80度の低温下におけるクラスレートハイドレート及び食品(野菜やアイスクリーム)の位相CTによる高精細な観察例をご紹介頂きました。午後のセッションでは素核研の田中氏から高速なセンサー(時間分解能ns)やSOI検出器に加えて計測システムの産業利用に向けたご提案を、PFの清水氏から小角散乱ビームラインの概要と利用の現状を、最後に産総研の峯廻氏より有機半導体の結晶構造の解析例をご紹介頂きました。

2日間にわたり多くの方々非常に興味深い御講演を拝聴し、放射光の有用性、重要性、そして将来の発展性を改めて認識致しました。また、世界各国で放射光施設が建設され、タンパクの構造解析などコスト競争になりつつある現状を考えると、本研究会のタイトルにあります「オン

リーワン技術」が今後より一層重要になるとの強い印象を受けました。なお、本研究会のホームページには各御講演者の資料を後日掲載予定ですので、詳細はそちらをご覧ください (<http://www2.kek.jp/imss/notice/2015/12/160119.html>)。最後になりましたが、本研究会の開催にあたり、世話人及び事務室の方々をはじめとしたPF関係者には一方ならぬご協力を頂きました。この場を借りて深くお礼申し上げます。

<プログラム>

1月19日(火)

- 10:00-10:05 挨拶 KEK 物構研 PF 雨宮健太
 10:05-10:10 研究会の趣旨説明
 (株) 日立製作所 米山明男
 10:10-10:40 「フォトンファクトリーにおける産業利用」
 KEK 物構研 PF 伴 弘司
 10:40-11:10 「社会インフラ用および航空機用の構造材料における放射光利用研究」
 KEK 物構研 PF 木村正雄
 11:10-11:40 「*in situ* XAFS を用いた酸化物中の遷移金属価数のダイナミクス」
 AGC セイミケミカル (株) 伊藤孝憲
 11:40-12:40 昼食
 12:40-12:45 挨拶 KEK 理事 野村昌治
 12:45-13:15 「タンパク質結晶構造解析の産業利用、これまでとこれから」
 KEK 物構研 PF 千田俊哉
 13:15-13:45 「次世代高輝度放射光源の構想」
 KEK 加速器 7 系 本田 融
 13:45-14:00 休憩
 14:00-14:30 特別講演「人工知能技術について」
 (株) 日立製作所 山崎真見
 14:30-15:00 「窒化ガリウムの電子状態の ARPES による評価」
 日亜化学 (株) 中河義典
 15:00-15:30 「広帯域ビームライン BL-2B の紹介」
 (株) 日立製作所 南部 英

- 15:30- PF に移動後に各ビームラインの見学会
 18:00- 交流会

1月20日(水)

- 09:00-09:30 「STXM-NEXAFS を用いた炭素の X 線顕微鏡分析の優位性・重要性: 環境科学を例に」
 東京大学 高橋嘉夫
 09:30-10:00 「重希土類低減に向けた希土類永久磁石の保持力機構解明」
 トヨタ自動車 (株) 矢野正雄
 10:00-10:30 「放射光と電子顕微鏡の融合による磁石解析」
 (株) 日立製作所 菅原 昭
 10:30-10:45 休憩
 10:45-11:15 「パワーデバイス用半導体結晶のトポグラフィ」
 KEK 物構研 PF 高橋由美子
 11:15-11:45 「位相コントラスト撮像法による LIB のオペランド観察」
 (株) 日立製作所 高松大郊
 11:45-12:15 「X 線位相イメージングの低温・高温環境計測への応用」
 産総研 竹谷 敏
 12:15-13:15 昼食
 13:15-13:45 「センサーシステムの耐環境・高度化と IoT 化に向けた要素技術」
 KEK 素核研 田中真伸
 13:45-14:15 「産業利用促進に向けた PF 小角散乱ビームラインの高度化」
 KEK 物構研 PF 清水伸隆
 14:15-14:45 「プリントドエレクトロニクスのための有機半導体材料の結晶構造解析」
 産総研 峯廻洋美
 14:45-15:00 まとめ (株) 日立製作所 米山明男
 15:00 終了



図3 集合写真 (4号館セミナーホール前にて)

大学関係者向け XAFS 講習会 (2015) 開催報告

放射光科学第二研究系 木村正雄, 阿部仁, 仁谷浩明,
武市泰男, 丹羽尉博, 高橋慧
先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業 君島堅一

2015年12月3-4日の2日間にわたり、大学等の研究者、学生を主な対象として、PFでXAFS講習会を開催しました。新規ユーザー開拓、ユーザーのXAFSの理解、および測定技術の向上を目的に開催しました。

近年、様々な分野でXAFS実験は一般的なツールの一つとして認識されつつあります。一方で、放射光を利用したXAFS実験に関しては、どのように実験を始めれば良いのか分からない等、放射光実験初心者にとっては敷居が高いとの意見も聞かれます。本講習会では、XAFSの基礎的な理論、実験や解析の実際、研究例の紹介まで多岐に渡る講義と、実際のビームラインでの実習を通して、「XAFSがどのような原理に基づいて、どのような測定を実際に行い、データを解釈することによって、何がわかるか」ということを理解できるようなプログラム構成としました。講義には13名、ビームライン実習は12名の方にご参加頂きました。

1日目は、PF研究棟2F会議室において、PFにおけるXAFSと物質化学Grの紹介(KEK/木村)に続いて、XAFSに関する講義を行いました。講師として、立命館大学の稲田康宏教授、京都大学の谷田肇特定准教授、東京大学の山添誠司助教、名古屋大学の朝倉博行特任助教をお招きしました。

稲田先生には「材料解析のためのXAFSの基礎」と題してXAFSの基礎的な原理から講義して頂きました。物質と光の相互作用の説明から実際の材料開発における測定まで、幅広い内容を、非常に分かりやすくご講義頂きました。谷田先生には「XAFS実験の基礎」と題して、ビームラインの光学系・検出器の説明から、実際に実験を行うにあたって注意すること、陥りやすい失敗についてご講義頂きました。山添先生には「XAFSによる機能性材料の研究」と



図1 講義の様子



図2 ビームライン実習の様子

題してAuクラスターの研究等、最新の研究成果をご紹介頂きました。朝倉先生には「XAFS解析」として、XAFSの解析ソフトであるAthenaとArtemisを使って、XAFSの生データの解析の流れを演習形式でご講義頂きました。この演習では、参加者にPCをお持ち頂き、標準試料のデータ解析、さらにナノ粒子のデータ解析を行いました。また、KEK物構研も一員となっている光ビームプラットフォームおよびNanotech CUPALの制度の説明(KEK/伴)を行いました。

2日目は、物質化学Grのメンバーが講師となって、BL-9A, 9C, 12Cの3つビームラインを使って実習を行いました。午前には、透過法XAFS実験の基礎として、参加者に実際に操作して頂きながら、X線ビーム位置と試料位置の調整、モノクロメーターのエネルギー較正、試料の測定を行いました。午後は、ビームライン毎に特徴的な測定手法の実習を行いました。BL-9Aでは、転換電子収量法と蛍光法の同時測定による表面敏感/バルク測定を、BL-9Cでは*in situ*システムを用いた銅の酸化還元反応の時分割測定を、BL-12Cでは多素子SSDを用いた蛍光XAFS法による希薄試料測定実習を行いました。

XAFS講習会は今後も継続して開催したいと考えていますので、興味をお持ちの方はぜひご参加下さい。次回の開催は、CUPAL (<http://cupal.kek.jp>) の講習会と同時期の2016年5-6月頃を予定しております。詳細は、物質化学Grのホームページ (<http://pfxafs.kek.jp>) にて案内しますので、希望の方はぜひご応募下さい。

最後になりますが、大変お忙しい中、ご講義頂きました先生方、サポート下さいました秘書、事務の方々、放射線管理室の方々に、この場を借りてお礼申し上げます。ありがとうございました。

【プログラム】

2015年12月3日(木) 1日目

08:45 - 09:15 受付

09:15 - 09:20 事務連絡

09:20 - 09:30 開会の挨拶, KEK物構研 木村正雄 教授

09:30 - 10:30 講義「材料解析のためのXAFSの基礎」

立命館大学 稲田康宏 教授

- 10:30 - 10:40 (休憩)
- 10:40 - 11:40 講義「XAFS 実験の実際」
京大 谷田肇 特定准教授
- 11:40 - 13:00 (お昼休憩)
- 13:00 - 14:00 話題提供「XAFS による機能性材料の研究」
東大 山添誠司 助教
- 14:00 - 14:10 (休憩)
- 14:10 - 16:40 解析実習「XAFS 解析」
名大 朝倉博行 特任助教
- 16:40 - 16:50 「光ビームプラットフォームおよび CUPAL
の紹介」KEK 物構研 伴弘司 学術フェロー
- 16:50 - 17:00 実習の連絡等
- 17:15 - 17:35 KEK 放射線教育ビデオの視聴 (対象者のみ)

2015 年 12 月 4 日 (金) 2 日目

- 午前の実習 09:00 - 11:30 安全関係説明, 光の調整, 基本的な透過測定方法の実習
- 午後の実習 13:00 - 17:30 ビームライン毎 (9A, 9C, 12C)
に異なる内容を順次実習
- (1) 9A: 転換電子収量法と蛍光収量法の同時測定による表面とバルクの測定
- (2) 9C: $\text{Cu} \rightleftharpoons \text{CuO}$ の酸化還元反応の *in situ* 測定
- (3) 12C: 多素子 SSD 検出器を用いた実験

「International Workshop on Functional Surface Coatings and Treatment for UHV/XHV Applications」参加報告

加速器研究施設 加速器第七研究系 谷本 育律

近年の多くの加速器では、ビームダクトの内面に機能性を有するコーティングや表面処理を施すことでビームの高品質化を実現している。例えば、高輝度放射光源リングでは電磁石の密集化により真空ポンプの設置スペースが大きく制限され、かつビームダクトは細長くコンダクタンスが小さいため、ビームダクト内面を非蒸発型ゲッター (Non-Evaporable Getter; NEG) ポンプとして機能させる NEG コーティングと呼ばれる技術が広く採用されている。NEG コーティングは 2000 年ごろに欧州原子核研究機構 (CERN) の Large Hadron Collider (LHC) 真空システム用に開発された技術で、NEG 材をマグネトロンスパッタリングで真空ダクトの内面に $1 \mu\text{m}$ 程度成膜させる。特に欧州の第 3 世代光源において広く採用されており、KEK でも cERL の一部の真空ダクトに採用されている。

また、素粒子実験用コライダや核破砕中性子源など、大電流の正電荷ビーム (陽電子や陽子) を蓄積する加速器では、ビーム近傍に電子雲が形成されたり、マルチパケティンク放電が発生したりすると、蓄積電流値の制限やビーム不安定性を引き起こすという問題がある。電子雲を低減させる手段の一つとして、ビームダクト内面に 2 次電子放

出係数の低い材料をコーティングする場合がある。例えば、SuperKEKB では陽電子リング (LER) やダンピングリングのビームダクトに TiN コーティングが施され、また、CERN では LHC のルミノシティ増強に向けて、衝突点近傍の超伝導電磁石内ビームスクリーンや入射器である SPS ビームダクトの内面にアモルファスカーボンをコーティングするための研究開発が行われている。

このような最新の真空技術や表面処理技術を議論する場として、2015 年 9 月 28 日から 10 月 1 日の 4 日間、イギリスのチェスターで「International Workshop on Functional Surface Coatings and Treatment for UHV/XHV Applications」と題する研究会が開催された。上記のような排気性能の向上や電子放出の抑制を目的とした様々なコーティング技術に加え、安定な酸化膜の形成を目的とした表面処理などに関して、基礎的な研究成果から、新しいアイデア、実際の加速器への応用例まで、広範囲にわたって活発な議論が行われた。招待講演 7 件を含む 27 件の口頭発表が 11 のセッションに分かれて組み立てられており、参加者は加速器施設や真空機器メーカーからの研究者ら約 40 人で、日本からは KEK 加速器研究施設に加藤茂樹氏、柴田恭氏および私の 3 人が参加した。

私は KEK で放射光源リングの真空システムを担当しており、また真空システムに対する要求の厳しい PF 将来光源加速器の設計にも携わっているため、本研究会における最大の関心は NEG コーティングに関する最新情報であった。とりわけ、2015 年にコミッショニングを開始したスウェーデンの高輝度放射光源 MAX IV では、ビームダクトの内径が 22 mm と非常に小さく、リング全周にわたって NEG コーティングを施しており、実際にコーティングを担当した Marek Grabski 氏から技術的な課題や問題の解決方法を詳しく聞いたことは大変有意義であった。

私自身も新リングに NEG コーティングを採用する可能性を考慮し、CERN 真空グループと共同で、NEG コーティングが放射光に曝されたときの真空特性変化を PF の BL-21 (光源で管理する BL) で観測している。本研究会では、BL-21 での系統的な実験で得られた成果として、NEG コーティングは放射光照射により表面が活性化されることや、照射初期の NEG 表面はポンプ作用がない飽和



図 1 Daresbury 研究所見学ツアー参加者の集合写真。

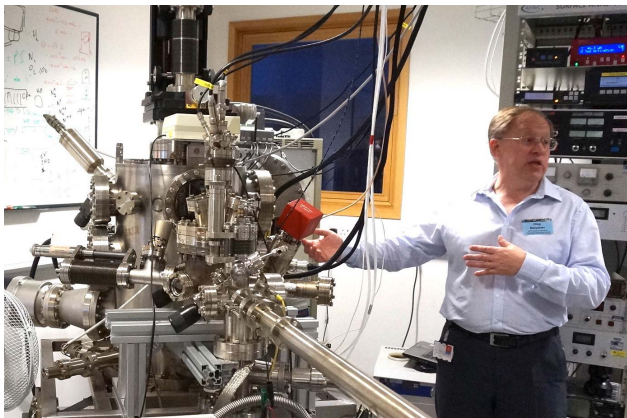


図2 NEGコーティングの表面分析装置を熱心に説明する Malyshev 氏。

した状態でも光刺激脱離によるガス放出がコーティングされていない表面よりも3桁ほど低いことを実証したこと、などを発表した。特に後者は、リング全周にわたってNEGコーティングをうまく応用できれば、通常数ヶ月から半年程度かかるビームダクトのコンディショニング運転（光焼出し）がほぼ不要になることを意味する。その観点からもMAX IVの立上げ状況に注目しているが、残念ながら研究会の時点ではまだそれを判断できるまでのビームが蓄積されていなかった。

また、本研究会の主催者でもあるDaresbury研究所のOleg Malyshev氏はNEGコーティング研究の第一人者であり、1時間の講演でNEGコーティングの様々な真空特性を膜の微細構造や組成の違いから説明していた。一般にNEGコーティングは、化学吸着による排気作用を持たせるために昇温によって活性化を行う必要があり、NEG材として良好な排気性能と低活性化温度を兼ね備えるTi-Zr-Vの組合せが広く採用されている。従来から広く普及しているバルク型のNEGポンプ（Zr-V-Fe）の活性化温度は450°C程度であるが、NEGコーティングはアルミ合金ダクトにも使えるように180°Cで活性化される。Malyshev氏の研究チームは、NEGコーティングの更なる高性能化を目指して様々な材料を試験した結果、Ti-Zr-Hf-Vの組合

せが最も良好な排気性能と低い活性化温度を兼ね備えることを見いだした。

NEGコーティングの応用例として、Lawrence Berkeley国立研究所やイタリアSAES Getters社により、次世代光源用ビームダクトを想定して、内径6mmという非常に細長いダクトに対してコーティングする技術を開発中であることが報告された。また、Jefferson Labからは、電子銃など複雑なポート付きチェンバへのNEGコーティングを行った事例が報告された。これらは、次世代加速器だけでなく、多様な真空システムへの応用も見据えており、今後のNEGコーティングの主要な開発項目となるであろう。

研究会2日目の午後にDaresbury研究所の見学ツアーへ参加した（図1）。NEGコーティングの研究に使用している様々な表面分析装置を始め（図2）、Energy Recovery Linac (ERL) 加速器ALICE, Fixed-Field Alternating Gradient (FFAG) 加速器EMMA, 多目的電子線形加速器VELAなどを見学した。その後、近くのAll Saints Parish教会に移動し、オペラコンサートを鑑賞した。この教会では、「不思議の国のアリス」の作者ルイス・キャロルがDaresbury出身ということもあり、教会のステンドグラスとしては大変珍しく、物語に登場するキャラクターが描かれていた（図3）。この種のゆかりや物珍しさがとりわけ日本人に好まれるようで、教会に入るとすぐに「ダースベリー教会へようこそ」と日本語で書かれた張り紙で歓迎された。

今回のような機能性コーティングに的を絞って議論する研究会は2006年に次いで今回が3回目であった。前回の研究会の参加報告として、NEGコーティングの概要や当時の研究開発状況がKEKBの末次祐介氏により大変分かりやすく纏められている¹⁾。また、今回の研究会の全発表スライドが研究会ウェブサイト²⁾の「Programme」ページよりダウンロードできるので、興味を持たれた方はぜひ参考にいただければと思う。

1) Y. Suetsugu, J. Vac. Soc. Jpn. Vol. 49, No. 9 (2006) 570.

(https://www.jstage.jst.go.jp/article/jvsj/49/9/49_570/_pdf)

2) <https://www.cockcroft.ac.uk/events/FSC/index.html>

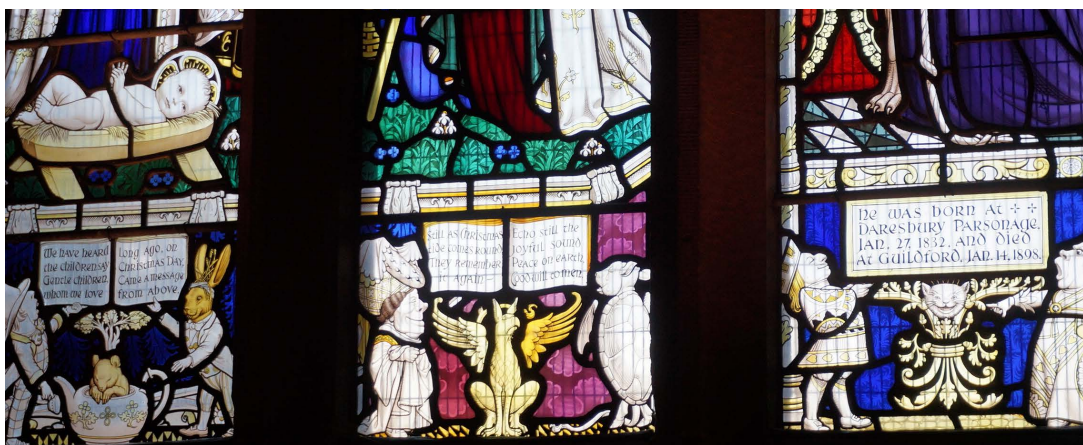


図3 「不思議の国のアリス」のキャラクターが描かれたステンドグラス。