【ポスター発表】

P66/H-01　兵庫県ビームラインにおける産業分野支援の現状
兵庫県　BL24XU & BL08B2 &　放射光研究センター

P04/H-03　小角 X 線散乱を用いた細胞の微細構造解析
中田　克　（(株)東レリサーチセンター）

P65/H-04　高分子材料の高空間分解能 CT 法の開発 － データサイエンスとスパースモデリングの活用
羽根田　剛　（旭化成(株)）

P61/H-05　兵庫県ビームラインを用いた引張その場測定（SWAXS および X 線 CT）
福田　一徳　（(株)コベルコ科研）

P24/H-06　せん断流下における潤滑グリースの増ちょう剤構造変化とレオロジー特性の相関性解明
野田　隆史　（日本精工(株)）

P01/H-07　東北大学農学研究科における農・食研究への放射光利用の取り組み
日高　將文　（東北大学）

P26/H-08　自動車関連材料に対する最近の放射光検討事例
末広　省吾　（(株)住化分析センター）

P02/H-09　放射光 X 線を用いた低温保存における米飯粒の老化現象のその場観察
大元　智絵　（味の素(株)）

P03/H-10　SAXS イメージングモデルを用いたシミュレーションによる手延べ素麺の食感解析
高山　裕貴　（東北大学）

P32/H-11　BL24XU 明視野トポグラフィの現状
津坂　佳幸　（兵庫県立大学）

P34/H-12　放射光 X 線トポグラフィーによるパワーデバイス用ワイドギャップ半導体の格子欠陥評価
姚　永昭　（(一財)ファインセラミックスセンター）

P58/H-13　放射光 NAP-HAXPES による界面現象の分析
住田　弘祐　（マツダ(株)）

P15/H-14　軟 X 線吸収分光による次世代リチウムイオン二次電池ケイ素負極の評価
中西　康次（兵庫県立大学高度産業科学技術研究所）

P54/H-15　ニュースバル BL01 における LCS ガンマ線光源開発
橋本　智（兵庫県立大学高度産業科学技術研究所）

P27/H-16　原子状水素を照射した DLC 薄膜表面の光電子分光による評価
春山　雄一（兵庫県立大学高度産業科学技術研究所）

P38/H-17　EUV リソグラフィ技術の現状およびそのとりまく環境、今後の展開
渡邊　健夫（兵庫県立大学高度産業科学技術研究所）

P62/H-18　X線微細加工とその評価及びX線イメージングの展開

山口　明啓（兵庫県立大学高度産業科学技術研究所）

P66/H-01

BL08B2、BL24XU

兵庫県ビームラインにおける産業分野支援の現状

公益財団法人　ひょうご科学技術協会　放射光研究センター

兵庫県、(公財)ひょうご科学技術協会は、SPring-8 における産業分野の放射光利用研究を支援している。この目的で、SPring-8 内において、2つのビームライン BL08B2 ならびに BL24XU を運営している。また SPring-8 内に兵庫県放射光研究センターを設置し、産業分野の放射光利用を後方支援している。

（1）BL24XU

アンジュレーターからの高輝度放射光を活かし、マイクロメートルからナノメートルに至るスケール領域の構造評価技術を提供している。X 線マイクロ・ナノ CT、明視野トポグラフィが利用可能である。BL24XU に関しては、随時、事前の利用相談、利用申請を受け付けている。また、兵庫県立大学とマツダが、NAP-HAXPES を利用した自動車材料開発の共同研究を展開している。

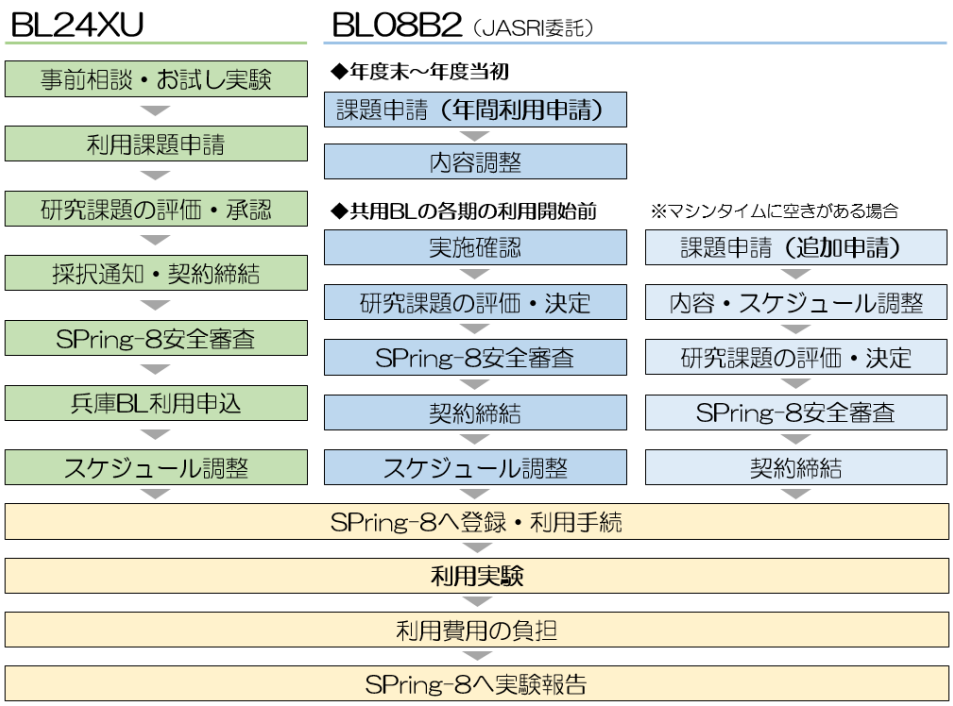
（2）BL08B2

偏向電磁石光源を使用したビームラインである。分光器および集光ミラー光学系を輸送部に備えている。産業界においてニーズの高い小角X線散乱(SAXS)、イメージング・CT の実験手法を、JASRI の協力を得て産業界に供用している。BL08B2 に関しては、年間利用申請の制度をとっている。年度始めに JASRI 担当者との利用相談を経て課題申請の流れとなる。またマシンタイムの状況をみて、追加申請を受け付ける場合がある。

（3）兵庫県放射光研究センター

SPring-8 の産業利用に関わるユーザを支援するために、様々な機能を提供している。放射光研究センター事務局は、ビームライン BL08B2、BL24XU 並びにセンターの管理運営に携わっている。利用希望のユーザは、まずは事務局に相談いただきたい。また SPring-8 の産業利用ユーザ向けに以下の設備を提供している。レンタル研究室(10室　、各部屋 25m^2)、会議室(3室、レンタル研究室の入居者が利用可能、他は要相談)、オンサイトでの試料調整用の化学実験室、ワークステーション、ラボ光源の HAXPES 分析装置((Ga 線源、アルミ線源))。各サービス利用の相談窓口は、放射光研究センター事務局(office@hyogo-bl.jp、0791-58-1452、https://www.hyogo-bl.jp/)。

◆課題申請から利用までの流れ



P04/H-03

2022A3205、2022B3431
BL08B2

小角 X 線散乱を用いた細胞の微細構造解析

株式会社東レリサーチセンター　中田　克

はじめに:　細胞には、さまざまなオルガネラや細胞膜など多様な微細構造が存在しており、細胞の機能発現に寄与している。近年では、浸透圧など細胞外の環境変化に対して、タンパク質や核酸が瞬間的に非膜性オルガネラを形成して機能を発現する相分離生物学が注目されている。小角散乱はタンパク質やリポソームなどの溶液構造解析に広く用いられている手法であり、上記のような細胞内の微細構造解析にも有効であると考えられる。

実験:　浸透圧を調整した PBS に CHO 細胞(チャイニーズハムスターの卵巣に由来する上皮細胞)を懸濁した後、X 線回折用石英キャピラリー(2 mmφ)に充填した。細胞懸濁液試料に X 線(波長 λ 0.1 nm)を照射し、小角散乱測定を実施した。PBS は、10× D-PBS (-) (富士フイルム和光純薬株式会社)の希釈率を変え、×0.25 ～ ×4 の範囲で調製した。小角 X 線散乱実験は SPring-8 BL08B2 にて、カメラ長 2057 mm、検出器には Pilatus 1M (DECTRIS, 172 μm)を用いて、20℃で実施した。また、高浸透圧条件(×4)において、リンカム社製加熱冷却ステージを用いて、凍結(20～-70℃、5℃/min)および加熱(20～60℃、5℃/min)過程の in situ 測定を実施した。

結果:　小角散乱強度プロファイルの浸透圧依存性を Figure 1 に示す。さまざまな細胞内微細構造に由来する散乱が観測され、浸透圧が増加するにしたがって多様な変化を示すことが明らかになった。特に、高浸透圧(×4)において観測された q = 1 nm^{-1} のピークについて、細胞体積の収縮によって細胞膜が折り畳まれたマルチラメラ構造に起因するものと推察された。本研究では、このピーク帰属を行うため、細胞膜の収縮が起こらないように CHO 細胞をホルムアルデヒド固定したものや、細胞膜を加熱や凍結によって破壊したものについても測定を行うことで当該ピークの帰属を行った。

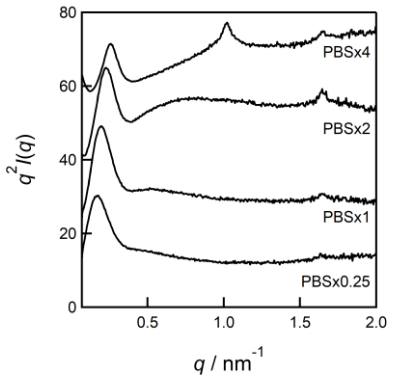


Figure 1. Kratky plots of CHO cells in PBS solutions with various osmotic pressure.

小角 X 線散乱を用いることで、上記の細胞膜構造のほか細胞内のさまざまな構造について、浸透圧による影響を評価できる可能性が見出されたことで、創薬や再生医療分野における展開が期待される。

P65/H-04

2019B3053, 2020A3058, 2021B3058
BL24XU

高分子材料の高空間分解能 CT 法の開発

－ データサイエンスとスパースモデリングの活用 －

[1]旭化成株式会社　基盤技術研究所、[2]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
羽根田　剛[1]、松野　信也[1]　、高山　裕貴[2]

はじめに：機能性材料の構造と物性のメカニズム解明と新規材料の予測に向けて、X-CT 像を用いた三次元構造の物理シミュレーションやデータサイエンス（機械学習）が注目されている。特に、高分子微多孔膜では、三次元細孔構造と流量低下や細孔詰まりとの関係を明らかにし、高い流量を長期間安定に維持できる膜の開発が必須である。しかしながら、現状の標準 CT では細孔構造の可視化をするためには空間分解能（0.325 um/pixel～6.5 um/pixel）が不足している。そこで本実験では、より高い空間分解能の得るため結像レンズ(ゾーンプレート)を利用し、最高空間分解能61 nm(30nm/pixel)にて測定を行った。ただし、これにより空間分解能の向上が期待できるが、一方で、その分検出器上のピクセル当たりの光子密度も下がってしまい、投影像SN 比が低下してしまう。そこで、スパースモデリング（圧縮センシング）を導入し、短露光時間、低 CT 投影枚数を図り、放射線損傷に弱い材料にも適用可能な3次元ナノ構造観察法の開発を行った。

実験：兵庫県ビームライン(BL24XU)の結像型顕微 CT 装置を利用した。光子エネルギー8 keV に単色化した X 線を実験ハッチ B1 に入射させた。結像型顕微鏡ではインコヒーレント照明が望ましいので、拡散板を用いた。4 象限スリットで照明視野を切り出した（61um 幅）。ゾーンプレートにより試料の投影拡大像を画像検出器上に生成させた。回転ステージで試料を回転走査しながら、各回転角での投影拡大像を取得した。180 度分の投影拡大像を取得して、1 試料の CT データが得られた。空間分解能は 61 nm(30nm/pixel)であった。

結果：高分子微多孔膜の再構成後の断面図を図 1 に示す。図 1 (a)はフィルター処理を行わずに再構成を行った図である。図 1(b)は投影像にガウスフィルター処理を行い再構成した図である。図 1(c)は全変動フィルタ（skimage の denoise_tv_chambolle）によるノイズ低減を施したものである。どの画像も、サンプルがある場所（図上半分）とない場所（図下半分）の境目を拡大した図である。フィルターなしとガウスフィルターをしたものと比べ、TV(total variation 正則化)処理をしたものは高分子微多孔膜の骨格構造を維持しつつノイズ低減が図れることが判明した。これによって、2 値化が容易にでき、孔構造の評価のための物理シミュレーションができるようになった。今後は、X-CT の特徴を活かし、サンプルが「生の状態」、例えば湿潤雰囲気での測定へと進めていく予定である。

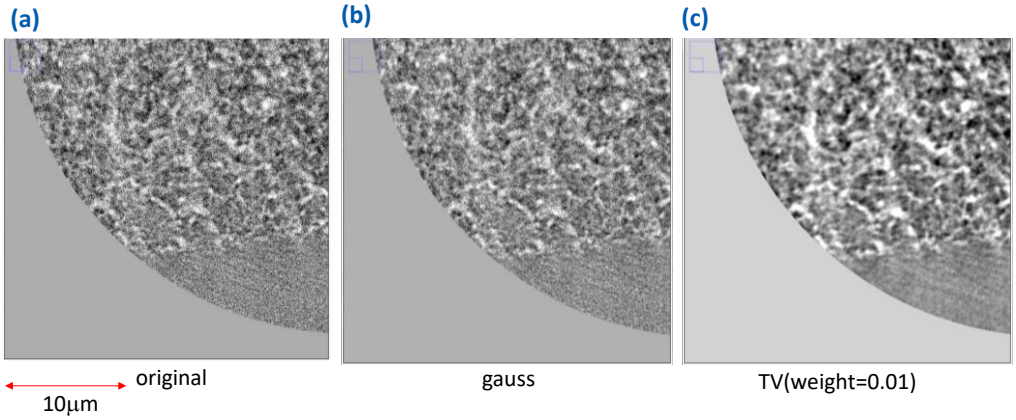


図 1　高分子微多孔膜の再構成後の断面図 (a) フィルターなし　(b) ガウスフィルターを施したもの　(c) TV 処理したもの

P61/H-05

2022A3369, 2022B3337, 2022B3369
BL08B2

兵庫県ビームラインを用いた 引張その場測定（SWAXS および X 線 CT）

株式会社コベルコ科研　福田一徳

【緒言】

コベルコ科研では兵庫県 BL を利用した試料の動的な観測を目指し、リチウムイオン二次電池の充放電過程におけるオペランド XAFS やイメージング XAFS[1]、オペランド X 線 CT による評価[2]を行ってきた。今回は、アルミニウム合金などの引張過程における、その場 X 線 CT および X 線回折（SAXS, WAXS）の結果について報告する。

【引張その場 X 線 CT 測定】

試料には市販の 5000 系アルミニウム合金を用いた。BL08B2 の X 線 CT 実験ステーションに、X 線 CT 用引張試験機（Deben 社 CT500）を設置し、引張しながら試料の X 線透過像を測定した。入射 X 線のエネルギーは 25 keV であり、X 線透過像を、露光時間を 0.8 sec とし、試料回転について 0.5 deg ごとに 180 deg 分測定した。X 線透過像の実効ピクセルサイズは、1.625 μm であるが、データ解析ではボクセルサイズを 3.25 μm としている。

図1は、試料の荷重(Force)-試料伸び(Elongation)曲線である。図1の赤丸の位置で試料伸び量を固定し X 線 CT 測定を行った。X 線 CT は試料伸び量 = 0.65 mm まで 13 点測定しており、さらに引張すると試料は破断した。また青丸は、赤丸の位置での荷重値を、それぞれの位置で測定した X 線 CT データより得た、試料断面積の最小値で割った応力値である。荷重値は横軸 = 0.5 mm 付近で最大値を迎えた後に減少するが、応力値は破断するまで増大している。報告会では、図1の横軸を X 線 CT データより引張ひずみに換算したものも報告したい。

破断直前の X 線 CT データより得た、試料内部の空孔の位置を示したものを図2(a)に、介在物の位置を引張過程に沿って追跡することにより得た、局所的な引張応力の分布を図2(b)に示す。図2(a)では、観測された空孔のうち、体積サイズの大きい上位 38 個について、そのサイズにより色分けし、また図2(b)では、引張応力値により色分けして表示している。引張方向は概ね図2の上下方向であり、引張方向について試料長さ約 1.4 mm の範囲を表示している。なお、図中のグレーネットは試料外観である。図2(b)の具体的な解析方法は、SPring-8/SACLA 利用研究成果集へ投稿中であり、当日も詳しく説明したい。図2より、サイズの大きな空孔は試料がくびれた位置に集中し、それらの周辺で高い引張応力値が観測されている。

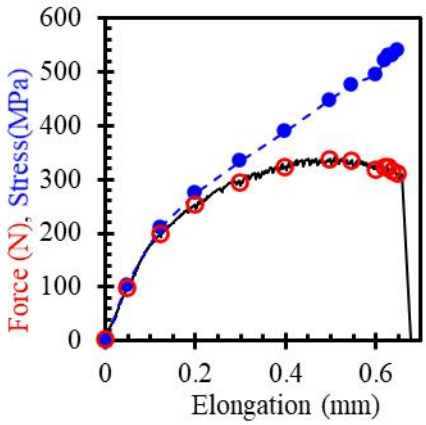


図1 荷重-試料伸び曲線

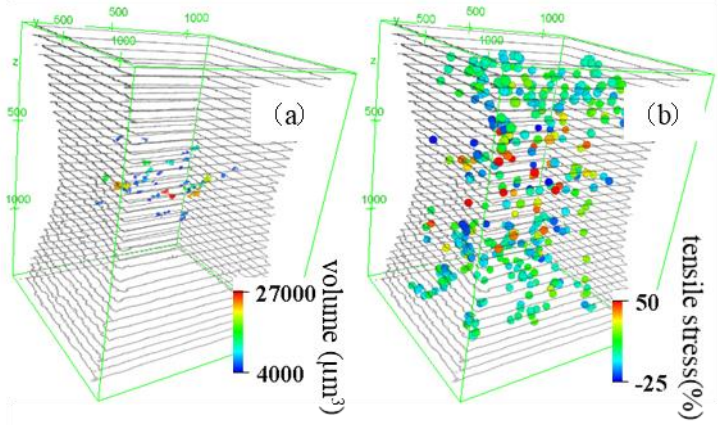


図2 破断直前試料での空孔位置（a）と局所応力分布（b）

【引張その場 SWAXS 測定】

X 線 CT で用いた試験片と同様な形状を持つアルミニウム合金の、引張その場 SWAXS 測定を行った。入射 X 線のエネルギーが 18 keV であり、カメラ長を 6 m とした SAXS 測定（Q 範囲: 0.04 ～ 2.20 nm^{-1} 程度）では、引張過程の SAXS プロファイルに大きな変化が見られなかった。一方、LDPE や HDPE の結果には引張に対応すると思われる変化が見られた。これらについても報告したい。

【参考文献】

[1] 森拓弥、蛭田優貴、X 線分析の進歩 54, pp.21-31 (2023)
[2] 福田一徳、森拓弥、第 18 回 SPring-8 産業利用報告会（2021） 兵庫県成果報告会 HO-03

P24/H-06

2019B3411, 2020A3411, 2021A3411
BL08B2

せん断流下における潤滑グリースの増ちょう剤構造変化とレオロジー特性の相関性解明

日本精工株式会社　野田隆史　園田健太郎　ひょうご科学技術協会　桑本滋生
東北大学　高山裕貴　兵庫県立大学　鷲津仁志

はじめに:

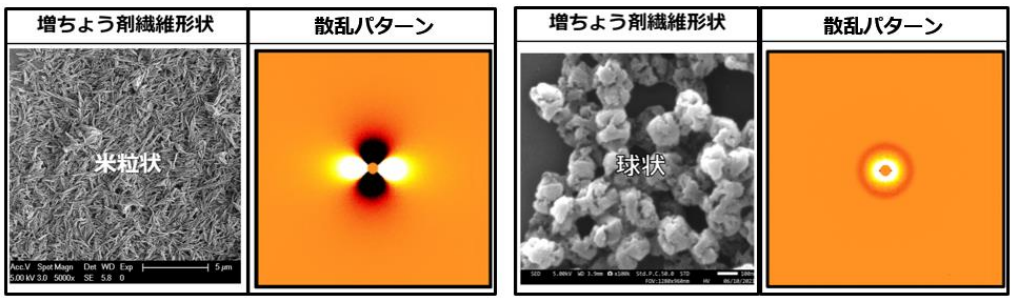
転がり軸受には摩耗や焼きつきを防ぐためにグリースなどの潤滑剤が使用される. これにより軸受の長寿命化が図れる一方で, グリースをかき分ける際に抵抗が発生することから省エネの観点からは不利になるという側面を持つ. したがって抵抗を減らすグリースの開発が必要となり, これまでは主に SEM で観察した増ちょう剤繊維の形状などから性能向上のための指針を得ていた. しかし繊維が凝集して形成される 3 次元の構造やその挙動が性能に与える影響については, 実験的なデータ入手の困難さを背景に考慮されてこなかったという経緯がある. 増ちょう剤繊維構造とレオロジーの関係が解明されれば, 効率的なグリース開発に役立つ知見になるものと期待される.

実験:

BL08B2 に設置されている極小角 X 線散乱(USAXS)装置とレオロジー相関測定用レオメーターセル（せん断セル）を利用した Rheo-USAXS 測定を実施した. 利用エネルギーは 12.4 keV, カメラ長は 16 m とし, 検出器は二次元半導体検出器 PILATUS3-S-1M を使用して二次元散乱像を取得した. 測定試料には市販のグリースを使用した. せん断セルの平板間ギャップを 0.15, 1 mm, せん断速度を 0 から 300 /s まで段階的に変化させながら USAXS 測定を行い, 散乱 X 線の 1 分間の積算値をもとに増ちょう剤の構造変化を観察した.

結果:

せん断セルのせん断速度を変化させながら散乱像を測定したところ, 静置時に等方的であった散乱パターンがせん断速度の増加に応じて多様に変化することが確認された. これはグリースの構成成分である増ちょう剤の繊維構造が, せん断速度の増加に応じて様々な方向に時々刻々と変化したためと考えられる. また増ちょう剤の種類が異なるグリースで同様の測定をしたところ, せん断による応答（散乱パターンの変化）が異なる結果が得られた.



増ちょう剤繊維形態に基づくせん断配向の差異

P01/H-07

2022B343、2022B3082、2022B3083
BL08B21、 BL24XU

東北大学農学研究科における農・食研究への放射光利用の取り組み

1. 東北大学大学院農学研究科・放射光生命農学センター
2. 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
日高將文[1]　高山裕貴[1,2]　原田昌彦[1,2]

はじめに: 東北大学大学院農学研究科附属・放射光生命農学センター(A-Sync)では、農産物・食品を対象とした放射光測定を実施してきた。食品の内部構造を可視化するイメージング(CT)、内部のナノレベルの構造分布を評価する X 線散乱(超小角散乱/小角散乱)、構成元素を分析する蛍光 X 線分析など、目的と測定対象に応じて様々な測定手法を取り入れている。2022 年度は約 20 件の放射光測定を実施し、このうち 3 件について兵庫県 BL を利用した。

測定日	手法		対象	測定放射光
2022. 4	X線散乱	USAXS/SAXS	日本酒	SPring-8
2022. 5	イメージング	CT	乾麺	SPring-8
2022. 6	X線散乱	USAXS/SAXS	ゼラチン	SPring-8
2022. 9	イメージング	CT/位相差CT	線虫	SAGA-LS
2022. 11	イメージング	CT	麺	SPring-8
2022. 11	蛍光X線分析	蛍光X線分析	植物	SPring-8
2022. 11	蛍光X線分析	XANES	食品	SAGA-LS
2022. 12	イメージング	結像X線CT	食品	BL24XU（兵庫県BL）
2022. 12	散乱/イメージング	SAXS	カツオ節	BL08B2（兵庫県BL）
2023. 2	蛍光X線分析	蛍光X線分析	食・農サンプル	BL24XU（兵庫県BL）
2023. 2	イメージング	CT	冷凍水産物	SPring-8
2023. 2	散乱/イメージング	SAXS	麦	SPring-8
2023. 2	散乱	USAXS/SAXS	飲料	SPring-8
2023. 2	蛍光X線分析	XANES	食品	SAGA-LS
2023. 3	イメージング	CT	植物	SAGA-LS
2023. 3	イメージング	位相差CT	食品	SAGA-LS

実 験:カツオ節は、世界で一番硬い食べ物である。硬いカツオ節は加熱や加水により容易に軟化するが、この物性変化の挙動からカツオ筋肉の硬化にはガラス化(ガラス転移)が関与していると言われている。しかし、硬化と軟化のメカニズムについては従来のマクロ的分析手法では未解明な点も多く、その変化の様相をナノスケールで非破壊的に観察した例は見当たらない。カツオ節の各製造工程のサンプルについて小角 X 線散乱を走査的に測定し、ナノスケールにおける筋肉成分・構造の違いを 2 次元マッピングで可視化した。1 ミリ厚で切り出したカツオ節サンプルに対して、BL08B2 で 0.16 x 0.22 mm とした 15 keV の X 線を照射し、小角散乱を測定した。横 2 cm、縦 2.4 mm の視野域について、測定位置を 0.2 mm ずつ移動し、100 x 12 ポイントの小角散乱を測定することで、イメージングを行った。各ポイントの X 線照射時間は 2 秒とした。

結 果:生、荒節、本枯節について、各サンプルの小角散乱を 1 次元化したパターンを図 2 に示す。生カツオは、10～100 nm の凝集物に由来すると考えられる散乱が得られた。この散乱は加工が進むと消失し、代わりに荒節では数 nm の周期構造に相当する散乱が得られた。測定サンプルを製造工程の順番に並べると、凝集構造から短周期構造への変化を追うことができると考えられる 。

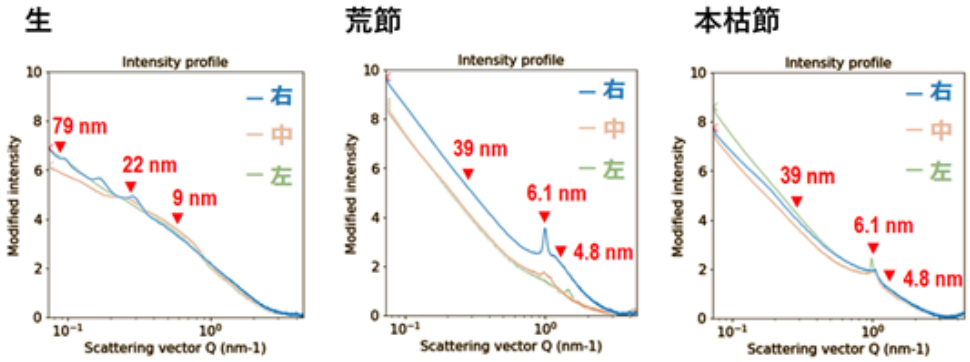


図2　1次元化したカツオ節の小角散乱

ポスターではこの他の農・食サンプルの測定事例についても紹介したい。

P26/H-08

2022A3057
BL24XU

自動車関連材料に対する最近の放射光検討事例

株式会社 住化分析センター, 末広省吾, 幸坂崇, 齋藤智浩
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(SRIS),
(公財)ひょうご科学技術協会 放射光研究センター, 高山裕貴

はじめに: エネルギー・環境問題に対応するため、自動車産業では燃料電池自動車(FCV)、電気自動車(EV)などの二酸化炭素を排出しない次世代自動車へのシフトが進んでいる。一方、自動車の商品価値を高めるため、ボディを雨水などから保護するだけでなく、美しさを表現する塗装品質も非常に重要である。

我々は、次世代イメージング技術である X 線タイコグラフィに注目し、関連材料開発を支援するための、ラボ分析と組み合わせたサービス展開の検討を進めている。ここでは、従来技術では困難であった、①燃料電池触媒層のネットワーク構造、②塗膜の 3D 構造・劣化変性機構、ならびに③リチウムイオン電池活物質の単粒子構造観察について、成果の一端を紹介する。

実験および結果:

測定は、SPring-8 兵庫県 ID ビームライン BL24XU で行った。CT ステージにマウントした試料へ、エネルギー8 keV (波長 0.155 nm)、フラックス 1.5×10^8 photons/s、ビームサイズ 4 μmφの放射光 X 線を照射しながらステップスキャンを行って、2 次元投影像を再生するための小角回折データセットを収集した。小角回折データから再生される投影像のピクセルサイズは約 20nm である。同測定を、試料を 180° 回転させながら等角度ステップで 140 投影分繰り返し、三次元再構成用のデータセットを取得した。タイコグラフィ像の三次元レンダリングとコントラストの確認は、ExFact VR (日本ビジュアルサイエンス製)で行った。

事例①; 燃料電池触媒層のネットワーク構造

X 線タイコグラフィ観察の結果、触媒粒子(カーボン+Pt)がアイオノマーと絡みながら、数十 nm レベルで網目状に拡がる構造を確認した。従来の X 線 CT と電子顕微鏡では捉えることのできなかった、アイオノマーの触媒粒子への被覆状態などが確認できるため、高効率触媒設計の支援に有益と考えられる。

事例②; 塗膜の 3D 構造・劣化変性機構

加熱劣化前後の塗膜の各層毎にナノインデンテーション試験を実施し、ヤング率を比較したところ、中塗り層において試験後での数値上昇が認められた。同層のタイコグラフィ像(右図参照)の位相コントラスト強度ヒストグラムを比較したところ、加熱劣化後では、樹脂相の標準偏差がわずかに増大する傾向にあった。これは樹脂相の部分的な密度増加を検出した事を示し、ヤング率変化との相関性が認められる結果となった。塗膜高耐久化へのヒントに繋がると考えられる。

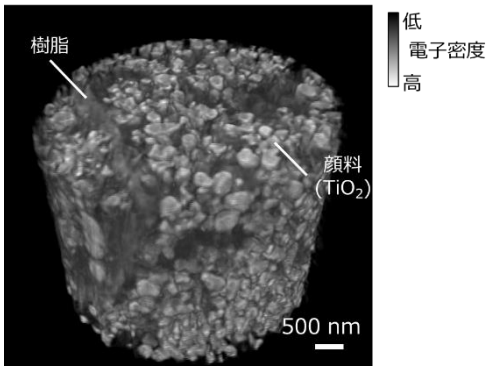


図 中塗り層の X 線タイコグラフィ像(加熱劣化前)

事例③; リチウムイオン電池活物質の単粒子構造観察

X 線タイコグラフィによって、高分解能の 3D 粒子観察像を取得した。その結果、粒子全体をほぼ均一の厚さで被覆しているコーティングの存在が認められた。これは、EPMA 元素マッピングから Nb 層と判明したが、X 線タイコグラフィで 3D での被覆情報が得られる事を示す。さらに、XRD 分析で算出された結晶子サイズ(50-60nm)に相当する 1 次粒子の存在など、活物質内部の精密構造も確認できた。全固体電池など、次世代蓄電池材料開発支援に有益と考えられる。

X 線タイコグラフィとラボ分析技術の組み合わせで、より精密な構造情報を取得できるようになった。この技術により、材料の高機能化や長寿命化に貢献することができる。さらに、3D プリンターと組み合わせることで、モデル設計の高速化を支援することも考えられる。

P02/H-09

2022B3429
BL08B2

放射光 X 線を用いた低温保存における米飯粒の老化現象のその場観察

味の素株式会社　バイオ・ファイン研究所　大元 智絵、山添 康介、山口 秀幸
群馬大学　大学院理工学府　黒澤 一生、河井 貴彦

【目的】 炊飯後の米飯は時間経過とともに老化が進行し、硬くなり、パサパサとした食感になることがよく知られている。おにぎりや弁当など米飯系加工食品は工業製品であり、その老化の制御は重要な社会課題となっている。米飯老化の要因は、糊化した米飯内の澱粉の再結晶化であると考えられているが、その詳細については未解明な点が多く存在する。理解を困難にさせているのが、米粒単位の個体差である。我々はこれまで、研究手法として一般的な米粉末試料ではなく最終的な食形態である米粒の直接観察を目指して、米粒専用の温度調整機能付きサンプルチェンジャーを開発してきた。2021B 期の申請課題にて SAXS/WAXD 同時測定を行い、低温保管時の米飯一粒の時間変化を連続的に追跡することに成功した。一方、老化に伴い低 q 側の強度上昇が確認され、SAXS で測定可能な領域よりも大きな構造の存在が疑われた。よって2022B 期では、USAXS/WAXD 同時測定により、米飯の老化に伴うÅ～数100nm の微細構造及びその変化を明らかにすることを目的とした。

【方法】 二種類の米飯(うるち米: 令和3 年宮城県産ひとめぼれ、もち米: 令和 3 年度岩手県産ひめのもち)を試料として用いた。結晶化挙動解析は大型放射光施設 SPring-8 の兵庫県ビームライン BL08B2 にて USAXS/WAXD 同時測定により行なった。X線エネルギーは 15 keV(波長 0.0827 nm)とし、カメラ長は USAXS で 16096 mm 、WAXD で 74 mm とした。開発したマルチ米粒恒温装置を 6±0.1℃に設定し、試料セルに炊飯直後の米を一粒ずつセットし密封した。米中心部の 300 x 200 μm^2 の領域を 30 分毎に 24 時間測定した。

【結果】 うるち米の冷蔵保存時の USAXS プロファイル変化を図1に示した。散乱プロファイルのベースライン安定性、強度の単調増加から同一米粒の長時間に及ぶ定点計測が実現されていることを確認した。低 q 領域において q^{-4} での強度減衰である Porod 領域が観察された。CT による米粒の内部観察により、うるち米内部に hollow と呼ばれる μm～mm スケールの巨大内部空孔が存在することが確認されたことから、hollow 界面による散乱が q^{-4} での強度減衰の原因であると考えられた。

図 2 にプロファイル解析によって得られた構造パラメータの時間変化を示した。同時に測定した WAXD から、老化によって六方晶の B 型結晶が形成されることが明らかになり、その相対結晶化度をプロットした(a)。冷蔵開始後 6 時間後から結晶化が開始し、時間に対して線形で結晶化が進行した。Porod 則に従う散乱強度は冷蔵開始後低下したのちに結晶化の進行とともに上昇した(b)。このことは hollow 表面の roughness が結晶化の影響を受けることを示唆している。また USAXS ピーク強度は WAXS 結晶化度と同期しており、その周期が約 20nm であることから blocklet と呼ばれる粒状ナノ構造体が結晶化に伴って形成されることが明らかになった。

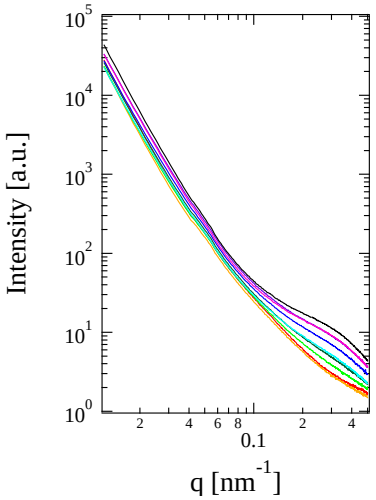


図 1　冷蔵保存時の USAXS プロファイル変化

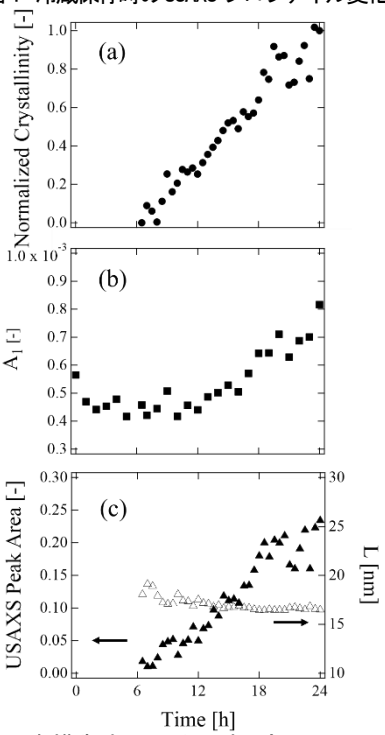


図 2 各構造パラメータの時間変化
(a)WAXD 結晶化度、(b)Porod 強度、(c)USAXS ピーク面積と相関長

P03/H-10

2020A3066
BL24XU

SAXS イメージングモデルを用いたシミュレーションによる手延べ素麺の食感解析

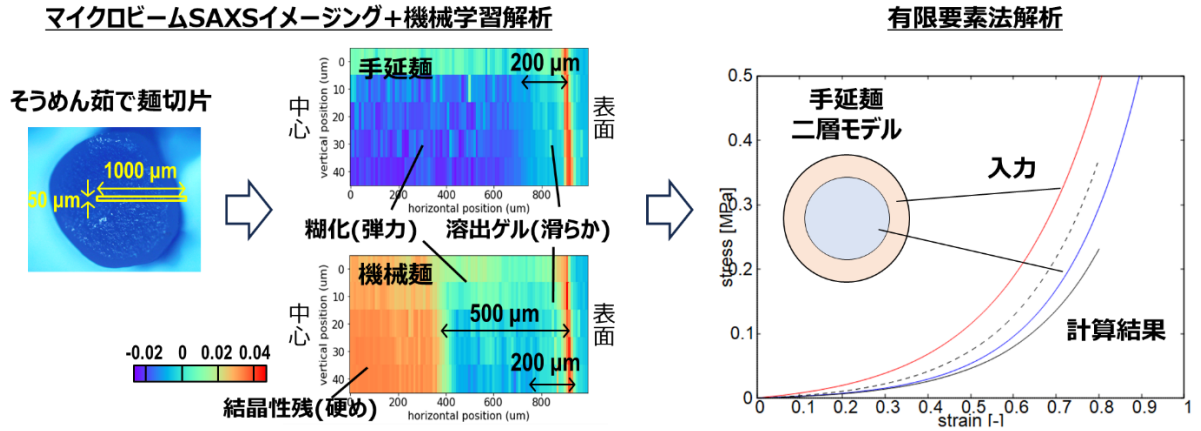
1 東北大学・ひょうご科学技術協会、2 株式会社 JSOL、3 兵庫県手延素麺協同組合、4 兵庫県立大学
高山裕貴[1]、八木英輝[2]、猿渡智治[2]、原信岳[3]、吉村美紀[4]

はじめに:　手延べそうめんの製法の特徴は、麺生地を一つの方向に引き延ばしながら複合圧延を繰り返し、撚りもかかる結果、グルテンが緻密に綯った縄状に方向性をもって配列した立体的展開構造となることにある。配向したグルテン束にデンプン粒が担持され、また、複合圧延によってグルテン束に沿ってボイド構造が生じる。この特有のミクロ立体構造が端緒となり、茹でても湯伸びし難く、食感は口当たりが滑らかで軟らかいが、歯応えは硬く歯切れがよいという手延べそうめん特有の食感が得られると考えられる。

我々は、これまでに放射光 X 線マイクロ CT を用いた乾麺のミクロ構造評価を行い、手延べ製法では機械製法にない麺線方向に配向した空隙構造が生じることを明らかにした。また、乾麺の空隙が茹で調理の際に乾麺内部へ湯(水と熱)を供給するチャネルとして機能すること、空隙構造の差異により水の過不足が生じ、デンプンの膨潤・糊化状態の麺内分布を生じ得ることに着目し、マイクロビーム X 線小角散乱と機械学習解析を組み合わせた茹で麺切片のデンプン膨潤・糊化状態分布の可視化を行った。その結果、手延べ麺・機械麺の何れも表層はデンプンが膨潤破裂したゲルであり、内部はデンプンが粒状を維持したまま糊化したゲルであること、機械麺の中央部は糊化が不十分でラメラ構造が残っていることが明らかとなった(図)。本研究では、この構造モデルを基に有限要素法による破断シミュレーションを行い、実測した破断プロファイルと比較することで、手延べそうめん特有の食感の発現メカニズムの理解に取り組んでいる。

実験・結果:　大型放射光施設 SPring-8 兵庫県 ID ビームライン BL24XU で行った手延べそうめん茹で麺切片のマイクロビーム X 線小角散乱イメージングによって得た表層(デンプンが膨潤破裂)と内層(デンプンが粒状を維持)の二層モデルを構築し、有限要素法による破断シミュレーションを行った。シミュレーションには LS-DYNA (Ansys)を用いた。楔形プランジャーを備えたクリープメータ(株式会社山電)で取得した手延べそうめん茹で麺の実測破断プロファイルを非線形次元削減法により分類し、その分布を基に破断プロファイルの取り得る範囲を定めた。この範囲内で表層と内層の破断特性を様々な組み合わせで設定し、二層モデルの破断プロファイルを計算した。実測破断プロファイルの分布内に収まる破断プロファイルを与えるモデルを 100 ケース程生成することに成功し、実測破断プロファイルとの比較から、表層と内層の食感の推定を進めている。

謝辞:　本研究の破断シミュレーションは株式会社 JSOL により実施された。本研究の実施にあたり、公益財団法人ひょうご科学技術協会の支援を受けた。



P32/H-11

2022A3202, 2022B3202
BL24XU

明視野 X 線トポグラフィ

兵庫県立大学大学院理学研究科　津坂佳幸、松井純爾

X 線トポグラフィは、結晶の格子欠陥や歪みを回折強度の違いから像のコントラストとして観察する手法である。これまで、ラング法やベルグ・バレット法などが用いられているが、いずれにしても回折光を撮影したものである（暗視野）。一方、BL24XU では 2010 年代なかばから、回折光ではなく前方透過光を用いた X 線トポグラフィ（明視野）を多波近似条件下で試み、迅速なバーガースベクトルの決定が可能であることを示した [1]。この手法は比較的透過率の高い AlN 結晶 [2]や、薄く加工した GaN 結晶 [3]のバーガースベクトル決定に用いられた。

最近では比較的透過率の低い Ga_2O_3 結晶等の転位観察を目的に、Borrmann 効果（異常透過）を用いた転位観察への応用が進んでいる。また、さらに透過率の低い厚い結晶の評価を目的に super − Borrmann 効果を用いた転位観察への応用も進んでいる [4]。図 1 は、厚さ 500 μm の Ge 結晶を用いたときの、通常の透過強度、Borrmann 効果が生じているときの透過強度、super − Borrmann 効果が生じているときの透過強度の比較である。

講演では明視野トポグラフィの概要と最近の成果について紹介する。

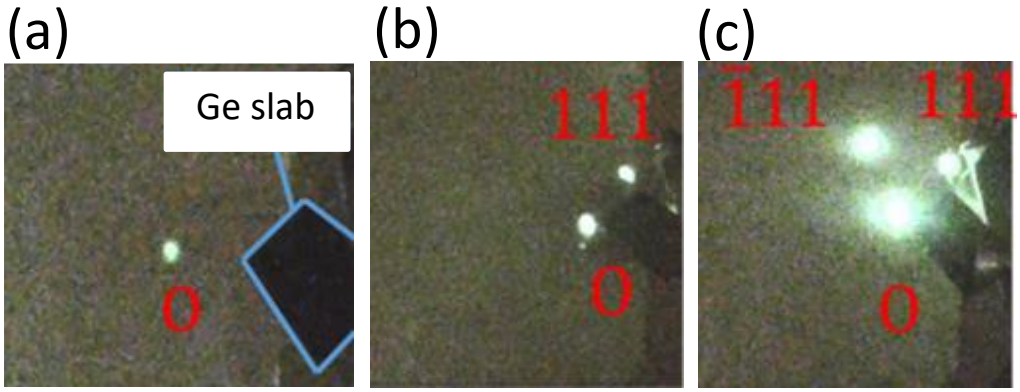


図 1. 蛍光板に映し出された透過強度の比較。(a) 通常の透過、(b) Borrmann 効果が生じていいる状態、(c) super − Borrmann 効果が生じている状態。

1) Y. Tsusaka et. al. *Rev. Sci. Instrum.* **87**, 023701(2016)
2) Y. Yao et. al. *Appl. Phys. Lett.* **117**, 092102 (2020)
3) Y. Tsusaka et. al. *J. Appl. Phys.* **125**, 125105 (2019)
4) J. Matsui et. al. *J. Synchortron Rad.* **29**, 1251 (2022)

P34/H-12

2021B3055
BL24XU

放射光 X 線トポグラフィーによるパワーデバイス用ワイドギャップ半導体の格子欠陥評価

ファインセラミックスセンター　姚　永昭

はじめに:　超ワイドギャップ半導体 β型酸化ガリウム（β-Ga_2O_3）によるパワーデバイスの信頼性を確保するには、欠陥の少ない高品位の β-Ga_2O_3 単結晶の育成方法の開発が急務となっている。本研究では、動力学的 X 線回折現象である X 線の異常透過現象を利用した X 線トポグラフィーをベースとし、結晶開発に欠陥情報のフィードバックを提供する「転位のイメージング技術」の確立に取り組んだ。

実験:　本研究で用いた β-Ga2O3 単結晶基板は、ノベルクリスタルテクノロジーで edge-defined film-fed growth（EFG）法と呼ばれる融液成長方法で作製されたものである。単斜晶の b 軸方向、即ち[010]方向、にそって引き上げた板状のバルク結晶から、大きさ 10 mm × 15 mm、厚み約 0.7 mm の(001)面基板を切り出した。機械研磨等の加工によって導入されたダメージ層の異常透過率に与える影響を最大限抑制するために、基板の両面に化学機械研磨を施した。透過配置を用いた明視野 X 線トポグラフィー（XRT）はビームライン BL24XU で行った。波長が 0.124 nm に単色化された放射光 X 線を基板の裏面に照射し、表面から出射した透過波と回折波の強度を蛍光板で観測し、異常透過発生の有無を判定した。異常透過が発生した状態で、蛍光板を退避させ、後方に設置されるデジタル撮影装置で明視野 XRT 像を取得した（図 1）。

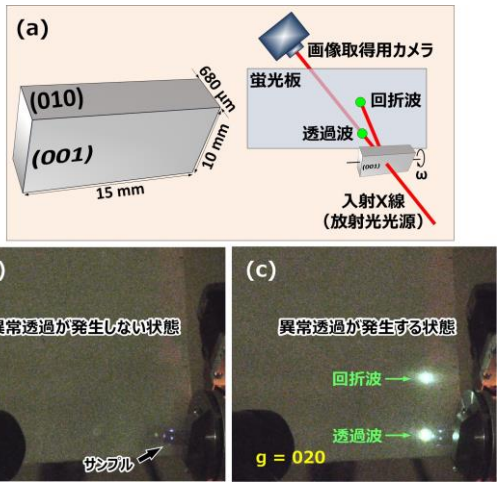


図 1 (a)透過波と回折波の強度を蛍光板で観測し異常透過発生の有無を判定する実験の模式図。(b) 異常透過が発生しない状態の写真。(c) 透過波と回折波の極めて強い2つのスポットが観測された異常透過が発生する状態の写真。

結　果:　異常透過を利用し、透過波の強度分布で撮影した基板の全面転位像を図 2 に示す。画像の取得には逆空間の回折ベクトル g = 020 を用いたため、b = [uvw]（v ≠ 0）をもつ転位が検出される（b は転位のバーガースベクトル）。図 2 から結晶成長方向である[010]に伸展する直線状の転位が高密度に確認され、その中の大部分が基板の端から端まで伸びており、[010]が EFG 成長中に最も安定な転位伸展方向であることが示唆された。一方、[010] 方向以外の(001)面内の転位はほとんど曲線状となっている。欠陥の種類を識別するために、複数の g で撮影した同一場所の XRT 像を比較し、バーガースベクトルを決定するための g・b 解析を行った。本実験の観察結果により、結晶成長条件の最適化に必要な転位の線方向および種類に関する情報を把握した。詳細は会場にて報告する。

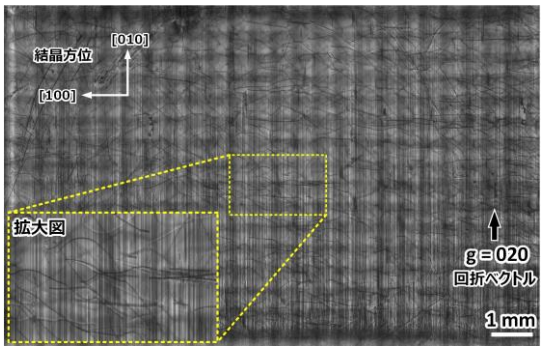


図 2 10 mm × 15 mm の(001)面 β-Ga_2O_3 単結晶基板の異常透過 XRT 像、逆空間格子ベクトル g = 020

P58/H-13

2022B3231
BL24XU

放射光 NAP-HAXPES による界面現象の分析

マツダ株式会社　技術研究所　　三根生　晋、　百﨑　賢二郎、山本　知樹、住田　弘祐
兵庫県立大学　高度産業科学技術研究所　　鈴木　哲

1.はじめに

将来にわたり地球や社会とクルマが共存していくために、環境保全とお客さま満足を両立させる産業努力が必要となっており、主要な開発において、従来に無い機能を持つ部品を次世代材料で実現することが不可欠となっている。次世代材料の特徴として、特性の異なる成分を微細複合化して新機能を実現していることが多く、それら成分間の界面が材料機能に対してどのように寄与し、それを制御していくかが重要な課題である。そのため、兵庫県ビームラインにおいて兵庫県立大学の協力の下、複合材では必然となる"埋もれた界面"の状態を検出可能な硬 X 線光電子分光を低真空中で実現する NAP-HAXPES システムを導入し、原子・分子レベルで状態を制御するための情報を得る。

2.実験

車載用蓄電材料であるリチウムイオン電池(LIB)電極の界面状態の分析技術を検討した。LIB セルの充放電試験を行った後アルゴンガス置換したグローブボックス内で電極シートを取り出し測定に供試した。正極活物質の状態解析は SPring-8 の兵庫県ビームライン BL24XU で行い、Scienta Omicron 社製 Hipp-2 検出器を備える NAP-HAXPES システムを使用して測定した。入射光エネルギーは 7.95 keV とし、DCM は Si 111 反射およびチャネルカット Si 333 反射で 50 μm 以下のビームサイズを得た。測定は 1.0×10^{-6} Pa の真空からアルゴンガス(Ar)を 1000 Pa から 1800 Pa まで導入し、通常の光電子分光では起きるとされる真空中への酸素脱離欠陥を抑制して電極表面の安定化を試みた。

3.結果と考察

図 1 に試験後の LIB 正極活物質の Ni2p3/2 スペクトルを示す。既報のピーク分離メソッドを適用した結果、1(853.5 eV)、2(855.3 eV)、3(856.9 eV)、4(858.4 eV)の四種類のピークの混成状態と推定した【1】。通常の混合原子価化合物中の Ni^{3+}よりも高 B.E.を示す 4 のピークは試験前には認められず、正極活物質粒子間の界面に生成した高酸化状態であり、電池機能の失活につながる可能性がある。次に正極活物質のバインダーとして利用されるポリフッ化ビニリデン(PVdF)における帯電の緩和法を試みた【2】。図2に PVdF 単体の F1s スペクトルを示す。アルゴンガス圧と試料ー検出器アパーチャ間距離(WD)を変えることで 689 eV 付近にある本来のピークを得ることができる条件を見出した。これらのように NAP-HAXPES を利用することで、従来の光電子分光では得られなかった電極情報を得ることができた。

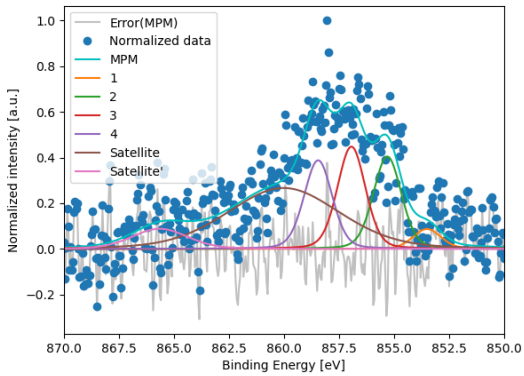


図 1　LIB 正極活物質の Ni2p3/2 スペクトル

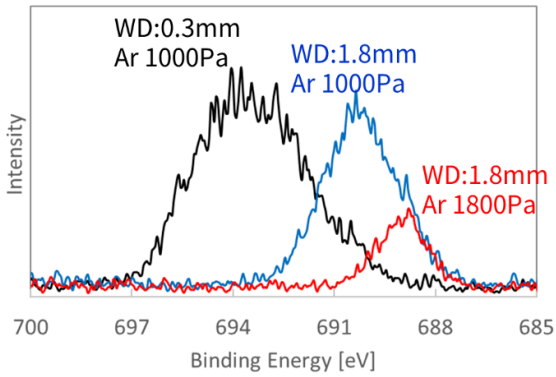


図 2　PVdF において帯電緩和法で分析条件を変えた時の F1s スペクトル

参考文献

【1】山本知樹、第 19 回産業利用報告会アブストラクト、P58/H-07(2022).
【2】S.Suzuki et al, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 257, 147192 (2022).

P15/H-14

ニュースバル

軟 X 線吸収分光による次世代リチウムイオン二次電池ケイ素負極の評価

兵庫県立大学高度産業科学技術研究所　中西 康次、今道祐翔
㈱コベルコ科研　森 拓弥, 大園 洋史

はじめに:　リチウムイオン二次電池(LIB)の負極として長年グラファイトが利用されているが、これに置き換わる新規負極材料の研究・開発は正極活物質ほどは進んでいない。数少ない新規負極活物質候補の中で、グラファイトに比べて圧倒的な高容量化が見込まれるケイ素が注目されてきた。グラファイトの理論容量は LiC6 で 372 mAh/g 程度であるのに対し、ケイ素の場合、$Li_{22}Si_5$ まで充電が進行するとその理論容量は約 4200 mAh/g にまで達すると考えられており、非常に魅力的な高容量負極材料である。電気化学試験による Li_xSi 合金の研究は 1970 年代にはすでに報告されているが、その致命的な問題である"過度な膨張／収縮"のために LIB 負極として実用化には至らなかった。ケイ素単体電極(Si 電極)では Si 原子数に対してその 4 倍近くのリチウムイオン数による合金化／脱合金化反応することで極めて大きな容量を得られるが、これは過度な体積膨張／収縮を引き起こし、ケイ素単体活物質(Si 活物質)のひび割れや粉砕(微粉化)が生じる。これにより Si 電極形状の維持や Si 活物質への電子伝導経路の確保が困難となり、激しい容量劣化が生じる。Si 活物質を利用するためにナノ粒子や薄膜、ナノワイヤー、コアシェル化などモルフォロジーの観点から研究されたほか、ケイ素合金、有機化ケイ素、酸化ケイ素などによるケイ素系電極を用いるなど、様々な観点から研究がなされてきた。近年、一酸化ケイ素(SiO)とグラファイトの複合化電極が一部の商用電気自動車に採用されて話題となった。しかし、グラファイト負極と置き換わるにはまだまだ未解決な課題や未解明な現象も多く、さらなる基礎研究データの積み上げが必要不可欠である。

我々のグループではモデル電極としてケイ素薄膜、解析ツールとして軟 X 線吸収分光(軟 X 線 XAS)を用いた充放電反応機構解析を実施してきた。本報告会では充放電反応だけではなく、活物質のケイ素と電解液との反応について興味深い事実が見られたため、これを報告する。

実験:　すべての軟 X 線吸収分光測定はニュースバル放射光施設 BL05 にて実施した。分光結晶には InSb(111)を用い、Si K 吸収端の測定を実施した。モデル電極試料として、40 nm 厚のアモルファスケイ素(a-Si)薄膜を銅箔上に成膜した。成膜後、試料は大気非暴露でグローブボックス、ならびに軟 X 線 XAS 用測定室に輸送された。

結果:　Fig. 1 に 1 mol/L-$LiPF_6$ - EC:DEC=1:1 v/v%電解液に 0 時間(未浸漬)、17 時間、ならびに 35 時間浸された a-Si 電極の Si K 吸収端 XAS スペクトルを示す。未浸漬のスペクトルは純粋な a-Si に由来するスペクトルであるが、浸漬時間とともに Li_2SiF_6 のスペクトルが生長している。これは電極活物質の Si と電解質 $LiPF_6$ が接触のみによって反応し、Si がフッ化することを示している。つまり、過度な膨張／収縮以外に $LiPF_6$ との接触が化学的劣化要因として挙げられることを示している。報告会では電気化学試験結果等も踏まえたケイ素負極の評価について報告する。

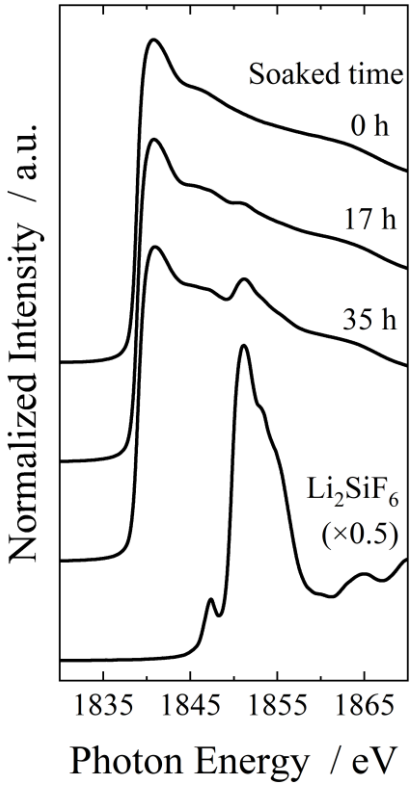


Fig. 1. XAS spectra of amorphous Si film electrodes soaked in $LiPF_6$ electrolyte solution and Li_2SiF_6 powder as reference.

ニュースバル BL01 における LCS ガンマ線光源開発

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所　橋本 智、 平川 悠人、 趙 直佑
スプリングエイトサービス株式会社　中田 翔太郎、平山 英之

はじめに: ニュースバル放射光施設ビームライン BL01 は世界でも数少ないレーザーコンプトン散乱ガンマ線(Laser Compton Scattered Gamma-ray)施設である。蓄積リングを周回する相対論的電子に入射レーザー光子を衝突させることにより、散乱された光子はガンマ線領域の高エネルギーとなる。LCS ガンマ線源の優れた特徴として、(1)高指向性、(2)エネルギー可変性、(3)コリメータにより準単色性、(4)入射レーザーと同じ偏光性がある。さらにニュースバル蓄積リングは 0.5～1.0GeV で Tio-Up 入射蓄積が可能なことを活かして、幅広いエネルギー範囲からユーザーが必要とするエネルギー光子を選択可能であり、蓄積ビーム電流が一定なことから、ガンマ線強度が時間的に一定に保つことができる。

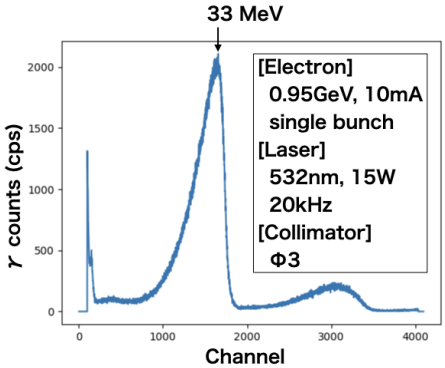


図1. LCS- 線測定スペクトル

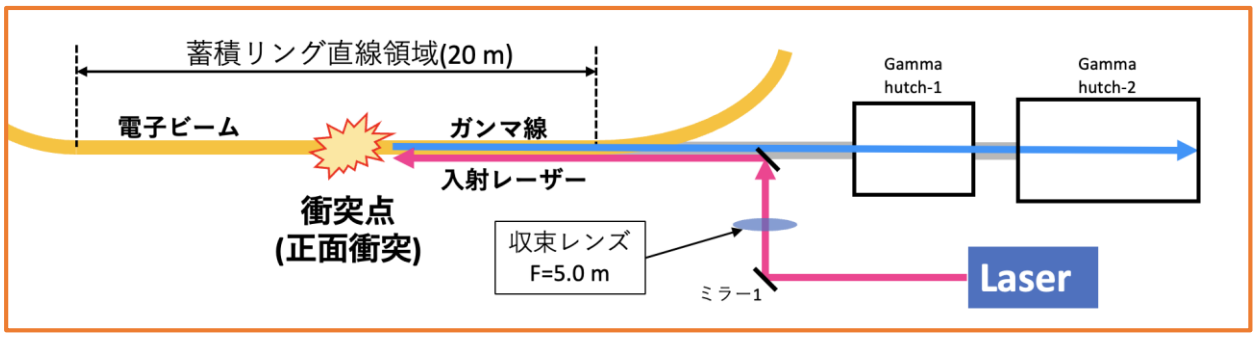


図2. ニュースバル LCS ガンマ線ビームライン BL01

光源開発の状況: 本発表では LCS ガンマ線光子フラックス増大に向けた最近の改善取り組みについて報告する。

(1)パルスレーザーとシングルバンチ電子ビームの同期システム開発

(2)入射レーザー光学系の最適化設計と実証

(3)入射レーザー光軸の自動アライメント調整に向けた遮蔽トンネル内光学系の遠隔制御システム開発

ユーザー利用: BL01 では KEK、JASRI、QST、JAEA などの外部機関ユーザーによる LCS ガンマ線を用いた光核反応中性子の研究、核セキュリティ技術開発などが行われている。BL01 ガンマ線利用に関するお問い合わせは橋本(hashi@lasti.u-hyogo.ac.jp)まで。

表1. ニュースバル LCS ガンマ線の典型的パラメータ

【電子ビーム】 0.5～1.5 GeV, 400 mA (multi-bunch), 10 mA (single bunch)

【レーザー】 532 nm (10 W, 15 kHz) / 1064nm / 10.6 μm

【コリメーター】 φ2～φ6、Pb

【ガンマ線】 0.5～76 MeV

P27/H-16

ニュースバル

原子状水素を照射した DLC 薄膜表面の光電子分光による評価

兵庫県立大学　　春山 雄一、部家 彰、住友 弘二、豊田 紀章、伊藤 省吾

はじめに: ダイヤモンドライクカーボン(DLC)はアモルファス構造、高硬度、低摩擦係数などの特徴を示し、化学的に安定であることから、様々な製品に応用されている。DLC の物性は、sp^2/sp^3 比や水素含有量と密接に関係している[1]。原子状水素を DLC に照射した場合、水素含有量によりエッティングレートが大きく異なることが報告されてきた[2]。今回、DLC 表面における原子状水素の反応機構を調べるため、水素含有および水素フリーDLC に対し原子状水素を照射し、その影響を光電子分光により調べたので報告する。

実験: 水素含有および水素フリーDLC 薄膜は、それぞれ RF プラズマ法および Ar ガスクラスターイオンビーム援用法[3]により作成した。原子状水素は、ホットフィラメント法により発生させ、DLC 薄膜に照射した。原子状水素発生装置は、試料を大気に曝露させることなしで光電子分光による評価を行うため、ビームラインのエンドステーションに設置した。光電子分光実験は、兵庫県立大学ニュースバル放射光施設のビームライン BL-07B で行った。表面に対する影響を調べるため、励起光エネルギーを 330 eV に設定した。

結果: 水素フリーDLC 薄膜に対する原子状水素照射前後の炭素 1s 内殻スペクトルを図1において比較している。原子状水素照射前(■)、結合エネルギー284.4 eV にピークが観測されたが、原子状水素照射後(●)、ピークは、285.2 eV にシフトし、スペクトルの線幅が狭くなるのを観測した。以前の研究により[3]、DLC 薄膜の炭素 1s 内殻スペクトルは、結合エネルギー284.4 eV と 285.2 eV の 2 成分から構成されることが分かっており、それぞれ sp^2 成分と sp^3 成分に割り当てられている。今回、観測された内殻スペクトルの変化は、原子状水素照射により、sp^3 結合がリッチな表面になっていることを示している。発表では、水素含有および水素フリーDLC 薄膜に対する原子状水素照射量依存性の詳細について議論する。

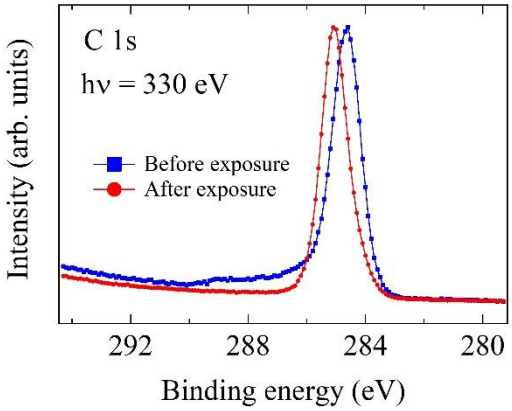


図 1　水素フリーDLC 薄膜に対する原子状水素照射前後の C 1s 光電子スペクトル

[1] C. Lenardi, P. Piseri, V. Briois, C. E. Bottani, A. Li Bassi, and P. Milani., J. Appl. Phys. **85**, 7159 (1999).
[2] A. Heya T. Harada, M. Niibe, K. Sumitomo, and T. Watanabe, J. Photopolymer Sci. and Tech. **33**, 419 (2020).
[3] Y. Haruyama, T. Kitagawa, K. Kanda, S. Matsui, T. Gejo, N. Toyoda, and I. Yamada, Jpn. J. Appl. Phys. **47**, 3380 (2008).

P38/H-17

ニュースバル

EUV リソグラフィ技術の現状およびそのとりまく環境、今後の展開

高度産業科学技術研究所　渡邊健夫、原田哲男、山川進二

極端紫外線リソグラフィ（EUVL）技術は 2019 年よりスマートフォン向けの 7 nm+ node のロジックデバイスの量産技術として使用が開始された。また、2020 年には 5 nm node のロジックデバイスの本格的な量産に EUVL 技術を適用された。EUVL の黎明期から約 35 年掛かったことになる。International Roadmap for Devices and Systems （IRDS）では 2028 年辺りまで現在の2次元デバイスの量産が予定されおり、2028 年以降の向こう 10 年間は半導体の前工程の微細加工による MOS トランジスタのデバイスの3次元構造へと進化するとともに、これにより形成した異種チップを一つのチップにまとめる、所謂 Chiplet の形成へと進化することになっている

兵庫県立大学高度産業科学技術研究所が管理・運営するニュースバル放射光では 1996 年より、半導体用材料メーカー、装置メーカー、並びにデバイスサプライヤー等のさらなる微細化の技術力向上に貢献をさせて頂くことを目的に、精力的に EUVL の基盤技術開発を進めてきた。これまで、ASET、EUVA、Selete、並びに EIDEC 等の国家プロジェクトを約 20 年参画・先導を進めてきた。また、多くの国内外の企業・大学・研究機関と共同研究を進め、EUVL の量産適用に貢献してきた実績を有する。

ニュースバル放射光施設（新入射器を含む）

現在、EUVL 技術の技術課題は、1）EUV レジスト開発、2）EUV マスク（ペリクルを含む）技術開発、並びに3）EUV 光源開発である。この中で、EUV レジストの開発では、高解像、高感度、低 LWR (line width roughness)、低アウトガスを同時に満足するレジストが要求されている。特に、低 LWR の開発が第一優先事項になっている。一方で、微細線幅の形成では EUV レジストパタン倒れが課題になっている。低 LWR の開発ではレジスト構成剤の空間濃度を均一にする必要が考えられるが、これまでは測定の手段がなかった。そこで、我々は軟 X 線共鳴散乱による透過法により評価を提案した。この手法を用いることで、平均的にではあるがレジスト構成剤の空間濃度の評価の可能性を示すことができた。一方、パタン倒れの抑制では、レジストと基板界面の密着性の向上により、パタン倒れを抑制することができるが、そもそも単層レジスト中の膜構造の評価がなされていない。そこで、我々は軟 X 線共鳴散乱による反射法により、単層レジスト中の膜構造評価の可能性を検討した。これにより、単層と思われていた EUV 用化学増幅系レジストが3層構造を呈していることが分かった。この方法を他のレジストにも適用し、膜構造を調べ、パタン倒れとの関連性の評価を進めている。

今後の EUVL 技術について、2025 年から High NA の露光装置が量産に使用されること予測されているが、マスクやレジストの多くの課題がある。さらにその先の 0.7 nm node 以降のデバイスの量産用リソグラフィとして、EUV よりも短波長である波長 6.7 nm の Beyond EUV リソグラフィ（BEUVL）の可能性について、2019 年度よりニュースバルで検討を進めている。これはシリコン系や化合物半導体のみでなく、将来技術として量子デバイスへの展開ができると考えている。以上、ポスター講演では EUVL の技術課題への取組、並びに今後の展開について紹介する。

米中の半導体摩擦の中で、国家安全保障や経済安全保障の観点で半導体産業の重要性が再認識された。そのような状況の中で、2022 年に米国から日本に対して日米半導体協定下で先端半導体の技術協力要請が日本政府に来て、2022 年 11 月に、先端半導体の国産化を実現するべく国内企業8社の出資で新会社 Rapidus が設立された。一方で、2022 年 12 月 19 日に次世代半導体の量産化に向けた研究開発拠点「技術研究組合最先端半導体技術センター（LSTC）」を設立された。今後、日本の半導体復興に向けては産学官の強力な連携のもとで、1）日本の半導体需要を確保できるような中長期的なビジネスモデルの策定、2）最先端半導体の生産、3）教育改革が必要と考えている。

P62/H-18

ニュースバル

X線微細加工とその評価及びX線イメージングの展開

兵庫県立大学　高度産業科学技術研究所　　山口明啓、天野壮、内海裕一

はじめに:近年、半導体リソグラフィーだけではなく、様々な精密部品の微細化も進んでいる。MEMS は、加速度センサーなどに産業利用され、身近なところでは、車のエアバック用センサーやスマートフォンの加速度センサーとして利用されている。手術用ロボットも非常に微細な機械部品を用いる必要があり、小型のアクチュエーター用のマイクロギアなど微細な機械部品の要求がある。半導体リソグラフィーでは、高いアスペクト比構造を有する機械部品を作製するのは難しく、機械加工では微細な構造を作製するのが困難である。LIGA プロセスは、その半導体リソグラフィーと機械加工の中間領域をカバーする微細加工領域として注目されており、NewSUBARU BL2 および BL11 では、X 線微細加工に関する研究開発が実施されている。ここでは、特に BL2 における X 線微細加工の研究開発例について紹介しつつ、その評価を行うための X 線イメージング機構をビームラインに実装している内容について報告する。

結果:BL2 は、平面ミラーとシリンドリカルミラーの組み合わせにより、ディープ X 線リソグラフィーとサブミクロン X 線リソグラフィーを 1 本のビームラインで実現できる X 線露光システムである。露光面積は、210mm×300mm（A4 サイズ）であり、大規模微細加工が可能である。サブミクロン構造と高アスペクト比加工を同時に実現するマルチスケールリソグラフィーを実現するために、ビームラインには 2 段積層構造のビーム輸送用真空ダクトと 5 軸ステージが設置されている。この 2 段積層構造により、高アスペクト比のミクロンスケール構造とサブミクロンスケール構造の両方を同じビームラインで作製することができる。さらに、微細加工したものを評価するために、X 線リソグラフィー装置に X 線イメージング装置とコンピュータ断層撮影装置（CT）を今回導入し、作製した微細構造の非破壊検査や評価を行う機構を一つのビームラインに実装した。

図 1 に BL2 における加工エネルギー選択による加工例を示す。x線エネルギーを選択することで、高アスペクト比加工とサブミクロン加工が一つのビームラインで可能になった。さらに、X線イメージング機構を一つのビームラインに実装することによって、図 2 に示すように、Pt基板の穴径 3μm の貫通孔をイメージングしたり、蟻や LIGA プロセスで作製したマイクロギアなどの観察も可能になった。

ビームラインの特徴から、プラスチック材料や生体材料などに対して比較的良好な吸収コントラストを得ることができ、X 線リソグラフィーによる加工形状の非破壊イメージングが可能であるため、加工と評価を同時に行うことができる有用なシステムになると期待される。

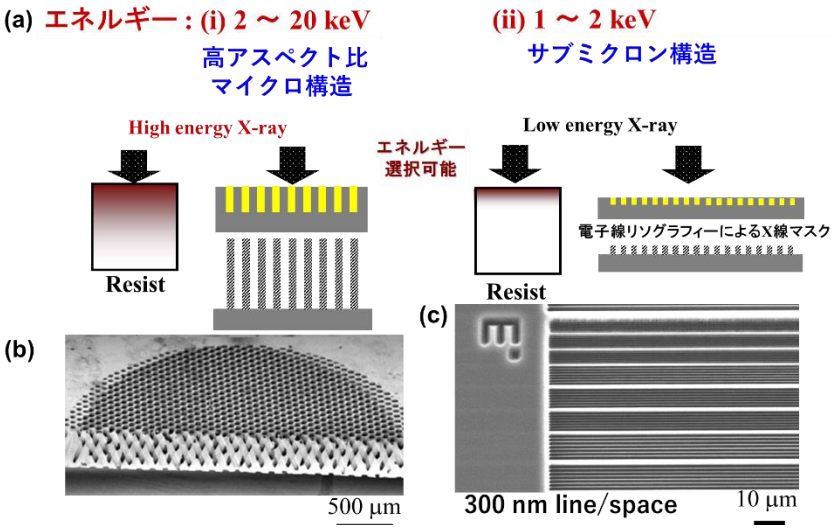


図 1 (a) 加工エネルギーの選択と加工特性. (b) PTFE の高アスペクト比加工例. (c) PMMA のサブミクロン加工例.

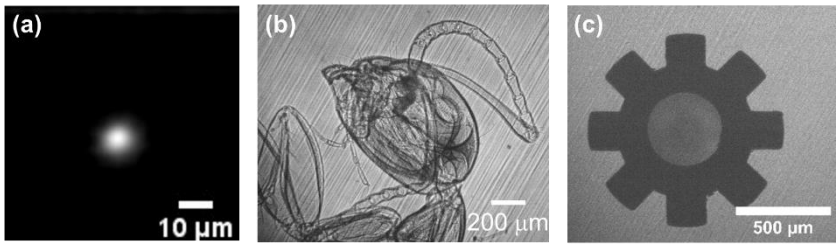


図 2 X 線観察例(a) Pt基板の穴径 3μm の貫通孔. (b)蟻. (c)マイクロギア.