

# 企業にとっての放射光 と 活用のポイント



 **北日本電線株式会社**  
KITANIHON ELECTRIC CABLE CO., LTD.

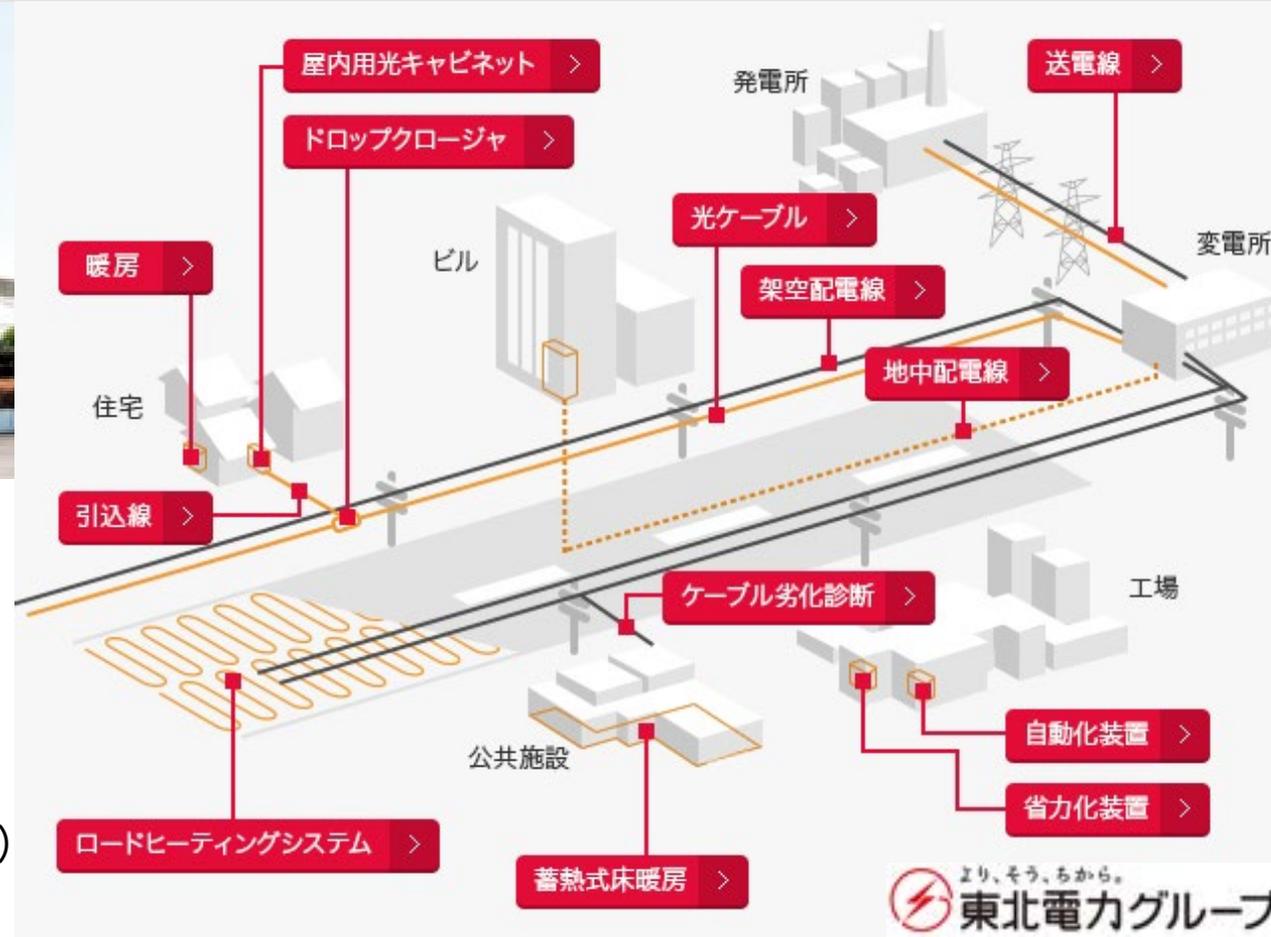
新事業開発部  
技術研究グループ

下村 鈴之介

# 企業にとっての放射光 と 活用のポイント

## 目次

1. 会社紹介 と 当社の放射光分析の歴史
2. 放射光分析と **一連の流れ**
3. **放射光分析のメリット と 企業が得られるメリット**
4. 実際に放射光を使う際の **活用のポイント と 必要なもの**



商号 北日本電線株式会社  
代表者 取締役社長 田苗 博  
創立 1946年7月11日  
資本金 135百万円  
従業員数 377名 (2022年7月1日現在)

## 経営理念

# 社会の繁栄に貢献する価値の創造



FT-IR

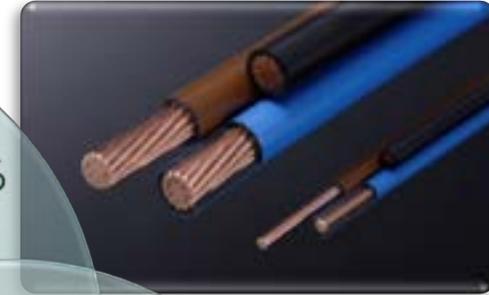


SEM/EDX

## 技術研究グループ

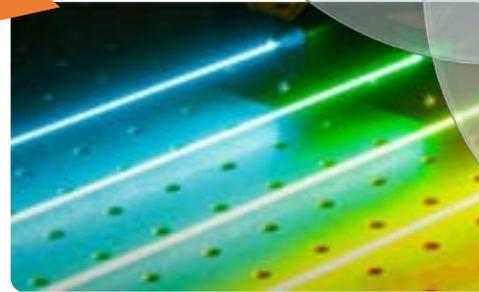


産業を支えアシストする  
**エンジニアリング事業**



大切なインフラを支える  
**電線事業**

暮らしを安全・快適にする  
**ヒーティング事業**



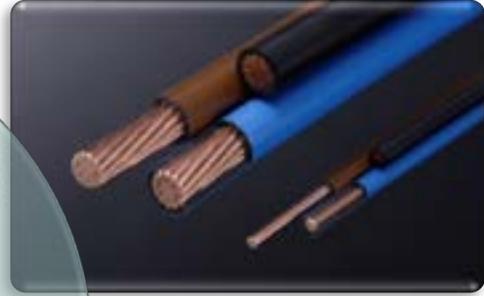
最先端技術で社会貢献する  
**光デバイス事業**



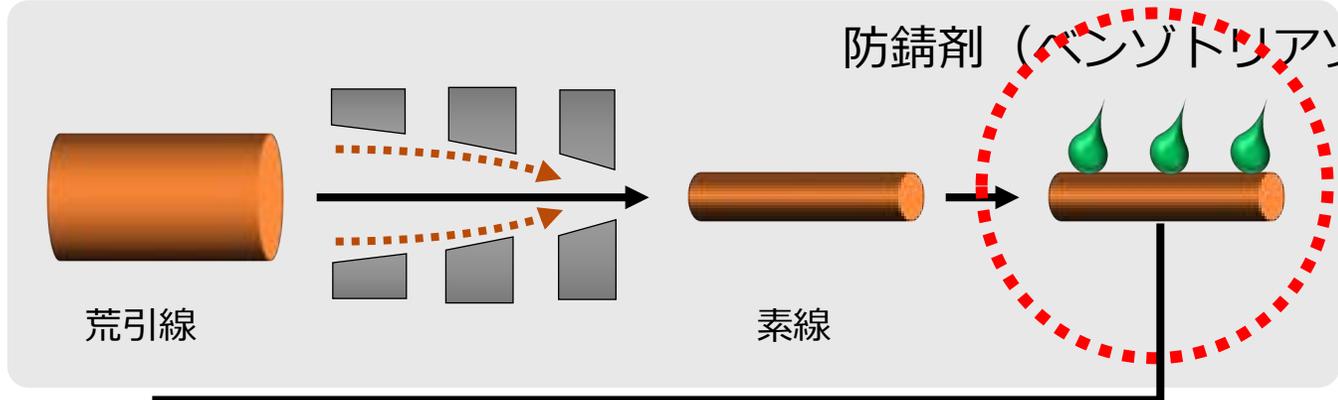
©一般財団法人 光科学イノベーションセンター

## ものづくりに活せないか？

# 1-2. 当社の放射光研究



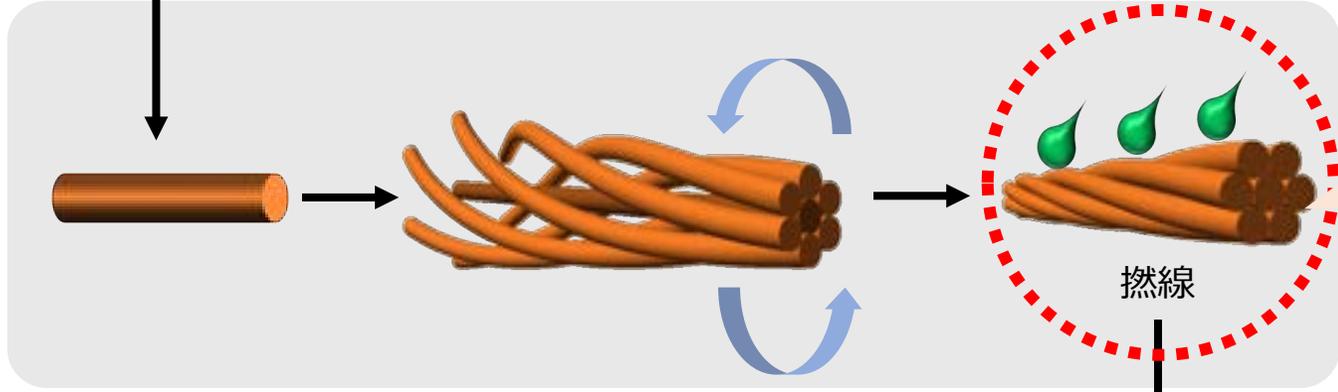
伸線工程



大切なインフラを支える  
電線事業

経験的に知られていることが多い

撚合工程



**銅表面の防錆被膜**

分析手法：**XAFS**

絶縁工程



**絶縁体内部の異物**

分析手法：**X線CT**

# 1-2. 当社の放射光研究

R1

R2

R3

R4

## 情報収集

## 令和2年度 宮城県 あいちトライアルユース

## 宮城県との共同研究

セミナーへの参加

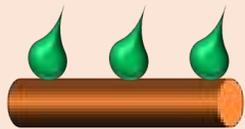
あいちトライアルユース  
を知る

分析課題の検討

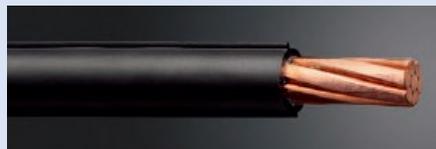


放射光測定

XAFS



X線CT



- AichiSR BL1N2

- AichiSR BL1N2

- AichiSR BL6N1

- AichiSR BL1N2

- AichiSR BL8S2

- AichiSR BL1N2

- AichiSR BL6N1

- AichiSR BL1N2

- SPring-8 BL47XU

- AichiSR BL1N2

- SPring-8 BL20B2

年 4 回 の ペース で 放射光 を 利用



## 2. 放射光分析 と 一連の流れ



Spring-8 (兵庫県)

放射光とは？

**非常に強い光**



放射光分析も

あくまで **光** (中でも **X線**)

を使った分析手法

| 観察する現象        | 放射光分析                               | ラボ機分析                               |
|---------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 光電子<br>オージェ電子 | XPS、AES<br>HAXPES                   | XPS、AES<br>Lab-HAXPES               |
| 回折・散乱         | 単結晶・粉末X線回折<br>小角・広角X線散乱<br>X線トポグラフィ | 単結晶・粉末X線回折<br>小角・広角X線散乱<br>X線トポグラフィ |
| 蛍光、発光         | 蛍光X線、XES                            | 蛍光X線、SXES                           |
| 吸収・二次過程       | XANES、EXAFS<br>MCD、X線CT             | X線CT                                |

似たような分析が多い

### 放射光は何がすごいのか

超強力 & X線の波長が選択可能

ラボ機では実現できなかった **高度な測定** が利用できる

[http://www.spring8.or.jp/ja/about\\_us/whats\\_sp8/facilities/bl/map/](http://www.spring8.or.jp/ja/about_us/whats_sp8/facilities/bl/map/)

“秒ごと”の反応を調べる

“分子レベル”の反応を調べる

亜鉛めっき合金化過程初期のX線回折パターンの時間変化

①Al0.13%添加亜鉛めっき ②純亜鉛めっき

A. Taniyama, M. Arai, T. Takayama and M. Sato, Materials Transactions 45, 2326-2331 (2004), Fig. 4, 7, ©2004 日本金属学会

[https://shinbun.fan-miyagi.jp/article/article\\_20190507-6.php](https://shinbun.fan-miyagi.jp/article/article_20190507-6.php)

**放射光** を使った研究は **どのように進む** のか



課題探索

事前調査

事前相談

各種手続き

試料作成

放射光測定

データ解析

メカニズム推定

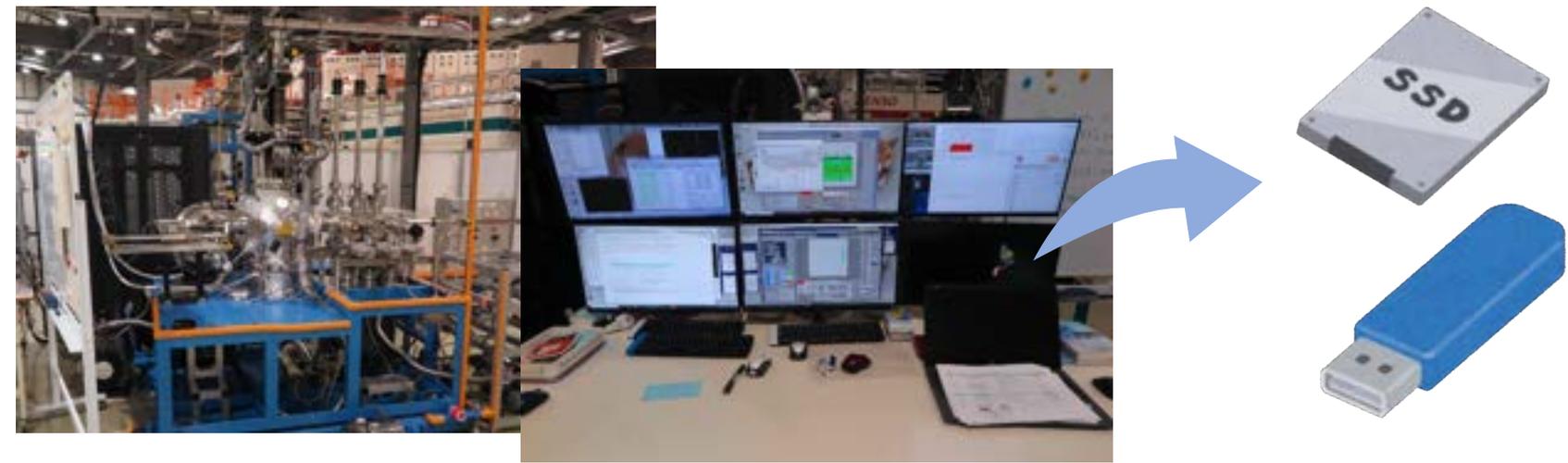
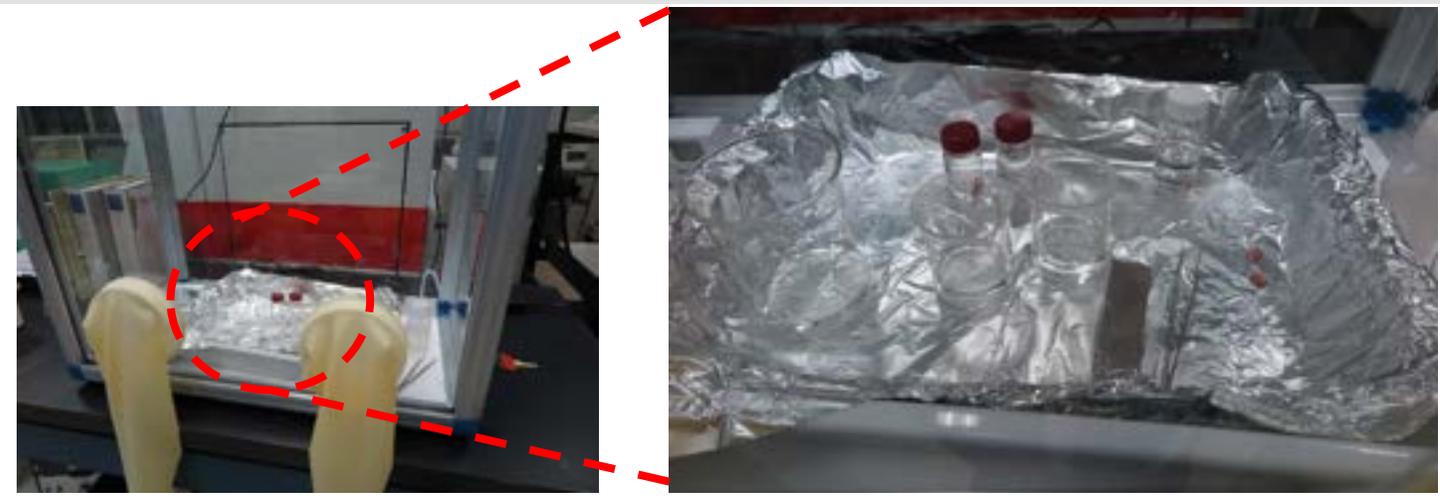
## 放射光で **何を測定するか** 検討する



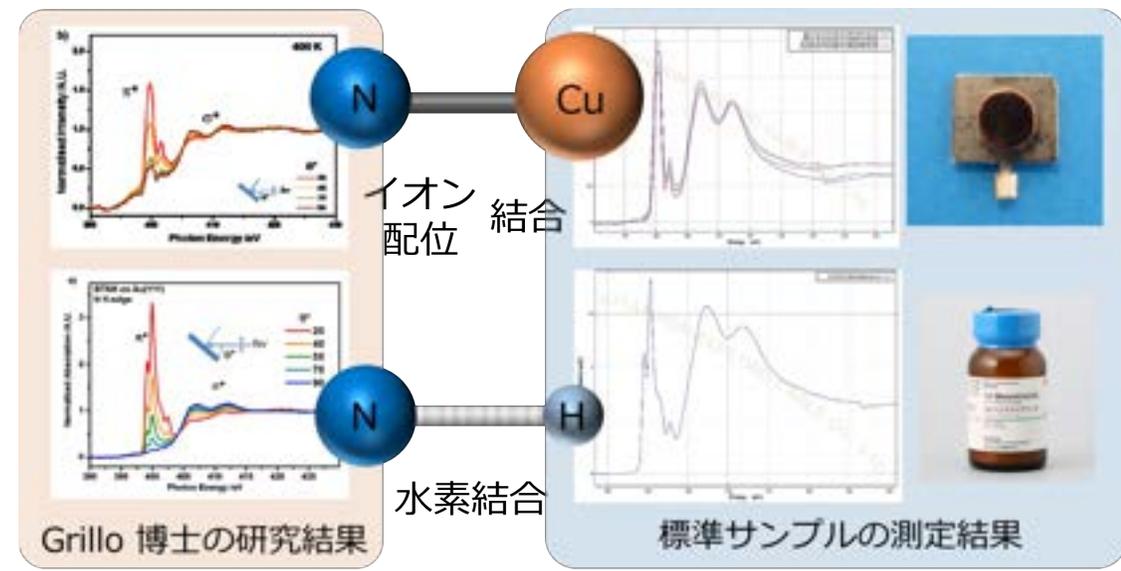
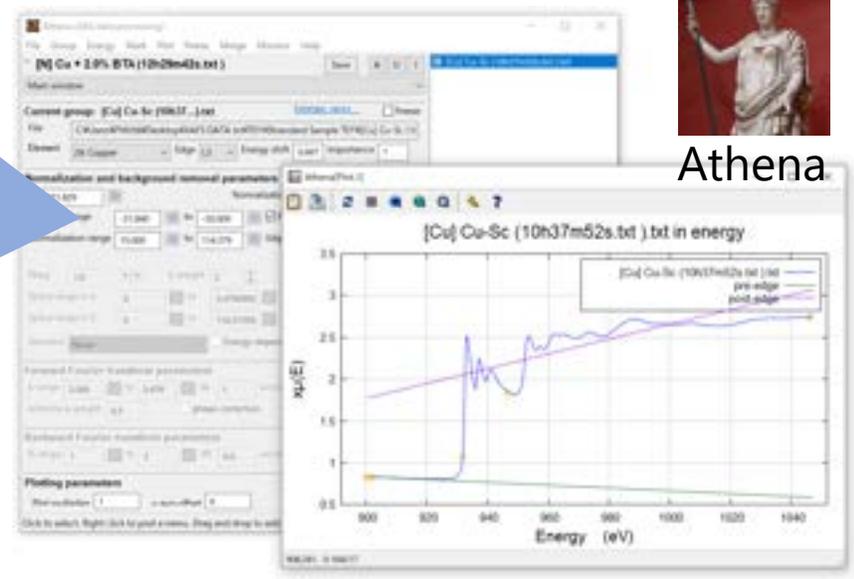
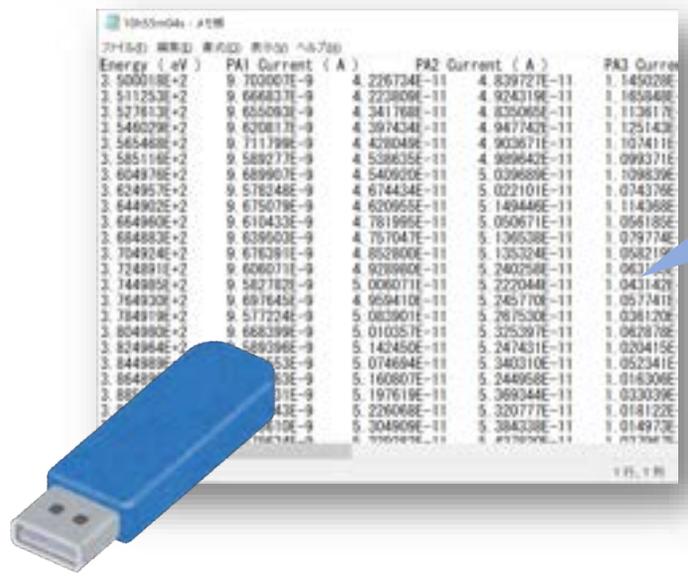
調べたい“現象”は何か  
どの測定手法（**ビームライン**）を使うか を決める  
どのような試料を作るか



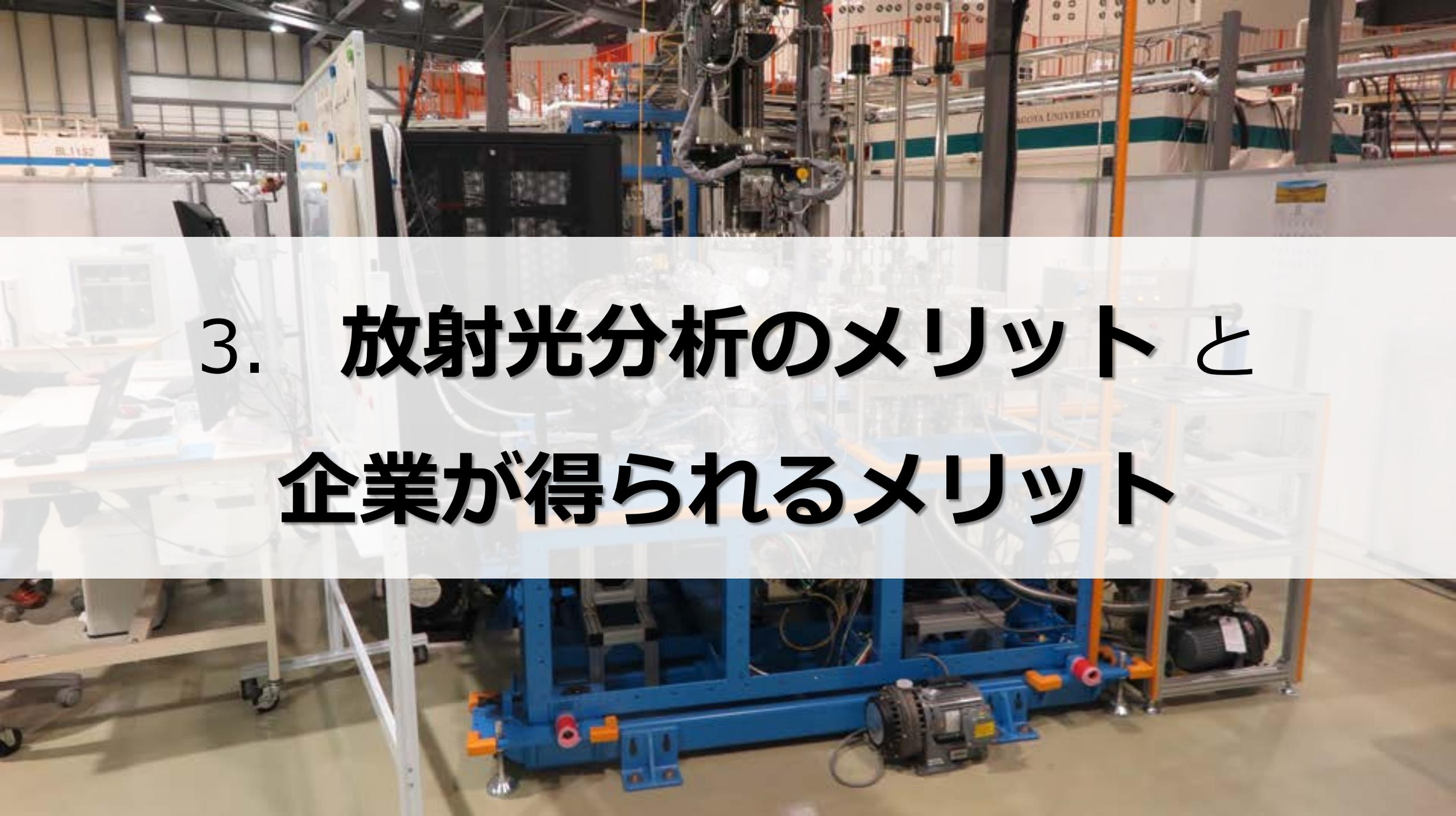
- 課題探索
- 事前調査
- 事前相談
- 各種手続き
- 試料作成
- 放射光測定
- データ解析
- メカニズム推定



放射光測定し、データを持ち帰る



メカニズム解明  
&  
フィードバック



### 3. 放射光分析のメリットと 企業が得られるメリット

### 放射光分析の特徴

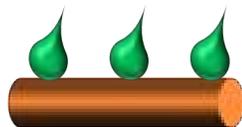
- ① 輝度が高い
- ② X線の波長が選択可能
- ③ 複数手法の同時利用



- ・ 厚い試料も透過できる
- ・ 実験中にX線の波長を変えられる
- ・ 1回の測定で複数の情報が得られる

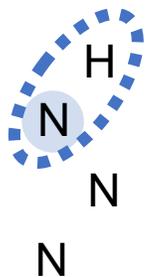
当社の測定事例（**XAFS**、**X線CT**）で紹介

- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用

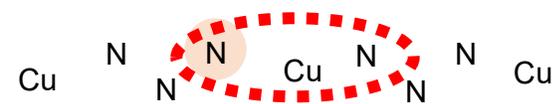


測定中にX線の波長を変える

試料

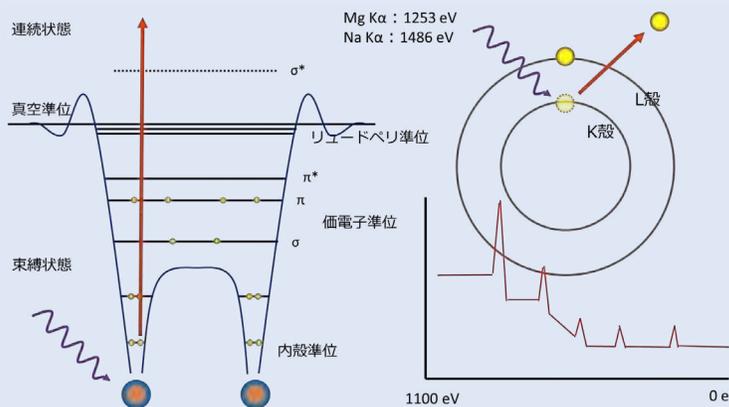
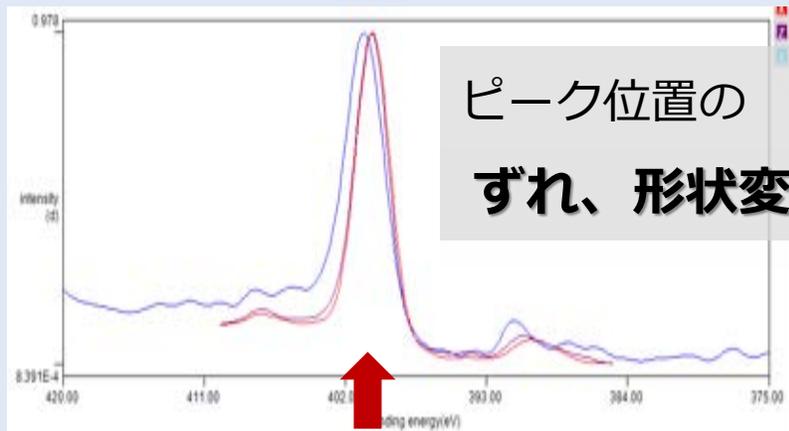


銅と結合していない窒素

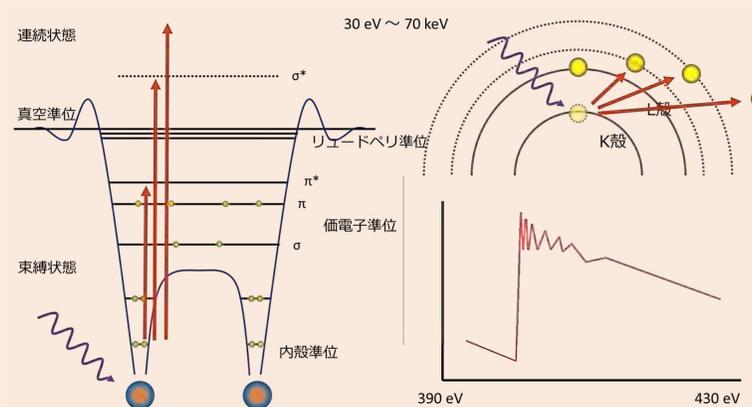
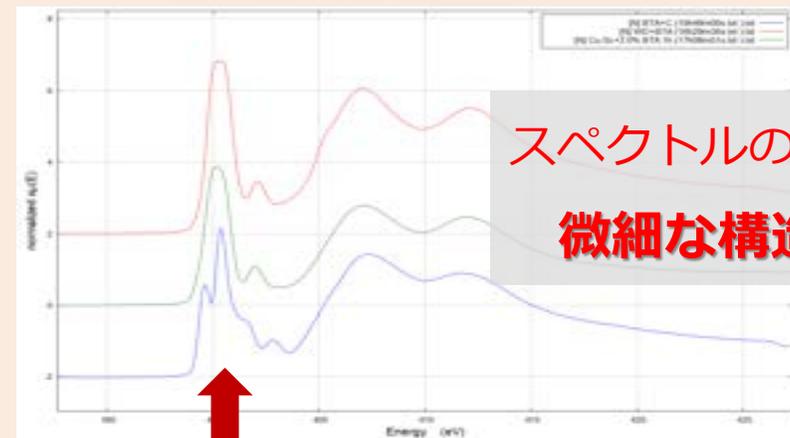


銅と結合している窒素

ラボ機：XPS



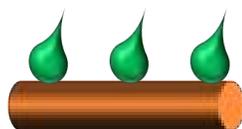
放射光：XAFS



**XAFSのメリット①**

より詳細な化学状態の分析が可能

- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用

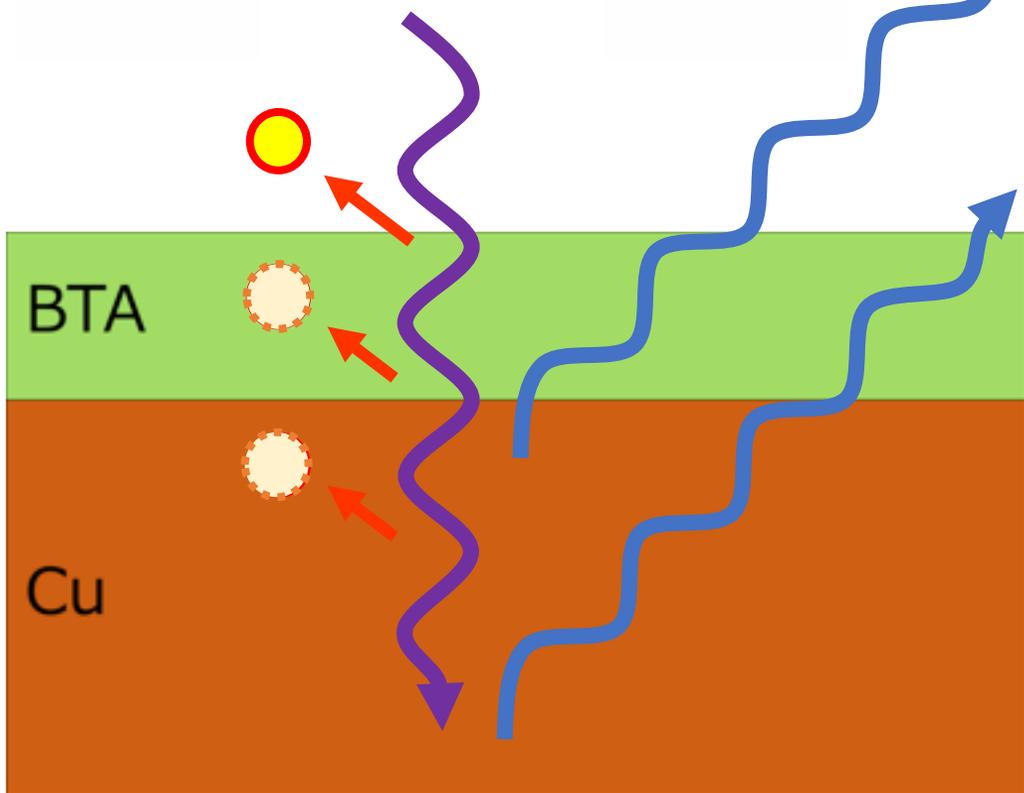


電子収量法(TEY)

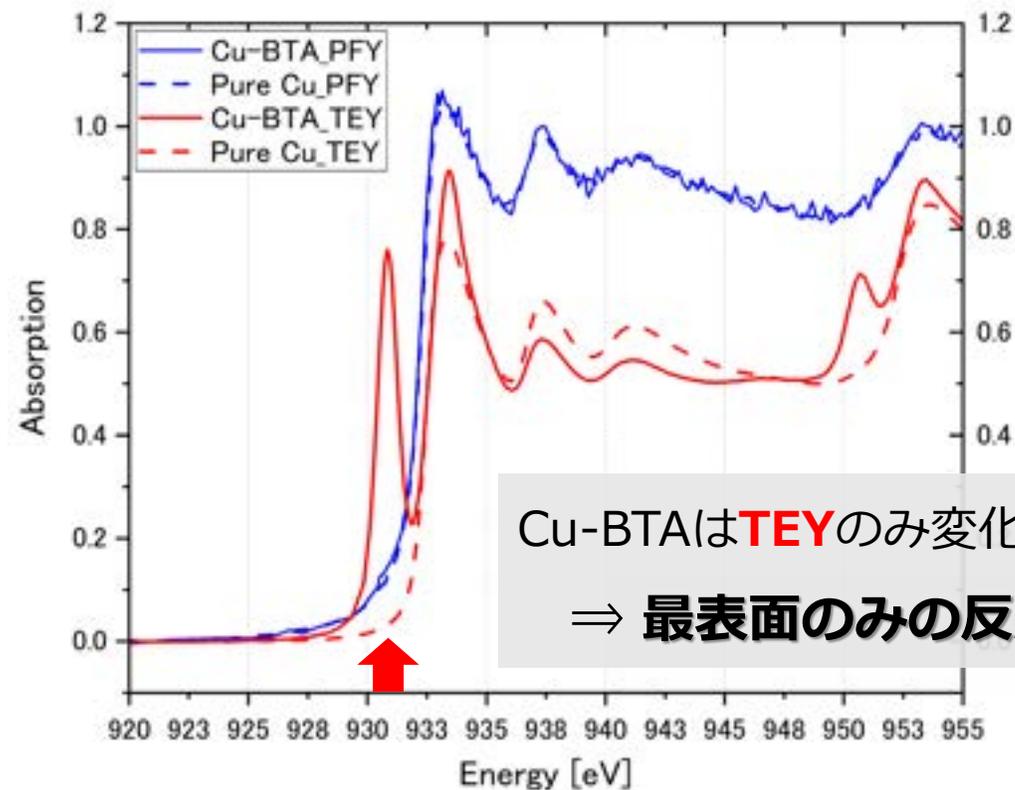
蛍光収量法(PFY)

⇒ 浅い 情報

⇒ 深い 情報



同時に2つの分析法で測定



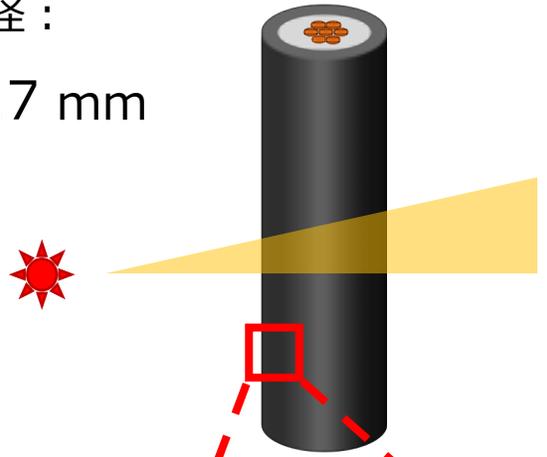
## XAFSのメリット②

1度の分析で **深さ方向** の情報を得られる

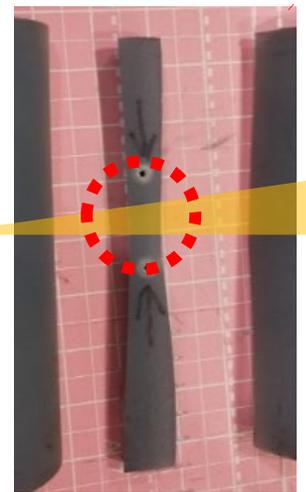
- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用



銅の直径：  
21.7 mm



異物の大きさ：  
約 100 μm四方



## 製品をそのままCT撮影 & 高倍率CT撮影

### ラボ機

### 放射光

- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用



製品をそのままCT撮影 & 高倍率CT撮影

当日限り

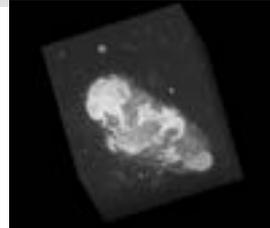
放射光CTのメリット①

金属 や 微小物 の 高精度な非破壊観察 ができる

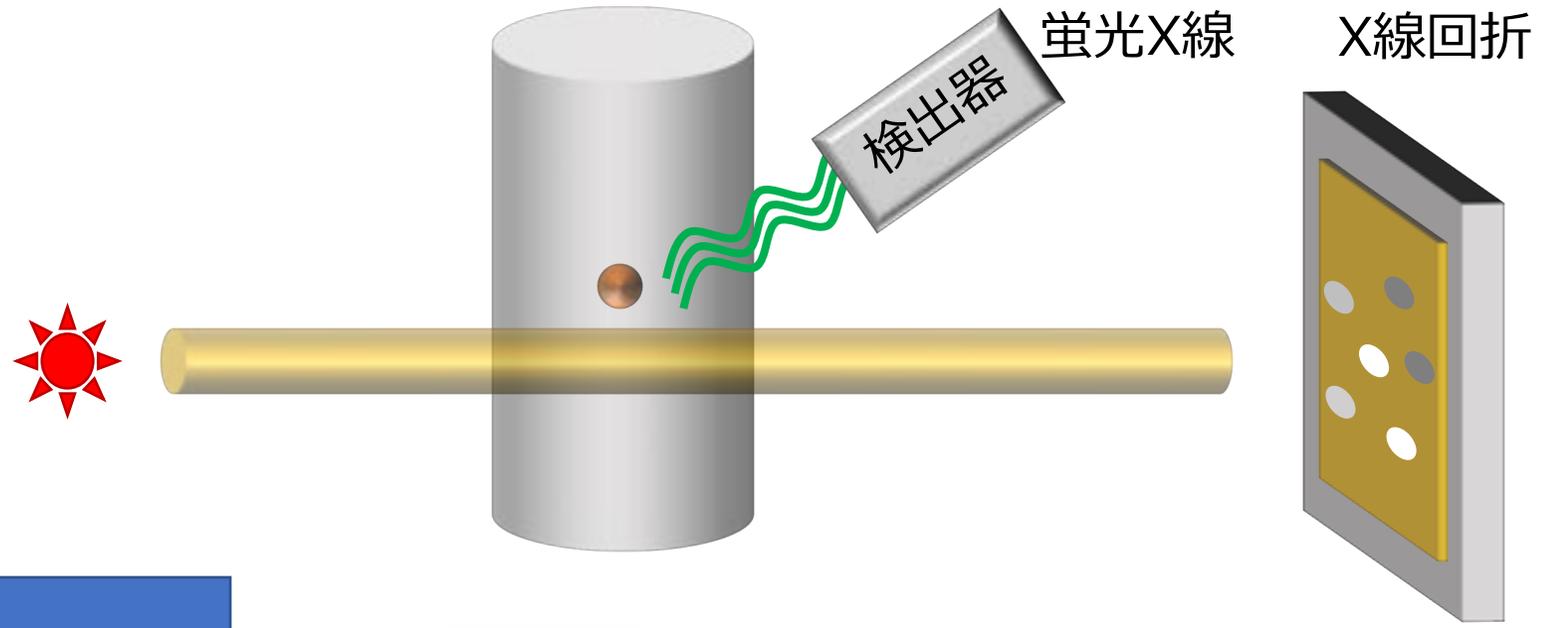
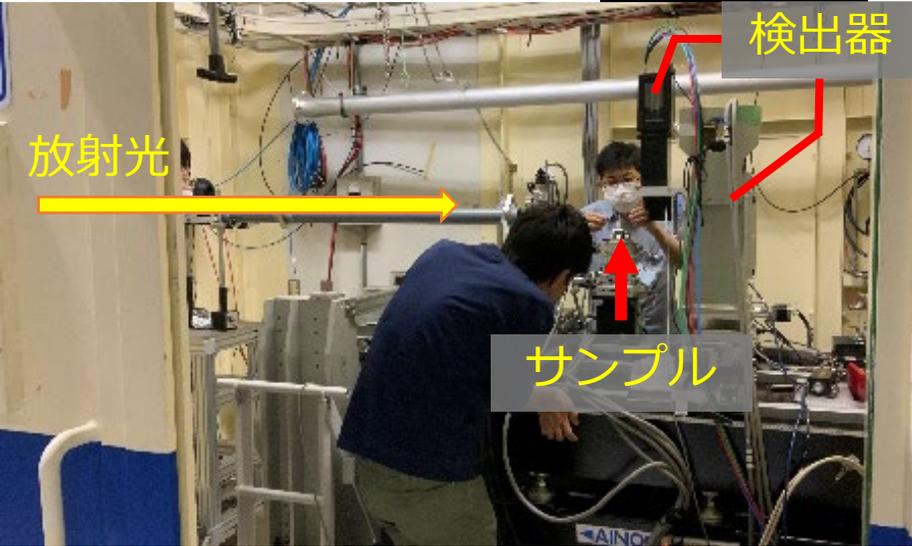
# 3-3. 放射光分析のメリット ～ X線CT編 ～

宮城県産技セ, 北日本電線, JASRI/SPring-8  
@SPring-8 BL47XU, BL20B2

- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用



## 複数の分析法で同時測定 ⇒ 多成分同時分析



# 当日限り

## 放射光CTのメリット②

複数検出器を用いることで

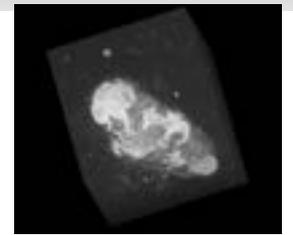
**何の元素や成分が含まれているか** 分かる

蛍光X線のデータ

X線回折のデータ

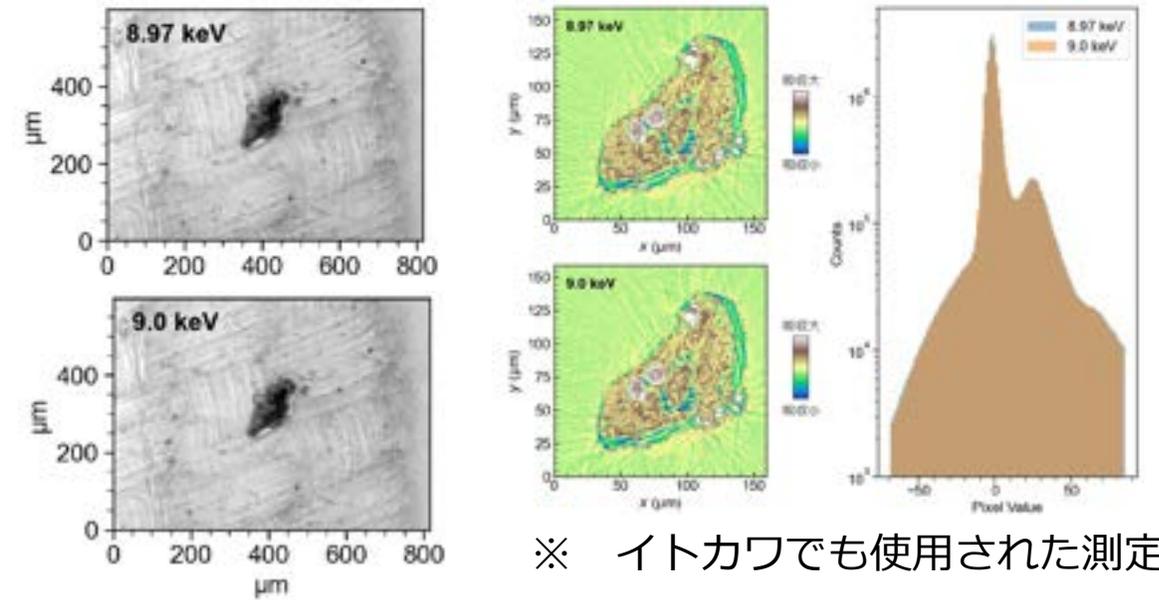
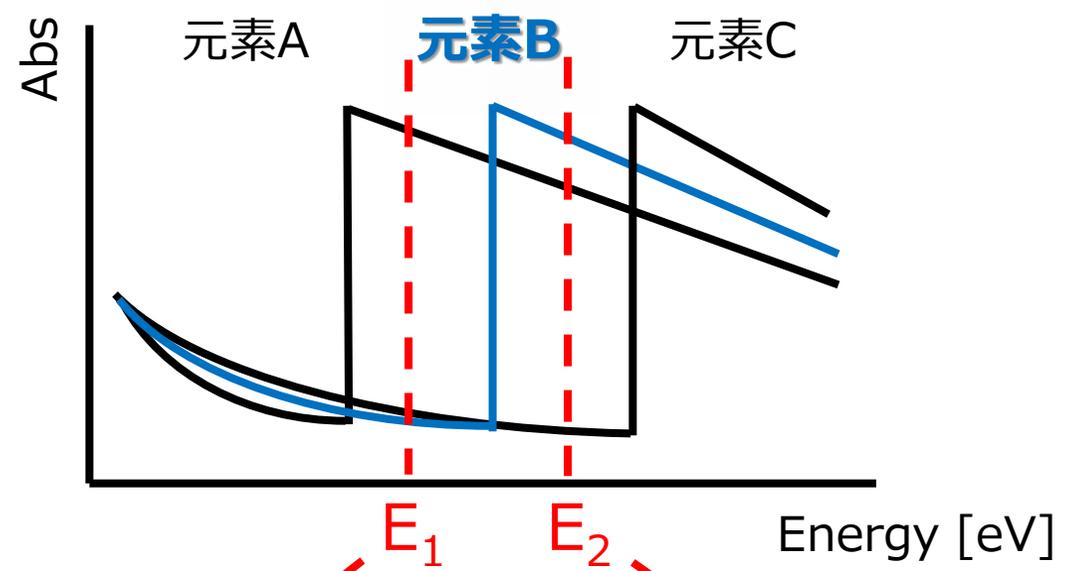
# 3-3. 放射光分析のメリット ～ X線CT編 ～

- ① 輝度が高い
- ② 波長の選択
- ③ 複数手法の同時利用

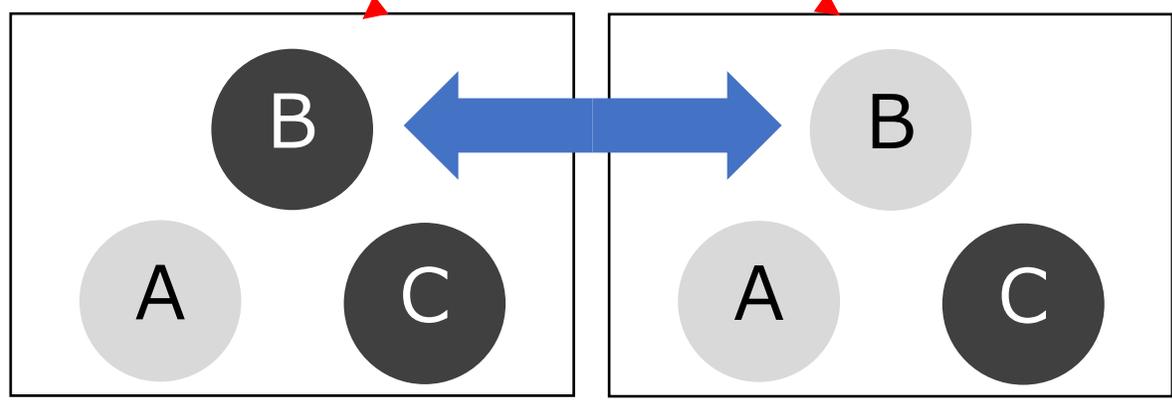


宮城県産技セ, 北日本電線, JASRI/SPring-8  
@SPring-8 BL47XU, BL20B2

## 2つの波長のX線でCT撮影 ⇒ 元素マッピング



※ イトカワでも使用された測定法



## 放射光CTのメリット③

画像の濃淡の変化から

### どこに、何の元素が存在しているのか

## XAFS

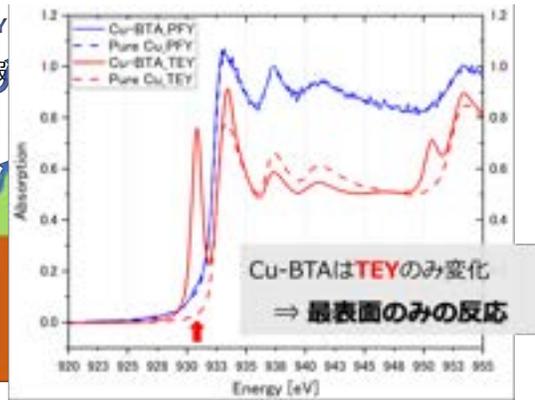
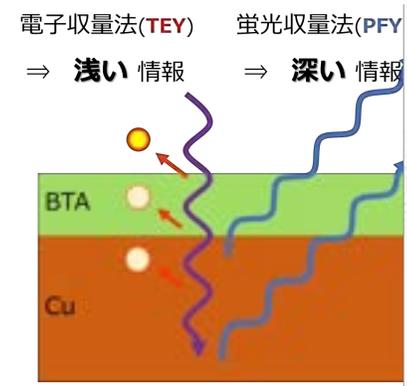
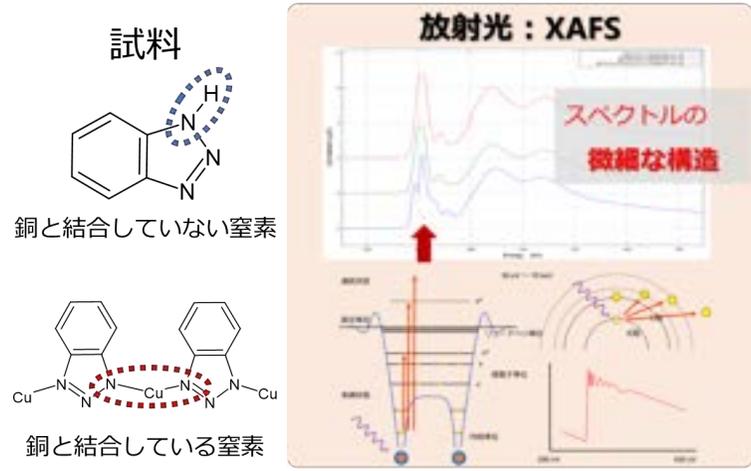
**放射光 : XAFS**

試料

銅と結合していない窒素

銅と結合している窒素

スペクトルの微細な構造



## 詳細な化学状態分析

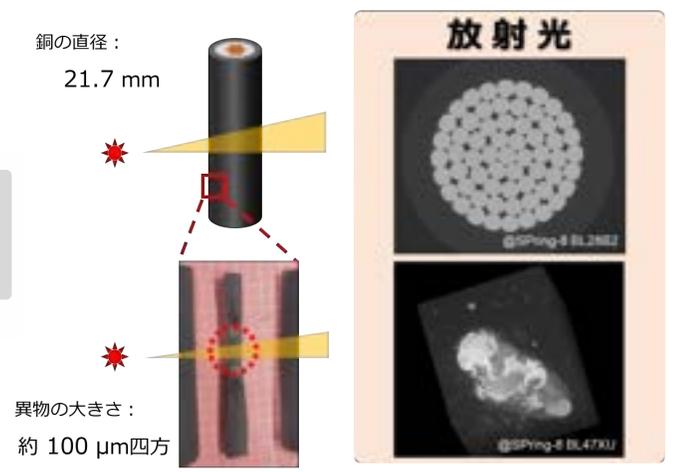
## 深さ方向分析

## X線CT

銅の直径 : 21.7 mm

異物の大きさ : 約 100 μm四方

**放射光**

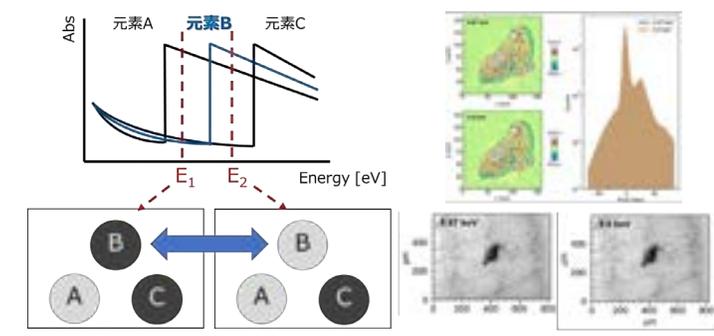


X線回折

検出器

蛍光X線

# 当日限り



## 金属・微小部CT

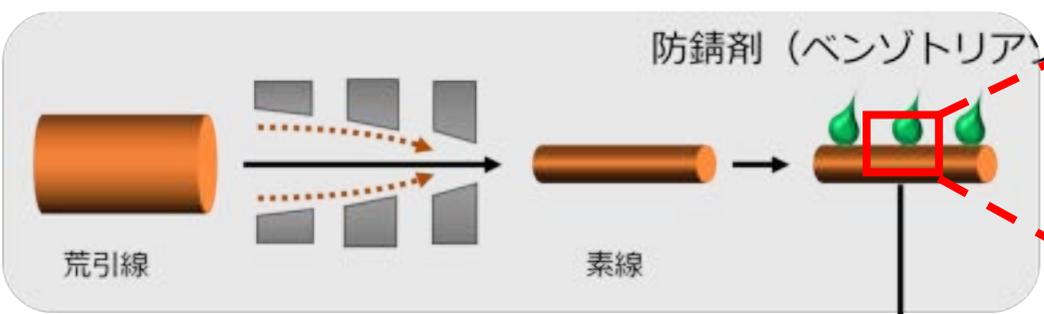
## 多成分同時分析

## 元素マッピング 24

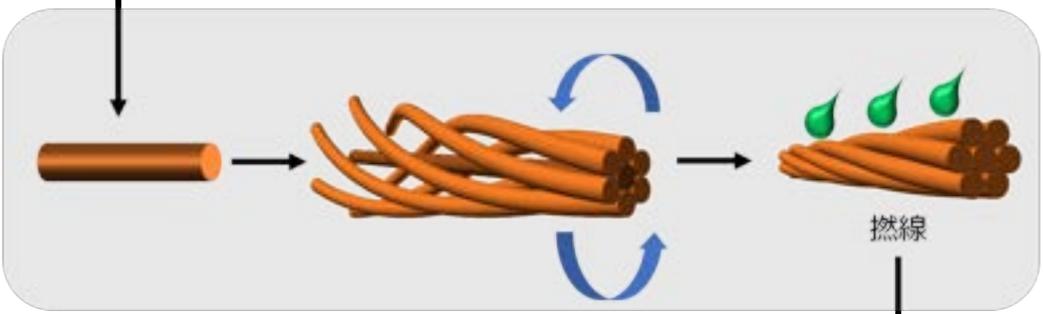
# 3-4. 企業が得られるメリット①

## 放射光分析でわかったこと

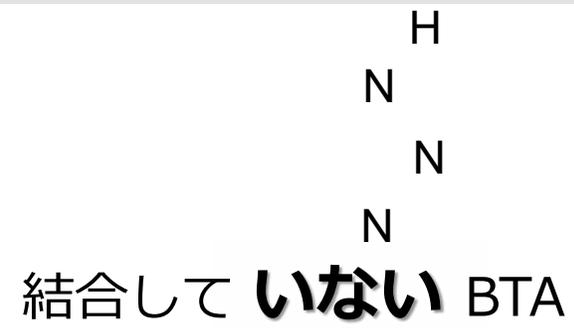
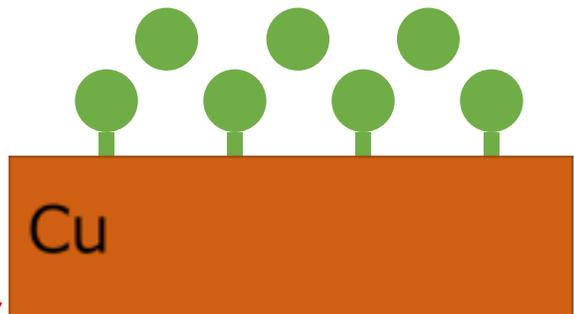
伸線工程



撚合工程



絶縁工程



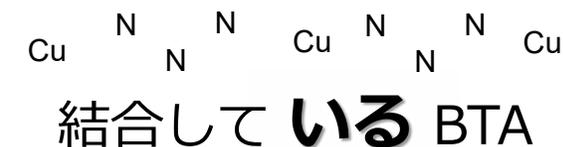
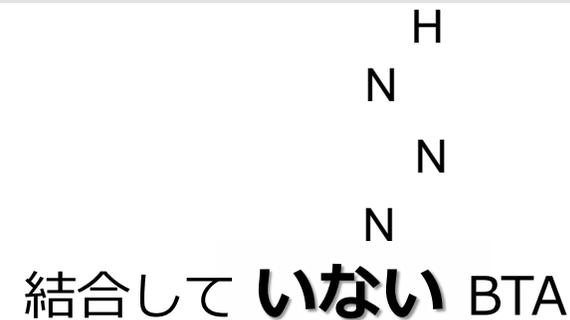
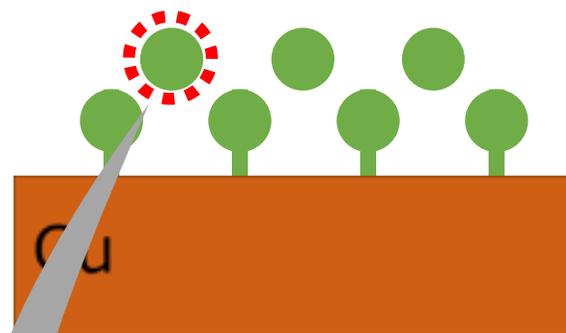
企業（当社）にとってどのような  
**メリットになるか**

## 得られる **メリット①**

現状の把握による

### **工程改善・原価低減**

未反応物が残っている



未反応の防錆剤があるということは

防錆剤の有効成分量を **少なくできる**

防錆剤の **塗布回数を減らせる**

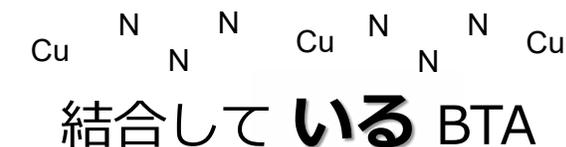
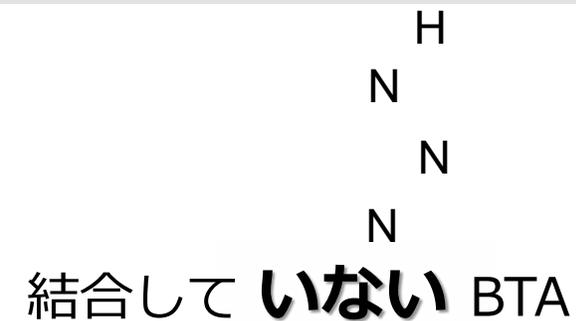
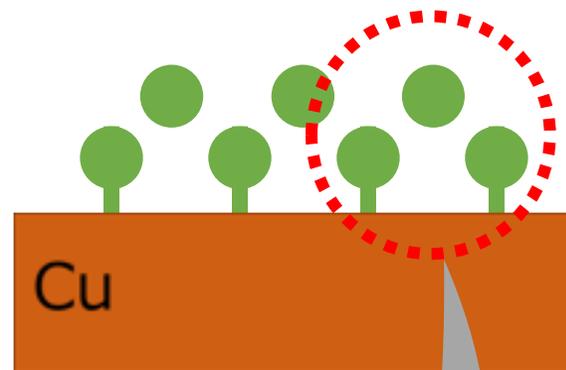
可能性がある

## 得られる **メリット②**

メカニズム解明による

**製品のカスタマイズ**  
**新しい機能の付与**

反応・未反応が混在している

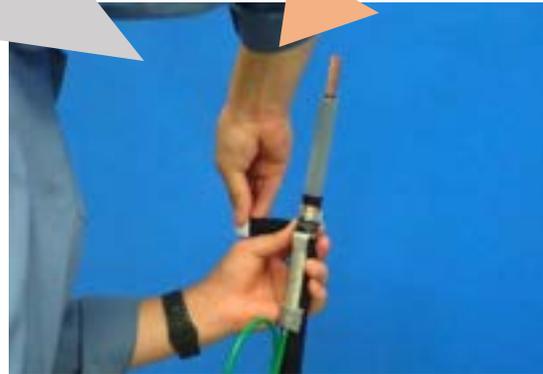


お客様の要望に応じた

製品の **カスタマイズ** できる可能性がある

剥がれやすくて

困るなあ



剥きにくくて

困るなあ



**同じ製品** でも、お客様によって **要望が異なる** 場合がある

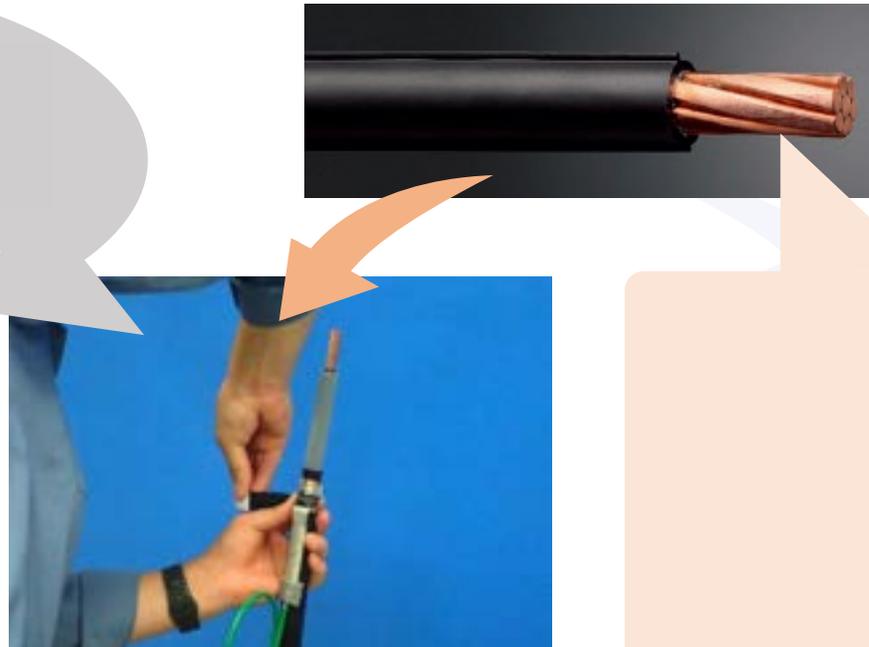
接着層を設ける、剥離剤を塗布する など

**1手間（1工程）加える** 必要があった

剥がれやすくて

困るなあ

剥がれにくい電線に



剥ぎにくくて

困るなあ

薄い防錆剤

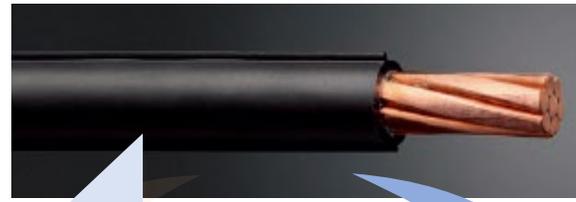


導体と絶縁体の **密着度を上げる**

(単体BTAの介在を少なくする)

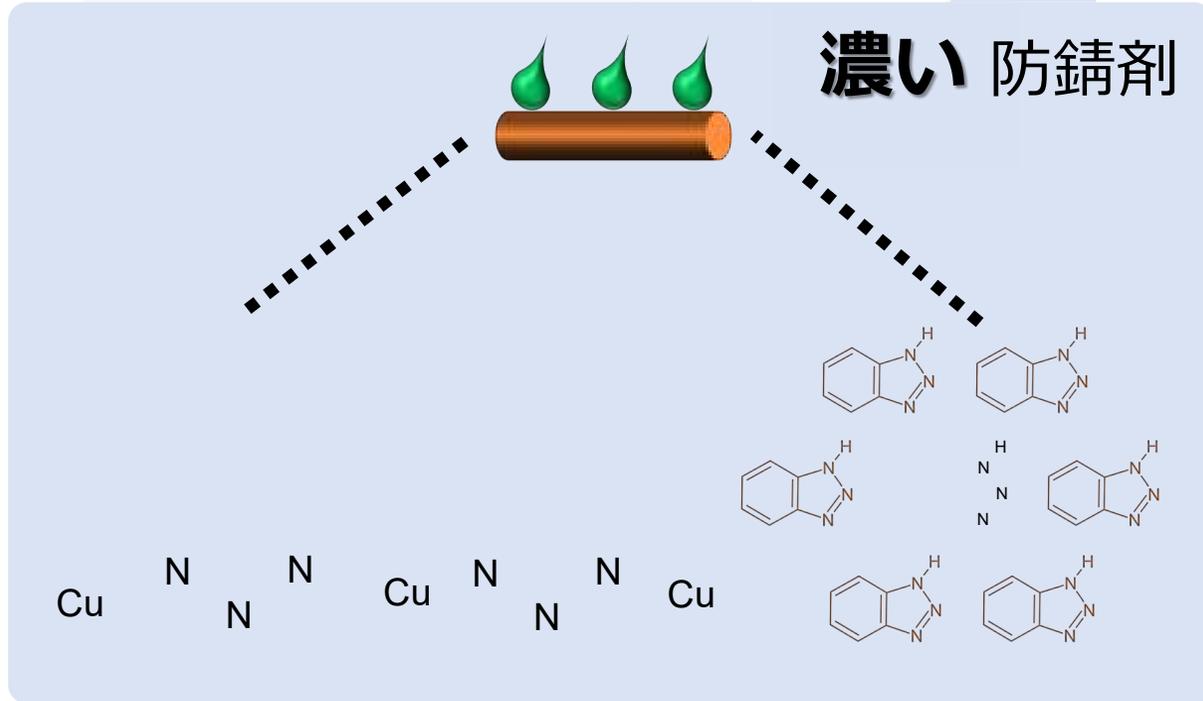
剥がれやすくて

困るなあ



剥きにくくて

困るなあ



剥がれやすい電線に

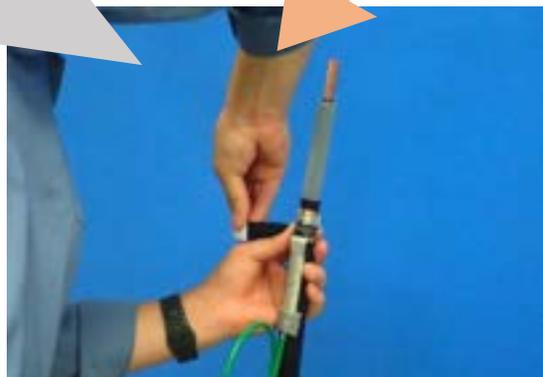
導体と絶縁体の **密着度を下げる**

(単体BTAによる剥離層を設ける)

剥がれやすくて

困るなあ

剥がれにくい電線に



剥きにくくて

困るなあ

剥がれやすい電線に



防錆剤の濃度を変えるだけで、両方のニーズに対応

既存の製品でも **新しい機能を持たせる** ことが可能に

## 得られる **メリット③**

### 人脈の構築 と 様々な情報の収集 ができる

当社が研究を通して繋がった方々

**ITIM**



AichiSR



University of  
St Andrews

SPring-8



JASRI



住友電工

高度な分析・解析技術

試料作成のノウハウ

最新の研究トレンド



自社に取り込むことができる

### 得られる **メリット①**

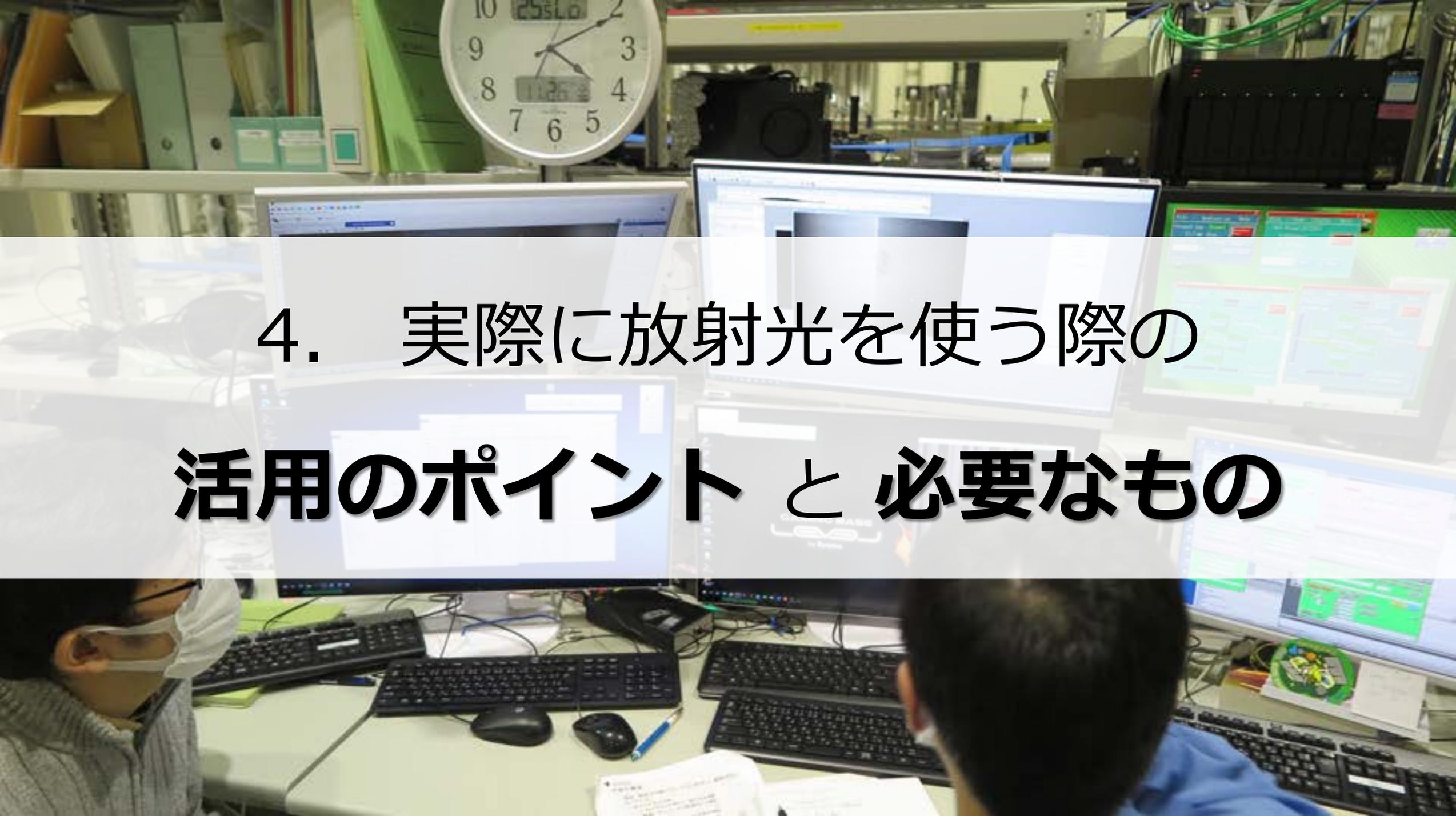
現状の把握による **工程改善・原価低減**

### 得られる **メリット②**

**製品のカスタマイズ** や **新しい機能の付与**

### 得られる **メリット③**

**人脈の構築** と **様々な情報の収集** ができる

A photograph of a laboratory or office environment. In the foreground, several computer monitors are visible, displaying various data and graphs. A person wearing a white lab coat and a face mask is partially visible on the left side. In the background, there is a large clock showing the time as approximately 10:10. The overall scene suggests a technical or scientific workspace.

## 4. 実際に放射光を使う際の 活用のポイント と 必要なもの

初めて放射光を利用する前の

## 疑問①



放射光に  
**適した課題** って何？



放射光も “ 課題解決のためのツール ”

何かの **課題（問題点）** を放射光で解決する のが理想

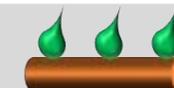
問題点

放射光で何が解決できるかが分からない

**課題があると思っていない**

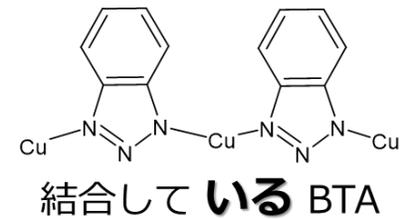
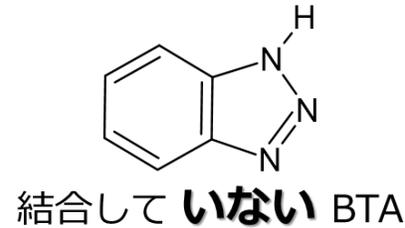
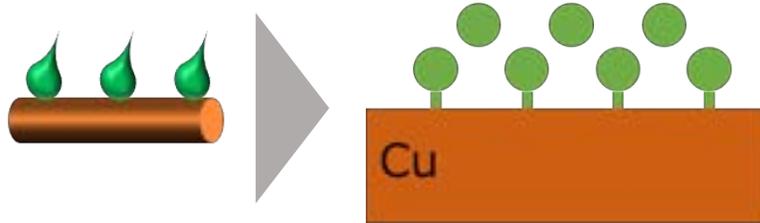


問題ないのに  
やる意味あるの？



(放射光測定前)

実際測定してみると…



え、そんなことになっただの？

それならこういうこともできるじゃん



放射光分析をして、**初めてわかること** も多い

## ポイント①

課題（問題点）が思いつかなければ

既存製品が **どのように機能発現しているのか** を調べてみる

初めて放射光を利用する前の

### 疑問②



**試料作成** は  
どうすればいいの？

### 結論

放射光施設（**ビームライン担当者**）に聞かないと分からない



どのような試料を用意すればいいかは、

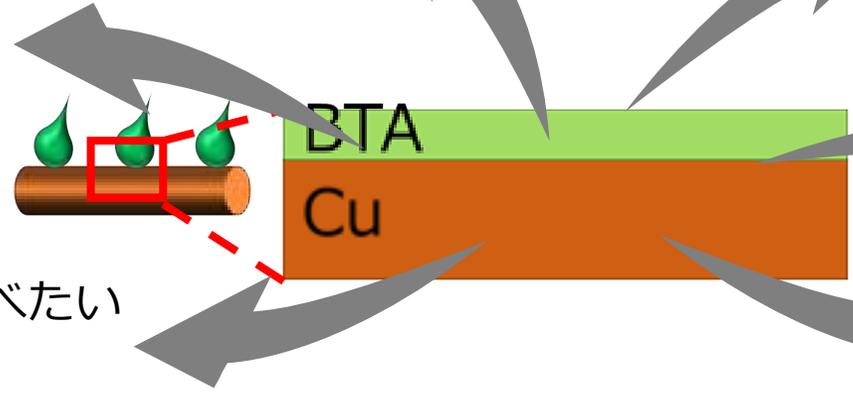
**どのような情報を得たいか** によって異なる

## 当社の例

今回の分析  
銅とBTAの結合を調べたい  
⇒ **軟X線XAFS**

時間による化学状態/膜構造の変化を調べたい

⇒ **in-situ測定**



表面を見たい

⇒ **AFM・STM (ラボ機)**

薄膜の構造を調べたい

⇒ **GIWAXS, GISAXS**

銅の結晶構造や残留応力を調べたい

⇒ **XRD**

銅/添加物の化学状態を調べたい

⇒ **硬X線XAFS**

どの分析を行うかによって

利用する **ビームライン** が異なる (= 用意する試料が異なる)

## ポイント②

試料の **“何を知りたいか”** を明確にして、専門家と相談する

初めて放射光を利用する前の

### 疑問③



一回の測定で  
わからないの？

### 結論

初めての放射光測定で希望のデータが得られることは少ない

測定を行っていく中で

“コツ”を掴むことで、希望のデータが得られるようになる

## 令和2年度あいちトライアルユースの流れ



試料（純銅板）  
の作成方法



① 電解研磨



② Ar イオンエッチング



③ 無酸素下で研磨

失敗

成功

### ポイント③

2回目の測定で希望のデータが得られるよう

**初回の測定** でしっかりと **条件出し** をおこなう

### ポイント①

課題（問題点）が思いつかなければ

既存製品が **どのように機能発現しているのか** を調べてみる

### ポイント②

試料の **“何を知りたいか”** を明確にして、専門家と相談する

### ポイント③

2回目の測定で希望のデータが得られるよう

**初回の測定** でしっかりと **条件出し** をおこなう

ヒト

ある程度まとまった**時間確保**が必要



やること

- 事前調査（論文調査、事前測定）
- 各種申請手続き
- データ分析・メカニズム解析
- 報告書作成 etc...

**20** 時間 / 月 程度必要

## モノ

データを **見る環境** (ソフトウェア、ハードウェア) が必要

持ち帰るデータ



| Energy ( eV ) | PA1 Current ( A ) | PA2 Current ( A ) | PA3 Current ( A ) |
|---------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| 3. 500018E+2  | 9. 703007E-9      | 4. 226734E-11     | 4. 839727E-11     |
| 3. 511253E+2  | 9. 666837E-9      | 4. 223809E-11     | 4. 924319E-11     |
| 3. 527613E+2  | 9. 655093E-9      | 4. 341768E-11     | 4. 835065E-11     |
| 3. 546029E+2  | 9. 620817E-9      | 4. 397434E-11     | 4. 947742E-11     |
| 3. 564445E+2  | 9. 711799E-9      | 4. 428049E-11     | 4. 903671E-11     |
| 3. 585116E+2  | 9. 589277E-9      | 4. 538635E-11     | 4. 989642E-11     |
| 3. 604976E+2  | 9. 689907E-9      | 4. 540920E-11     | 5. 039689E-11     |
| 3. 624957E+2  | 9. 578248E-9      | 4. 674434E-11     | 5. 022101E-11     |
| 3. 644902E+2  | 9. 675079E-9      | 4. 620955E-11     | 5. 149446E-11     |
| 3. 664960E+2  | 9. 610433E-9      | 4. 781995E-11     | 5. 050671E-11     |
| 3. 684883E+2  | 9. 639503E-9      | 4. 757047E-11     | 5. 136538E-11     |
| 3. 704924E+2  | 9. 676391E-9      | 4. 852800E-11     | 5. 135324E-11     |
| 3. 724891E+2  | 9. 606071E-9      | 4. 928980E-11     | 5. 240258E-11     |
| 3. 744985E+2  | 9. 582782E-9      | 5. 006071E-11     | 5. 222044E-11     |
| 3. 764930E+2  | 9. 697645E-9      | 4. 959410E-11     | 5. 245770E-11     |
| 3. 784919E+2  | 9. 577224E-9      | 5. 083901E-11     | 5. 267530E-11     |
| 3. 804980E+2  | 9. 668399E-9      | 5. 010357E-11     | 5. 325397E-11     |
| 3. 824964E+2  | 9. 589396E-9      | 5. 142450E-11     | 5. 247431E-11     |
| 3. 844989E+2  | 9. 648553E-9      | 5. 074694E-11     | 5. 340310E-11     |
| 3. 864990E+2  | 9. 653363E-9      | 5. 160807E-11     | 5. 244958E-11     |
| 3. 885004E+2  | 9. 611131E-9      | 5. 197619E-11     | 5. 369344E-11     |
| 3. 904947E+2  | 9. 701443E-9      | 5. 226068E-11     | 5. 320777E-11     |
| 3. 924984E+2  | 9. 575610E-9      | 5. 304909E-11     | 5. 384338E-11     |
| 3. 945000E+2  | 9. 670574E-9      | 5. 220909E-11     | 5. 477909E-11     |

XAFS :  
数値データ

X線CT :  
数百~数千枚の画像データ

データを解析する環境は準備しておく必要がある

**モノ**

データを **見る環境** (ソフトウェア、ハードウェア) **が必要**

太字は当社でも利用

|    | XAFS                                  | XPS                                    | XRF             | X線CT                                 |
|----|---------------------------------------|--|-----------------|--------------------------------------|
| 無料 | <b>Athena xTunes</b><br>Larch (スクリプト) | <b>COMPRO 12</b>                       | <b>Peakaboo</b> | <b>Molser (無料版)</b><br><b>ImageJ</b> |
| 有料 | REX2000<br>(サポート終了)                   | CasaXPS<br>Unifit<br>XPS International |                 | Molser (有料版)                         |

ソフトウェア

ハードウェア

事務用のPCでOK

高スペックPCが必要

当社ではセキュリティの関係上 **“ 計算機 ”** としてのPCを用意

## カネ

## 予算が必要

| 利用区分                   |        | 利用料金 (1シフト:4h) | 備考                                     |
|------------------------|--------|----------------|--|
| AichiSR                | 一般利用   | 167,600円       | 成果公開の必要 <b>なし</b><br>トライアル (2シフト) : 半額 |
|                        | 中小企業利用 | 83,800円        |  |
|                        | 公共等利用  | 0              | 成果公開の必要 <b>あり</b>                      |
| 利用区分                   |        | 利用料金 (1シフト:8h) | 備考                                     |
| SPring-8<br>成果専有<br>利用 | 時期指定なし | 480,000円       | 消耗品費として<br>1シフト当たり10,720円発生            |
|                        | 時期指定あり | 720,000円       |  |
| 成果公開利用                 |        | 0              | 成果公開の必要 <b>あり</b>                      |

+ 事前調査の費用、旅費 etc . . .

初年度は **AichiSRで4シフト** ほど、利用できるぐらいが望ましい

ヒ ト

**20 時間 / 月 程度必要**

モ ノ

データを **見る環境** (ソフトウェア、ハードウェア) **が必要**

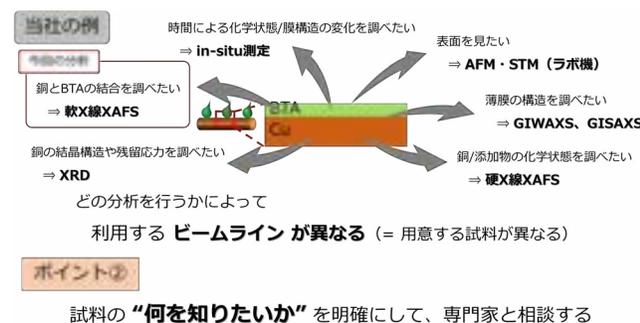
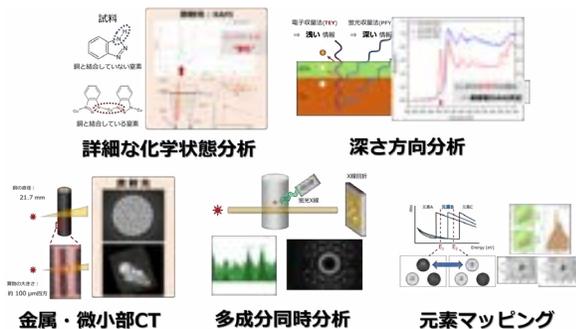
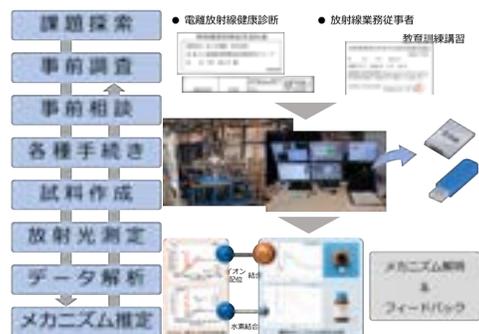
XAFS、XPS、XRF . . . 事務用のPC + 無料ソフトウェア

X線CT . . . 産技Cへ！

カ ネ

初年度は **AichiSRで4シフト** ほど利用できるぐらい

## 本日お話しした内容



データを **見る環境** (ソフトウェア、ハードウェア) が必要

太字は当社でも利用

|    | XAFS                       | XPS                                | XRF     | XRDCT               |
|----|----------------------------|------------------------------------|---------|---------------------|
| 無料 | Athena xTunes Larch (1997) | COMPRO 12                          | Peakboo | molser (無料版) ImageJ |
| 有料 | REX2000 (サポート終了)           | CasaXPS  Winfit  XPS International |         | molser (有料版)        |

事務用のPCでOK      高スペックPCが必要

当社ではセキュリティの関係上 “**計算機**” としてのPCを用意

### 放射光測定に必要なもの

## 依然として、初めて単独で放射光測定を行うには **ハードルが高い** . . .

## 「トライアルユース」への参加がおすすめ

課題探索

事前調査

事前相談

各種手続き

試料作成

放射光測定

データ解析

メカニズム推定

← 初心者にとっては **ここからハードルが高い**

各所のトライアルユース事業

宮城県 「**あいちトライアルユース**」

仙台市 「**トライアルユース**」

PhoSIC 「**フィージビリティスタディ**」

光科学イノベーションセンター

▶ **一連の流れ** が体験できる

本研究の実施にあたり、ご協力いただいた以下の方々へ、  
深く御礼申し上げます。

### 宮城県産業技術総合センター

千代窪 毅 様  
林 正博 様  
曾根 宏 様  
宮本 達也 様  
伊藤 桂介 様

### あいちシンクロトロン光センター あいち産業科学技術センター

砥綿 真一 様  
永見 哲夫 様  
杉山 陽栄 様  
野本 豊和 様  
村瀬 晴紀 様

### 高輝度光科学研究センター

上原 康 様  
八木 直人 様  
上杉 健太郎 様  
星野 真人 様  
寺田 靖子 様

### University of St Andrews

Federico Grillo 博士

## 参考サイト

「一般財団法人 光科学イノベーションセンター」 (PhoSIC)

<https://www.phosic.or.jp/>

「大型放射光施設 Spring-8」

<http://www.spring8.or.jp/ja/>

「あいちシンクロトロン光センター」

<http://www.aichisr.jp/>

## 参考書籍・文献

- 「XAFSの基礎と応用」 日本XAFS研究会 編
- 「X線光電子分光法」 日本表面科学会 編
- 「X線物理学の基礎」 ジェン・アルスニールセン (著), デスモンド・マクマロウ (著), 雨宮 慶幸 (著)
- 「改訂版 放射光ビームライン光学技術入門 ～はじめて放射光を使う利用者のために～」 日本放射光学会 著
- F. Grillo, D. Batchelor, C. R. Larrea, S. M. Francis, P. Lacovig, and N. V. Richardson, *Nanoscale* **11**, 13017 (2019).
- A. Mirarco, S. M. Francis, C. J. Baddeley, A. Glisenti, and F. Grillo, *Corrosion Science* **143**, 107 (2018).
- J. R. Vegelius, and K. O. Kvashnina, *Journal of Physical Chemistry C* **116**, 22293 (2012).

Thank you for your attention !!