

## TODAY

**高効率モータ用  
磁性材料技術研究組合 (MagHEM)  
専務理事 立石 裕**

昨年5月末に、長年MagHEMを引っ張ってこられた作田宏一氏の後任として、専務理事を仰せつかりました立石 裕と申します。元々は旧工業技術院の電子技術総合研究所で超電導磁石のエネルギー分野への応用の研究に従事していましたが、40代半ばで研究管理業務に転向し、経済産業省、NEDO、産総研を経由して、現在に至っています。MagHEMがNEDOから受託している「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」は、平成24年度から10年プロジェクトとして開始され、平成29年から後半の第二期に入り、今年が3年目で、最後の中間評価を受ける予定になっています。第二期の事業内容・計画については、作田前専務理事が当ニュース368号(2017年6月)で詳細に紹介されているので、本稿では省きますが、ネオジム磁石を超える新磁石の開発と、永久磁石モーターの評価・シミュレーション技術の開発により、モーター損失と出力密度の40%向上を最終目標として、デンソー、トヨタ自動車、ダイキン工業、三菱電機、明電舎、産業技術総合研究所、JRCMの7組織が技術開発を分担して実施しています。

国立研究所時代からいくつかの国家プロジェクトにかかわってきましたが、本稿では当時から苦勞していた課題について触れたいと思います。国家プロジェクトは、設定された技術開発の目標を達成することが最も重要な命題であり、関係者はそのために日々苦心惨憺しているわけですが、実はもう一つ重要な課題があります。それはこの技術開発目標を達成することにより、どのような効果を社会にもたらすかを分かりやすく説明する必要があります。それは税金により運営されている事業として、実施者が当然果たすべき納税者への説明責任です。ところがこれが実はなかなか難しい。

単に技術開発の成果が広い意味での現実の製品に反映されるのに時間がかかり予測が難しいということだけではなく、その製品の中でどのような役割を果たすかを明快かつ定量的に説明することは決して容易ではありません。コア技術であっても、最終製品においてはそれだけですべてが決まるわけではなく、多くの関連技術が統合されて出来上がるのが常なので、外からは見えにくくなる宿命にあります。かくして「その技術は何の役に立つのか？」という厳しい質問が寄せられることとなります。技術者としては「今まで世の中になかった技術を開発したのだから、それでいいではないか。そこから先は我々の知らぬ世界だ。」と言いたくなりますが、周囲がそれでは許してくれません。このプロセスは技術だけの観点からでは応えがたく、かつ、いろいろな仮定が必要になり、いよいよもって何やら怪しげな雰囲気が出てきます。一定の客観性をもち、かつ多くのステークホルダーからそれなりの妥当性を認めてもらえる説明をしようとすると、どんどん技術そのものからは遠ざかり、まるでシナリオライターのような作業になっていきます。

MagHEMは新磁石開発において、史上最強と言われるネオジム磁石を超えるという、極めて高い技術目標を掲げており、これが達成できればその意義は間違いなく世界に冠たるものであると言えます。が、その高性能が社会に何をもたらすか？この評価はそう単純ではありません。使われている予算がエネルギー特別会計であるため、まず省エネルギー効果を求められますが、それだけでは不十分で、産業技術としてのインパクトはなにかという説明を求められます。そんなことはとっくの昔に説明済みではないのかというお叱りが来そうですが、技術は日進月歩・社会情勢は日々変化、ということで折に触れて見直しが求められるのが常で、今年もいままさに関係者が情報を収集し、必死で説明に努めているところです。

# 立命館大学 S R センターにおける放射光利用

立命館大学 総合科学技術研究機構 S R センター

上席研究員（前センター長） 太田 俊明

## 1. はじめに

1994年立命館大学工学部は狭隘な京都の衣笠キャンパスから、滋賀県草津市のびわこ・くさつに移転した。その新キャンパスのシンボルの一つとして放射光加速器を導入し、1996年にSRセンターを設立した。小型の放射光施設とはいえ、一大学が所有する初めての大型先端施設である。しかも、創設に要した費用約30億円を全て同窓会の寄付金で賄ったのである。

当センターはこれまで、基礎研究と教育、そして、産業利用の3本柱で利用実験を行ってきた。設立から24年を経過した、いわゆる第2世代の放射光施設であり、今となつては最先端施設とはいえませんが、XAFS（X線吸収微細構造）を中心にして産官学に活発に利用されている。ここでは、SRセンターにおける装置の特長と応用例について紹介する。

## 2. 施設の概要

### 2.1 光源加速器

SRセンターに設置された電子蓄積リング「オーロラ」は、住友重工（株）が放射光の産業利用、特にリソグラフィ実験を目的にして開発した1号機である。単一の超電導磁石の中で電子が直径1mの円軌道を描きながら光速に近い速度で回って放射光を発生する、世界で最も小型の放射光源である。この電子蓄積リングは建設から数えると30年近く経つ代物で、人間の年齢に例えればとくに後期高齢者になっている。さすがに老朽化によるトラブルは避けられないが、細心のケアのもと老骨に鞭打って頑張っているというのが現状である。

### 2.2 ビームライン

筆者が着任したのは2006年であるが、それまでは、LIGAの利用研究が主流であり、放射

光を用いたマイクロ加工に関する先導的な研究が多くされていた。しかし、LIGAが下火になり、新しい分野への転換が必要とされている時期であった。そこで、それから6~7年をかけて、他施設から不要になった分光器を譲り受けたり、大型予算を獲得して新規にビームラインを建設することで、XAFS分光法を中心にした施設にリニューアルすることができた。現在では赤外から硬X線までの幅広いエネルギー領域を隙間なくカバーするビームライン13本が稼働しており、他の施設にはないユニークなビームラインも開発されている（図1参照）。

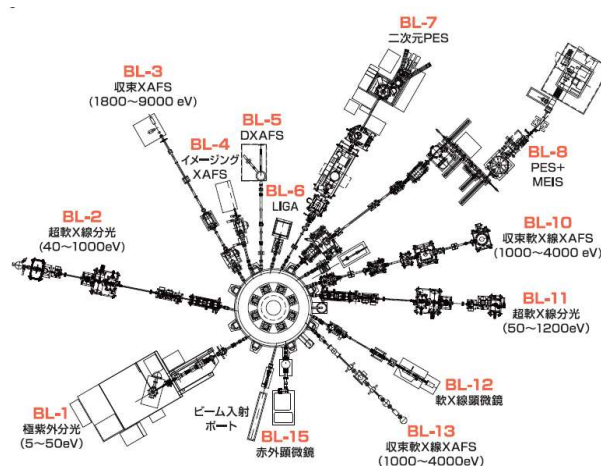


図1 SRセンタービームライン配置図

### BL-2,10,11,13 軟X線 XAFS:

我が国では軟X線領域のXAFSビームラインはそれほど多くないが、SRセンターでは、40~1000eVをカバーするBL-2、BL-11と1000~4000eVをカバーするBL-10、BL-13の4本のビームラインを建設し、軟X線領域XAFSの高いニーズに対応している。検出法として部分電子収量法(PEY)、全電子収量法(TEY)、大面積SDDを用いた蛍光X線収量法(PFY)が同時に使用可能で、これから試料の簡便な深さ分析も

できる。電池材料のように大気に曝すことを望まない試料に対しては、共通に使用できる小型トランスファーベッセルを開発し、ユーザーがグローブボックスで装填した試料を大気にさらすことなく XAFS 測定チェンバーに導入できるシステムを構築している<sup>1)</sup>。また、BL-10 では He1 気圧下での測定が可能であり、液体試料や、真空排気によって化学変化するような試料の実験も可能になっている<sup>2)</sup>。

### BL-3,4,5 硬 X 線 XAFS :

硬 X 線 XAFS ビームラインは SPring-8、PF など他施設にも多数あるが、SR センターの 3 本のビームラインの特徴は、それぞれ、クイック XAFS (BL-3)、イメージング XAFS (BL-4)、波長分散 XAFS (BL-5) と、用途によって使い分けしている。中でも、イメージング XAFS は  $4^{\vee} \times 10^{\mu} \text{mm}^2$  の幅広い領域を空間分解能  $10 \mu\text{m}$  でイメージングするもので、SPring-8 のように数ミクロンサイズの二次元分布を観るものと相補的である<sup>3)</sup>。また、BL-5 では通常の水平分散型の XAFS だけでなく、垂直分散型 XAFS も開発している。これは、特定元素の XAFS を時間分解、空間分解して測定できるユニークな手法であり、今後の発展が期待されている。その他に、水の窓領域 (500 eV 以下) を対象にした結像型 X 線顕微鏡 (BL-12) や、FT-IR 顕微分光装置 (Nicolet6700+ContinuumXL) を用いた赤外顕微鏡ビームライン (BL-15) などがある。

## 3. 利用事例

### 3.1 二次電池充放電過程の XAFS 解析

SONY が正極材料として  $\text{LiCoO}_2$  を用いた電池を開発して以来、リチウム電池が急速に発展してきた。最近では、さらに高い容量とサイクル特性を持ち、しかも安価な材料で作られる安全な電池の開発にしのぎが削られている。このような開発には、電池の充放電の機構解明という基礎的な研究が重要になるが、XAFS は構成元素の局所構造を調べるユニークな方法として電池解析に無くてはならない手法になっている。代表的な例として、片山ら (立命館大) による、薄膜電池の充放電過程における化学変化の二次元分布を、透過型イメージング XAFS 法で調べた結果を紹介しよう<sup>4)</sup>。実験は  $\text{LiFePO}_4$

正極と  $\text{LiNiO}_2$  正極を持つ 2 種類の薄膜の二次電池について調べたものである。充電によって、Li イオンが抜けた箇所では  $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$  に、また、 $\text{Ni}^{2+} \rightarrow \text{Ni}^{3+}$  に変化するが、Fe K、Ni K-XAFS スペクトルで 2 価と 3 価では顕著な違いがあるので、電池面の微小領域での価数がどちらかを判別することができる。こうして得られた二次元分布を図 2 に示した。

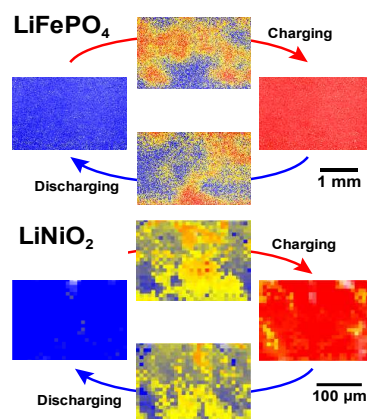


図 2  $\text{LiFePO}_4$ ,  $\text{LiNiO}_2$  正極電池の充放電過程における二次元空間分布の変化

$\text{LiFePO}_4$  正極の場合は、充電によって Li が抜けやすい場所は速く Li が戻って放電しており、場所による電子伝導の違いがあることを示している。一方、 $\text{LiNiO}_2$  正極の場合は、充電によって Li が抜けやすいところは放電で Li の戻りが遅く、イオン拡散経路の違いが二次元分布に現れていると考えられる。

軟 X 線 XAFS では、軽元素の K 端、3d 遷移元素の L 端 XAFS の測定が可能になる。最近の高容量を目指した電池では、金属元素の酸化還元だけでなく酸素や硫黄の化学変化も重要な役割を果たしていることが明らかになり、軟 X 線 XAFS の重要性が増してきた。また、L 端 XAFS は、金属元素の中で電池の充放電に重要な働きをする d 電子の振る舞いを直接観測できるという点でも有利である。新規電池の開発に軟 X 線 XAFS による評価は重要な役割を果たしており、SR センターは活発に利用されている<sup>5)</sup>。

### 3.2 機能性材料の XAFS 解析

中野ら (豊田中研) は、 $\text{CaSi}_2$  の化学的層状剥離によるシリコンナノシート ( $\text{Si}_6\text{H}_6$ ) 合成に成功した。そして、これを出発物質として H を

様々な官能基に置換することで、電気伝導性、光応答性発現など興味ある物性を賦与した新機能性材料を開発している<sup>6)</sup>。ここでは、HをLiに置換した材料のXAFS解析<sup>7)</sup>について紹介しよう。Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub>をArガス中で金属Liと乳鉢で混ぜ合わせると、試料の色は黄色から暗緑色に変化する。処理前後での試料のSi K-XAFSスペクトルを図3に示した。

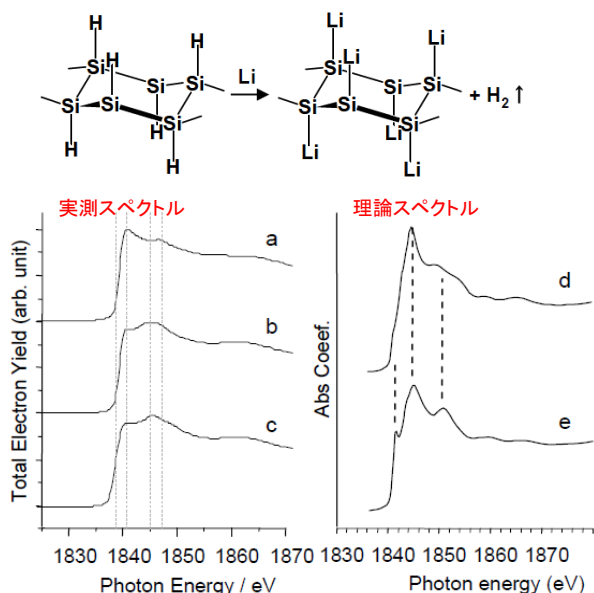


図3 Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub>および Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/nLiの Si K-XAFS スペクトル<sup>7)</sup>

左図：実測スペクトル (a. Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub> b. Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/3Li c. Si<sub>6</sub>H<sub>6</sub>/6Li)  
右図：FEFF法による理論シミュレーション (d. Si<sub>x</sub>H<sub>x</sub> e. Si<sub>x</sub>Li<sub>x</sub>)

理論計算によると、HがLiに置換することで、主ピークの低エネルギー側に肩が現れ、1847 eVのピークが増大する。実測のスペクトルでもリチウム化が進むにつれて、その傾向が観測されている。このことから、HがLiに置換していることが確認された。このリチウム化シリコンナノシートは次世代電池の負極材料としても注目されている。

### 3.3 鉄鉱石脱リン処理過程のXAFS解析

近年、世界における鉄の需要の急速な増加に伴い、質の悪い鉄鉱石も利用せざるを得ない状況になってきた。製鉄は我が国の基幹産業であ

り、不純物、とりわけ、リンの除去法の開発が重要な国策になっている。最近、このような鉄の脱リン処理過程を解析する手法としてXAFSがどれだけ有効かを調べている。XAFSは、不純物元素が数ppm以上存在すればその状態分析を可能にするので、脱リン処理の最適手法、最適条件探索の有効なツールになると期待される。

### 4. まとめ

我が国の放射光施設は諸外国に比べて数が多いが、それぞれが特長を持っていて、性能、仕様、利用のし易さはまちまちである。当センターは小さなセンターであることから小回りが利き、ビームラインにまたがる実験が容易にできる。大型施設に比べて敷居が低く、比較的容易にアクセスでき、かつ、申請から実験までが迅速であることなどの特長を持っている。ユーザーからの技術相談、解析支援も行っており、ご希望の方はメール (sr1@st.ritsumeai.ac.jp)、電話 (077-561-2806) で問い合わせをして頂きたい。ここ十数年、学術利用だけでなく、産業利用も増加しており、放射光利用研究が材料評価の有用なツールとして定着してきたことを実感している。なお、利用申請については、ホームページ (URL: <http://www.ritsumeai.ac.jp/acd/re/src/index.htm>) を参照して頂きたい。メール (sr1@st.ritsumeai.ac.jp) で随時受け付けを行っている。

なお、3.1はNEDO RISING2プロジェクトの研究成果、3.3はNEDO先導研究プログラムによる研究である。

### 文献

- [1] K. Nakanishi, T. Ohta, Surf. Interface Anal. 44 (2012) 784.
- [2] K. Nakanishi, et al., IEEJ Trans. EIS 130, (2010) 1762.
- [3] M. Katayama, et al, J. Synchro. Rad. 19, (2012) 717.
- [4] M. Katayama, et al, J. Power Sources, 269 (2014) 994.
- [5] 例えば、E. Yilmaz, et al., Nano Letters. 13 (2013) 4679, M. Yabuuchi et al. PNAS 112(2015) 7650, Nature Comm. 7(2016) 13814, A. Dutta et al. Nature Comm. 9 (2018) 680.
- [6] H. Okamoto et al: J. Am. Chem. Soc. 132 (2010) 2710, H. Nakano et al., ibid 134 (2012) 5452
- [7] M. Ohashi et al., Chem. Comm. 50 (2014) 9761

The Japan Research and Development Center for Metals  
JRCM NEWS / 第390号

内容に関するご意見、ご質問はJRCM総務企画部までお寄せください。  
本書の内容を無断で複写・複製・転載することを禁じます。

発行 2019年4月1日

発行人 小紫正樹

発行所 一般財団法人 金属系材料研究開発センター

〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階

T E L (03)3592-1282 (代) / FAX (03)3592-1285

ホームページ URL <http://www.jrcm.or.jp/>

E-mail [jrcm@oak.ocn.ne.jp](mailto:jrcm@oak.ocn.ne.jp)