

産学共同シーズイノベーション化事業 育成ステージ
平成 23 年度終了課題 事後評価報告書

研究開発課題名： ナノスケール軟X線発光分析システムの開発

シーズ育成プロデューサー： 日本電子株式会社

所属機関名

研究リーダー： 東北大学

所属機関名

1. 研究開発の目的

ナノスケールでの新しいデバイスや機能性材料を開発するためには、物質機能を支配している結合電子のエネルギー状態評価をナノスケールの空間分解能で行う技術を確立する必要がある。本研究プロジェクトでは、研究段階にあった日本独自で世界初の“ナノスケール軟 X 線発光分光装置”の測定範囲拡張と高感度化を、新たな分光素子、ハード・ソフトウェアなどの新規設計・開発をすることにより「ナノスケール軟 X 線分析システムの開発」として実現し、ナノデバイスおよび新機能性材料の開発支援を目指した基盤技術として確立することである。

2. 研究開発の成果

新規回折格子の設計・開発とハード・ソフトウェアなどの新規設計・開発により、電子顕微鏡で観察した領域の結合電子状態計測に基づいた、リチウムやボロンといったキーマテリアルの状態分布計測を可能とする「ナノスケール軟 X 線分析システム」の実証と商品化に成功した。また、新規多層膜構造の発案により、従来の約2倍の約4keVまで計測可能な分光素子の製作に成功した。この分光素子を用いると、透明電極材料であるITOのSnとInの分離計測が可能であることから、希少元素の新たな顕微分光・分析技術としての可能性を示した。

3. 研究開発の目標に対する達成度

育成目標	達成度
① 測定エネルギー領域の拡張 ①-1 X 線発光分析装置の分析エネルギー領域(50-3800 eV)において、エネルギー分解能($E/\Delta E$) 300(@55 eV)、100(@3.8 keV)。 ①-2 高エネルギー領域(1keV 程度以上)において相対回折効率 10%以上。	①-1 光学設計分解能としては、低エネルギー(50-200 eV)用及び高エネルギー(2000-4000 eV)用回折格子ともに、目標値を大きく上回る 1100 超及び 650 超を達成。試作装置では、50eV で 309(検出器による制限されている)、3800eV で 140 を確認。 ①-2 マスタ回折格子は 2.1-4.0 keV の領域で 24-58%の相対効率を達成するとともに、2.6、3.3 keV で、それぞれ分解能 124、137 を達成。

<p>①-3 集光ミラー設計開発および迷光フィルタ機能の導入によりS/Nを2倍以上向上。</p> <p>② 汎用レプリカ多層膜回折格子の開発において、マスタ多層膜回折格子の90%以上の回折効率。</p> <p>③ 多層膜回折格子対応検出器およびその制御システムの開発</p> <p>④ 軟X線発光分析スペクトル解析ソフトウェアの開発</p>	<p>①-3 集光ミラーで立体角2.8倍(S/Nとしては1.7倍)、これにMCP(マイクロチャンネルプレート)の遮光特性とフォトンカウントモード測定を組み合わせることで、S/Nをさらに4倍以上(トータルで8倍程度)。</p> <p>② レプリカ回折格子は2.1-4.0 keVの領域で13-34%の相対効率を達成するとともに、2.6、3.3 keVでそれぞれ分解能117、100を達成。更に、2.8 keV以下のレプリカのマスタに対する相対強度は目標値の90%超を達成するも、2.8 keV以上では60%弱。</p> <p>③ 多層膜回折格子対応の改良型チャンバーの製作・実装テストを行い、性能を確認した。ただし、傾斜角の制御システムは、新設計多層膜回折格子の導入により不必要となり、それにより装置の再現性が向上。</p> <p>④ 検出器のコントロール、炭素K線を利用したエネルギー校正、および、これまでのEPMAで蓄積されてきたデータベースを活用できる分析ソフトウェアを開発した。</p>
--	--

4. 今後の展開

電池材料のリチウム状態分析、鋼材中の微量ボロン元素分析、高次回折線を利用した有機材料の炭素や窒素分析など、極めて広い材料開発の分野(メーカー)で利用できることが明らかとなったので、積極的に広報活動を行ってゆきたい。また、新規多層膜構造を採用した分光素子を用いた希少元素の新たな顕微分光・分析技術としての可能性が明らかとなったことから、本プロジェクトでの連携体制を当面は維持できればと考えている。

5. 総合所見

概ね期待通りの成果が得られ、イノベーション創出の可能性がある。

学側(東北大学、日本原子力研究開発機構)の高い基礎研究力と、産側(日本電子、島津製作所)のシステム開発力の効果的な産学連携により、低エネルギー領域(50-200 eV)および高エネルギー領域(2000-4000 eV)の分光用回折格子を設計・試作し、先行開発の中間エネルギー領域(170-2200 eV)の回折格子と組み合わせて、市販の透過電子顕微鏡(TEM)と電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)に搭載可能な軟X線発光分析システムを世界に先駆けて開発し、軽元素(Li、B)やPd、Teなどの軟X線発光スペクトルの測定により、目標とするエネルギー分解能と検出感度が得られることを実証した。

開発装置の成果発表を契機に、機能性材料開発研究者との二次電池のリチウム状態分析や鋼材中の微量ボロン分析などの共同研究を進めるとともに、商用機として発売していく計画も進行中である。機能性材料開発に有用なナノスケール分析装置として発展することを期待したい。

以上