

一瞥即解！**粒子**を見れば、品質の秘密がわかる！

# 多結晶材料評価のお悩み解決

～多結晶材料の機能を支配する構成粒子の統計的評価法～

量子科学技術研究開発機構

関西光量子科学研究所・放射光科学研究センター

グループリーダー

大和田謙二

2026年2月3日

対象は多結晶材料！

新技術説明会  
New Technology Presentation Meetings!



# 何ができるのか？なぜ必要か？

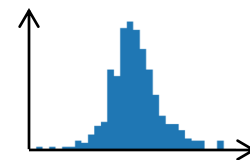
粒子の“粒毎の差”が3Dで見える

走査型電子顕微鏡

粒子の大量に計測し、「品質のばらつき」を  
可視化(=統計化)できる シン・モノサシ

非破壊でできる(プロセス中など)

従来法では見えなかった部分が見えてくる



同じバッチなのに性能がそろわない...

製法変更の効果が良く分からない...

粉末セラミックスの内部構造が分からない...

KO 定説は本当なのか？

顧客説明の根拠が弱い...

チタン酸バリウム結晶

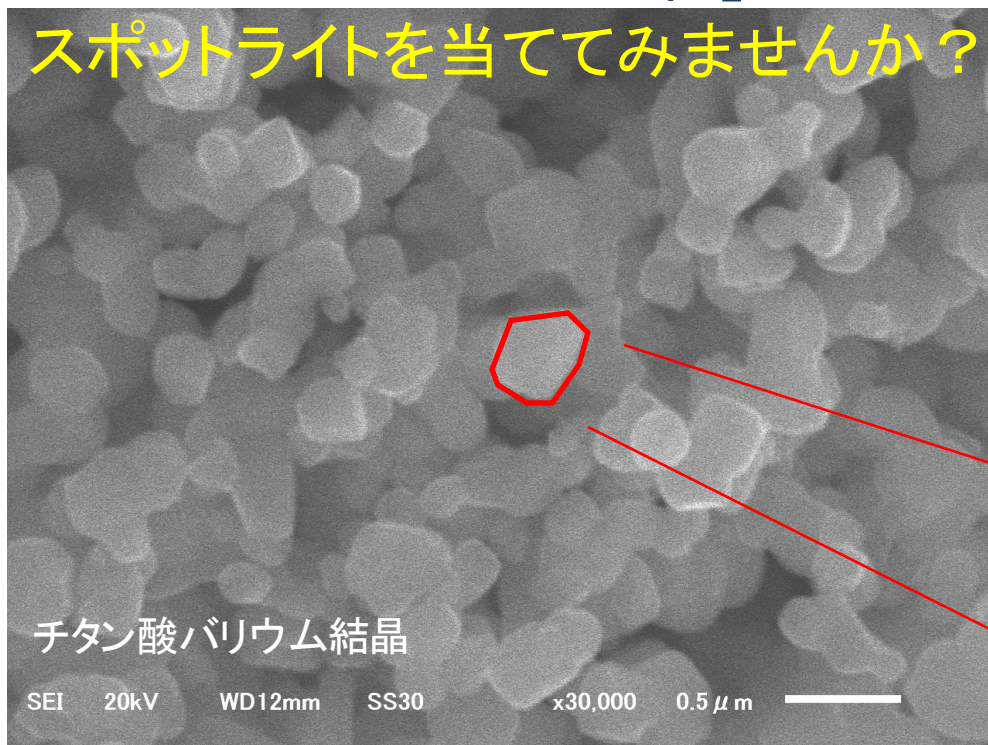
SEI 20kV WD12mm SS30

# QSTからの提案 QST2023

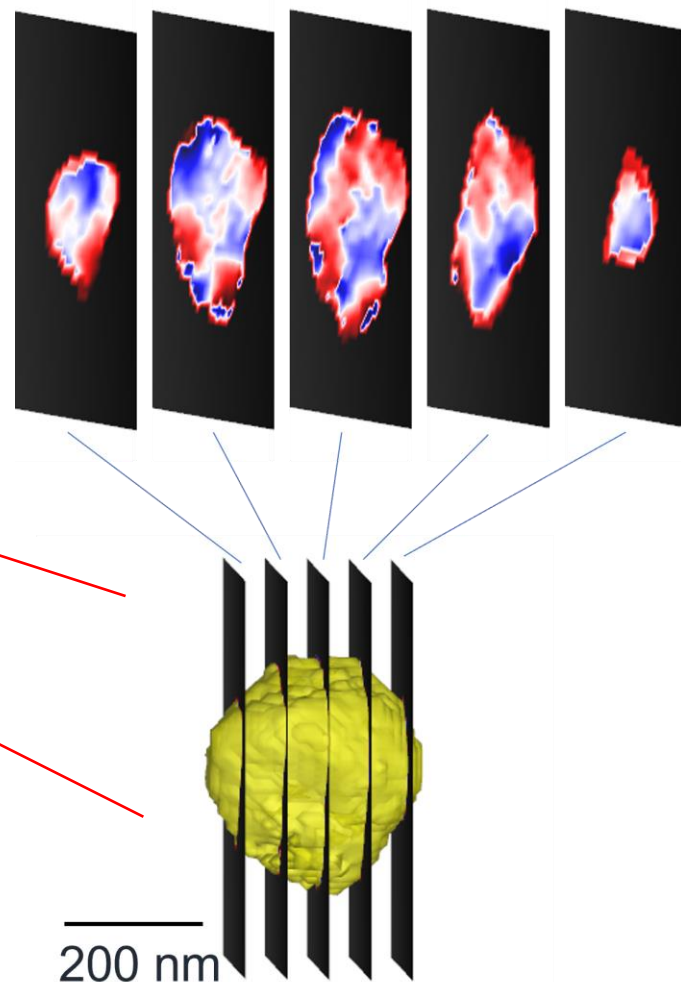
結晶内部歪みの非破壊・3次元高精度可視化

ナノサイズの「一粒」に

スポットライトを当ててみませんか？



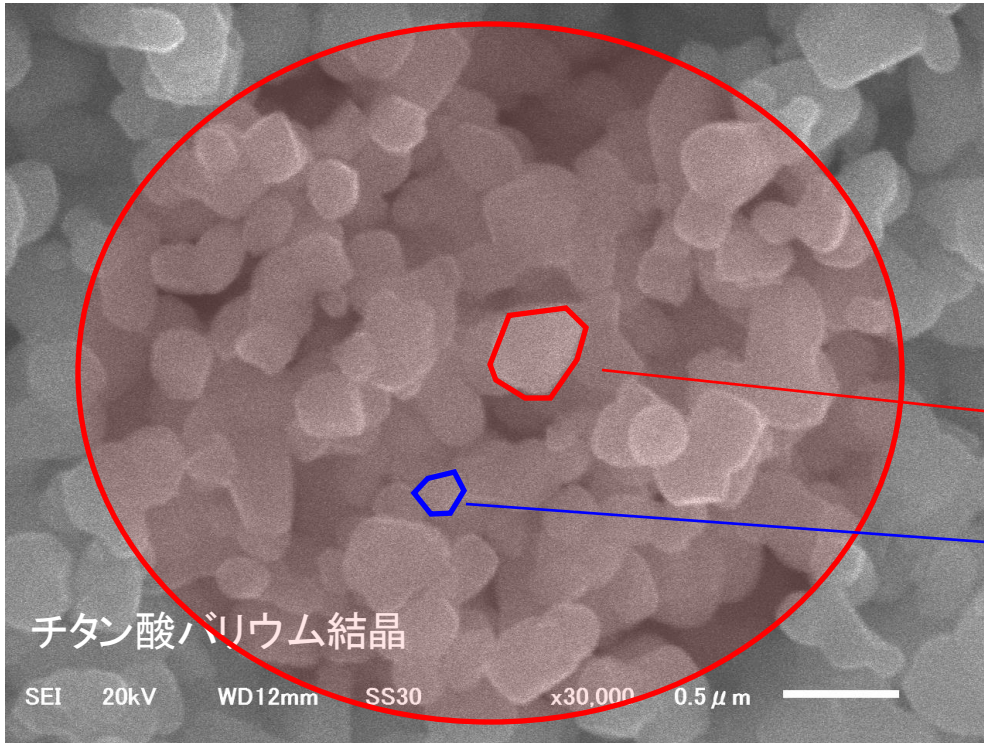
KO *et al.*, JJAP2019



新しいモノサシ！

QSTからの提案 QST2026

たくさんの粒子にも  
スポットライトを当ててみませんか？

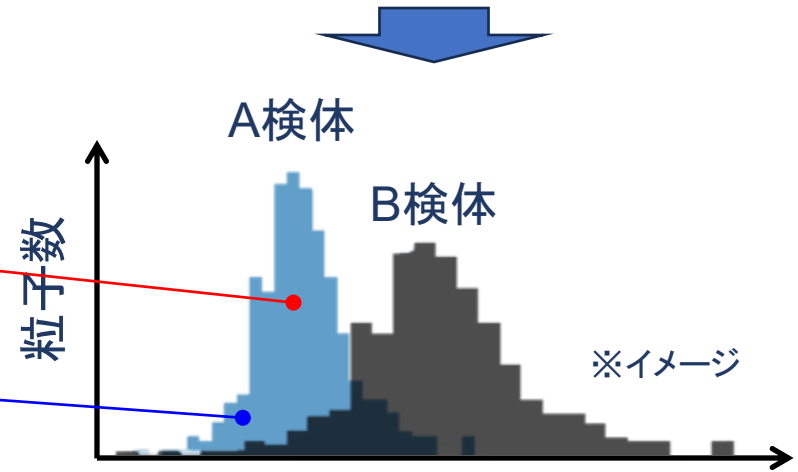


KO *et al.*, JJAP2019

木を見ず森を見る！

統計的構造特徴量

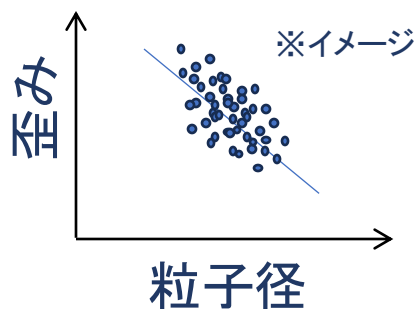
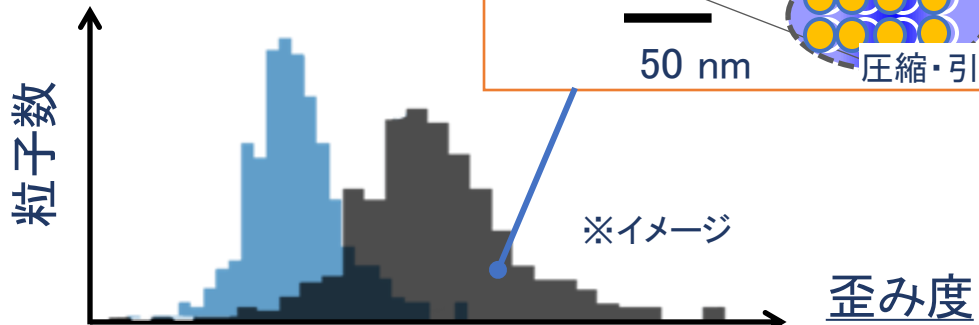
複数の粒子を迅速に計測  
統計を取得



「多結晶材料の機能を支配する  
構成粒子の統計的評価法」

# 多数のナノ粒子の構造情報を迅速取得 新たな材料評価指標に

## 統計的構造特徴量



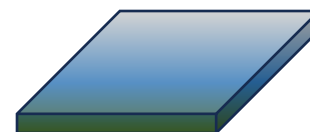
## 品質

製法

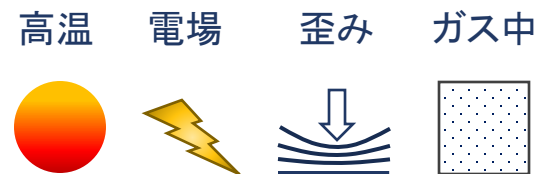
製造バッチ

製造中プロセス

場所ごとの違い



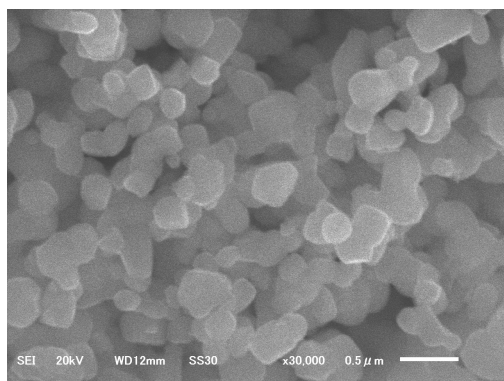
環境の違い



従来手法(粉末X線回折等)では得られない様々な特徴

# 様々な多結晶材料に対応可能

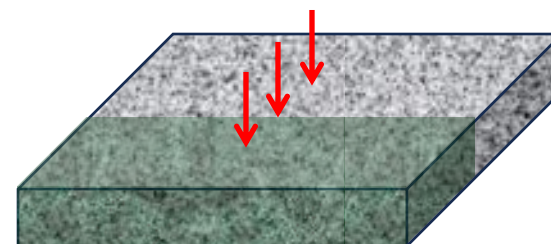
粉末材料  
(粉体、インク等)



板状材料  
(セラミクス等)



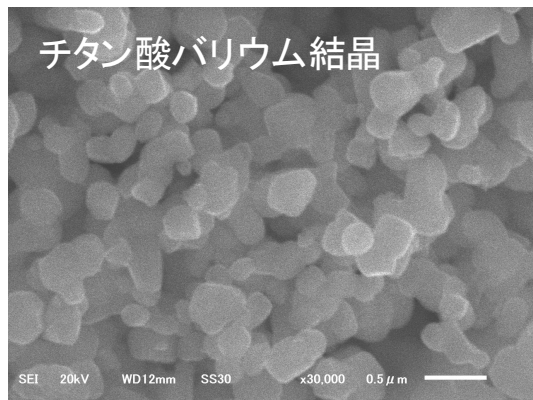
複合材料  
(場所依存性等)



- 1.新技術の紹介～従来技術と比較しながら
  - ✓ ポイント1:性能比較
  - ✓ ポイント2:強みの紹介
- 2.技術開発の背景、ねらい
- 3.計測事例
- 4.想定ユースケース
- 5.課題
- 6.企業様への期待
- 7.まとめ

# 従来技術との比較

## 走査型電子顕微鏡 (SEM)

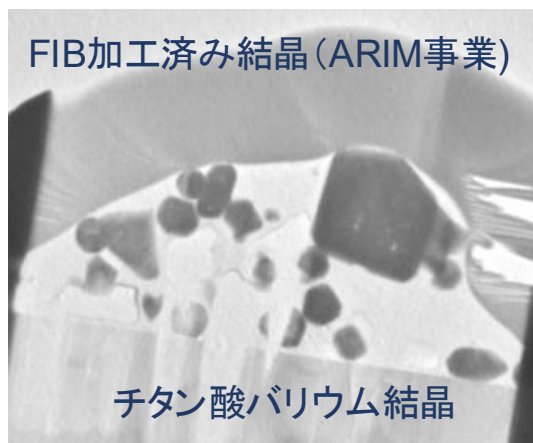


新技術は、、、

**3次元イメージ**が取得できます

- 外形情報: 形状、サイズ
- 内部情報: 欠陥、歪、ドメイン、相共存、結晶・非結晶等

## 透過型電子顕微鏡(TEM)



新技術は、、、

**非破壊**です

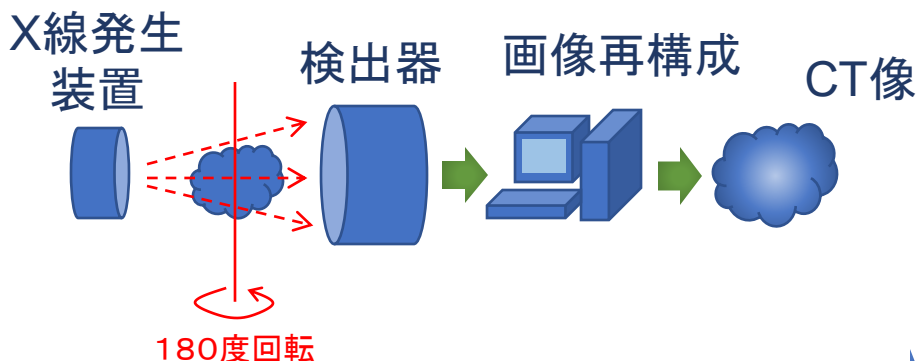
- 試料準備にも時間がかかりません
- 試料環境**制御が容易です

- 温度
- 電場
- ガス雰囲気 等

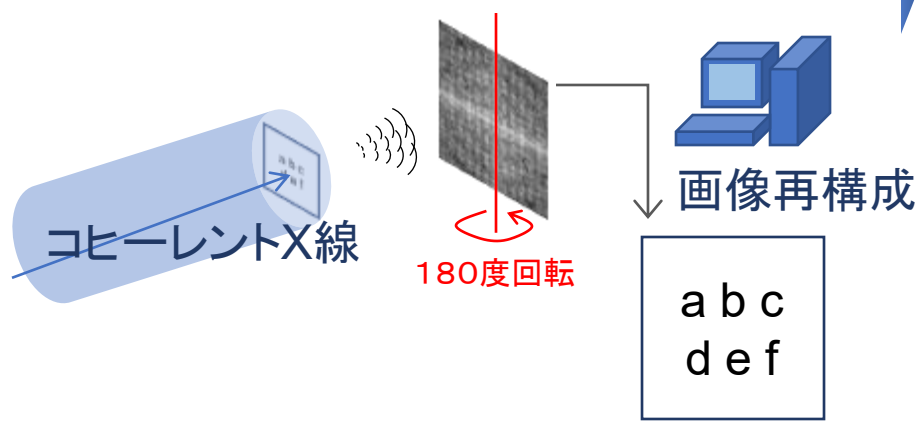
**その場計測、オペランド**計測向きです

# 従来技術との比較

## X線CT



## コヒーレントX線回折イメージング



## 新技術は、、、

- 歪みコントラストを与えます。
- ✓ 歪みを可視化
- ✓ 欠陥やドメインを可視化
- ✓ 2相共存を可視化

回転操作不要ですが、3次元情報を取得できます

- ✓ 1度程度の揺動でOK
- ✓ 測定窓が限定されるその場計測やオペランド計測に有利

「孤立」ナノ結晶が対象です

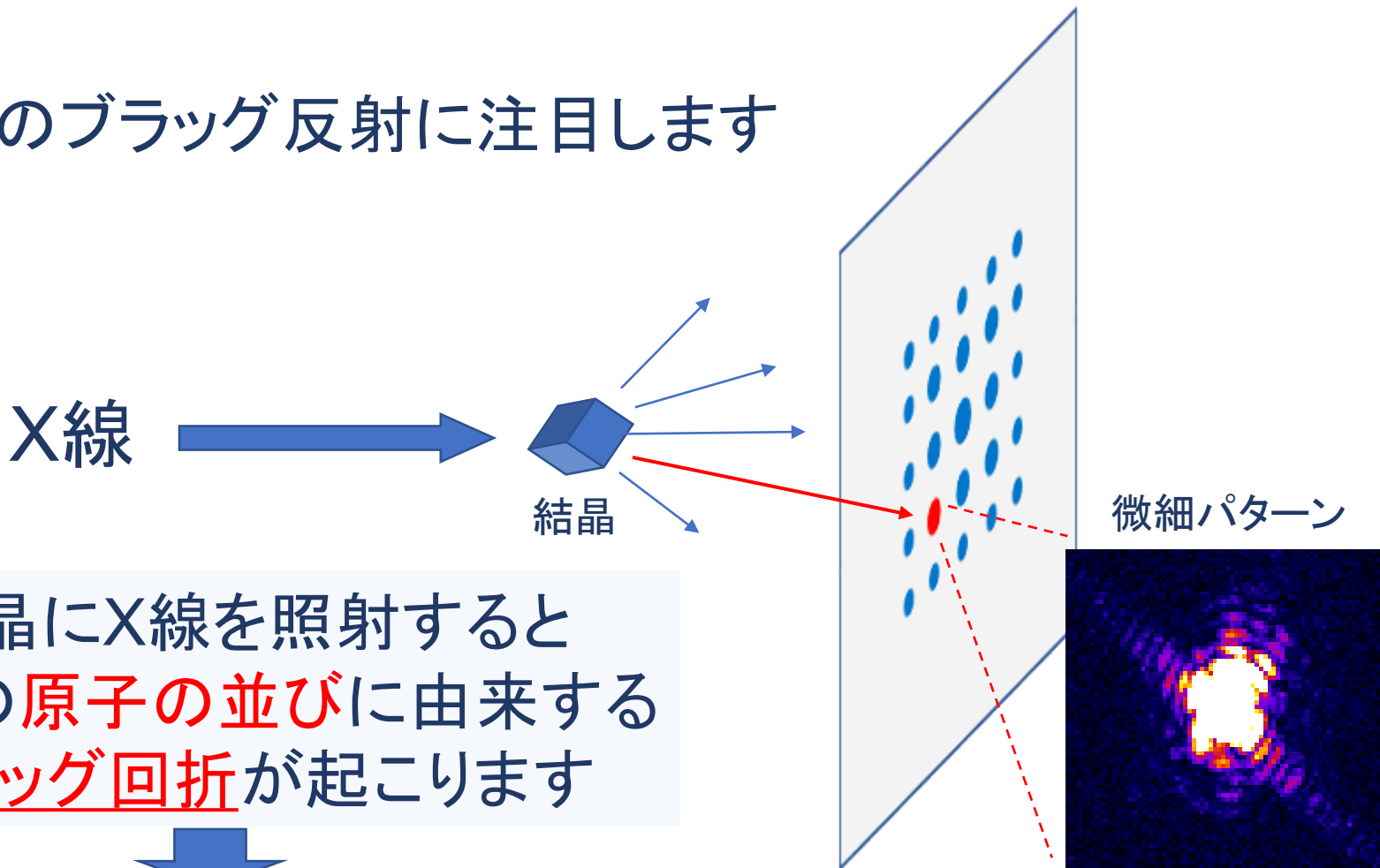
- ✓ ブラッグ反射で選別
- ✓ 多数粒子に埋もれていてもよい

# 性能比較

	SEM	TEM	粉末X線	X線CT/CDI	<b>当手法</b>
原理	散乱	拡大投影	ブラッグ回折	拡大投影	ブラッグ回折 位相(歪)コントラスト
ドメイン等	△ エッチング要	○	△	×	○
空間分解能	nm	< nm	-	<100 nm	<10 nm
視野	zoom in/ zoom out	zoom in/ zoom out	-	zoom in/ zoom out	一粒子を選択
3次元 情報取得	×	△ (180度回転)	-	△ (180度回転)	○ (±1度程度回転)
試料透過 能力	× (表面)	△	○	○	○
材料深部の 計測	× 加工必要	△ 加工必要	○ 加工不要	○ 加工不要	○ 加工不要
<b>多粒子 網羅性</b>	△	△	△平均のみ	×	◎
配備状況	各研究室	各機関	各機関	特定先端大型研究施設 BL20XU, BL47XU @SPring-8他	特定先端大型研究施設 BL11XU@SPring-8

# 新技術の具体的方法

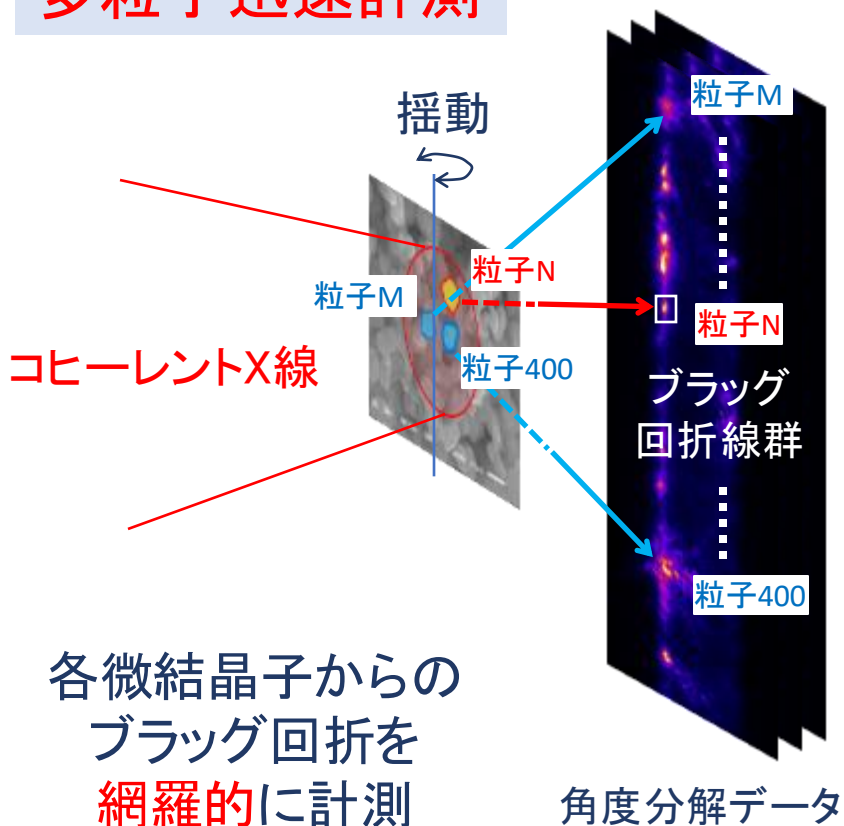
ひとつのブラッグ反射に注目します



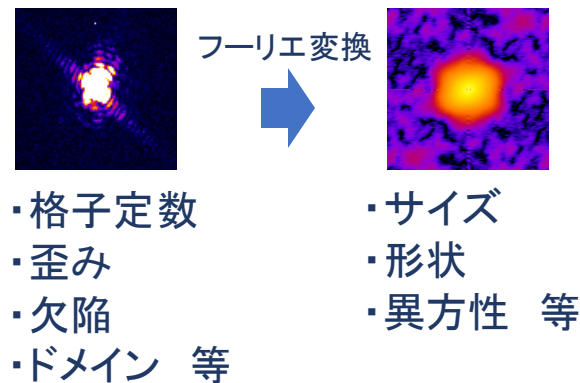
原子の並びが変調(⇒歪み等)を受けると影響を受ける

# 新技術の具体的方法

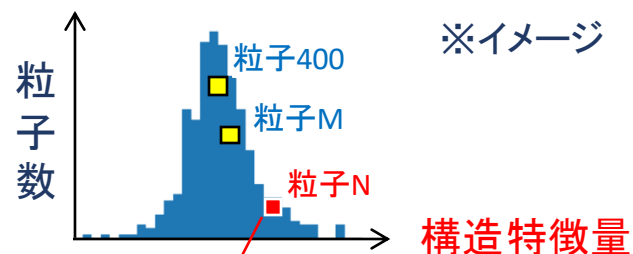
## 多粒子迅速計測



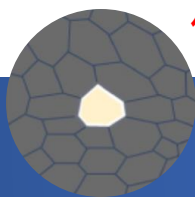
## 粒子Nの構造特徴量取得



## 特徴量の統計分布



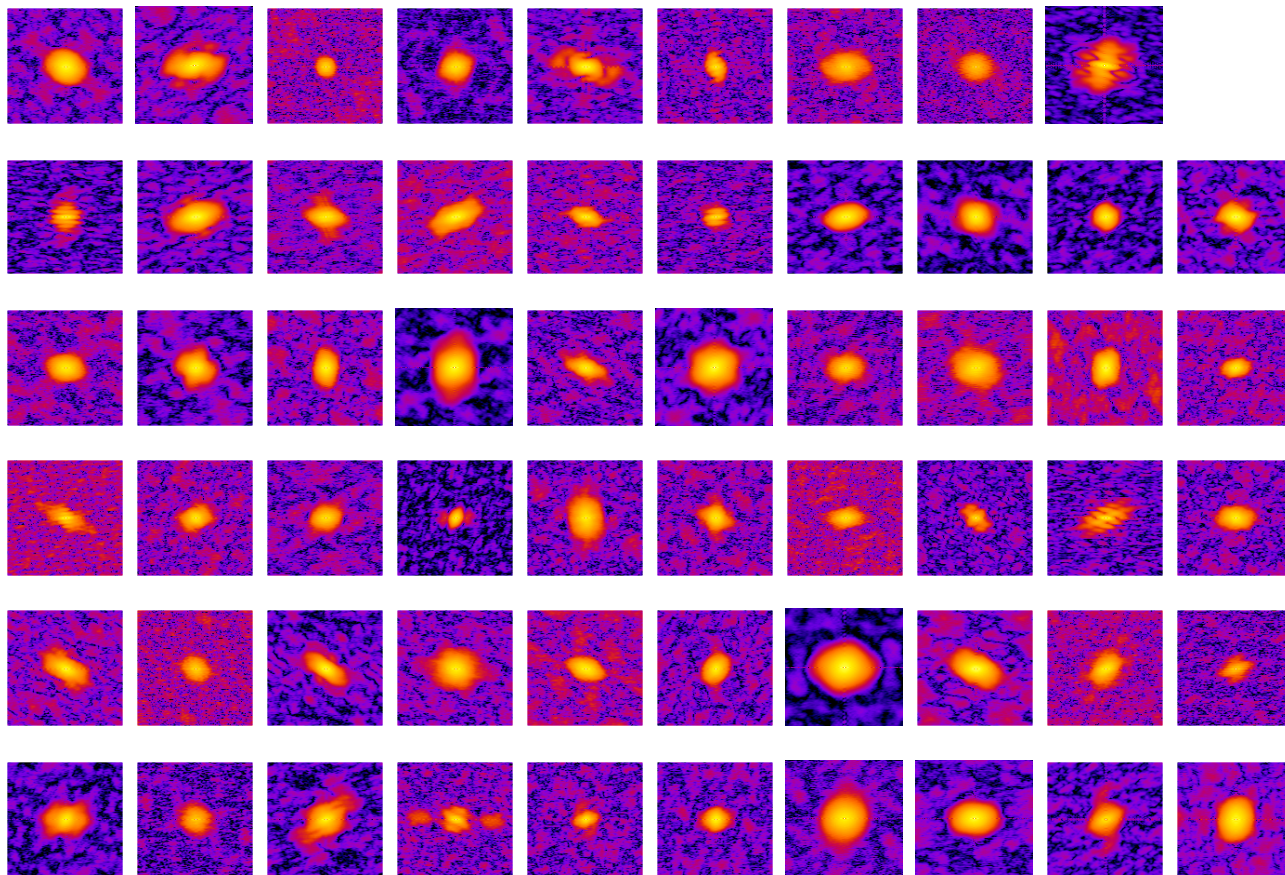
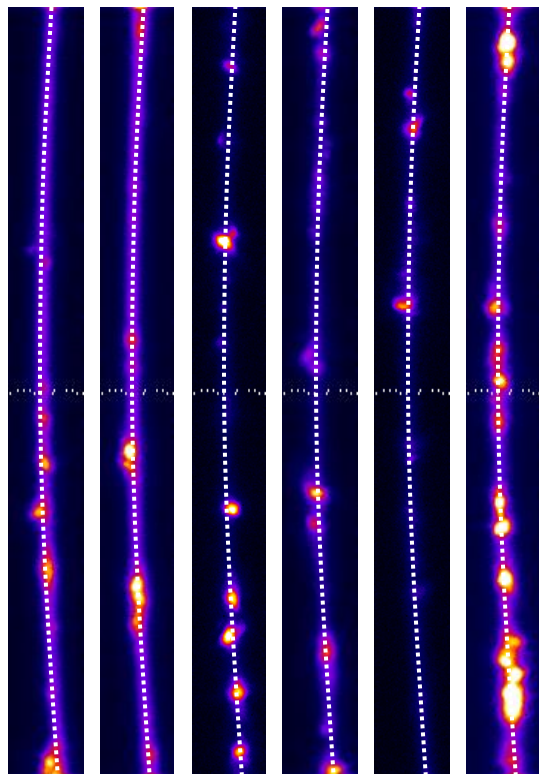
より詳細な解析も実施可能(新技術説明会、QST2023) ⇒ 補足説明

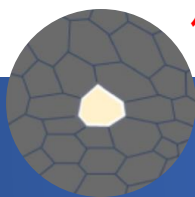


# 新技術の具体的方法

課題: 平均粒径100nmの一次粒子を集合させた二次粒子(数十~数百 $\mu\text{m}$ 径)  
内部にある粒子群の特徴(粒径分布)を非破壊で得たい

生データの一部

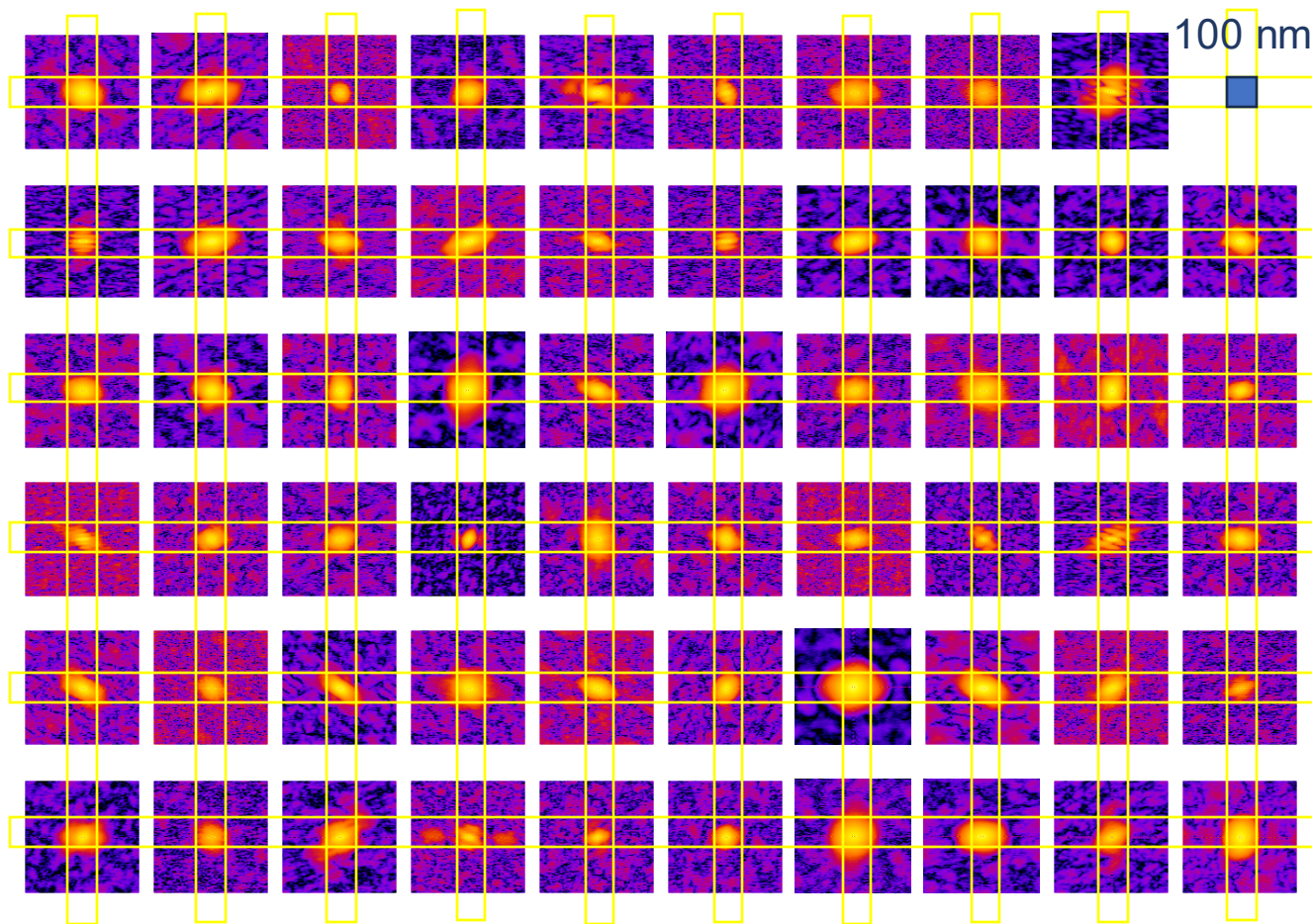
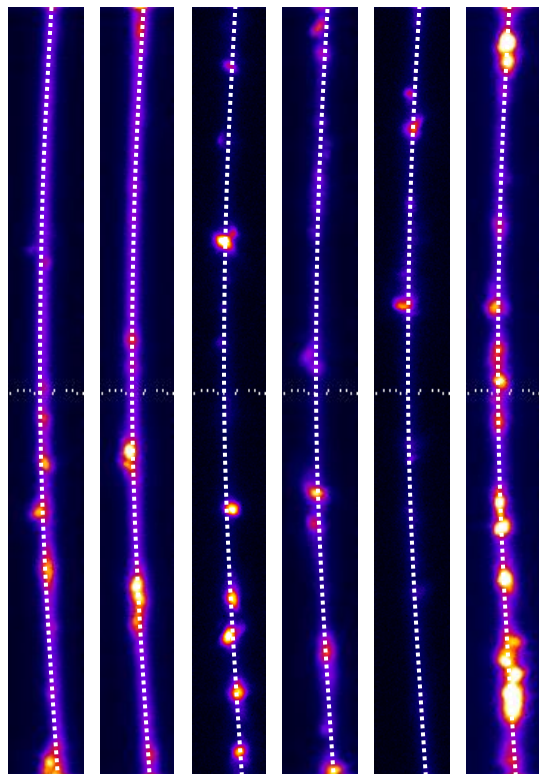




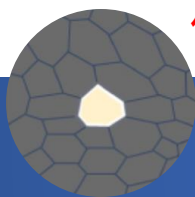
# 新技術の具体的方法

>100 nm粒子数/全サンプル数 = 7/59 = 11.9%

生データの一部

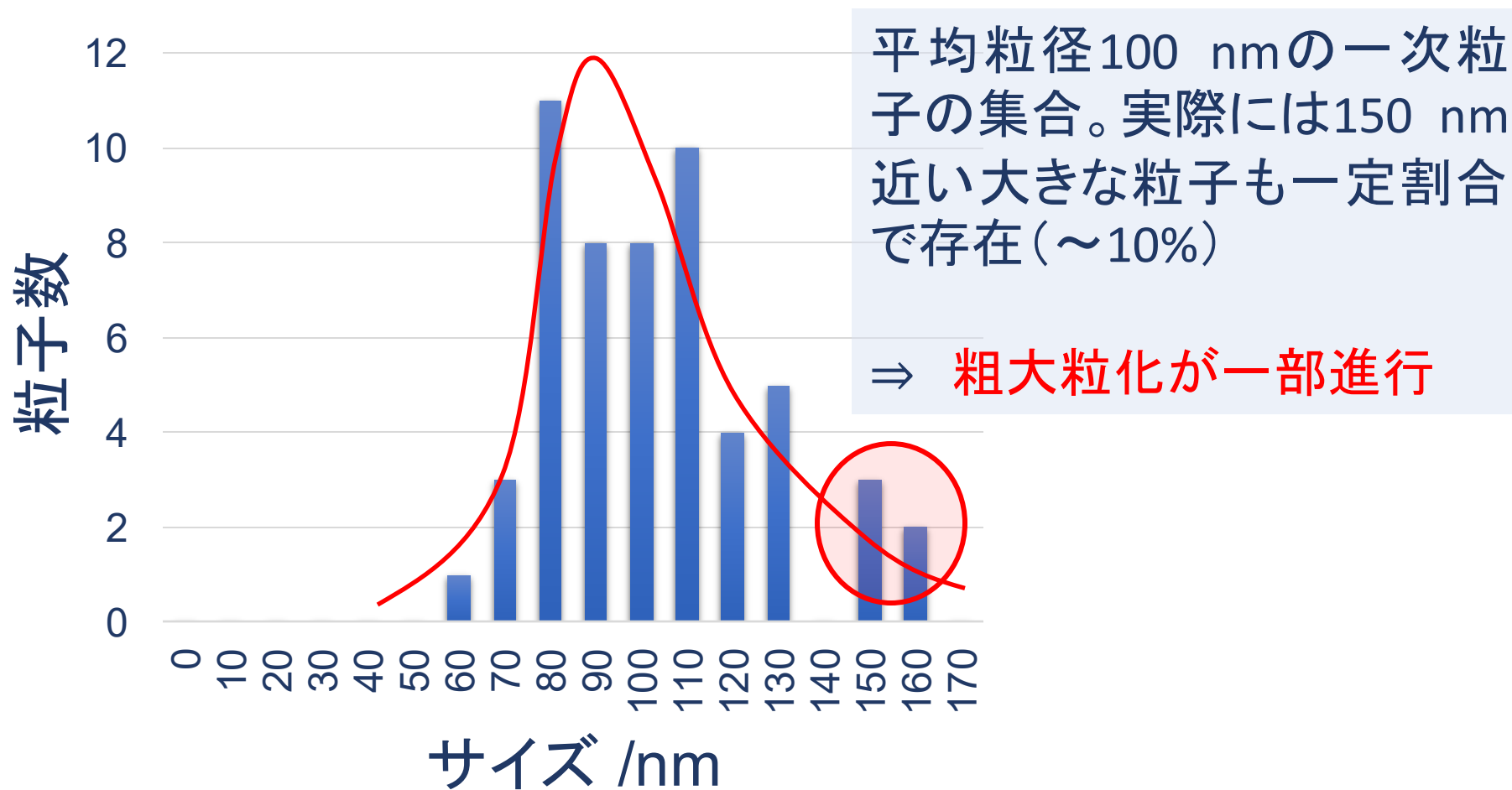


解析自動化実施中



# 新技術の具体的方法

## 粒子サイズヒストグラム (粒子サイズ)



# 想定ユースケース

1. 従来法では区別困難な検体の比較
  - ✓ 製法、製造バッチ、製造プロセス
  - ✓ 実装中の状態（場所や環境など）
2. 定説の検証
3. 品質保証
  - ✓ 顧客様への説明用データ

# 2023年6月20日 新技術説明会

新技術説明会



## ナノサイズの一粒にスポットライトを 当ててみませんか？

ナノ結晶非破壊3次元イメージング技術

量子科学技術研究開発機構

量子技術基盤研究部門・関西光量子科学研究所

放射光科学研究センター・グループリーダー

大和田謙二

2023年6月20日

1

### 発表資料

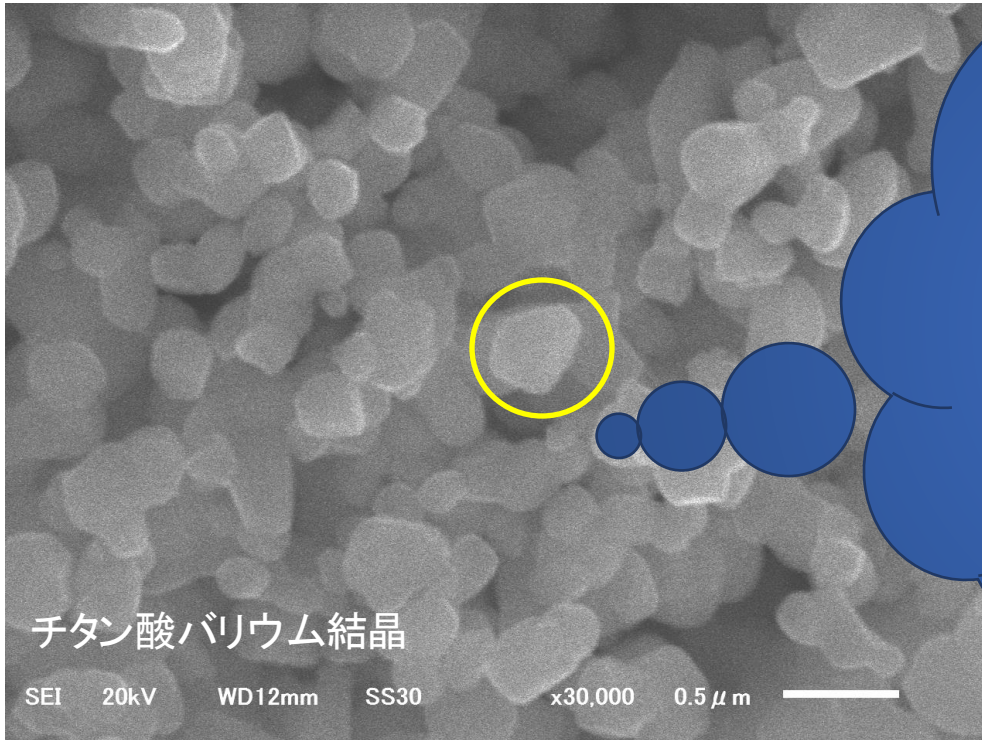
[https://shingi.jst.go.jp/pdf/2023/2023\\_qst\\_006.pdf](https://shingi.jst.go.jp/pdf/2023/2023_qst_006.pdf)

### プレゼン動画

<https://www.youtube.com/watch?v=MLqN4ZKLNjE>

# この様な興味をお持ちではないですか？

## 走査型電子顕微鏡像(SEM)



チタン酸バリウム結晶

KO *et al.*, JJAP2019

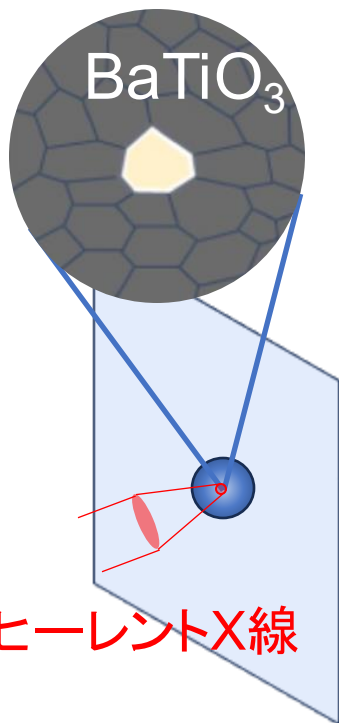
- 一粒の、
- ✓ 3次元的な**形状**を知りたい
  - ✓ **断面**を見たい
  - ✓ 粒内の「**歪み**」分布を知りたい
  - ✓ 全体が**単相**だろうか？
  - ✓ 全体が**結晶**だろうか？
- でも、
- ✓ **非破壊**で知りたい
  - ✓ **環境**を変えて見てみたい
- など。

有力説  
の実証

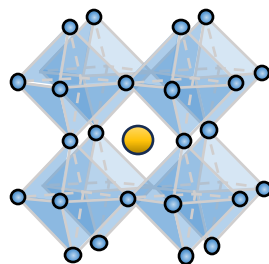
# シナリオの提示: 誘電体の場合

## セラミクス中一粒子内部の 分極ドメイン生成シナリオ

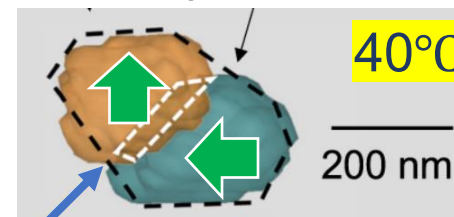
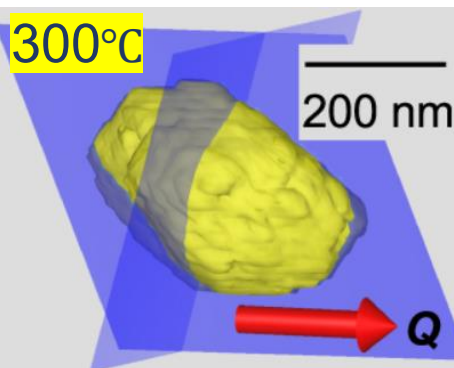
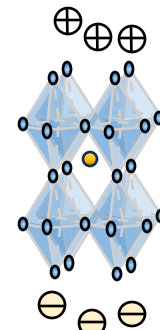
- ✓ セラミックコンデンサ
- ✓ 高周波デバイス
- ✓ 圧電アクチュエータ・センサー



非極性(高温)

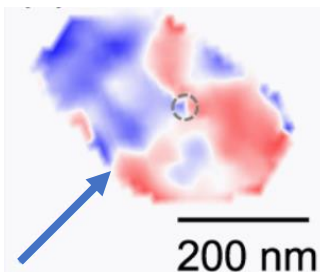


極性(室温)

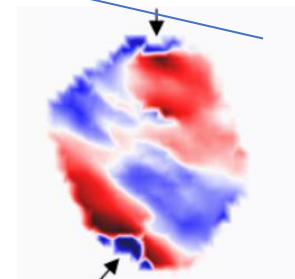


分極ドメイン境界

断面図



すべり面



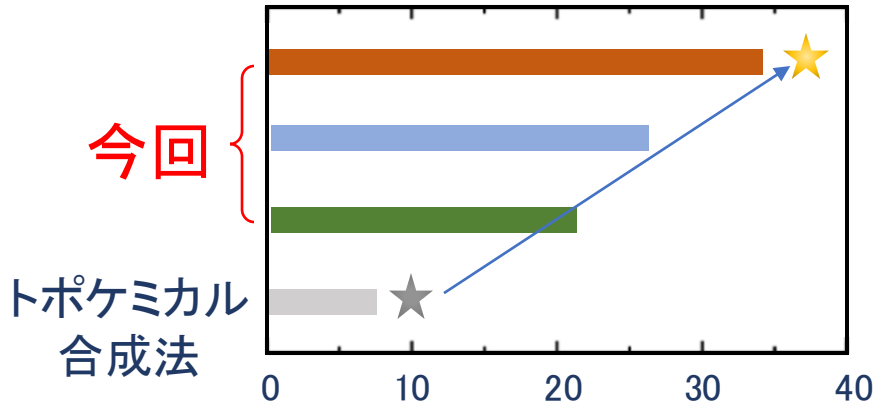
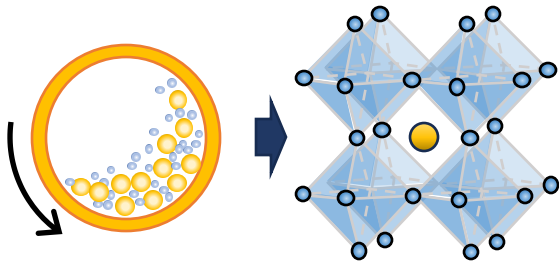
粒界由来歪

# シナリオの提示: 触媒の場合

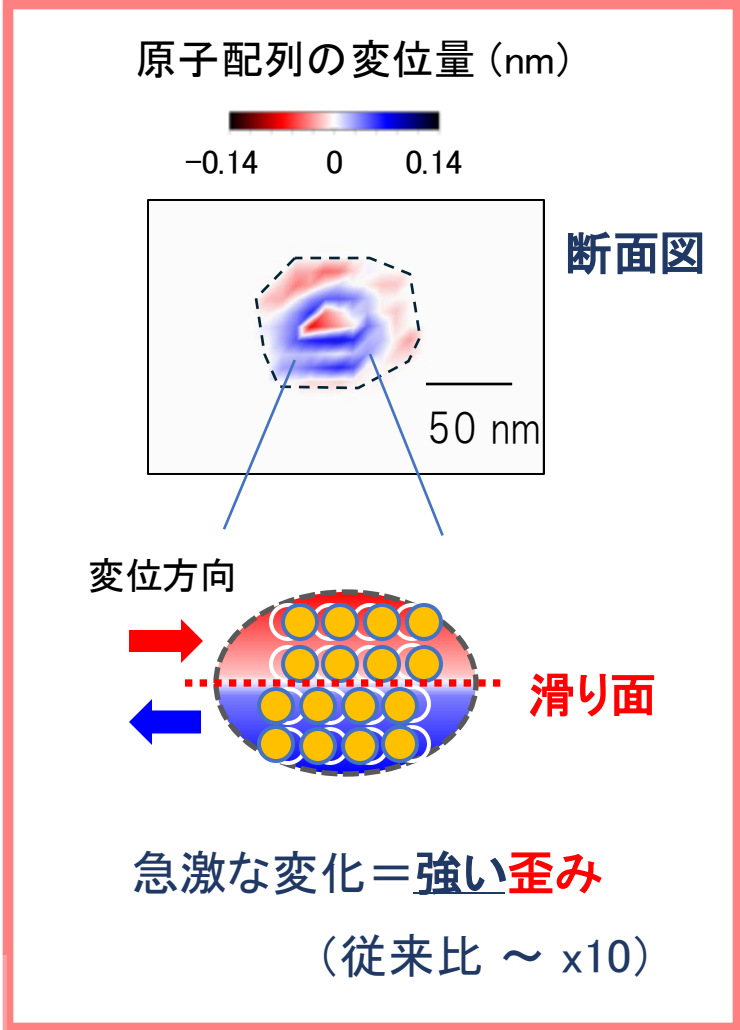
定説を  
証明

## 触媒高活性化のシナリオ

メカノケミカル合成法:  $\text{BaTiO}_{3-x}\text{H}_x$



アンモニア合成活性 (mmol g<sup>-1</sup>h<sup>-1</sup>)





# 放射光の必要性

コヒーレントX線 ⇒ ナノ材料の構造情報を綺麗に“写し取る”

電子軌道断面 ~10 mm

小さな点光源を遠方から望む

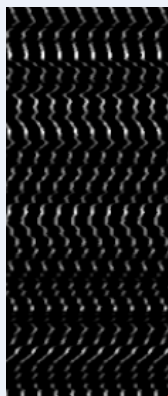
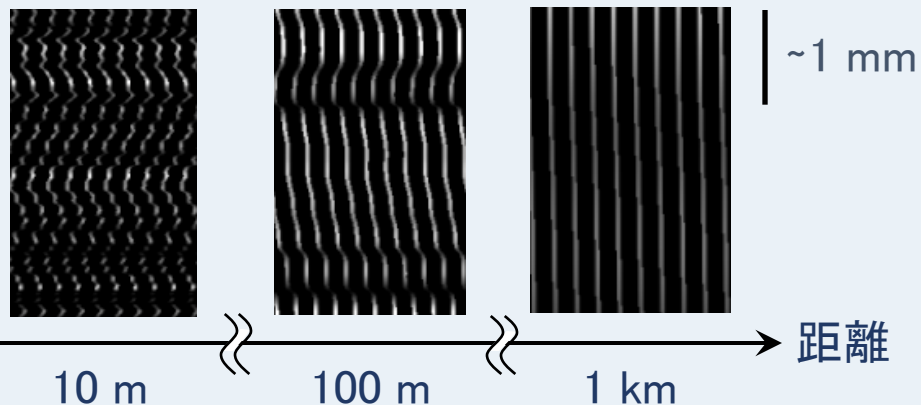
~600 mm

コヒーレントX線

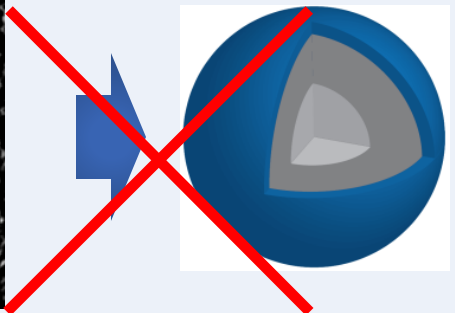
= マクロにそろったX線波面



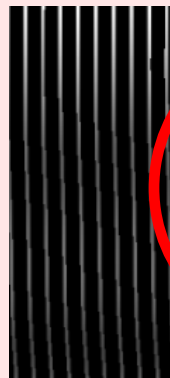
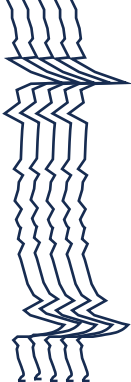
第三世代光源



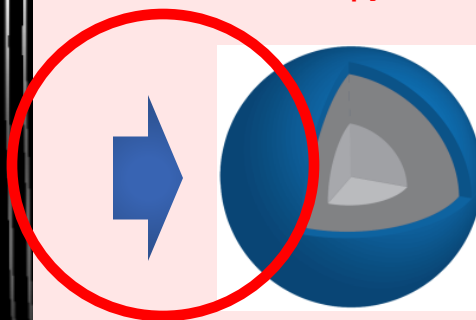
通常のX線



転写イメージ



コヒーレントX線



転写イメージ



## 産学連携の経歴(2023.6以降)

(継続中)

- |                       |    |        |
|-----------------------|----|--------|
| ◆有償型共同研究              | 1社 | } 共同研究 |
| ◆成果非専有(公開)利用          | 2社 |        |
| ◆成果専有(非公開)利用          | 1社 |        |
| ◆装置見学会 & 個別相談会(随時、対面) |    |        |
| ◆個別相談(随時、オンライン)       |    |        |
| ◆講習会(定期)              |    |        |

## 本技術に関する知的財産権

- 発明の名称 : 構造分析方法、構造分析装置、  
および構造分析プログラム
- 出願番号 : 特願2025-060672
- 出願人 : 量子科学技術研究開発機構
- 発明者 : 大和田謙二、押目典宏、  
綿貫徹

1. お気軽にご相談を(オンライン可)
2. 装置見学会 & 個別相談会 @ SPring-8  
実施中
3. 講習会実施中

- ◆ 多結晶材料の機能を支配する構成粒子の**統計的**評価法を紹介。
  - ◆ ナノ結晶の構造的な特徴(歪や欠陥、ドメイン等)を統計的に調べ、**材料を特徴付け**ます。
  - ◆ ナノ結晶に係る研究開発において有望な評価手段。  
非破壊で観察可能。
- 
- ✓ 計測可能粒径 : 40 nm ~ 500 nm (拡大中)
  - ✓ 分解能 : 約10 nm
  - ✓ 計測可能温度範囲 : 室温 ~ 1100度 (真空環境)
  - ✓ 他、**要相談**

# お問い合わせ

量子科学技術研究開発機構(QST)  
イノベーション戦略部 知的財産活用課

TEL 043-206-3027

e-mail [chizai@qst.go.jp](mailto:chizai@qst.go.jp)

紹介した技術につきまして、気になること  
ご質問などございましたらお気軽にご相談ください

ご清聴ありがとうございました

