

# SPring-8 BL28B2 評価報告

委員長 飯田厚夫 (高エネルギー加速器研究機構)  
朝倉清高 (北海道大学)  
入戸野 修 (福島大学)  
本堂武夫 (北海道大学)  
José Baruchel (ESRF)

## 1. はじめに

本評価委員会は平成 16 年 11 月 15 日、16 日の 2 日間、SPring-8 で開催された。本委員会には予め、Beamline Report BL28B2 (White Beam X-ray Diffraction)、SPring-8 Overview 2004 および関連の資料が送付され、全委員から事前に個別意見書が提出された。委員会当日には、4 名の国内委員が出席した。施設側からの評価についての概要説明、SPring-8 の全体説明の後、ビームラインの視察を行った。引き続き、ビームライン担当者から装置の概要・研究成果・将来計画の詳細な説明を受け、質疑・応答、意見交換を行った。以下の評価報告書は、国内委員による審議の結果に海外審査員の意見も加味して取りまとめたものである。

本ビームラインは、白色放射光利用による X 線トポグラフィのためのステーションとして 1999 年に建設を開始し、2000 年には利用実験を開始している。その後 2002 年ごろより分散型 XAFS (DXAFS)、微小欠陥造影、高温・高圧実験が加わり、現在では 4 種類の独立の実験が 2 つのハッチで行われている。この内、微小血管造影は、複数のステーションで行われている医学利用の観点からの総合的評価が行われることが期待されること、また高温高圧実験は、比較的限定されたグループにより実施されている長期利用課題による実験であったことから、本委員会では白色 X 線トポグラフィおよび DXAFS についての評価に重点をおいて行った。

## 2. ビームライン及び実験装置の現状

本 BL は SPring-8 の偏向電磁石からの高輝度・高エネルギーの白色 X 線の使用をその特徴としている。装置は高輝度・高エネルギーの白色 X 線対応としての必要条件を満たしており、第 3 世代放射光に相応しいものとする。

### 1) 白色 X 線トポグラフィ

実験ステーションの設備は、白色 X 線トポグラフィ実験に必要とされる基本性能を満足している。具体的にはアブソーバー、シャッター、回折計からなる構成であり、時間分解能制御・熱負荷対策用のシャッター・アブソーバーに工夫が見える。また回折計の機能・精度も白色トポグラフィには十分な性能を有している。低温・高温装置も標準的な要求を満足するものが準備され、すでにそれらを利用した研究も行われている。flat panel sensor、CCD など検出器関係も多様な要求を満足する装置が一通り準備されている。それらのマニュアルも充実している。

### 1) DXAFS

DXAFS については、2年間の短い立ち上げにもかかわらず、Laue タイプのポリクロメータを使用することにより Pd 等の高エネルギーDXAFS を実現しており、世界的にも ESRF の DXAFS と比肩できる成果を挙げている。蛍光板と CCD を用いた検出方式も十分に機能しており、6 ms の時間分解能は、世界的にも高い性能である。また、エネルギー分解能も分散型 XAFS には高い。

ただ、まだ発展途上の面がある。すなわち、光学系として、全反射ミラーが十分に働いていないため、低エネルギー領域の測定ができていない。また、湾曲ミラーが入っていないので、縦方向の集光が十分ではなく、広がっている。

ベンダーの曲げ機構に問題があり、収差が生じている。しかし、ガイド方式による固定ベント方式により十分な性能が出せているので、ベンダーによる曲げ方式に拘る必要はないと思う。試料周り、特にガスハンドリングシステムが不十分であり、今後整備が求められる。

### 3) 微小血管造影

1回反射横振りモノクロメータによる強度の強い単色光と高速シャッターの組み合わせにより、高時間分解能が可能になっている。実時間高分解能動画取得に特徴がある。

### 4) 高温・高圧実験

BL04B1 から移動するとともに改良された装置で超臨界金属液体研究に特化している。ユーザーの開発したセルに特徴がある。

## 3. 研究活動

建設終了直後から運用が開始された白色X線トポグラフィの分野を除くと、各分野の報文の数はそれぞれ2～3報なので、これらの分野の今後の成果に期待したい。

### 1) X線トポグラフ

同時期に建設された他のビームラインで展開されている分野と比較すると、発表論文数が若干少ない。これは、現在までのところ研究対象となる結晶が限られていることや共同利用する研究者グループが限定されているため、また白色トポグラフィを専門とするスタッフが少ないことなどによると考えられる。実験装置は世界的にも誇れる設備なので、本装置の利用で新規な科学・技術的情報が得られる利点を宣伝し、さらなる研究対象の拡大に向けた共同利用研究グループの呼び込みなどの研究活性化方策が必要である。

一方研究成果そのものとしては、これまでの実験から理論的に期待される研究成果にとどまっており、新規性はそれ程高くない。今後は、新しい知見から未解明な物質の現象に取り組み、新しい科学的視点を提供し、更に技術的応用にも結びつける研究対象領域の拡大が望まれる。

いくつかの研究成果に対するコメントは以下の通りである。

多成分化合物結晶に対する Spectro-Scattering-Topography は、放射光の特長を生かした新たな物質評価法として注目したい。定量分析法が開発されれば発展が期待できる。今後は応用範囲を広げることが課題であろう。

極低温域の白色トポグラフィは試料への熱負荷の点で難しいと考えられてい

たが、高エネルギー X 線の利用によってむしろ有利になるという点で今後の活用が期待される。

タンパク質・有機物結晶のトポグラフィは、新たな研究分野として注目されてきたが、安定した観察が可能になっており、今後の一層の発展を期待したい。蛋白結晶中の個別転位の観察同定は評価に値する。今後の発展を考えると、分解能の向上が不可欠であり、単色 X 線トポグラフィの併用を検討すべきである。

シリコン中の転位などの 3 次元分布を観察する手法は、放射光トポグラフィの利点を生かすものであり、さらに広い応用を期待したい。

## 2) DXAFS

ペロブスカイト型セラミックス中の Pd の出入りや Y 型ゼオライト中の Pd の構造変化等、触媒的にも興味あるシステムについて DXAFS を適用し、成果を上げている。ただ望むらくは、時分割 XAFS でしか測定できないシステム、たとえば中間体の構造などが求まればよい。

## 3) 微小血管造影

冠状動脈の高分解能動画撮影に成功しており、技術的には高い水準にある。また、応用として冠状動脈に対する血管作用薬の影響を明らかにした研究が進展しており、将来的には血管再生治療の研究などへの発展が期待される。ラットの脳血管造影などの新展開もなされている。

## 4. 共同利用支援

申請課題数、課題採択率とも標準的な水準にある。共同研究利用者の数も少しずつ増大している。白色 X 線トポグラフィ専用ステーションとして発足した経緯から、X 線トポグラフィに対するビームタイム配分比率は大きかったが、現在は他の分野とほぼ均等に分配されている。

スタッフは 3 名がそれぞれの実験を強力に支援しており、この間のビームライン・実験技術の構築に多大な寄与をなしてきた事は評価できる。さらに微小血管造影には医学応用のスタッフが、また高温高圧実験には専用ユーザーが対応しており、個別実験に対しては十分な支援体制にあると思われる。

今後はビームラインに関与する所内スタッフと所外研究支援グループとの間での実験ノウハウの情報交換等を徹底し、研究の成果をできるだけ早く出せる仕組みを検討する必要がある。

実験装置の特徴、研究成果、今後の研究発展の可能性などに対して積極的に外部に対して啓蒙・宣伝し、新規ユーザーの開拓、新しい応用分野の開拓を行う努力が求められる。このためには所外有力ユーザーや研究支援グループとの緊密な連携が必要であろう。

ビームラインのマニュアル等は一通り整備されている。今後は上記に触れたユーザー開拓に向けて、より一層ユーザーフレンドリーな対応に向けた改善も必要と考える。

## 5. 将来の装置開発と研究の方向性

装置周りの将来計画については、担当スタッフにより十分よく考えられている。しかし、戦略的な側面からの研究計画については検討が不十分のように思

われる。独立の4分野の共存は本 BL の経緯から見てやむを得ない面もあるが、今後は長期的な展望に立ち重点的な配分をすることも検討すべきであろう。たとえば、X線トポグラフやエネルギー分散型 XAFS に重点化し、医学応用の統合・発展、高圧実験の整理なども検討する必要がある。

それぞれの分野に対しては以下の点を指摘したい。

#### 1) X線トポグラフ

使用するビームサイズを精密に可変できる機構の整備（バックグラウンド除去対策を含む）は研究対象の拡大にも繋がるので重要な整備と言える。欲を言えば、将来的には高輝度光源の特徴を最大限に生かす方策としての長尺ビームライン建設の検討も必要であろう。そのためには、共同利用研究者グループの増大と利用拡大が不可欠である。

観察対象材料種の拡大（重元素構成結晶、各種酸化物結晶、低次元結晶、磁性結晶など）や、たとえば、Spectro-Scattering-Topo では、元素定量分析および位置・運動量空間測定などへの発展が望まれる。研究対象については、例えば下記のような分野での課題を検討することを期待する（添付資料参照）。

##### ）産業用材料の評価

単結晶の評価：亜結晶組織や格子欠陥の3次元構造観察に対しては、多くの企業・研究機関などでのポテンシャルニーズは大きいであろうし、新たなユーザーの発掘に結びつくであろう。このような観察を容易に行えるような装置開発とサポート体制の整備が必要である。

散乱トポグラフィの応用：現在追及されている高分解能化も重要であるが、ユーザー発掘という観点からは、むしろ多様な要求に柔軟に対応できる装置開発を目指すべきであろう。したがって、ビームサイズの選択や散乱スペクトルの収集を容易にする装置開発が必要であろうし、いくつかの典型的な例を示して、その利点を宣伝することが必要ではないか。

##### ）地球科学への応用

Nano-Geoscience への展開：近年ピストンコアなどの地球科学的試料のミクロ構造から新たな情報を抽出しようとする研究が盛んになりつつある。X線CTに新たな機能を付加して、白色X線CTとでも言うべき新たな装置開発が可能ではないか。例えば、透過CTと同時に回折プロファイルを撮って結晶の同定も同時に行うとか、吸収端を利用して特定の元素分布のCT画像を得るなどの方法が考えられる。IODP（統合深海掘削計画）が動き始めた今が好機ではなかろうか。

環境指標試料や天然試料の微細構造分析：散乱トポグラフィは、様々な天然試料の分析に有用であろうが、多くの場合、問題となるのは、局所的な元素分析と同時に化学状態（分子などの同定）を知りたいという要求である。マイクロビームによる散乱トポグラフィと同じ光軸でラマン散乱などの測定、あるいは局所的にAFMプローブ測定などを行うなどの方法が考えられる。

#### 2) DXAFS

今後、ガスハンドリングシステムの整備、in-situセルの整備、長尺ミラー、マイクロストリップ検出器の導入などが計画されており、こうした整備により、触媒等の化学プロセス研究が進展するものと期待される。さらに、パルスバル

ブやポンププローブを用いた高速の動的構造変化に対応することが望まれる。また、触媒だけでなく、相転移現象などさまざまな物理・化学動的過程に応用展開を積極的にしていくことも必要と思う。

また、ソフトの整備を進めユーザーフレンドリーにするとともに、動的な構造変化よりも、DXAFS が高速測定法である点に注目し大量のサンプルを短時間に測定するような応用などを考えても良い。

高エネルギーへの重点化を考えてもよいと思う。

### 3) ビームラインの運営全般について

#### ユーザーグループとの連携

研究領域の拡大と研究対象結晶種の拡大を図るとともに、ユーザーグループとの連携を密にして、共同利用研究者が利用しやすい実験ステーションの基盤機構やインフラストラクチャをさらに整備するよう期待したい。

#### ユーザーの拡大

白色X線トポグラフィや DXAFS の与える情報の有意性を web の充実や学会等で宣伝し、共同研究利用者グループの呼び込み、およびそれによる研究領域の拡張が望まれる。

#### 産業利用

本ビームラインの有効利用のため、また、新しい現象の解明や新規性の観点からも、実験成果が非専有である産業利用について、一定の評価基準で積極的に採択できるような利用形態に対する配慮も必要と考える。企業が参加しやすいサービス体制の検討も必要である。

## 6. まとめ

BL28B2 では白色X線の利用という特色を生かした研究を引き続き展開することが望ましいと考える。

評価委員会として以下の提言を行った。

(1) 白色X線トポグラフィおよび DXAFS は引き続き放射光利用技術の向上を図るとともに、成果・可能性を積極的に外部に宣伝し、新たなユーザー・新たな応用を開拓することを期待したい。

(2) ユーザーグループとの連携を密にして、実験ステーションの基盤機構やインフラストラクチャをさらに整備するよう希望する。

## 参考資料（白色 X 線トポグラフィの新しい展開の提案）

### （1）産業用材料の評価

（1-1）単結晶の評価：単結晶の完全性評価には、X 線トポグラフィは欠かせない手段であるが、わざわざ SPring-8 まで来て測定するに値する特徴を打ち出す必要がある。今回の発表で示された「回折 CT」は新たな可能性を持っている。すなわち、単結晶材料の開発において、得られた結晶をそのまま観察できて、しかも亜結晶組織や格子欠陥の 3D 構造を観察できることは、大きな武器になる。多くの企業、研究機関などでポテンシャルニーズは大きいであろうし、新たなユーザーの発掘に結びつくであろう。問題は、このような観察を容易に行えるような装置開発とサポート体制の整備にある。結晶方位の決定や反射指数付けなどを半ば自動的に行える環境と様々な結晶評価に対応しえる支援体制（スタッフ）の整備が必要である。

（1-2）散乱トポグラフィの応用：単結晶に限らず多結晶材料や薄膜、アモルファスなどあらゆる材料の評価に適用可能であり、ポテンシャルユーザーは多いと推察する。現在追及されている高分解能化も重要であるが、ユーザー発掘という観点からは、むしろ多様な要求に柔軟に対応できる装置開発を目指すべきであろう。すなわち、位置分解能は低くても、材料の不均一性の評価を結晶性だけでなく、組成分布や構造変化などと合わせて総合的な評価情報を得たいという要求も多いと推察する。したがって、ビームサイズの選択や散乱スペクトルの収集を容易にする装置開発が必要であろうし、いくつかの典型的な例を示して、その利点を宣伝することが必要ではないか。

### （2）地球科学への応用

（2-1）Nano-Geoscience への展開：地球科学の分野では、近年 Nano-Geoscience という言葉が使われるようになっており、ピストンコアなどの地球科学的試料のミクロ構造から新たな情報を抽出しようとする研究が盛んになりつつある。白色 X 線の利点を生かした以下のような応用が可能であろう。ピストンコアの内部構造プロファイルについては、これまでは、X 線透過率から密度変動（層構造）を測定するとか、X 線 CT で内部の密度構造を可視化するなどの方法で、コア試料の全長にわたる内部構造が調べられてきた。ESRF でも高分解能 X 線 CT を迅速に測定する装置が設置されているし、PF などでは微小な密度差を検出する位相 CT も開発されている。X 線 CT の機能に新たな機能を付加して、新たな白色 X 線 CT とでも言うべき装置開発が可能ではないか。例えば、透過 CT と同時に回折プロファイル（回折 CT とでもいうべきもの）を撮って結晶の同定も同時に行うとか、吸収端を利用して特定の元素分布の CT 画像を得るなどの方法が考えられる。IODP（統合深海掘削計画）が動き始めた今が好機ではなかろうか。

（2-2）環境指標試料や天然試料の微細構造分析：散乱トポグラフィは、様々な天然試料の分析に有用であろうが、多くの場合、問題となるのは、局所的な元素分析と同時に化学状態（分子などの同定）を知りたいという要求である。マイクロビームによる散乱トポグラフィと同じ光軸でラマン散乱などの測定、あるいは局所的に AFM プロブ測定などを行うなどの用途が考えられる。