

第9回 SPring-8 先端利用技術ワークショップ

～共用ビームラインを利用した先端計測技術のいま～

プログラムおよび講演概要

2月2日(木)

主催者挨拶・進行の説明など

13:00～13:05 司会挨拶、開催趣旨説明、進行説明

中村 哲也 (利用研究促進部門 分光物性IIグループ)

13:05～13:15 主催者挨拶

土肥 義治 (理事長)

時間	13:15～13:35
タイトル	放射光計測技術の多様性と可能性
講演者	櫻井 吉晴 (利用研究促進部門 部門長)
講演概要	放射光は、(1) 高い指向性、(2) 制御可能な偏光状態、(3) 赤外からX線までをカバーする幅広い利用可能なエネルギー帯、などの先端的特長を有し、物質の構成要素である電子、スピン、原子核と多種多様な相互作用をすることから、豊富な先端計測技術が開発整備されている。最近の進展として、対象物を 100 nm の空間分解能で観察する技術や実環境・実動作下で計測する技術の開発が進み、メゾスケール観察やオペランド計測の利用が広がりつつある。

13:35～13:45 休憩

セッション1

放射光X線構造解析技術

座長：大石 泰生

(利用研究促進部門 構造物性 I グループ)

時間	13：45～13：50
タイトル	セッション1 ナビゲーション
講演者	大石 泰生 (利用研究促進部門 構造物性 I グループ)

時間	13：50～14：05
タイトル	マイクロビームを利用したX線回折測定 ～局所領域の構造を明らかに～
講演者	今井 康彦 (利用研究促進部門 構造物性 I グループ)
講演概要	マイクロビームX線回折測定法は放射光の高輝度性を活かして、半導体・デバイス材料のサブミクロン領域における格子歪と格子面の傾きを同時に、高い空間分解能で測定することのできる手法である。放射光パルスと同期した外場を試料に印加するポンプ&プローブ法による時間分解測定も可能である。X線回折の測定には、X線を同軸集光する光学素子の利用が便利であるため、ゾーンプレートや複合屈折レンズを用いている。

時間	14：05～14：20
タイトル	単結晶・粉末X線回折 ～オペランド計測による構造物性研究～
講演者	杉本 邦久 (利用研究促進部門 構造物性 I グループ)
講演概要	X線回折は、物質の電子密度分布からの弾性散乱を観測する手法であり、電子密度分布の形で電子状態を解析できる。放射光を用いることにより、実験室のX線源では実現不可能な結合電子などを可視化することにより、物性の起源に迫ることができる。最近では、オペランド計測や時間分解実験に適用することにより、電子密度分布レベルでの動的挙動の解析が行われている。

時間	14：20～14：35
タイトル	表面X線回折 ～表面界面・薄膜・ナノ物質の構造解析～
講演者	田尻 寛男 (利用研究促進部門 構造物性 I グループ)
講演概要	表面X線回折法はX線の回折・散乱を利用して物質表面や薄膜の原子レベルの構造情報を得る手法である。その特別な測定配置に応じて、微小角入射X線回折法、結晶裁断ロッド(CTR)散乱法、反射率法とも呼ばれる。わずか数原子層の注目領域の原子配列を議論するため高輝度放射光が欠かせない。超高真空環境での表面新物質相のその場観察、固液界面・薄膜のオペランド計測、DAFS(Diffraction Anomalous Fine Structure)による磁性薄膜評価など計測環境は多様である。将来的には表面・界面原子のモデルフリーな3次元可視化を目指している。

時間	14 : 35～14 : 50
タイトル	高温・高圧X線構造解析 ～3000度・100GPaの世界を見る技術～
講演者	肥後 祐司 (利用研究促進部門 構造物性Iグループ)
講演概要	高温・高圧X線構造解析では高圧発生装置と高エネルギー・高フラックスの放射光X線を利用して、高圧装置内部に置かれた高温高圧状態の試料のX線回折プロファイルを短時間で得ることができる。高温高圧下では常圧と異なる様々な結晶構造や特異な物性が出現するため、新奇材料合成に利用される。また、高温高圧状態の地球・惑星内部研究のためには高温・高圧X線構造解析が不可欠である。

時間	14 : 50～15 : 05
タイトル	原子二体分布関数 (PDF) 解析 ～ランダム系物質の構造解析～
講演者	尾原 幸治 (利用研究促進部門 構造物性Iグループ)
講演概要	PDF解析は放射光の高エネルギーX線と輝度を活かして、結晶・非晶質材料の局所構造に関する情報を得る手法であり、ガラスや液体など平均構造が乱れた材料から結晶中の欠陥等の構造解析まで、その応用性は非常に高い。さらに、近年はガス・音波浮遊装置を利用することにより、超高温状態や過冷却状態の測定も可能となっている。将来的には、2次元CdTe検出器による非晶質材料の時分割PDF解析の実現を目指している。

15 : 05～15 : 20 休憩

セッション2

タンパク質・ソフトマテリアルの放射光X線構造解析技術

座長：熊坂 崇

(タンパク質結晶解析推進室 室長代理)

時間	15:20~15:25
タイトル	セッション2ナビゲーション
講演者	熊坂 崇 (タンパク質結晶解析推進室 室長代理)

時間	15:25~15:40
タイトル	X線小角散乱法 ~ソフトマテリアルの構造解析~
講演者	太田 昇 (利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)
講演概要	X線小角散乱法は、サンプルで散乱されたX線のうち散乱角が数度以下のものを計測することによって、ナノスケールからサブミクロンにわたる構造情報を得る手法であり、散乱体の大きさ、形状、周期的な構造、電子密度などを得るために利用される。ハイフラックスX線を用いた高速時分割実験による動的構造解析、マイクロビームを用いた微小領域マッピング、複数の検出器を用いた広Q実験、低バックグラウンドを利用した高精度解析等が可能となっている。

時間	15:40~15:55
タイトル	結晶プローブを用いたダイナミクス計測法 ~タンパク質1分子計測への応用~
講演者	関口 博史 (利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)
講演概要	X線1分子追跡法は、放射光の高輝度性と白色性を活かして微結晶プローブの回転運動をモニターする手法で、その角度精度は数ミリラジアン(0.05度)程度、時間分解能は数10マイクロ秒を有す。たとえば、微結晶をタンパク質分子の特定部位に標識することで、タンパク質分子の構造変化を微結晶の動きとして解析することが可能である。いわば回転運動に焦点を当てた粒子追跡法であり、流体中の局所的な粘弾性情報の可視化への応用も考えられる。

時間	15:55~16:10
タイトル	タンパク質結晶構造解析① ~高精度/高効率を可能にする測定技術~
講演者	長谷川 和也 (タンパク質結晶解析推進室 タンパク質構造解析促進グループ)
講演概要	結晶構造解析法は、タンパク質の立体構造を高分解能で解析する手法である。放射光の高輝度特性を活かすことで、良質な結晶を作ることが難しい試料の構造決定を行うことができる。また、データ測定可能な結晶を得るためや創薬研究の薬剤を探索するためには、多くの条件検討と多数の試料を測定する必要があることから、高速検出器と自動試料交換により短時間で多数の測定を可能にしている。さらに、遠隔操作による実験の省力化も実現している。特に高品質な結晶に対しては、高エネルギーX線(30 keV-)を用い、0.8 Åを超える超高分解能測定で、水素原子や電荷密度分布を可視化する環境も整っている。

時間	16 : 10～16 : 25
タイトル	タンパク質結晶構造解析② ～構造と機能を解明するための技術～
講演者	馬場 清喜 (タンパク質結晶解析推進室 タンパク質構造解析促進グループ)
講演概要	結晶構造解析は高分解能でタンパク質の構造情報を得る手法である。近年、さらに補酵素や金属原子の電子状態を計測するために顕微分光法を回折測定と組み合わせる事例が増えつつある。また、従来行われてきた低温での回折実験では凍結時の分子収縮で構造変化が見いだされ、活性温度での測定が見直されつつある。結晶のコーティングと調湿を組み合わせる HAG 法により、非凍結状態での測定を簡便に行えるようになった。将来的には結晶中での動的構造変化の解析を目指している。

16 : 25～16 : 40 休憩

セッション3

産業界に利用される放射光計測技術のいま

座長：廣沢 一郎
(産業利用推進室 室長)

時間	16:40～16:45
タイトル	セッション3 ナビゲーション
講演者	廣沢 一郎 (産業利用推進室 室長)

時間	16:45～17:00
タイトル	実験自動化技術 ～ユーザフレンドリーな測定環境～
講演者	大坂 恵一 (産業利用推進室 産業利用支援グループ)
講演概要	放射光実験において、ロボット導入などによる実験の自動化・省力化は重要な技術要素のひとつである。とりわけ、大量のサンプルを取り扱う機会が多い企業ユーザにとって、短時間で効率良くデータを収集する技術は必要不可欠なものとなりつつある。本講演では、「測定代行」など新しい形態の放射光利用方法を開拓した測定自動化技術および今後の展開について紹介する。

時間	17:00～17:15
タイトル	その場測定技術 ～モノづくりのプロセス評価技術～
講演者	佐藤 眞直 (産業利用推進室 産業利用支援グループ)
講演概要	X線分析技術のメリットは、X線の高物質透過性が可能にする反応プロセスのその場観察にある。さらに高輝度X線である放射光の利用は、高速な現象の時分割観察など、その観察対象を拡大することを可能とする。この能力を最大限に引き出すには、その観察対象に最適化するように放射光利用技術を柔軟にカスタマイズすることが重要なポイントとなる。本講演では産業分野のモノづくりのプロセス評価事例を基に、放射光を利用したその場測定技術の現状を紹介する。

17:30～19:00 技術交流会 (秋葉原 UDX 4階 NEXT-1)

2月3日(金)

9:00~10:00 個別相談会 (予約優先、4階ゲストルームC)

10:00~10:05 進行等の説明

中村 哲也 (利用研究促進部門 分光物性IIグループ)

セッション4

放射光非弾性散乱による電子状態解析技術

座長：櫻井 吉晴

(利用研究促進部門 部門長)

時間	10:05~10:10
タイトル	セッション4 ナビゲーション
講演者	筒井 智嗣 (利用研究促進部門 構造物性IIグループ)

時間	10:10~10:25
タイトル	X線コンプトン散乱 ~運動量空間でみる電子状態~
講演者	伊藤 真義 (利用研究促進部門 構造物性IIグループ)
講演概要	X線コンプトン散乱では、散乱X線のエネルギーが電子の運動量によるドップラー効果を受けるため、そのプロファイルは電子運動量密度を反映する。すなわちX線コンプトン散乱測定は、電子運動量密度分布を通じて波動関数の推定を可能とする研究手法である。物質の電子構造に関する基礎物性研究や、理論計算手法の妥当性の検証のほか、近年では、金属ケースで覆われた実商品の内部観察などにも応用されている。

時間	10:25~10:40
タイトル	核共鳴散乱 ~原子核から見た電子・格子振動状態~
講演者	筒井 智嗣 (利用研究促進部門 構造物性IIグループ)
講演概要	核共鳴散乱はフォノン励起と結合した原子核の共鳴であるメスバウアー効果を利用した計測法である。元素とサイトを特定した電子状態を得る手法として、近年、直感的なスペクトルの理解が可能となるエネルギー分散型の手法が確立された。また、核共鳴散乱で得られる元素を特定したフォノン・スペクトルは放射光を利用しなければその観測が不可能である。いずれの手法も、圧力セル中や基板中の試料でもこれらの影響を受けることなく電子状態・格子振動に関する知見が得られることが最大の特徴である。

時間	10 : 40～10 : 55
タイトル	高分解能非弾性X線散乱分光 ～フォノン分散、およびフォノンと電子・格子との相互作用～
講演者	内山 裕士 (利用研究促進部門 構造物性IIグループ)
講演概要	<p>高分解能非弾性X線散乱分光は放射光をmeV程度に単色化することにより、格子振動(フォノン)を測定する手法である。この手法では、他の手法では測定が難しい微小試料のフォノン分散を測定することができ、例えば、試料の弾性率を求めることができる。さらに、電子-フォノン相互作用といった、フォノンと他物性との相互作用を評価することも可能であり、超伝導などの物性解明に貢献している。将来的には、薄膜などの極限条件下での相互作用測定の実現を目指している。</p>

10 : 55～11 : 10 休憩

セッション5

放射光分光による電子・化学状態分析技術

座長：中村 哲也

(利用研究促進部門 分光物性Ⅱグループ)

時間	11:10~11:15
タイトル	セッション5ナビゲーション
講演者	中村 哲也 (利用研究促進部門 分光物性Ⅱグループ)

時間	11:15~11:30
タイトル	軟X線吸収 ～軽元素の高感度化学状態分析技術～
講演者	為則 雄祐 (利用研究促進部門 未踏研究領域開拓グループ)
講演概要	軟X線領域の吸収分光は、軽元素の K 殻や 3d・4d 遷移金属の L 殻を対象として、～1,000 ppm 程度の濃度で含有される元素の化学状態を分析することができる。近年では特に、試料環境の制御技術が大きく進展し、従来は扱えなかった溶液・ガス雰囲気・動作中のデバイス・反応中の触媒といった実環境下での分析も可能になっている。将来的には、イメージング手法との組み合わせや、深さ方向を分解した情報を得ることなどを目指している。

時間	11:30~11:45
タイトル	時間分解 XAFS 法 ～化学状態変化のリアルタイム観察～
講演者	加藤 和男 (利用研究促進部門 分光物性Ⅰグループ)
講演概要	時間分解 XAFS 法は、物理・化学反応過程にある試料内の測定目的元素の化学（電子）状態や局所構造の時間変化を、非破壊でリアルタイム計測できる手法である。本手法は、結晶・非晶質試料に利用でき、希薄・微量元素に対し高感度なため、幅広い研究分野で利用されている。計測方法は、クイックスキャン法とエネルギー分散法があり、試料濃度や形状により使い分けされている。現状の最高時間分解能は、ミリ秒オーダーである。

時間	11:45~12:00
タイトル	軟X線角度分解光電子分光・光電子回折 ～バンド構造と局所原子配列の解析～
講演者	室 隆桂之 (利用研究促進部門 応用分光物性グループ)
講演概要	光電子の角度分布測定法を紹介する。角度分解光電子分光ではバンド構造やフェルミ面が観測でき、光電子回折あるいは光電子ホログラフィーでは局所原子配列が観測できる。両者を用いれば、試料の表面付近の電子状態と構造が議論できる。軟X線を用いる場合、最表面から数 nm 程度までの深さである。これは、例えば単層材料などの研究に有効であろう。現状の光スポットは $\phi 100 \mu\text{m}$ 程度で、 $\phi 5 \mu\text{m}$ への高集光化を計画している。

時間	12 : 00～12 : 15
タイトル	硬X線光電子分光 ～物質内部の電子状態オペランド観察～
講演者	池永 英司 (利用研究促進部門 応用分光物性グループ)
講演概要	硬X線光電子分光 (HAXPES) は固体表面から深さ約 20 nm までの界面電子状態を非破壊で得る点でバルク敏感性に優れている手法である。広角対物レンズ (総取込み角 $\pm 32^\circ$) を用いた角度分解計測による物質内部から表面近傍の電子状態を一度に取得する深さ分析に利用される。マイクロビームとの組み合わせによるマッピング、さらに <i>in-situ</i> 電圧印加および湿潤な試料 (固気・固液界面) を対象とした電子状態オペランド観察を行うことも可能となっている。

12 : 15～13 : 15 昼食

セッション6

放射光イメージング技術

座長：上杉 健太郎

(利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)

時間	13：15～13：20
タイトル	セッション6 ナビゲーション
講演者	上杉 健太郎 (利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)

時間	13：20～13：35
タイトル	非破壊3次元マイクロイメージング法 ～X線マイクロトモグラフィーとラミノグラフィー～
講演者	星野 真人 (利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)
講演概要	X線マイクロトモグラフィー(マイクロCT)は、非破壊かつ3次元で試料の構造情報を測定する手法であり、生体試料から材料まで、幅広い試料に対して利用されている。空間分解能は、概ね画像検出器の画素サイズに依存し、1 μm 程度までの分解能で試料の観察が可能である。マイクロCTの適用が困難な、基板のような平板状試料に対しては、ラミノグラフィーによる代替測定が可能である。X線マイクロCTとラミノグラフィーの相違点や、適用例について紹介する。

時間	13：35～13：50
タイトル	X線顕微CT法 ～メゾスコピック領域の非破壊3次元定量観察～
講演者	竹内 晃久 (利用研究促進部門 バイオ・ソフトマテリアルグループ)
講演概要	SPring-8では、1 μm より小さいメゾスコピック領域の3次元内部構造の観察を目的として、X線顕微CTが開発されている。高い空間分解能を達成するために、フレネルゾーンプレートと呼ばれるX線領域用の光学素子を用いている。結像光学系、走査光学系、或いはそれらのハイブリッドが開発され細かな用途に応じて使い分けられている。本講演ではこれらの光学系と、位相コントラスト法を併用した高感度測定法を、いくつかの測定例と共に紹介する。

時間	13：50～14：05
タイトル	3D-X線トポグラフィ ～素材結晶の欠陥分布を3Dで可視化～
講演者	梶原 堅太郎 (産業利用推進室 産業利用支援グループ)
講演概要	3D-X線トポグラフィは、放射光の高輝度特性を活かして単結晶材料内部における格子欠陥の空間分布を三次元的に画像化する手法である。高エネルギーの放射光を使用することで厚い結晶であっても結晶内部を非破壊で観察することが可能であり、従来の二次元的なX線トポグラフィ観察では得られなかった知見を得ることができる。

14：05～14：20 休憩

セッション7

放射光分光によるマッピング技術

座長：宇留賀 朋哉
(利用研究促進部門 副部門長)

時間	14:20~14:25
タイトル	セッション7ナビゲーション
講演者	宇留賀 朋哉 (利用研究促進部門 副部門長)

時間	14:25~14:40
タイトル	赤外顕微分光 ~局所赤外分光による化学結合・電子状態分布の可視化~
講演者	池本 夕佳 (利用研究促進部門 分光物性IIグループ)
講演概要	赤外分光は、分子振動・格子振動、電子の低エネルギー励起を通じて物質の状態を知る手法である。赤外領域の放射光は、熱輻射光源よりも二桁以上高い輝度を持ち、回折限界に近い2~100 μm (波長に依存) での赤外顕微分光を行うことができる。1~100 μm の近赤外から遠赤外を含む広帯域をカバーする点も特徴である。利用研究分野は、異なる電子状態が共存する様子を可視化した物性物理研究、パーキンソン病の鍵となるレビー小体の構造に迫る生物研究など、幅広い。

時間	14:40~14:55
タイトル	PEEMによる顕微分光 ~20 nm 分解能のリアルタイム電子・磁気状態観察~
講演者	大河内 拓雄 (利用研究促進部門 応用分光物性グループ)
講演概要	PEEMは光照射により試料表面から放出される光電子を観察できる投影結像型の顕微鏡装置で、軟X線放射光を用いることでX線吸収(XAFS)、X線磁気円二色性(XMCD)などと同等の情報を数10~数100 nmの空間分解能で得られるため、元素分布、局所電子状態や磁区構造等の情報をリアルタイムで取得するのに利用される。パルスレーザーやパルス電流・磁場、高周波などを励起ソースとした、50~100 ピコ秒分解能のダイナミクス測定も可能である。

時間	14:55~15:10
タイトル	顕微分光イメージング法 ~化学状態イメージング技術~
講演者	新田 清文 (利用研究促進部門 分光物性Iグループ)
講演概要	顕微分光イメージング法は、試料内部の測定目的元素の化学状態・局所構造に対する2次元・3次元イメージングを行う手法である。計測方法としては、X線集光ビームを用い試料照射位置を走査する走査型と、試料からのX線透過像を計測する全視野型があり、測定対象の元素濃度や試料形状等により使い分けを行っている。現状の最高空間分解能は、両手法とも100 nm程度である。現在、計測の迅速化や <i>in-situ</i> 計測への取り組みを行っている。

時間	15 : 10～15 : 25
タイトル	X線磁気円二色性 (XMCD) による磁気解析 ～走査型磁気イメージング～
講演者	鈴木 基寛 (利用研究促進部門 分光物性 I グループ)
講演概要	放射光ナノビームを用いた走査型磁気イメージング法では、磁性体試料の磁区構造を 100 nm の空間分解能で観察することができる。測定は非破壊で行われ、表面処理等もほとんど必要ないため、ありのままの状態の試料を観察できる。強磁場を印加できるため、飽和/減磁過程での磁区構造変化を追跡できる。また、元素分布、組織構造、試料形状等の情報も得られる。SEM と同等の空間分解能を備え、SEM にはない多くの特色をもつ磁気顕微鏡について、観察例を交えて紹介する。

15 : 25～16 : 00 総合討論

司会 : 櫻井 吉晴 (利用研究促進部門 部門長)

16 : 00～17 : 00 個別相談会 (予約優先、4階ゲストルーム C)